



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102019013327-9 A2



(22) Data do Depósito: 26/06/2019

(43) Data da Publicação Nacional: 05/01/2021

(54) **Título:** BIOCAMPÓSITO, USO DA FIBRA DA CASCA DE DAPHNOPSIS RACEMOSA GRISEB, PROCESSO DE OBTENÇÃO DO BIOCAMPÓSITO E USO DO BIOCAMPÓSITO

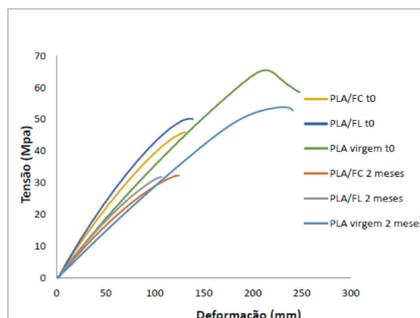
(51) **Int. Cl.:** B27N 3/04; B29B 7/92; B29B 7/12; C08J 3/20; C08J 5/06.

(52) **CPC:** B27N 3/04; B29B 7/92; B29B 7/12; C08J 3/201; C08J 5/06; (...).

(71) **Depositante(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL.

(72) **Inventor(es):** RAFAEL GHESLA SILVESTRIM; RUTH MARLENE CAMPOMANES SANTANA; ADRIANA DA SILVA MOURA.

(57) **Resumo:** BIOCAMPÓSITO, USO DA FIBRA DA CASCA DE DAPHNOPSIS RACEMOSA GRISEB, PROCESSO DE OBTENÇÃO DO BIOCAMPÓSITO E USO DO BIOCAMPÓSITO A presente invenção descreve um biocompósito que compreende a matriz poli(ácido láctico) (PLA) e fibra vegetal de alto desempenho mecânico, proveniente da árvore Embira (Daphnopsis racemosa Griseb.). Especificamente, a presente invenção compreende o processo de obtenção do biocompósito compreendendo 3 etapas: (a) Preparação das fibras de casca de Daphnopsis racemosa; (b) Mistura das fibras obtidas em (a) com matriz polimérica de poli(ácido láctico); e (c) Granulação da mistura obtida em (b). Mais especificamente, destaca-se o uso da fibra de Daphnopsis racemosa como reforço de matriz polimérica e o uso do biocompósito. A presente invenção se situa nos campos da engenharia de materiais, da química e da engenharia química.



Relatório Descritivo de Patente de Invenção

BIOCOMPÓSITO, USO DA FIBRA DA CASCA DE *DAPHNOPSIS RACEMOSA* GRISEB, PROCESSO DE OBTENÇÃO DO BIOCOMPÓSITO E USO DO BIOCOMPÓSITO

Campo da Invenção

[0001] A presente invenção descreve um biocompósito que compreende a matriz poli(ácido láctico) (PLA) e fibra vegetal de alto desempenho mecânico, proveniente da árvore Embira (*Daphnopsis racemosa* Griseb.). A presente invenção se situa nos campos da engenharia de materiais, da química e da engenharia química.

Antecedentes da Invenção

[0002] Os polímeros, conhecidos popularmente como plásticos tornaram-se vilões, pelos impactos causados ao meio ambiente. Os bilhões de toneladas de resíduo plástico gerados até hoje pela humanidade, estão presentes e acumulados em lixões, aterros controlados, mananciais e inclusive nos oceanos. Uma minoria de polímeros são reciclados e também incinerados, este último resolvendo apenas o problema do volume, entretanto, para o meio ambiente ainda é um procedimento prejudicial. Neste contexto, o estudo e conhecimento das propriedades mecânicas e da taxa de degradação dos polímeros são de extrema importância, pois são fatores determinantes na aplicação de polímeros biodegradáveis e tentar mostrar uma alternativa de solução para o problema do acúmulo de resíduos.

[0003] Atualmente há uma grande procura por materiais diferentes que modifiquem e otimizem as propriedades dos polímeros. Uma alternativa é incorporar esses materiais, como cargas de reforço, resultando em materiais com propriedades melhores e adequadas a uma determinada aplicação e é preferível que esses materiais sejam biodegradáveis.

[0004] Nas últimas décadas, a utilização de fibras sintéticas como reforço tem

cedido lugar ao uso de fibras vegetais, devido ao seu fator renovável, biodegradável e de menor custo ambiental. Além disso, é sabido que as fibras lignocelulósicas (compostas por celulose, hemicelulose e lignina) são menos abrasivas do que as sintéticas, o que provoca menor desgaste em equipamentos convencionais de processamento de polímeros, além de não oferecerem toxicidade. O sisal, coco, juta, rami, curauá, fibra de bagaço de cana de açúcar e soja são exemplos de fibras vegetais comumente utilizadas no Brasil, apresentando-se como potenciais modificadores de polímeros termoplásticos. Palhas de trigo e de arroz, bagaço e talos de milho são resíduos agrícolas e também são considerados fontes de origem vegetal, mesmo que suas fibras tenham menor teor de celulose ao serem comparados com a madeira.

[0005] Compósitos poliméricos reforçados com fibras vegetais possuem como vantagem baixo custo e leveza e, por isso, despertam interesse em aplicações automobilísticas, esportivas, aeronáuticas, moveleiras e na indústria da construção civil. Além disso, apresentam um elevado potencial para construções de baixo peso e elevada resistência, possuindo uma variada gama de propriedades isotrópicas e anisotrópicas, que dependem dos tipos de fibra e matrizes utilizadas e da geometria de utilização.

[0006] Na busca pelo estado da técnica em literaturas científica e patentearia, foram encontrados os seguintes documentos que tratam sobre o tema:

[0007] O documento JP2007196384 A intitulado “*Vegetable fiber board*” revela um painel a base de fibra lignocelulósica em uma matriz de poli ácido láctico (PLA) que é utilizada para fins de alta resistência ao calor e possui boas propriedades mecânicas. O primeiro diferencial observado em relação ao invento é a generalidade quando se fala em fibra vegetal, não é especificado qual o tipo de fibra vegetal utilizado e também não existem percentuais usados da composição da fibra, característica muito importante para se analisar o potencial do uso de uma fibra vegetal quanto utilizada como reforço em uma matriz termoplástica. Além disso, o invento diferencia-se, pois não é

mencionado dado técnico, com relação a valores obtidos em ensaios para avaliação das propriedades mecânicas. Também não é mencionada avaliação sobre a biodegradabilidade do painel em exposição ao intemperismo natural. Por fim, outro diferencial citado nesta patente é a alta resistência ao calor, uma vez que o invento não possui objetivos para ser utilizado com resistência ao calor.

[0008] O documento CA2560349 A1 intitulado “*Manufacturing process for hybrid organic and inorganic fibre-filled composite materials*” revela o processo de fabricação de um compósito termoplástico híbrido utilizando fibras orgânicas e inorgânicas dispersas em uma matriz termoplástica. O primeiro diferencial observado em relação ao invento é a utilização de fibra inorgânica como a fibra de carbono, de vidro, de aramida e de boro, com essa composição o material não é biodegradável. Além disso, o invento diferencia-se, pois na patente analisada é utilizado fibra de polpa de madeira macia e fibra de polpa de madeira dura (wood pulp), não é especificado qual o tipo de madeira e nem o tipo da espécie. Outro diferencial citado nesta patente é a utilização de diferentes matrizes termoplásticas, como o polipropileno, poliestireno, poliácido láctico, ou qualquer combinação delas, no invento é citado que é apenas uma das matrizes termoplásticas, além da fibra vegetal ser diferente. Outro ponto diferente desta do presente pedido de patente é quantidade de fibra vegetal utilizada.

[0009] O documento CN101116993 A intitulado “*Synthetic board*” descreve um painel sintético à base de fibra vegetal em uma matriz termoplástica. O painel possui o meio oco para obter as propriedades do produto desejado. O primeiro diferencial observado em relação a patente proposta é a utilização de fibra de bambu com tamanho de 0,05 a 2,0 mm de comprimento. Além disso, no dito documento é utilizada uma resina à base de succionato de polibutileno e uma resina à base de poliácido láctico.

[0010] O documento CN105348721 A intitulado “*Environmental-friendly foaming plastic and preparing method thereof*” revela um método de

preparação de uma espuma de plástico biodegradável em que o plástico compreende as seguintes matérias-primas: ABS enxertado com amido, ácido poliláctico (PLA), poli (éster hidroxiéster), pó vegetal, fibra de madeira, agente de acoplamento de silano KH550, aluminato, copolímero de acetato de vinil etileno (EVA), poliestireno (PS), PCB do éster dipentaeritritol, glicerina, cera de polietileno, azodicarbonamida (AC), p-toluenossulfonidrazida (TSH), carbonato de cálcio nanométrico, pó de talco superfino, caulino, dióxido de titânio, um antioxidante 2246 e um antioxidante BHT. O primeiro diferencial deste documento em relação ao invento proposto é a utilização de pó vegetal de fibra de madeira, sem especificar qual o tipo de madeira e espécie. Além disso, no documento é utilizado um agente de acoplamento entre a matriz e a fibra, para promover um melhor acoplamento, já no invento a ser patenteado não foi utilizado nenhum agente de acoplamento. Outro diferencial citado neste documento é a utilização de mais de um polímero para formar a matriz, ponto que torna o produto muito caro, além de não ser biodegradável.

[0011] O documento FR2964064 A1 intitulado “*Three-dimensional biocomposite material for household objects, plates, furnitures and interior architecture elements, comprises plant and/or animal renewable material layers, biodegradable polymer sheets, and a stacking layer*” relata a preparação de um material biocompósito tridimensional biodegradável. O primeiro diferencial deste documento em relação ao invento proposto é que o produto é processado em camadas por prensagem a quente, com camadas de 3 cm de espessura de material renovável vegetal e folhas de polímero biodegradável de 0,01 a 3,0 mm de espessura. A camada de polímero termoplástico mencionada é preferencialmente o poliácido láctico ou um polímero biodegradável. Além disso, a patente em análise FR2964064 A1 utiliza na camada de 3 cm de fibra de juta, fibra de linho, fibra de cânhamo, fibra de kenaf, fibra de sisal, fibra de bananeira e fibra de abacá, diferentemente do invento que utiliza apenas um tipo de fibra.

[0012] O documento EP3143870 A1, intitulado “*Wood fibre mat for use as plant*

substrate” descreve um material de fibra de madeira para o uso como substrato de plantas, diferente do uso proposto pela presente invenção. Neste documento, não é especificado o tipo de fibra de madeira utilizada.

[0013] O documento WO200908822 A1 “*Method for manufacturing a composite material having reduced mechanosorptive creep, the composite material, use of the method and the composite material*” relata um material compósito para a redução da fluência mecânica e o seu método de preparo. O primeiro diferencial observado em relação ao invento proposto é o objetivo do produto. Além disso, não é especificado o tipo de fibra vegetal utilizada.

[0014] O documento CN106479206 A, intitulado “*Production method of ternary composite based on alkali lignin*” revela um método de produção de um compósito com fibras de madeira, matriz de poliácido láctico e utilizando a lignina alcalina para resolver os problemas de compatibilidade interfacial entre fibra e matriz. O primeiro diferencial observado em relação ao invento proposto é a utilização de um agente compatibilizante, uma vez que no invento a ser patenteadado não foi utilizado agente de acoplamento, não é especificada a fibra vegetal que foi utilizada. Além disso, não são especificados os valores das propriedades obtidas com a adição do agente compatibilizante.

[0015] O documento CN107674393 A intitulado “*Biomass degradable packaging box and preparation method thereof*” relata a composição de um compósito biodegradável e seu método de processamento. O primeiro diferencial observado em relação ao invento proposto é a utilização de mais de um polímero biodegradável, o poli (butileno succinato), o poli ácido láctico, e mais um plastificante. A fibra vegetal utilizada é da planta de mamona, diferente da fibra do invento.

[0016] O documento CN107286639 A intitulado “*Environment-friendly thermoplastic polymer material and preparation method thereof*” relata um material ambientalmente amigável ao meio ambiente e sobre o seu método de preparação. O primeiro diferencial observado em relação ao invento proposto é a utilização de vários componentes, entre eles, em peso: 30 a 40 partes de

poliamida, 25 a 35 partes de álcool polivinílico, 20 a 30 partes de poli ácido láctico, 5 a 9 partes de fibra lenhosa, 4 a 8 partes de proteína animal queratinizada em pó, 3 a 6 partes de pó deionizado, 2 a 4 partes de titânio fibroso, 2 a 3 partes de antioxidante, 5 a 10 partes de plastificante e 3 a 9 partes de agente de acoplamento de silano. Além disso, não são descritas as propriedades obtidas com este compósito e não é especificada sua biodegradabilidade.

[0017] O documento US20050225009 A1 intitulado “*Manufacturing process for high performance short ligno-cellulosic fibre-thermoplastic composite materials*” descreve o processo de fabricação de um material compósito de fibra vegetal curta de alto desempenho. O primeiro diferencial observado em relação ao invento proposto é a utilização de fibra vegetal e fibra sintética, deixando o compósito não biodegradável. Além disso, é descrito que o compósito pode ser processado com alguns polímeros ou qualquer combinação entre eles, sendo eles: polietileno, polipropileno, poliestireno e poli ácido láctico.

[0018] Assim, do que se depreende da literatura pesquisada, não foram encontrados documentos antecipando ou sugerindo os ensinamentos da presente invenção, de forma que a solução aqui proposta possui novidade e atividade inventiva frente ao estado da técnica.

Sumário da Invenção

[0019] Dessa forma, a presente invenção resolve os problemas do estado da técnica a partir de um biocompósito que compreende matriz polimérica de poli(ácido láctico) e fibra vegetal da casca de Embira (*Daphnopsis racemosa* Griseb) e o processo de obtenção desse biocompósito. A combinação da fibra vegetal com a matriz polimérica proporciona um alto desempenho mecânico ao material, destacando a utilidade dessa fibra vegetal como reforço em matriz termoplástica.

[0020] Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta o biocompósito compreendendo:

- 60 a 75 % em massa de matriz de poli(ácido láctico)
- 25 a 40 % em massa de fibra vegetal

em que a fibra vegetal é proveniente da casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb.

[0021] Em um segundo objeto, a presente invenção apresenta o uso da fibra da casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb., conforme definida no primeiro objeto, como reforço de matriz polimérica.

[0022] Em um terceiro objeto, a presente invenção apresenta o processo de obtenção do biocompósito, conforme definido no primeiro objeto, compreendendo as etapas:

- (a) Preparação das fibras de casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb;
- (b) Mistura das fibras obtidas em (a) com matriz polimérica de poli(ácido láctico); e,
- (c) Granulação da mistura obtida em (b).

[0023] Em um quarto objeto a presente invenção apresenta, o uso do biocompósito, conforme definido no primeiro objeto, para produtos que requerem um bom desempenho mecânico.

[0024] Estes e outros objetos da invenção serão imediatamente valorizados pelos versados na arte e serão descritos detalhadamente a seguir.

Breve Descrição das Figuras

[0025] São apresentadas as seguintes figuras:

[0026] A Figura 1 mostra o fluxograma dos materiais e da metodologia utilizada nos exemplos da presente invenção.

[0027] A Figura 2 mostra em (a) o tronco e caule da árvore Embira (*Daphnopsis racemosa* Griseb.) e em (b) a extração da casca (fibra vegetal).

[0028] A Figura 3 mostra o fluxograma de preparação dos biocompósitos PLA/FC, PLA/FL e do PLA virgem.

[0029] A Figura 4 mostra os grânulos obtidos na etapa de granulação. (a)- Grânulos (“Flakes”) de fibra vegetal longa com PLA; (b) Grânulos (“Flakes”) de

fibra vegetal curta com PLA; (c) Grânulos (“Flakes”) de PLA virgem.

[0030] A Figura 5 mostra os corpos de prova injetados. (a) PLA virgem; (b) PLA/FL; (c) PLA/FC.

