



JOYCE CHRISTINA DA SILVA

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE
MICRO/NANOFIBRILAS DE CELULOSE PROVENIENTES
DE BAMBU**

**LAVRAS – MG
2021**

JOYCE CHRISTINA DA SILVA

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE
MICRO/NANOFIBRILAS DE CELULOSE PROVENIENTES DE BAMBU**

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação apresentado à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Curso de Engenharia Florestal, para obtenção de título de Bacharel.

Prof. Dr. Saulo Rocha Ferreira
Orientador

MSc. Matheus Cordazzo Dias
Coorientador

**LAVRAS – MG
2021**

JOYCE CHRISTINA DA SILVA

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE
MICRO/NANOFIBRILAS DE CELULOSE PROVENIENTES DE BAMBU**

**OBTAINING AND PHYSICAL AND CHEMICAL CHARACTERIZATION OF
MICRO / CELLULOSE NANOFIBRILLES FROM BAMBOO**

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação apresentado à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Curso de Engenharia Florestal, para obtenção de título de Bacharel.

APROVADO em 28 de abril de 2021.

Msc. Maressa Carvalho Mendonça UFLA

Dr. Luiz Eduardo Silva UFLA

Prof. Dr. Saulo Rocha Ferreira
Orientador

MSc. Matheus Cordazzo Dias
Coorientador

**LAVRAS – MG
2021**

*À minha família por todo carinho, amor e apoio em
todos esses anos. Dedico.*

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a DEUS por ter me presenteado, com oportunidade de fazer o curso de Engenharia Florestal na UFLA, a realização de um sonho.

Agradeço minha mãe Ana Lúcia e meu pai Rogério por sempre me ajudarem em momentos de vitórias e derrotas no decorrer da faculdade e meu irmão Matheus por me ouvir em momentos difíceis.

Agradeço ao meu avô Zico por ter ajudado financeiramente minha família, quando meu pai ficou desempregado e doente, e todos os amigos e parentes que nos ajudaram financeiramente neste momento complicado.

Agradeço ao Gabriel por sempre me ajudar desde de quando, comecei a minha iniciação científica no laboratório de Anatomia da Madeira, por sua paciência, seu carinho e sua colaboração em todos meus trabalhos, e por ser este anjo na minha vida a quem tenho grande admiração.

Agradeço o meu orientador Prof. Dr. Saulo Rocha Ferreira por sempre está presente em toda minha iniciação científica, auxiliando-me com todo seu conhecimento em momentos de dúvidas; ao meu coorientador Matheus Cordazzo Dias por sempre está presente em toda a minha caminhada de iniciação científica por te me ensinado tudo que precisava para desenvolvimento dos testes.

Agradeço a Maressa Carvalho Mendonça e Luiz Eduardo Silva por ter aceitado participar da minha banca de defesa de conclusão de curso, pelo incentivo e orientação neste momento.

Agradeço a todos meus amigos por me ajudaram me apoiando em momentos difíceis que pensei em desistir da realização de sonho, principalmente a Sabrina, Paloma, Camila, Pablo, Ludmila, Andressa, Pietro, Matheus, Matheus, Matheus Felipe, Maria Eduarda, Lara, Ana Clara, Ana Cláudia, Ana Isabela.

Agradeço a todos que trabalham no Laboratório de nanotecnologia florestal, pois sei que cada um me ensinou tudo que precisava, principalmente ao Prof. Gustavo Tonolli, pois me recebeu no laboratório com muito carinho.

Agradeço a Prefeitura Municipal de Lavras onde fiz estágio em 2020, a minha supervisora Kira Malves e a Tayane. A Casa da Semente onde faço estágio atualmente e estou aprendendo cada dia mais, aos donos Emales, Rodrigo, Alex e Pedro; a minha supervisora Cíntia e todos que tem paciência de me ensinar a Juciara, Jovana, Alex e Maria e todos que fazem parte desta equipe.

RESUMO

As micro/nanofibrilas de celulose (NFC) têm sido apontadas como um material promissor, podendo ser aplicadas como agente de reforço em materiais compósitos, melhorando principalmente sua resistência à tração. Como o Bambu apresenta uma resistência à tração elevada, estudos com este material se direcionam para esta aplicação. O objetivo desta pesquisa foi produzir NFC obtidas a partir de fibras de bambu por meio de nanofibrilação para futuras aplicações de filmes nanoestruturados. O objetivo deste projeto foi produzir NFC obtidas a partir de fibras de bambu por meio de nanofibrilação para futuras aplicações de filmes nanoestruturados. Para a realização do tratamento das fibras de celulose foi feito (dois tratamentos alcalinos e dois branqueamentos). Realizou-se a caracterização morfológica das fibras em um microscópio óptico e a mensuração do comprimento e diâmetro médio das fibras por meio do *software* ImageJ. As fibras *in natura*, não branqueadas e branqueadas foram caracterizadas quimicamente utilizando a espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR). Para obtenção das NFC utilizou-se um nanofibrilador mecânico e mediu-se o consumo energético. Para a turbidez os materiais foram diluídos em concentrações de 0,1% (m/v) e dispostos em tubos de ensaio realizando a análise em um turbidímetro, por dois métodos: sem decantação e mantidas em repouso durante 1,5 h para decantação do material. Foi analisada a viscosidade e o grau de polimerização com base na norma Tappi T 230-94 onde foram analisadas as amostras com tratamento e controle. A partir das NFC foi feita a produção dos filmes por *casting* com base na metodologia de a partir destes filmes determinou-se o alongamento máximo na ruptura e módulo de Young por meio de um analisador de textura (Stable Microsystems, modelo TATX2i, Inglaterra). No caso da utilização do bambu como matéria prima para obtenção de nanofibrila, se torna viável devido este material, apresenta crescimento rápido e além disso suas fibras apresentam uma resistência à tração elevada quando este é comparado a outras fibras. Sendo que quando se utiliza pré-tratamentos este consegue diminuir o consumo energético e facilitar o processo de nanofibrilação e as modificações nas micro-nanofibrilas são feitos por meio dos testes físicos e químicos.

Palavras-chave: Micro/nanofibrilas. *Bambusa vulgaris*. Nanofibrilação mecânica. Polpação química. Filmes nanoestruturados.

ABSTRACT

Cellulose micro / nanofibrils (NFC) have been identified as a promising material and can be applied as a reinforcing agent in composite materials, mainly improving their tensile strength. As Bambu has a high tensile strength, studies with this material are directed to this application. The objective of this research was to produce NFC obtained from bamboo fibers by means of nanofibrillation for future applications of nanostructured films. The objective of this project was to produce NFC obtained from bamboo fibers by means of nanofibrillation for future applications of nanostructured films. To carry out the treatment of cellulose fibers, two alkaline treatments and two bleaching treatments were carried out. The morphological characterization of the fibers was performed under an optical microscope and the measurement of the average length and diameter of the fibers was performed using the ImageJ software. The fresh, unbleached and bleached fibers were chemically characterized using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). To obtain the NFCs, a mechanical nanofibrillator was used and energy consumption was measured. For turbidity, the materials were diluted in concentrations of 0.1% (m / v) and placed in test tubes, carrying out the analysis in a turbidimeter, by two methods: without decantation and kept at rest for 1.5 h for decanting the material. The viscosity and degree of polymerization were analyzed based on the Tappi T 230-94 standard, where the samples with treatment and control were analyzed. From the NFC, the films were produced by casting based on the methodology of from these films, the maximum elongation at break and Young's modulus was determined by means of a texture analyzer (Stable Microsystems, model TATX2i, England). In the case of the use of bamboo as a raw material for obtaining nanofibril, it becomes viable due to this material, it has rapid growth and in addition its fibers have a high tensile strength when compared to other fibers. Being that when using pre-treatments this manages to reduce the energy consumption and facilitate the nanofibrillation process and the modifications in the micro-nanofibrils are made through physical and chemical tests.

Keywords: Micro / nanofibrils. *Bambusa vulgaris*. Mechanical nanofibrillation. Chemical pulping. Nanostructured films.

SUMÁRIO

	PRIMEIRA PARTE: PROJETO	9
1	INTRODUÇÃO	9
2	OBJETIVOS	11
2.1	Objetivo geral	11
2.2	Objetivos específicos	11
3	REFERENCIAL TEÓRICO	11
3.1	Bambu e suas aplicações	11
3.2	Celulose, Hemicelulose e Lignina.	13
3.3	Pré-tratamentos e obtenção de micro/nanofibrilas de celulose	14
3.4	Micro/nanofibrilas de celulose	15
4	CONSIDERAÇÕES FINAIS	16
	REFERÊNCIAS	17
	SEGUNDA PARTE: ARTIGO	23
1	INTRODUÇÃO	24
2	METODOLOGIA	25
2.1	Preparação do Material:	25
2.1.2	Polpação Alcalina:	25
2.1.3	Branqueamento de Fibras:	26
2.1.4	Caracterização morfológica das fibras	26
2.1.5	Obtenção das micro/nanofibrilas de celulose	26
2.1.6	Consumo Energético	26
2.2	Caracterização Físico-química e mecânica	27
2.2.1	Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)	27
2.2.2	Turbidez	27
2.2.3	Viscosidade	27
2.2.4	Grau de polimerização	27
2.2.5	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	27
2.2.6	Confecção de filmes	28
2.2.7	Ensaio mecânico de tração dos filmes	28
3	RESULTADOS E DISCUSSÃO	28
3.1	Caracterização morfológica das fibras	28
3.2	Consumo energético	29
3.3	Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)	30
3.4	Turbidez	31
3.5	Viscosidade e Grau de Polimerização	32

3.6	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	33
3.7	Teste mecânico	35
4	CONCLUSÃO.....	35
	REFERÊNCIAS	37

APRESENTAÇÃO DO TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO (TCC)

O presente Trabalho de Conclusão de Curso (TCC) foi estruturado em duas partes. Na primeira, é apresentado o embasamento teórico do trabalho contendo a *introdução*, com as justificativas para realização da presente pesquisa; *objetivos*, subdividido em objetivo geral e específicos; *referencial teórico*, visando o embasamento científico da pesquisa e o entendimento do leitor do trabalho; as respectivas *referências* bibliográficas utilizadas.

A segunda parte apresenta o artigo científico resultante desta pesquisa, contendo: *introdução*; *metodologia* utilizada; os *resultados e discussões* obtidos; as *conclusões*; *referências* utilizadas.

PRIMEIRA PARTE: PROJETO

1 INTRODUÇÃO

O bambu é uma planta rizomatosa, pertence família das gramíneas (Poaceae ou Gramíneae) e subfamília Bambusoideae, sendo dividida em duas tribos: a Bambuseae (denominadas lenhosas ou bambus arbóreos) e a Olyrae (denominadas herbáceas) (MCCLURE, 1966). É vegetal renovável, de baixo custo e com características físicas e mecânicas, que podem contribuir para a melhoria nas condições de habitabilidade das moradias (SÁNCHEZ CRUZ, 2002).

Segundo Kries *et al.* (2001), o bambu apresenta um crescimento 30% mais rápido do que as demais espécies vegetais e, na relação de peso/hectare/ano, a sua produção é 25 vezes maior do que a da madeira. Em sua composição química, este apresenta de forma majoritária a celulose (45-55%), como segundo componente com maior porcentagem hemiceluloses (25-35%), como terceiro componente presente a lignina (20-30%) e de forma minoritária extrativos (0-5%) (PENG; SHE, 2014). O que diferencia o bambu de outras espécies está relacionado com sua velocidade de crescimento de seus colmos, que diferentemente das madeiras, crescem somente em altura (sentido longitudinal), devido não apresentarem elementos anatômicos arranjados na direção radial e nem tangencial e por isso, podem ter seu primeiro corte efetuado entre três e cinco anos após o plantio (AKIRA *et al.*, 2007; LIESE; KOHL, 2015).

É um recurso sustentável, biodegradável, abundantemente disponível e amplamente utilizado na produção de compósitos, devido ao seu crescimento rápido, boa flexibilidade e curto período de produção (ZHANG, 2013). Como vantagens, está sua alta relação resistência-peso, excelente flexibilidade, bela textura, sequestro de carbono e biodegradabilidade (CHEN

et al., 2018; CHEN *et al.*, 2019; FANG *et al.*, 2018). Devido suas inúmeras vantagens o bambu tem inúmeras aplicações desde processos de construção civil, arquitetura e design como no uso de suas fibras para fins de construção e vem se destacando na indústria de celulose e papel (VIEIRA *et al.*, 2016; LIU *et al.*, 2012).

