

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

PEDRO YGOR CORREIA DA SILVA E SILVA

EFEITO DA LIGNINA KRAFT DE *Eucalyptus* sp. NAS PROPRIEDADES  
DOS FILAMENTOS BICOMPONENTES DE MICROFIBRILAS DE  
CELULOSE

JERÔNIMO MONTEIRO  
ESPÍRITO SANTO

2022

PEDRO YGOR CORREIA DA SILVA E SILVA

EFEITO DA LIGNINA KRAFT DE *Eucalyptus* sp. NAS PROPRIEDADES  
DOS FILAMENTOS BICOMPONENTES DE MICROFIBRILAS DE  
CELULOSE

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

JERÔNIMO MONTEIRO

ESPÍRITO SANTO

2022

PEDRO YGOR CORREIA DA SILVA E SILVA

EFEITO DA LIGNINA KRAFT DE *Eucalyptus* sp. NAS PROPRIEDADES DOS  
FILAMENTOS BICOMPONENTES DE MICROFIBRILAS DE CELULOSE

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

Aprovada em 21 de março de 2022.

COMISSÃO EXAMINADORA



---

**Prof. Dr. Jordão Cabral Moulin**  
Universidade Federal do Espírito Santo  
Orientador



---

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



---

**Eng. Mayara de Oliveira Camillo**  
Universidade Federal do Espírito Santo

## DEDICATÓRIA

À minha Mãe Marlene Correia da Silva e Silva (in memoriam) e ao meu Pai Edmar da Silva, eu agradeço a vocês pela vida que me deram, e por serem os melhores pais do mundo. Eu dedico esta conquista a vocês. Sem vocês, nada disso seria possível. Eu amo muito vocês!

“Você viverá uma vida monótona e entediante se não correr riscos.” (SUITS)

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar gostaria de agradecer a Deus pelo dom da vida, e por sempre estar comigo. Até aqui o Senhor me sustentou e nunca me abandonou. Obrigado por iluminar e abençoar a minha vida todos os dias!

Ao meu Pai Edmar da Silva, por tudo que o senhor fez e ainda faz por mim e pelos meus irmãos. Você é essencial em minha vida, obrigado por todo ensinamento, por sempre acreditar e confiar em mim, mesmo quando eu já não estava mais aguentando, achando que tudo iria dar errado o senhor estava lá para me consolar. Obrigado pelo incondicional amor, carinho, puxões de orelha, dedicação, amizade e companheirismo. Eu te amo meu Pai.

Aos meus irmãos Yan, William e Mateus, por todo apoio, amor, carinho, amizade, companheirismo, e por sempre acreditarem em mim. Amo vocês.

Ao meu tio Jorge Matozan Ribeiro e minha tia Nelma da Silva Ribeiro, por sempre estarem presentes na minha vida, dando apoio, carinho, atenção, conselhos, e por todo ensinamento a mim transmitidos.

Ao professor e orientador, Jordão Cabral Moulin, pela orientação, amizade, paciência, aprendizado e dedicação capaz de transmitir sua experiência na realização deste trabalho e de outros projetos que desenvolvemos. Estendo esse agradecimento ao professor Michel Picanço de Oliveira, pela amizade, por todo conhecimento a mim transmitido, e pelo empenho e dedicação para me ajudar na realização deste projeto.

Aos professores da UFES Campus Alegre, em especial do Departamento de Ciências Florestais e da Madeira, por todo o conhecimento passados a mim durante esses anos de graduação.

Aos meus amigos Anderson Batista da Silva, Marcelo Augusto Pastor, Lucas Eduardo da Silva, Fernando da Silva Alves e Guilherme Vargas, perante as dificuldades que passei, vocês foram pessoas com quem eu pude contar, sempre me dando força, apoio, conselhos. Agradeço de coração por todas as palavras de incentivo, e por acreditarem em mim. Agradeço a Deus por ter me abençoado com as amizades de vocês. Estendo esse agradecimento aos meus amigos da República Dig Din, da República CMJ e da República TriLambda, pela amizade, apoio, e por toda contribuição.

Agradeço a toda minha família e aos meus amigos e amigas por todo o carinho, amor e força.

Aos colegas de graduação pela amizade e convivência durante esse período. Em especial aos meus amigos Miquéias de Souza Reis e Douglas de Oliveira Reboredo Filho, que nunca mediram esforços para me ajudar sempre que precisei.

Ao Sr° Elecy Palácio Constantino e ao Sr° Jose Geraldo de Oliveira, pelo apoio, compreensão, paciência e fundamental auxílio na preparação de materiais e condução dos ensaios laboratoriais.

À Empresa Klabin S.A. por toda contribuição para a realização desse projeto.

À Universidade Federal do Espírito Santo pela oportunidade de realizar e concluir o curso de Engenharia Industrial Madeireira.

Por fim, agradeço a todos que de alguma forma contribuíram para a conclusão de mais uma etapa de minha vida.

## RESUMO

A celulose microfibrilada (MFC) possui características que propiciam a produção de novos produtos, principalmente com o intuito de substituir aqueles provenientes de fontes não renováveis como fios e filamentos. Oportunamente nessa construção, pode haver o aproveitamento do resíduo lignina proveniente do processo kraft da indústria de celulose e papel para a melhoria da qualidade, principalmente a resistência à ultravioleta. Diante disso, o objetivo do presente trabalho é melhorar as propriedades dos filamentos bicomponentes de MFC branqueada, por meio da adição da lignina. Os filamentos bicomponentes foram produzidos por meio do processo *dry-wet-spinning*, com auxílio da agulha coaxial. A camada interna do filamento foi formada por MFC na concentração de 4,5% (m/v), a camada externa foi formada utilizando a goma guar (GG) na concentração de 3%, com adição de lignina em três diferentes concentrações (1%, 3% e 5% (m/v)) em relação a solução de GG. Nos filamentos foram realizadas análises de densidade aparente, espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), intemperismo, resistência à tração, absorção de água e de termogravimetria (TG). A densidade aparente média, dos filamentos bicomponentes com e sem adição de lignina, variou de 0,852 g/cm<sup>3</sup> à 1,144 g/cm<sup>3</sup>. A adição de lignina não influenciou na resistência de absorção de água. Os fios com a composição de 1%, 3% e 5% de lignina apresentaram menores resultados de tensão (23,57MPa, 19,43 MPa e 16,52 MPa, respectivamente), quando comparados aos fios sem adição de lignina (27,51 MPa). Apesar da lignina não ter influenciado positivamente na resistência mecânica e absorção de água, por meio da análise FTIR foi possível observar que a exposição dos filamentos ao intemperismo causou a degradação das ligações químicas entre GG e MFC, com a adição da lignina essa degradação foi reduzida. A lignina ainda aumentou a resistência a degradação térmica dos fios. Com isso, recomenda-se a implementação da lignina quando o fio for submetido ao intemperismo e quando for necessário ter resistência a maiores temperaturas.

Palavras-chaves: Nanotecnologia. Nanofibrilas de celulose. Fios. *Dry-wet-spinning*.

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	12
1.1	O problema e sua importância .....	13
1.2	Objetivos .....	13
1.2.1	Objetivos geral.....	13
1.2.2	Objetivos específicos.....	13
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	14
2.1	Fibras lignocelulósicas .....	14
2.2	Celulose .....	14
2.3	Celulose microfibrilada (MFC).....	15
2.4	Produção de filamentos de MFC .....	16
2.5	Lignina.....	17
3	MATERIAIS E MÉTODOS .....	19
3.1	Materiais.....	19
3.2	Procedimento para preparação da goma guar.....	19
3.3	Composição e procedimento para preparação dos filamentos bicomponente e bicomponentes com adição de lignina. ....	19
3.4	Dimensões dos filamentos .....	20
3.5	Densidade aparente.....	20
3.6	Densidade real .....	21
3.7	Propriedade mecânica dos filamentos .....	21
3.8	Absorção de água .....	22
3.9	Análise térmica.....	23
3.10	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	23
3.11	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) .....	23
3.12	Análise de envelhecimento acelerado - Intemperismo.....	23
3.13	Análise estatística .....	24
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	25
4.1	Morfologia dos filamentos .....	25
4.2	Dimensões dos filamentos .....	27
4.3	Densidade dos filamentos .....	28
4.4	Absorção de água .....	29
4.5	FTIR .....	30
4.6	Análise termogravimétrica.....	32

4.7	Resistência mecânica .....	34
5	CONCLUSÃO .....	35
6	REFERÊNCIAS .....	36

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Dimensões e densidade dos filamentos sem lignina, 1% lignina, 3% lignina, 5% lignina.....	28
Tabela 2 - Densidade aparente e densidade real dos filamentos.....	29
Tabela 3 - Absorção de água dos filamentos nos diferentes tipos de configuração.....	30

## LISTA DE FIGURAS

<p>Figura 1 – Esquema representativo da estrutura química da celulose e de suas ligações de hidrogênio intramoleculares .....</p>	15
<p>Figura 2 – Representação da composição química da lignina .....</p>	17
<p>Figura 3 – Unidades aromáticas presentes na lignina .....</p>	18
<p>Figura 4 – (a) representa a composição do filamento sem lignina; (b) composição do filamento com adição de lignina junto com a goma guar na camada externa.....</p>	20
<p>Figura 5 – (a) máquina universal de ensaio (Modelo AME - 2kN); (b) disposição do corpo de prova para o ensaio de tração.....</p>	22
<p>Figura 6 – Câmara de envelhecimento acelerado (A); Placas metálicas onde os filamentos ficaram dispostos (B) e (C).....</p>	24
<p>Figura 7 – A) Filamentos bicomponente: S.L = Sem lignina; 1%Lig = 1%Lignina; 3%Lig. = 3%Lignina e 5%Lig. = 5% Lignina. B) As setas pretas indicam pontos que evidenciam a presença da lignina na composição dos filamentos. Da esquerda pra direita temos: Sem Lignina, 1%Lig., 3%Lig. e 5%Lig.....</p>	25
<p>Figura 8 – Microestrutura dos filamentos de MFC sem adição de lignina (a, b, c); com adição de 1% de lignina (d, e, f); adição de 3% de lignina (g, h, i); adição de 5% de lignina (j, l, m). c, f, i e m: aproximação de 1000x, as demais com aproximação de 100x .....</p>	27
<p>Figura 9 – Espectros das análises de FTIR dos filamentos bicomponentes com e sem lignina, goma guar e da lignina .....</p>	31
<p>Figura 10 – Espectros das análises de FTIR dos filamentos bicomponentes com e sem lignina, submetidos ao tratamento de intemperismo .....</p>	32
<p>Figura 11 – Curvas de TGA da MFC, da lignina Kraft de folhosas e dos filamentos bicomponentes reforçados com lignina .....</p>	33
<p>Figura 12 – Resistência mecânica dos filamentos sem lignina, 1% lignina, 3% lignina e 5% lignina .....</p>	34

# 1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, houve um aumento exponencial de empresas que buscam por matérias primas renováveis e biodegradáveis, como as fibras lignocelulósicas, para substituir os materiais sintéticos em diversas aplicações. Visando atender a essa demanda, pesquisas apontam que, as microfibrilas de celulose (MFC) provenientes das fibras lignocelulósicas, surgem como um material que apresenta propriedades físico-mecânicas atraentes, podendo ser utilizadas no desenvolvimento de novos produtos ou como base para melhorar o desempenho e a qualidade de suas propriedades (POTULSKI et al., 2014).