[0031] A Figura 6 mostra o fluxograma do procedimento realizado para a determinação do teor de cinzas da fibra vegetal.

[0032] A Figura 7 mostra o fluxograma do procedimento realizado para a determinação do teor de lignina da fibra vegetal.

[0033] A Figura 8 mostra o fluxograma do procedimento realizado para a determinação do teor de holocelulose da fibra vegetal.

[0034] A Figura 9 mostra o fluxograma do procedimento realizado para a determinação do teor de celulose da fibra vegetal.

[0035] A Figura 10 mostra a composição química da fibra vegetal Embira (*Daphnopsis racemosa* Griseb.).

[0036] A Figura 11 mostra as curvas de perda de massa (linha verde) e a derivada (linha azul), ambas em função da temperatura da fibra da casca de Embira obtida pela análise termogravimétrica (TGA).

[0037] A Figura 12 mostra as amostras de PLA virgem e dos compósitos (PLA+FL e PLA+FC) expostos ao intemperismo natural entre outubro e dezembro de 2017.

[0038] A Figura 13 mostra Condições climáticas durante o ensaio de intemperismo natural: (a) insolação, (b) umidade relativa média, (c) precipitação, (d) temperatura máxima.

[0039] A Figura 14 mostra Amostras de PLA virgem e dos compósitos (PLA+FL e PLA+FC) enterrados em compostagem entre fevereiro e maio de 2018.

[0040] A Figura 15 mostra micrografias obtidas por MEV das amostras. (a) PLA virgem tempo zero com 30x de aumento; (b) PLA virgem tempo zero com 100x de aumento; (c) PLA virgem intemperismo com 30x de aumento; (d) PLA virgem intemperismo com 100x de aumento; (e) PLA virgem compostagem com 30x de aumento; (f) PLA virgem compostagem com 100x de aumento.

[0041] A Figura 16 mostra micrografias obtidas por MEV das amostras. (a) PLA/FL tempo zero com 30x de aumento; (b) PLA/FL tempo zero com 100x de aumento; (c) PLA/FL intemperismo com 30x de aumento; (d) PLA/FL intemperismo com 100x de aumento; (e) PLA/FL compostagem com 30x de aumento; (f) PLA/FL compostagem com 100x de aumento.

[0042] A Figura 17 mostra micrografias obtidas por MEV das amostras, a- PLA/FC tempo zero com 30x de aumento, b- PLA/FC tempo zero com 100x de aumento, c- PLA/FC intemperismo com 30x de aumento, d- PLA/FC intemperismo com 100x de aumento, e- PLA/FC compostagem com 30x de aumento, f- PLA/FC compostagem com 100x de aumento.

[0043] A Figura 18 mostra as curvas de TGA das amostras de PLA virgem, da fibra vegetal Embira e do compósito de PLA com fibra longa.

[0044] A Figura 19 mostra as curvas de DTG das amostras de PLA virgem, da fibra vegetal Embira e do compósito de PLA com fibra longa.

[0045] A Figura 20 mostra as curvas DSC das amostras de PLA virgem, da fibra vegetal Embira e do compósito de PLA com fibra longa.

[0046] A Figura 21 mostra o gráfico dos resultados das análises de Tensão x deformação das amostras antes e após intemperismo natural de 2 meses.

[0047] A Figura 22 mostra o gráfico dos resultados do módulo elástico das amostras antes e após envelhecimento natural.

[0048] A Figura 23 mostra o gráfico dos resultados da análise de resistência ao impacto das amostras.

[0049] A Figura 24 mostra o gráfico dos resultados da análise de densidade das amostras em tempo zero e após 2 meses de intemperismo.

[0050] A Figura 25 mostra o gráfico dos resultados de análise de teor de vazios das amostras de compósitos antes e após intemperismo natural de 2 meses.

[0051] A Figura 26 mostra o gráfico dos resultados da análise de Índice de fluidez das amostras em tempo zero e após 2 meses de intemperismo natural.

[0052] A Figura 27 mostra o gráfico de resultados de Parâmetro L das amostras de tempo zero e após intemperismo natural, realizado na análise de

propriedade colorimétrica.

[0053] A Figura 28 mostra o gráfico de resultados do Parâmetro brilho das amostras de tempo zero e após intemperismo natural, realizado na análise de propriedade colorimétrica.

[0054] A Figura 29 mostra a variação dos parâmetros de colorimetria.

[0055] A Figura 30 mostra as amostras em tempo zero, depois de sofrer intemperismo de 2 meses e após compostagem de 3 meses; a- PLA virgem tempo zero, b- PLA virgem intemperismo, c- PLA virgem compostagem, d- PLA/FC tempo zero, e- PLA/FC intemperismo, f- PLA/FC compostagem, g- PLA/FL tempo zero, h- PLA/FL intemperismo, i- PLA/FL compostagem.

[0056] A Figura 31 mostra a Perda de massa das amostras após 3 meses de compostagem.

Descrição Detalhada da Invenção

[0057] Nesta invenção, é descrita a influência da fibra de casca de Embira quando incorporada em matriz de poli(ácido láctico) (PLA), na proporção mássica de PLA/Fibra (70/30). As amostras foram avaliadas quanto às suas propriedades superficiais e reológicas, através de medidas de ângulo de contato, parâmetros colorimétricos e índice de fluidez, com o objetivo de investigar possíveis divergências entre fibra longa e curta.

[0058] O ângulo de contato é um parâmetro importante para o entendimento das características superficiais de um material, das quais a molhabilidade afeta diretamente a sua biodegradabilidade, visto que a primeira etapa da biodegradação é a hidratação. As medidas colorimétricas em polímeros permitem avaliar alterações de coloração, que podem ser indicativos de degradação. E o conhecimento das propriedades reológicas permite otimização do processamento e performance de materiais poliméricos.

[0059] Os resultados demonstraram que a incorporação da fibra Embirra (FE) na matriz de PLA eleva o módulo elástico do biocompósito PLA/FE com proporção mássica 70/30, tornando-o mais resistentes mecanicamente quando

comparado a outros compósitos termoplásticos reforçados com outras fibras vegetais convencionais, tais como polipropileno (PP) /fibra de eucalipto, PP/fibra de pinus, entre outros. Esse elevado módulo elástico do biocompósito PLA/FE mostrou o seu grande potencial ao ser aplicado como reforço em matriz termoplástica.

[0060] Somado a estes resultados, este biocompósito PLA/FE demonstrou-se ambientalmente degradável, mais rapidamente do que a própria matriz de PLA, indicando que a presença da fibra ajudou a acelerar a degradação do material, após a exposição em condições de intemperismo natural e solo simulado.

[0061] Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta o biocompósito compreendendo:

- 60 a 75 % em massa de matriz de poli(ácido láctico)
- 25 a 40 % em massa de fibra vegetal

em que a fibra vegetal é proveniente da casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb.

[0062] Em uma concretização, o biocompósito compreende:

- 60 a 75 % em massa de matriz de poli(ácido láctico)
- 25 a 40 % em massa de fibra vegetal

em que a fibra vegetal é proveniente da casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb.

[0063] Em uma concretização do biocompósito, a dita fibra tem um tamanho entre 1,00 ou 2,36 mm.

[0064] Em uma concretização do biocompósito, o tamanho da fibra é preferencialmente 2,36 mm.

[0065] Em um segundo objeto, a presente invenção apresenta o uso da fibra da casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb, conforme definida no primeiro objeto, como reforço de matriz polimérica.

[0066] Em um terceiro objeto, a presente invenção apresenta o processo de obtenção do biocompósito, conforme definido no primeiro objeto, compreendendo as etapas:

- (a) Preparação das fibras de casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb;
- (b) Mistura das fibras obtidas em (a) com matriz polimérica de poli(ácido láctico); e,
- (c) Granulação da mistura obtida em (b).

[0067] Em uma concretização do processo, a etapa (a) compreende as sub etapas:

- (a1) Pré-corte da casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb;
- (a2) Secagem da casca;
- (a3) Moagem em moinho de facas; e,
- (a4) Separação granulométrica em peneira vibratória.

[0068] Em uma concretização do processo, a sub etapa (a2) ocorre por 24h a 60°C.

[0069] Em uma concretização do processo, o dito moinho de facas na sub etapa (a3) tem velocidade de 1000 rpm e a dita peneira vibratória na sub etapa (a4) tem mesh selecionado entre 4,75 mm; 2,36 mm; 1,00 mm; 500 µm e 250 µm.

[0070] Em uma concretização do processo, o dito mesh é de 2,36 mm ou 1,00mm.

[0071] Em uma concretização do processo, a mistura da etapa (b) ocorre em uma câmara de mistura em temperatura de massa de 170 a 190°C, velocidade de agitação de 50 a 60 rpm e tempo de agitação de 5 a 7 minutos.

[0072] Em uma concretização do processo, a mistura da etapa (b) ocorre em uma câmara de mistura em temperatura de massa de 190°C, velocidade de agitação de 50 rpm e tempo de agitação de 6 minutos.

[0073] Em uma concretização, o processo é um processo por batelada.

[0074] Em um quarto objeto a presente invenção apresenta, o uso do biocompósito, conforme definido no primeiro objeto, para produtos que requerem um bom desempenho mecânico.

[0075] Em uma concretização, os produtos que requerem um bom desempenho mecânico são selecionados entre embalagens plásticas de tempo

de vida média, como: copos, pratos, talheres, cabos de escova de dentes, embalagens de produtos cosméticos, artigos de escritório (suporte de canetas, apontador, régua, etc.), pranchas de surf para iniciantes de idade a baixo de 6 anos (com a ideia de utilizar em um curto tempo e já descartar para aderir uma outra prancha), tampas para garrafas plásticas não biodegradáveis (PET), utilizadas em sucos, com o objetivo de deixar o produto mais sustentável, entre outros.

[0076] Na presente invenção, o termo “tempo de vida média” refere-se a o tempo de decomposição das embalagens plásticas, neste caso, de 250 a 400 anos.

[0077] Uma das vantagens da presente invenção seria que a fibra vegetal utilizada promove um alto módulo elástico atingido no biocompósito sem a necessidade do uso de agente de acoplamento entre fibra e matriz como normalmente é encontrado no estado da técnica. Além disso, a fibra de *Daphnopsis racemosa* Griseb. apresenta um teor de celulose, promovendo um alto módulo e uma alta resistência para a fibra.

[0078] Por se tratar de um biocompósito biodegradável há uma redução de resíduos e uma aceleração da decomposição com a presença da fibra vegetal na matriz termoplástica biodegradável (poliácido láctico, PLA).

Exemplos

[0079] Os exemplos aqui mostrados têm o intuito somente de exemplificar uma das inúmeras maneiras de se realizar a invenção, contudo sem limitar, o escopo da mesma.

[0080] O fluxograma apresentado na Figura 1 mostra os procedimentos desenvolvidos em cada etapa da invenção, ou seja, desde o desenvolvimento do compósito até a sua caracterização.

Exemplo 1. Preparação dos biocompósitos e corpos de provas para análises.

Seleção e preparação das amostras

[0081] A resina de poli(ácido láctico) (PLA) utilizada na invenção é específica para se trabalhar junto com fibras. Este polímero foi processado com as fibras vegetais, curta e longa, e foi processado sozinho, para ter o mesmo processamento dos demais corpos de prova. A árvore Embira foi retirada da região de Canela, Rio Grande do sul-Brasil.

[0082] A resina de poli(ácido láctico) (PLA) não é estritamente específica para se trabalhar junto com fibras, pois pode-se utilizar outras matrizes poliméricas como polipropileno, polietileno. No entanto, tal resina é específica para a presente invenção, pois o PLA é um polímero biodegradável, diferentemente das mencionadas, que são derivadas do petróleo e não são biodegradáveis, portanto, estaria fora do objetivo do desenvolvimento de biocompósitos. Como comentado, o objetivo do desenvolvimento do biocompósito é de obter um material que tenha um bom desempenho mecânico para aplicação em artigos de tempo de vida média e que seja biodegradável.

[0083] Primeiramente, foram retiradas todas as folhas da árvore e cortado o caule, tronco em pedaços menores, em seguida retirou-se a fibra do tronco (Figura 2).

[0084] A preparação da fibra vegetal consistiu em um pré-corte com tesoura da casca retirada da árvore, e secagem na estufa por 24h à 60 °C, para posteriormente ser cominuído em um moinho de facas Retsch, modelo SM300 com velocidade das facas de 1000rpm e abertura de peneira de 1cm x 1cm.

[0085] As fibras que passaram pelo moinho de facas foram colocadas em peneiras vibratórias, de mesh: 4,75 mm; 2,36 mm; 1,00 mm; 500 µm e 250 µm. Foram selecionadas as fibras de tamanho 2,36 mm e 1,00 mm, fibra longa e fibra curta, respectivamente.

Preparação dos biocompósitos

[0086] Na preparação dos biocompósitos termoplásticos foram misturadas a matriz polimérica (PLA) e a fibra curta e longa na proporção mássica de PLA/FC (70/30 % m/m), PLA/FL (70/30 % mm). O PLA virgem fornecido está na forma de pellets, entretanto passou pelo mesmo processamento dos

biocompósitos para fins de comparação de propriedades, sendo utilizado como controle nas análises realizadas.

[0087] A Figura 3 mostra o fluxograma de preparação dos compósitos de PLA/FC, PLA/FL e PLA virgem. Os compósitos e o PLA virgem foram preparados no Laboratório de Materiais Poliméricos (Lapol), em um misturador Haake Rheomix OS Polylab, rosca dupla com razão comprimento/diâmetro (L/D) igual a 25.

Depois de passar pelo misturador Haake, foi realizada a etapa de granulação, os compósitos e o PLA virgem foram então moídos e triturados para a redução de tamanho, na forma de grânulos (“*flakes*”) (Figura 4), em um moinho de facas Retsch, modelo SM300, pertencente ao Laboratório de Corrosão, Proteção e Reciclagem dos Materiais (Lacor). A velocidade do moinho de facas foi de 80 rpm e o grânulo obtido foi de 0,2x0,2x0,2 mm.

Injeção dos corpos de prova

[0088] Depois da granulação, a mini-injetora Thermo Scientific Haake MiniJet II, pertencente ao Lapol foi utilizada para a obtenção dos corpos de prova. A temperatura de injeção foi de 190 °C, com temperatura de molde de 60 °C, sob pressão de injeção de 500 bar e pressão de recalque de 350 bar, com tempo de injeção de 20 s, tempo de aquecimento de 3 min e tempo de resfriamento de 2 min. Foram produzidos corpos de prova para ensaio mecânico de impacto e tração. Na figura 5 são apresentados os corpos de prova obtidos na injeção.

Exemplo 2: Análise lignocelulósica da fibra vegetal

[0089] A fibra vegetal Embira foi preparada segundo a norma ABNT (NBR 6923), em triplicata, para se obter o teor de cinzas, e para a determinação da composição química (lignina, hemicelulose e celulose) foi utilizado as normas ASTM 2, ASTM M e ASTM C, também em triplicatas, realizado no Laboratório de Materiais Poliméricos (Lapol).

Teor de cinzas

[0090] Para realização da análise do teor de cinzas foram utilizados cadinho, forno de mufla (marca SP Labor-1200), dessecador e balança analítica.

[0091] A Figura 6 descreve o procedimento realizado para obtenção do teor de cinzas.

[0092] As cinzas, em amostras vegetais, representam basicamente os minerais presentes na fibra vegetal. O teor de cinzas pode ser determinado pela ignição do material orgânico, o que promove a formação de gases e a consequente eliminação de carbono, oxigênio, hidrogênio, da amostra, permanecendo apenas alguns compostos minerais contidos na fibra. O procedimento deve ser feito pelo menos em duplicata, mas é importante sempre tentar realizar o maior número possível de análises, para permitir a redução do desvio-padrão e a eliminação de dados fora da escala, sem sacrifício do rigor estatístico. Na presente invenção, todos os procedimentos foram feitos em triplicatas.

