

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO  
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E ENGENHARIAS  
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS FLORESTAIS E DA MADEIRA

FABÍOLA MARTINS DELATORRE

INVESTIGANDO AS VARIÁVEIS DO PROCESSO DE PIRÓLISE NA  
PRODUÇÃO DO CARVÃO VEGETAL PARA SEU USO EM  
BIOCOMPÓSITOS

JERÔNIMO MONTEIRO  
ESPÍRITO SANTO

2022

FABÍOLA MARTINS DELATORRE

INVESTIGANDO AS VARIÁVEIS DO PROCESSO DE PIRÓLISE NA  
PRODUÇÃO DO CARVÃO VEGETAL PARA SEU USO EM  
BIOCOMPÓSITOS

Monografia apresentada ao  
Departamento de Ciências  
Florestais e da Madeira da  
Universidade Federal do Espírito  
Santo, como requisito parcial para  
obtenção do título de Engenheira  
Industrial Madeireira.

JERÔNIMO MONTEIRO

ESPÍRITO SANTO

2022

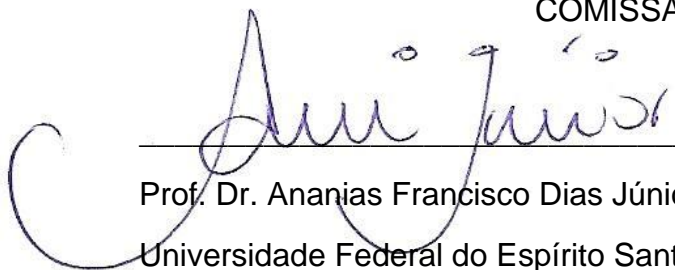
FABÍOLA MARTINS DELATORRE

INVESTIGANDO AS VARIÁVEIS DO PROCESSO DE PIRÓLISE NA  
PRODUÇÃO DO CARVÃO VEGETAL PARA SEU USO EM  
BIOCOMPÓSITOS

Monografia apresentada ao Departamento de Ciências Florestais e da Madeira da  
Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do título  
de Engenheira Industrial Madeireira.

Aprovada em 23 de dezembro de 2022

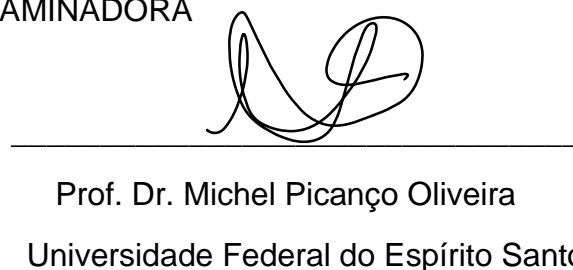
COMISSÃO EXAMINADORA



---

Prof. Dr. Ananias Francisco Dias Júnior  
Universidade Federal do Espírito Santo

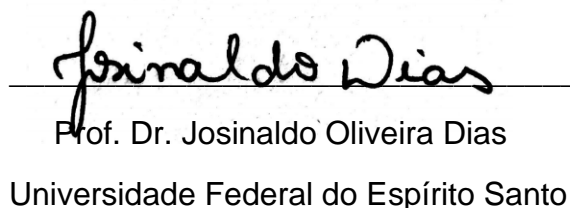
Orientador



---

Prof. Dr. Michel Picanço Oliveira  
Universidade Federal do Espírito Santo

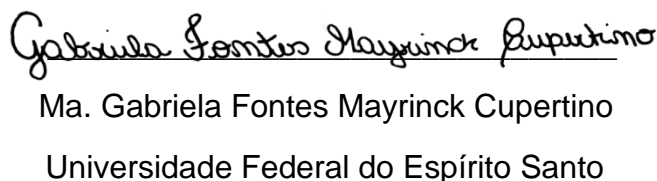
Conselheiro



---

Prof. Dr. Josinaldo Oliveira Dias  
Universidade Federal do Espírito Santo

Avaliador



---

Ma. Gabriela Fontes Mayrinck Cupertino  
Universidade Federal do Espírito Santo

Avaliadora

*Dedico*

*Aos meus pais Maria Aparecida e Jacir Sales (in memoriam), que não mediram esforços para que eu pudesse alcançar meus objetivos.*

**Ciência é isso...**

*Quem trabalha com pesquisa tem “algo a mais” nas veias.  
Não consegue viver sem ela, pois se tirarem de seu corpo,  
perde a essência de sua vida profissional,  
perde aquele motorzinho que às vezes falha,  
mas não o larga na mão.  
Se confunde com persistência,  
que parece sem fim.  
Ela é tão forte em nós,  
que chegam até  
a nos considerar chatos.  
Não deve ser fácil conviver com pesquisador.  
Mas pesquisa é isso!  
Abnegação  
Comprometimento  
Humildade  
Persistência,  
vontade de fazer algo que se torne em benefícios para muitos.  
É utilizá-la em favor de quem necessita.  
É promover desenvolvimento responsável.*

- Erich Collicchio

## AGRADECIMENTOS

A Deus e aos meus anjos da guarda, pela minha vida, proteção e por toda coragem concedidas;

À minha família, por sempre me apoiarem, incentivarem, em especial minha mãe Maria Aparecida Martins de Souza, meu pai Jacir Sales Delatorre (*in memoriam*) e minha tia Adriana Martins de Souza que nunca pouparam esforços para que eu pudesse me dedicar aos estudos, apesar das dificuldades. Sem o apoio de vocês eu não seria quem sou hoje e não teria chegado onde estou. Obrigada por acreditarem tanto em mim, por serem ouvidos, abraços e coração, meu porto seguro e alicerce.

À Jéssica da Silva Barbosa, por todo incentivo, amor e companheirismo. Você foi crucial em toda essa jornada. Agradeço por todo apoio, carinho e cuidado, por sempre me encorajar a traçar meus sonhos e objetivos. Obrigada por ser exatamente como você e acreditar tanto em mim.

Aos meus amigos, que durante a universidade foram meu maior apoio, Stéffany de Lima Araújo, Lorrainy de Jesus Oliveira e Lucas Braga Mulin. Especialmente a Stef, que quando falo de você, meu coração enche de admiração e gratidão. Admiro muito a mulher que você é. Obrigada por tudo!

Ao meu orientador, amigo, Prof. Ananias Francisco Dias Júnior, pela orientação, disponibilidade, ensinamentos, amizade e por acreditar em mim deste a primeira vez que conversamos. Agradeço pela confiança em meu trabalho e pelos sábios conhecimentos e conselhos. Aos membros da banca, Prof. Josinaldo de Oliveira Dias e Ma. Gabriela Fontes Mayrinck Cupertino e meu Conselheiro Prof. Michel Picanço Oliveira por contribuírem desde a execução e avaliação da pesquisa. Estendo minha gratidão ao Prof. Demetrius Profeti, Prof. Luciene Paula Roberto Profeti e ao Prof. Michel Picanço Oliveira, por toda contribuição no desenvolvimento das análises e por sempre deixarem as portas abertas do laboratório.

Ao Prof. Josinaldo de Oliveira Dias, por estar sendo meu amigo, companheiro e incentivador nessa jornada. Agradeço por dividir conhecimentos e oportunidades. Acrescento também a Gabriela Fontes Mayrinck Cupertino, minha Gabs, que desde que entrou no laboratório é minha grande amiga, que divido minhas conquistas e anseios. Obrigada por acreditar em mim até mesmo quando não acreditei.

À toda equipe do Laboratório de Energia da Biomassa (LEB/UFES) e amigos de Jerônimo Monteiro, Aécio Dantas de Sousa Júnior, Alfredo José dos Santos Junior, Álison Moreira da Silva, Allana Katiussya Silva Pereira, Bruna da Silva Cruz, Elias Costa de Souza, Gabriela Fontes Mayrinck Cupertino, João Gilberto Meza Ucella Filho, João Marcelo Ribeiro Macedo, Luis Filipe Cabral Cezário, Marina Passos de Souza e Tayná Rebonato Oliveira, obrigada por todas as risadas e por serem minha família nessa trajetória.

À Universidade Federal do Espírito Santo, ao Departamento de Ciências Florestais e da Madeira e ao curso de Engenharia Industrial Madeireira, por proporcionar um ambiente importante de formação, aprendizado e de novas oportunidades. Aos docentes, pelo comprometimento e dedicação em compartilhar conhecimentos.

Agradeço a todos que de alguma forma contribuíram para que eu pudesse chegar onde estou.

## RESUMO

O carvão vegetal possui potencial para uso como agente de reforço em biocompósitos? Esse material possui características, como elevado teor de carbono e elevada área superficial, trazendo um viés interessante para uso em biocompósitos. Contudo, essas características dependem das variáveis do processo, como por exemplo, a temperatura final. O objetivo do estudo é investigar a obtenção de carvão vegetal em três temperaturas de pirólise (400, 600 e 800°C), visando adequar o seu uso como matéria-prima para a produção de biocompósitos. Os compósitos foram produzidos na proporção de 0 e 30% de carvão vegetal nas temperaturas finais do presente estudo, utilizando como matriz polimérica a resina poliéster. O carvão vegetal foi caracterizado quanto a densidade aparente, porosidade, análise morfológica, composição química imediata, espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e espectroscopia de fotoelétrons de raios-X (XPS). A fim de verificar as interações os biocompósitos foram avaliados quanto à resistência à flexão, tração e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O carvão vegetal produzidos a 800°C apresentaram potencial interessante como cargas de matriz polimérica devido à sua maior porosidade (81,08%), teor fixo de carbono (96,77%) e hidrofobicidade. Os resultados revelaram uma melhora na resistência à ruptura e no módulo de elasticidade dos biocompósitos em temperaturas mais elevadas, especialmente a 800°C, com maior resistência à ruptura (84,11 MPa), módulo de elasticidade (4064,70 MPa) e tração (23,53 MPa). A microscopia eletrônica de varredura revelou melhora na morfologia, com diminuição de trincas a 800°C, o que causou maior adesão à matriz de poliéster. Os resultados indicaram um aumento na resistência à flexão e melhoria da superfície hidrofóbica dos biocompósitos utilizando carvão vegetal com temperaturas elevadas, onde materiais com maior hidrofobicidade garante maior compatibilidade com os biocompósitos.

**Palavras-chaves:** Materiais carbonosos, compósitos, biomateriais de base florestal.



## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 O problema e sua importância .....	3
1.2 Objetivos .....	3
1.2.1 Objetivo geral.....	3
1.2.2 Objetivos específicos.....	4
2. REFERENCIAL TEÓRICO .....	4
2.1 Pirólise da madeira .....	4
2.2 Variáveis do processo de pirólise e a relação com as características do carvão vegetal .....	5
2.3 Biocompósitos carbonáceos .....	6
3. METODOLOGIA.....	8
3.1 Caracterização da biomassa e produção de carvão vegetal.....	8
3.2 Obtenção e caracterização do carvão vegetal .....	9
3.3 Análise visual de microestruturas dos finos de carvão vegetal .....	9
3.4 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) .....	10
3.5 Espectroscopia de fotoelétrons de raios-x (XPS).....	10
3.6 Produção e caracterização dos biocompósitos .....	11
3.6.1 Ensaio mecânicos .....	11
3.6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura dos Biocompósitos .....	11
3.7 Análise de dados.....	12
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	12
5. CONCLUSÃO.....	25
6. REFERÊNCIAS.....	25
Apêndice A – Carvão vegetal.....	31
Apêndice B – (B1) resistência à flexão e (B2) resistência à tração dos biocompósitos produzidos com carvão vegetal em diferentes temperaturas de pirólise. ....	32

## TABELAS

Tabela 1 – Comportamento dos espectros do carvão vegetal. ....	20
--	----

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Modelo de pirólise de Kanuaru e Blackshear. ....	4
Figura 2 – Ciclo de vida dos biocompósitos. ....	7
Figura 3 – Rendimento do carvão vegetal.....	13
Figura 4 – (a) densidade aparente e (b) porosidade do carvão vegetal produzido em diferentes temperaturas de pirólise. ....	14
Figura 5 – Composição química imediata do carvão vegetal. ....	15
Figura 6 – Microscopia confocal da estrutura anatômica transversal do carvão vegetal produzido a 400°C (a-b), 600°C (c) e 800°C (d). ....	16
Figura 7 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura de amostras de finos de carvão vegetal a 400°C (a), 600°C (b) e 800°C (c) com ampliação $\times 300$ . ....	17
Figura 8 – Espectros de FTIR do carvão vegetal produzidos em diferentes temperaturas de pirólise.....	18
Figura 9 – Espectroscopia de fotoelétrons de raios-x (XPS) do carvão vegetal em temperaturas de 400°C (a), 600°C (b) e 800°C (c). ....	19
Figura 10 – (a) Resistência à ruptura e (b) módulo de elasticidade dos biocompósitos produzidos com carvão vegetal produzidos em diferentes temperaturas de pirólise.....	22
Figura 11 – Resistência à tração de biocompósitos produzidos com carvão vegetal obtidos a diferentes temperaturas de pirólise.....	23
Figura 12 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura de biocompósitos produzidos com amostras de carvão vegetal sintetizadas a 400 (a), 600 (b), 800°C (c) e controle (d) em ampliação $\times 300$ . ....	24

## 1. INTRODUÇÃO

Os compósitos poliméricos, definidos como materiais multifuncionais e versáteis, estão se tornando cada vez mais importantes entre os materiais de construção e atualmente são aplicados em várias áreas, tais como: automotivo e aviação, biomedicina e engenharia civil. Com isso, diversos estudos têm buscado o desenvolvimento de novos materiais que atendem as atuais demandas tecnológicas, os setores industriais e, com baixo impacto ao ambiente. O interesse crescente aumentou no uso de compósitos reforçados com fibras/finos naturais entre os pesquisadores, sendo cada vez mais utilizadas como substituto das fibras sintéticas no reforço de compósitos de matriz polimérica (AKALUZIA et al., 2021). Diante do sucesso do uso de fibras para produção de biocompósitos, a ciência tem proposto a utilização e estudos de novos bio-reforços, com características sustentáveis.