As MFC possuem propriedades mecânicas com alta resistência a tração e elevada rigidez e, combinados com sua baixa densidade, tornam-se mais atrativo o desenvolvimento de novos materiais e ao mesmo tempo desafiador em função de suas dimensões (SIRÓ & PLACKETT, 2010; BELBEKHOUCHE et al., 2011). Além disso, a qualidade dos produtos de base celulósicas podem ser reforçados e/ou melhorados com outros constituintes químicos orgânicos, como a lignina.

A lignina é o segundo maior componente químico da madeira e é considerado resíduo na indústria de celulose e papel que utiliza o processo kraft. O emprego da lignina em outros produtos é oportuno para o melhor destino do resíduo e, conseqüentemente, o aproveitamento de suas intrínsecas características. A lignina é um material de baixa densidade e abrasividade, com características propícias para o uso em substituição a cargas inorgânicas. Com certos polímeros, em formulações adequadas, a lignina pode formar compósitos parciais ou até completamente biodegradáveis (ALEXY; KOSIKOVA; PODSTRANKA, 2000).

A lignina surge como o componente da madeira com maior capacidade de absorver energia ultravioleta e visível, com isso a implementação da lignina em diferentes produtos vem sendo estudada para a melhoria da proteção UV (SADEGHIFAR E RAGAUSKAS, 2020). O que desperta o interesse da presente pesquisa, com a melhoria da resistência UV do filamento bicomponente de MFC reforçado com a adição da lignina.

Os filamentos bicomponentes de MFC são compósitos com duas camadas, em que na camada interna é preenchida por MFC e na camada externa pelo agente endurecedor, para a formação do filamento durante o processo, que pode ser

produzido utilizando o método *wet-spinning* ou *dry-wet-spinning* (LUNDAHL et al, 2016). Uma das vantagens de utilizar o processo *dry-wet-spinning*, é o emprego de baixas temperaturas, o que torna o processo mais aceitável (REBELO, 2015).

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

Com o propósito de aproveitar as propriedades intrínsecas das MFCs e lignina, e por conseguinte alcançar novos mercados, pesquisas estão buscando utilizar estes materiais para produzir fios longos de celulose com alta resistência e rigidez, baixo peso e alta área superficial, visando a substituição de materiais de fontes não renováveis e com isso um enorme campo de aplicações se abre (KAFY et al., 2017; LUNDAHL et al., 2016)

### **1.2 Objetivos**

#### **1.2.1 Objetivos geral**

Utilizar o resíduo de lignina kraft da indústria de celulose e papel para melhorar as propriedades dos filamentos bicomponentes de MFC por meio de adição de lignina kraft em sua composição.

#### **1.2.2 Objetivos específicos**

- Encontrar a concentração ideal de lignina Kraft para melhorar as propriedades dos filamentos bicomponentes de MFC.
- Caracterizar os filamentos por meio de análise mecânica.
- Caracterizar os filamentos por meio de análises térmicas.
- Caracterizar morfológicamente os filamentos.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Fibras lignocelulósicas

As fibras vegetais podem ser obtidas de diferentes partes da planta como caule, folhas, tronco, entre outros. Por apresentarem constituição básica de celulose, hemicelulose e lignina, são também chamadas de fibras lignocelulósicas (BARBOSA, 2011). Tais componentes estão arranjado nas fibras em uma complexa estrutura física (BENINI, 2011). As propriedades físicas das fibras lignocelulósicas são determinadas principalmente pela composição química e física, como a estrutura das fibras, celulose, ângulo das fibrilas e pelo grau de polimerização (BARBOSA, 2011).

Segundo Razera (2006) diferente das fibras sintéticas, utilizadas como reforço em matrizes poliméricas, as fibras lignocelulósicas apresentam variações significativas em suas propriedades mecânicas, pois dependem de diversos fatores como: proporção das componentes básicas (celulose, hemicelulose e lignina), do diâmetro da fibra, da proporção de regiões cristalinas e não-cristalinas, entre outros.

As fibras lignocelulósicas, em relação as fibras sintéticas, são relativamente mais baratas, leves, flexíveis e não-abrasivas para equipamentos de processamento, o que contribui para produção de compósitos mais resistentes (MONTEIRO et al., 2009; BARBOSA, 2011).

Diante disso, as fibras lignocelulósicas são objetos de estudos por apresentar características que é de suma importância tecnológica, sendo uma alternativa para substituir as fibras sintéticas em diversas aplicações, por ser de fonte renovável, reciclável, biodegradável e de baixo custo.

### 2.2 Celulose

A celulose é classificada como a matéria orgânica mais abundante do mundo, sendo o principal componente das paredes celulares das plantas. A sua extração pode ser feita através de processos químicos ou mecânicos. Apresenta um vasto número de ligações de hidrogênio, intermolecular e intramolecular, que resulta em uma intensa interação entre suas moléculas (POTULSKI, 2012).

A celulose é um polímero de cadeia linear, de alto peso molecular e com grau de polimerização que varia de 1.000 até 15.000 unidades de glicose (sendo 3.000 considerado o valor médio). A celulose é constituída exclusivamente de  $\beta$ -D-glucose,

unida por ligações glicosídicas por meio dos carbonos 1-4, apresenta uma estrutura organizada, com regiões parcialmente cristalinas (ordenadas) e regiões amorfas (regiões desorganizadas), formando agregados de microfibrilas (CASTRO, 2009). A Figura 1, apresenta a composição estrutural da celulose, a fórmula geral é  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , onde “n” corresponde o grau de polimerização.

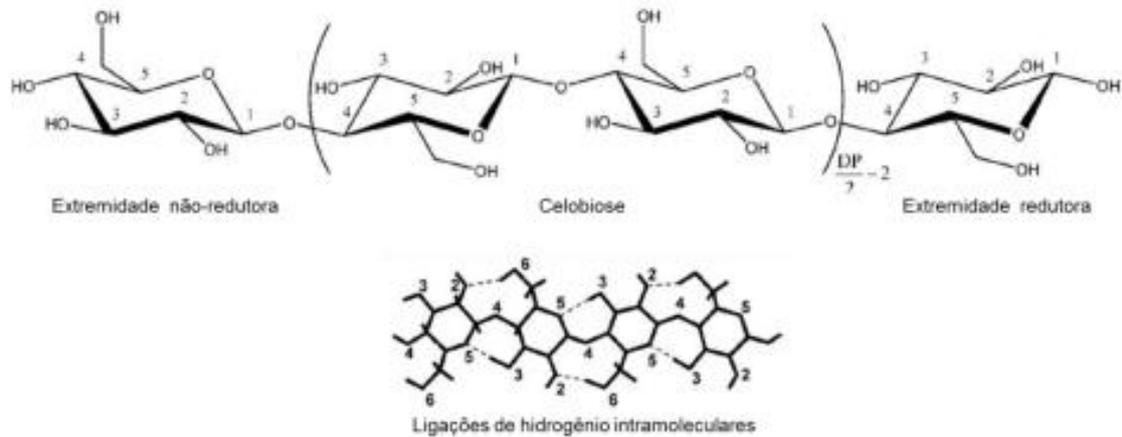


Figura 1 – Esquema representativo da estrutura química da celulose e de suas ligações de hidrogênio intramoleculares.

Fonte: Adaptado de Habibi, Lúcia e Rojas (2010).

A celulose e seus derivados, são utilizados na aplicação de produtos, como fibras, cosméticos, adesivos, e nos mais diversos segmentos industriais, desde a indústria têxtil à indústrias alimentícias, dentre outras (GUERREIRO et al., 2016; SHIMITIZU, 2018), devido as suas características relacionadas as propriedades mecânicas, leveza, e por ser um material biodegradável e de fonte renovável (ABUSHAMMALA; MAO, 2019).

Em função de sua estrutura fibrosa, a celulose possui alta resistência a tração, tornando-se uma alternativa viável para ser utilizada como reforço mecânico em compósitos que estão sendo desenvolvidos hodiernamente (ZENG et al., 2016).

### 2.3 Celulose microfibrilada (MFC)

O termo micro/nanofibrilas é bastante utilizado para descrever a celulose fibrosa que envolve uma ampla classe de diâmetro que podem ir de alguns nanômetros à micrômetros (TONOLI et al., 2012). O diâmetro da fibra pode ser

reduzido ainda mais, no entanto, a longa exposição à fibrilação mecânica resultará em maior gasto energético no processo (BENÍTEZ; WALTHER, 2017).

A MFC tem origem a partir das pontes de hidrogênio intra e intermoleculares formadas pelas cadeias de celulose. Ela é composta de 10 a 50 microfibrilas e estas dimensões variam em comprimento, largura e grau de orientação, dependendo da sua origem, embora o diâmetro chega a 100 nm e o comprimento em vários micrômetros (MAILEANO, 2018).

A celulose microfibrilada é obtida por processos químicos, enzimáticos, mecânicos ou a combinações de alguns deles (HENRIKSSON, 2008). O método mais utilizado é o processo mecânico de homogeneização a alta pressão que consiste na desintegração da parede celular da fibra lignocelulósicas (SIRO; PLACKETT, 2010).

Segundo Tonoli (2012), a MFC possui características importantes como a alta resistência, resultante do aumento da área de contato. Esta propriedade melhora as conexões entre as microfibrilas e proporciona o aumento na resistência do material para aplicações em produtos, como embalagens e papéis.

A celulose microfibrilada pode ser aplicada nos mais diversos produtos, que vai desde de commodities até produtos com alto valor agregado para muitas áreas, como farmacêutica, cosmética, alimentícia, entre outras. Uma potencial aplicação da MFC está no papel, no entanto, o uso de microfibrilas de celulose em materiais compostos, como revestimentos e filamentos renováveis, tem atraído grande atenção devido à sua área superficial específica e propriedades mecânicas únicas, além de ser um material oriundo de fonte renovável (HAMADA et al., 2010).

