

ISSN 2175-8395

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Embrapa Instrumentação  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

**ANAIS DO VII WORKSHOP DA REDE DE  
NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO**

Maria Alice Martins  
Odílio Benedito Garrido de Assis  
Caue Ribeiro  
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

**Editores**

Embrapa Instrumentação  
São Carlos, SP  
2013

**Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:**

**Embrapa Instrumentação**

Rua XV de Novembro, 1452  
Caixa Postal 741  
CEP 13560-970 - São Carlos-SP  
Fone: (16) 2107 2800  
Fax: (16) 2107 2902  
www.cnpdia.embrapa.br  
E-mail: cnpdia.sac@embrapa.br

**Comitê de Publicações da Unidade**

Presidente: João de Mendonça Naime  
Membros: Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori  
Dr. Washington Luiz de Barros Melo  
Sandra Protter Gouvea  
Valéria de Fátima Cardoso  
Membro Suplente: Dra. Lucimara Aparecida Forato

Revisor editorial: Valéria de Fátima Cardoso  
Capa - Desenvolvimento: NCO; criação: Ângela Beatriz De Grandi  
Imagem da capa: Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus  
Loures Mourão, Viviane Soares

**1a edição**

1a impressão (2013): tiragem 50

Todos os direitos reservados.  
A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte,  
constitui violação dos direitos autorais (Lei no 9.610).  
CIP-Brasil. Catalogação-na-publicação.  
Embrapa Instrumentação

---

Anais do VII Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio –  
2012 - São Carlos: Embrapa, 2012.

Irregular  
ISSN 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Assis, Odílio Benedito Garrido de.  
III. Ribeiro, Caue. IV. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. V. Embrapa Instrumentação.

---

© Embrapa 2013

---

## BRANQUEAMENTO DE FOLHAS DE GRAVATÁ (*Bromélia balansae*): OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CELULOSE

---

Vitor Brait Carmona, Fábio Galvani, José Manoel Marconcini, Luiz Henrique Capparelli Mattoso

Embrapa Instrumentação, São Carlos – SP  
Embrapa Pantanal, Corumbá – MS  
email de contato: Jose.marconcini@embrapa.br

Projeto Componente: PC4 Plano de Ação: PA2

---

### Resumo

Neste trabalho foram investigados os efeitos de 2 branqueamentos diferentes das folhas de gravatá para a obtenção de celulose. Foram utilizadas 2 soluções de peróxido alcalino com diferentes concentrações de peróxido de hidrogênio para realizar os branqueamentos. A celulose obtida foi caracterizada por TG, DRX e MEV. O material branqueado apresentou estabilidade térmica 40% maior, cristalinidade 80% maior e maior exposição das microfibrilas devido à eficiência dos processos na retirada de hemicelulose e lignina.

**Palavras-chave:** Fibras naturais, celulose, gravatá

### Publicações relacionadas

Carmona, V.B., Arrivetti, L.O.R., Galvani, F., Jorge, M.H.A., Mattoso, L.H.C., Marconcini, J.M. Extraction and characterization of natural fibers from carandá (*Copernicia alba*) and gravatá (*Bromelia balansae*). Anais do 3<sup>th</sup> French Brazilian Meeting on Polymers, Florianópolis, 2011. Carmona, V.B. Desenvolvimento de compósitos biodegradáveis a partir de amido termoplástico e fibras de acuri, carandá e gravatá. 2011. 103p. (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais). Universidade Federal de São Carlos, 2011.

---

### Introdução

---

O uso de fibras naturais como agente de reforço em materiais poliméricos tem se revelado bastante promissor devido à sua biodegradabilidade, grande abundância e baixo custo, caráter renovável e sustentabilidade proporcionando materiais de alto desempenho mecânico (M.A.SAMIR, 2005; M.A.HUBBE et al., 2008; S. KALIA et al, 2009) . O gravatá (*Bromélia balansae* mez), também conhecido por caraguatá, ocorre na região do pantanal - MS, cerrado e chaco e se dispõe na forma de longas folhas com comprimento médio de 1,5m, semelhante a outras espécies mais conhecidas como o sisal. É uma espécie considerada indesejável além de ser invasora de pastagem e que tende a aumentar sua quantidade com as queimadas. Ele é utilizado pelas comunidades locais na fabricação de cordas e artesanatos, e também como uma espécie de cerca viva natural por apresentar grande quantidade de espinhos (A.POTT, 2004). Estudos anteriores mostraram o potencial na utilização das fibras de gravatá em matrizes poliméricas termoplásticas

biodegradáveis, como o TPS, sendo pela primeira vez caracterizada (V.B.CARMONA, 2011). As fibras de gravatá apresentam boas propriedades térmicas (temperatura inicial de degradação térmica de 246°C) e mecânicas ( $E = 46$  GPa e  $\sigma_{max} = 580$  Mpa), e alto teor de celulose (58%) (V.B.CARMONA, 2011), o que torna promissor a utilização desta matéria prima como fonte para obtenção de nanoestruturas de celulose. Para tal fim, a obtenção de fibras de gravatá mostrou-se inviável devido ao grande tempo gasto e baixo rendimento em massa, de apenas 4% (V.B.CARMONA, 2011). A utilização de peróxidos alcalinos é eficaz na retirada de componentes não celulósicos de fibras vegetais, como graxas, hemicelulose e lignina, além deste tipo de processo de branqueamento ser totalmente livre de cloro (J.X.SUN et al., 2004).