Dentre estes, tem-se o carvão vegetal, produzido em grande escala no Brasil. Os enchimentos de carbono, como por exemplo o grafite, antracite, shungita, nanotubos de carbono são muito populares, porém em comparação ao carvão vegetal, de difícil obtenção e menos sustentáveis. Acredita-se, que o carvão vegetal pode ser uma matéria-prima no desenvolvimento de novos materiais, por exemplo, agentes de reforços na produção de biocompósitos poliméricos, termoplásticos e/ou termorrígidos, e usado em diversas aplicações industriais. Essa hipótese é baseada na sua elevada constituição de carbono, porosidade, área superficial, capacidade de absorção de forma irreversível e por ter características próximas do grafeno, grafite e diamante, porém com maior facilidade de produção (AKALUZIA et al., 2021; POLOK-RUBINIEC; WŁODARCZYK-FLIGIER, 2020), acrescida ao fato que as condições de pirólise podem ser controladas para a obtenção dessas propriedades. Sendo assim, como avaliar quais os melhores parâmetros para o uso de carvão vegetal no desenvolvimento de novos biocompósitos poliméricos?

A pirólise ocorre em presença controlada de oxigênio em temperaturas superiores a 300°C, sendo afetada pela temperatura final, pressão, tempo de permanência e taxa de aquecimento (MA et al., 2017). Dessa forma, se faz necessário investigar os parâmetros relevantes que originam o carvão vegetal, principalmente a temperatura final, pois é dela que todas demais as características do carvão vegetal são afetadas quando se almeja produzir biocompósitos carbonáceos (ILOMUANYA et

al., 2017).

A grande parte da produção de polímeros é proveniente de combustíveis fósseis, os quais acabam por introduzir grandes impactos ambientais, devido a inércia química, física e biológica destes tipos de materiais (AKALUZIA et al., 2021). Atualmente, as pesquisas direcionadas à produção de novos materiais com características sustentáveis tem se intensificado visando contornar os referidos impactos ao ambiente (HOLMES, 2019). Contudo, estudos envolvendo a síntese de materiais poliméricos com aditivos carvão vegetal ainda são incipientes. A produção desse tipo de material desponta como uma alternativa aos produtos poliméricos de origem puramente fóssil e poderia ainda agregar valor à essa biomassa abundante e de característica renovável.

Ainda há poucos estudos sobre o uso de carvão vegetal na produção de biocompósitos (AKALUZIA et al., 2021; KUMAR; DAS, 2021; POLOK-RUBINIEC; WŁODARCZYK-FLIGIER, 2020). De maneira geral, as pesquisas realizadas analisaram os compósitos com preenchimento de carvão vegetal, quanto as propriedades térmicas, mecânicas e elétricas, em busca de se conhecer tais propriedades e seu comportamento. Os estudos citados atestaram os efeitos benéficos da inserção do carvão vegetal em matrizes poliméricas, nas propriedades de reforço do material. Contudo, o carvão vegetal é um material produzido em abundância para a produção de energia, entre outras aplicações, e que tem potencial para esta finalidade de uso como aditivo.

A produção do carvão vegetal é dependente da temperatura de pirólise e a mesma pode proporcionar características variáveis para o uso como preenchedores de matrizes poliméricas. Direcionar a temperatura de pirólise adequada para que se possa usar o carvão vegetal na produção de biocompósitos requer uma resolução urgente para o desenvolvimento de novos produtos carbonosos. O carvão vegetal resultantes do processo de pirólise de qualquer biomassa representam uma alternativa eficiente para produção de compósitos sustentáveis, pois sua estrutura carbonosa, porosa e hidrofóbica permite maior interação com a matriz polimérica (POLOK-RUBINIEC; WŁODARCZYK-FLIGIER, 2020). Com isso, o objetivo deste estudo é identificar as propriedades do carvão vegetal sob diferentes temperaturas de pirólise e verificar se as temperaturas de pirólise influenciam nas características dos biocompósitos.

## **1.1 O problema e sua importância**

Os compósitos são materiais tecnologicamente estratégicos com diversas aplicações em biomedicina, engenharia, arquitetura, odontologia, entre outras. No entanto, materiais derivados de petróleo não biodegradáveis são matéria-prima para a produção desses materiais. Pesquisadores têm investigado amplamente o desenvolvimento de biocompósitos para oferecer um apelo sustentável aos sistemas de produção, pois são produtos estratégicos, eficientes, economicamente viáveis, ambientalmente corretos e que agregam valor ao carvão vegetal (AKALUZIA et al., 2021). Acredita-se que nenhum estudo técnico ou científico tenha examinado o potencial prático de carvão como reforço em matrizes poliméricas. A utilização desse resíduo em biocompósitos poliméricos pode reduzir custos.

Nossa proposta contempla dois dos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável desenvolvidos com a participação de líderes mundiais e organizações não governamentais internacionais. Estes são o Objetivo 9, que visa “Construir infraestrutura resiliente, promover a industrialização inclusiva e sustentável e fomentar a inovação” e o Objetivo 12, que visa “Garantir padrões sustentáveis de produção e consumo”. A Política Nacional de Resíduos Sólidos (Lei 12.305/2010) prevê essa ação, incentivando o reaproveitamento e valorização dos resíduos (BRASIL, 2009; BRASIL, 2010). O Brasil ainda precisa desenvolver planos setoriais para reduzir esse acúmulo de resíduos, mas o planejamento ou regulamentação do desenvolvimento nacional ainda ignora a maioria dessas políticas e instrumentos. Além disso, cabe ressaltar que este estudo pode impactar a sociedade, uma vez que os biocompósitos fabricados com carvão vegetal beneficiarão pequenos e médios produtores desta matéria-prima. Este estudo auxilia a gestão pública e as empresas no planejamento de metas futuras para resíduos de carvão vegetal, que irão gerar e desenvolver novos materiais para diversos setores industriais, como construção civil, automotivo, biomédico, entre outros.

## **1.2 Objetivos**

### **1.2.1 Objetivo geral**

Investigar as variáveis do processo de pirólise sob diferentes temperaturas finais e as propriedades do carvão vegetal e analisar as principais características

dessas temperaturas às propriedades mecânicas e microestruturais dos biocompósitos.

### 1.2.2 Objetivos específicos

- i. Avaliar as características físicas, químicas, mecânicas e microestruturais do carvão vegetal;
- ii. Analisar o efeito da adição de carvão vegetal sobre as propriedades químicas, mecânicas e microestruturais dos biocompósitos produzidos;
- iii. Verificar possíveis relações entre a temperatura de pirólise do carvão vegetal e as propriedades dos biocompósitos.

## 2. REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Pirólise da madeira

A pirólise é um processo de degradação térmica que ocorre na ausência total ou parcial de oxigênio, produzindo três produtos principais: produto sólido (carvão vegetal), líquido (líquido pirolenhoso) e gasoso (gases não-condensáveis) (VILELA, 2014). As quantidades dependem da metodologia utilizada, processo e característica do material. Kanuary e Blackshear (1970) apresenta um esquema de pirólise em função da exposição ao calor (Figura 1).

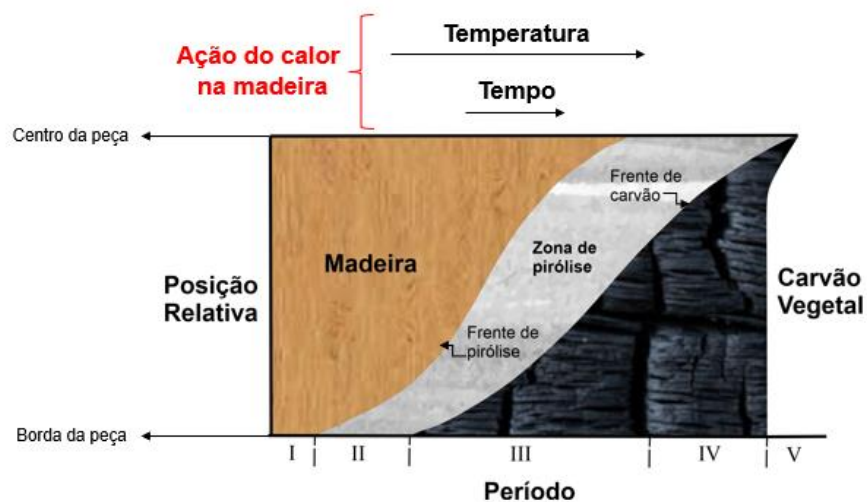


Figura 1 – Modelo de pirólise de Kanuaru e Blackshear.

Fonte: Adaptado de CETEC (1982).

Conforme os autores e de acordo com a Figura 1, no Período I ocorre em temperaturas até 200°C, onde a madeira está em seu estado original, ocorrendo a saída de água da madeira, o calor se dissipa por condução térmica. No Período II inicia-se na superfície externa da madeira a decomposição, chamada de “frente de pirólise”, que se situa entre a madeira e a “zona ou camada de pirólise”. A madeira sofre as primeiras modificações devido ao calor, sendo iniciada na superfície externa da madeira para a interna, permanecendo sem nenhuma modificação. A próxima etapa é o Período III, que já alcança o centro da peça, a transferência de calor e através da condução e convecção. No Período IV ocorre o desaparecimento da madeira do seu estado inicial, apresentando uma pequena parte da zona de pirólise e uma parte mais robusta de camada de carvão vegetal. O último período, ou seja, Período V, a camada de carvão vegetal é predominante, formando uma única camada, a camada do carvão vegetal.

A pirólise é caracterizada pelo aumento constante da temperatura (Figura 1), as características dos produtos formados dependem de vários fatores, onde os processos e objetivo final devem ser bem definidos e controlados, tais como: temperatura final, pressão, taxa de aquecimento e tempo de permanência. O controle da entrada do oxigênio, espécie e qualidade da espécie utilizada, umidade, exerce um papel crucial na eficiência e obtenção do produto (BRITO, 1982). As demais variações que interferem na produção são decorrentes do dimensionamento e da capacidade dos equipamentos empregados, manuseio do processo (VILELA, 2014). Nesse sentido, a qualidade do material termodegradado é determinada por suas propriedades físicas e químicas, que variam em função de sua matéria-prima e processo de pirólise.

## **2.2 Variáveis do processo de pirólise e a relação com as características do carvão vegetal**

O carvão vegetal contém carbono quase em sua totalidade, sendo um material poroso e capacidade de adsorção (DIAS JÚNIOR et al., 2017). A qualidade do carvão que será obtida depende diretamente da espécie que será utilizada, tamanho da madeira e processo de pirólise (DE PAULA PROTÁSIO et al., 2021). A qualidade do carvão vegetal depende de suas propriedades físicas, químicas e mecânicas: densidade, porosidade, umidade, poder calorífico, resistência mecânica ou



friabilidade, e composição química (materiais voláteis, cinzas e carbono fixo) (DIAS JUNIOR et al., 2020). A densidade básica é o principal parâmetro de qualidade da madeira, por ter uma relação direta em suas propriedades (DIAO et al., 2022). Tendo uma forte correlação da densidade do carvão vegetal (VALE; DIAS; SANTADA 2010), sendo que quanto mais denso, maior é quantidade de energia por unidade de volume, além de caracterizar também um produto menor friável (DELATORRE et al., 2020). A densidade aparente considera os poros do carvão vegetal e a densidade à granel considera a quantidade de carvão vegetal em um recipiente de volume conhecido. A porosidade prever os espaços vazios, característica no qual influencia na reatividade e higroscopicidade (DIAS JÚNIOR et al., 2016).