[0093] Foi empregado 1,0000 g de material vegetal, úmido ou seco. Esse material foi adicionado a cadinhos previamente calcinados a 600°C por 30 minutos, e resfriados em dessecador. É importante lembrar que, após o condicionamento inicial dos cadinhos, eles só deverão ser manipulados, a partir desse ponto, com pinças metálicas, para prevenir uma contaminação com sujidades externas. O conjunto foi colocado em um forno mufla à temperatura ambiente, e utilizado uma rampa de aquecimento de aproximadamente 9,6°C/min, para que a temperatura de trabalho de 600°C seja atingida após 60 minutos de aquecimento. Essa temperatura foi mantida por três horas, e, ao final desse tempo, deve decair para 200°C em no mínimo uma hora. Quando a mufla atingiu esse ponto, removeu-se o conjunto cadinho-amostra calcinada e colocado em um dessecador que contenha algum agente dessecante por pelo menos 30 minutos, antes de proceder à medida da massa de cinzas.

[0094] O teor de cinzas foi calculado seguindo a equação:

$$\text{Teor de Cinzas (TC\%)} = \frac{(MRAC-MR)}{MA} \times 100 \quad (1)$$

onde MRAC é a massa do recipiente + amostra calcinada, MR, massa do recipiente; MA, massa da amostra.

Teor de lignina

[0095] Para realização do teor de lignina foram utilizados almofariz; ácido sulfúrico 72% (m/m); pistilo; água destilada; balão volumétrico de 500 mL; manta aquecedora; condensador; funil de vidro; papel filtro; papel indicador de pH; estufa; dessecador; balança analítica.

[0096] A Figura 7 apresenta o procedimento realizado para se obter o teor de lignina.

[0097] A lignina é a substância aromática mais abundante na biosfera, e um dos maiores constituintes dos vegetais.

[0098] Foi empregado 1,0000 g de amostra vegetal moída, sem umidade nem extrativos. Esse material foi colocado em um almofariz no qual coube pelo menos 300 mL, e adicionado de 17,0 mL de ácido sulfúrico 72% (m/m), resfriado em geladeira de 10 a 15°C, antes do uso. Após 15 minutos de agitação vigorosa e cuidadosa com o pistilo, até não haver mais partículas visíveis não solubilizadas, foi marcado 24 horas de espera, para o início da próxima etapa. Depois de decorrido o tempo de digestão, adicionou-se 306 mL de água destilada ao almofariz para diluir o ácido sulfúrico a 4%, transferiu-se quantitativamente o conteúdo para um balão de 1.000 mL, em várias porções, levou-se o balão para uma manta aquecedora ou outra fonte de calor, conectou-se um condensador, e manteve-se o material sob aquecimento e refluxo por 4 horas, contadas a partir do início da fervura. Terminando o tempo de refluxo, foi desligado o aquecimento e esperado alguns minutos até o balão atingir a temperatura ambiente. Enquanto isso, foi preparado a aparelhagem de filtração, um funil de vidro e um papel filtro. O conteúdo do balão foi transferido para o funil de vidro com o papel filtro, com uma agitação constante do balão, para evitar a perda de precipitado no interior do balão. Com essa porção recolhida no papel filtro, foi realizada a determinação de lignina solúvel. Após a transferência de todo o conteúdo do balão, ele foi limpo com mais água destilada, para que nenhum resquício de lignina insolúvel seja perdido. O precipitado recolhido no papel filtro foi enxaguado até que o filtrado tenha um pH próximo ao da água utilizada. Foi

utilizado um papel indicador ou um medidor de pH para essa verificação. A seguir, o papel filtro foi levado para uma estufa a $105 \pm 2^\circ\text{C}$ e secado até adquirir um peso constante, utilizamos um tempo de 24 horas. Após a secagem, o conjunto papel filtro-lignina foi colocado em um dessecador com agente dessecante, por pelo menos 30 minutos, para atingir a temperatura ambiente, e medir a massa do papel filtro somada à massa de lignina, em uma balança analítica, com uma precisão de 0,0001 g.

[0099] O teor de lignina foi calculado seguindo a equação:

$$\text{Teor de Lignina (TL\%)} = \frac{(MFL-MF)}{MA} \times 100 - (TC) \quad (2)$$

onde MFL é a massa do filtro + lignina, após a secagem na estufa, MF, massa do filtro limpo e seco; MA, massa da amostra; TC, o teor de cinzas calculado anteriormente.

Teor de holocelulose

[0100] Calculou-se o teor de holocelulose da fibra para se obter os teores de celulose e hemicelulose.

[0101] A Figura 8 apresenta a metodologia utilizada para determinação do teor de holocelulose.

[0102] O termo holocelulose é geralmente usado para designar os carboidratos totais presentes em uma célula vegetal. Conhecendo-se os valores de holocelulose e de alfacelulose de um material, pode-se, por meio do cálculo da diferença, determinar o teor de hemicelulose.

[0103] Em um erlenmeyer de 500 mL, foi adicionado cerca de 3,0000 g do material vegetal, sem umidade nem extrativos, e com seu conteúdo de holocelulose a ser determinado. A seguir, adicionou-se 120 mL de água deionizada. Em uma capela de exaustão, foi preparado um banho de glicerina, que manteve a temperatura constante a $70 \pm 2^\circ\text{C}$. Ao erlenmeyer, foi acrescentado 2,5 g de clorito de sódio (NaClO_2), com pureza aproximada de 80%, e 1 mL de ácido acético glacial, com pureza 99,85%. Também acrescentou-se uma barra magnética para garantir uma agitação constante durante a reação. O conjunto Erlenmeyer-reagentes foi tampado com um

Erlenmeyer de 25 mL, mergulhado no banho, aquecido por uma hora, e mantido sobre um agitador magnético ligado. Após esse tempo, realizou-se uma nova adição de 2,5 g de clorito de sódio e 1 mL de ácido acético, mantendo a temperatura de $70 \pm 2^\circ\text{C}$ por mais uma hora. Terminando esse tempo, adicionou-se, mais uma vez, 2,5 g de clorito de sódio e 1 mL de ácido acético, e prosseguiu-se com o aquecimento em banho por mais três horas. Ao longo do aquecimento, ocorre a elevação de cloro, notado pela formação de um gás amarelo-esverdeado dentro do Erlenmeyer. Durante as cinco horas de aquecimento e degradação oxidativa da lignina, foi providenciado gelo e água gelada para a realização de um banho de gelo, para que cubra até além da altura do conteúdo do Erlenmeyer, depois deste tempo o recipiente deverá permanecer nesse banho de gelo por 30 minutos. Enquanto isso foi preparado a aparelhagem de filtração, na capela de exaustão, um funil de vidro e um papel filtro. O conteúdo do balão foi transferido para o funil de vidro com o papel filtro, com uma agitação constante do balão, para evitar a perda de precipitado no interior do balão. Com essa porção recolhida no papel filtro, foi realizada a determinação de lignina solúvel. Após a transferência de todo o conteúdo do balão, ele foi limpo com mais água destilada, para que nenhum resquício de holocelulose seja perdido. O papel filtro, então, foi levado para uma estufa a $105 \pm 2^\circ\text{C}$ e seco até adquirir um peso constante, utilizamos um tempo de 24 horas. Após a secagem, deve-se colocar o conjunto papel filtro-holocelulose em um dessecador com agente desecante, por pelo menos 30 minutos, para atingir a temperatura ambiente, e medir a massa do papel filtro somada à massa de holocelulose, em uma balança analítica, com precisão de 0,0001 g.

[0104] O teor de holocelulose foi calculado seguindo a equação:

$$\text{Teor de Holocelulose (TH\%)} = \frac{(\text{MFH}-\text{MF})}{\text{MA}} \times 100 \quad (3)$$

onde MFH é a massa do filtro + holocelulose, após a secagem na estufa, MF, massa do filtro limpo e seco; MA, massa da amostra.

Teor de α -celulose (Celulose)

[0105] A Figura 9 mostra o fluxograma do procedimento realizado para se obter o teor de celulose.

[0106] A celulose é o maior contribuinte para a resistência da parede celular das células vegetais.

[0107] Foi utilizado 1,0000 g da holocelulose seca obtida, e colocada em um almofariz, à temperatura ambiente, em que coube uma quantidade de pelo menos 100 mL. Adicionou-se 15 mL de uma solução de NaOH a 17,5%, foi aguardado dois minutos de contato entre a solução e a celulose, e, então, o material foi macerado por oito minutos. Terminado esse tempo, foi adicionado 40 mL de água deionizada ao almofariz, e transferido o conteúdo, quantitativamente, para o funil de vidro com papel filtro.

[0108] Após a transferência de todo o conteúdo do almofariz, ele foi limpo com mais água destilada, para que nenhum resquício de alfacelulose seja perdido. O papel filtro, então, foi levado para uma estufa a $105 \pm 2^\circ\text{C}$ e secado até adquirir um peso constante, utilizamos um tempo de 24 horas.

[0109] Após a secagem, deve-se colocar o conjunto papel filtro-alfacelulose em um dessecador como agente desecante, por pelo menos 30 minutos, para atingir a temperatura ambiente, e medir a massa do funil somada à massa de alfacelulose, em uma balança analítica, com uma precisão de 0,0001 g.

[0110] O teor de celulose foi calculado seguindo a equação:

$$\text{Teor de Celulose (TC\%)} = \frac{(MFA-MF)}{MAH} \times 100 \quad (4)$$

onde MFA é a massa do filtro + alfacelulose (celulose), após a secagem na estufa, MF, massa do filtro limpo e seco; MAH, massa da amostra de holocelulose.

Teor de Hemicelulose

[0111] O teor de hemicelulose foi calculado seguindo a equação:

$$\text{Teor de Hemicelulose (The\%)} = \text{TH\%} - \text{TC\%} \quad (5)$$

onde TH% é o teor de holocelulose e TC% é o teor de celulose.

Resultados das análises lignocelulósica da fibra vegetal

[0112] A Figura 10 apresenta a composição química da fibra vegetal, a qual foi obtida por métodos de análise lignocelulósica utilizados na Embrapa (Empresa Brasileira de Pesquisas Agropecuária). Observa-se que a fibra vegetal Embira possui um alto teor de celulose, de 51%, o que pode influenciar no bom desempenho mecânico, justificando sua utilização em cordas, pela sua alta resistência à tração.

[0113] Sabe-se que essa composição está relacionada com o local de crescimento da planta. Devido aos nutrientes disponíveis no solo. Foi importante a realização dos dois ensaios, com a finalidade de confirmar esses teores, pois este material lignocelulósico não havia sido estudado anteriormente.

[0114] Para confirmação da composição química da fibra vegetal, na Figura 35 é apresentada a curva termogravimétrica da fibra da casca de Embira obtida pela análise de TGA. É possível verificar vários estágios de decomposição, e correlacionando com dados da literatura sobre as temperaturas que os componentes lignocelulósicos sofrem decomposição, podemos estimar os teores que correspondem à umidade e extrativos, hemicelulose, celulose, lignina e um alto teor de resíduos.

[0115] Sabe-se que essa composição está relacionada com o local de crescimento da planta. Devido aos nutrientes disponíveis no solo. Foi importante a realização dos dois ensaios, com a finalidade de confirmar esses teores, pois este material lignocelulósico não havia sido estudado anteriormente.

[0116] Para confirmação da composição química da fibra vegetal, na Figura 11 é apresentada a curva termogravimétrica da fibra da casca de Embira obtida pela análise de TGA. É possível verificar vários estágios de decomposição, e correlacionando com dados da literatura sobre as temperaturas que os componentes lignocelulósicos sofrem decomposição, podemos estimar os teores que correspondem à umidade e extrativos, hemicelulose, celulose,

lignina e um alto teor de resíduos.

[0117] A Tabela 1 mostra a composição estimada da fibra vegetal, sabendo as temperaturas de degradação de cada componente pela literatura, assim, as temperaturas de degradação foram extraídas a partir da análise termogravimétrica mostrando uma relação muito próxima da composição de celulose, hemicelulose e lignina, quando comparado ao método analítico laboratorial.

Tabela 1 – Análise dos teores de cada componente da fibra vegetal Embira obtida por análise de TGA.

Componentes	Teores
Extrativos	5%
Resíduos	15%
Lignina	15,25%
Hemicelulose	12,75%
Celulose	52%

Exemplo 3: Análise de degradação dos corpos de prova

Degradação por intemperismo natural

[0118] As amostras de PLA virgem e dos compósitos (PLA+FL e PLA+FC) foram expostas ao ambiente natural externo da cidade de Porto Alegre, no Bairro Agronomia, em frente ao Centro Estadual de Pesquisas em Sensoriamento Remoto e Meteorologia-UFRGS (Figura 12) com ângulo de inclinação de 45° em relação ao chão, em Porto Alegre, RS (Brasil), Latitude 30 ° 05 S, Longitude 51 ° 11`W, durante os meses de outubro a dezembro de 2017, conforme a norma ASTM D 1435.(7) Foram utilizados 7 corpos de prova de impacto e 5 corpos de prova de tração para cada composição.

Condições climáticas

[0119] Durante o período de exposição ao intemperismo natural avaliou-se o nível de insolação, incidente na cidade de Porto Alegre e os parâmetros ambientais (temperatura máxima, precipitação e umidade relativa), utilizando-se dados obtidos através do Banco de Dados Meteorológicos para Ensino e

Pesquisa (BDMEP) e do Instituto Nacional de Meteorologia (INMET).

[0120] O teste iniciou no dia 03 de outubro de 2017, quando os corpos de prova foram colocados no intemperismo, sendo concluído o teste com a retirada das amostras no dia 03 de dezembro de 2017 para avaliação de suas propriedades.

[0121] As condições climáticas deste período estão resumidas na Figura 13, com os valores de insolação, precipitação, temperatura máxima e umidade relativa registradas durante os dois meses de teste.

[0122] Verificou-se que o mês de outubro foi mais chuvoso do que o mês de novembro, atingindo valores altos de precipitação (70 mm). As médias dos parâmetros durante o período foram: precipitação = 6,3 mm; umidade relativa = 72,06 %; temperatura máxima = 26 °C e insolação = 7,4 horas diária. A insolação teve uma média acima da média anual do estado do Rio Grande do Sul, 6, segundo o Atlas Solarimétrico do Brasil do ano de 2000, escala varia de 3 a 10 pontos, chegando a média 8 no estado do Ceará. Valores altos de insolação, precipitação e umidade relativa do ar contribuem para a degradação das amostras.

Degradação por compostagem

[0123] As amostras de PLA virgem e dos compósitos (PLA+FL e PLA+FC) foram colocadas em solo compostado, em ambiente externo, para avaliar a biodegradação (Figura 13), processo de decomposição aeróbica da matéria orgânica por organismos heterótrofos aeróbios. Neste método os polímeros foram enterrados em um ambiente simulado de solo compostado, a base de terra e descartes orgânicos, conforme a norma ASTM D6400-12 (19) (64).

[0124] O teste iniciou no dia 09 de Fevereiro de 2018. Os corpos de prova foram enterrados (6 corpos de prova de cada composição), e após um mês foram retirados para avaliação da perda de massa e novamente foram enterrados, sendo concluído o teste com a retirada das amostras no dia 09 de Maio de 2018 para avaliação de suas propriedades. Além da degradação das amostras por avaliação da perda de massa, também foram realizadas imagens

de MEV. (65) O cálculo da perda da massa das amostras foi realizado seguindo a equação 6:

$$\text{Perda de Massa (\%)} = \frac{(m_i - m_f)}{m_i} \times 100 \quad (6)$$

Caracterização das amostras de tempo zero

[0125] A caracterização das amostras de tempo zero, das amostras após a exposição ao intemperismo natural foi realizada por meio de ensaios físicos, mecânicos, térmicos, reológicos e morfológicos. Também foram caracterizadas as amostras após o período de compostagem, amostras da fibra da casca e do tronco da árvore, conforme mostra a tabela 2, especificando cada amostra com o tipo de caracterização.