Assim, o objetivo do presente trabalho é a obtenção e caracterização de celulose a partir de folhas *in natura* de gravatá utilizando peróxidos alcalinos.

## Materiais e métodos

Foram utilizadas folhas de gravatá, hidróxido de sódio (NaOH) e peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$  200vol). Primeiramente as folhas de gravatá foram mercerizadas com solução 10% NaOH por 1 hora à 70 °C sob agitação mecânica. O produto obtido foi filtrado e neutralizado seu pH e então submetido aos branqueamentos com peróxido alcalino. O branqueamento 1 (chamado de branq\_1) foi realizado utilizando solução de peróxido alcalino (10% NaOH e 6%  $H_2O_2$ ) por 1 hora à 50°C sob agitação mecânica. O branqueamento 2 (chamado de branq\_2) foi realizado utilizando o mesmo procedimento, alterando a concentração de  $H_2O_2$  para 12%. O rendimento em massa dos tratamentos foi calculado com base na diferença de massa inicial de folha de gravatá e na massa obtida de fibras branqueadas após secagem em estufa por 24 horas a 70°C.

As folhas de gravatá e as fibras branqueadas obtidas foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise termogravimétrica (TG) e difração de raios x (DRX). As fotomicrografias de MEV foram obtidas em um microscópio JEOL modelo JSM-6510 a 2,5kV para se avaliar a morfologia materiais obtidos.

As TG foram realizadas em um equipamento TGA Q500 (TA Instrument) a 10°C/min em atmosfera de ar sintético, buscando conhecer as propriedades térmicas dos materiais analisados. As análises de DRX foram realizadas em difratômetro de raios x (Shimadzu, XRD-6000) em temperatura ambiente com  $5^\circ < \theta < 35^\circ$  e foram calculados os índices de cristalinidade por deconvolução de picos (Y.OH. Et al., 2005).

## Resultados e discussão

Foram realizados os branqueamentos das folhas de gravatá com bons rendimentos de fibras branqueadas: 21% para branq\_1 e 20% para branq\_2. Imagens das folhas de gravatá e das fibras branqueadas são apresentadas na Fig. 1.

As curvas TG/DTG das folhas de gravatá e das fibras branqueadas estão apresentadas na Fig. 2.

As composições dos materiais em termos de substâncias voláteis, orgânicas, resíduo e  $T_i$  estão apresentadas na Tabela 1.



Fig 1: Amostras de folhas de gravatá moídas (a); branq1 (b) e; branq2 (c).

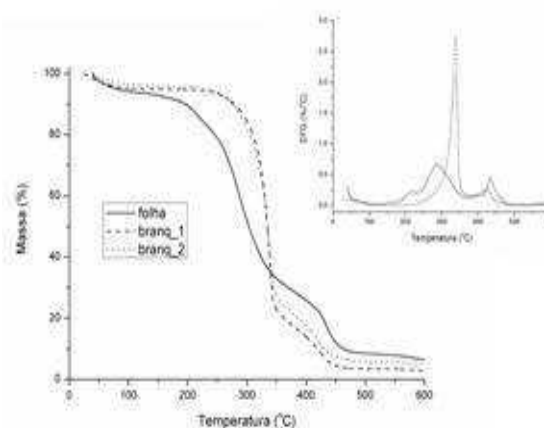


Fig 2: Curvas TG/DTG dos materiais.

Podemos observar um aumento na estabilidade térmica das fibras branqueadas (~250°C) em comparação com as folhas (~180°C). Esta diferença pode ser explicada baseada na retirada de hemicelulose e lignina das folhas, aumentando a estabilidade térmica do material. Pelas curvas DTG, observa-se o desaparecimento de um pico em temperaturas abaixo de 200°C relativo à hemicelulose e o pico em 450°C relativo à lignina foi atenuado e, por outro lado, a intensificação do pico em 250°C relativo à celulose (F.TOMCZAK, 2007).

Fotomicrografias de MEV estão apresentadas na Fig.3a – 3c. Pode ser observado a partir das Fig.3b e 3c que os tratamentos apresentados foram efetivos nas desfibrilação das fibras de gravatá e na retirada de substâncias como lignina e hemicelulose das folhas de gravatá, havendo uma diminuição das dimensões das mesmas e expondo a superfície das microfibrilas.