O teor de umidade deve ser o menor possível, pois madeiras que apresentam alta umidade são susceptíveis a trincas, gerando maiores quantidades de finos, devido a pressão e o calor da água que exercerá no interior dos poros ao sair (DE PAULA PROTÁSIO et al., 2021). A friabilidade é um parâmetro que tem relação direta com a resistência mecânica do material, temperaturas elevadas geralmente geram maiores quantidades de finos. Na análise imediata, espera-se elevado teor de carbono fixo e menor presença de materiais voláteis.

### **2.3 Biocompósitos carbonáceos**

Dada a preocupação com questões ambientais e a preservação de seus recursos naturais, aumentou-se a preocupação com o desenvolvimento e produção de materiais com matérias-primas não renováveis (HASAN; HORVÁTH; ALPÁR, 2020; JEYAPRAGASH; SRINIVASAN; SATHIYAMURTHY, 2020; SHAHINUR et al., 2022). O emprego de materiais naturais como reforço em compósitos poliméricos aumentou de forma significativa, devido ao seu baixo custo de aquisição e sustentabilidade do material, quando comparado a outros materiais não renováveis tradicionalmente utilizados, como fibras de aramida, vidro e carbono (MAHMUD et al., 2021). Além de possuírem características desejáveis como, biodegradação, baixa densidade, menor abrasão, propriedades isolantes e menor risco à saúde (CISNEROS-LÓPEZ et al., 2017; GHOLAMPOUR; OZBAKKALOGLU, 2020). As fibras/finos vegetais, são alternativas renováveis e biodegradáveis para a substituição de compósitos à base de materiais sintéticos (JEYAPRAGASH; SRINIVASAN; SATHIYAMURTHY, 2020). O uso destes materiais na produção de compósitos

poliméricos é intitulado de bio-reforço. Os bio-reforços podem ser utilizados na forma de fibras ou partículas, fornecendo maior resistência e rigidez ao compósito (AKALUZIA et al., 2021).

As características mais importantes dos compósitos com bio-reforços são a sua biodegradabilidade. Na Figura 2 mostra que, ao final de sua vida útil, esses biocompósitos podem ser completamente decompostos em água e dióxido de carbono através da degradação por microrganismos após o enterramento no solo, ou incinerados sem emissões de gases tóxicos.

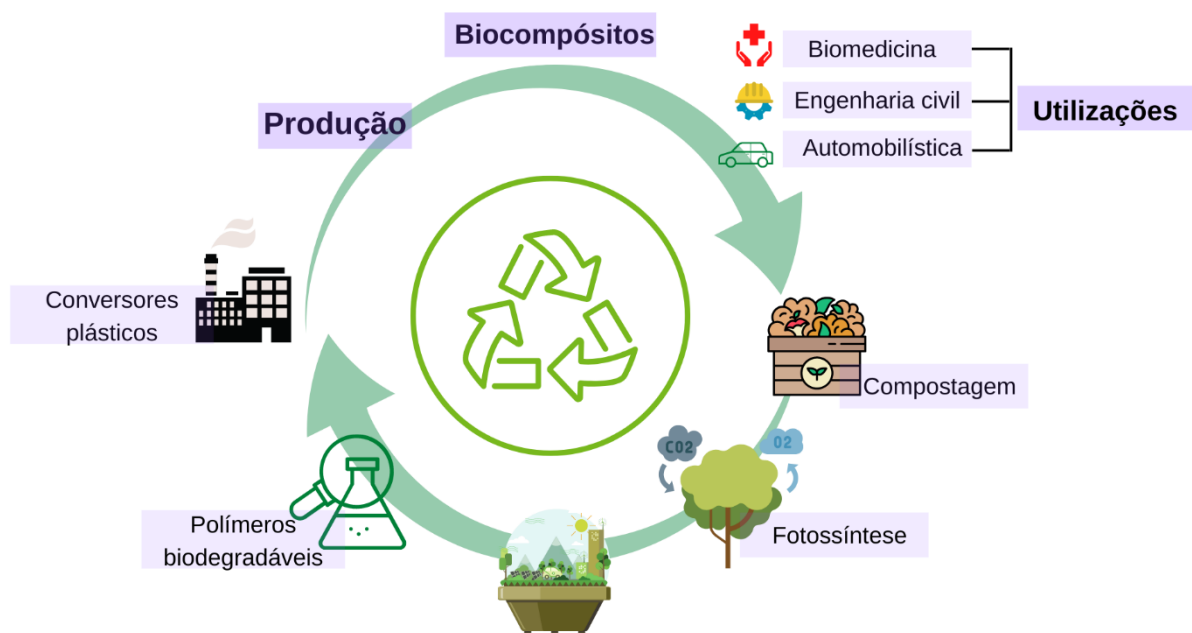


Figura 2 – Ciclo de vida dos biocompósitos.

Fonte: Adaptado de Goda e Gao (2007).

Conseqüentemente, os biocompósitos de finos/fibras naturais são um material renovável, ecológico e biodegradável. Um estudo sobre a fabricação de biocompósitos foi inicialmente relatado por Herrmann, Nickel e Riedel (1998) onde se incorporou fibras naturais de linho em uma matriz biopolimérica feita de derivados de celulose, amido e ácido láctico. No que diz respeito das propriedades mecânicas desse estudo, os biocompósitos são comparáveis aos conhecidos compósitos reforçados com fibra de vidro. Grandes avanços tem sido realizados no desenvolvimento de materiais, mas desafios tecnológicos tem requerido materiais mais sofisticados e em paralelo que sejam econômicos e sustentáveis. Nos últimos 35 anos, com o desenvolvimento dos biocompósitos com reforços naturais e mais recentemente com polímeros reforçados

com fibras de carbono (POLOK-RUBINIEC; WŁODARCZYK-FLIGIER, 2020), a crescente utilização desses polímeros vem com o intuito de gerar novas alternativas para a utilização de resíduos, visando uma melhor qualidade de característica e propriedades em relação aos produtos e materiais convencionais. A tecnologia de compósitos vem sendo utilizados em diversos segmentos, como: bioengenharia, aeronáutica, construção civil, biomedicina, naval, dentre outros (AL-OQLA; OMARI, 2017; MANU et al., 2022).

Polok-Rubiniec; Włodarczyk-Fligier (2020) enfatiza que os biocompósitos reforçados com materiais em partículas, como o carvão vegetal, têm a vantagem de serem mais resistentes e mais leves que muitos materiais usados tradicionalmente, suas características vêm demonstrando promissora em diversos segmentos por apresentarem baixa densidade, alta resistência, alto módulo de elasticidade, alta resistência química e possibilidade de fabricação de peças de diversas formas. Os biocompósitos com biomateriais de carbono estão atraindo enorme atenção devido às suas propriedades elétricas, físicas, mecânicas e químicas, que levam sua ampla utilização, incluindo aplicações sensoriais, biológicas e médicas (AKALUZIA et al., 2021; POLOK-RUBINIEC; WŁODARCZYK-FLIGIER, 2020).

### **3. METODOLOGIA**

#### **3.1 Caracterização da biomassa e produção de carvão vegetal**

Para a produção do carvão vegetal, foi utilizado madeira como matéria-prima, proveniente de um plantio de *Eucalyptus saligna*, com idade de dez anos. As propriedades físicas de densidade básica NBR 11941 (ABNT, 2003), composição química a base de teor de extrativos, lignina e hemiceluloses TAPPI T-222 (TAPPI, 1974) e TAPPI T-12 (TAPPI, 1975), teor de cinzas ASTM D-1102 (ASTM, 2021) e porosidade NBR 9165 (ABNT, 1985) foram determinadas.

Em seguida, os cavacos foram passados no moinho de martelo e, posteriormente no moinho de facas, para diminuição da sua área superficial e posteriormente submetidos ao processo de pirólise seguindo as descrições de Dias Junior et al. (2020). A madeira, previamente secas em estufa a  $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ , foram pirolisadas em um reator metálico no interior de um forno tipo mufla, com atmosfera

inerte, pela inserção de gás nitrogênio com fluxo contínuo (3 ml.min<sup>-1</sup>). Os cavacos foram pirolisados a temperaturas de 400, 600 e 800°C, a uma taxa de aquecimento de 10°C.min<sup>-1</sup>, iniciando-se a 30°C, até atingirem a temperatura final, onde permaneceram por 120 min de acondicionamento. Após cada processo, o carvão vegetal produzido teve sua massa mensurada, enquanto o líquido pirolenhoso obtido pela condensação dos gases foi avaliado segundo sua quantidade de massa e volume de líquido. Por consequência, os rendimentos gravimétricos em carvão vegetal, de líquido pirolenhoso e de gases não-condensáveis, em relação à massa inicial dos cavacos de madeira, foram determinados com o auxílio das Equações 1, 2 e 3.

$$RCV = \left( \frac{M_{cv}}{M_m} \right) \times 100 \quad (1)$$

$$RLP = \left( \frac{M_{lp}}{M_m} \right) \times 100 \quad (2)$$

$$RGNC = 100 - (RCV + RLP) \quad (3)$$

Em que: RCV = rendimento em carvão vegetal (%); M<sub>cv</sub> = massa do carvão vegetal (g); M<sub>m</sub> = massa seca da madeira (g); RLP = rendimento em líquido pirolenhoso (%); M<sub>lp</sub> = massa do líquido pirolenhoso (g); RGNC = rendimento em gases não-condensáveis (%).

### 3.2 Obtenção e caracterização do carvão vegetal

Os finos de carvão vegetal foram moídos em um moinho de bolas MA-500 por três horas e, em seguida, homogeneizados em uma peneira de malha 250 mesh (0,056 mm) (Apêndice A) de acordo com as condições propostas neste estudo. Com o intuito de diminuição da sua área superficial. A determinação da densidade aparente foi feita pelo método de divisão da massa da amostra de carvão vegetal pelo seu volume, ( $D_{ap} = \text{massa/volume}$ , em g.cm<sup>-3</sup>). A porosidade foi determinada seguindo as descrições da norma NBR 9165 (ABNT, 1985). A determinação dos teores de materiais voláteis, cinzas e carbono fixo, foram realizados segundo a norma ASTM D-1762 (ASTM, 2021). Os finos de carvão vegetal foram secos em estufa com circulação de ar a 103 ± 2°C por 24 horas.

### 3.3 Análise visual de microestruturas dos finos de carvão vegetal

Essa investigação foi feita em dois momentos. No primeiro, com o auxílio do

Microscópio Confocal Olympus LEXT – 3D Measuring L. Microscope 4000, identificando indícios da degradação ou manutenção do carvão vegetal sólido em cavaco, antes da maceração. As imagens foram realizadas por meio de uma lente objetiva de ampliação 50x (abertura numérica de 0,95; com campo de visão de 0,26 mm x 0,26 mm e distância de amostragem de cerca de 0,25  $\mu\text{m}$ ) e uma lente objetiva de ampliação de 100x (abertura numérica de 0,95, com campo de visão de trabalho de 0,13 mm x 0,13 mm e distância de amostragem de 0,13  $\mu\text{m}$ ). Comprimento de onda do feixe de luz de 405 nm. Para o tratamento das imagens obtidas utilizou-se o software OLS4000 2.1. No segundo momento, a análise foi realizada a microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos finos de carvão vegetal (250 *mesh* - 0,056 mm). Esse material foi fixado em um suporte metálico com fita de carbono e metalizadas com ouro em sistema Balzers Union SCD 030. Isso garantiu a varredura precisa dos elétrons secundários durante a microscopia usando um microscópio eletrônico de varredura JSM- IT200 (Tóquio, Japão), operando a 10Kv. As imagens SEM foram adquiridas usando o software proprietário JEOL.