Assim a partir de materiais de polpa de bambu se tem a fibra, onde é considerada uma fibra de celulose regenerada, em que sua produção passa primeiramente pelo procedimento, de refino do bambu por meio de um da hidrólise-alcalinização e branqueamento multifásico. E logo após se processa a polpa de bambu em fibra de bambu, que por meio de um teste a repetição deste processo, provou que tem uma grande durabilidade, estabilidade e tenacidade. E o grau de finura e alvura da fibra de bambu é semelhante ao clássico viscoso (PRAKASH, 2020).

Existem várias motivações para utilização dessas fibras como reforço em compósitos, devido a diminuição dos custos de matérias-primas que contribuem para a redução dos impactos ambientais, pois como elas são renováveis e precisam de menor quantidade de energia em sua produção, isto colabora para menos danos no meio ambiente desenvolvimento sustentável (VIEIRA *et al.*, 2016). Podendo ser aplicadas em inserção de matrizes cimentícias, por causa de suas propriedades mecânicas moderadas, como tensão máxima na ruptura e módulo de elasticidade, sua baixa densidade, o que pode ser utilizado como possível substituto para outros materiais, como o aço, polipropileno, vidro, *nylon* e outros polímeros (MAZZOLI, MONOSI, PLESCIA, 2015; EHRENBRING, TUTIKIAN, 2016).

Uma aplicação dessa fibra pode ser feita por meio de sua desconstrução, formando micro/nanofibrilas, que se usa como filme para embalagens flexíveis feitas com hemicelulose. Onde este apresenta excelentes propriedades de barreira ao oxigênio, tornando-se um candidato potencial para aplicações em produtos alimentícios. Até agora, um número significativo de hemiceluloses nativas e modificadas foi desenvolvido para uso sozinho ou em mistura com outros polímeros (amido, quitosana, lignina, alginatos e plastificantes, por exemplo) para ter flexibilidade melhorada (PENG; SHE, 2014).

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Avaliar como propriedades físico-químicas de micro/nanofibrilas de bambu oriundas da polpa de bambu, foram influenciadas pelo pré-tratamento químico e pela nanofibrilação mecânica.

2.2 Objetivos específicos

- Avaliar os efeitos dos pré-tratamentos e branqueamento influenciou nas propriedades das micro/nanofibrilas de celulose.
- Elucidar o consumo energético para obtenção das micro/nanofibrilas de celulose.
- Avaliar as características físicas e químicas das fibras de bambu após os pré-tratamentos químicos.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 Bambu e suas aplicações

O bambu pertence à família *Poaceae* (como milho, trigo, centeio, aveia, cana-de-açúcar, cevada e arroz) sendo que 1250 espécies em 75 gêneros desta família estão espalhadas pelo mundo (CHOUDHURY, SAHU, SHARMA, 2012). Apresentando uma maior ocorrência em nas zonas de clima quente e com chuvas abundantes, como em regiões tropicais e subtropicais da Ásia, África e América do Sul (MANHÃES, 2008; PEREIRA, BERALDO, 2016), a maior diversidade desta família se encontra no Brasil, com 34 gêneros e 232 espécies nativas de bambu, apresentado diversidade de tipos de bambu, de tamanhos (PEREIRA; BERALDO, 2016).

A espécie *Bambusa vulgaris* tem sua origem um pouco incerta, suspeita-se que ela seja nativa do chamado velho mundo, de origem tanto no sul da China como na Ilha de Madagascar. No Brasil foi introduzida pelos colonizadores portugueses. Sendo uma touceira de grande porte, com altura até 25 m, o diâmetro dos colmos na base pode atingir 12 cm, com coloração verde escuro. Seu desenvolvimento é melhor a pleno sol com tolerância de temperaturas de até -3°C (TOMBOLATO, GRECO, MOISÉS, 2012).

Sobre a produção de Bambu, a China apresenta a maior abundância de bambu do mundo, que compreende mais de 800 espécies (VORONTSOVA *et al.*, 2016). Porém no processamento

deste material, são produzidas 50 milhões toneladas de resíduos a cada ano, que são produzidas principalmente com as superfícies de camada externa e interna de bambu, e utilização dos produtos na maioria se destina o setor de engenharia (TAN *et al.*, 2019).

O Brasil contém uma das maiores reservas nativas de bambu no mundo (180.000 km²), que se localiza no sudoeste da Amazônia (DANTAS, MILITO, LUSTOSA, 2005), representando 89% de todos os gêneros de bambu e 65% de todas as espécies conhecidas na América, onde se inclui *Dendrocalamus asper*, *Bambusa tuldoides* e *Bambusa vulgaris* (JUDZIEWICZ *et al.*, 1999; PEREIRA, BERALDO, 2016). Apesar das áreas florestais totais em muitos países terem diminuído drasticamente, a área de floresta de bambu tem aumentado progressivamente a uma taxa de 3% ao ano (ZHOU *et al.*, 2012).

Este material é amplamente utilizado para produzir compósitos como por exemplo: madeira compensada de bambu, madeira laminada de bambu, *scrimber* de bambu e composto de polímero reforçado com fibra de bambu, e seus produtos correspondentes são amplamente aplicados em móveis, pisos, edifícios e engenharia civil (ZHENHUA, 2007; YU, HUANG, YU, 2014). Segundo Liu *et al.* (2012) outro uso da fibra de bambu para aplicações industriais ocorre em processos têxteis, indústria de papel. Além dos estudos deste material de maneira alternativa na construção civil, devido a sua grande resistência à tração, facilidade no plantio e rapidez de crescimento.

Por meio de tecnologia em produtos e processos, a fibra de bambu apresenta vantagens, mas, ainda tem vários problemas que dificultam sua ampla utilização. Como desvantagens apresenta: literatura com um nível escasso e insuficiente sobre propriedades física e química da fibra de bambu; o método de extração atual de fibra de bambu não se adequa para produção comercial, e não pode atender aos requisitos para uma fibra têxtil ou tecido (LIU *et al.*, 2012).

A aplicação de fibras de bambu em embalagens de papel, ocorre devido estas serem longas e estreitas, o que permite maiores superfícies de contato para interações entre as fibras, e isto colabora por um melhor desempenho físico mecânico, quando comparada com fibras de eucalipto, além de apresentar semelhança com os traqueídeos de Pinus (geralmente chamados de fibras longas na indústria) (BORGES, COLODETTE, GOMES, 2018). Devido ao alto percentual de lignina (32%) e seu ângulo microfibrilar ser relativamente pequeno (2 –10), sua resistência à tração apresenta valores elevados juntamente com sua resistência à flexão (LIU *et al.*, 2012).

3.2 Celulose, Hemicelulose e Lignina.

Segundo a ABIT (2018), no Brasil em 2017 o consumo de fibras foi 1 milhão e 486 mil toneladas, já em 2018 ocorreu um aumento no número para 1 milhão e 531 mil toneladas. Onde no ano de 2018, do valor total, 50,5% correspondiam a fibras sintéticas, 1,37% a fibras artificiais e 48,12% a fibras naturais. As fibras naturais são aquelas encontradas na natureza e usadas *in natura* ou mesmo após certo grau de beneficiamento, podendo ser de origem mineral, vegetal ou animal. (MORASSI, 1994).

As fibras vegetais têm em sua composição cinco componentes básicos: celulose, hemicelulose, pectina, lignina e extrativos (gorduras, proteínas e sais inorgânicos) (CLEMONS, CAULFIELD, 2006; FOWLER, HUGHES, ELIAS, 2006). No caso do bambu este apresenta como composição química; (0-5%) extrativos, (45-55%) celulose, (25-35%) hemiceluloses e (20-30%), lignina (PENG; SHE, 2014), e hemicelulose e alfa celulose (70-90%) (SULAIMAN *et al.*, 2016).

A celulose é a matéria-prima de origem biológica mais abundante no planeta. Com bilhões de toneladas produzidas a partir de várias fábricas anualmente. É uma matéria prima renovável, biodegradável, barata, termicamente estável e leve (BALASHOV, PRESTON, 1955; PRESTON, 1988). Além de ser um polímero natural de glicose, é um material orgânico que representa 20 % a 40 % do peso seco da parede celular dos vegetais (PELLISSARI, SOBRAL, MENEGALLI, 2014; LI *et al.*, 2010)

Como suas fibras são formadas por microfibrilas altamente cristalinas, que são chamadas de nanofibrilas de celulose (CNF), que têm propriedades e tamanhos únicos (BALASHOV, PRESTON, 1955; PRESTON, 1988). É constituída por macromolécula não ramificada que compõem uma a cadeia de comprimento variável de 1–4 unidades β -d-anidroglicopirranose ligadas (AKIL *et al.*, 2011; THAKUR & SINGHA, 2013). Recentemente, este material tem recebido grande atenção devido ao seu amplo impacto em muitas áreas, como produtos farmacêuticos, revestimentos, alimentos, têxteis, laminados, sensores, atuadores, eletrônicos flexíveis e visores flexíveis (SYVERUD *et al.*, 2011; SADASIVUNI *et al.*, 2015).

A hemicelulose está associada à celulose da parede celular, nos espaços intramoleculares das microfibrilas de celulose, atuam como uma massa devido à sua forma de se conectar com os demais componentes estruturais. As hemiceluloses podem ser tanto polímeros lineares como ramificados, constituída de polissacarídeos amorfos com grau de polimerização inferior ao da celulose (GIGER-REVERDIN, 1995). Seu principal componente é a xilose, representando até 25 % de sua composição. É geralmente utilizada como agentes

gelificantes, modificadores de viscosidade de aglutinantes de comprimido etc. (AKIL *et al.*, 2011; BOGOEVA-GACEVA *et al.*, 2007; EICHHORN *et al.*, 2010; GEORGE *et al.*, 2001).

A lignina tem sua distribuição por toda parede celular, mas, por causa da diferença no volume da lamela média com a parede celular secundária, cerca de 70% da lignina se concentra na parede celular (ROWELL *et al.*, 2005). É amorfa, altamente complexa, principalmente devido seus polímeros aromáticos de unidades de fenilpropano, que são considerados uma substância incrustante. É um polímero tridimensional composto de ligações C – O – C e C – C extremamente resistente à degradação química, fornece rigidez à parede celular, suporte estrutural e resistência física aos tecidos vegetais (ALDER, 1977; GRENET, BESLE, 1991; JUNG, 1997; 2012).

3.3 Pré-tratamentos e obtenção de micro/nanofibrilas de celulose

A partir de materiais lignocelulósicos, se obtém nanocelulose começando pelo processo de polpação, que tem como finalidade individualizar as fibras dos materiais lignocelulósicos. Sendo que a polpação pode ocorrer a partir de diferentes processos, o mais utilizado no mundo é o processo Kraft, que combina Hidróxido de Sódio e Sulfeto de Sódio para solubilizar a lamela média e individualizar as fibras (D'ALMEIDA *et al.*, 2013; LENGOWSKI *et al.*, 2019).

Outro tipo de polpação feita de forma anterior ao branqueamento, é o tratamento alcalino devido seu custo ser baixo, onde se utiliza a técnica de imersão das fibras naturais em solução concentrada de hidróxido de sódio (NaOH), como função reagir com o grupo hidroxila das fibras naturais, para remoção dos materiais de cimentação, incluindo hemiceluloses, lignina, ceras e óleos, que circundam a superfície da fibra levando a um aumento na rugosidade da superfície e interação de ligação fibra-matriz (HASSAN *et al.*, 2020). Além disso pré-tratamentos de fibras celulósicas em soluções alcalinas, com (NaOH), pode ajudar a facilitar o processo de fibrilação mecânica, conforme descrito para pré-tratamentos com NaOH em diferentes concentrações para produção de micro/nanofibrilas de fibra longa (PARK *et al.*, 2017).

Após o processo de polpação o material passa pelo processo de branqueamento, podendo ser um processo químico ou uma sequência de processos químicos, que tem como objetivo melhorar a alvura e a limpeza da polpa celulósica por meio da remoção e/ou modificação de grupos cromóforos e leucocromóforos, que são produzidos pelas reações químicas do processo de polpação a partir da lignina e de outros componentes da madeira ou pode ser utilizado na coloração marrom (HART; RUDIE, 2012).