## **2.4 Produção de filamentos de MFC**

Existem diversos métodos para produção de filamentos de celulose, entretanto, os métodos mais utilizados para esta finalidade, são conhecidos como *wet-spinning* (fiação úmida) e *dry-spinning* (fiação seca).

Na técnica de fiação úmida, o polímero dissolvido é submetido a forte pressão, fazendo com que a solução passe pela fieira, que fica imersa no banho de coagulação, que geralmente está na fase aquosa. No mesmo banho, os filamentos coagulam e o solvente usado para dissolver o polímero é disperso, podendo ser recuperado posteriormente (REBELO, 2015).

Na técnica de fiação seca, a solução contendo o polímero é forçada através de uma matriz e, na saída desta matriz, as fibras estão em contato com uma corrente de ar quente ou gás inerte. O solvente evapora e os materiais se solidificam, formando assim os filamentos. No processo de obtenção dos filamentos, a temperatura de fiação deve ser ao ponto de ebulição do solvente (REBELO, 2015).

Para a produção de filamentos de microfibrilas de celulose estes dois métodos têm sido empregados, como também o método *dry-wet-spinning* que consiste na injeção dos materiais fora do coagulante (ao ar), mas em seguida entram em contato com o solvente para sofrerem o processo de coagulação (LUNDAHL et al., 2016).

## 2.5 Lignina

A lignina é uma macromolécula aromática, constituída por unidades de fenilpropanóides denominados C<sub>6</sub>C<sub>3</sub>, com ligações tridimensionais que ocorrem, predominantemente, no xilema das plantas terrestres (DONALDSON, 2001). Segundo SHIMITIZU (2018), a lignina envolve, em partes, os polissacarídeos e as microfibrilas de celulose na parede celular da planta por meio de interações físicas e ligações covalentes. A Figura 2 apresenta a estrutura química da lignina.

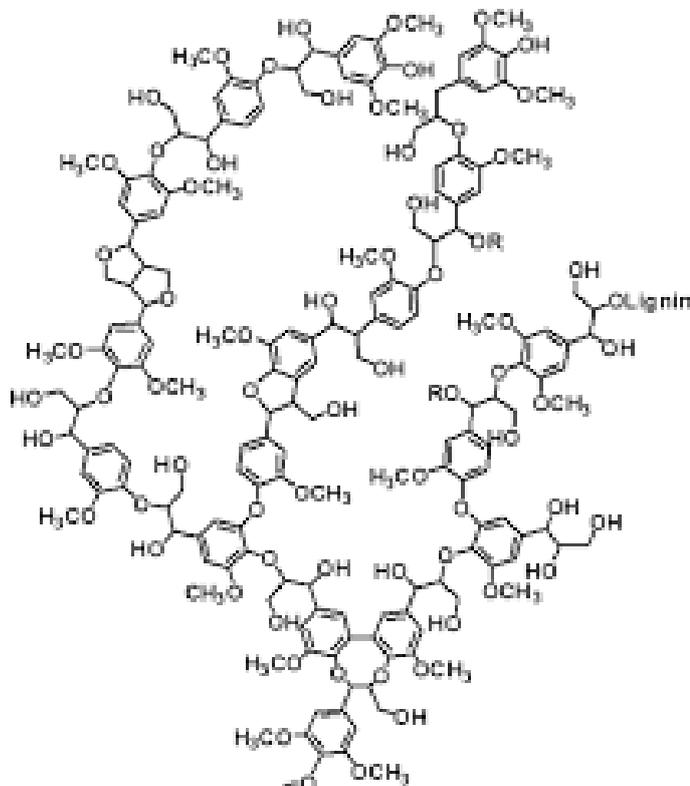


Figura 2 - Representação da composição química da lignina

Fonte: Klock (2013).

Na madeira a lignina é encontrada em maior concentração na lamela média. No processo de diferenciação e formação das células a lignina é incorporada na parede celular, interpenetrando as fibrilas, conferindo rigidez, resistência à compressão e o caráter hidrofóbico da matriz de polissacarídeos na parede celular (ANDRADE; KLOCK, 2013;).

Segundo Lino (2015), a lignina possui uma estrutura heterogênea, amorfa, complexa e de alta massa molecular, sendo composta por três tipos de unidades aromáticas: guaiacil (G), siringil (S) e unidades de *p*-hidroxifenil, como se mostra na Figura 3. A lignina é encontrada em diferentes estruturas básicas na madeira, essa variação ocorre devido o tipo de espécie lenhosa.

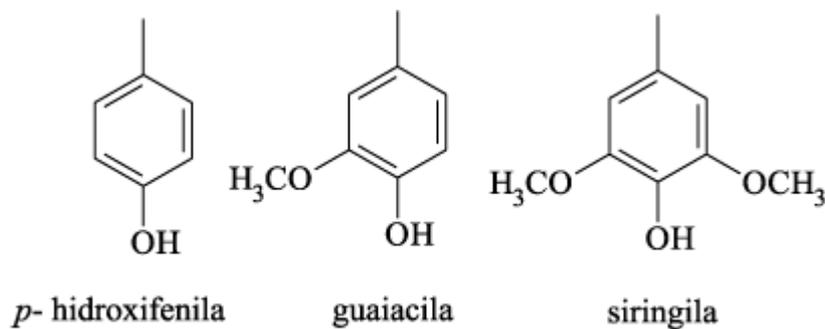


Figura 3 - Unidades aromáticas presentes na lignina.

Fonte: Santos (2001).

A lignina possui uma grande quantidade de grupos cromóforos funcionais (grupo hidroxila fenólica, grupos carbonílicos, duplas ligações, etc.), sendo capaz de absorver um amplo espectro de luz UV, na faixa de 250 – 400 nm (SADEGHIFAR; RAGAUSKAS, 2020).

Pesquisadores tem realizado testes utilizando a lignina, como matéria prima, em diversos campos afim de aproveitar suas propriedades intrínseca para a fabricação de inúmeros produtos, utilizando-a diretamente como extraído ou alterando alguns de seus grupos funcionais (CATETO et al., 2009). A lignina pode ser aplicada para a produção de energia, de adesivos como as resinas de fenol-formaldeído (substituindo o fenol), conferência de proteção UV, dentre outras aplicações.

## 3 MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 Materiais

Para o desenvolvimento, do trabalho, foram utilizadas microfibrila de celulose branqueada (MFC) e lignina de eucalipto, em pó, proveniente do processo Kraft, ambos materiais doados pela empresa Klabin S. A. Além destes também foi usado o polissacarídeo natural goma guar (GG), de granulometria 200 mesh, do fabricante Synth (São Paulo / Brasil).

### 3.2 Procedimento para preparação da goma guar

A goma guar foi preparada na proporção de 3g de GG em pó para 97ml de água de destilada. A mistura foi realizada através de um liquidificador industrial por aproximadamente 5 min. Por conseguinte, a GG foi disposta em um béquer e, com auxílio de um agitador mecânico, agitou-se a 1000rpm, durante 30 min

### 3.3 Composição e procedimento para preparação dos filamentos bicomponente e bicomponentes com adição de lignina.

O filamento bicomponente consiste em duas camadas (interna e externa). Para a produção dos filamentos a MFC foi utilizada, com concentração de 4,5%, na camada interna e a goma guar em concentração de 3%, na camada externa. A Figura 4a apresenta a composição do filamento bicomponente sem lignina.

Ambos materiais foram injetados em seringas (distintas) de 10 ml acoplada com uma agulha coaxial, e posteriormente inseridas, na velocidade de 0,3 ml/s, ao sistema *dry-wet-spinning* em álcool P.A como solvente, dando início a confecção dos filamentos bicomponente.

O tempo de coagulação dos fios foi de 120s, após esse período foram retirados do sistema e expostos em uma mesa acrílico, onde secaram durante 24 horas. Por conseguinte, os fios foram condicionados por 48 horas em ambiente com temperatura de  $20 \pm 3$  °C e umidade relativa de  $65 \pm 3\%$  antes da realização das análises.

A lignina foi utilizada em concentrações de 1%, 3% e 5% (m/v), na camada externa da agulha coaxial, juntamente com a goma guar, para confecção dos filamentos bicomponente, como pode ser observado na Figura 4b. Durante o trabalho

os seguintes códigos de 1% Lig., 3% Lig. e 5% Lig. foram usados para referenciar os fios com a composição de 1%, 3% e 5% de lignina respectivamente.

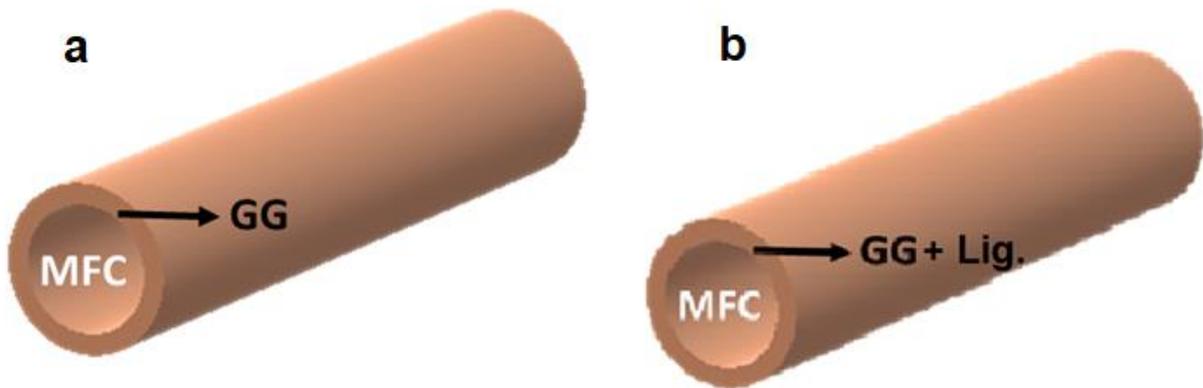


Figura 4 – (a) representa a composição do filamento sem lignina; (b) composição do filamento com adição de lignina junto com a goma guar na camada externa.

Fonte: Adaptado de COLARES NETO (2021).

O comprimento da agulha coaxial utilizada foi de 4,5 cm. O diâmetro preenchido pela MFC na camada interna é de 0,3 mm (diâmetro da agulha interna com a espessura da parede é de 0,40 mm). A camada externa preenchida por goma guar, e lignina, possui diâmetro de 0,60 mm, com a espessura da parede da agulha o diâmetro é de 0,80 mm.