### **3.4 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)**

Para a caracterização das estruturas aromáticas (grupos funcionais e ligações químicas) dos finos de carvão vegetal, foi realizado a análise de espectroscopia na região do infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) realizada em um equipamento Bruker (modelo Tensor 27), utilizando um acessório de reflectância total atenuada (ATR). Os espectros foram obtidos na região espectral de 4000 a 600  $\text{cm}^{-1}$  com resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$  e aquisição com 32 varreduras.

### **3.5 Espectroscopia de fotoelétrons de raios-x (XPS)**

Foi utilizado um espectrômetro K-Alpha (*Thermo Scientific*) do Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano) do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM, Brasil), para realização das análises de espectroscopia de fotoelétrons de raios-X (XPS), objetivando a análise da energia de superfície dos finos de carvão vegetal. Uma fonte de raios-X monocromática Al K $\alpha$  (1486,6 eV) com potência de 300 W, em um ângulo de decolagem de 30° em relação à superfície das amostras, foi utilizada. As medições ocorreram sob alto vácuo de 5 x 10<sup>-10</sup> mbar, à

temperatura ambiente. A área investigada foi  $9 \times 9 \text{ mm}^2$ . A obtenção dos espectros se deu em uma faixa de energia de ligação de 0 a 1150 eV, com a realização de três varreduras com energia de passagem de 160 eV e resolução de 1 eV.

### **3.6 Produção e caracterização dos biocompósitos**

A matriz polimérica utilizada foi a resina de poliéster (UC 2120 AC PLUS), com peso molecular  $M_n = 9 \times 10^3 \text{ g.mol}^{-1}$ , bem como o catalisador de butanox (São Paulo, Brasil), fornecidos pela Redelease (Brasil). Os biocompósitos foram produzidos utilizando resina de poliéster para verificar a viabilidade do carvão vegetal como enchimento na matriz polimérica. Os biocompósitos foram produzidos na proporção de 30% de carvão vegetal em diferentes temperaturas finais (400, 600 e 800°C) de carvão vegetal. O catalisador foi adicionado a 2% de resina em peso, conforme sugerido pelo fabricante. Posteriormente, a mistura do carvão e da matriz polimérica foi realizada em agitador mecânico por três minutos para melhor homogeneização das amostras. A mistura foi despejada no molde de silicone e colocada em um reator de ar comprimido da empresa MM (Lavras, Brasil). Após 24 horas de cura sob a pressão de 90 bar, ocorreu a polimerização completa

#### **3.6.1 Ensaios mecânicos**

Ensaios mecânicos foram realizados para verificar as propriedades deste material. Os ensaios de flexão e tração foram realizados utilizando-se uma máquina de ensaio mecânico universal modelo EMIC, a resistência à flexão (Apêndice B1) foi definido seguindo os parâmetros da norma ASTM D-7264 (ASTM, 2021), e os ensaios de tração (Apêndice B2) seguiu as prescrições da norma ASTM D-3039 (ASTM, 2017). Sete amostras foram testadas para cada tentativa para superar erros experimentais e instrumentais.

#### **3.6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura dos Biocompósitos**

As regiões de fratura dos compósitos e as superfícies finas foram observadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com elétrons secundários em um instrumento modelo JSM-IT200 do JEOL (Tóquio, Japão). As amostras tinham sido

previamente revestidas com ouro. A influência química do tratamento com silano na superfície fina foi analisada por espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS).

### 3.7 Análise de dados

Os dados foram submetidos aos testes de normalidade (Shapiro-Wilk) e de homocedasticidade (Bartlett). A análise de variância foi realizada seguindo o delineamento experimental foi do tipo inteiramente aleatorizado com três variáveis respostas relacionadas à temperatura de pirólise (400, 600 e 800°C), com sete repetições, utilizando compósitos com 0 e 30% de carvão vegetal. Após detecção de diferenças significativas, foi realizado o ajuste de modelo de regressão que melhor previu o comportamento dos dados. Todas as análises foram executadas a 95% de probabilidade. Medidas de erro padrão foram fornecidas para melhor entender o intervalo de confiança obtido para cada variável estudada. O *software R core Team* foi utilizada para todas as análises estatísticas.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A madeira de *Eucalyptus saligna* que originou o carvão vegetal, apresentou os seguintes valores médios: densidade básica = 0,56 g.cm<sup>-3</sup>; teor de extrativos = 5,79%; teor de lignina = 25,80%; teor de cinzas = 0,15% e porosidade = 68,22%. Essas propriedades estão diretamente relacionadas com os produtos da pirólise. A densidade básica e o teor de lignina são muito relevantes para a produção de carvão vegetal, elas incrementam o rendimento volumétrico e gravimétrico do carvão, e favorece maiores quantidades para uso na fabricação de biocompósitos (REN et al., 2021). O rendimento de carvão vegetal também depende das variáveis da pirólise, como atmosfera de reação, taxa de aquecimento e, principalmente, a temperatura final (Figura 3).

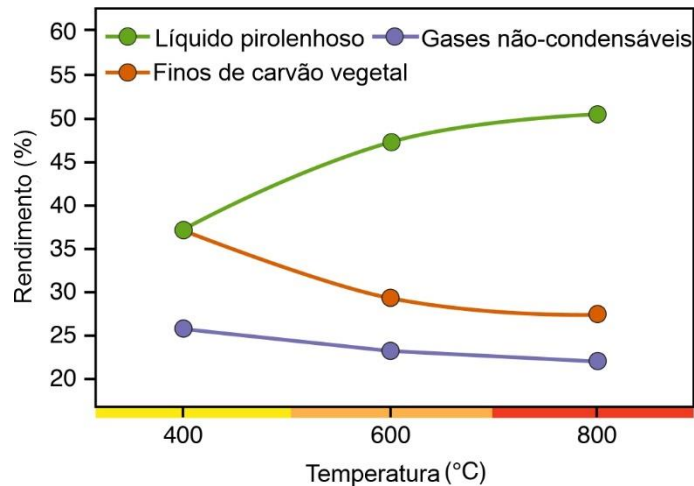


Figura 3 – Rendimento do carvão vegetal.

Fonte: Autora (2022).

Os resultados obtidos elucidam que o maior rendimento em carvão vegetal foi de 37,15%, observado na pirólise feita a 400°C, enquanto que o menor rendimento foi de 27,42%, detectado na pirólise feita à 800°C, resultados inversamente proporcionais ao rendimento de líquido pirolenhoso. O rendimento em gases não-condensáveis não variou significativamente com o aumento da temperatura de pirólise, conforme mostrado na Figura 3, onde é possível observar os valores de 25,70, 23,27 e 22,04% para as temperaturas de 400, 600 e 800°C, respectivamente.

Em critérios de otimização da produção, é mais vantajoso maiores rendimentos de carvão vegetal para a sua aplicação como enchimento de biocompósitos, pois teria a geração de maiores volumes do material de interesse. Contudo, são as propriedades químicas e físicas do carvão vegetal que contribuirão efetivamente na sinergia dos materiais envolvidos na produção dos biocompósitos carbonosos (HO et al., 2015). Os resultados de densidade aparente e porosidade são mostrados na Figura 4.



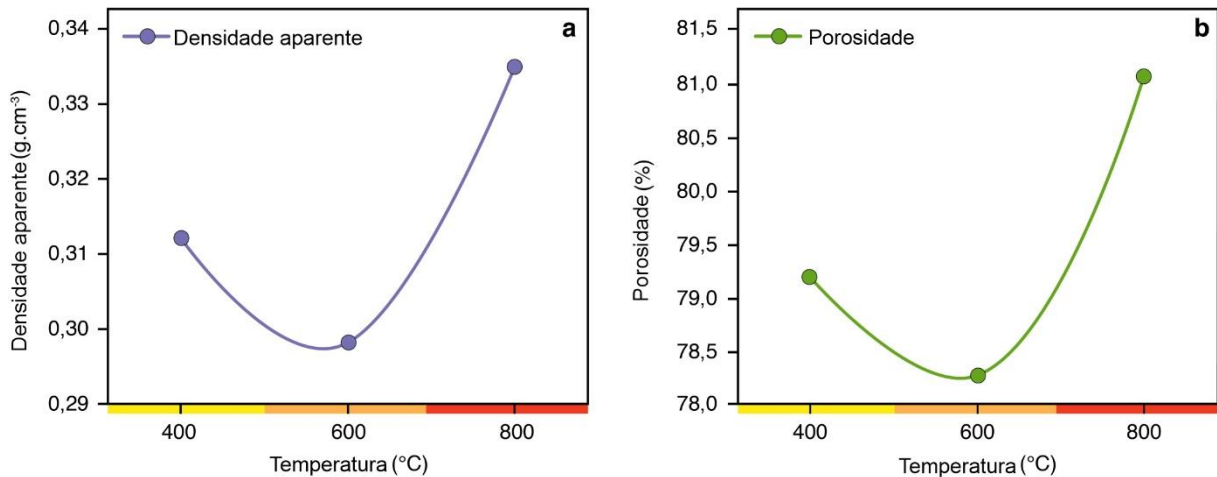


Figura 4 – (a) densidade aparente e (b) porosidade do carvão vegetal produzido em diferentes temperaturas de pirólise.

Fonte: Autora (2022).

O aumento da temperatura final de pirólise (600 para 800°C) resultou em um incremento de 7% na densidade aparente, esse comportamento ocorre devido a intensa saída de hidrogênio, elemento que faz fortes ligações molecular, e que absorve energia significativa em pirólises superiores a 500°C (SOMERVILLE; JAHANSHAH, 2015). Esse fator está associado ao rearranjo da estrutura química da biomassa quando submetida a ação do calor, resultando na geração de uma estrutura gráfica que agrega benefícios a resistência mecânica do material (ASSIS et al., 2016; WEBER; QUICKER, 2018). A densidade é um dos principais atributos do carvão vegetal, ao propormos o seu uso como agente de reforço em matrizes poliméricas, esperamos que com a elevação da densidade, tem-se o incremento da resistência mecânica do novo material a ser desenvolvido. Tem-se a expectativa de que os biocompósitos fabricados com enchimento de carvão vegetal oriundo de elevadas temperaturas de pirólise possam possibilitar maiores resistências, facilitando sua aplicabilidade em setores estruturais, por exemplo.

Outro parâmetro a ser avaliado para a aplicabilidade do material na produção de biocompósitos é a porosidade. O carvão vegetal é um material altamente poroso, que pode conter um volume de até 85% de poros de tamanhos variados, sendo essas características dependente da matéria-prima e da temperatura de pirólise (BREWER et al., 2014; GAO et al., 2017). A Figura 4b mostra que a elevação da temperatura de pirólise resulta em um carvão vegetal mais poroso, e a pirólise a 800°C favoreceu a formação dos mesmos. Estudos afirmam que esse comportamento se deve pela

remoção progressiva de materiais voláteis dos poros do carvão vegetal, aumento da conexão dos poros existentes e condensação da estrutura esquelética remanescente (BREWER et al., 2014; CHEN et al., 2017; ELYOUNSSI; HALIM, 2014; GAO et al., 2017). Os resultados encontrados para a composição química imediata (Figura 5), elucidam que o aumento da temperatura de pirólise favorece o incremento do percentual de carbono fixo e, proporcionalmente, a redução de materiais voláteis.

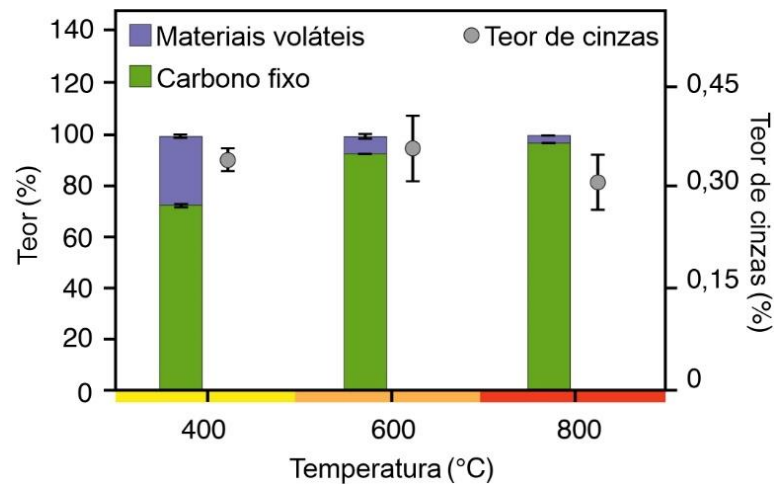


Figura 5 – Composição química imediata do carvão vegetal.

Fonte: Autora (2022).

