

ISSN 2175-8395

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

**REDE DE NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO**

**ANAIS DO VI WORKSHOP – 2012**

Maria Alice Martins  
Morsyleide de Freitas Rosa  
Men de Sá Moreira de Souza Filho  
Nicodemos Moreira dos Santos Junior  
Odílio Benedito Garrido de Assis  
Caue Ribeiro  
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

**Editores**

Fortaleza, CE  
2012

## Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

### **Embrapa Instrumentação**

Rua XV de Novembro, 1452,  
CEP 13560-970 – São Carlos, SP  
Fone: (16) 2107-2800  
Fax: (16) 2107-2902  
<http://www.cnpdia.embrapa.br>  
E-mail: [sac@cnpdia.embrapa.br](mailto:sac@cnpdia.embrapa.br)

### **Embrapa Agroindústria Tropical**

Rua Dra. Sara Mesquita, 2270,  
CEP 60511-110 – Fortaleza, CE  
Fone: (85) 3391-7100  
Fax: (85) 3391-7109  
<http://www.cnpat.embrapa.br>  
E-mail: [sac@cnpat.embrapa.br](mailto:sac@cnpat.embrapa.br)

### **Comitê de Publicações da Embrapa Instrumentação**

Presidente: João de Mendonça Naime  
Membros: Débora Marcondes Bastos Pereira Milori, Washington Luiz de Barros Melo, Sandra Protter Gouvêa, Valéria de Fátima Cardoso.  
Membro suplente: Paulo Sérgio de Paula Herrmann Júnior

### **Comitê de Publicações da Embrapa Agroindústria Tropical**

Presidente: Antonio Teixeira Cavalcanti Júnior  
Secretário-Executivo: Marcos Antonio Nakayama  
Membros: Diva Correia, Marlon Vagner Valentim Martins, Arthur Cláudio Rodrigues de Souza, Ana Cristina Portugal Pinto de Carvalho, Adriano Lincoln Albuquerque Mattos e Carlos Farley Herbster Moura

Supervisor editorial: Dr. Victor Bertucci Neto

Capa: Mônica Ferreira Laurito, Pedro Hernandes Campaner

Imagens da capa:

Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus Loures Mourão, Viviane Soares

Imagem de MEV de Eletrodeposição de cobre – Luiza Maria da Silva Nunes, Viviane Soares

Imagem de MEV de Colmo do sorgo – Fabrício Heitor Martelli, Bianca Lovezutti Gomes, Viviane Soares

Imagem de MEV-FEG de HPMC com nanopartícula de quitosana – Marcos Vinicius Lorevice, Márcia Regina de Moura Aouada, Viviane Soares

Imagem de MEV-FEG de Vanadato de sódio – Waldir Avansi Junior

Imagem de MEV de Fibra de pupunha – Maria Alice Martins, Viviane Soares

1ª edição

1ª impressão (2012): tiragem 300

#### **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 VI Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio 2012 – São Carlos: Embrapa Instrumentação; Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2012.

Irregular

ISSN: 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Rosa. Morsyleide de Freitas. III. Souza Filho, Men de Sá Moreira de. IV. Santos Junior, Nicodemos Moreira dos. V. Assis, Odílio Benedito Garrido de. VI. Ribeiro, Caue. VII. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. VIII. Embrapa Instrumentação. IX. Embrapa Agroindústria Tropical.



---

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

---

Vitor Brait Carmona<sup>1\*</sup>, Fábio Galvani<sup>2</sup>, José Manoel Marconcini<sup>1</sup>, Luiz Henrique Capparelli Mattoso<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Embrapa Instrumentação, São Carlos – SP

<sup>2</sup> Embrapa Pantanal, Corumbá - MS

**Projeto Componente:** PC 4

**Plano de Ação:** PA 2

---

### 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>ts</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 [1-3]. 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 [4]. Estudos anteriores mostraram o potencial na utilização das fibras de gravatá em matrizes poliméricas termoplásticas biodegradáveis, como o TPS, sendo pela primeira vez caracterizada [5]. 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%) [6], 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% [5]. 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 [7].

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 utilizados folhas de gravatá, hidróxido de sódio (NaOH) e peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 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<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 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<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 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 [8].

### 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<sub>i</sub> estão apresentadas na Tabela 1.

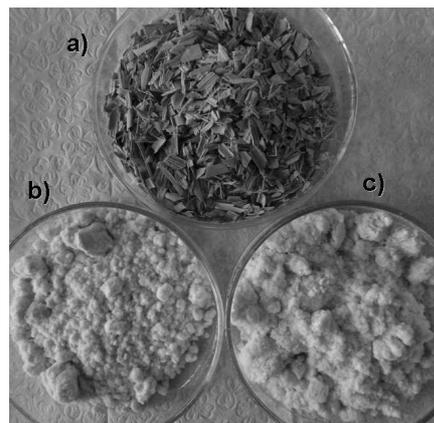


Fig 1: Amostras de folhas de gravatá moídas (a); branq\_1 (b) e; branq\_2 (c).