Tabela 2. Relação entre as amostras e o tipo de caracterização

	TEMPO ZERO			INTEMPERISMO NATURAL			COMPOSTAGEM			TEMPO ZERO		
<u>Amostras</u>	PLA virgem	PLA + FL	PLA + FC	PLA virgem	PLA + FL	PLA + FC	PLA virgem	PLA + FL	PLA + FC	PLA virgem	PLA + FL	PLA + FC
<u>Caracterização</u>	MEV, tração, impacto, dureza, teor de vazios, densidade, cor, IF			MEV, tração, impacto, dureza, teor de vazios, densidade, cor, IF			MEV, perda de massa			TGA, DSC		

Brilho e Parâmetros de Cor

[0126] As propriedades calorimétricas de brilho (*gloss*), luminosidade (L) e coloração das amostras foram analisadas, através dos parâmetros de cor a e b (verde (-a) a vermelho (+a), azul (-b) a amarelo (+b) e preto (L=0) até branco (L=100). Foi utilizado um espectrofotômetro Spectro-Guide BYK, em concordância com as normas ASTM D2244-16 e ASTM D1003-13, sendo feitas quatro medições para cada amostra.

Tração

[0127] O ensaio mecânico de tração foi realizado em uma máquina universal de ensaios Instron modelo 4200, segundo a norma ASTM D638-14, utilizando célula de carga de 5000 N e velocidade de afastamento de 2 mm/min. Foram

utilizados 5 corpos de prova para cada composição, confeccionados na Mini-injetora Thermo Scientific Haake Minijet II. (ASTM D638-10, 2010).

Resistência ao impacto Izod

[0128] A resistência ao impacto Izod foi realizada no equipamento Ceast, modelo Impactor II, de acordo com a norma ASTM D256-10. Foram utilizados 7 corpos de prova para cada composição, moldados por injeção, sem entalhe e martelo de 2,75 J, sob temperatura ambiente. O ensaio foi realizado no Laboratório de Polímeros (Lapol), no Departamento de Engenharia de Materiais da UFRGS (ASTM D256 - 10, 2010).

Dureza

[0129] O ensaio de dureza foi realizado em pedaços de corpos de prova injetados. Foi utilizado o equipamento Woltest Sd 300, na escala Shore D, segundo a norma ASTM D2240-15. Foram realizadas 5 medidas de dureza em cada amostra e o ensaio foi realizado no Laboratório de Polímeros (Lapol), no Departamento de Engenharia de Materiais da UFRGS (ASTM D2240-10, 2010).

Análise Termogravimétrica (TGA)

[0130] A análise termogravimétrica foi realizada no equipamento termogravimétrico modelo TGA Q50, com aquecimento de temperatura ambiente até 840°C e com taxa de aquecimento de 20°C/min sob atmosfera de N₂, conforme norma ASTM E1131-08. (ASTM E1131 – 08, 2008) (71). Foi realizado no Laboratório de Polímeros (Lapol), no Departamento de Engenharia de Materiais da UFRGS.

Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

[0131] A análise de calorimetria exploratória diferencial foi utilizada para obter informações da cristalinidade e transições térmicas como a temperatura de fusão (T_m), temperatura de cristalização (T_c), temperatura de transição vítrea (T_g), entalpia de fusão (ΔH_f) e entalpia de cristalização (ΔH_c) das amostras. As amostras de aproximadamente 10,0 mg foram submetidas ao aquecimento até 350°C, durante o primeiro aquecimento térmico, em um equipamento da marca

TA Instruments DSC Q20, sob taxa de 10°C/min em atmosfera de N₂, de acordo com a norma ASTM D 3417. O grau de cristalinidade (% X_c) foi calculado utilizando-se o valor de referência de entalpia de fusão (ΔH° padrão) do PLA 100% cristalino (93 J/g), obtido na literatura (72). (ASTM D3417 - 99, 1999) (73). Assim, com os valores das entalpias de fusão, cristalização das amostras e a entalpia padrão do PLA, determinou-se o índice de cristalinidade das amostras, segundo a equação:

$$X_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H^\circ * \Phi_m} \times 100 \quad (7)$$

$$X_{cc} = \frac{\Delta H_f - \Delta H_c}{(\Delta H^\circ * \Phi_m)} \times 100 \quad (8)$$

onde X_c é o índice de cristalinidade do PLA virgem; X_{cc} é o índice de cristalinidade do PLA no compósito; ΔH_f é a entalpia de fusão da amostra obtida na análise; ΔH_c é a entalpia de cristalização à frio do compósito obtida na análise; ΔH° é a entalpia de fusão padrão para o PLA e Φ_m é a fração mássica de PLA.

Índice de fluidez

[0132] A determinação do índice de fluidez (MFI) foi realizada em Plastômetro de extrusão Ceast, com diâmetro de capilar fixo de 2,095 mm. Foram analisadas amostras de PLA reforçadas com fibra longa e fibra curta, com 6 g de massa. O ensaio foi realizado com aquecimento do equipamento até 190°C, com pré-aquecimento de 30 s e tempo de corte de 10 s para cada amostra, conforme a norma ASTM D1238-95 (ISO 1133-1991). As amostras extrudadas foram pesadas em balança analítica com precisão de 0,001 g. Utilizando os diâmetros e massas obtidos em três repetições, o MFI e razão de inchamento (I.R.) foram calculados, de acordo com as expressões (9) e (10).

$$FI \text{ (g/10 min)} = \frac{\text{massa(g)} \times 10}{\text{tempo de corte (min)}} \quad (9)$$

$$I. R. = \frac{\text{diâmetro amostra}}{\text{diâmetro capilar}} \quad (10)$$

Microscopia Eletrônica de varredura (MEV)

[0133] A superfície das amostras de tempo zero, após intemperismo e após compostagem foi analisada por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV), com o uso do microscópio eletrônico JEOL JSM 6060, com imagens de 30 e 100 vezes de ampliação. As amostras foram cortadas manualmente, fixadas sobre stubs com fitas de carbono e metalizadas em ouro. O ensaio foi realizado no Centro de Microscopia Eletrônica (CME), na UFRGS.

Densidade e Teor de Vazios

[0134] A densidade de cada amostra foi determinada utilizando-se o método de deslocamento de água, pelo princípio de Arquimedes, segundo a norma abpe/M001 e o teor de vazios foi calculado segundo a norma ASTM D 2734–94. Para o cálculo do teor de vazios também foi calculado a densidade da fibra vegetal a qual foi medida por picnometria segundo a norma NBR 11936. Todas as medidas foram realizadas em triplicata (ASTM D2734-16).

Resultados da avaliação morfológica das amostras de tempo zero, submetidas ao intemperismo e submetidas à compostagem.

[0135] Na Figura 15 são mostradas as imagens de MEV das amostras de PLA virgem (15- a e 15-b PLA virgem tempo zero 15-c e 15-d, PLA virgem após 2 meses de intemperismo, 15-e e 15-f PLA virgem após 3 meses de compostagem).

[0136] A Figura 15-d não apresenta indícios muito significativos de degradação após a exposição no intemperismo, assim como a Figura 15-f, mostrando apenas alguns pontos de erosão superficial após o período de 3 meses em solo simulado. Podemos ver também que a Figura 15-a e 15-b mostram uma superfície lisa, amostras injetadas de tempo zero, e esta superfície não teve grandes diferenças em comparação com a Figura 15-c e 15-e.

[0137] Na Figura 16 são mostradas as imagens da superfície do compósito de PLA/FL (16-a e 16-b PLA/FL tempo zero, 16-c e 16-d PLA/FL após 2 meses de intemperismo, 16-e e 16-f - PLA/FL após 3 meses de compostagem, respectivamente).

[0138] Na figura 16-d é visto uma grande erosão na superfície, indicando rachadura de estresse (“*stress cracking*”) e na figura 16-e e 16-f apresentam fendas de degradação, após o período de compostagem, indicando que a degradação hidrolítica foi mais favorecida pela presença das fibras em um solo compostado. Fica claro a degradação superficial das amostras depois de sofrerem intemperismo e após o período de solo compostado quando comparamos estas imagens com a figura 16-a e 16-b, pois a sua superfície está completamente lisa e sem defeitos.

[0139] Na Figura 17 são mostradas as imagens da superfície do compósito de PLA/FC (17-a e 17-b PLA/FC tempo zero, 17-c e 17-d PLA/FC após 2 meses de intemperismo, 17-e e 17-f- PLA/FC após 3 meses de compostagem, respectivamente). As imagens 17-c e 17-d das amostras expostas ao intemperismo mostram um maior grau de rachadura de estresse (“*stress cracking*”), já na compostagem, figuras 17-e e 17-f, apresentaram aparentemente uma menor agressão em comparação com o compósito de fibra longa (figuras 17-e e 17-f), provavelmente as fibras curtas estavam melhor encapsuladas na matriz, dificultando a permeabilidade da água. Indica-se no estado da técnica que o aparecimento de rachadura de estresse (“*stress cracking*”) está relacionado à degradação das cadeias poliméricas após sofrerem algum tipo de exposição.

[0140] Nas imagens de MEV fica evidenciada a maior degradação dos compósitos em comparação com o PLA virgem, como comprovado também pelos ensaios físicos, reológicos e calorimétricos.

Resultados da avaliação da estabilidade térmica da matriz PLA, reforço e compósito de fibra longa

[0141] Nas figuras 18 e 19 e na tabela 3 são apresentadas as curvas de TGA, DTG e análise destes resultados, respectivamente das amostras de PLA, fibra vegetal e o compósito. Foram analisadas a temperatura de início de decomposição, a perda de massa associada a cada estágio de decomposição e as temperaturas de pico.

[0142] Observou-se que a amostra de polímero virgem tem uma maior estabilidade térmica e apresenta somente um estágio de decomposição, referente ao próprio polímero, por outro lado a fibra vegetal apresenta menor estabilidade de todas as amostras apresentando vários estágios de decomposição, o primeiro foi referente, provavelmente, a evaporação de umidade e alguns extrativos de baixa massa molar, depois a hemicelulose e posteriormente a celulose e lignina de menor e maior massa molar. Observa-se também que o compósito de PLA com fibra (30%) foi influenciado pela matriz, pois mostrou maior estabilidade do que a fibra vegetal.

[0143] As curvas de DTG mostraram com mais clareza alguns eventos, os quais não foram possíveis detectar na análise de TGA, os resultados indicam que a fibra vegetal inicia a decomposição da hemicelulose em 224°C, da celulose em 300 °C e da lignina em 400 °C. Tais faixas de temperatura coincidem com os estudos apresentados no estado da técnica.

Tabela 3. Propriedades térmicas obtidas das curvas de TGA e DTG das amostras.

Amostras	TGA						DTG		
	T5%, °C	%m1	%m2	%m3	%m4	%cinzas	Tp1, °C	Tp2, °C	Tp3, °C
Fibra/Casca	90	5	12,75	52	15,25	15	224,64	300 a 344	485 a 600
PLA virgem	334	0,5	97,37	N.D	N.D	2,13	N.D	N.D	N.D
PLA/FL	280	2,6	85	8	N.D	4,4	N.D	N.D	492 a 600

T5%: temperatura em 5% de perda de massa;

%m: perda de massa em cada estágio de decomposição.

Tp1 ombro de pico da hemicelulose; Tp2 pico da celulose; Tp3 pico da lignina; ND: não detectável.

Resultados Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) da matriz PLA, reforço e

compósito de fibra longa

[0144] Na figura 20 e tabela 4 são apresentadas as curvas de DSC e propriedades obtidas pelas curvas, respectivamente, das amostras. Observou-se que na curva da fibra vegetal ocorre um primeiro evento endotérmico referente, provavelmente, a evaporação da água e após um segundo evento endotérmico em torno de 175°C correspondente a decomposição da hemicelulose e alguns extrativos que confirma esse evento na figura 19 de DTG.

[0145] A curva do PLA virgem apresenta uma inflexão de 2ª ordem no início do aquecimento (representada com um círculo no gráfico) que corresponde a Tg do polímero, também é observado na curva do compósito (PLA/FL) uma inflexão do evento de 2ª ordem no início do aquecimento (número 1 na figura 20) representando a Tg do PLA do compósito seguido de um pequeno pico endotérmico referente a relaxação de tensões do histórico térmico, pois a análise foi feita no primeiro aquecimento. O número 2 na curva do compósito está mostrando um pico exotérmico de cristalização à frio do PLA, que pode ser explicado por algum resfriamento rápido durante o processo de injeção em que ocorreu nucleação sem crescimento, assim durante o aquecimento, na análise de DSC, os núcleos cristalizaram. A temperatura de fusão do PLA virgem e do compósito não tiveram modificações significativas. Entretanto, grau de cristalinidade do PLA virgem foi de 52% e do compósito foi de 42% devido a presença da carga vegetal do compósito, que dificulta as cadeias do PLA se cristalizar. Sabe-se pela literatura que, algumas fibras atuam como agentes nucleantes, e outras dificultam a cristalização.

Tabela 4 - Propriedades térmicas obtidas das curvas de DSC das amostras.

Amostras	DSC					
	Tg (°C)	Tc (°C)	ΔH_c (J/g)	Tf (°C)	ΔH_f (J/g)	Xc (%)
PLA virgem	64,02	ND	ND	178,25	49,02	52
PLA/FL	58,39	89,29	19,47	175,79	46,97	42

Resultados das propriedades mecânicas

[0146] As propriedades mecânicas foram analisadas comparando as amostras de PLA virgem, PLA/FL e PLA/FC entre os estados de tempo zero (após injeção) e de 2 meses de intemperismo natural.

Teste de tração

[0147] Na figura 21 são apresentados os gráficos de tensão x deformação das amostras ensaiadas em teste de tração. Fica evidenciado que as amostras de tempo zero apresentam uma maior rigidez pela elevação do módulo elástico em comparação com as amostras depois de sofrerem intemperismo natural, pois sofreram degradação. A amostra de PLA/FL de tempo zero apresentou o maior módulo elástico, pois a fibra longa atua como reforço na matriz polimérica, entretanto, a maior resistência a tração foi encontrada no PLA virgem (curva da cor verde).

[0148] As tabelas 5 e 6 mostram algumas propriedades avaliadas, entretanto, não sofreram grandes alterações entre as amostras do tempo zero e as amostras de 2 meses de intemperismo. A tensão de escoamento, deformação de escoamento e deformação na ruptura tiveram diminuição dos números dos compósitos em comparação com o número obtido no PLA virgem devido a incorporação de carga na matriz polimérica, assim como a diminuição dos valores após o intemperismo natural, devido a cisão de cadeias. A dureza permaneceu inalterada tanto entre os períodos de avaliação e entre as amostras.

Tabela 5. Propriedades mecânicas de tração das amostras

Amostras	Tensão no escoamento (MPa)		Deformação no escoamento (%)	
	tempo zero	2 meses	tempo zero	2 meses
PLA	64,23 ± 1,40	58,96 ± 0,65	2,88 ± 0,06	2,67 ± 0,10
PLA + FL	48,73 ± 1,16	31,79 ± 0,60	1,74 ± 0,06	1,63 ± 0,06
PLA +FC	44,2 ± 1,48	30,89 ± 0,54	1,73 ± 0,09	1,59 ± 0,09

Tabela 6. Propriedades mecânicas de tração e dureza das amostras

Amostras	Deformação na ruptura (%)		Dureza (Shore D)	
	tempo zero	2 meses	tempo zero	2 meses
PLA	3,19 ± 0,21	3,04 ± 0,14	78,80 ± 0,75	79,00 ± 0,63
PLA + FL	1,81 ± 0,02	1,66 ± 0,05	78,00 ± 1,26	76,20 ± 0,40
PLA + FC	1,76 ± 0,09	1,61 ± 0,09	79,20 ± 0,75	74,40 ± 1,02

[0149] A Figura 22 apresenta os módulos elásticos das amostras antes e após intemperismo natural obtidas do ensaio de tração. Observa-se que os compósitos apresentam um maior módulo elástico em comparação com o PLA virgem, pois a incorporação da fibra vegetal deixou o material mais rígido. O compósito com fibra longa possui um maior módulo em comparação com o compósito de fibra curta, pois a fibra longa atua como reforço e a fibra curta como carga na matriz.