Avaliar a composição química imediata do carvão vegetal em função da temperatura de pirólise é importante para a previsão do desempenho dos biocompósitos, uma vez que dão indicativos de como o material se comportará em relação a aderência com as resinas e conseqüentemente os efeitos em seu comportamento mecânico (DAS et al., 2021). Estudos afirmam que materiais com maior teor de carbono em sua composição proporcionam maior resistência mecânica, e que pode agregar positivamente na resistência dos biocompósitos a serem produzidos com carvão vegetal (DAS; SARMAH; BHATTACHARYYA, 2016; MULLANI et al., 2020). Em relação ao teor de cinzas, observa-se que houve uma redução do seu percentual quando os carvões foram produzidos a 800°C. Isso pode possibilitar em uma maior interação das matrizes poliméricas com o carvão vegetal para a produção de biocompósitos, por apresentar elevado teor de carbono fixo e menor teor de cinzas. Espera-se que essas características proporcionem benefícios como maior interação e resistência mecânica aos biocompósitos. As imagens obtidas por meio da análise de microscopia confocal elucidam o aumento da porosidade no carvão vegetal produzido em maiores temperaturas de pirólise (Figura 6).

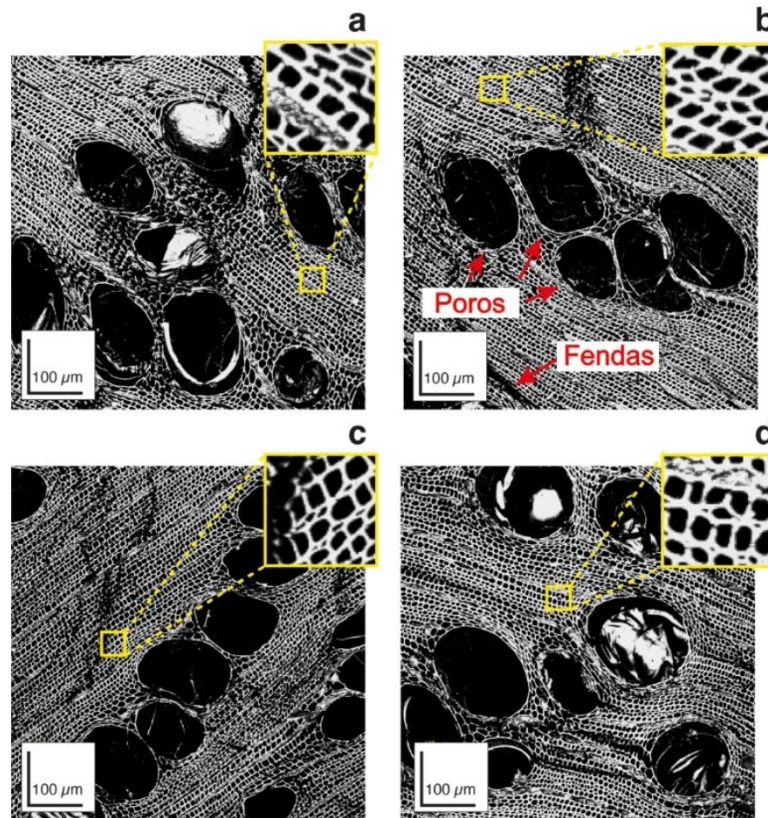


Figura 6 – Microscopia confocal da estrutura anatômica transversal do carvão vegetal produzido a 400°C (a-b), 600°C (c) e 800°C (d).

Fonte: Autora (2022).

O material produzido a 800 °C foi identificado pela presença de grande número de poros, geralmente de natureza apolar (LI et al., 2017; LUO et al., 2015). Essas características são relevantes para o uso do material como agente de reforço em biocompósitos, pois podem promover uma maior adesão com as matrizes poliméricas, melhor molhabilidade e assim, maior resistência mecânica pela alta impregnação e melhor espalhabilidade (DAS et al., 2021). As referências indicam que uma estrutura mais porosa permite que a resina polimérica seja fundida e fique amaranhada com o carvão vegetal, criando uma forte adesão interfacial entre o enchimento e a matriz, resultando na melhoria das propriedades, principalmente da resistência mecânica (CHEN et al., 2017b; KUMAR; GUNJAL; CHAUHAN, 2021; LI et al., 2014). No entanto, a penetração do polímero nos poros do carvão vegetal dependerá da viscosidade da resina polimérica e tamanho dos poros (KUMAR; GUNJAL; CHAUHAN, 2021). Importante destacar que tais aspectos, dependem basicamente das dimensões das partículas do carvão vegetal que serão utilizadas como enchimento. A Figura 7

apresenta as imagens MEV dos finos de carvão vegetal produzidos em diferentes temperaturas finais.

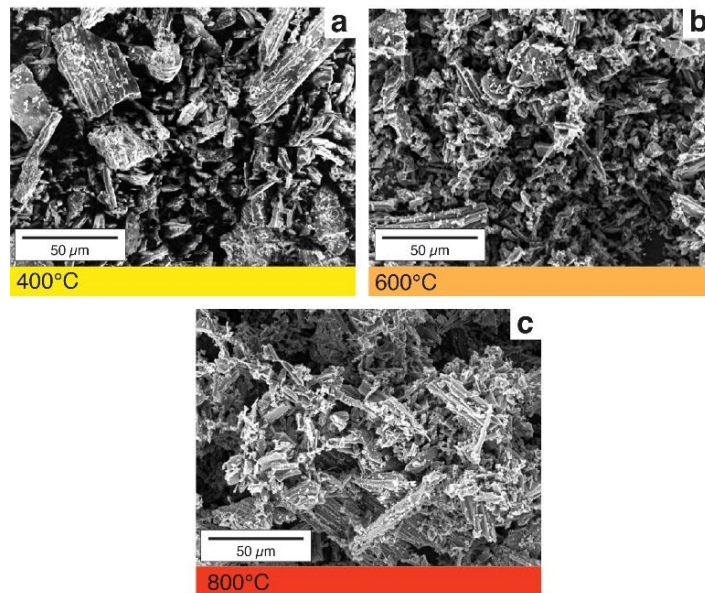


Figura 7 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura de amostras de finos de carvão vegetal a 400°C (a), 600°C (b) e 800°C (c) com ampliação  $\times 300$ .

Fonte: Autora (2022).

Não há diferenças morfológicas observáveis significativas entre os carvões de diferentes temperaturas de pirólise. Para obter diferenças significativas nas estruturas de carvão vegetal, seriam necessárias taxas de aquecimento mais altas ao aplicadas nesta pesquisa. Observa-se ainda que o carvão vegetal com diferentes tamanhos, apesar do processo de homogeneização. As condições de pirólise utilizadas influenciam a morfologia da superfície e as propriedades físicas do carvão vegetal. Isso evidencia a necessidade de um processo mais rigoroso de preparo do carvão vegetal para uso como enchimento em biocompósitos, e para estudos futuros, será necessário investigar a escala nanométrica como forma de preparo dessa matéria-prima carbonosa (BATISTA et al., 2018).

Na Figura 8 estão mostrados os espectros de FTIR do carvão vegetal produzidos nas três temperaturas de pirólise, onde elucida mudanças na estrutura química do material.

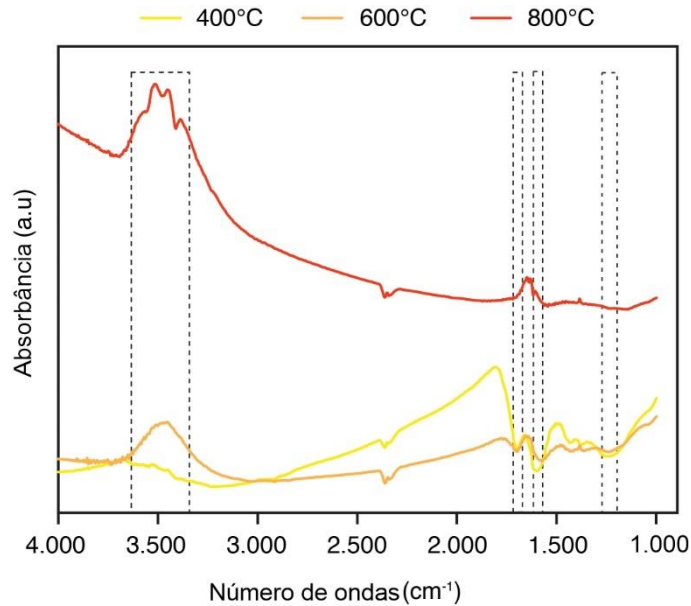


Figura 8 – Espectros de FTIR do carvão vegetal produzidos em diferentes temperaturas de pirólise.

Fonte: Autora (2022).

A formação de um pico largo em  $3663\text{ cm}^{-1}$  foi devido à vibração de estiramento do grupo OH assimétrico, referentes aos grupos fenol, álcool e ácidos carboxílicos e da água. Os picos de  $1671$  e  $1728\text{ cm}^{-1}$ , são referentes a vibração e alongamento da ligação dupla CO, e os picos de  $1500\text{ cm}^{-1}$  são atribuídos a vibração na ligação dupla entre os carbonos aromáticos com estruturas olefinas e aromáticas. Já os picos  $1180$  a  $1297\text{ cm}^{-1}$ , estão associadas a vibrações de alongamento da ligação C–O.

De acordo com a Figura 8 é possível notar os grupos funcionais foram afetados pela elevação de temperatura de pirólise, elucidando modificação na estrutura dos carvões. A formação dos grupos de hidroxila a  $800^{\circ}\text{C}$  favorece a elevação de polaridade do material, tendo profunda influência na interação carvão vegetal e matriz polimérica em compósitos (PAUL et al., 2010). A polaridade é uma razão importante para as boas propriedades mecânicas dos biocompósitos (LI; JIANG, 2017; ZHANG et al., 2020). Além disso, os grupos hidroxilas livres presentes no carvão produzido a  $800^{\circ}\text{C}$  possibilitam maior interação entre os materiais, contribuindo para a geração de compósitos com maior grau de compatibilização (AKALUZIA et al., 2021; POLOK-RUBINIEC; WŁODARCZYK-FLIGIER, 2020).

Com a finalidade de compreender como as mudanças químicas do carvão vegetal ocasionadas pelas diferentes temperaturas de produção, podem contribuir para a interação com resinas, foi realizada a análise de XPS. O resultado da



deconvolução dos espectros de XPS das amostras de carvão está mostrado na Figura 9.