### 3.4 Dimensões dos filamentos

A área da seção transversal dos filamentos foi estimada assumindo geometria retangular, obtendo as dimensões de largura e espessura. Ambas as dimensões dos fios foram medidas com base nas imagens adquiridas com microscópio óptico da marca Zeiss, modelo Axio Scope A1, com aproximação de 500x.

Foram analisadas três posições equidistantes ao longo do comprimento dos fios, para tanto foram utilizados 10 filamentos de cada configuração (sem lignina e com lignina).

### 3.5 Densidade aparente

A densidade aparente foi mensurada utilizando os fios com comprimento de 15 cm e a largura obtida na microscopia óptica. Foi assumido que a região transversal possui seção retangular para o cálculo de volume do fio, a massa foi obtida em

balança de precisão (0,001g). A relação da massa com o volume do fio foi feita para obtenção da densidade aparente. Foram usados 10 fios para cada condição de tratamento.

### 3.6 Densidade real

A densidade real, que segundo Cabral (2013) representa ao peso de sólidos em relação ao volume ocupado sem considerar qualquer espaço poroso, foi mensurada pelo método do picnômetro. A determinação da densidade através do picnômetro é precisa, conforme apresentada em outros trabalhos (MACIEL, 2017). Utilizou-se um líquido com densidade conhecida (éter de petróleo), no ensaio dos fios.

Para realização do teste, foram usados 0,2 g de fio particulado (dimensões em torno de 1 mm). Posteriormente, os fios particulados foram secos em estufa com temperatura média de 60°C por 24 horas. Após a etapa de secagem, e com o auxílio de uma balança de precisão (0,001 g), foram pesados 0,2 g de fios ( $m_a$ ); pesou-se também o picnômetro seco e vazio ( $m_1$ ); pesou-se o picnômetro com éter de petróleo ( $m_2$ ); colocou-se os fios dentro do picnômetro juntamente com o éter de petróleo e todo esse sistema foi aferido ( $m_3$ ). Foram realizadas três repetições para cada tipo de filamento. Logo após a obtenção dos valores, a densidade real foi calculada conforme a Equação 1.:

$$\rho_{real} = \frac{m_a}{((m_2 + m_1 + m_a) - (m_1 + m_3))} * \rho_{E.P} \quad Eq. 1$$

Onde:

- $\rho_{real}$  = Densidade real (g/cm<sup>3</sup>);
- $m_a$  = Massa da amostra (g);
- $m_1$  = Massa do picnômetro vazio e seco (g);
- $m_2$  = Massa do picnômetro preenchido com éter de petróleo (g);
- $m_3$  = Massa do picnômetro contendo os fios e preenchido com éter de petróleo (g);
- $\rho_{E.P}$  = Densidade do éter de petróleo usada foi de 0,625 g/cm<sup>3</sup>.

### 3.7 Propriedade mecânica dos filamentos

A propriedade mecânica dos filamentos foi caracterizada conforme a norma Standard Test Method (ASTM) D2256 – D2256M (2015), por meio de uma máquina

universal de ensaio (Modelo AME - 2kN), apresentado na Figura 5, utilizando uma célula de carga de 5 N, aplicando 0,3 N/min. Para realização do ensaio mecânico de tração, foram utilizados 5 filamentos por tipo, e o comprimento médio ensaiado desses filamentos foi de 3 cm.

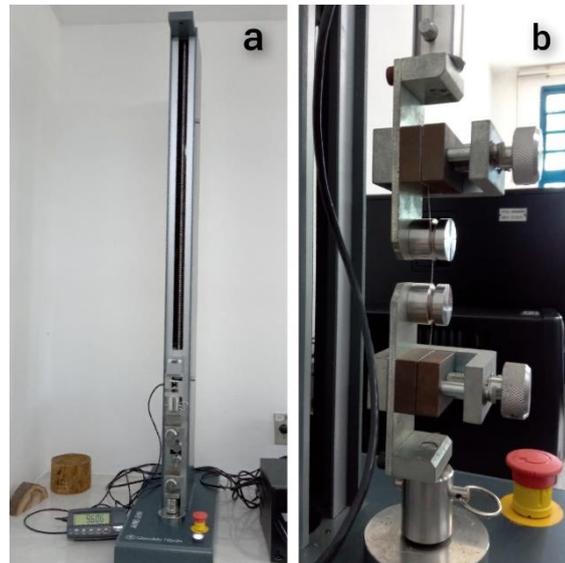


Figura 5 – (a) máquina universal de ensaio (Modelo AME - 2kN); (b) disposição do corpo de prova para o ensaio de tração.

Fonte: O autor (2022).

### 3.8 Absorção de água

O método *tea-bag* foi utilizado para a análise de absorção de água, sendo o mais comum, rápido e apropriado para quantidades limitadas de amostras ( $W_0 = 0,1 - 0,3$  g), realizado conforme os parâmetros descritos por Zohuriaan-Mehr e Kabiri (2008). Em balança de precisão (0,001g) foram pesados 0,2g de fios e colocadas em sachês de chá posteriormente imersas em água destilada à temperatura ambiente por uma hora, em seguida foram retirados da água e deixados em suspensão por 10 min para a remoção do excesso de água. Logo foram pesados em estado úmido e a absorção de água calculada conforme a Equação 2.:

$$S_e = \frac{M_f - M_i}{M_i} \quad \text{Eq. 2}$$

Onde:  $S_e$ = Absorção de água (g/g);  $M_f$  = Massa úmida;  $M_i$  = Massa seca.

### **3.9 Análise térmica**

Os filamentos foram analisados pelas técnicas de termogravimétrica – TG e DTG. As leituras foram realizadas pelo Analisador Termogravimétrico LabSys Evo no intervalo de temperatura entre 23°C a 700°C com taxa de aquecimento de 10°C/min sob atmosfera inerte (N<sub>2</sub>). Para esta análise foram utilizados 0,2 g de fios particulados (para cada tipo de tratamento), filme de MFC na concentração de 4,5%, 0,2 g de Lignina Kraft e 0,2 g de goma guar.

### **3.10 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

Para realização da análise da microestrutura, a superfície dos filamentos foi metalizada com ouro e as imagens do MEV foram realizadas no Departamento de Ciências Florestais e da Madeira do CCAE, no equipamento MEV JEOL JSM-IT200. Para realização desta análise foram utilizados 1 fio de cada tipo de configuração (Sem Lignina, 1%Lig, 3%Lig e 5%Lig.), com aproximadamente 15 cm de comprimento.

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

Para realização da análise de FTIR nos filamentos utilizado o espectrômetro Bruker, modelo tensor 27 (4000 para 400 cm<sup>-1</sup>). Os espectros foram obtidos através das varreduras na região do infravermelho médio. Para esta análise foram utilizados 0,2 g de fios particulados (para cada tipo de tratamento com lignina e sem lignina), filme de MFC na concentração de 4,5%, 0,2 g de Lignina Kraft e 0,2 g de goma guar.

### **3.12 Análise de envelhecimento acelerado - Intemperismo**

Neste ensaio, foram simuladas as condições de exposição dos filamentos, com intensidades elevadas de intemperismo, de modo a acelerar o processo de degradação. A simulação do envelhecimento acelerado foi realizada em uma câmara climática de intemperismo modelo BASS – UUV/2019, como apresentado na Figura 6.

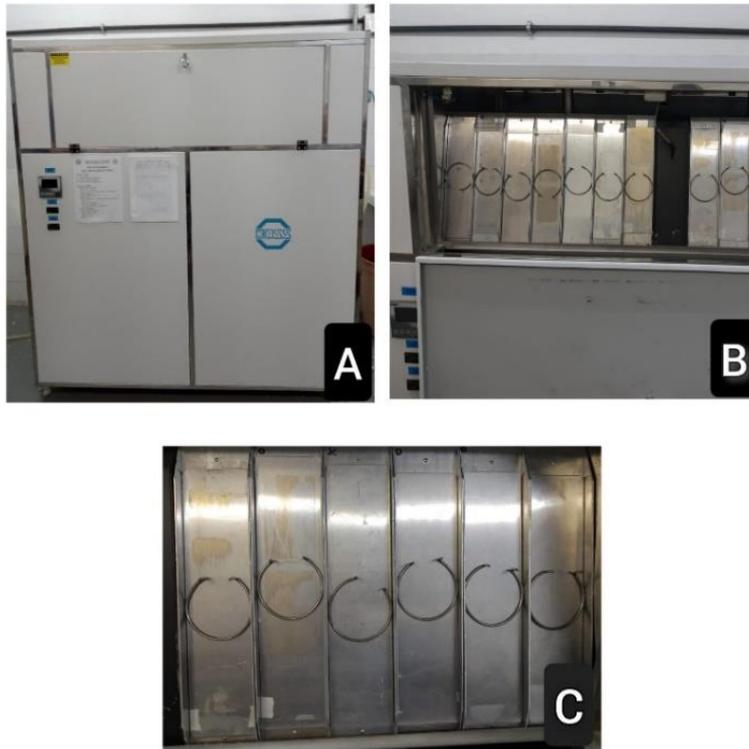


Figura 6 – Câmara de envelhecimento acelerado (A); Placas metálicas onde os filamentos ficaram dispostos (B) e (C).

Fonte: O autor (2022).

O ensaio de intemperismo dos filamentos foi realizado de acordo com o ciclo 4 da norma *American Society for Testing and Materials - ASTM G154* (2006), que apresenta uma duração de doze horas, sendo oito horas de luz UV a  $70 \pm 3$  °C e quatro horas de condensação a  $50 \pm 3$  °C. O ciclo total de exposição foi de 72 h, totalizando 6 ciclos completos de 12 h. Para realização deste ensaio foram utilizados 7 fios de cada tipo de configuração.

### 3.13 Análise estatística

Para verificar o efeito da adição da lignina nas características dos fios, foi utilizado o experimento com delineamento inteiramente casualizado (DIC), foram comparadas pelo método de Skott-knott em nível de 5% de probabilidade.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Morfologia dos filamentos

Na Figura 7 está disposto a imagem dos filamentos prontos para a realização das análises. É possível observar, sem auxílio de lentes de aproximação, a presença da lignina na camada externa dos filamentos. Nota-se que ficou cada vez mais evidente a visualização da lignina e, por consequência, a distinção entre os filamentos a medida em que se aumentava o teor de lignina.