[0150] As amostras que sofreram intemperismo natural apresentaram queda nos seus valores, entretanto, os compósitos apresentaram uma maior perda, mostrando que sofreram degradação em comparação com o PLA virgem, provavelmente pela rugosidade da superfície dos corpos de prova que facilitaram a influência das condições climáticas no período avaliado, mostradas na Figura 13, levando a possível degradação hidrolítica e *stress-cracking*, termo-oxidação entre outros. O módulo elástico está relacionado a rigidez do polímero, dessa forma o valor de 3,76 GPa para o compósito de PLA/FL é um valor alto.

Resistência ao impacto

[0151] Na Figura 23 são apresentados os resultados do ensaio de resistência ao impacto das amostras avaliadas. Observa-se que a resistência diminuiu entre as amostras, devido ao aumento do módulo elástico, onde se comprova também pelos demais resultados de suas propriedades mecânicas.

Resultados das análises de propriedades físicas

[0152] Na Figura 24 é apresentado a densidade das amostras de tempo zero e após intemperismo de 2 meses, esta densidade foi calculada para posteriormente se calcular o teor de vazios dos compósitos (Figura 43). No

gráfico de teor de vazios as amostras de compósitos após intemperismo apresentaram um aumento no seu teor de vazios, pois as amostras foram colocadas em um ambiente externo e ocorreu *Stress-cracking*, processo de degradação que associa dois efeitos: tensão mecânica e contato com um fluido (impacto da chuva na superfície dos corpos de prova), e podem ser vistos, na avaliação morfológica, nas imagens de MEV, isso indica que ocorreu absorção de água pelas amostras mostrando degradação.

Resultados das análises de propriedades reológicas

[0153] Na Figura 26 e Tabela 7 são apresentados os resultados do índice de fluidez das amostras. Observa-se que todas as amostras tanto a matriz quanto os compósitos sofreram degradação após a exposição ao intemperismo. O PLA sofre degradação hidrolítica. O período o qual o polímero foi exposto ao intemperismo, ocorreu um alto índice de precipitação atingindo valores acima de 60 mm em alguns dias, contribuindo assim com a degradação.

[0154] Dentre os compósitos o de fibra longa apresentou um maior índice de fluidez após o intemperismo, como comprovado anteriormente com o teor de vazios, o que pode ter favorecido a degradação por *Stress-cracking*.

Tabela 7. Resultados da análise do índice de fluidez (MFI) e razão de inchamento (I.R.)

Amostra	MFI (g/10min)	I.R.
PLA/FL	38,73 ± 2,07	0,78 ± 0,015
PLA/FC	30,68 ± 1,59	0,74 ± 0,025

[0155] A partir do menor valor de MFI observado para o compósito incorporado com fibras curtas, verificou-se que este possui maior viscosidade do que aquele com fibras longas. Isto sugere que, neste caso, ocorreu melhor dispersão das fibras curtas, provocando uma maior interação entre o reforço e a matriz. Além disso, o maior número de fibras presentes no compósito

reforçado com fibras curtas pode ter contribuído para a ocorrência de uma maior interação entre elas. Tais interações são responsáveis por um raio hidrodinâmico superior e conseqüente maior área de contato, garantindo o maior valor de viscosidade observado neste compósito. Dessa forma, o baixo índice de fluidez pode indicar que ocorre melhor interação entre a matriz e reforço de fibra curta do que com o reforço de fibra longa, explicando o maior índice de intemperismo da fibra longa.

[0156] O índice de inchamento do extrudado (I.R.) é um fenômeno que ocorre quando o extrudado sai do capilar, devido à reorganização e recuperação das moléculas deformadas durante o fluxo. Ele nos fornece uma indicação da estabilidade dimensional do material durante seu processamento. Apesar de pequena, a diferença entre os índices de inchamento obtidos pode ser atribuída à melhor distribuição das fibras curtas na matriz polimérica. Um menor índice de inchamento pode ser resultado de uma transferência de tensões mais efetiva, que atrasa a recuperação elástica do extrudado.

Resultados das análises colorimétricas do PLA virgem e dos biocompósitos

[0157] Nas Figuras 27 e 28 e na tabela 8 são apresentados os resultados colorimétricos das amostras no tempo zero e após 2 meses de intemperismo. Os parâmetros variam conforme o esquema da figura 29 e o parâmetro “g” indica mais brilho. Observa-se na tabela 8 que o parâmetro L do PLA virgem é alto, justificado pela sua transparência do material, e esse parâmetro nos compósitos de tempo zero é menor, pois a sua cor era mais escura, semelhante a cor de madeira, e após os dois meses de intemperismo este parâmetro diminuiu, pois os corpos de prova ficaram mais claros após o intemperismo natural, o que pode ser melhor visualizado na figura 29. Em relação aos parâmetros de cor “a” e “b”, observa-se que as amostras apresentaram uma forte diminuição da cor avermelhada (“+a”) o que confirma o aumento de L. O brilho após o intemperismo foi reduzido como mostrado na Figura 28, justificado pelo aparecimento de fissuras devido ao *Stress cracking* nas amostras.

Tabela 8. Dados de calorimetria das amostras de tempo zero e após 2 meses de intemperismo

AMOSTRA	L	a	b	Brilho
PLA virgem t0	78,43 ± 0,27	0,51 ± 0,01	2,73 ± 0,17	60,55 ± 0,64
PLA virgem 2 meses	76,38 ± 0,27	0,49 ± 0,07	3,17 ± 0,34	31,51 ± 0,85
PLA/FL t0	29,26 ± 0,35	6,48 ± 0,67	7,02 ± 0,78	11,12 ± 0,42
PLA/FL 2 meses	65,35 ± 0,63	1,69 ± 0,21	7,50 ± 0,69	2,53 ± 0,12
PLA/FC t0	29,99 ± 0,63	6,21 ± 0,39	7,22 ± 0,46	8,97 ± 0,83
PLA/FC 2 meses	61,43 ± 0,73	2,33 ± 0,23	8,38 ± 0,73	3,92 ± 0,73

[0158] Para uma melhor visualização do aspecto físico das amostras, na Figura 30 apresenta-se os corpos de prova de tempo zero (30-a- PLA virgem, 30-d- PLA/FC e 30-g- PLA/FL), após intemperismo natural de 2 meses (30-b- PLA virgem, 30-e- PLA/FC e 30-h- PLA/FL) e após compostagem de 3 meses (30-c- PLA virgem, 30-f- PLA/FC e 30-i- PLA/FL). Observa-se a mudança de coloração entre os compósitos (branqueamento), já o PLA um leve amarelamento após as condições de exposição ao intemperismo natural. Observa-se também que todas as amostras não apresentaram mudanças drásticas na cor e sim na topografia quando submetidos a compostagem.

[0159] Os valores médios obtidos para cada parâmetro colorimétrico, com seu desvio padrão calculado são mostrados na Tabela 8 das amostras de PLA e os compósitos reforçados com as fibras longas (FL) e curtas (FC) de Embira.

Tabela 9. Resultado da análise de luminosidade (L*), dois canais de cores (a* e b*) e Brilho medidos pelo colorímetroBYK

Amostra	a*	b*	L*	Brilho
PLA	0,40 ± 0,14	7,92 ± 1,56	71,46 ± 3,10	29,10 ± 4,90
PLA/FL (70/30)	5,34 ± 0,22	5,94 ± 0,20	32,37 ± 0,31	9,13 ± 1,80
PLA/FC (70/30)	6,23 ± 0,08	7,08 ± 0,08	30,00 ± 0,38	3,23 ± 0,87

Perda de massa das amostras submetidas à compostagem

[0160] Na Figura 31 e tabela 10 é apresentado a perda de massa das amostras de PLA virgem, PLA com fibra longa e PLA com fibra curta. Observa-se que após 1 mês de ensaio, em solo compostado, o PLA virgem não apresentou perda de massa significativa em comparação a massa inicial. No entanto, os compósitos 3 meses de ensaio houve variação significativa, principalmente do compósito de fibra longa, pois foi o que apresentou maior perda de massa ao longo dos 3 meses de ensaio, com aproximadamente 9%.

Tabela 10 - Massa das amostras antes do ensaio de compostagem, após 1 mês de ensaio e após 3 meses de ensaio

Amostra	Massa (sem compostagem) (g) 9/02/18	Massa (1 mês de compostagem) (g) 9/03/18	Massa (3 meses de compostagem) (g) 9/05/18	Perda de massa TOTAL (%)
PLA	3,17 ± 0,03	3,16 ± 0,05	3,15 ± 0,04	0,6
PLA + FL	3,35 ± 0,06	3,15 ± 0,02	3,06 ± 0,05	8,7
PLA + FC	3,23 ± 0,07	3,05 ± 0,07	2,94 ± 0,08	9,0

[0161] Os versados na arte valorizarão os conhecimentos aqui apresentados e poderão reproduzir a invenção nas modalidades apresentadas e em outras variantes e alternativas, abrangidas pelo escopo das reivindicações a seguir.

Reivindicações

1. Biocompósito **caracterizado** por compreender:

- 60 a 75 % em massa de matriz polimérica de poli(ácido láctico)
- 25 a 40 % em massa de fibra vegetal

em que a fibra vegetal é proveniente da casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb.

2. Biocompósito, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por compreender:

- 70 % em massa de matriz polimérica de poli(ácido láctico)
- 30 % em massa de fibra vegetal

em que a fibra vegetal é proveniente da casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb.

3. Biocompósito, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, **caracterizado** pela dita fibra ter um tamanho entre 1,00 ou 2,36 mm.

4. Biocompósito, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo tamanho da fibra ser preferencialmente 2,36 mm.

5. Uso da fibra da casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb., conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 4, **caracterizado** por se como reforço de matriz polimérica.

6. Processo de obtenção do biocompósito, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 4, **caracterizado** por compreender as etapas:

- (a) Preparação das fibras de casca de *Daphnopsis racemosa*;
- (b) Mistura das fibras obtidas em (a) com matriz polimérica de poli(ácido láctico); e,
- (c) Granulação da mistura obtida em (b).

7. Processo, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado** pela etapa (a) compreender as subetapas:

- (a1) Pré-corte da casca de *Daphnopsis racemosa* Griseb;

- (a2) Secagem da casca;
- (a3) Moagem em moinho de facas; e,
- (a4) Peneiragem em peneira vibratória.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado** pela subetapa (a2) ocorrer por 24h a 60°C.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado** pelo dito moinho de facas na sub etapa (a3) ter velocidade de 1000 rpm e a dita peneira vibratória na sub etapa (a4) ter mesh selecionado entre 4,75 mm; 2,36 mm; 1,00 mm; 500 µm e 250 µm.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 9, **caracterizado** pelo dito mesh ser de 2,36 mm ou 1,00mm.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado** pela mistura da etapa (b) ocorrer em câmara de mistura cujo processo é por batelada em temperatura de massa de 170 a 190°C, velocidade de agitação de 50 a 60 rpm e tempo de agitação de 5 a 7 minutos.

12. Processo, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado** pela mistura da etapa (b) ocorrer em câmara de mistura cujo processo é por batelada em temperatura de massa de 190°C, velocidade de agitação de 50 rpm e tempo de agitação de 6 minutos.

13. Uso do biocompósito, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 4, **caracterizado** por ser para produtos que requerem bom desempenho mecânico.

14. Uso do biocompósito, de acordo com a reivindicação 13, **caracterizado** pelos produtos que requerem bom desempenho mecânico serem selecionados de embalagens plásticas de tempo de vida média.