Para obtenção da nanocelulose é necessário o cisalhamento da fibra de celulose em estruturas nanométricas, ou seja, nanofibrilação. Neste processo se utiliza equipamentos de moagem estática, onde a pasta de celulose passa entre essas duas pedras. Com mecanismo de fibrilação no moedor, ocorre a quebra da ligação de hidrogênio e da estrutura da parede celular por meio de forças de cisalhamento e individualização da polpa para fibras em nanoescala (SIRÓ; PLACKETT, 2010).

3.4 Micro/nanofibrilas de celulose

A nanofibrilas de celulose (NFC) é uma das mais promissoras celuloses nanométricas, obtidas de plantas anuais, esta tem ganhado mais atenção nas últimas décadas devido à sua biodegradabilidade, baixa densidade, custo relativamente baixo, propriedades mecânicas superiores, e renovabilidade (KALIA *et al.* 2014; SIRÓ, PLACKETT, 2010; YE *et al.* 2017).

Assim o termo "nanocelulose" se refere a materiais celulósicos com pelo menos uma de suas dimensões em escala nanométrica. Sendo que existem duas estruturas principais, micro/nanofibrilas de celulose (NFC) e celulose nanocristalina (CNN). A diferença está relacionada à sua estrutura. Assim NCC pode ser considerado como as regiões cristalinas das NFC (WANG, SAIN, OKSMAN, 2007).

As micro/nanofibrilas de celulose são unidades fibrilares resultantes de cadeias de celulose enfileiradas de macromoléculas de celulose. Apresentar capacidade de formar redes emaranhadas e como componentes de celulose contém partes amorfos e cristalinos (MORAN-MIRABAL; CRANSTON, 2015). Já os nanocristais de celulose se apresentam como estrutura cristalina perfeita e com módulo de Young elevado se comparado ao módulo teórico da celulose nativa (EICHHORN *et al.*, 2010).

Entre as diversas formas de obtenção de micro/nanofibrilas de celulose, destacam se o homogeneizador de alta pressão (STELTE; SANADI, 2009), o microfluidizador (SIQUEIRA, BRAS, DUFRESNE, 2009), o fibrilador ou *grinder* (GUIMARÃES JR. *et al.*, 2015) e o moinho de bolas (TERAMOTO *et al.*, 2008).

Para se obter a melhoria do rendimento e qualidade das nanofibrilas, existem vários processos com tratamento alcalino, mercerização, polpação, oxidação e branqueamento utilizados para esta finalidade (PHONG *et al.*, 2013; GUIMARÃES JR. *et al.*, 2015). No caso do tratamento alcalino este tem função quebrar as ligações de lignina e remover uma parte da hemicelulose utilizando o hidróxido de sódio (NaOH). Já o branqueamento este tem função de oxidar a lignina e retirar o restante das hemiceluloses onde se utiliza o peróxido de hidrogênio (H₂O₂) juntamente com NaOH.

Assim, a fabricação de uma celulose de fibra longa, com NFC é um desafio pois este processo pode modificar propriedades mecânicas das NFC (HOEGGER; ROJAS, 2011). Geralmente, o alinhamento das micro/nanofibrilas pode melhorar as propriedades mecânicas. Muitas tentativas já foram relatadas para alinhar CNF, como campo magnético, campo elétrico, força de cisalhamento e alongamento mecânico (PULLAWAN, WILKINSON, EICHHORN, 2012; YOSHIHARU *et al.*, 1997).

Anatomicamente, o bambu apresenta diferença quando é comparado a madeira, pois apresenta valores expressivos de fração parede e espessura da parede celular (GUIMARAES Jr. *et al.*, 2010), com oito ou mais camadas na formação de sua parede secundária, além de apresentar 40% de fibras em sua estrutura vegetal (LIESE, 1985).

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A partir desta revisão bibliográfica é possível verificar como a aplicação de micro/nanofibrilas de celulose vem se destacando por meio de vários estudos, devido a celulose ser um material renovável, biodegradável e abundante, e isto justifica a aplicação deste material como revestimento de embalagem, pois consegue substituir o plástico que é uma material de origem não renovável.

No caso da utilização do bambu como matéria prima para obtenção de micro/nanofibrila de celulose, se torna viável devido este material, apresenta crescimento rápido e além disso suas fibras apresentam uma resistência à tração elevada quando este é comparado a outras fibras longas. No entanto processo de obtenção de micro/nanofibrilas de celulose se tem a necessidade de diminuir o consumo energético logo quando se faz pré-tratamentos no material este apresenta melhorias que facilita o processo de fibrilação.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA TÊXTIL E DE CONFECÇÃO-ABIT. Brasil: Consumo Industrial De Fibras E Filamentos - 1970 A 2018. Disponível em: <<https://www.abit.org.br/>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

AKIL, H. M.; OMAR, M. F.; MAZUKI, A. A. M.; SAFIEE, S.; ISHAK, M. A. S.; ABU BAKAR, A. Kenaf fiber reinforced composites: A review. **Materials & Design**, v.32, n. 8-9, set. 2011. 4107- 4121p. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/230877627_Kenaf_fiber_reinforced_composites_A_review>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

AKIRA, A.; SAKUMA, A. C.; DAMBISKI, L.; MORETTI, T. V. **Dossiê técnico - bambu**. Paraná: Serviço Brasileiro de Respostas Técnicas, Instituto de Tecnologia do Paraná – TECPAR, 2007. 21 p. Disponível em: <<http://www.sbirt.ibict.br/dossie-tecnico?dossie=MTYw>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

ALDER, E. Lignin chemistry: Past, present and future. **Wood Science and Technology**, v. 11, n. 3, set. 1977. 169–218p.

BALASHOV, V.; PRESTON, R. D. Fine Structure of Cellulose and other Microfibrillar Substances. **Nature**, v. 176, n. 4471, jul. 1955. 64–65p.

BOGOEVA-GACEVA, G.; AVELLA, M.; MALINCONICO, M.; BUZAROVSKA, A.; GROZDANOV, A.; GENTILE, G.; ERRICO, M. E. Natural fiber eco-composites. **Polymer Composites**, v. 28, n. 1, fev. 2007. 98–107p. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/227790632_Natural_Fiber_Eco-Composites>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

BORGES, F. P.; COLODETTE, J. L.; GOMES, F. J. B. Utilização do Bambu como matéria prima na obtenção de polpa celulósica voltada à fabricação de papel de embalagem sackraft. **The Journal of Engineering and Exact Sciences**, v. 4, n. 4. 2018. Disponível em: <<https://periodicos.ufv.br/jcec/article/view/2545>>. Acesso em: 07 abr. De 2021.

CHEN, L. S.; FEI, B. H.; MA, X. X.; LU, J. P.; FANG, C. H. Effects of hygrothermal environment in cooling towers on the chemical composition of bamboo grid packing. **Forests**, v. 10, mar. 2019. 274–284p. Disponível em: <<https://www.mdpi.com/journal/forests>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

CHEN, L. S.; FEI, B. H.; MA, X. X.; LU, J. P.; FANG, C. H. Investigation of bamboo grid packing properties used in cooling tower. **Forests**, v. 9, dec. 2018. 762 p. Disponível em: <<https://www.mdpi.com/journal/forests>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

CHOUDHURY, D.; SAHU, J.; SHARMA, G D. Value addition to bamboo shoots: a review. **Journal of Food Science and Technology**, v. 49, jul/ago. 2012. 407-414 p.

CLEMONS, C. M.; CAULFIELD, D. F. Natural fibers. **Functional Fillers for Plastics**, 2 ed., Weinheim: Wiley-VCH, 2005. 195-206p.

D’ALMEIDA, M. L. O.; KOGA, M. E. T.; FERREIRA, D. C.; PIGOZZO, R. J. B.; TOUCINI, R.; REIS, H. M.; VIANA. E. D. **Celulose**. São Paulo: Editora SENAI-SP, 2013.

DANTAS, A. B.; MILITO, C. M.; LUSTOSA, M. C. J. **O uso do bambu na construção do desenvolvimento sustentável**. Maceió: Instituto do Bambu, 2005. 84p.

EHRENBRING, H. Z.; TUTIKIAN, B. F. **Concretos Reforçados Com Fibras Naturais E Fibras Recicladas**. 2016. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/319015869_CONCRETE_REINFORCED_WITH_NATURAL_AND_RECYCLED_FIBERS>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

EICHHORN, S.J.; DUFRESNE, A.; ARANGUREN, M.; MARCOVICH, N.E.; CAPADONA, J.R.; ROWAN, S.J.; WEDER, C.; THIELEMANS, W.; ROMAN, M.; RENNECKAR, S.; GINDL, W.; VEIGEL, S.; KECKES, J.; YANO, H.; ABE, K.; NOGI, M.; NAKAGAITO, A.N.; MANGALAM, A.; SIMONSEN, J.; BENIGHT, A.S.; BISMARCK, A.; BERGLUND, L.A.; PEIJS, T. Review: current international research into cellulose nanofibers and nanocomposites. **Journal of Materials Science**, v. 45, jan. 2010. 1-33p.

FANG, C. H.; JIANG, Z. H.; SUN, Z. J.; LIU, H. R.; ZHANG, X. B.; ZHANG, R.; FEI, B. H. An overview on bamboo culm flattening. *Construction and Building Materials*, v. 171, maio. 2018. 65–74p

FOWLER, P. A.; HUGHES, J. M.; ELIAS, R. M. Biocomposites: technology, environmental credentials and market forces. **Science of Food and Agriculture**, v. 86, set. 2006. 1781-1789p.

GEORGE, J.; SREEKALA, M. S.; THOMAS, S. A review on interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites. **Polymer Engineering and Science**, v. 41, n. 9, set. 2001. 1471–1485p.

GIGER-REVERDIN, S. Review of the main methods of cell wall estimation: interest and limits for ruminants. **Animal Feed Science Technology**, vol. 55, n. 3-4, out. 1995. 295 – 334p.

GRENET, E.; BESLE, J. M. Microbes and fiber degradation. *In: JOUANY, J. P. (Ed.). Rumen microbial metabolism and ruminant digestion*. Paris: INRA, 1991. 107-129p.

GUIMARAES JR., M.; BOTARO, V. R.; NOVACK, K. M.; FLAUZINO NETO, W. P.; MENDES, L.; TONOLI, G. H. D. Preparation of cellulose nanofibrils from bamboo pulp by mechanical defibrillation for their applications in biodegradable composites. **Journal of Nanoscience and Nanotechnology**, v.15, n. 9, jan. 2015. 6751-6768p.

GUIMARAES JR, M.; NOVACK, K. M.; BOTARO, V. R. Caracterização anatômica da fibra de bambu (*Bambusa vulgaris*) visando sua utilização em compósitos poliméricos. **Revista Iberoamericana de Polímeros**, v. 11, n. 7, dez. 2010. 442-456p.

HART, P. W.; RUDIE, A. W. **The bleaching of pulp**. 5. ed. Atlanta: TAPPI Press, 2012.

HASSAN, M. Z.; ROSLAN, S. A.; SAPUAN S. M; RASID, Z. A.; NOR, A. F. M.; DAUD, M. Y. M.; DOLAH, R.; YUSOFF, M. Z. M. Mercerization Optimization of Bamboo (*Bambusa vulgaris*) Fiber-Reinforced Epoxy Composite Structures Using a Box–Behnken Design. **Polymers**, v.12, n. 6, jun. 2020. 1367p. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/342288645_Mercerization_Optimization_of_Bam>

boo_Bambusa_vulgaris_Fiber-Reinforced_Epoxy_Composite_Structures_Using_a_Box-Behnken_Design>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

HOEGER, I.; ROJAS, O. J.; EFIMENKO, K.; VELEV, O. D.; KELLEY, S. S. Ultrathin Film Coatings of Aligned Cellulose Nanocrystals from a Convective-Shear Assembly System and Their Surface Mechanical Properties. **Soft Matter**, v. 7, n. 5. 2011. 1957–1967p.

JUDZIEWICZ, E. J.; CLARK, L. G.; LONDOÑO, X.; STERN, M. J. **American Bamboos**. 1 ed., Washington/DC: Smithsonian Books, 1999. 392p.