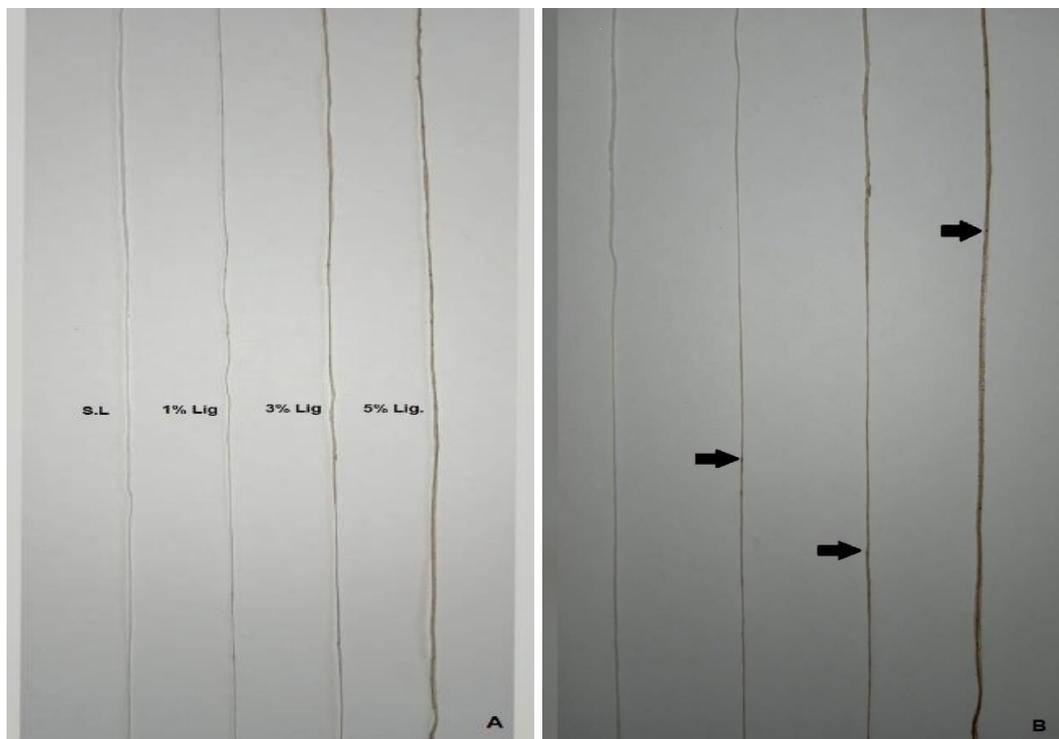


Figura 7 – A) Filamentos bicomponente: S.L = Sem lignina; 1%Lig = 1%Lignina; 3%Lig. = 3%Liginina e 5%Lig. = 5% Lignina. B) As setas pretas indicam pontos que evidenciam a presença da lignina na composição dos filamentos. Da esquerda pra direita temos: Sem Lignina, 1%Lig., 3%Lig. e 5%Lig.

Fonte: O autor (2022).

Na Figura 8 está sendo apresentada as microestruturas dos filamentos bicomponente, obtidas através de imagens capturadas pelo MEV, nas condições de tratamento com lignina e sem lignina, que coagularam no tempo de 120 segundos.

Na primeira coluna (a, d, g, j) é mostrada a seção transversal, na segunda coluna (b, e, h, l) as imagens da seção longitudinal, ambas com aproximação de 100x, e na terceira coluna (c, f, i, m) a seção longitudinal com aproximação de 1000x.

A identificação dos filamentos foi disposta, na Figura 8, da seguinte forma: Filamento sem lignina (a, b, c), 1% Lignina (d, e, f), 3% Lignina (g, h, i) e 5% Lignina (j, l, m), respectivamente.

Ao analisar a primeira coluna da Figura 8 (a, d, g, j), nota-se que, o fio sem lignina apresentou seção transversal circular, enquanto os fios compostos por diferentes concentrações de lignina apresentaram seção transversal retangular ou achatada, ficando o achatamento cada vez mais visível a medida em que aumentava-se o teor de lignina.

Em todos os fios verificou-se a formação de uma “aba” (indicada em seta amarela) composta por goma guar. Quando houve a adição e aumento na quantidade de lignina, essa aba também aumentou de tamanho, são indicadas na Figura 8 (b, e, h, l).

Vale ressaltar que a má formação do fio com 5% de lignina, indicada com a seta vermelha na Figura 8j, onde é mostrada uma grande abertura na composição do filamento, veio a prejudicar a sua resistência mecânica.

Em relação a seção longitudinal dos filamentos nota-se que ambos o processo de formação dos fios colaborou com o alinhamento dos materiais no sentido longitudinal, consequência do arraste da velocidade do álcool. Este alinhamento pode ser visualizado na segunda coluna da Figura 8, sendo representados pelas letras b, e, h, l.

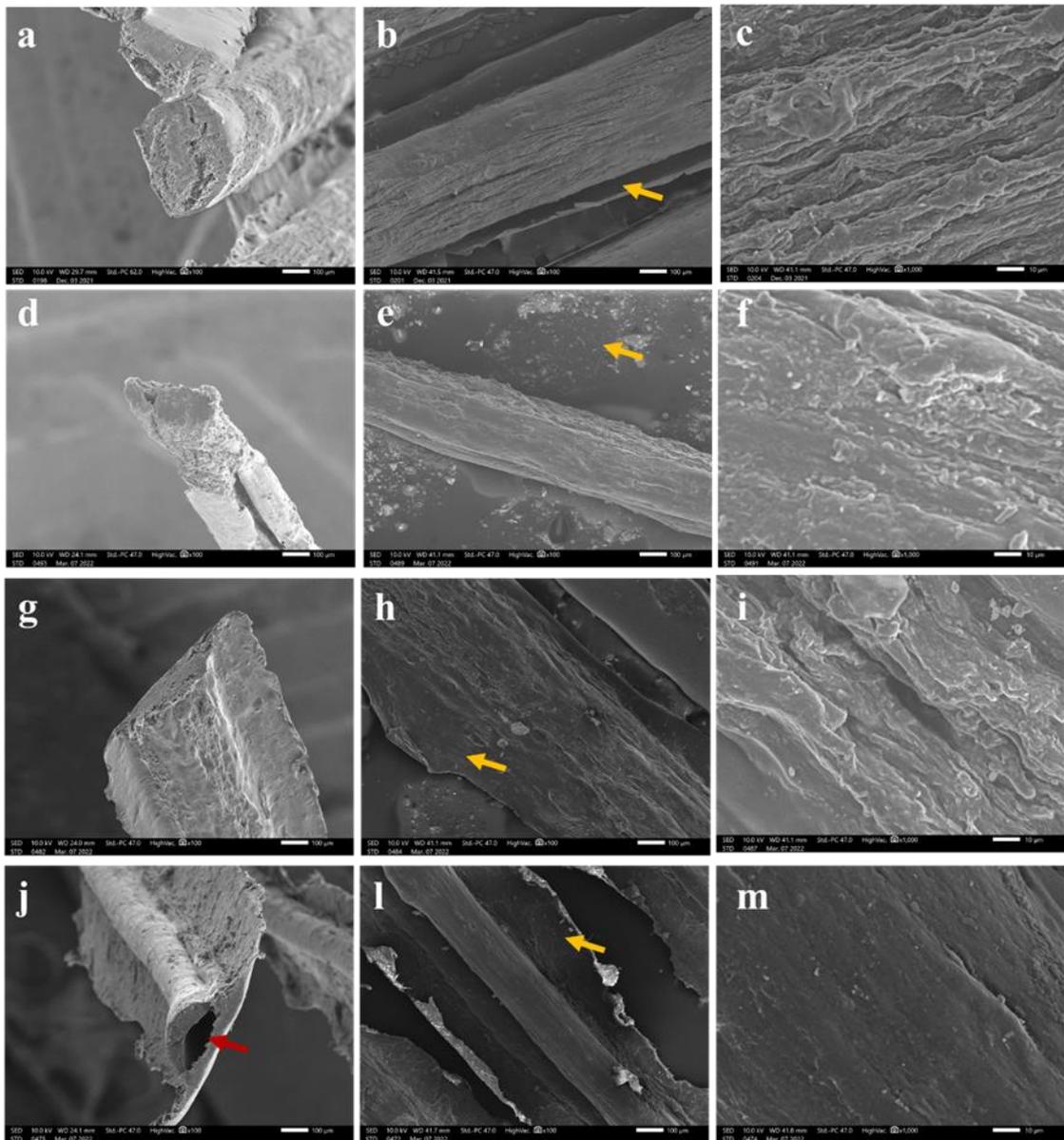


Figura 8 – Microestrutura dos filamentos de MFC sem adição de lignina (a, b, c); com adição de 1% de lignina (d, e, f); adição de 3% de lignina (g, h, i); adição de 5% de lignina (j, l, m). c, f, i e m: aproximação de 1000x, as demais com aproximação de 100x.

Fonte: O autor (2022).

#### 4.2 Dimensões dos filamentos

As dimensões dos filamentos, a densidade e o fator de forma estão apresentados na Tabela 1. Nota-se que a lignina contribuiu para o aumento das dimensões dos filamentos, esse componente químico favoreceu o processo de

coagulação e aumentou o achatamento do filamento durante o seu processo de secagem, o que colaborou com o aumento do fator de forma.

De acordo com Sobral (2000) e Gomes (2014), a espessura dos filamentos influencia amplamente as propriedades mecânica. Quanto maior as dimensões de espessura, mais resistente à ruptura são os fios.

Tabela 1 – Dimensões dos filamentos sem lignina, 1% lignina, 3% lignina, 5% lignina.

Filamento	Largura (cm)	Espessura (cm)	Média de largura e espessura	Fator de Forma
<b>Sem Lignina</b>	0,057 <sup>a</sup>	0,025 <sup>a</sup>	0,030	0,41 <sup>a</sup>
<b>1% Lig.</b>	0,063 <sup>a</sup>	0,025 <sup>a</sup>	0,044	0,41 <sup>a</sup>
<b>3% Lig.</b>	0,065 <sup>a</sup>	0,030 <sup>b</sup>	0,047	0,47 <sup>b</sup>
<b>5% Lig.</b>	0,067 <sup>a</sup>	0,032 <sup>b</sup>	0,050	0,48 <sup>b</sup>

As médias seguidas pela mesma letra pertencem a um mesmo grupo pelo método de Skott-knott em nível de 5% de probabilidade.

Fonte: O autor (2022).

### 4.3 Densidade dos filamentos

Conforme apresenta na Tabela 2, a densidade aparente média, dos filamentos bicomponentes, variou de 0,852 g/cm<sup>3</sup> à 1,144 g/cm<sup>3</sup>. Pode-se afirmar que não houve diferença significativa da densidade aparente para as diferentes condições de tratamento dos fios, sendo esses valores maiores do que os encontrados por Lundahl et al. (2018).