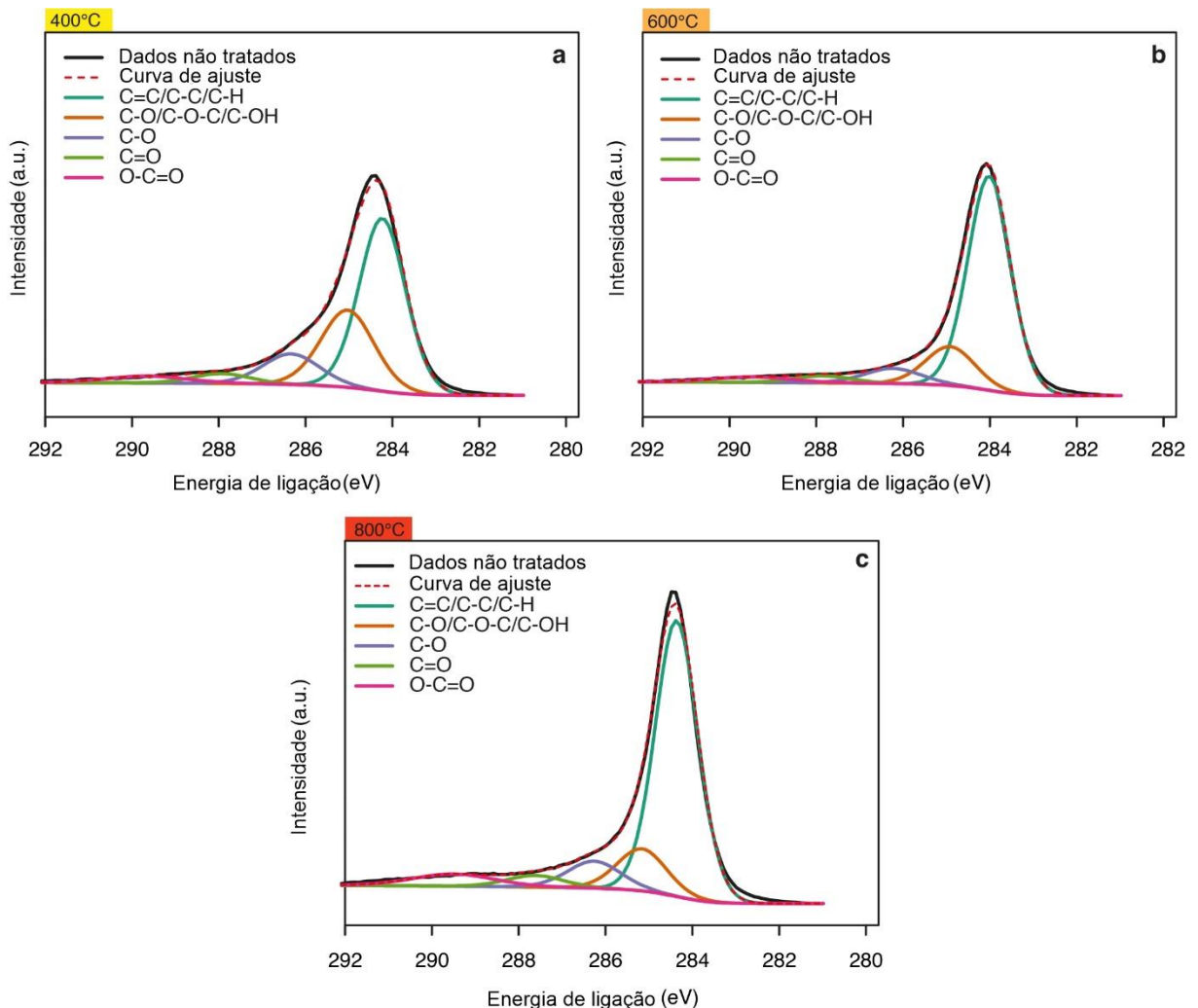


Figura 9 – Espectroscopia de fotoelétrons de raios-x (XPS) do carvão vegetal em temperaturas de 400°C (a), 600°C (b) e 800°C (c).

Fonte: Autora (2022).

Observa-se a região espectral que compreende as energias de ligação características de C1s dos materiais sintetizados em 400 (Figura 9a), 600 (Figura 9b) e 800 °C (Figura 9c). O resultado da análise dos espectros de C1s de todas as amostras, mostraram cinco picos relacionados à diferentes espécies de carbono presentes no carvão vegetal. O pico mais intenso ( $E_B = \sim 284.0$  eV) corresponde aos estados funcionais de espécies com ligações C=C ou C- $sp^2$  em carbonos aromáticos/alifáticos (ZIELKE; HÜTTINGER; HOFFMAN, 1996). Devido à natureza dos átomos vizinhos à essas espécies, a energia de ligação referente a esse pico pode sofrer pequenas variações em função da mudança na temperatura de pirólise,

uma vez que a composição química da superfície é afetada pelo aquecimento (AZARGOHAR et al., 2014).

As mudanças na estrutura e na natureza química causadas pelo aumento da temperatura de pirólise do carvão vegetal também são comprovadas pelo aumento da intensidade dos picos atribuídos aos grupos aromáticos/alifáticos nos espectros de XPS. Conforme esperado, o desenvolvimento de estruturas carbônicas aromáticas mais compactas ocorre em maior proporção com o aquecimento e picos espectrais mais intensos poderão ser encontrados.

Por outro lado, o aumento da temperatura de pirólise diminui a proporção de grupos funcionais formados por átomos de carbono e heteroátomos, principalmente o oxigênio, na composição do carvão vegetal (WEN; XIA; NIU, 2020). Esse aspecto é evidenciado quando se compara as porcentagens relativas médias referentes à contribuição de cada espécie de carbono à composição total do material, mostradas na Tabela 2.

Tabela 1 – Comportamento dos espectros do carvão vegetal.

<b>Material</b>	<b>C=C, C-C, C-H (carbono aromático, alifático)</b>	<b>C-O, C-O-C, C- OH (hidroxila, éter, fenol)</b>	<b>C-O (cetona)</b>	<b>C=O (carbonil a)</b>	<b>O-C=O (ácido carboxílico, éster)</b>
CV 400	62,1 ± 1,9	19,3 ± 0,9	10,8 ± 0,7	3,9 ± 0,3	3,95 ± 0,08
CV 600	72,1 ± 1,7	12,7 ± 2,5	7,5 ± 0,5	3,4 ± 0,2	4,3 ± 0,1
CV 800	70,4 ± 1,8	12,5 ± 1,5	7,7 ± 0,8	3,8 ± 0,2	5,7 ± 0,2

Fonte: Autora (2022).

De acordo com a análise dos espectros de XPS, além da presença majoritária das espécies de carbonos aromáticos ou alifáticos, do carvão vegetal também contém grupos C-O/C-O-C/C-OH (éter, fenol, etc.), C-O (cetona), C=O (carbonila) e O-C=O (ácido carboxílico, éster), os quais estão localizados nas energias de ligação de 284,70 eV, 286,15 eV, 287,75 eV e 288,80 eV, respectivamente (Azargohar et al., 2014; Wen; Xia; Niu, 2020). Esses grupos funcionais de carbono e oxigênio estão presentes em menor proporção na composição que tendem a diminuir com o aumento da temperatura de pirólise de 400 para 600 °C. Contudo, permanecem praticamente estáveis a partir de 600°C, uma vez que não foram observadas variações significativas

nas contribuições percentuais quando se aumentou a temperatura de pirólise para 800°C.

Pelos espectros de XPS (Figura 9), é notório que a energia do grupo C–C/C–H domina a composição de carvão vegetal, aumentando sua intensidade com a elevação de temperatura de pirólise, enquanto os grupos funcionais contendo oxigênio apresentam comportamento inversamente proporcional. Os grupos funcionais presentes na superfície do carvão vegetal podem ser classificados como hidrofóbico, caracterizado pela presença de cadeias de carbono, como por exemplo o grupo C–C/C–H, e hidrofílicos, os quais contem oxigênio nos grupos funcionais, como C–O/C–O–C/C–OH, C–O, C=O e O–C=O (WEN; XIA; NIU, 2020). A superfície hidrofóbica do carvão vegetal foi melhorada com a elevação de temperatura de pirólise, o que é elucidado pelo aumento da contribuição das espécies C-C/C-H, as quais são dominantes na composição dos materiais.

Estudos afirmam que um material com maior hidrofobicidade garante maior compatibilidade com polímeros (JIANG; LIU, 2015; LIU et al., 2015; WU et al., 2013; ZHANG et al., 2021). Um material com maior hidrofobicidade resulta em um bom preenchimento e compatibilidade com os polímeros, fazendo com que as partículas de carvão vegetal sejam uniformemente incorporadas na matriz polimérica, melhorando a resistência à tração e flexão dos biocompósitos que serão fabricados (LIU et al., 2015). Dentro dessa perspectiva, o carvão vegetal apresenta potencial como enchimento de reforço na matriz polimérica, uma vez que sua característica hidrofóbica pode proporcionar resistência ao biocompósitos.

Os efeitos da temperatura de pirólise sobre as propriedades de resistência à flexão e módulo de elasticidade de biocompósitos reforçados com carvão vegetal são mostrados na Figura 10.



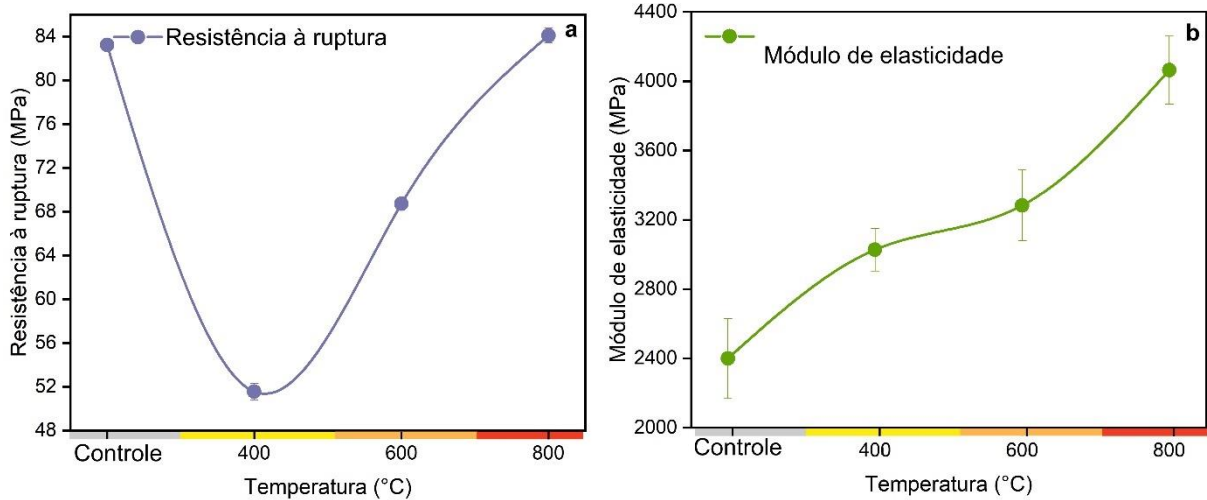


Figura 10 – (a) Resistência à ruptura e (b) módulo de elasticidade dos biocompósitos produzidos com carvão vegetal produzidos em diferentes temperaturas de pirólise.

Fonte: Autora (2022).

De acordo com a Figura 10, a variação da temperatura de pirólise do carvão afetou significativamente as propriedades de flexão e o módulo de elasticidade dos biocompósitos produzidos. A resistência à flexão e o módulo de elasticidade aumentaram com o aumento da temperatura (Figura 10). É notório que na resistência à ruptura com o aumento da temperatura de pirólise, se elevou a resistência dos biocompósitos, todavia, a resistência do tratamento controle em comparação aos biocompósitos produzidos com carvão vegetal nas temperaturas de 400 e 600°C, teve uma gradativa diminuição de 38% ( $51,26 \pm 0,77$ ) e 17,43% ( $68,73 \pm 0,49$ ), em comparação ao tratamento controle. Mas, os biocompósitos na temperatura de 800°C, ocorreu um acréscimo na resistência à ruptura de 1,03% (Figura 10a). Comportamento semelhante ocorreu no módulo de elasticidade, com o acréscimo de de carvão vegetal, teve-se um aumento gradual dos biocompósitos em relação ao tratamento controle de 20,74% ( $3027,57 \pm 122,41$ ), 26,92% ( $3283,70 \pm 204,11$ ) e 40,96% ( $4064,70 \pm 196,31$ ) nas temperaturas de 400, 600 e 800°C, respectivamente.

Uma maior resistência à flexão de um compósito depende diretamente da dispersão e filtração das partículas de material na resina utilizada. Maiores temperaturas de pirólise resultam em carvão vegetal com maior área de superfície, o que favorece maior fluidez da resina nos poros do carvão, o que causa intertravamento físico/mecânico, o que justifica os resultados deste estudo. A Figura 11 ilustra o efeito da temperatura de pirólise sobre a resistência à tração de biocompósitos produzidos

com carvão vegetal em diferentes temperaturas de pirólise (AKTAR et al., 2022; DAS et al., 2016).

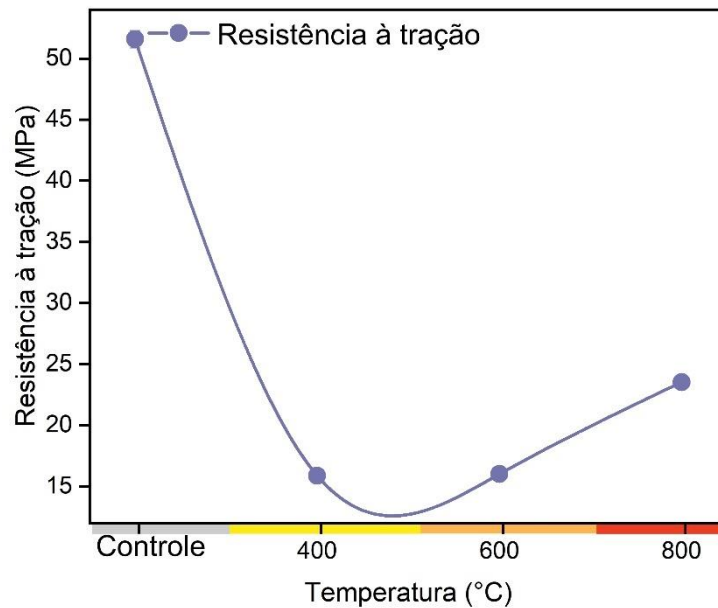


Figura 11 – Resistência à tração de biocompósitos produzidos com carvão vegetal obtidos a diferentes temperaturas de pirólise.