JUNG, H. J. G. Forage Digestibility: The Intersection of Cell Wall Lignification and Plant Tissue Anatomy. 2012. *In: Proceedings of the 23rd annual Florida ruminant nutrition symposium*, USA, 2012, p. 162 - 173. Disponível em: <<https://deqefw538d79t.cloudfront.net/api/file/4OaoyqGWRZWmdI9GPYWP?cache=true>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

JUNG, H. J. G. Analysis of Forage Fiber and Cell Walls in Ruminant Nutrition. **JN: The Journal of Nutrition**, vol. 127, n. 5, maio. 1997. 810 – 813p. Disponível em: <<https://academic.oup.com/jn/article/127/5/810S/4724069>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

KALIA, S.; BOUFI, S.; CELLI, A.; KANGO, S. Nanofibrillated cellulose: Surface modification and potential applications. **Colloid and Polymer Science**, v. 292, n. 1, jan. 2014. 5-31p.

KRIES, M.; DETHIER, J.; STEFFENS, K.; VÉLEZ, S. **Grow your own house: Simón Vélez und die bambusarchitektur = Simón Vélez and bamboo architecture**. Weil am Rhein; Vitra Design Museum; Chatelaine-Genève; Fondation ZERI; Lessac; C.I.R.E.C.A, 2001. 255p.

LENGOWSKI, E. C.; BONFATTI Jr, E. A.; KUMODE, M. M. N.; CARNEIRO, M. E.; SATYANARAYAN, K. G. Nanocellulose-reinforced adhesives for wood-based panels. *In: INAMUDDIN, I.; THOMAS, S.; MISHRA, R. K.; ASIRI, A. M. (Ed.). Sustainable Polymer Composites and Nanocomposites*. Chan: Springer, 2019. 1001-1025p.

LI, K.; FU, S.; ZHAN, H.; ZHAN, Y.; LUCIA, L. A. Analysis of the chemical composition and morphological structure of banana pseudo-stem. **BioResources**, v.5. 2010. 576-585p. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/41847123_Analysis_of_the_chemical_composition_and_morphological_structure_of_banana_pseudo-stem>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

LIESE, W. **Bamboos: Biology, silvics, properties, utilization**. Germany: GTZ, 1985, 132p.

LIESE, W.; KOHL, M. (editors). **Bamboo: The Plant and its Uses**. 1º ed. Alemanha: Springer International Publishing, 2015. 356p. Disponível em: <<https://www.pdfdrive.com/bamboo-the-plant-and-its-uses-e186442250.html>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

LIU, D.; SONG, J.; ANDERSON, D. P.; CHANG, P. R.; HUA, Y. Bamboo fiber and its reinforced composites: structure and properties. **Cellulose**, v. 19, 5 ed, fev./dez. 2012. 1449–1480p. Disponível em: <<https://link.springer.com/journal/10570/volumes-and-issues/19-5>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

MANHÃES, A. P. **Caracterização da cadeia produtiva do bambu no Brasil**: abordagem preliminar. 2008. Monografia (Graduação em Engenharia Florestal) – Departamento de Silvicultura, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro - UFRRJ, Seropédica, 2008. Disponível em: <<http://www.if.ufrj.br/inst/monografia/2007II/Adriana%20Pellegrini%20Manhaes.pdf>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

MAZZOLI, A.; MONOSI, S.; PLESCIA, E. S. Evaluation of the early-age-shrinkage of fiber reinforced concrete (FRC) using image analysis methods. **Construction and Building Materials**, v. 101, part. 1, dez. 2015. 596-601 p. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0950061815305110>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

MCCLURE, F. A. **The bamboos: a fresh perspective**. Cambridge, Massachusetts: Harvard University Press, 1966. Disponível em: <<https://www.hup.harvard.edu/catalog.php?isbn=9780674428713>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

MORAN-MIRABAL, J. M.; CRANSTON, E. D. *IB IN DEPTH* – Cellulose Nanotechnology: fundamentals and Applications. **Industrial Biotechnology**, v. 11, n. 1, fev. 2015. Disponível em: <<https://www.liebertpub.com/doi/abs/10.1089/ind.2015.1501>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

MORASSI, O. J. Fibras Naturais: Aspectos gerais e aplicação na indústria automobilística. *In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência de Materiais-CBCIMAT*, v. 12, São Paulo: Mercedes Benz do Brazil, 1994. 1259-1262p.

PARK, C. W.; HAN, S. Y.; CHOI, S. K.; LEE, S. H. Preparation and properties of holocellulose nanofibrils with diferente hemicellulose content. **BioResources**, v. 12, n. 3. 2017. 6298–6308p. Disponível em: <<https://bioresources.cnr.ncsu.edu/resources/preparation-and-properties-of-holocellulose-nanofibrils-with-different-hemicellulose-content/>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

PRAKASH, C. Bamboo fibre. *In: KOZLOWSKI, R.; MACKIEWICZ-TALARCZYK, M. Handbook of Natural Fibres*. Woodhead Publishing, 2 ed, 2020. 219-229 p.

PELLISSARI, F. M.; SOBRAL, P. J. do A.; MENEGALLI, F. C. Isolation and characterization of cellulose nanofibers from banana peels. **Cellulose**, v. 21, fev. 2014. 417-432p.

PEREIRA, M. A. dos R.; BERALDO, A. L. **Bambu de corpo e alma**. 2. ed. Bauru: Canal 6, 2016. v. 1. 348p.

PENG, P.; SHE, D. Isolation, structural characterization, and potential applications of hemicelluloses from bamboo: a review. **Carbohydrate Polymers**, v. 112, p. 701-720, 2014. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861714006444>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

PHONG, N. T.; GABR, M. H.; OKUBO, K.; CHUONG, B.; FUJII, T. Enhancement of mechanical properties of carbon fabric/epoxy composites using micro/nano-sized bamboo fibrils. **Material and Design**, v. 47, maio. 2013. 624-632p.

PRESTON, R. D. Cellulose-microfibril-orienting mechanisms in plant cells walls. **Planta: An International Journal of Plant Biology**, v. 174, abr. 1988. 67-74p.

PULLAWAN, T.; WILKINSON, A. N.; EICHHORN, S. J. Influence of Magnetic Field Alignment of Cellulose Whiskers on the Mechanics of All-Cellulose Nanocomposites. **Biomacromolecules**, v.13, n. 8, jun. 2012. 2528–2536p.

ROWELL, R. M.; PETTERSEN, R.; HAN, J. S.; ROWELL, J. S.; TSHABALALA, M. A. Cell Wall Chemistry. *In*: ROWELL, R. M. (editor). **Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites**. Boca Roton/Flórida: CRC Press, 2005. 35-74. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/266046512_3_Cell_Wall_Chemistry>. Acesso em: 10 abr. de 2021.

SADASIVUNI, K. K.; KAFY, A.; ZHAI, L.; KO, H. U.; MUN, S.; KIM, J. Transparent and Flexible Cellulose Nanocrystal/Reduced Graphene Oxide Film for Proximity Sensing. **Small**, v. 11, n. 8, fev. 2015. 994–1002p.

SÁNCHEZ CRUZ, M. L. **Caracterização física e mecânica de colmos inteiros do bambu da espécie *Phyllostachys aurea*: comportamento à flambagem**. 2002. Dissertação (Mestrado) – Departamento de Engenharia Civil, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro - PUC, 2002. Disponível em: <<https://www.maxwell.vrac.puc-rio.br/colecao.php?strSecao=resultado&nrSeq=3846@1>>. Acesso em: 07 de abr. de 2021.

SIQUEIRA, G.; BRAS, J.; DUFRESNE, A. Cellulose Whiskers versus microfibrils: influence of the natural of the nanoparticle and its surface functionalization on the thermal and mechanical. **Biomacromoléculas**, v. 10, n. 2, fev. 2009. 425-432.

SIRÓ, I.; PLACKETT, D. Microfibrillated cellulose and new nanocomposite materials: a review. **Cellulose**, v. 17, n. 3, jun. 2010. 459–494p.

STELTE, W.; SANADI, A. R. Preparation and characterization of cellulose nanofibers from two commercial hardwood and softwood pulps. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 48, n. 24, out. 2009. 11211-11219p.

SULAIMAN, M. S.; RAMLE, S. F. M.; BOON, J. G.; HASHIM, R.; SULAIMAN, O.; IBRAHIM, N. I.; ZAUDIN, N. A. C. *Bambusa vulgaris*: chemical composition and cell wall structure. **European International Journal of Science and Technology**, v.5, n. 9, dez. 2016. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/313765750_BAMBUSA_VULGARIS_CHEMICAL_COMPOSITION_AND_CELL_WALL_STRUCTURE>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

SYVERUD, K.; KIRSEBOM, H.; HAJIZADEH, S.; CHINGA-CARRASCO, G. Cross-linking cellulose nanofibrils for potential elastic cryo-structured gels. **Nanoscale Research Letters**, v. 6, n. 1, dez. 2011. 626p. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/51862270_Cross-linking_cellulose_nanofibrils_for_potential_elastic_cryo-structured_gels>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

TAN, W.; HAO, X.; FAN, Q.; SUN, L.; XU, J.; WANG, Q.; OU, R. Bamboo particle reinforced polypropylene composites made from different fractions of bamboo culm: fiber characterization and analysis of composite properties. **Polym Composites**, v. 40, 12 ed. dez. 2019. 4619–28p. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/pc.25329>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

TERAMOTO, Y.; TANAKA, N.; LEE, S. H.; ENDO, T. Pretreatment of eucalyptus wood chips for enzymatic saccharification using combined sulfuric acid-free ethanol cooking and ball milling. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 99, n. 1, jan. 2008. 75-85p.

THAKUR, V. K.; SINGHA, A. S. (editores). **Biomass-based Biocomposites**. Akron (Ohio): Smithers Rapra, 2013. 386p.

TOMBOLATO, A. F. C.; GRECO, T. M.; PINTO, M. M. Dez espécies de bambus exóticos mais comuns no paisagismo no Brasil. **Revista Brasileira de Horticultura Ornamental**, v. 18, n. 2, 2012, p. 105-114. Disponível em: <<https://ornamentalthorticulture.emnuvens.com.br/rbho/article/view/687>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

VIEIRA, A. J. T.; MOURA, C. R.; HERPICH, M. R.; CAMPOS, N.; CAMPOS, G. D. L. Aplicação da fibra de bambu aos sistemas industrializados para desenvolvimento de placas de concreto. **Veredas: Revista Eletrônica de Ciências**. Ano 12, v.9, n. 1, Edição Especial VEREDAS SIMEP, 2016. Disponível em: <<http://veredas.favip.edu.br/ojs/index.php/veredas1/article/view/393>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

VORONTSOVA, M. S.; CLARK, L. G.; DRANSFIELD, J.; GOVAERTS, R.; BAKER, W. J. **World checklist of bamboos and rattans**. International Network for Bamboo & Rattan - INBAR; International Centre for Bamboo and Rattan – ICBR; Royal Botanic Gardens–Kew, 2016. 466p. Disponível em: <https://www.inbar.int/resources/inbar_publications/world-checklist-of-bamboos-and-rattans/>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

WANG, B.; SAIN, M.; OKSMAN, K. Study of structural morphology of hemp fiber from the micro to the nanoscale. **Applied Composite Materials**, v. 14, n. 2, jan. 2007. 89-103p.

YE, G.; LU, Y.; YIN, Y.; YANG, D.; SUN, J.; SHE, X.; XIA, Y. High frequency ultrasound preparation of TEMPO-oxidized ultrafine cellulose nanofibrils of angstrom-scale. **Acta Polymerica Sinica**, v. 4, abr. 2017. 683–691p. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/316189985_High_Frequency_Ultrasound_Preparation_of_TEMPO-oxidized_Ultrafine_Cellulose_Nanofibrils_of_Angstrom-scale>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

YOSHIHARU, N.; SHIGENORI, K.; MASAHISA, W.; TAKESHI, O. Cellulose Microcrystal Film of High Uniaxial Orientation. **Macromolecules**. v. 30, n. 20, out. 1997. 6395–6397p.