Os autores, do trabalho citado anteriormente, produziram filamentos bicomponentes de nanofibrilas de celulose em concentração de 1,5% em peso e goma guar na concentração de 1% em peso, com tempo de coagulação de 5 minutos nos solventes de etanol e acetona, e obtiveram os seguintes resultados para densidade aparente: 0,60 g/cm<sup>3</sup>, solvente de coagulação etanol, e 0,89 g/cm<sup>3</sup>, solvente de coagulação acetona.

Ao analisar a densidade real, verifica-se maiores valores nos fios com 3% Lig. e 5% Lig., ou seja, esse componente químico influenciou na massa do fio e consequentemente em sua densidade.

Comparando os valores obtidos para as densidades dos fios entre os dois métodos, observa-se que os valores de densidade aparente foram inferiores à densidade real, fato esse que pode ser justificado devido a menor precisão da densidade aparente, que não leva em consideração as irregularidades das dimensões dos fios, ao contrário da densidade real.

Tabela 2 – Densidade aparente e densidade real dos filamentos.

<b>Filamento</b>	<b><math>\rho_{ap}</math> (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b><math>\rho_{real}</math> (g/cm<sup>3</sup>)</b>
<b>Sem Lignina</b>	0,852 <sup>a</sup>	1,55 <sup>b</sup>
<b>1% Lig.</b>	1,106 <sup>a</sup>	1,35 <sup>b</sup>
<b>3% Lig.</b>	1,144 <sup>a</sup>	1,86 <sup>a</sup>
<b>5% Lig.</b>	1,064 <sup>a</sup>	1,88 <sup>a</sup>

As médias seguidas pela mesma letra pertencem a um mesmo grupo pelo método de Skott-knott em nível de 5% de probabilidade.

Fonte: O autor (2022).

#### **4.4 Absorção de água**

Analisando-se os resultados dispostos na Tabela 3, para a análise de absorção de água, é verificado que não houve variação significativa, de acordo com método de Skott-knott, com o aumento do teor de lignina nos filamentos.

Os valores médios encontrados no trabalho variam de 1,930 a 2,135 g/g. Em comparação, os filamentos bicomponentes compostos por nanofibrilas de celulose e goma guar, apresentados no trabalho de Lundahl et al. (2018), absorveram  $4,3 \pm 6$  g/g de água, sendo esse valor maior do que o encontrado no presente trabalho.

Tabela 3 - Absorção de água dos filamentos nos diferentes tipos de configuração.

<b>Filamento</b>	<b>Média</b>	<b>Desvio Padrão</b>
<b>Sem Lignina</b>	1,930 <sup>a</sup>	0,164
<b>1% Lig.</b>	1,945 <sup>a</sup>	0,210
<b>3% Lig.</b>	2,007 <sup>a</sup>	0,253
<b>5% Lig.</b>	2,135 <sup>a</sup>	0,149

As médias seguidas pela mesma letra pertencem a um mesmo grupo pelo método de Skott-knott em nível de 5% de probabilidade.

Fonte: O autor (2022).

#### 4.5 FTIR

Os espectros das análises de FTIR dos filamentos bicomponentes com e sem lignina, da goma guar e da lignina pura são apresentadas na Figura 9. As bandas de absorção da celulose são observadas em regiões entre  $3660-2800\text{ cm}^{-1}$  e  $1650-400\text{ cm}^{-1}$ , o comprimento de onda entre  $3660-2800\text{ cm}^{-1}$  ocorrem devido as vibrações causadas pelas ligações O-H e C-H dos polissacarídeos (HOSPODAROVA et al., 2018). A banda em  $3331\text{ cm}^{-1}$  é característica do grupo OH dos polissacarídeos (POLETTTO et al., 2011).

De acordo com Dong-Bao et al. (2004) o deslocamento da intensidade da banda relacionada ao grupo OH é um indicador de interação entre dois componentes poliméricos por meio de ligações de H.

No presente estudo foi verificado o deslocamento da maior intensidade dos fios bicomponentes de MFC com GG em relação a banda da GG para a banda  $3346\text{ cm}^{-1}$ , ou seja, essa mudança de posição do pico OH retrata a interação entre a GG e MFC. O deslocamento e consequente interação entre os dois componentes foram constatados nas bandas  $1380\text{ cm}^{-1}$  e  $875\text{ cm}^{-1}$  que são relacionados a ligações C-N da goma guar (DAI et al. 2019). A banda  $1653\text{ cm}^{-1}$  indica ligação eletrostática entre a  $\text{NH}_4^+$  da goma guar com os grupos carboxílicos da MFC (DAI et al. 2020).

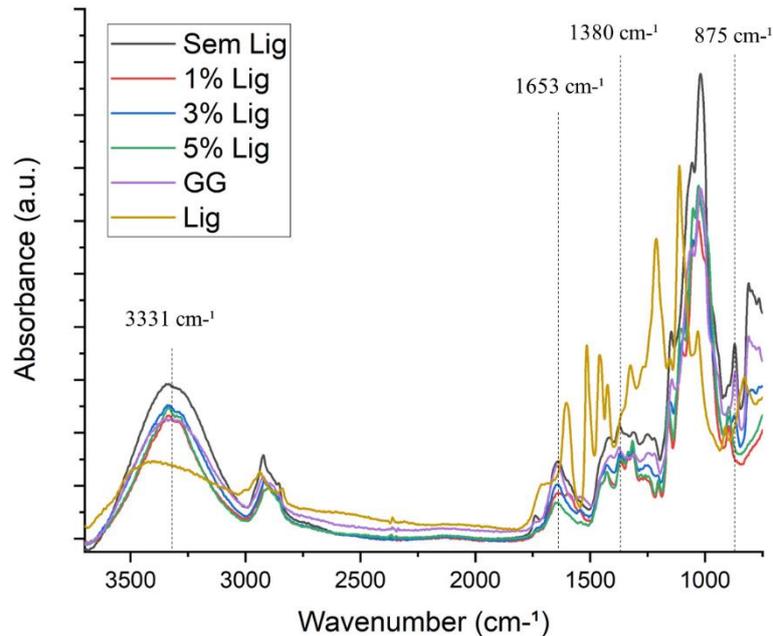


Figura 9 - Espectros das análises de FTIR dos filamentos bicomponentes com e sem lignina, goma guar e da lignina.

Fonte: O autor (2022).

As bandas em 1614, 1511, 1400  $\text{cm}^{-1}$  são características da vibração ocasionada pelo anel aromático da lignina (SANTOS et al., 2012) e dos grupos de OH ligados ao anel aromático (fenol). A banda 1323  $\text{cm}^{-1}$  é atribuída a lignina siringil com ligação C=O (GORDOBIL et al., 2016), nos fios com incremento de lignina esta banda apresentou maior intensidade. A banda 1108  $\text{cm}^{-1}$  é característico do éster presente na lignina (CHERIF et al., 2020), o qual estava ausente apenas no fio sem a adição de lignina.

Na Figura 10 é possível visualizar os fios que foram submetidos ao tratamento de intemperismo. A combinação da radiação UV com o oxigênio causa a oxidação da lignina e hemicelulose, como também a despolimerização da celulose (LIONETTO et al., 2012). O intemperismo do presente trabalho causou a redução da intensidade das bandas e consequente degradação das ligações químicas responsáveis pela formação do fio.

O deslocamento da banda 1420  $\text{cm}^{-1}$  para 1430  $\text{cm}^{-1}$  indica degradação da região amorfa da celulose, indicando que essas regiões foram mais afetadas quando submetidas ao intemperismo. Na banda que se destacou em relação aos fios sem

adição de lignina ( $1108\text{ cm}^{-1}$ ), a diferença de incremento de lignina na composição do fio não apresentou diferença no comportamento quando importado ao intemperismo.

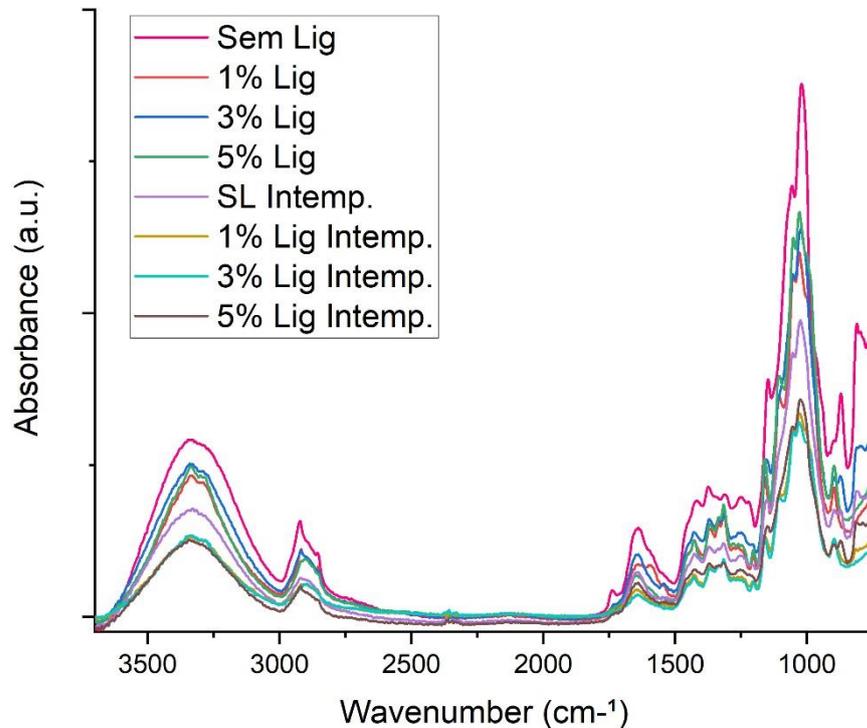


Figura 10 - Espectros das análises de FTIR dos filamentos bicomponentes com e sem lignina, submetidos ao tratamento de intemperismo.

Fonte: O autor (2022).

#### 4.6 Análise termogravimétrica

Na Figura 11 é apresentado a termogravimetria dos filamentos bicomponentes, da lignina kraft de folhosa e da MFC. Em geral, a inicial perda de massa até os  $150^{\circ}\text{C}$  é decorrente da perda de umidade. Além da perda de água, na goma guar ainda tem a degradação do agente plastificante etilenoglicol na faixa de  $120\text{-}220^{\circ}\text{C}$  (MU et al. 2012), a segunda e maior perda de massa da GG ocorre entre  $220\text{-}400^{\circ}\text{C}$  (SOARES et al. 2005). Em relação a MFC, a GG apresentou maior resistência térmica e colaborou com o aumento da resistência dos fios bicomponentes.

