

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

AVALIAÇÃO PRELIMINAR DO POTENCIAL DE FIBRAS AMAZÔNICAS PARA EXTRAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE

Alessandra de Souza Fonseca¹, Joabel Raabe¹, Livia Mara Silva Dias¹, Ana Elisa Rodarte Baliza¹,
Gustavo Henrique Denzin Tonoli¹, Raimundo Vasconcelos², José Manoel Marconcini³

Universidade Federal de Lavras, Departamento de Ciências Florestais, Programa de Pós Graduação em
Ciência e Tecnologia da Madeira (UFLA-DCF-PPGCTM); Laboratório de Materiais de Engenharia da
Universidade Federal do Amazonas (UFAM); Laboratório Nacional de Nanotecnologia para o Agronegócio
da Embrapa Instrumentação. adnax_florestal@hotmail.com

Projeto Componente: PC5 **Plano de Ação:** PA5

Resumo

O objetivo do trabalho foi avaliar as propriedades químicas e morfológicas de diferentes materiais lignocelulósicos da Amazônia, considerando seu potencial para extração de nanocristais de celulose. De acordo com a análise química do material estudado, a fibra de tucum e de jacitara são os materiais com maior conteúdo de celulose, e portanto maior potencial para extração de nanocristais de celulose. Entretanto, a caracterização morfológica e parâmetros anatômicos calculados (EP e FP) não se mostraram como bons índices para análise preliminar do potencial do material lignocelulósico quando a proporção de fibras é menor em relação aos demais elementos celulares que constituem o material lignocelulósico.

Palavras-chave: nanocristais de celulose; materiais lignocelulósicos; análise química; análise morfológica.

Introdução

Embora a Amazônia seja conhecida, mundialmente, por sua grande biodiversidade, a flora que abriga espécies lenhosas e não lenhosas de grande potencialidade socioeconômica em escalas micro e macrorregionais ainda é pouco conhecida.

A extração de espécies lenhosas é o principal foco da atividade florestal na Amazônia, mas a crescente demanda por fontes lignocelulósicas para atender às necessidades da emergente e globalizada “economia verde” vem estimulando a realização de pesquisas para desenvolver e ofertar novos materiais que sejam provenientes de produtos florestais não madeireiros, como as fibras vegetais, que são recursos abundantes e passíveis de manejo, tendo como vantagens: (i) um menor ciclo de rotação, (ii) maior aproveitamento da matéria-prima extraída, e (iii) possibilidade de utilizar o sub-bosque da floresta sem alterar suas características ecológicas. Entretanto, ainda existe falta de informações tecnológicas sobre as diferentes fibras da Amazônia.

Existe também a necessidade de agregar valor econômico aos materiais da floresta, e portanto com o advento da nanotecnologia para o desenvolvimento de novos materiais, a utilização de nanocristais de celulose pode ser uma alternativa

interessante para múltiplos usos como, por exemplo: reforço em compósitos, filmes alimentícios, embalagens funcionais, materiais cirúrgicos, entre outros. Diversas pesquisas tem demonstrado que estes nanocristais também podem ser uma alternativa interessante do ponto de vista técnico e ambiental, quando comparado aos materiais convencionais. As principais fontes desses nanocristais de celulose são os materiais lignocelulósicos, que tem em sua constituição química e morfologia de seus elementos celulares, os parâmetros considerados relevantes para a escolha de novas fontes de nanocristais de celulose.

Nesse sentido, o objetivo deste trabalho foi avaliar as propriedades químicas e morfológicas de diferentes materiais lignocelulósicos da Amazônia, considerando seu potencial para extração de nanocristais de celulose.

Materiais e métodos

Espécies amazônicas não madeireiras produtoras de fibras vegetais, provenientes do manejo e extrativismo de matas nativas do Estado do Amazonas, foram coletadas no município de São Gabriel da Cachoeira situado na bacia do Alto Rio Negro a 852 km, a extremo noroeste de Manaus (AM). A fibra de tucum (*Astrocaryum* sp.), a fibra

de jacitara (*Desmoncus polyacanthos* Mart.), o cipó titica (*Heteropsis* sp.), além do miolo de cipó ambé (*Philodendron* sp.) e o bucho de arumã (*Ischnosiphon* sp.) foram cedidos por comunidades ribeirinhas, para execução do presente trabalho. O material foi coletado de diversos indivíduos e em diferentes áreas, sendo a amostragem composta por vários indivíduos sem uma definição exata da área de coleta e da posição vertical no vegetal.