YU, Y.; HUANG, X.; YU, W. A novel process to improve yield and mechanical performance of bamboo fiber reinforced composite via mechanical treatments. **Composites Part B: Engineering**, v. 56, jan. 2014. 48–53p. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1359836813004150>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

ZHANG, Y. **Effect of Thermo-treatment on Properties of Bamboo-based fiber composites**. Chin: Acad Forestry, 2013. 1-120p.

ZHENHUA, J. Z. P. **Bamboo and Rattan in the World**. Beijing: China Forestry Publishing House, 2007. 360p.

ZHOU, J.; HASSAN, M. Z.; GUAN, Z.; CANTWELL, W. J. The low velocity impact response of foam-based sandwich panels. **Composites Science Technology**, v. 72, 14 ed., set. 2012. 1781–1790p. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0266353812002667>>. Acesso em: 07 abr. de 2021.

SEGUNDA PARTE: ARTIGO

OBTENÇÃO DE MICRO/NANOFIBRILAS DE CELULOSE PROVENIENTES DE BAMBU PARA APLICAÇÃO EM FILMES NANOESTRUTURADOS

Joyce Christina Da Silva^{a*}, Maressa Carvalho Mendonça^a, Matheus Cordazzo Dias^a, Maria Elisa Silva Alvarenga^a, Alan de Amorim dos Santos ^a, Saulo Ferreira Rocha^b, Luiz Eduardo Silva ^a, Gustavo Henrique Denzin Tonoli ^a

^a*Departamento de Ciências Florestais, Universidade Federal de Lavras, C.P. 3037, 37200-000, Lavras, MG, Brasil.*

^B *Departamento de engenharia, Universidade Federal de Lavras, C.P. 3037, 37200-000, Lavras, MG, Brasil*

**email: joycecchris0502@gmail.com*

Resumo: A utilização de filmes nanoestruturados provenientes de fibras vegetais se torna uma alternativa viável, uma vez que este tipo de material apresenta resultados elevados em testes mecânicos de tração e ruptura, justificando, portanto, seu uso desde de reforços até e compósitos a revestimento em embalagens. O objetivo deste trabalho foi obter nanofibrilas de celulose (NFC) de bambu, e assim confeccionar filmes nanoestruturados avaliando suas propriedades físicas químicas. Primeiramente foi realizada a polpação química das fibras *in natura*, seguido pelo branqueamento. Foi realizada a caracterização química e morfológica das fibras. A viscosidade intrínseca e o grau de polimerização das fibras celulósicas também foram avaliados. A obtenção das NFC foi realizada por meio de cisalhamento mecânico das fibras utilizando um desfibrilador mecânico. A caracterização das NFC foi realizada por meio de análise de turbidez e mecanicamente por meio de ensaio de resistência à tração. Para morfologia das fibras de bambu verificou-se um comprimento de 1502,2 µm e diâmetro de 24,6 µm. Para FTIR encontrou grupos funcionais de celulose, hemicelulose e lignina. No teste de turbidez foi encontrado material desfibrilado sem decantar 230 NTU. Em relação ao consumo energético, os valores foram de 20.000 kWh/ton. Para a viscosidade foi 7,94 (cP) e o grau de polimerização foi 1196,17. A partir da Morfologia eletrônica de varredura foi feita a contagem do diâmetro das nanofibrilas no IMAGJ, onde maior frequência diâmetro foi de 45nm a 75 nm, com uma média de 74,6 nm. Para o ensaio mecânico foram para MOR 68,74 MPa e MOE 3.300 MPa. Além disso, os pré-tratamentos ocasionaram uma melhoria nas propriedades físico-químicas deste material. Portanto a obtenção de nanofibrilas de celulose mostrou melhoria em suas propriedades físico-químicas devido aos pré-tratamentos químicos.

Palavras-chave: Revestimento. Embalagens. Cisalhamento mecânico.

1 INTRODUÇÃO

A produção global de plásticos atingiu aproximadamente 370 milhões de toneladas em 2019. Nos países da Europa, a produção de plásticos quase alcançou 58 milhões de toneladas (PLASTICSEUROPEU, 2020). Segundo a Associação Brasileira da Indústria de Plásticos - ABIPLAST, em 2019 foram consumidas 1,3 milhão de toneladas de resíduo plástico na reciclagem, representando um crescimento de 5,2% em comparação a 2018, sendo que 953 mil toneladas são de plástico pós-consumo e 370 mil toneladas de plástico industrial.

Devido ao crescimento na produção de plásticos e o aumento em seu consumo, existe uma preocupação na utilização de fontes renováveis para substituir este material. Assim a utilização de produtos mais sustentáveis e materiais feitos de recursos renováveis se torna uma opção, como por exemplo a utilização de fibras naturais para diferentes aplicações. A grande vantagem desta matéria-prima é que a celulose é um material abundante, renovável e biopolímero biodegradável existente na natureza (MATHEW, OKSMAN, SAIN, 2006). Com aproximadamente 1 trilhão de toneladas de biomassa disponível no mundo (EICHHORN *et al.* 2010; IOELOVICH, LEYKIN 2008), sendo a madeira principal fonte explorada para a produção de nanofibrila de celulose (CARRASCO, 2011; JOSSET *et al.*, 2014). Além desta ser o principal componente da madeira, quando combinada com a lignina e as hemiceluloses formam uma matéria-prima de alta resistência e durabilidade (VIANA, MUNIZ, MAGALHÃES, 2017).

Um exemplo de aplicação seria os compósitos de fibrocimento com polpa de celulose com aplicações na fabricação de telhas, onduladas e folhas planas, painéis de vedação (paredes) e outros materiais de construção, principalmente placas finas não estruturais (FONSECA *et al.*, 2019). Outra aplicação seria o processamento de fibras lignocelulósicas para produção de nanofibrilas de celulose, por meio de tratamentos mecânicos como: homogeneização, moagem, refino e “*cryocrushing*” (ABE, IWAMOTO, YANO, 2007).

A utilização do processo mecânico no moinho nanofibrilador ou “grinder vem sendo relatadas devido seu sucesso na obtenção de nanofibrilas de celulose proveniente de serragem de madeira ou polpa celulósica. Este método permite a obtenção de nanofibrilas com largura média em torno de 15 nm e comprimento variando de 2 a 10 micrômetros (IFUKU *et al.*, 2010; SEHAQUI *et al.*, 2011; WANG, LI, ZHANG, 2013; NECHYPORCHUK, PIGNON, BELGACEM, 2015; LAVORATTI, SCIENZA, ZATTERA, 2016). Porém a desintegração mecânica das fibras em micro/nanofibrilas de celulose envolve várias passagens pelo moinho de desintegração, que causa alto consumo de energia e este método possui rendimento ser

relativamente baixo. Outra questão é que a celulose tem sua natureza hidrofílica, que causa aglomeração irreversível durante a secagem e composição em matrizes apolares (ZHIJUN *et al.*, 2017).

Quando se remove a água das suspensões aquosas de nanofibrilas de celulose formam em filmes fortes e resistentes, isto ocorre devido a formação de uma rede de nanofibras por meio da ligação de hidrogênio interfibrilar (LIIMATAINEN *et al.*, 2013; WU *et al.*, 2012) Com este filme é possível realizar testes, com intuito de verificar a possibilidade de sua aplicação, como testes físicos, mecânicos e químicos. De acordo com GUIMARÃES JR., (2015) a utilização de filmes poliméricos de álcool polivinílico (PVA) e amido de mandioca modificado (AMM), reforçados com as micro/nanofibrilas de bambu, na forma de blendas resultou uma melhoria de 24% da resistência à tração e 51% no alongamento da ruptura.

Diante disso, o objetivo deste trabalho foi desenvolver nanofibrilas de celulose obtidas a partir das fibras de bambu, por meio de cisalhamento mecânico para futuras aplicações. Sendo analisadas por meio de testes as características físico-químicas deste material, para verificar se suas propriedades.

2 METODOLOGIA

2.1 Preparação do Material:

O Bambu utilizado na desfibrilação foi coletado no campus da Universidade Federal de Lavras, e foi identificado como *Bambusa vulgaris* com idade acima de três anos.

O material foi moído em dois moinhos, primeiramente moinho martelo, para diminuir as dimensões do material, e posteriormente no moinho de facas tipo Willey para facilitar o ataque químico. O material foi passado em peneiras de 40 e 60 mesh sendo o utilizado foi o que passou na malha de 40 e ficou retido na malha de 60, a fim de se homogeneizar o material.

2.1.2 Polpação Alcalina:

As partículas de bambu foram tratadas duas vezes em solução alcalina de hidróxido de sódio (NaOH) com concentração de 5% (m/v), em uma relação fibra/solução alcalina de 1:40. O tratamento foi realizado em banho-maria em uma temperatura de 80 °C sob 2 horas de reação sob agitação mecânica constante (700 rpm). Após cada tratamento, o material foi lavado em água corrente até atingir o pH 7, medido com auxílio de um pH metro.

2.1.3 Branqueamento de Fibras:

Esta etapa foi baseada no trabalho de Guimarães Jr. *et al.* (2015). O branqueamento das fibras de Bambu também foi realizado duas vezes. O licor de branqueamento foi composto por solução de NaOH 4% (m/v) e solução de peróxido de hidrogênio (H₂O₂) com concentração de 24% (v/v) na proporção de 1:1. A relação fibra/licor foi de 1:40. O branqueamento foi realizado em banho-maria em uma temperatura de 60 °C sob agitação mecânica constante (700 rpm) com tempo de reação de 3 horas. Após o branqueamento, foram adotados os mesmos procedimentos de lavagem realizados na polpação alcalina.

2.1.4 Caracterização morfológica das fibras

A caracterização morfológica das fibras foi realizada com auxílio de um microscópio óptico (Olympus BX 41) e a mensuração do comprimento e diâmetro médio das fibras será realizada com auxílio do *software* Image J.

2.1.5 Obtenção das micro/nanofibrilas de celulose

O processo de nanofibrilação mecânica das fibras de celulose foi baseado no trabalho de Tonoli *et al.* (2016), e foi realizado no Laboratório de Nanotecnologia Florestal pertencente ao Departamento de Ciências Florestais (DCF) da Universidade Federal de Lavras (UFLA).

Para a nanofibrilação, as fibras foram saturadas em água destilada por 72 h, causando a turgescência e a individualização delas em concentração de 1,5% (m/v). Utilizou-se o moinho SuperMassColloider (Masuko Sangyo MKCA6-2) a 1500 rpm com 5 passagens pelo equipamento.

2.1.6 Consumo Energético

A energia consumida durante o processo fibrilação foi determinada segundo Dias *et al.* (2019), considerando a corrente média gasta medida pelo amperímetro do fibrilador em cada passagem, a tensão do equipamento e o tempo de desfibrilação por tonelada de material fibrilado a 2% de concentração. O consumo de energia foi calculado baseado na Eq. 1:

$$EC = (P \times h)/m \quad \text{Equação 1}$$

Em que EC é o consumo de energia (kW.h/t); P é a potência (em kW, tensão x corrente elétrica); h é o tempo (em horas) gasto durante a fibrilação; m é a massa do material (em toneladas)

2.2 Caracterização Físico-química e mecânica

2.2.1 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

As amostras de bambu (*In natura*, não branqueadas e branqueadas) foram analisadas em espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier com refletância total atenuada (ATR-FTIR). Para tal, utilizou-se um espectrômetro FTIR Varian série 600-IR equipado com um GladiATR. A amostra foi digitalizada de 4000 a 400 cm^{-1} com 32 varreduras médias para cada espectro com uma resolução de 4 cm^{-1} .

2.2.2 Turbidez

Como proposto por Winter *et al.*, 2010, os materiais foram diluídos em concentrações de 0,1% (m/v) e dispostos em tubos de ensaio realizando a análise em um turbidímetro Plus Alfakit pelo método sem decantação, do material com 5 passagens no *grinder* e do material com nenhuma passagem no *grinder*. Cada análise foi realizada em triplicata.

2.2.3 Viscosidade

A viscosidade intrínseca $[\eta]$ da polpa de Bambu nas diferentes condições foi determinada pelo o método TAPPI (1999) (T230 om-99, 1999) utilizando um viscosímetro capilar Cannon-Fenske nº150.