A degradação térmica dos componentes químicos dos materiais lignocelulósicos se comportam de diferentes maneiras. De acordo com Carrier et al. (2011) a degradação térmica da lignina ocorre na faixa de  $250\text{--}500^{\circ}\text{C}$ , as hemiceluloses em  $225\text{-}325^{\circ}\text{C}$  e a celulose  $305\text{-}375^{\circ}\text{C}$ . No presente trabalho, a maior

resistência térmica no início do processo foi da MFC, devido a menor quantidade de lignina em sua composição, pois a lignina é o primeiro componente a começar a se degradar termicamente (LÓPEZ-BECEIRO et al., 2021). A maior perda de massa ocorre devido a degradação térmica da celulose e hemiceluloses (WANG et al., 2021), isso ocorreu para os materiais a partir da temperatura de 300°C, exceto a lignina que começou em 200°C.

Em conformidade com Carrier et al. (2011), os fios que possuem a lignina em sua composição apresentaram maior resistência térmica até a temperatura de 800°C, ou seja, o aumento de inserção de lignina na composição do fio ocasionou o aumento da resistência térmica, justificando esse tipo de aplicação de lignina para a produção de fios que serão usados em condições de altas temperaturas.

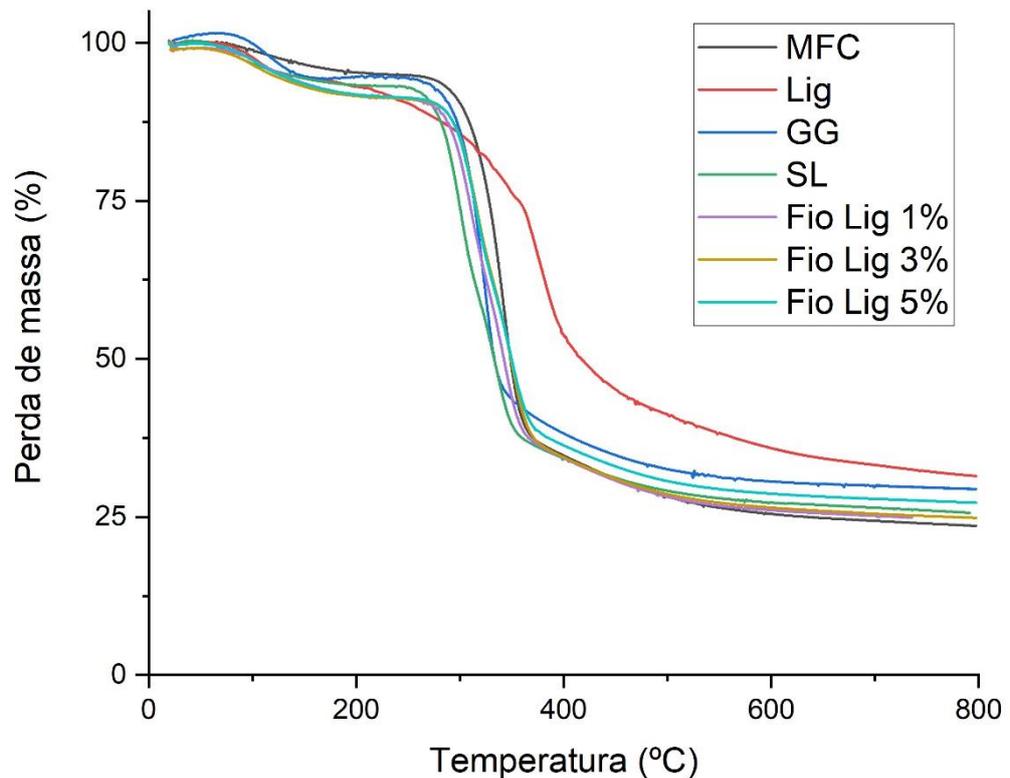


Figura 11 – Curvas de TGA da MFC, da lignina Kraft de folhosas e dos filamentos bicomponentes reforçados com lignina.

Fonte: O autor (2022).

#### 4.7 Resistência mecânica

O ensaio de tração é o mais aplicado por permitir a avaliação de inúmeras propriedades dos materiais. Ele mede a tensão máxima que um material pode resistir ao ser estendido até a sofrer sua ruptura (DIAS, 2016).

A Figura 12 mostra a resistência à tração na ruptura dos filamentos avaliados no presente trabalho. Houve diferença na resistência à tração entre os filamentos sem lignina e com lignina. Em comparação, entre os 4 tipos de condições distintas de tratamento, os filamentos bicomponentes produzidos com teor de 5% Lig. apresentaram o menor resultado de resistência mecânica (16,52 MPa) e os filamentos sem lignina o maior resultado (27,51 MPa).

De maneira geral, observa-se no gráfico que a resistência à tração diminui de acordo com que se vai aumentando o teor de lignina, presente na camada externa dos filamentos. Ou seja, a interação da lignina com a goma guar mostrou-se possuir menor resistência que as ligações entre a goma guar.

Em seu trabalho Lundahl et al. (2018) produziram filamentos bicomponentes de nanofibrilas de celulose com goma guar e encontraram valor de resistência à tração de 38 MPa, para os filamentos que coagularam em 5 min, no solvente acetona, valor esse maior do que os encontrado no presente trabalho.

No entanto essa diferença pode ser justificada devido a menor velocidade de injeção, dos materiais, e menor velocidade de arraste, para a formação dos filamentos no sistema *dry-wet-spinning* do presente trabalho.

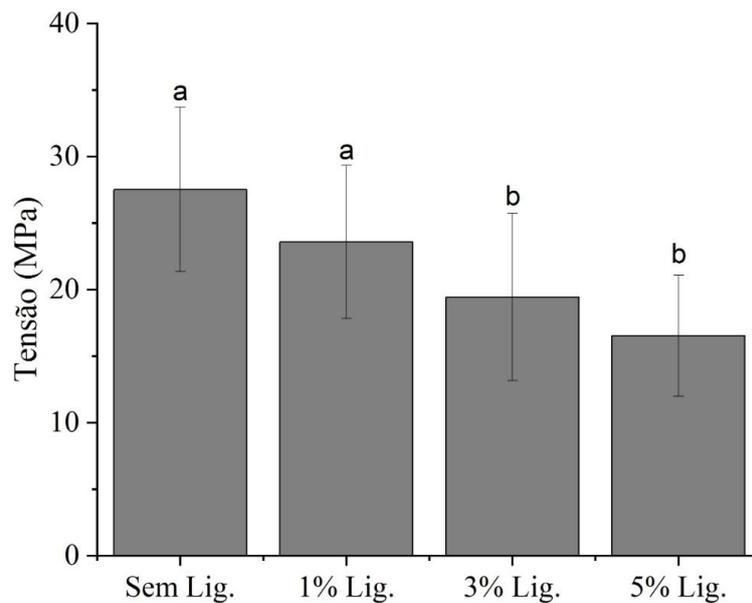


Figura 12 - Resistência à tração dos filamentos sem lignina, 1% lignina, 3% lignina e 5% lignina.

As médias seguidas pela mesma letra pertencem a um mesmo grupo pelo método de Skott-knott em nível de 5% de probabilidade.

Fonte: O autor (2022).

## 5 CONCLUSÃO

A microestrutura dos filamentos bicomponentes com adição de lignina apresentaram forma geométrica circular, e os filamentos sem lignina forma geométrica achatada/retangular. Os resultados da densidade aparente dos fios não foram influenciados com o aumento da concentração do teor de lignina, na densidade real os fios com 3% e 5% de lignina apresentaram as maiores densidades, contudo estes fios tiveram a menor resistência mecânica.

Pode-se concluir, por meio do teste de tração, que a interação entre as moléculas constituintes da lignina com a goma guar mostrou-se possuir menor resistência que as ligações intramoleculares da goma guar.

Em relação ao teste de absorção de água, a adição de lignina pouco influenciou nos resultados dos filamentos, sendo obtidos valores médios semelhantes entre as diferentes composições dos fios.

Através dos espectros do infravermelho foi possível verificar que à exposição dos filamentos ao intemperismo causou a redução da intensidade dos picos e consequente degradação das ligações químicas responsáveis pela formação do fio. A análise de termogravimetria mostrou que o aumento do teor de lignina na composição do fio ocasionou o aumento da resistência térmica.

## 6 REFERÊNCIAS

ABUSHAMMALA, H.; MAO, J.; A Review of the Surface Modification of Cellulose and Nanocellulose Using Aliphatic and Aromatic Mono- and Di-Isocyanates, **Molecules**, 2019, 24, 2782.

ALEXY, P.; KOSIKOVA, B.; PODSTRANKA, G; The effect of blending lignin with polyethylene and polypropylene on physical properties. **Polymer**, vol. 41, ed. 13, jun., p. 4901-4908, 2000.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G154**: standard practice for operating fluorescent light apparatus for UV exposure of nonmetallic materials. Philadelphia: ASTM, 2006. 11p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D2256/D2256M**: Standard Test Method for Tensile Properties of Yarns by the Single Strand Method, 2010, reapproved 2015.

ANDRADE, A. S.; KLOCK, U. **Química da Madeira**. 4 ed. Departamento de Engenharia e Tecnologia Florestal – Universidade Federal do Paraná. Curitiba – PR, 2013. 85 p.

BARBOSA, A. P. **Características estruturais e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de buriti**. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais) – Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campo dos Goytacazes – RJ, 2011.

BELBEKHOUCHE, S.; BRAS, J.; SIQUEIRA, G.; CHAPPEY, C.; LEBRUN, L.; KHELIFI, B.; MARAIS, S.; DUFRESNE, A. Water sorption behavior and gas barrier properties of cellulose whiskers and microfibrils films. **Carbohydrate Polymer**, v.83, n.4, p. 1740–1748, 2011.

BENINI, K. C. C. C. **Desenvolvimento e caracterização de compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas: HIPS/fibras de casca de coco verde e bagaço de cana de açúcar.** 125f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

BENÍTEZ, A. J.; WALTHER, A. Cellulose nanofibril nanopapers and bioinspired nanocomposites: a review to understand the mechanical property space. **Journal of Materials Chemistry A**, ed.5, p.16003-16024, 2017.

CABRAL, J. P. C.; **Preparação e caracterização dos resíduos de espumas de poliuretano do setor do calçado para a reciclagem química.** Dissertação (Mestrado em Tecnologia Ambiental) – Escola Superior Agrária, Instituto Politécnico de Bragança. Bragança – Portugal, 2013.

CARRIER, M.; LOPPINET-SERANI, A.; DENUX, D.; LASNIER, J. M.; HAMPICHAVANT, F.; CANSELL, F.; AYMONIER, C.: Thermogravimetric analysis as a new method to determine the lignocellulosic composition of biomass. **Biomass & Bioenergy**, Vol. 35, p. 298 - 307, 2011.