Fonte: Autora (2022).

A resistência à tração dos biocompósitos foram inferiores ao tratamento controle, tendo diminuição de 69,24% ( $15,87 \pm 0,20$ ), 68,99% ( $16 \pm 0,15$ ) e 54% ( $23,53 \pm 0,20$ ), nas temperaturas de 400, 600 e 800°C, de modo respectivo. Foi relatado que a adição de bio-reforço enfraquece a adesão interfacial da matriz polimérica carvão vegetal. A baixa adesão interfacial entre a matriz polimérica e o carvão vegetal promove formação de microfissuras na região interfacial e, assim, diminui a resistência à tração, devido à baixa adesão interfacial entre a matriz polimérica e o carvão vegetal (DAS et al., 2022). Com o aumento da temperatura de pirólise após 600°C houve um aumento na resistência à tração de 0,81% (600°C) e 32,55% (800°C) em comparação ao biocompósitos produzido na temperatura de 400°C. É relatado na literatura que a resistência à tração é geralmente mais sensível a interação interfacial do que a resistência à flexão (CHEN et al., 2015).

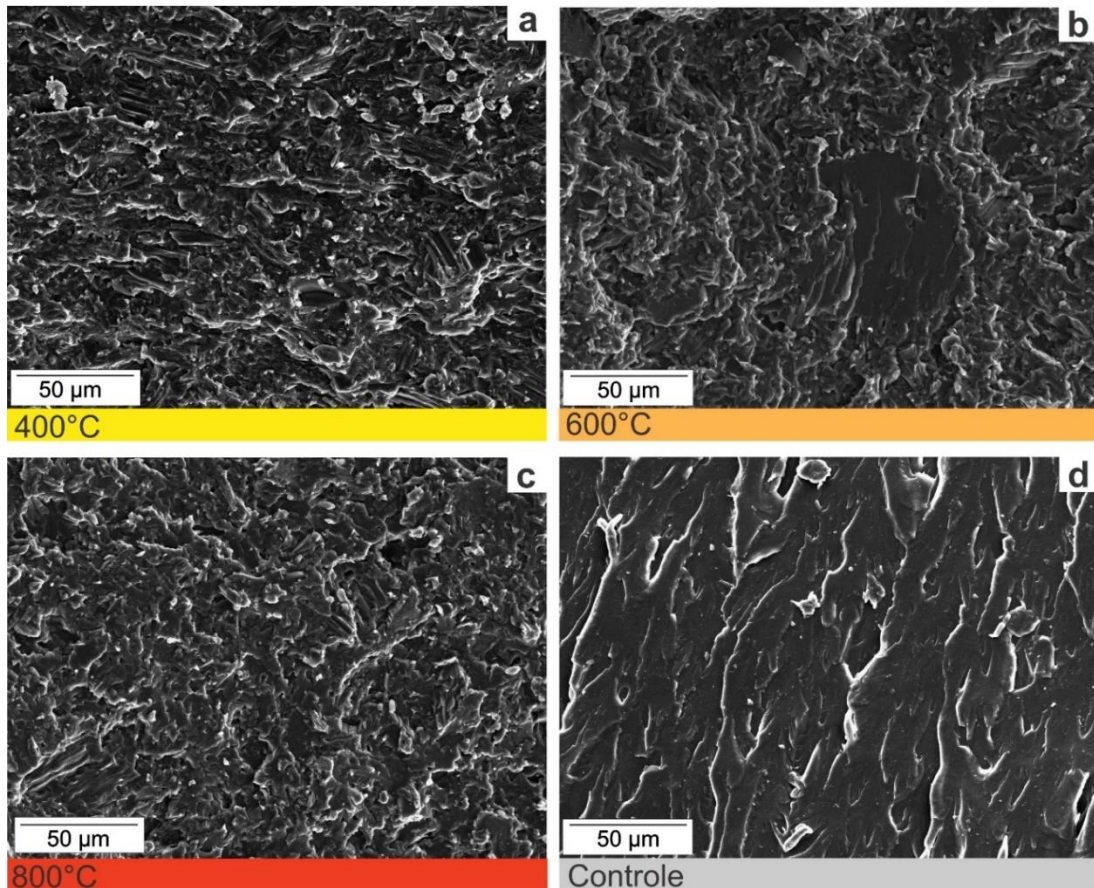


Figura 12 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura de biocompósitos produzidos com amostras de carvão vegetal sintetizadas a 400 (a), 600 (b), 800°C (c) e controle (d) em ampliação  $\times 300$ .

Fonte: Autora (2022).

A adição de carvão vegetal favoreceu a formação de uma superfície mais áspera (Figura 12 a-c) em comparação com o compósito somente de resina (Figura 12d). Os biocompósitos produzidos com carvão vegetal apresentaram aderência superficial razoavelmente boa. Não houve diferença significativa na microestrutura dos biocompósitos produzidos nas temperaturas de 400 e 800°C (Figura 12a e 12c). A resina de poliéster envolvia irregularmente o carvão vegetal. Gerar uma aparência áspera na superfície do biocompósito pode ser explicado pela baixa interação entre carvão e resina. A rugosidade tende a diminuir a uma temperatura de 800°C, o que pode causar interações mais significativas entre as matérias-primas (Figura 12c) e, conseqüentemente, uma resistência mais excelente do biocompósito. Essas observações corroboram os resultados obtidos nos ensaios mecânicos (Figura 10 e 11) (PAPPU; PICKERING; THAKUR, 2019).

## 5. CONCLUSÃO

O carvão vegetal a 800°C apresentam bons resultados carbônicos, porosos e hidrofóbicos, tornando-os um material potencial para a produção de biocompósitos, o que permite uma maior interação e maior compatibilização com matrizes poliméricas. Os resultados mostram que os biocompósitos produzidos com carvão vegetal a 800°C apresentam maior resistência mecânica, devido ao alto teor de carbono, porosidade e hidrofobicidade, garantindo maior compatibilidade com os biocompósitos. A busca por inovações e o uso de biocompósitos poliméricos é crescente, e este estudo mostra outro possível uso para esses materiais. Sugerem-se estudos futuros buscando otimizar os rendimentos de pirólise ou sua velocidade (pirólise flash) a fim de obter carvão vegetal para matrizes poliméricas. O presente trabalho foi publicado na Revista *Polymers*, com o artigo intitulado “*A Novel Approach to Charcoal Fine Waste: Sustainable Use as Filling of Polymeric Matrices*”, na edição especial *Advances in Sustainable Polymers from Biomass*, Edição 24, Volume 14 e DOI (<https://doi.org/10.3390/polym14245525>).

## 6. REFERÊNCIAS

- AKALUZIA, R. O.; EDOZIUNO, F. O.; ADEDIRAN, A. A.; ODONI, B. U.; EDIBO, S.; OLAYANJU, T. M. A. Evaluation of the effect of reinforcement particle sizes on the impact and hardness properties of hardwood charcoal particulate-polyester resin composites. **Materials Today: Proceedings**, v. 38, p. 570–577, 2021.
- AKTAR, S.; HOSSAIN, M. A.; RATHNAYAKE, N.; PATEL, S.; GASCO, G.; MENDEZ, A.; FIGUEIREDO, C.; SURAPANEMI, A.; SHAH K.; FERREIRO, J. P. Effects of temperature and carrier gas on physico-chemical properties of biochar derived from biosolids. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 164, p. 105542, 2022.
- AL-OQLA, F. M.; OMARI, M. A. Sustainable Biocomposites: Challenges, Potential and Barriers for Development, p. 13–29.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS – ASTM. **Standard Test Method for Chemical Analysis of Wood Charcoal**. ASTM D1762- 84, Philadelphia, 2p. 2017.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – ASTM. **Standard Test Method for Flexural Properties of Polymer Matrix Composite Materials**. ASTM D 7264M-21. West Conshohocken, 2021.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – ASTM. **Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials**. D 3039-17. West Conshohocken 2017.

ASSIS, M. R.; BRANCHERIAU, L.; NAPOLI, A.; TRUGILHO, P. F. Factors affecting the mechanics of carbonized wood: literature review. **Wood Science and Technology**, v. 50, n. 3, p. 519–536, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **Madeira: determinação da densidade básica**. NBR 11941, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **Carvão vegetal: análise imediata**. NBR 8112, Rio de Janeiro, 1986. 5p.

AZARGOHAR, R.; NANDA, S.; KOZINSKI, J. A.; DALAI, A. K.; SUTARTO, R. Effects of temperature on the physicochemical characteristics of fast pyrolysis bio-chars derived from Canadian waste biomass. **Fuel**, v. 125, p. 90–100, 2014.

BATISTA, E. M. C. C.; SHULTZ, J.; MATOS, T. T. S.; FORNARI, M. R.; FERREIRA, T. M.; SZPOGANICZ, B.; DE FREITAS, R. A.; MANGRICH, A. S. Effect of surface and porosity of biochar on water holding capacity aiming indirectly at preservation of the Amazon biome. **Scientific Reports**, v. 8, n. 1, p. 10677, 2018.

BRASIL, Lei Nº 12.187, de 29 de dezembro de 2009. Instituto a Política Nacional Sobre Mudança do Clima (PNMC) e de outras Providências: Brasília, Brazil, 2009.

BRASIL, Lei Nº 12.305, de 2 de agosto de 2009. Instituto a Política Nacional Sobre Mudança do Clima (PNMC) e de outras Providências: Brasília, Brazil, 2010.

BREWER, C. E.; CHUANG, V. J.; MASIELLO, C. A.; GONNERMANN, H.; GAO, X.; DUGAN, B.; DRIVER, L. E.; PANZACCHI, P.; ZYGOURAKIS, K.; DAVIES, C. A. New approaches to measuring biochar density and porosity. **Biomass and Bioenergy**, v. 66, p. 176–185, 2014.

BRITO, J. O.; BARRICHELO, L. E. G.; MURAMOTO, M. C.; COUTO, H. T. Z. Estimativa da densidade à granel do carvão vegetal a partir de sua densidade aparente. **IPEF**, 1982.

BRITO, J. O. Reflexões sobre qualidade do carvão vegetal para uso siderúrgico. Instituto de Pesquisas e Estudos Florestais: **Circular Técnica**, n. 181, p. 6, 1993.

CHEN, H.; CHEN, X.; QIN, Y.; WEI, J.; LIU, H. Effect of torrefaction on the properties of rice straw high temperature pyrolysis char: Pore structure, aromaticity and gasification activity. **Bioresource Technology**, v. 228, p. 241–249, 2017.

CISNEROS-LÓPEZ, E. O.; GONZÁLEZ-LÓPEZ, M. E.; PÉREZ-FONSECA, A. A.; GONZÁLEZ-NÚÑEZ, R.; RODRIGUE, D.; ROBLEDO-ORTÍZ, J. R. Effect of fiber content and surface treatment on the mechanical properties of natural fiber composites produced by rotomolding. **Composite Interfaces**, v. 24, n. 1, p. 35–53, 2017.

DAS, O.; BABU, K.; SHANMUGAM, V.; SYKAM, K.; TEBYETEKERWA, M.; NEISIANY, R. E.; FORSTH, M.; SAS, G.; GONZALEZ-LIBREROS, J.; CAPEZZA, A. J.; HEDENQVIST, M. S.; BERTO, F.; RAMAKRISHNA, S. Natural and industrial

wastes for sustainable and renewable polymer composites. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 158, p. 112054, 2022.

DAS, O.; BHATTACHARYYA, D.; HUI, D.; LAU, Kin-Tak. Mechanical and flammability characterisations of biochar/polypropylene biocomposites. **Composites Part B: Engineering**, v. 106, p. 120–128, 2016.

DAS, O.; SARMAH, A. K.; BHATTACHARYYA, Debes. Biocomposites from waste derived biochars: Mechanical, thermal, chemical, and morphological properties. **Waste Management**, v. 49, p. 560–570, 2016.

DAS, S. C.; ASHEK-E-KHODA, S.; SAYEED, Md. Abu; SURUZZAMAN; PAUL, D.; DHAR, S. A.; GRAMMATIKOS, S. A. On the use of wood charcoal filler to improve the properties of natural fiber reinforced polymer composites. **Materials Today: Proceedings**, v. 44, p. 926–929, 2021.