Figuras

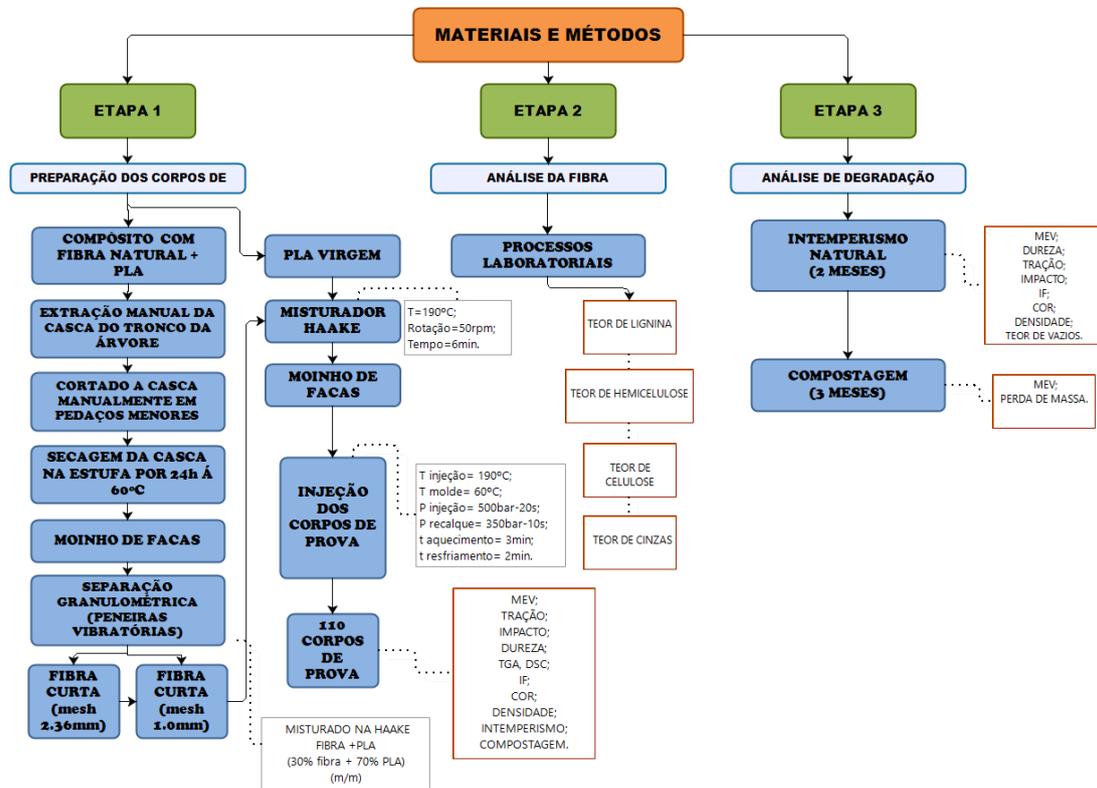


Figura 1



Figura 2

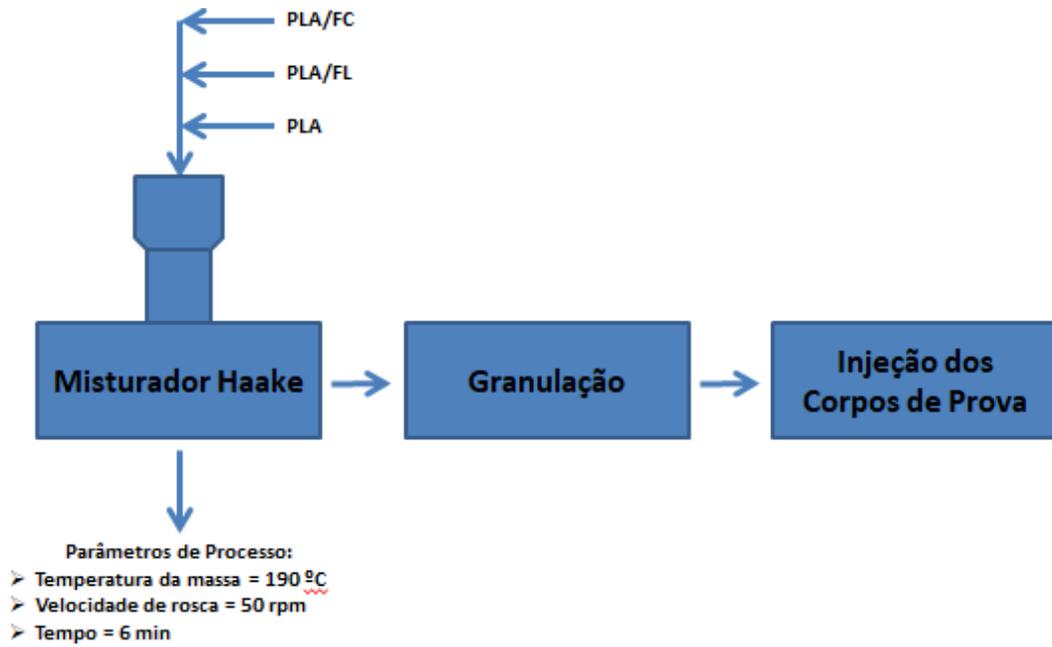


Figura 3



Figura 4

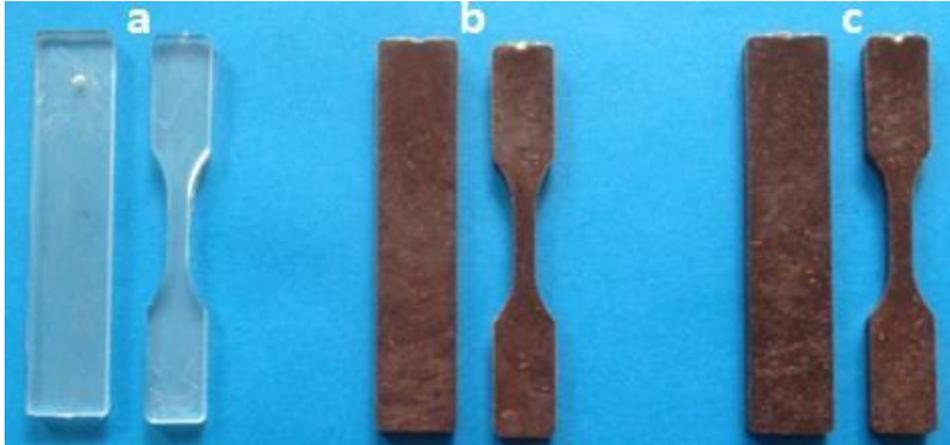


Figura 5

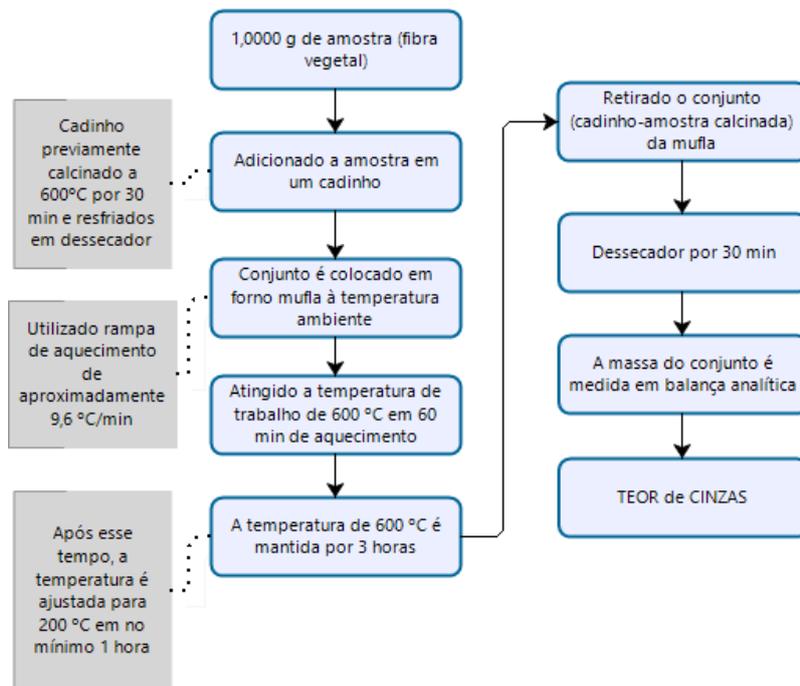


Figura 6

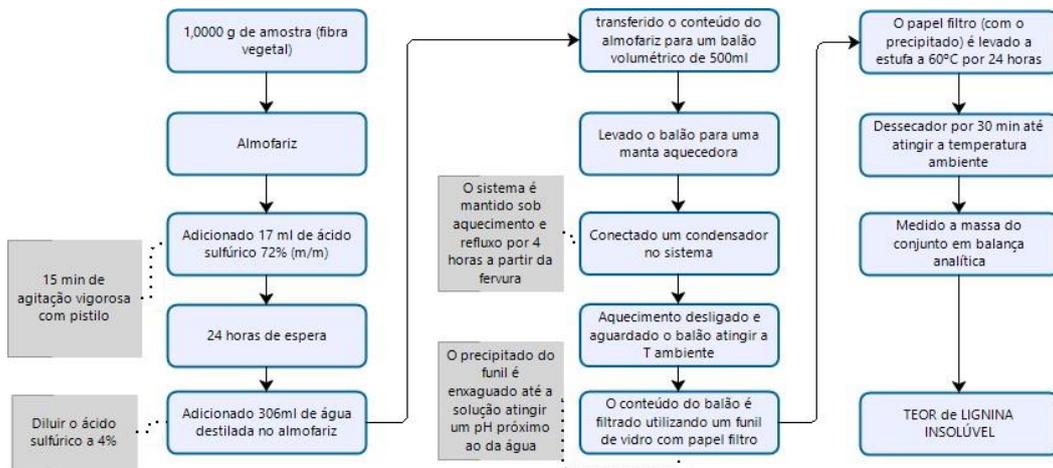


Figura 7

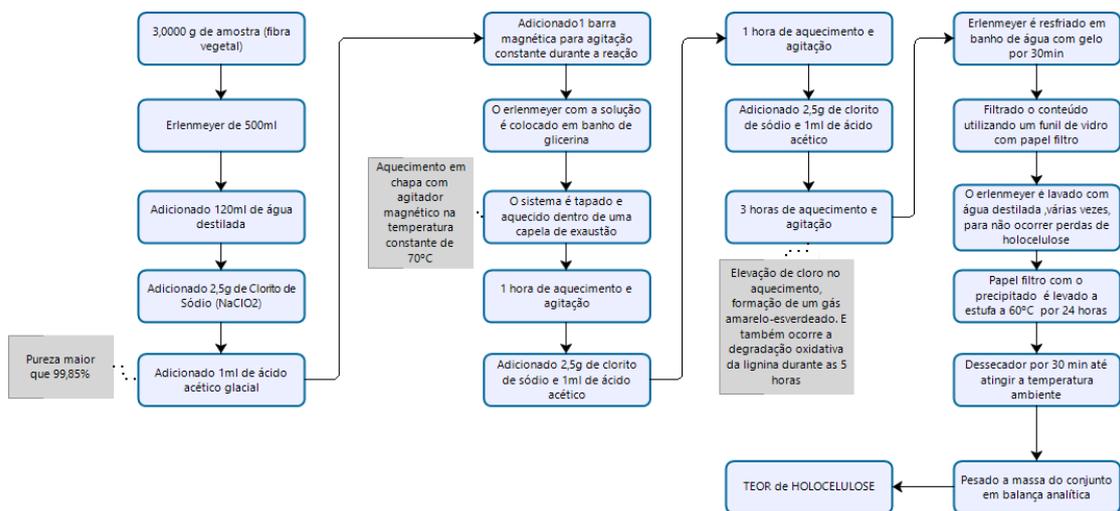


Figura 8

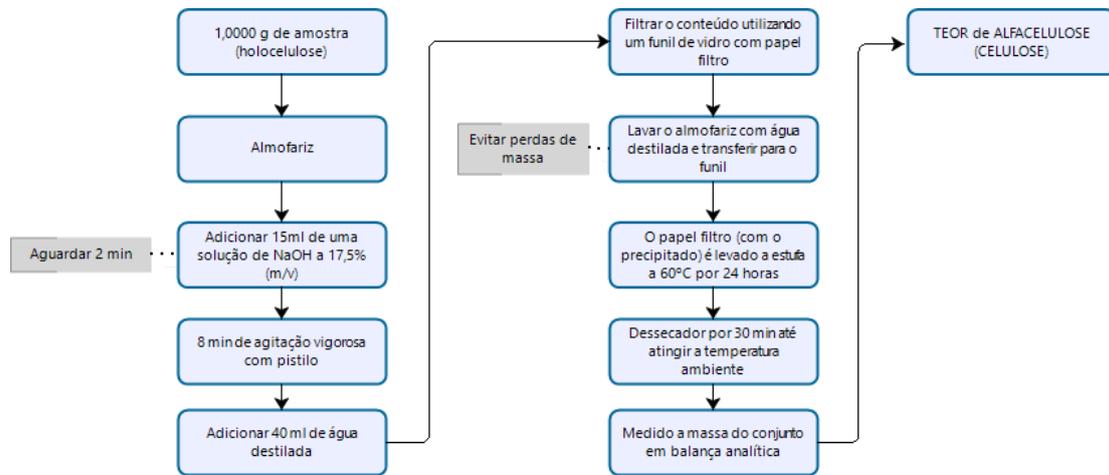


Figura 9

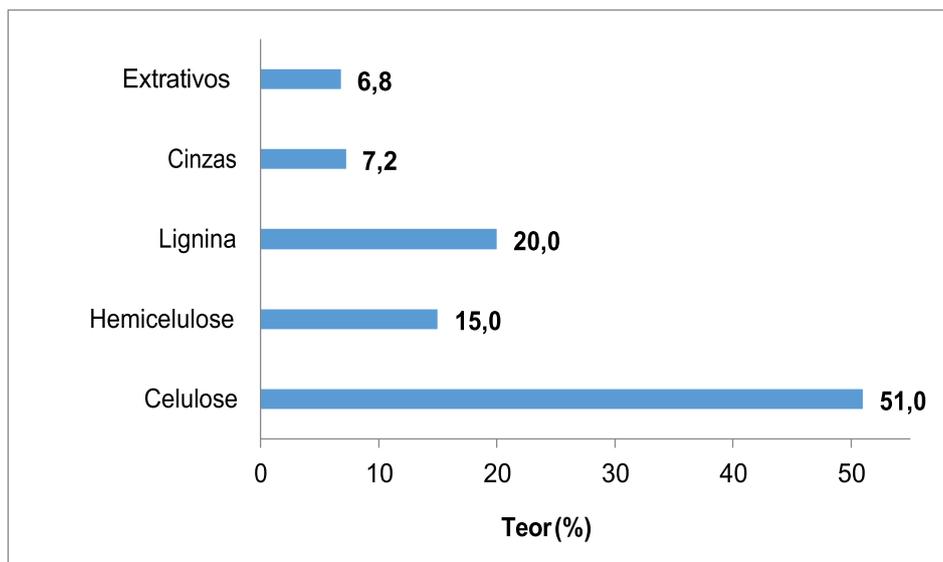


Figura 10

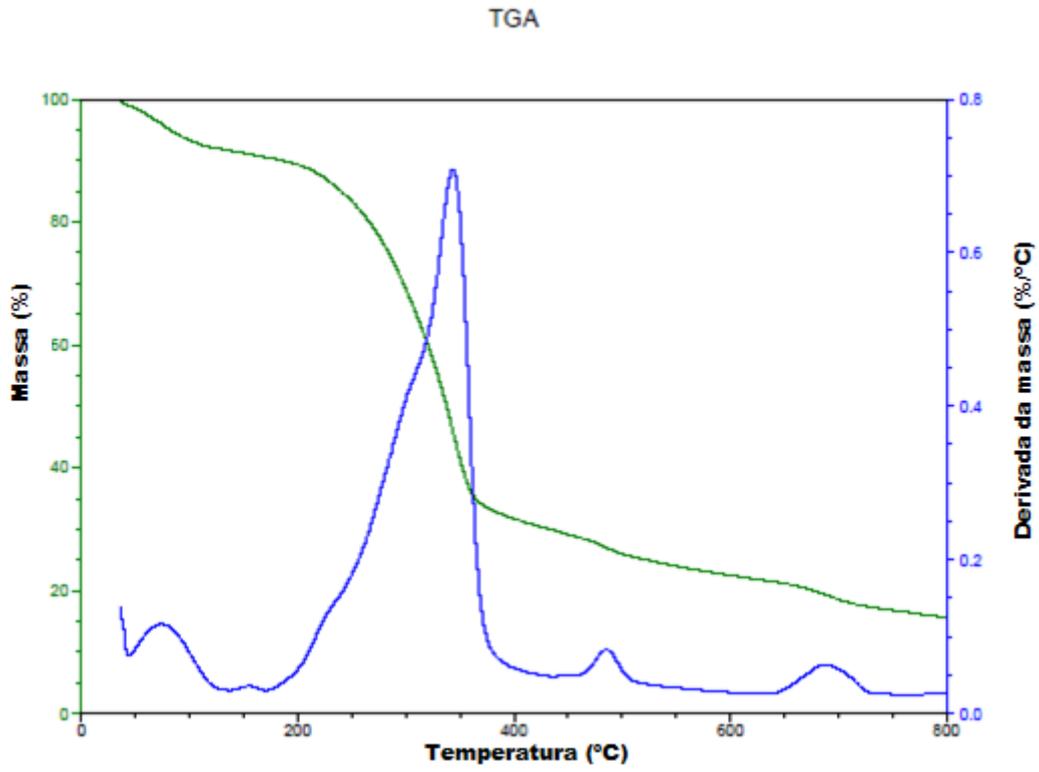


Figura 11



Figura 12

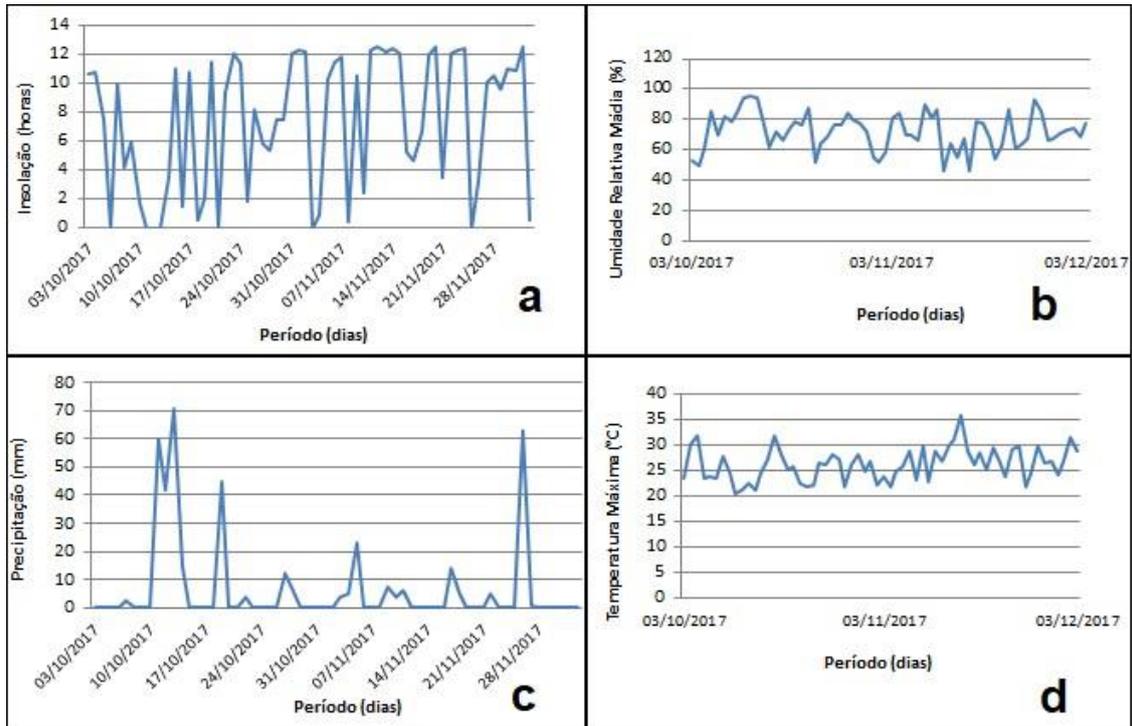


Figura 13



Figura 14

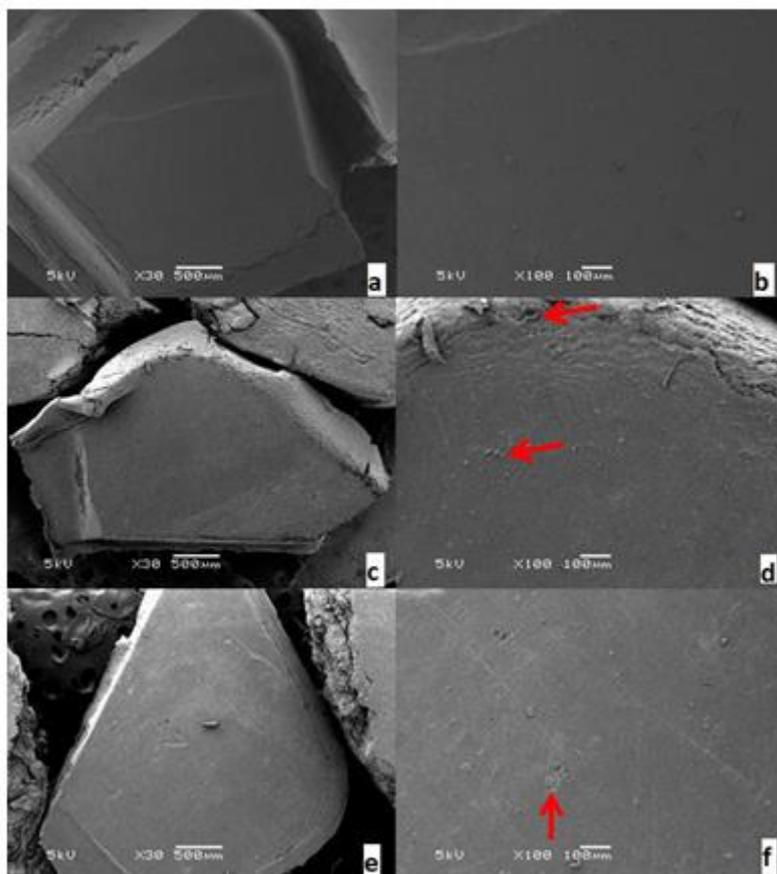


Figura 15

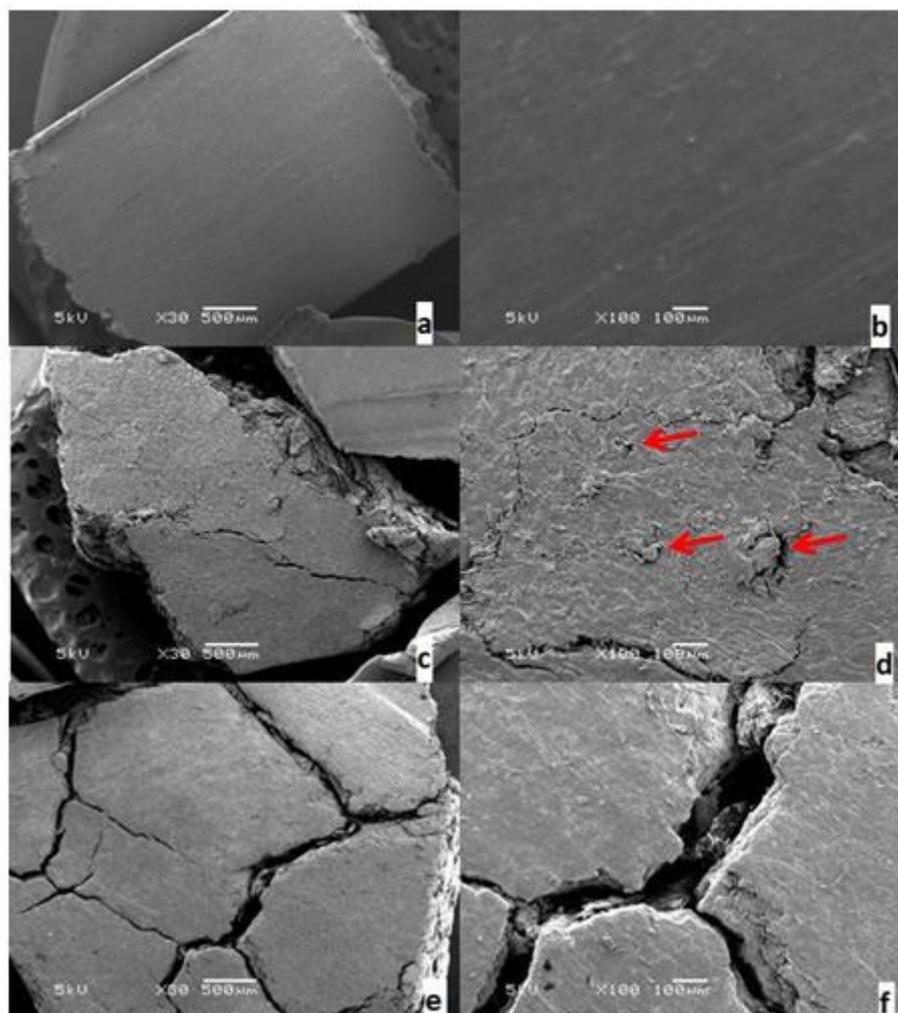


Figura 16

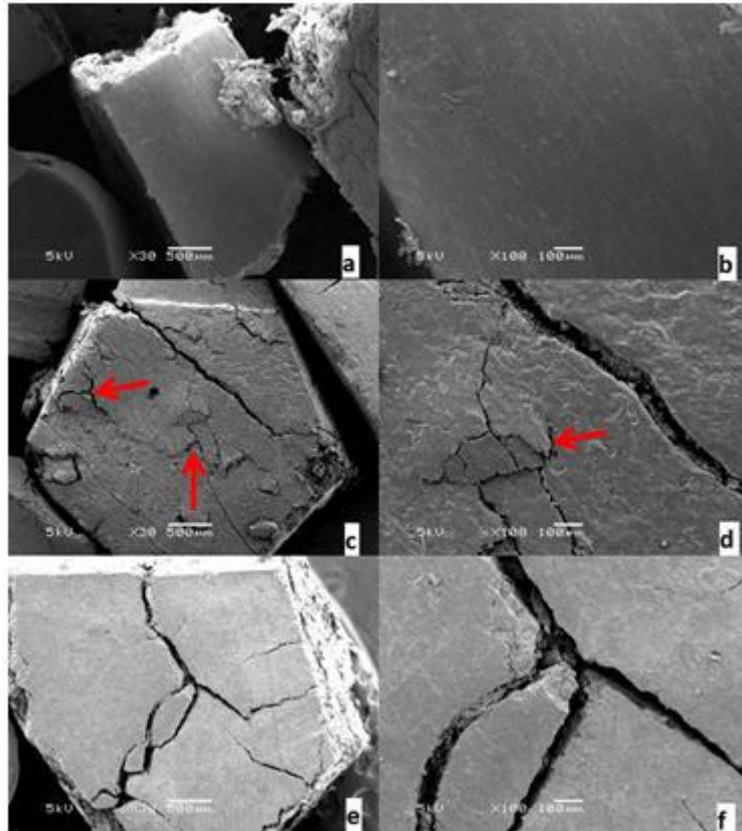


Figura 17

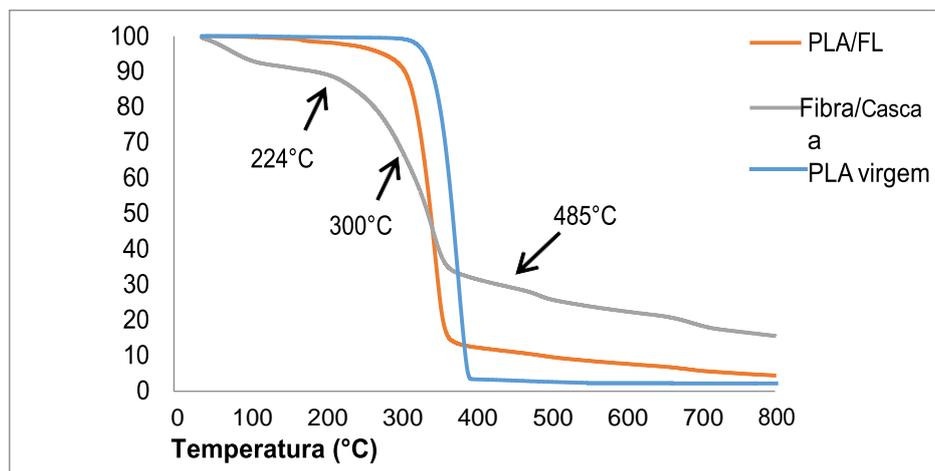