2.2.4 Grau de polimerização

O grau de polimerização (DP) foi determinado segundo (ALEXANDER, GOLDSCHMID, & MITCHELL, 1957) sendo que para cada amostra foi estimado com base na viscosidade intrínseca. O valor de DP foi então calculado pela seguinte equação 2:

$$DP = 120 \times [\eta] \times 1,11 \quad \text{Equação 2}$$

2.2.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Uma gota da suspensão diluída de nanofibrila de celulose (0,1%) foi depositada em um stub de alumínio revestido com fita adesiva dupla-face de carbono e levado para secagem à 40°C por 24 horas. Posteriormente, um revestimento com uma fina camada de ouro foi feito para tornar o material condutivo e adequado para análise. A análise foi realizada em um Microscópio Eletrônico de Varredura FEG Quanta 200 (FEI, Estados Unidos), utilizando uma

voltagem de aceleração de 5 kV e distância de trabalho de 10 mm. Nenhuma inclinação foi aplicada. A análise de diâmetro das estruturas foi realizada com auxílio do software de processamento de imagens Fiji.

2.2.6 Confeção de filmes

Os filmes foram formados pelo processo de *casting*, em que amostras de suspensão de NFC de 40 mL (1,0% m/v) foram vertidas em placas de Petri acrílicas de 15 cm de diâmetro. As suspensões foram secas em estufa de circulação de ar 45 °C por 48 h para formação dos filmes (GUIMARÃES JR. *et al.*, 2015).

2.2.7 Ensaio mecânico de tração dos filmes

Esta etapa foi realizada utilizando um analisador de textura (Stable Microsystems, modelo TATX2i, Inglaterra). As propriedades de tração das amostras foram determinadas com base na norma ASTM D 882–02 (ASTM, 2002). O módulo de Young foi estimado a partir da tangente da função linear inicial da curva tensão-deformação, considerada como uma região elástica.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização morfológica das fibras

Esta análise utilizou-se amostra das fibras de bambu sem passar por nenhum procedimento no caso a fibra inatura, onde foram tiradas as fotos e mediu-se tanto o comprimento de fibra quanto a seu diâmetro pelo IMAGEJ. Realizou a análise de dados no editor de planilhas Microsoft Excel e os resultados são apresentados na Tabela 1:

Tabela 1 – Valores médios e desvio padrão do comprimento e diâmetro das fibras de bambu antes da polpação química.

Macerado	Média(µm)
Comprimento de fibra	1502,19 ± 117,27
Diâmetro de fibra	24,58 ± 7,8

Fonte: Do autor (2021)

Comparado com estudo feito por (GUIMARÃES JR., NOVACK, BOTARO, 2010) que encontraram um comprimento da fibra de (2,299.47 μ m) e diâmetro de (13,93 μ m), apesar de serem da mesma espécie, os valores não foram semelhantes. Isto pode ter uma relação com a idade do material e o material genético.

De acordo (COPANT, 1974) este classifica o comprimento no caso para eucalipto (1 mm em média) e as do pinho (3,5 mm), de acordo com os resultados apresentados neste estudo a fibra de Bambu é uma fibra intermediária.

Como o *Bambusa vulgaris* apresenta fibras estreitas e longas, isto ocasiona uma maior resistência nos produtos fabricados (GUIMARÃES JR., NOVACK, BOTARO, 2010). Pelo estudo feito por (MORAIS, BENACHUR, DUARTE-COELHO, 2000), as fibras vegetais do bambu apresentam um comprimento elevado, com uma variação de 1,65 a 3,43 mm. No caso de Gomide *et al.* (1981) este mostra os valores médios da fibra de 2,8 mm de comprimento, 17,2 e 6,6 μ m de largura e diâmetro do lúmen, respectivamente, bem como 5,2 μ m de espessura da parede. Quando se compara os valores de comprimento e diâmetro com os apresentados na Tabela 1 o comprimento é maior e diâmetro é menor e isto pode estar relacionado a idade, ao material genético, condições climáticas.

3.2 Consumo energético

Esta análise foi realizada no momento de fibrilação do Bambu com NaOH 5% com uma temperatura de 80°, onde foram anotados os valores de consumo energético de acordo com o número de passagens no equipamento. Os resultados são apresentados na Tabela 2:

Tabela 2 – Consumo energético após processo de fibrilação

Número de passagens	Consumo energético = kW.h/T) acumulativo
1	1766,7
2	4490,9
3	8282,7
4	14000,6
5	20000

Fonte: Do autor (2021)

Verificou-se que o consumo energético aumenta, conforme aumenta o número de passagens. De acordo com (GUIMARÃES Jr., NOVACK, BOTARO, 2010), quando as fibras

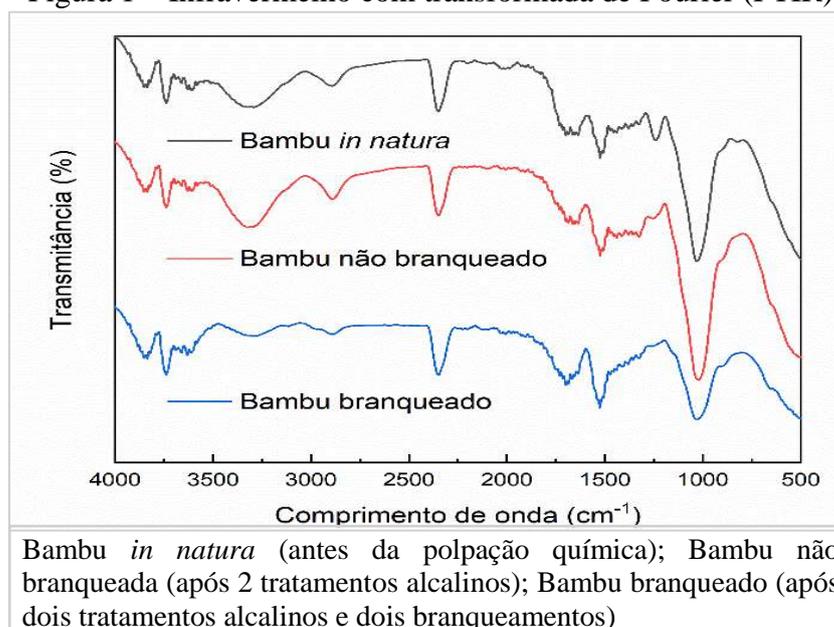
de bambu são comparadas com fibras de madeiras de folhosas e coníferas, as fibras de bambu apresentam uma relação ao *Eucalyptus grandis*, com largura semelhante, mas, a espessura da parede celular é o dobro, e seu diâmetro do lúmen e comprimento próximo aos da fibra de *Pinus ellioti*. De acordo com (GUIMARÃES Jr., NOVACK, BOTARO, 2010), as fibras de bambu apresentam, uma relação com *Eucalyptus grandis* com largura semelhante, já a espessura da parede celular e diâmetro do lúmen tem se valor dobrado e comprimento da fibra próximos aos da fibra de *Pinus ellioti*.

De acordo com estudo (CHUNG, 2005; TONOLI *et al.*, 2010) constatou que a desfibrilação do Pinus é considerada difícil, devido suas fibras serem mais compridos do que as fibras eucalipto, onde apresenta um menor número de fibras, por volume ou peso, e fibras com menor área de superfície. Sendo, que fibras longas são mais difíceis de dispersar (e pode obstruir a lacuna entre as pedras de moagem, tornando mais difícil para a fibrilação. Quando se compara a fibras de pinus com fibras de bambu como os dois materiais são de fibra longa isto pode dificultar um pouco a desfibrilação como descrito acima.

3.3 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

O infravermelho foi realizado com base em três amostras de fibra: *in natura* (sem pré-tratamento), não branqueada com pré-tratamento e branqueada (com pré-tratamento e branqueamento). Por meio resultados obtidos, são apresentados no primeiro gráfico – Figura 1:

Figura 1 – Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)



Fonte: Do autor (2021)

Na Figura 1 é possível identificar que o grupamento OH é identificado em 3300 cm^{-1} , onde apresenta uma banda larga intensa devido a polaridade da ligação OH e as ligações de hidrogênio intermoleculares. Isto ocorre devido à absorção correspondente aos estiramentos simétricos e assimétricos das ligações C-H, ocorrendo devido o grupamento H-C-OH CH₂-OH e da celulose, foi observada à aproximadamente 2920 cm^{-1} . As bandas em 1600 cm^{-1} e aproximadamente 1500 cm^{-1} , foram atribuídas ao estiramento C=C de anel aromático da lignina (QAISER *et al.*, 2009). A banda em 897 cm^{-1} é inerente às vibrações das ligações β-glicosídicas C1-O-C4, estiramento C-C-O e C-CH de celulose (ABEDAJO; FROST, 2004).

As diferenças entre a polpa branqueada com relação a *in natura* ocorrem no grupamento OH onde o aumento da largura da banda e o aumento da intensidade ocorrida, após branqueamento, indica a presença de ácido carboxílico, uma vez que o grupo terminal aldeído e os grupos hidroxila das cadeias de carboidratos são oxidados a ácido no meio oxidante. No caso das ligações C-H, oriunda do grupamento H-C-OH e CH₂-OH da celulose isto ocorreu devido a absorção correspondente aos estiramentos simétricos e assimétricos, é típica de materiais orgânicos e sua banda de alta intensidade foi observada à aproximadamente 2920 cm^{-1} (SILVERSTEIN *et al.*, 2005). Após remoção de componentes não celulósicos, estas bandas se tornaram mais evidentes. Isto acontece devido ao tratamento alcalino, ocorrer a quebra das ligações de hemiceluloses no branqueamento e oxidação da lignina (GUIMARÃES Jr., 2015).

3.4 Turbidez

A turbidez foi realizada com base em três tubos e três repetições, onde foi feito sem decantação do material com 5 passagens no *grinder* e do material com nenhuma passagem no *grinder*. Os resultados são apresentados Tabela 3:

Tabela 3 - Valores de Turbidez do material sem decantar 0 passagens com 5 passagens

Tratamentos	Média	Desvio
0 passagens SD	146,00	72,75300681
5 passagens SD	230,89	22,97

Fonte: Do autor (2021)

O Tabela 3 apresenta dois tipos de tratamentos: 0 passagens e do 5 passagens, onde em um o material é a fibra de celulose e outro a micro/nanofibrila de celulose. Logo a partir destes resultados é possível interpretar que existe diferença entre estas duas amostras, sendo que valor encontrado no material sem decantar sem passar o *grinder* 146 e com 5 passagens é 231.

Isto ocorre devido as micro/nanofibrilas serem mais leves em comparação as fibras e devido à isso ficam mais dispersas no sobrenadante, enquanto o conteúdo menos nanofibrilado decanta no fundo do recipiente. Assim quanto maiores os valores de turbidez para a suspensões fibriladas, mais micro/nanofibrilas foram obtidas. Sendo que esta interpretação quando comparada ao resultado do *gráfico 2* mostra que turbidez é maior em 5 passagens do que em 0 passagens apresentando mais micro/nanofibrilas.

De acordo com estudo feito (BANVILLET *et al.*, 2021) a suspensão de turbidez mostrou um resultado próximo ao encontrado neste trabalho de (314 NTU), com o tratamento da enzima e tratamento alcalino NaOH 10%. Já Desmaisons *et al.* (2017), encontraram micro/nanofirbrilas de celulose com tratamentos enzimáticos juntamente via tratamento em moedor de fricção ultrafino UFG, uma turbidez de (242 NTU) em comparação foi menor do que outras polpas não pré-tratadas (427 NTU).

3.5 Viscosidade e Grau de Polimerização

São apresentados a viscosidade e grau de polimerização de cada tratamento em segundos. Os resultados apresentados no terceiro gráfico – Tabela 4:

Tabela 4 – Valores de Viscosidade e grau de polimerização da polpa de bambu 80°C, NaOH 5% em diferentes condições de tempo

	Viscosidade (cP)	Grau polimerização
Média	7,936288	1196,169367
Desvio Padrão	0,338179414	56,57727879

Fonte: Do autor (2021)

A viscosidade e o grau de polimerização apresentaram uma relação entre si, pois a partir do teste de viscosidade se obtém o grau de polimerização. Logo a viscosidade foi 7,94 (cP) e o desvio foi 0,34. De acordo com (SCATOLINO *et al.*, 2017) após o branqueamento, ocorre diminuição significativa da viscosidade da polpa celulósica da espécie. Pelos dados

apresentados foi constatado, por meio de comparação de três espécies: *E. grandis*, *B. parinarioides*, *C. goeldiana* e *P. gigantocarpa* onde utilizou amostras branqueadas e não branqueadas, no caso do *E. grandis* que teve redução de 58% na viscosidade; *Brosimum parinarioides* (amapá, que teve uma redução de aproximadamente 20% na viscosidade, indicando que houve maior preservação de carboidratos nesta espécie. Para as espécies *Parkia gigantocarpa* (faveira), *Cordia goeldiana* (freijó a polpa a redução da viscosidade foi de 25 e 50%, respectivamente. Neste estudo foi observado que as duas espécies que obtiveram a menor degradação foram: *B. parinarioides* e *C. goeldiana*.