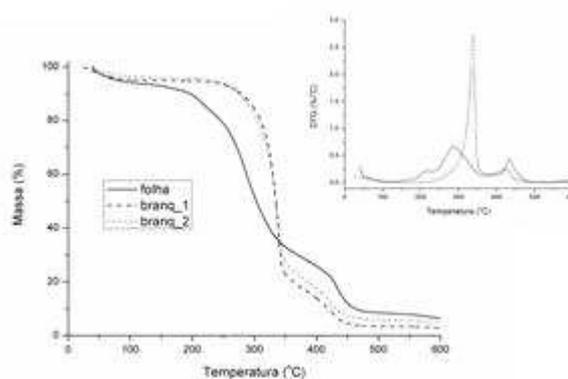
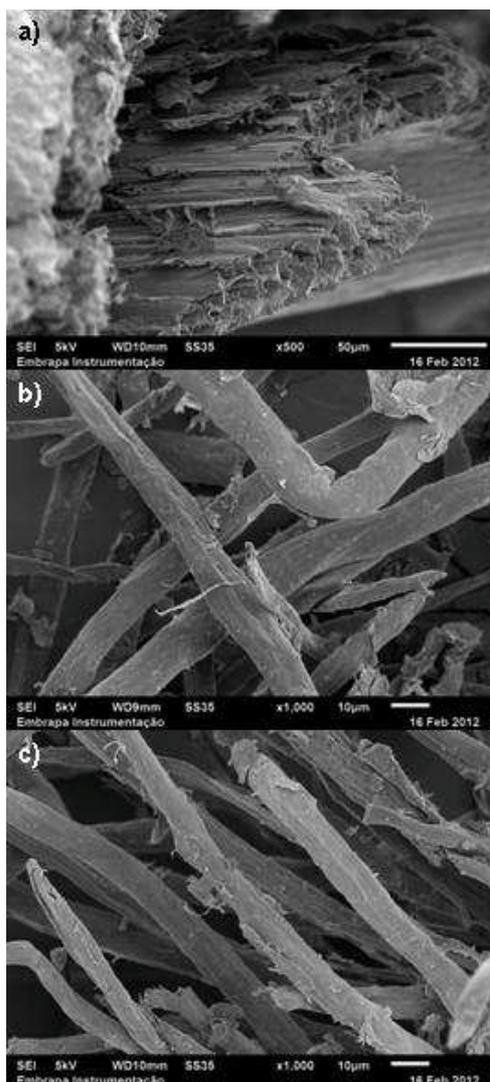


Fig 2: Curvas TG/DTG dos materiais.

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 [9].

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.

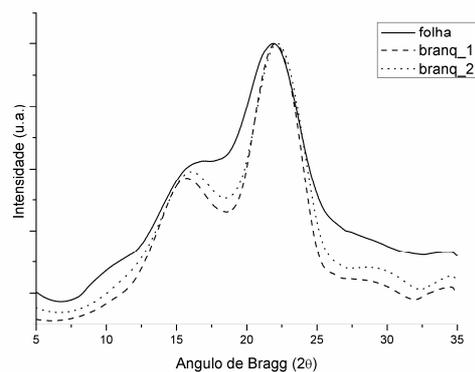


**Fig 3:** Fotografias de MEV de folhas de gravatá no sentido longitudinal à fibra (a); gravatá branq\_1 (b) e; gravatá branq\_2 (c).

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 ( $15^\circ$ ,  $17^\circ$  e  $22^\circ$ ) [10]. No entanto é possível observar que há uma maior definição dos picos referentes aos materiais branqueados, indicando uma maior cristalinidade, e conseqüentemente um maior teor de celulose. Os branqueamentos foram efetivos na retirada de materiais amorfos das folhas, e suas respectivas cristalinidades estão apresentadas na Tabela 1.

**Tabela 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
$T_i$ (°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  $T_i$  na faixa de  $250^\circ\text{C}$  e 80% de cristalinidade. Os tratamentos foram eficientes na remoção de hemicelulose e lignina, originando microfibrilas com diâmetro na faixa dos  $10\mu\text{m}$ . 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

1. M.A.Samir; S.A.Alloin; A.Dufresne. *Biomacromol*, 2005, 6, 612.
2. M.A.Hubbe; O.J.Rojas; L.A.Lucia;M.Sain, *BioResources*, 2008, 3, 929.
3. S. Kalia; B.S.Kaith; I.Kaur, *Polym. Eng. Sci.*, 2009, 49, 1253.
4. A.Pott; V.J.Pott. *Plantas do Pantanal*. Brasília, 2004, 320.
5. V.B.Carmona, MSc. Universidade Federal de São Carlos, 2011.
6. V.B.Carmona in Anais do 3rd FBPOL, Florianópolis, 2011, Vol. 1, B103.
7. J.X.Sun; X.F.Sun; H.Zhao; R.C.Sun. *Polym. Degrad. and Stab.* 2004, 84, 331.
8. Y.Oh; D.I.Yoo; Y.Shin; H.Y.Kim; Y.S.Chung; W.H.Park; J.H.Youk. *Carbohydr. Res.* 2005, 340, 2376.
9. F.Tomczak; T.H.D.Sydenstricker; K.G. Satyanarayana. *Comp. Part A.* 2007, 38, 1710.
10. D.Klemm; B.Heublein; H-P.Fink ; A.Bohn. *Polym. Sci.* 2005, 44, 2.