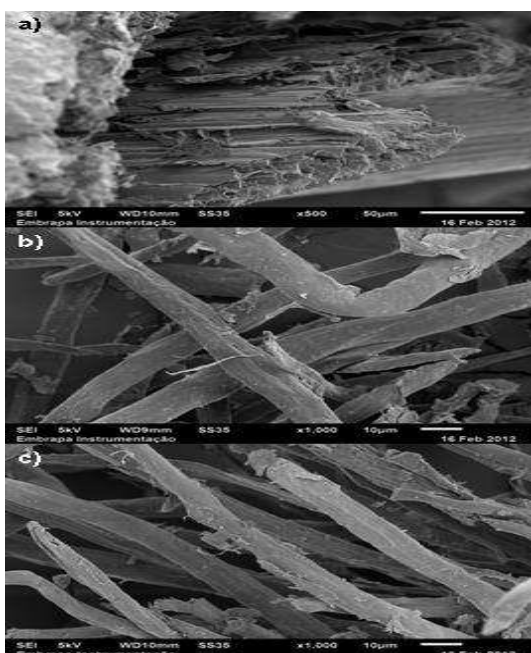


Fig 3: Fotografias de MEV de folhas de gravatá no sentido longitudinal à fibra (a); gravatá branq\_1 (b) e; gravatá branq\_2 (c).

Estão apresentados os perfis de difração de raios x das folhas de gravatá e das fibras branqueadas na Fig.4. Todos os materiais apresentam picos característicos de celulose tipo I (15°, 17° e 22°) (D.KLEMM, 2005). No entanto é possível observar que há uma maior definição dos picos referentes aos materiais branqueados, indicando uma maior cristalinidade, e consequentemente um maior teor de celulose. Os branqueamentos foram efetivos na retirada de materiais amorfos das folhas, e suas respectivas cristalinidades estão apresentadas na Tab 1.

Tab. 1: Propriedades das folhas de gravatá tratadas e não tratadas.

	folha	branq_1	branq_2
%voláteis (<160°C)	6,3	5,2	4,1
%orgânicos (160 a 500°C)	85,2	93,4	90,3
%resíduos (>500°C)	8,5	3,4	5,6
T <sub>i</sub> (°C)	175,3	247,8	244,3
Cristalinidade (%)	45,5	80,1	78,9

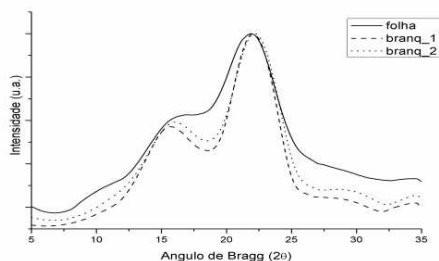


Fig 4: Perfis de difração de raios x do gravatá branqueado e não branqueado.

## Conclusões

Foram utilizadas folhas de gravatá moídas como matéria prima para se obter celulose, com 20% de rendimento. Os 2 branqueamentos realizados se mostraram eficientes e semelhantes entre si. A celulose obtida apresentou um T<sub>i</sub> na faixa de 250°C e 80% de cristalinidade. Os tratamentos foram eficientes na remoção de hemicelulose e lignina, originando microfibrilas com diâmetro na faixa dos 10μm. Após este estudo preliminar, é possível afirmar o potencial da utilização do gravatá em estudos futuros para a obtenção de nanocelulose.

## Agradecimentos

CNPq, FINEP, EMBRAPA e CAPES.

## Referências

- A.POTT; V.J.POTT. *Plantas do Pantanal*. Brasília, 320, 2004.
- D.KLEMM; B.HEUBLEIN; H-P.FINK; A.BOHN. *Polym. Sci.* 44, 2, 2005.
- F.TOMCZAK; T.H.D.Sydenstricker; K.G. Satyanarayana. *Comp. Part A.* 38, 1710, 2007
- J.X.SUN; X.F.SUN; H.ZHAO; R.C.SUN. *Polym. Degrad. and Stab.* p.84, 331, . 2004.
- M.A.SAMIR; S.A.ALLOIN; A.DUFRESNE. *Biomacromol.*, v. 6, p. 612, 2005.
- M.A.HUBBE; O.J.ROJAS; L.A.LUCIA; M.SAIN, *BioResources*, v. 3, p.929, 2008.
- S. KALIA; B.S.KAITH; I.KAUR, *Polym. Eng. Sci.*, v. 49, p. 1253, 2009.
- V.B.CARMONA in *Anais do 3rd FBPOL*, Florianópolis, v. 1, B103 2011.
- Y.OH; D.I.YOO; Y.SHIN; H.Y.KIM; Y.S.CHUNG; W.H.PARK; J.H.YOUK. *Carbohydr. Res.* p.340, 2005.