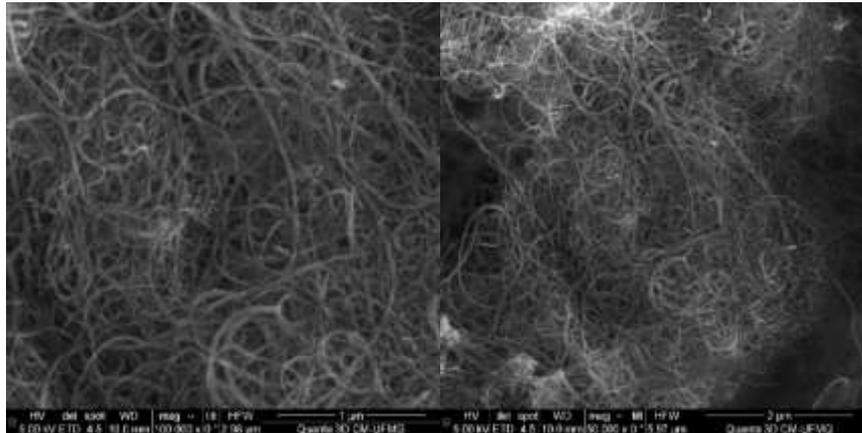
O valor de Grau de polimerização foi 1196,17 os valores da média, já o desvio foi 56,58. Sendo que este teste é importante para avaliar o comprimento da cadeia de celulose sendo frequentemente usado para avaliar produtos de nanofibrilas de celulose (HERRICK *et al.*, 1983; SAITO *et al.*, 2009; ZIMMERMANN, BORDEANU, STURB, 2010). Assim, o grau de polimerização significa o tamanho da cadeia celulósica e este valor representa 1196 unidades de glicose na cadeia celulósica. Sendo que este tamanho pode sofrer modificações com tratamento químico onde este pode quebrar a cadeia celulósica e conseqüentemente diminuir o grau de polimerização.

A influência da concentração de NaOH no DP é baixa, mas é correlacionada aos rendimentos da reação, quanto maior a concentração, menor o rendimento. Comparando os resultados de Grau de polimerização obtidos neste trabalho com o estudo (BANVILLET *et al.*, 2021) este encontrou depois de hidrólise enzimática 340 NTU, para NaOH 5% 190 NTU, para NaOH 10% 166 NTU. Em outro estudo de (MOZDYNIEWICZ, NIEMINEN, SIXTA, 2013) o tratamento enzimático sozinho na polpa refinada leva a uma grande redução do DP, de 963 para 430.

3.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

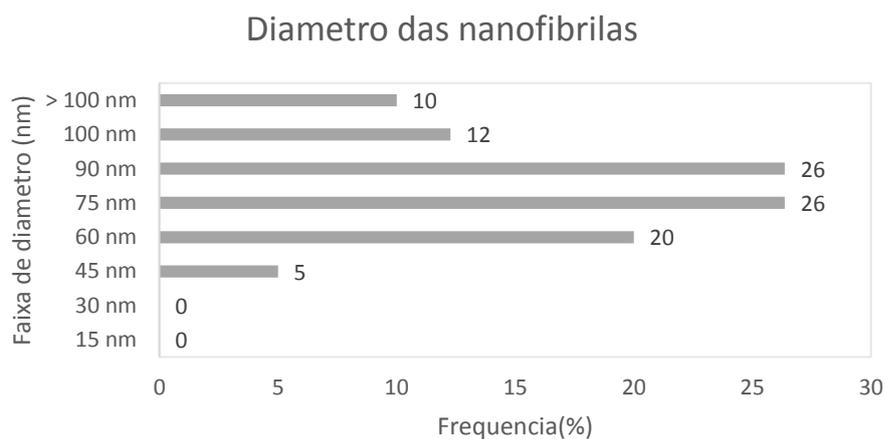
Esta análise foi realizada pelas micro/nanofibrilas de Bambu, onde foram tiradas imagens das micro/nanofibrilas. Realizou as medições diâmetro das micro/nanofibrilas no IMAGEJ (Figura 2) e os resultados da análise estatística na Figura 3:

Figura 2 – Imagens de micro/nanofibrilas de bambu com tratamento de: NaOH 5% e com temperatura de 80° C



Fonte: Do autor (2021).

Figura 3 - Classes de diâmetros das micro/nanofibrilas com tratamento de: NaOH 5% e com temperatura de 80° C



Fonte: Do autor (2021)

A partir da Morfologia eletrônica de varredura feita pela contagem do diâmetro das micro/nanofibrilas no IMAGJ de 200 micro/nanofibrilas obtidas por meio de imagem, o diâmetro da micro/nanofibrilas está entre 45 nm a >100 nm. Onde a faixa de diâmetro que apresentou maior frequência foi de 45nm a 75nm, com uma média de 74,6 nm.

Segundo Lago *et al.* (2020) em seu estudo foi utilizado fibras de palha de aveia encontrando nas medições do diâmetro das micro/nanofibrilas uma variação de 10 a 143 nm na primeira passagem, de 6 a 130 nm na terceira e de 5 para 44 nm na quinta passagem. O diâmetro médio caiu de 5109 ± 3428 nm na primeira passagem para $2031 \pm 8,09$ nm na quinta passagem pelo desfibrilador, redução de cerca de 60%. Isso mostra que, o tratamento alcalino com NaOH consegue promover maior individualização, facilitando a medição individual do diâmetro dos feixes fibrosos.

3.7 Teste mecânico

Está análise foi realizada a partir dos filmes, onde foram feitas as análises pelo analisador de textura (Stable Microsystems, modelo TATX2i, Inglaterra). E partir dos dados obtidos foi feita a análise e os resultados são apresentados na Tabela 5:

Tabela 5 – Teste Mecânico dos filmes nanoestruturados obtidos a partir das Micro/nanofibrilas de celulose-NaOH 5% e com temperatura de 80°

	MOR (MPa)	MOE (MPa)
Nanofibrilas de Bambu	68,74 ± 6,15	3300,72 ± 1831,73

Fonte: Do autor (2021)

A partir deste teste mecânico se obteve de resultados um MOR de 68,74 MPa que significa quanto o material suportou de força antes da ruptura. Para o MOE se obteve um resultado de 3330,72 Mpa que significa quanto material elástico, ou seja, quanto de força é necessária aplicar no material para este alongar a 50% do seu tamanho, sendo que quanto mais alto este valor mais elástico será o material.

Comparando os resultados deste trabalho, com estudo de (SCATOLINO *et al.*, 2018) estes encontraram resultados de testes mecânicos dos filmes produzidos a partir do material exposto ao branqueamento um MOE (6,93 ± 0,18 GPa) e para resistência a tração (68,20 ± 12,18 MPa) em comparação com os filmes produzidos com material que foi submetido apenas ao tratamento alcalino (1,65 ± 0,08 GPa e 12,95 ± 1,66 MPa, respectivamente). Os valores de MOE foram parecidos, mas este estudo mostrou um MOR com um valor mais elevado.

4 CONCLUSÃO

A obtenção de micro/nanofibrilas de celulose a partir de fibras de bambu, por meio de polpação química apresentou resultados positivos para os testes físicos-químicos. Sendo possível verificar como os pré-tratamentos influência no caso FTRI devido ao tratamento alcalino com NaOH tem como finalidade a quebra das ligações de hemicelulose e o branqueamento tem como função a oxidação da lignina é possível verificar diferença por meios dos gráficos.

No caso do teste de turbidez é possível entender que quanto mais turvo o material, ou seja, quanto maior o valor de turbidez mais micro/nanofibrilas estão presentes no material, mostrando que ao passar pelo processo defibrilação se obtém mais micro/nanofibrilas suspensas no material. No caso da viscosidade e do grau de polimerização este apresentam uma relação entre si, sendo que branqueamento leva a diminuição da viscosidade, no caso do grau de polimerização este está correlacionada com um aumento da concentração de NaOH onde isto gera uma diminuição no rendimento. Pensando na morfologia das micro/nanofibrilas de celulose afibrilação gera uma diminuição no diâmetro da fibra, mas o tratamento alcalino mostra uma maior individualização das micro/nanofibrilas facilitando a medição. Já os testes mecânicos apresentaram resultados próximos aos da literatura.

A partir dos resultados apresentados neste trabalho é possível concluir que é possível obter celulose nanofibrilada, pelo processo mecânico de fibrilação, a partir de 5 passagens pelo Grinder. Além disso, os pré-tratamentos ocasionaram uma melhoria nas propriedades físico-químicas deste material. Como sugestão de trabalho futuro deve ser feita uma caracterização detalhada com testes específicos, para que este possa ser aplicado em revestimentos em embalagens ou em reforços cimentícios.

REFERÊNCIAS

ABE, K.; IWAMOTO, S.; YANO, H. Obtaining Cellulose Nanofibers with a Uniform Width of 15 nm from wood. **Biomacromolecules**, v. 8, n. 10, out. 2007. 3276-3278p.

ABEDAJO, M. O.; FROST, R. L. Infrared and ¹³C MAS nuclear magnetic resonance spectroscopy study of acetylation of cotton. **Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc**, v. 60, n. 1-2, jan. 2004. 449-453p. Disponível em: <<https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/14670512/>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

ALEXANDER, W. J.; GOLDSCHMID, O.T.T.O.; MITCHELL, R. L. Relation of intrinsic viscosity of cellulose chain length-degree of polymerization range below 400. **Industrial and Engineering Chemistry**, v. 49, n. 8. 1957. 1303–1306p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – ASTM. **D-882-02: Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting**. Annual Book of ASTM Standards, Philadelphia: ASTM, 2002.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DO PLÁSTICO – ABIPLAST. **Índice de plástico reciclado pós-consumo cresceu em 2019, segundo estudo encomendado pelo picplast**. São Paulo, 2021. Disponível em: <<http://www.abiplast.org.br/noticias/indice-de-plastico-reciclado-pos-consumo-cresceu-em-2019-segundo-estudo-encomendado-pelo-picplast/>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

ASSOCIAÇÃO OF PLASTICS MANUFACTURES – PLASTICSEUROPE. **Plastics- the Facts 2020**: An analysis of European plastics production, demand and waste data. Bélgica: PlasticsEurope, 2020. Disponível em: <<https://www.plasticseurope.org/en/resources/publications/4312-plastics-facts-2020>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

BANVILLET, G.; DEPRES, G.; BELGACEM, N.; BRAS, J. Alkaline treatment combined with enzymatic hydrolysis for efficient cellulose nanofibrils production. **Carbohydr Polym**, v. 255, mar. 2021. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861720315563?via%3Dihub>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

CARRASCO, G. C. Cellulose fibres, nanofibrils and microfibrils: The morphological sequence of MFC components from a plant physiology and fibre technology point of view. **Nanoscale Research Letters**, v. 6, n. 1. 2011. 417p. Disponível em: <<https://nanoscalereslett.springeropen.com/articles/10.1186/1556-276X-6-417>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

CHUNG, D. D. L. Dispersion of short fibers in cement. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 17, n. 4. 2005. 379–383p. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/245307985_Dispersion_of_Short_Fibers_in_Cement>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

COMISIÓN PANAMERICANA DE NORMAS TÉCNICAS – COPANT. **Descripción de características generales, macroscópicas y microscópicas de la madera Angiospermae Dicotiledóneas**. COPANT, v. 30. 1974. 1-19p.

DESMAISONS, J.; BOUTONNET, E.; RUEFF, M.; DUFRESNE, A.; BRAS, J. A new quarafality index for benchmarking of diferente cellulose nanofibrils. **Carbohydr Polym**, v. 174, out. 2017. 318–329p.