Análise química

Os materiais lignocelulósicos foram moídos em moinho de facas tipo Willey e assim classificados em peneiras sobrepostas, sendo utilizada para as análises a alíquota que ficou retida entre as peneiras de 40-60 mesh. Para a determinação e quantificação dos constituintes químicos presentes nos diferentes materiais foram utilizados as normas e procedimentos conforme descrito na Tab 1.

Tab 1. Metodologias utilizadas para a quantificação dos constituintes químicos presentes nos materiais avaliados.

Análises químicas	Metodologia utilizada
Extrativos totais (EX)	NBR 14853 (ABNT, 2010)
Holocelulose (HO)	Browning (1963)
Celulose (CE)	Kennedy et al. (1987)
Hemiceluloses (HE)	HE(%)=HO(%) - CE(%)
Cinzas (CZ)	NBR 13999 (ABNT, 2003)
Lignina (LI)	NBR 7989 (ABNT, 2010)

Caracterização morfológica

Para a caracterização morfológica do componente anatômico de interesse (fibra), foi necessário realizar a dissociação dos elementos celulares dos materiais vegetais, conforme procedimento descrito por Fonseca et al. (2013). Com auxílio de um microscópio de luz Olympus BX 41 e do software de análise de imagem Wincell Pro, foram mensuradas as variáveis comprimento da fibra, diâmetro do lúmen e diâmetro da fibra.

Na ausência de uma norma específica para monocotiledôneas, a mensuração foi realizada conforme as normas e procedimentos da *International Association of Wood Anatomists* (IAWA COMMITTEE, 1989), utilizada para dicotiledôneas. Os parâmetros anatômicos: espessura da parede (EP) e fração parede (FP), das fibras avaliadas foram calculados segundo equações descritas por Guimarães Jr. et al. (2010).

Resultados e discussão

Análise química

A Tab 2 apresenta os valores médios para os constituintes químicos dos materiais lignocelulósicos analisados.

Tab 2. Valores médios dos constituintes químicos do material analisado.

Constituintes químicos	Materiais				
	Ambé	Titica	Arumã	Jacitara	Tucum
Celulose (%)	33,49	35,13	50,66	65,00	75,54
Hemiceluloses (%)	34,13	45,06	22,23	12,89	11,28
Ligninas (%)	28,25	34,10	25,44	16,52	3,81
Extrativos (%)	7,54	3,14	4,11	4,95	4,85
Cinzas (%)	0,97	0,84	0,48	0,44	1,87

A celulose, um polissacarídeo formado por unidades repetidas de glucose ligadas entre si por ligações β 1-4, caracteriza-se por apresentar arranjos intercalados de regiões cristalinas (altamente ordenadas) e amorfas (desordenadas) (KLEMM et al., 2005). Assim, o isolamento e obtenção de nanocristais a partir do material vegetal dependem diretamente da proporção dessas regiões cristalinas e da quantidade de celulose presente no material, bem como do teor de ligninas e hemiceluloses, uma vez que interferem no processo de extração, sendo necessário, em muitos casos, pré-tratamento para remoção destes componentes (KHALIL et al., 2012). Portanto, o tucum e a jacitara foram os materiais que apresentaram os teores mais elevados de celulose e menores teores de ligninas e hemiceluloses, sendo portanto, nesta avaliação preliminar os materiais lignocelulósicos mais apropriados para a produção de nanocristais de celulose. O fato de o miolo do cipó ambé apresentar mais extrativos (7,54 % em massa) também pode ser um fator negativo para a obtenção dos nanocristais.

Características morfológicas

Os valores médios das características morfológicas, bem como os resultados médios dos parâmetros calculados são apresentados na Tab. 3.

Considerando os resultados obtidos na análise química (Tab 2) e o fato de que a celulose é o componente majoritário da parede celular das fibras, os resultados dos parâmetros espessura da parede (EP) e fração parede (FP) não representaram bons índices para verificar o potencial dos materiais lignocelulósicos como fonte de nanocristais. Apesar de o cipó titica e o miolo do cipó ambé apresentarem maiores valores de espessura de parede ($5,4 \pm 1,6$; $6,2 \pm 1,4$ μm) e fração parede (68,5; 40,8%), a análise química mostrou que a hemicelulose é o maior constituinte da parede celular nestes materiais lignocelulósicos.