Figura 18

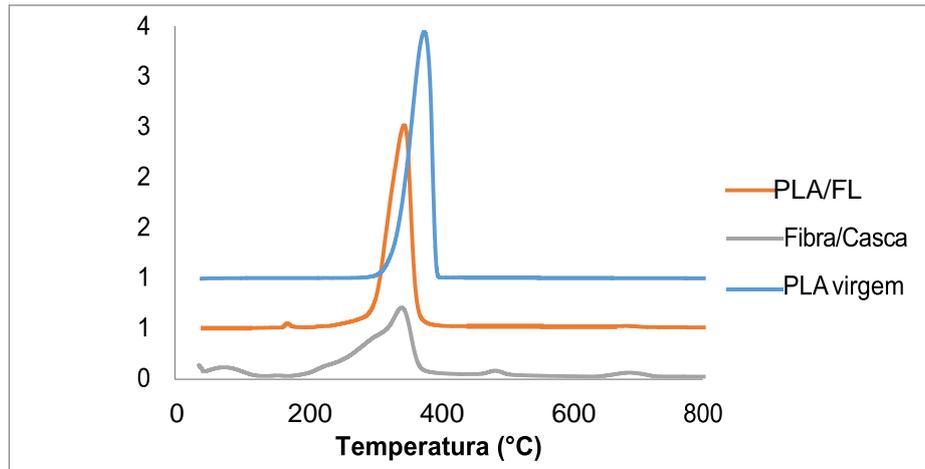


Figura 19

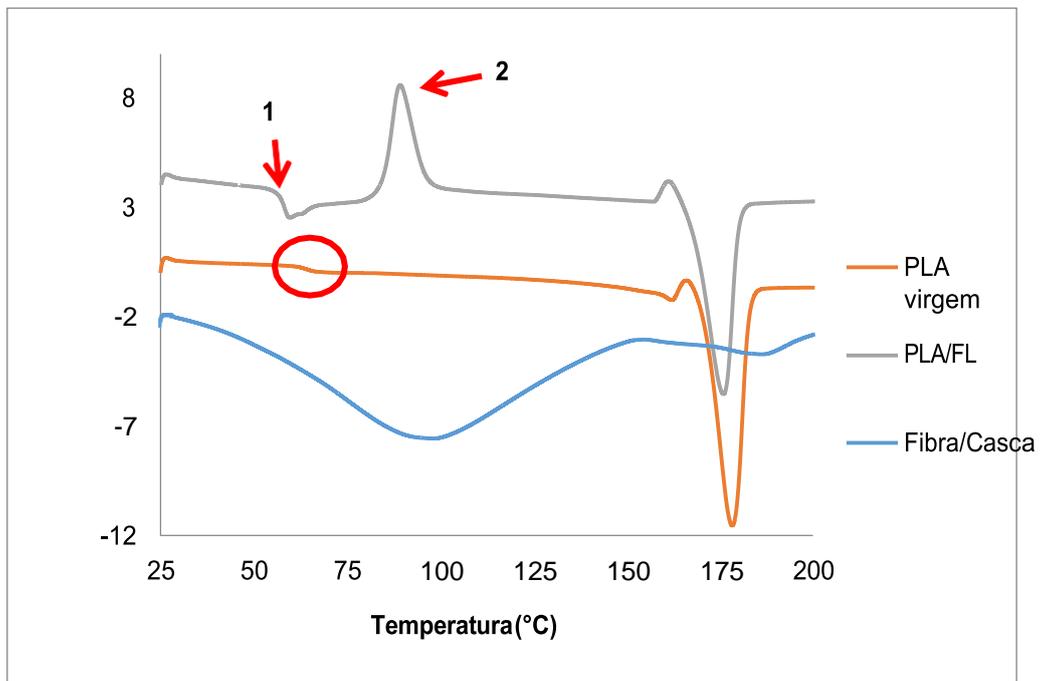


Figura 20

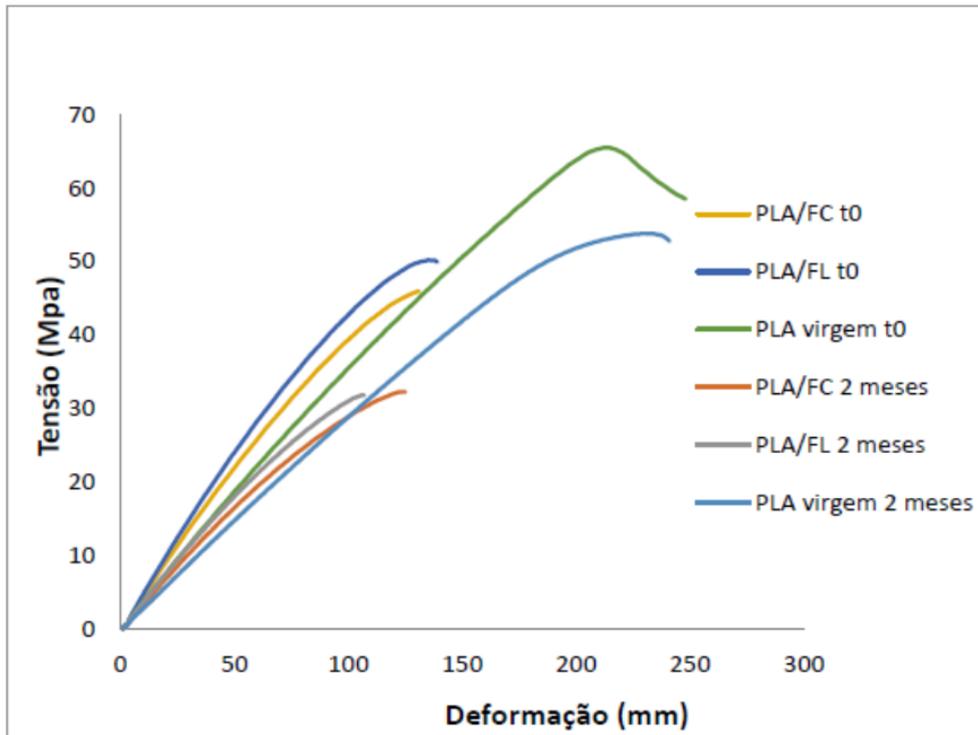


Figura 21

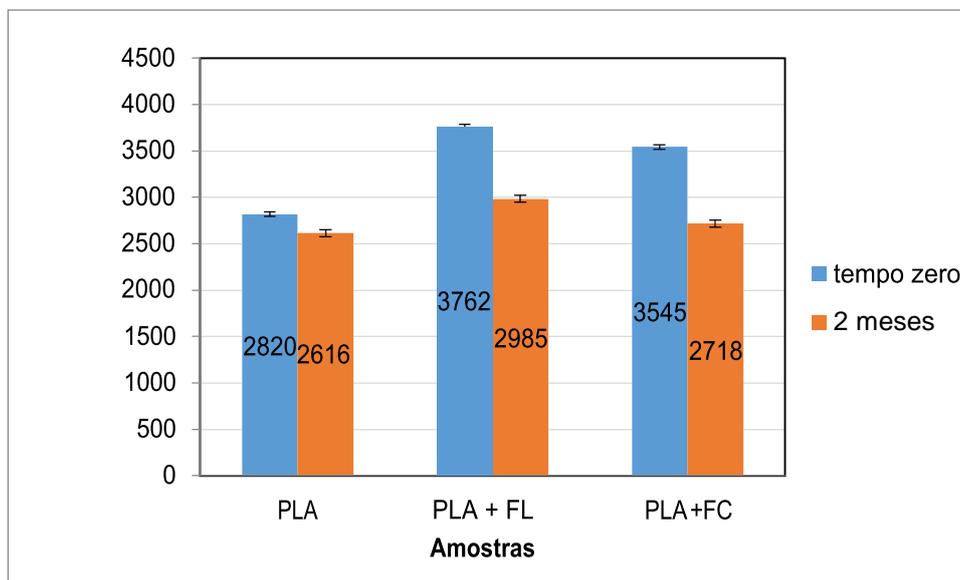


Figura 22

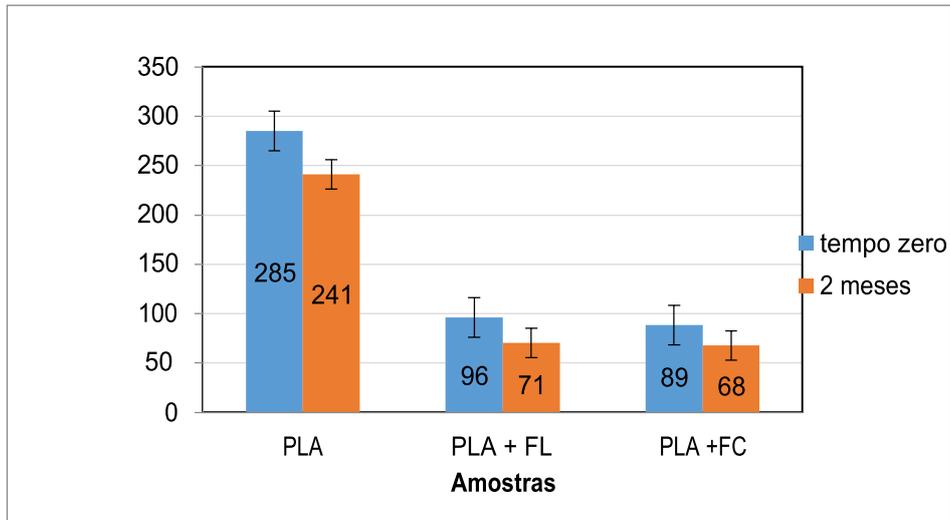


Figura 23

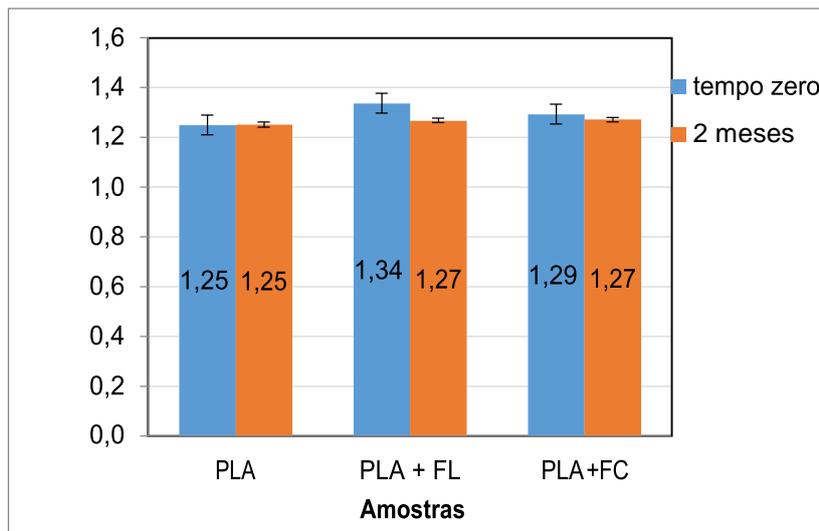


Figura 24

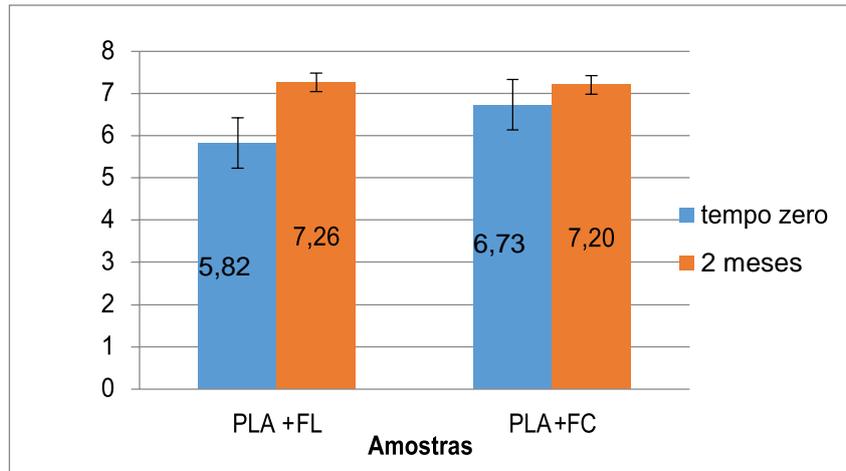


Figura 25

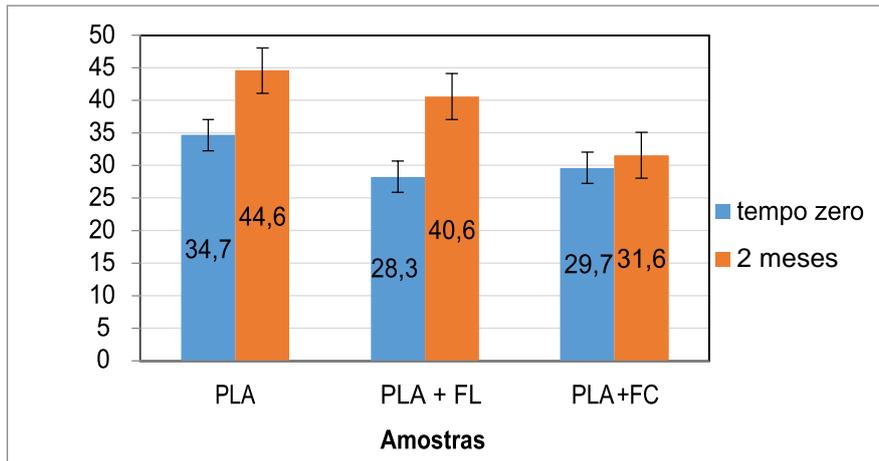


Figura 26

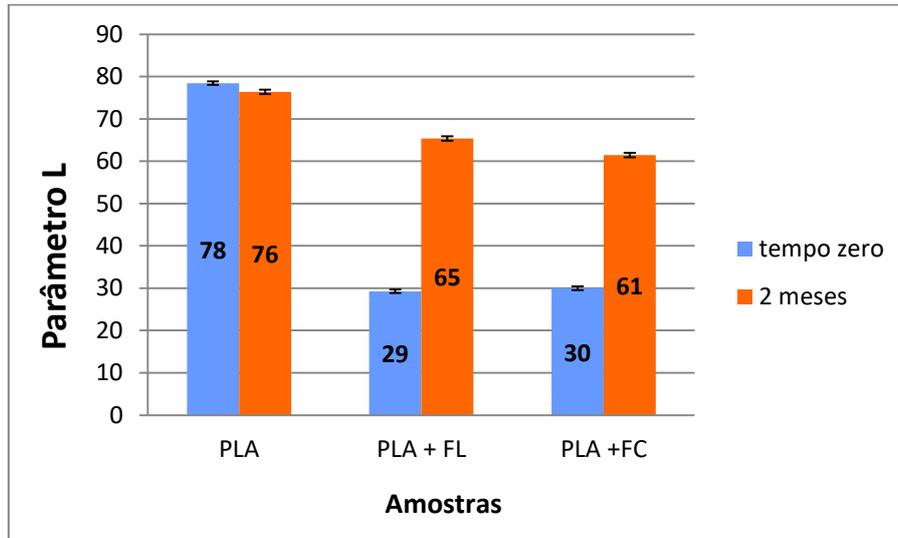


Figura 27

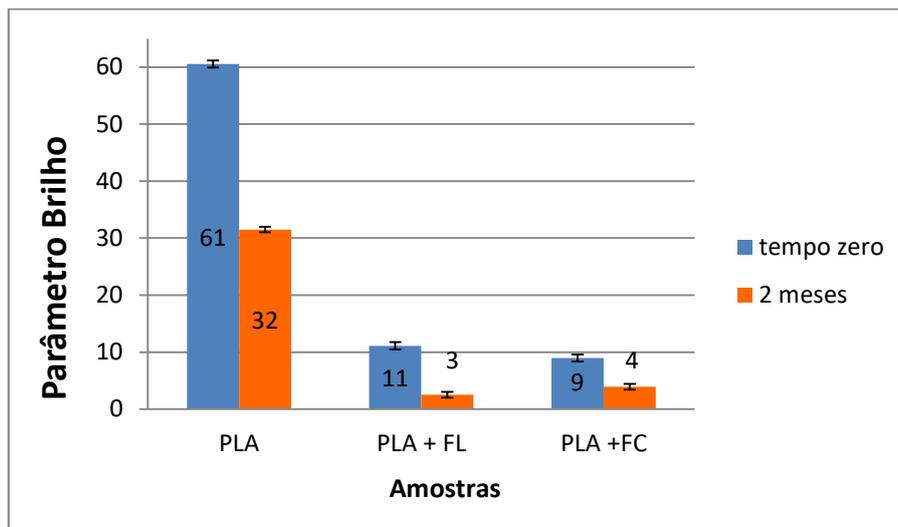


Figura 28

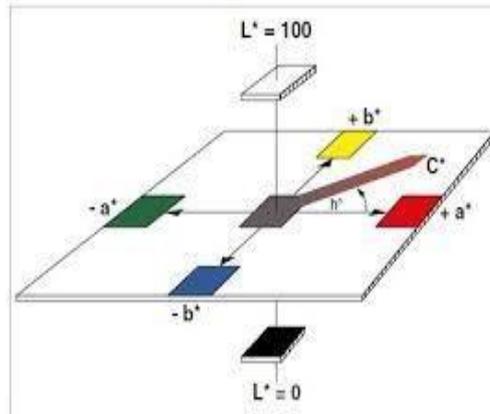


Figura 29

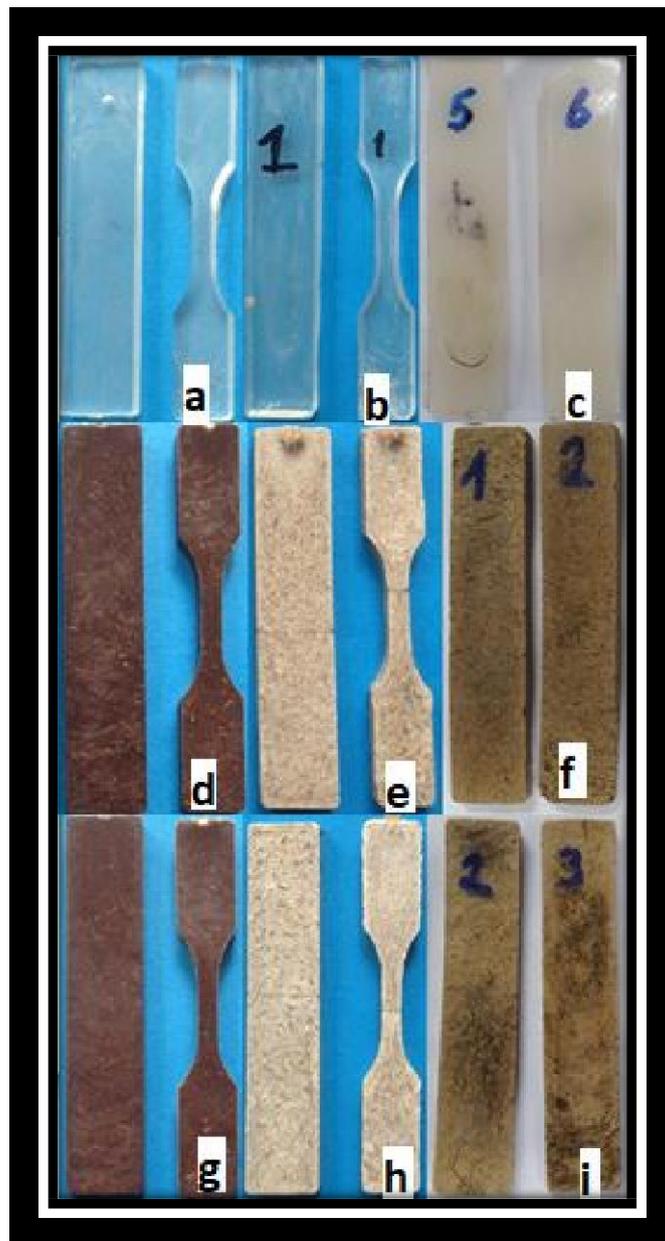


Figura 30

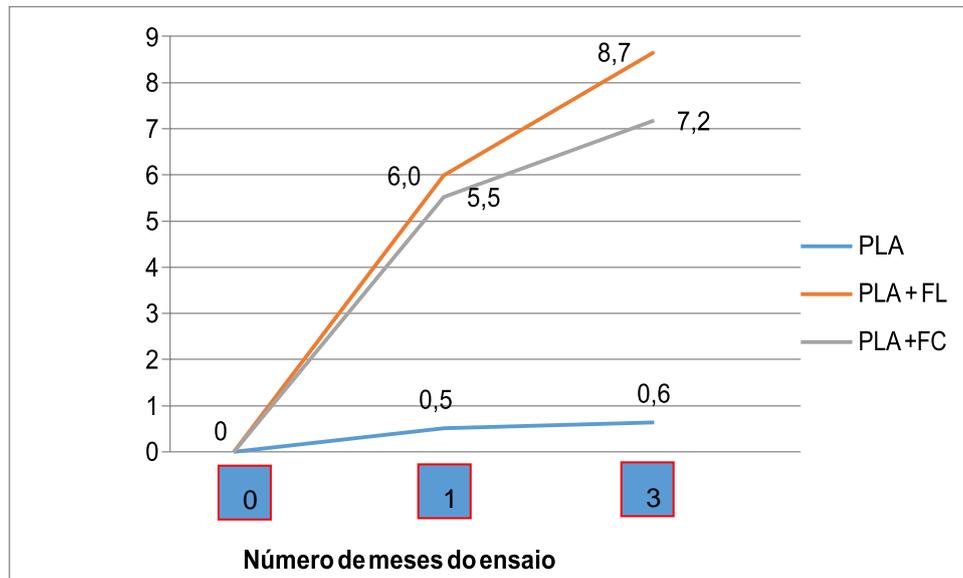


Figura 31

Resumo**BIOCOMPÓSITO, USO DA FIBRA DA CASCA DE *DAPHNOPSIS RACEMOSA* GRISEB, PROCESSO DE OBTENÇÃO DO BIOCOMPÓSITO E USO DO BIOCOMPÓSITO**

A presente invenção descreve um biocompósito que compreende a matriz poli(ácido láctico) (PLA) e fibra vegetal de alto desempenho mecânico, proveniente da árvore Embira (*Daphnopsis racemosa* Griseb.). Especificamente, a presente invenção compreende o processo de obtenção do biocomposito compreendendo 3 etapas: (a) Preparação das fibras de casca de *Daphnopsis racemosa*; (b) Mistura das fibras obtidas em (a) com matriz polimérica de poli(ácido láctico); e (c) Granulação da mistura obtida em (b). Mais especificamente, destaca-se o uso da fibra de *Daphnopsis racemosa* como reforço de matriz polimérica e o uso do biocompósito. A presente invenção se situa nos campos da engenharia de materiais, da química e da engenharia química.