DIAS, M. C.; MENDONÇA, M. C.; DAMÁSIO, R. A. P.; ZIDANES, U. L.; MORI, F. A.; FERREIRA, S. R.; TONOLI, G. H. D. Influence of hemicelluloses content of *Eucalyptus* and *Pinus* fibers on grinding process for obtaining cellulose micro/nanofibrils. **Holzforschung**, v. 73, n.11, jun. 2019. 1035-1046p. Disponível em: <<http://repositorio.ufla.br/handle/1/40012>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

EICHHORN, S.J.; DUFRESNE, A.; ARANGUREN, M.; MARCOVICH, N.E.; CAPADONA, J.R.; ROWAN, S.J.; WEDER, C.; THIELEMANS, W.; ROMAN, M.; RENNECKAR, S.; GINDL, W.; VEIGEL, S.; KECKES, J.; YANO, H.; ABE, K.; NOGI, M.; NAKAGAITO, A.N.; MANGALAM, A.; SIMONSEN, J.; BENIGHT, A.S.; BISMARCK, A.; BERGLUND, L.A.; PEIJS, T. Review: current international research into cellulose nanofibers and nanocomposites. **Journal of Materials Science**, v. 45, jan. 2010. 1-33p.

FONSECA, C. S.; SILVA, M. F.; MENDES, R. F.; HEIN, P. R. G; ZANGIACOMO, A. L.; SAVASTANO Jr., H.; TONOLI, G. H. D. Jute fibers and micro/nanofibrils as reinforcement in extruded fiber-cement composites. **Constrution and Building Materials**, v. 211, jun. 2019. 517-527p. Disponível em: <<http://repositorio.ufla.br/jspui/handle/1/39426>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

GOMIDE, J. L.; COLODETTE J. L.; OLIVEIRA, R. C. de; SILVA, C. M. **Caracterização química e anatômica do *Bambusa vulgaris* visando à produção de polpa celulósica**. Viçosa: Sociedade de Investigações Florestais, 1981. 22 p. (Relatório Técnico).

GUIMARÃES JR., M. **Desenvolvimento de bionanocompósitos utilizando nanofibras celulósicas de bambu como agente de reforço em matriz de amido e álcool polivinílico**. 2015. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2015. 234p. Disponível em: <<https://www.repositorio.ufop.br/handle/123456789/5801>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

GUIMARÃES JR., M.; NOVACK, K. M.; BOTARO, V. R. Caracterização anatômica da fibra de bambu (*Bambusa vulgaris*) visando sua utilização em compósitos poliméricos. **Revista Iberoamericana de Polímeros**, v. 11, n. 7, dez. 2010. 442-456p.

HERRICK, F. W.; CASEBIER, R. L.; HAMILTON, J. K.; SANDBERG, K. R. Microfibrillated cellulose: Morphology and accessibility. **Journal of Applied Polymer Science: Applied Polymer Symposium**, v. 37. 1983. 797–813p.

IFUKU, S.; NOGI, M.; YOSHIOKA, M.; MORIMOTO, M.; YANO, H.; SAIMOTO, H. Fibrillation of dried chitin into 10–20 nm nanofibers by a simple grinding method under acidic condition. **Carbohydrate Polymers**, v. 81, n. 1, maio. 2010. 134–139p.

IOELOVICH, M.; LEYKIN, Al. Structural investigations of various cotton fibers and cotton celluloses. **Bioresource**, v.3, n. 1, fev. 2008. 170-177p. Disponível em: <https://ojs.cnr.ncsu.edu/index.php/BioRes/article/view/BioRes_03_1_0170_Ioelovich_L_Structure_Cotton>. Acesso em: 08 abr. de 2021

JOSSET, S.; ORSOLINI, P.; SIQUEIRA, G.; TEJADO, A.; TINGAUT, P.; ZIMMERMANN, T. Energy consumption of the nanofibrillation of bleached pulp, wheat

straw and recycled newspaper through a grinding process. **Nordic Pulp & Paper Research Journal**, v. 29, n. 1, jan. 2014. 167-175p. Disponível em: <https://www.degruyter.com/document/doi/10.3183/nprrj-2014-29-01-p167-175/html>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

LAGO, R. C. do; OLIVEIRA, A. L. M. de; DIAS, M. C.; CARVALHO, E. E. N. de; TONOLI, G. H. D.; BOAS, E. V. de B. V. Obtaining cellulosic nanofibrils from oat straw for biocomposite_reinforcement: Mechanical and barrier properties. **Industrial Crops and Products**, v. 148, jun. 2020. Disponível em: <http://repositorio.ufla.br/jspui/handle/1/42564>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

LAVORATTI, A.; SCIENZA, L. C.; ZATTERA, A. J. Dynamic-mechanical and thermomechanical properties of cellulose nanofiber/polyester resin composites. **Carbohydrate Polymers**, v. 136, jan. 2016. 955-963p. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/283117131_Dynamic-mechanical_and_thermomechanical_properties_of_cellulose_nanofiberpolyester_resin_composites. Acesso em: 08 abr. de 2021.

LIIMATAINEN, H.; MUSHI, N. E.; SLIZ, R.; OHENOJA, K.; SIRVIO, J.; BERGLUND, L.; HORMI, O.; NIINIMAKI, J. High-strength nanocellulose–talc hybrid barrier films. **ACS Applied Materials & Interfaces**, v. 5, n. 24, nov. 2013. 13412-13418p.

MATHEW, A. P.; OKSMAN, K.; SAIN, M. The effect of morphology and chemical characteristics of cellulose reinforcements on the crystallinity of polylactic acid. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 101, n. 1, abr. 2006. 300-310p.

MORAIS, R. L. C.; BENACHUR, M.; DUARTE-COELHO, A. C. Estudo da caracterização reológica do licor negro do processo soda/Bambusa vulgaris schrad e do efeito da adição do peróxido de hidrogênio. *In: Congresso Iberoamericano de Investigación en Celulose y Papel*, 2000.

MOZDYNIEWICZ, D. J.; NIEMINEN, K.; SIXTA, H. Alkaline steeping of dissolving pulp. Part I: Cellulose degradation kinetics. **Cellulose**, v. 20, n. 3, abr. 2013. 1437-1451p. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/257546511_Alkaline_steeping_of_dissolving_pulp_Part_I_Cellulose_degradation_kinetics. Acesso em: 08 abr. de 2021.

NECHYPORCHUK, O.; PIGNON, F.; BELGACEM, M. N. Morphological properties of nanofibrillated cellulose produced using wet grinding as an ultimate fibrillation process. **Journal of Material Science**, v. 50, n. 2, jan. 2015. 531-541p. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/268579628_Morphological_properties_of_nanofibrillated_cellulose_produced_using_wet_grinding_as_an_ultimate_fibrillation_process. Acesso em: 08 abr. de 2021.

QAISER, S.; SALEEMI, A. R.; UMAR, M. Biosorption of lead from aqueous solution by Ficus religiosa leaves: Batch and column study. **Journal of Hazardous Materials**, v. 166, n. 2-3, jul. 2009. 998-1005p.

SAITO, T.; HIROTA, M.; TAMURA, N.; KIMURA, S.; FUKUZUMI, H.; HEUX, L.; ISOGAI, A. Individualization of nano-sized plant cellulose fibrils by direct surface

carboxylation using TEMPO catalyst under neutral conditions. **Biomacromolecules**, v. 10, n. 7, 2009. 1992–1996p.

SCATOLINO, M. V.; FONSECA, C. S.; GOMES, M. da S.; ROMPA, V. D.; MARTINS, M. A.; TONOLI, G. H. D.; MENDES, L. M. How the surface wettability and modulus of elasticity of the Amazonian paricá nanofibrils films are affected by the chemical changes of the natural fibers. **European Journal of Wood and Wood Products**, v. 76, ago. 2018. 1581–1594p. Disponível em: <<http://repositorio.ufla.br/jspui/handle/1/33025>>. Acesso em: 08 abr. de 2021

SCATOLINO, M. V.; SILVA, D. W.; BUFALINO, L.; TONOLI, G. H. D.; MENDES, L. M. Influence of cellulose viscosity and residual lignin on water absorption of nanofibril films. **Procedia Engineering**, v. 200, jun. 2017. 155-161p. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

SEHAQUI, H.; ALLAIS, M.; ZHOU, Q.; BERGLUND, L. A. Wood cellulose biocomposites with fibrous structures at micro- and nanoscale. **Composites Science and Technology**, v. 71, n. 3, fev. 2011. 382-387p.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J.; BRYCE, D. L. **Spectrometric Identification of Organic Compounds**. 8 ed., New York: John Wiley & Sons, 2005.

TECHNICALL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY – TAPPI. **Viscosity of pulp (capillary viscometer method) (Test Method T 230 cm-97)**. Atlanta/USA, 1999.

TONOLI, G. H. D.; HOLTMAN, K. M.; GLENN, G.; FONSECA, A. S.; WOOD, D.; WILLIAMS, T.; SA, V. A.; TORRES, L.; KLAMCZYNSKI, A.; ORTS, W. J. Properties of cellulose micro/nanofibers obtained from eucalyptus pulp fiber treated with anaerobic digestate and high shear mixing. **Cellulose**, v. 23, n. 2, abr. 2016. 1239–1256p. Disponível em: <http://repositorio.ufla.br/jspui/handle/1/31483>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

TONOLI, G. H. D.; SAVASTANO Jr., H.; FUENTE, E.; NEGRO, C.; BLANCO, A.; ROCCO LAHR, F. A. Eucalyptus pulp fibres as alternative reinforcement to engineered cement-based composites. **Industrial Crops and Products**, v. 31, n. 2, mar. 2010. 225–232p. Disponível em: <<http://repositorio.ufla.br/handle/1/37575>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

VIANA, L. C.; MUNIZ, G. I. B. de; MAGALHÃES, W. L. E. Propriedades físicas e mecânicas de filmes nanoestruturados obtidos a partir de polpa Kraft de Pinus sp. não branqueada. **Scientia Forestalis**, Piracicaba, v. 45, n. 116, dez. 2017. 653-662p. Disponível em: <<https://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/handle/doc/1109346>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

WANG, H.; LI, D.; ZHANG, R. Preparation of Ultralong Cellulose Nanofibers and Optically Transparent Nanopapers Derived from Waste Corrugated Paper Pulp. **Bioresources**, v. 8, n. 1. 2013. 1374-1384p. Disponível em: https://ojs.cnr.ncsu.edu/index.php/BioRes/article/view/BioRes_08_1_1374_Wang_Ultralong_Cellulose_Nanofibers>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

WINTER, H. T.; CERCLIER, C.; DELORME, N.; BIZOT, H.; QUEMENER, B.; CATHALA, B. Improved colloidal stability of bacterial cellulose nanocrystal suspensions for the laboration of spin-coated cellulose-based model surfaces. **Biomacromolecules**, v. 11, n.

11, out. 2010. 3144-3151p. Disponível em:

<https://www.researchgate.net/publication/47394640_Improved_Colloidal_Stability_of_Bacterial_Cellulose_Nanocrystal_Suspensions_for_the_Elaboration_of_Spin-Coated_Cellulose-Based_Model_Surfaces>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

WU, C. N.; SAITO, T.; FUJISAWA, S.; FUKUZUMI, H.; ISOGAI, A. Ultrastrong and high gas-barrier nanocellulose/clay-layered composites. **Biomacromolecules**, v. 13, n. 6, maio. 2012. 1927–1932p.

ZHIJUN, H.; ZHAI, R.; LI, J.; ZHANG, Y.; LIN, J. Preparation and Characterization of Nanofibrillated Cellulose from Bamboo Fiber via Ultrasonication Assisted by Repulsive Effect. **International Journal of Polymer Science**, v. 2017. 2017. Disponível em: <<https://www.hindawi.com/journals/ijps/2017/9850814/>>. Acesso em: 08 abr. de 2021.

ZIMMERMANN, T.; BORDEANU, N.; STURB, E. Properties of nanofibrillated cellulose from different raw materials and its reinforcement potential. **Carbohydrate Polymers**, v. 79, n. 4, mar. 2010. 1086–1093p. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0144861709005992>>. Acesso em 08 abr. de 2021.