CASTRO, H. F. **Processos Químicos Industriais 2 - Papel e Celulose.** Escola de Engenharia de Lorena – Universidade de São Paulo, 2009. (Apostila).

CATETO, C. A.; BARREIRO, M. F.; RODRIGUES, A. E.; BELGACEM, M. N. Optimization study of lignin oxypropylation in view of the preparation of polyurethane rigid foams. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 48, n. 5, p. 2583-2589, 2009.

CHERIF, M. F.; TRACHE, D.; BROSE, N.; BENALIOCHE, F.; TARCHOUN, A. F.: Comparison of the Physicochemical Properties and Thermal Stability of Organosolv and Kraft Lignins from Hardwood and Softwood Biomass for Their Potential Valorization. **Waste Biomass Valor**, Vol. 11, p. 6541–6553, 2020. <https://doi.org/10.1007/s12649-020-00955-0>

COLARES NETO, J. R.: **DESENVOLVIMENTO DE FIOS BICOMPONENTES A PARTIR DE MICROFIBRILAS DE CELULOSE.** Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Industrial Madeireira – Departamento de Ciências Florestais e da Madeira,

Centro de Ciências Agrárias e das Engenharias, Universidade Federal do Espírito Santo, Campus Alegre. Alegre – Espírito Santo, 2022.

DAI, L.; CHENG, T.; WANG, Y.; LU, H.; NIE, S.; HE, H.; NI, Y.: Injectable all-polysaccharide self-assembling hydrogel: a promising scaffold for localized therapeutic proteins. **Cellulose**. Vol. 26, p. 6891 – 6901, 2019.

DAI, L.; CHENG, T.; XI, X.; NIE, S.; KE, H.; LIU, Y.; CHEN, Z.: A versatile TOCN/CGG self-assembling hydrogel for integrated wastewater treatment. **Cellulose**, Vol. 27, p. 915–925, 2020.

DIAS, O. A. T. **DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS DE ENGENHARIA BASEADOS EM POLIPROPILENO REFORÇADO COM LIGNINA**. Dissertação (Mestrado em Ciência Florestal) – Faculdade de Ciências Agronômicas, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus de Botucatu. Botucatu – São Paulo, 2016.

DONALDSON, L. A. Lignification and lignin topochemistry – an ultrastructural view. **Phytochemistry**, vol.57, n. 6, p. 859 – 873, 2001.

DONG-BAO, H.; LI-HUA, L.; QING, L.; XIAO-ZHEN, Y.: Synergistic interaction and gelation in cationic guar gum-sodium alginate system. **Wuhan University Journal of Natural Sciences**. Vol. 9, ed. 3, p. 371 - 374, 2004. Doi: <https://doi.org/10.1007/BF02907896>

FENGEL, D.; WEGENER, G. **Wood Chemistry, Ultrastructure, Reactions**. Berlin: Walter de Gruyter, 2003.

GOMES, G. V. P. **Produção simultânea de goma xantana e microfibrilas de celulose pela bioconversão de bagaço de cana por *Xanthomonas***. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Escola Politécnica, Universidade Federal da Bahia. Salvador – Bahia, 2014.

GORDOBIL, O.; MORIANA, R.; ZHANG, L.; LABIDI, J.; SEVASTYANOVA, O.: Assesment of technical lignins for uses in biofuels and biomaterials: Structure-related properties, proximate analysis and chemical modifcation. **Industrial Crops and Products**. Vol. 83, p. 155 – 165, 2016.

GUERRIERO, G.; HAUSMAN, J. F.; STRAUSS, J.; ERTAN, H.; SIDDIQUI, K. S. Lignocellulosic biomass: Biosynthesis, degradation, and industrial utilization. **Engineering in Life Sciences**, v. 16, ed. 1, p. 1-16, 2016.

HAMADA, H.; BECKVERMIT, J.; BOUSFIELD, D. W. Nanofibrillated cellulose with fine clay as a coating agent to improve print quality. **PaperCon – Talent, Technology and Transformation**. Atlanta, 2010.

HENRIKSSON, M. **Cellulose nanofibril networks and composites**: preparation, structure and properties. American Chemical Society Publications, 2008. Disponível em: [https://www.kth.se/polopoly\\_fs/1.111933.1600688359!/Menu/general/column-content/attachment/henriksson%20phd.pdf](https://www.kth.se/polopoly_fs/1.111933.1600688359!/Menu/general/column-content/attachment/henriksson%20phd.pdf). Acesso em: 22 set. 2021.

HOSPODAROVA, V.; SINGOVSKA, E.; STEVULOVA, N.: Characterization of Cellulosic Fibers by FTIR Spectroscopy for Their Further Implementation to Building Materials. **American Journal of Analytical Chemistry**, Vol. 9, n. 6, p. 303-310, 2018. doi: 10.4236/ajac.2018.96023.

LINO, A. G. **Composição química e estrutural da lignina e lipídios do bagaço e palha da cana-de-açúcar**. Tese (Doutorado em Agroquímica) - Programa de Pós-Graduação em Agroquímica, Departamento de Química, Universidade Federal de Viçosa – Campus Viçosa – Minas Gerais, 2015.

LIONETTO, F.; DEL SOLE, R.; CANNOLETTA, D.; VASAPOLLO, G.; MAFFEZZOLI, A.: Monitoring wood degradation during weathering by cellulose crystallinity. **Materials**, v. 5, n. 10, p. 1910-1922, 2012.

LÓPEZ-BECEIRO, J.; DÍAZ-DÍAZ, A. M.; ÁLVAREZ-GARCÍA, A.; TARRÍO-SAAVEDRA, J.; NAYA, S.; ARTIAGA, R.: The Complexity of Lignin Thermal Degradation in the Isothermal Context. **Processes**. Vol. 9, p. 1154, 2021. <https://doi.org/10.3390/pr9071154>.

LUNDAHL, M. J.; CUNHA, A. G.; ROJO, E.; PAPAGEORGIOU, A. C.; RAUTKARI, L.; ARBOLEDA, J. C.; ROJAS, O. J. Strength and Water Interactions of Cellulose I Filaments Wet-Spun from Cellulose Nanofibril Hydrogels. **Sci. Rep.** 2016, 6, 30695.

MACIEL, N. O. R.: **Análise mecânica comparativa de tração, flexão e impacto entre compósitos reforçados com fibras de Curauá e compósitos reforçados com fibras de vidro**. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências dos Materiais)

- Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campos dos Goytacazes – Rio de Janeiro, 2017.

MAILEANO, B. J. P. **Produção e caracterização de estruturas de celulose microfibrilada (CMF) e nanofibrilada (CNF) para o transporte e liberação controlada de anti-inflamatórios**. Dissertação (Mestrado em Química Medicinal) – Departamento de Química, Universidade da Beira Interior. Covilhã – Portugal, 2018.

MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P. D.; FERREIRA, A. S.; NASCIMENTO, D. C. O. Natural fiber polymer matrix composites: cheaper, tougher and environmentally friendly. **JOM**, v. 61, n. 1, 2009.

POLETTI, M.; PISTOR, V.; ZENI, M. A.; ZATTERA, A. J.: Crystalline Properties and Decomposition Kinetics of Cellulose Fibers in Wood Pulp Obtained by Two Pulping Processes. **Polymer Degradation and Stability**, Vol. 96, 2011, p. 679 - 685. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2010.12.007>.

POTULSKI, D. C. **Efeito da incorporação de microfibrilas de celulose sobre as propriedades do papel**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Florestal) – Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná. Curitiba – Paraná, 2012. p.1-74.

POTULSKI, D. C.; MUNIZ, G. I. B.; KLOCK, U.; ANDRADE, A. S. Influência da incorporação de celulose microfibrilada nas propriedades de resistência mecânicas do papel. **Sci. For.**, Piracicaba – SP, v. 42, n. 103, p. 345-351, set. 2014.

RAZERA, I. A. T.; Fibras lignocelulósicas como agente de reforço de compósitos de matriz fenólica e lignofenólica. Tese (Doutorado em Ciências Físico-química) – Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo. São Carlos – São Paulo, 2006. p. 1-189.

REBELO, M. I. C. **Desenvolvimento de fibras por wet spinning, otimização de materiais e processos**. Tese (Mestrado Integrado em Engenharia Química) – Faculdade de Engenharia, Universidade do Porto. Porto – Portugal, 2015, p.8.

SADEGHIFAR, R.; RAGAUSKAS, A. Lignin as a UV Light Blocker - A Review. **Polymers** 2020, 12, 1134; doi:10.3390/polym12051134.

SANTOS, H. F. Análise Conformacional de Modelos de Lignina. **Quim. Nova**. Vol. 24, n. 4, 2001, p. 480-490.

SANTOS, R. B.; CAPANEMA, E. A.; BALAKSHIN, M. Y.; CHANG, H. M.; JAMEEL, H.: Lignin structural variation in hardwood species. **J. Agric. Food. Chem.** 60(19), 2012, p. 4923–4930.

SHIMITIZU, F. L. **Remoção de lignina e hemicelulose: influência na acessibilidade à celulose e sacarificação enzimática.** Dissertação (mestrado em Microbiologia Aplicada) - Instituto de Biociências de Rio Claro, Universidade Estadual Paulista. Rio Claro – São Paulo, p. 1-76, 2018.

SIRO, I.; PLACKETT, D. Microfibrillated cellulose and new nanocomposite materials: a review. **Cellulose**, v. 17, p. 459-494. 2010.

SOBRAL, P. J. A. **Proteínas de origem animal na tecnologia de biofilmes.** Tese de Livre Docência, Universidade de São Paulo, Pirassununga - SP, 2000.

TONOLI, G. H. D. Celulose micro/nanofibres from *Eucalyptus* kraft pulp: preparation and properties. **Carbohydrate polymers**, Oxford, v. 89, n. 1, p. 8 – 88, jun. 2012.

WANG, J.; MINAMI, E.; ASMADI, M.; KAWAMOTO, H.: Effect of delignification on thermal degradation reactivities of hemicellulose and cellulose in wood cell walls. **Journal of Wood Science**. Vol. 67, p. 19, 2021. <https://doi.org/10.1186/s10086-021-01952-0>.

ZENG, X. et al. Flexible dielectric papers based on biodegradable cellulose nanofibers and carbon nanotubes for dielectric energy storage. **Journal of Materials Chemistry C**, London, v. 4, n. 25, 2016, p. 6037-6044.

Zohuriaan-Mehr, M. J.; Kabiri, K.: Superabsorbent Polymer Materials: A Review. **Iranian Polymer Journal**. Vol.17, n.6, p. 451 – 477, 2008.