Tab 3. Valores médios e de desvio padrão das variáveis analisadas e dos parâmetros calculados.

Dimensões	Ambé	Titica	Arumã	Jacitara	Tucum
Comp. fibra (mm)	1,8±0,3	1,3±0,3	2,1±0,9	1,6±0,4	1,4±0,3
Diâmetro fibra (µm)	31,0±1,3	15,7±3,6	26,6±5,8	26,3±1,2	9,8±1,2
Diâmetro lúmen (µm)	18,1±1,4	4,9±2,0	17,5 ± 4,7	17,4±1,3	6,0 ± 1,3
Parâmetros					
EP (µm)	6,2±1,4	5,4±1,6	4,6±1,6	4,2±1,3	1,9±1,2
FP (%)	40,8	68,5	34,4	33,2	38,5

Embora, os parâmetros fração parede e espessura de parede pudessem figurar como características indicativas para a escolha de materiais promissores para a extração de nanocristais de celulose, os resultados mostraram que a análise química deve ser considerada. Espécies vegetais não lenhosas costumam apresentar menor proporção de fibras em relação aos demais elementos celulares. As fibras se localizam em regiões limitadas dentro de cada feixe vascular depositado no tecido parenquimático fundamental que constitui seu corpo vegetal. No caso do cipó titica e do miolo do cipó ambé, por estas serem espécies de lianas, apresentam grande proporção de vasos condutores e células parenquimáticas em relação às fibras.

Conclusões

Considerando a análise química do material estudado, a fibra de tucum e de jacitara são os materiais com maior conteúdo de celulose e portanto maior potencial para extração de nanocristais de celulose. Entretanto a caracterização morfológica e parâmetros anatômicos calculados (EP e FP) não se mostraram como bons índices para análise preliminar do potencial do material lignocelulósico quando a proporção de fibras é menor em relação aos demais elementos celulares que constituem o material lignocelulósico.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, FAPEMIG, Finep, CAPES, Projeto MP1 Rede Agronano – Embrapa, e Rede Brasileira de Pesquisa em

Compósitos e Nanocompósitos Lignocelulósicos – RELIGAR.

Referências

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). NBR 13999: determinação do resíduo (cinza) após a incineração a 525°C, ABNT, Rio de Janeiro: ABNT, 2003. 4p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). NBR 14853: determinação do material solúvel em etanol-tolueno e em diclorometano e em acetona. Rio de Janeiro: ABNT, 2010. 3p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). NBR 7989: pasta celulósica e madeira - Determinação de lignina insolúvel em ácido. Rio de Janeiro: ABNT, 2010. 6p.
- BROWNING, B.L. The Chemistry of Wood. Interscience. 1st ed. Interscience Publisher, 1963. 689 p.
- FONSECA, A.S.; MORI, F.A.; TONOLI, G.H.D.; SAVASTANO JUNIOR, H.; FERRARI, D.L.; MIRANDA, I.P.A. Properties of an Amazonian vegetable fiber as a potential reinforcing material. *Industrial Crops and Products*, v. 47, p. 43– 50, 2013.
- 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, p. 442–456, 2010.
- IAWA Committee. IAWA list of microscopic features for hardwood identification. *IAWA Journal*, v. 10, p. 219–332, 1989.
- KENNEDY, F.; PHILLIPS, G. O.; WILLIAMS, E. P. A. *Wood And Cellulosics: Industrial Utilization, Biotechnology, Structure And Properties*, Ellis Horwood. Chichester: E. Horwood, 1987, 1130 p.
- KHALIL, A. H. P. S.; BHAT, A. H.; YUSRA, I. A. F. Green composites from sustainable cellulose nanofibrils: A review. *Carbohydrate Polymers*, v. 87, p. 963– 979, 2012.
- KLEMM, D., HEUBLEIN, B., FINK, H.-P.; BOHN, A. Cellulose: Fascinating biopolymer and sustainable raw material. *Angewandte Chemie International Edition*, v. 44, n. 22, p. 3358–3393, 2005.