DE PAULA PROTÁSIO, T.; ROQUE LIMA, M. D.; SCATOLINO, M. V.; SILVA, A. B.; RODRIGUES DE FIGUEIREDO, I. C.; GHERARDI HEIN, P. R.; TRUGILHO, P. F. Charcoal productivity and quality parameters for reliable classification of Eucalyptus clones from Brazilian energy forests. **Renewable Energy**, v. 164, p. 34–45, 2021.

DELATORRE, F. M.; CUPERTINO, G. F. M.; JUNIOR, A. J. S.; SILVA, Á. M.; DIAS JÚNIOR, A. F.; SILVEIRA, M. P. R.. Insights acerca do uso de finos de carvão vegetal para geração de bioenergia. **Agropecuária Científica no Semiárido**, v. 16, n. 3, p. 138, 2020.

DEMARTINI, M.; TONELLI, F.; GOVINDAN, K. An investigation into modelling approaches for industrial symbiosis: A literature review and research agenda. **Cleaner Logistics and Supply Chain**, v. 3, p. 100020, 2022.

DIAO, S.; SUN, H.; FORRESTER, D. I.; SOARES, A. A. V.; PROTÁSIO, T. P.; JIANG, J. Variation in Growth, Wood Density, and Stem Taper Along the Stem in Self-Thinning Stands of *Sassafras tzumu*. **Frontiers in Plant Science**, v. 13, 2022.

DIAS JÚNIOR, A. F.; ANUTO, R. B.; ANDRADE, C. R.; SOUZA, N. D.; TAKESHITA, S.; BRITO, J. O.; NOLASCO, A. M. Influence of Eucalyptus wood addition to urban wood waste during combustion. **Cerne**, v. 23, n. 4, p. 455–464, 2017.

DIAS JUNIOR, A. F.; ESTEVES, R. P.; DA SILVA, Á. M.; SOUSA JÚNIOR, A. D.; OLIVEIRA, M. P.; BRITO, J. O.; NAPOLI, A.; BRAGA, B. M. Investigating the pyrolysis temperature to define the use of charcoal. **European Journal of Wood and Wood Products**, v. 78, n. 1, p. 193–204, 2020. a.

DIAS JÚNIOR, A. F.; PIROLA, L. P.; TAKESHITA, S.; LANA, A. Q.; BRITO, J. O.; ANDRADE, A. M. Hígroscopicity of charcoal produced in different temperatures. **Cerne**, v. 22, n. 4, p. 423–430, 2016.

ELYOUNSSI, K.; HALIM, M. An investigation on the texture and microstructure of carbonized charcoals produced by two-step pyrolysis. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 109, p. 258–265, 2014.

GAO, X.; DRIVER, L. E.; KASIN, I.; MASIELLO, C. A.; PYLE, L. A.; DUGAN, B.; OHLSON, M. Effect of environmental exposure on charcoal density and porosity in a boreal forest. **Science of The Total Environment**, v. 592, p. 316–325, 2017.

GARCÍA, R.; PIZARRO, C.; LAVÍN, A. G.; BUENO, J. L. Biomass proximate analysis using thermogravimetry. *Bioresource Technology*, v. 139, p. 1-4, 2013.

GHOLAMPOUR, A.; OZBAKKALOGLU, T. A review of natural fiber composites: properties, modification and processing techniques, characterization, applications. **Journal of Materials Science**, v. 55, n. 3, p. 829–892, 2020.

HASAN, K. M. F.; HORVÁTH, P. G.; ALPÁR, T. Potential Natural Fiber Polymeric Nanobiocomposites: A Review. **Polymers**, v. 12, n. 5, p. 1072, 2020.

HERRMANN, A. S.; NICKEL, J.; RIEDEL, U. Construction materials based upon biologically renewable resources—from components to finished parts. **Polymer Degradation and Stability**, v. 59, n. 1–3, p. 251–261, 1998.

HO, M. P.; LAU, K. T.; WANG, H.; HUI, D. Improvement on the properties of polylactic acid (PLA) using bamboo charcoal particles. **Composites Part B: Engineering**, v. 81, p. 14–25, 2015.

HOLMES, M. Biocomposites take natural step forward. **Reinforced Plastics**, v. 63, n. 4, p. 194–201, 2019.

ILOMUJANYA, M.; NASHIRU, B.; IFUDU, N.; IGWILO, C. Effect of pore size and morphology of activated charcoal prepared from midribs of *Elaeis guineensis* on adsorption of poisons using metronidazole and *Escherichia coli* O157:H7 as a case study. **Journal of Microscopy and Ultrastructure**, v. 5, n. 1, p. 32, 2017.

JEYAPRAGASH, R.; SRINIVASAN, V.; SATHIYAMURTHY, S. Mechanical properties of natural fiber/particulate reinforced epoxy composites – A review of the literature. **Materials Today: Proceedings**, v. 22, p. 1223–1227, 2020.

JIANG, Z.; LIU, G. Microencapsulation of ammonium polyphosphate with melamine-formaldehyde-tris(2-hydroxyethyl)isocyanurate resin and its flame retardancy in polypropylene. **RSC Advances**, v. 5, n. 107, p. 88445–88455, 2015.

KUMAR, R.; GUNJAL, J.; CHAUHAN, S. Effect of carbonization temperature on properties of natural fiber and charcoal filled hybrid polymer composite. **Composites Part B: Engineering**, v. 217, p. 108846, 2021.

KUMAR, S.; DAS, J. Carbon nanotubes, nanochains and quantum dots synthesized through the chemical treatment of charcoal powder. **Journal of Molecular Structure**, v. 1227, p. 129419, 2021.

LI, C.; JIANG, H. The thermochemical conversion of non-lignocellulosic biomass to form biochar: A review on characterizations and mechanism elucidation. **Bioresource Technology**, v. 246, p. 57–68, 2017.

LI, X.; LEI, B.; LIN, Z.; HUANG, L.; TAN, S.; CAI, X. The utilization of bamboo charcoal enhances wood plastic composites with excellent mechanical and thermal properties. **Materials & Design**, v. 53, p. 419–424, 2014.



- LI, Y.; ZHANG, C.; TANG, D.; GAN, Q.; NIU, X.; WANG, K.; SHEN, R. Coal pore size distributions controlled by the coalification process: An experimental study of coals from the Junggar, Ordos and Qinshui basins in China. **Fuel**, v. 206, p. 352–363, 2017.
- LIU, J.; XU, M.-J.; LAI, T.; LI, B. Effect of Surface-Modified Ammonium Polyphosphate with KH550 and Silicon Resin on the Flame Retardancy, Water Resistance, Mechanical and Thermal Properties of Intumescent Flame Retardant Polypropylene. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 54, n. 40, p. 9733–9741, 2015.
- LOMBARDI, D. R.; LAYBOURN, P. Redefining Industrial Symbiosis. **Journal of Industrial Ecology**, v. 16, n. 1, p. 28–37, 2012.
- LUO, L.; YANG, Y.; XIAO, M.; BIAN, L.; YUAN, B.; LIU, Y.; JIANG, F.; PAN, X. A novel biotemplated synthesis of TiO<sub>2</sub>/wood charcoal composites for synergistic removal of bisphenol A by adsorption and photocatalytic degradation. **Chemical Engineering Journal**, v. 262, p. 1275–1283, 2015.
- MA, Z.; YANG, Y.; MA, Q.; ZHOU, H.; LUO, X.; LIU, X.; WANG, S. Evolution of the chemical composition, functional group, pore structure and crystallographic structure of bio-char from palm kernel shell pyrolysis under different temperatures. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 127, p. 350–359, 2017.
- MAHMUD, S.; HASAN, K. M. F.; JAHID, M. A.; MOHIUDDIN, K.; ZHANG, Ruoyu; ZHU, Jin. Comprehensive review on plant fiber-reinforced polymeric biocomposites. **Journal of Materials Science**, v. 56, n. 12, p. 7231–7264, 2021.
- MANU, T.; NAZMI, A. R.; SHAHRI, B.; EMERSON, N.; HUBER, T. Biocomposites: A review of materials and perception. **Materials Today Communications**, v. 31, p. 103308, 2022.
- MULLANI, N.; ALI, I.; DONGALE, T. D.; KIM, G. H.; CHOI, B. J.; BASIT, M. A.; PARK, T. J. Improved resistive switching behavior of multiwalled carbon nanotube/TiO<sub>2</sub> nanorods composite film by increased oxygen vacancy reservoir. **Materials Science in Semiconductor Processing**, v. 108, p. 104907, 2020.
- PAPPU, A.; PICKERING, K. L.; THAKUR, V. Kumar. Manufacturing and characterization of sustainable hybrid composites using sisal and hemp fibres as reinforcement of poly (lactic acid) via injection moulding. **Industrial Crops and Products**, v. 137, p. 260–269, 2019.
- PAUL, S. A.; JOSEPH, K.; MATHEW, G. D. G.; POTHEEN, L. A.; THOMAS, S. Influence of polarity parameters on the mechanical properties of composites from polypropylene fiber and short banana fiber. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 41, n. 10, p. 1380–1387, 2010.
- POLOK-RUBINIEC, M.; WŁODARCZYK-FLIGIER, A. Polypropylene matrix composite with charcoal filler. **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**, v. 2, n. 103, p. 60–66, 2020.
- REN, K.; XIA, Q.; LIU, Y.; CHENG, W.; ZHU, Y.; LIU, Y.; YU, H. Wood/polyimide composite via a rapid substitution compositing method for extreme temperature conditions. **Composites Science and Technology**, v. 207, p. 108698, 2021.



SHAHINUR, S.; SAYEED, M. M. A.; HASAN, M.; SAYEM, A. S. M.; HAIDER, J.; URA, S. Current Development and Future Perspective on Natural Jute Fibers and Their Biocomposites. **Polymers**, v. 14, n. 7, p. 1445, 2022.

SOMERVILLE, M.; JAHANSHAH, S. The effect of temperature and compression during pyrolysis on the density of charcoal made from Australian eucalypt wood. **Renewable Energy**, v. 80, p. 471–478, 2015.

TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY – TAPPI. **Industry lignin in wood**, TAPPI 222 05-74, 12p. 1974.

TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY – TAPPI. **Industry preparation of wood for chemical analysis (Including procedures for removal of extractives and determination of moisture content)**. TAPPI T-12 05-75, 21p. 1975.

VALE, A. T.; DIAS, I. S.; SANTANA, M. A. E. Relações entre propriedades químicas, físicas e energéticas da madeira de cinco espécies do Cerrado. *Ciência Florestal*, v. 20, n. 1, p. 137 – 145, 2010.

VILELA, A. de O. **Desenvolvimento e validação técnica e um forno industrial de carbonização, modelo container 2ª geração**. 2014. 372 f. Dissertação (Mestrado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2014.

WALDIR, R. P. Produção de carvão vegetal. **CETEC**, Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais, Belo Horizonte, v. 1, p. 62, 1982.

WEBER, K.; QUICKER, P. Properties of biochar. **Fuel**, [S. l.], v. 217, p. 240–261, 2018.

WEN, B.; XIA, W.; NIU, C. Comparison of pyrolysis and oxidation actions on chemical and physical property of anthracite coal surface. **Advanced Powder Technology**, v. 31, n. 6, p. 2447–2455, 2020.

WU, K.; ZHANG, Y.; HU, W.; LIAN, J.; HU, Y. Influence of ammonium polyphosphate microencapsulation on flame retardancy, thermal degradation and crystal structure of polypropylene composite. **Composites Science and Technology**, v. 81, p. 17–23, 2013.

ZHANG, Q.; ZHANG, D.; LU, W.; KHAN, M. U.; XU, H.; YI, W.; LEI, H.; HUO, E.; QIAN, M.; ZHAO, Y.; ZOU, R. Production of high-density polyethylene biocomposites from rice husk biochar: Effects of varying pyrolysis temperature. **Science of The Total Environment**, v. 738, p. 139910, 2020.

ZHANG, X.; ZHANG, F.; ZHANG, W.; TANG, X.; FAN, H. J. S. Enhance the interaction between ammonium polyphosphate and epoxy resin matrix through hydrophobic modification with cationic latex. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 610, p. 125917, 2021.

ZIELKE, U.; HÜTTINGER, K. J.; HOFFMAN, W. P. Surface-oxidized carbon fibers: I. Surface structure and chemistry. **Carbon**, v. 34, n. 8, p. 983–998, 1996.

## Apêndice A – Carvão vegetal



**Apêndice B – (B1) resistência à flexão e (B2) resistência à tração dos biocompósitos produzidos com carvão vegetal em diferentes temperaturas de pirólise.**

