

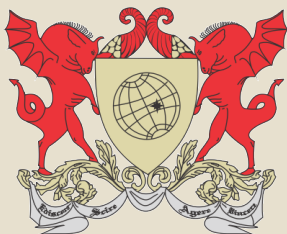
**ABTCP 2015**

48º CONGRESSO E EXPOSIÇÃO  
INTERNACIONAL DE CELULOSE E PAPEL

48º CONGRESSO INTERNACIONAL DE CELULOSE E PAPEL  
1ª CONFERÊNCIA IBEROAMERICANA SOBRE BIOECONOMIA



# DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES E COMPÓSITOS DE FONTES RENOVÁVEIS



**Everton Geraldo Ladeira de Carvalho (UFV)**

Deusanilde de Jesus Silva (Orientadora – UFV)

José Mauro de Almeida (UFRB)

Nilda de Fátima Ferreira Soares (UFV)

José Humberto de Queiroz (UFV)

Álvaro Vianna Novaes de Carvalho Teixeira (UFV)

REALIZAÇÃO



CORREALIZAÇÃO



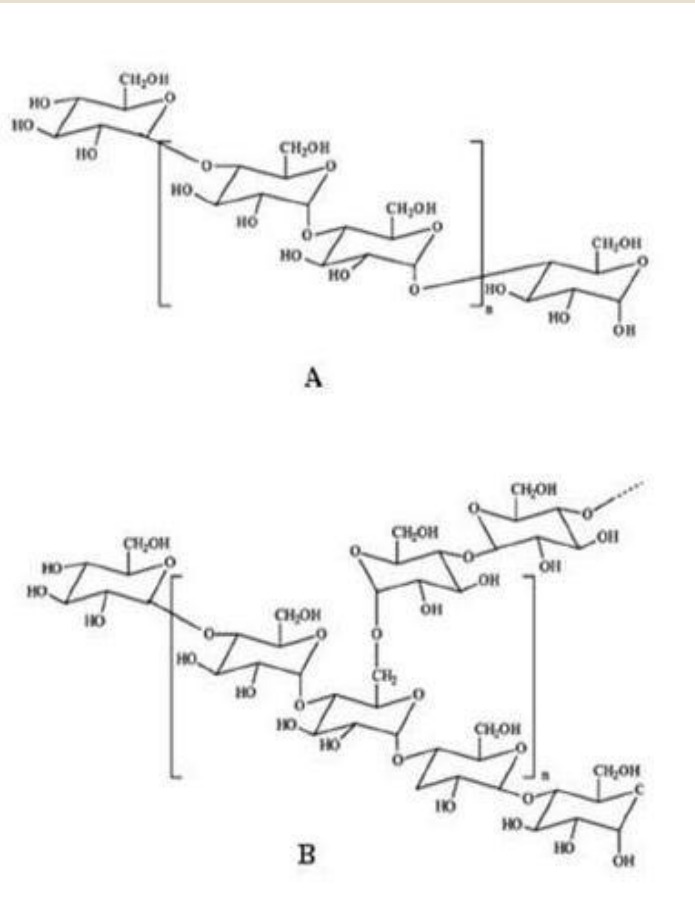


# OBJETIVO

- Aplicação de nanocristais de celulose como reforço em filmes de amido termoplástico
- Caracterização:
  - Transparência
  - Microscopia
  - Espessura
  - Hidrofilicidade
  - Biodegradabilidade



# BIOPLÁSTICOS

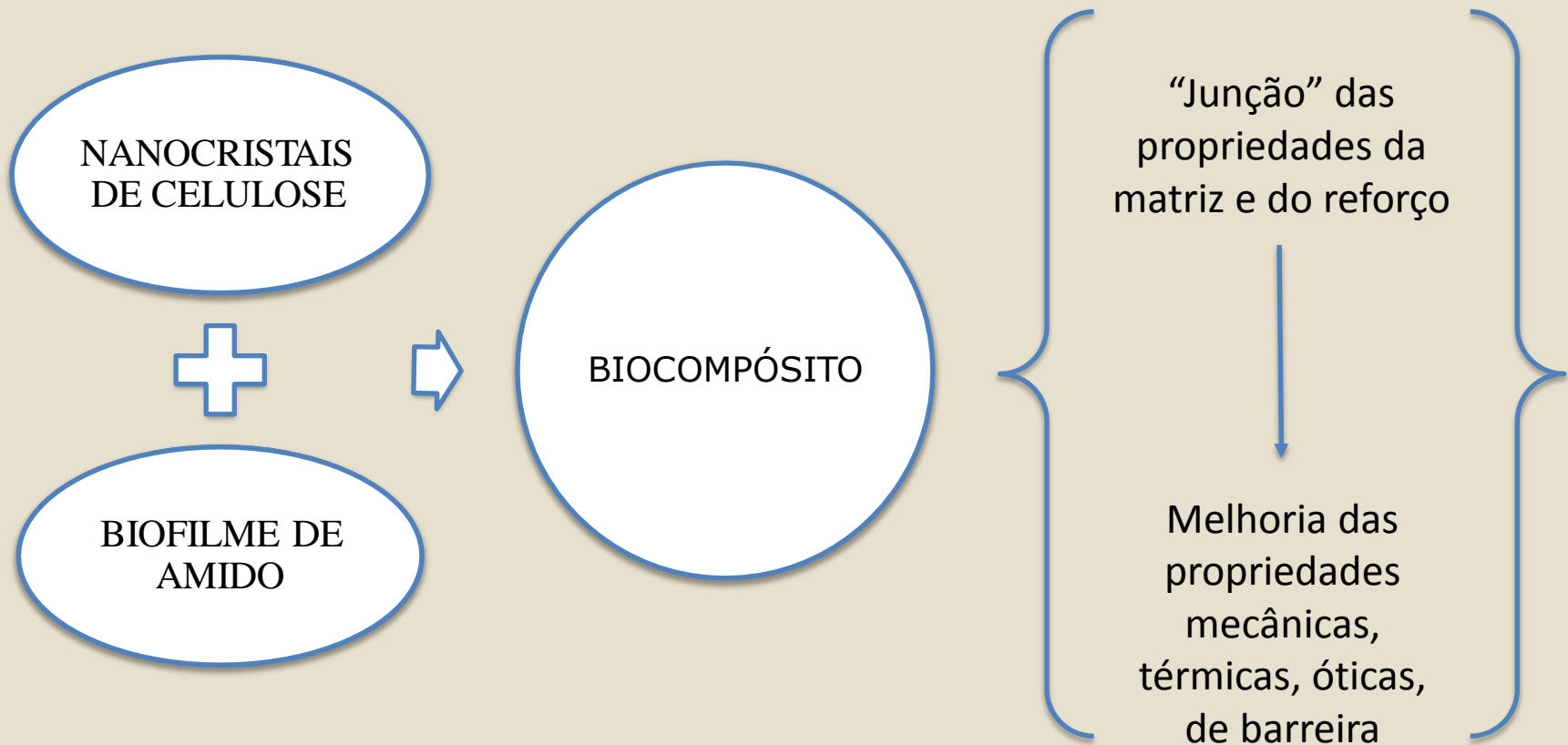


Estruturas da amilose (A) e da amilopectina (B)

- ❖ “Era dos plásticos” (Morales et al., 2011);
- ❖ Filmes biodegradáveis e de fonte renovável;
- ❖ Amido Termoplástico:
  - ❖ Amilose e Amilopectina;
  - ❖ Mandioca, batata, milho, entre outros;
- ❖ Desvantagem: não possuem as mesmas propriedades dos plásticos comuns



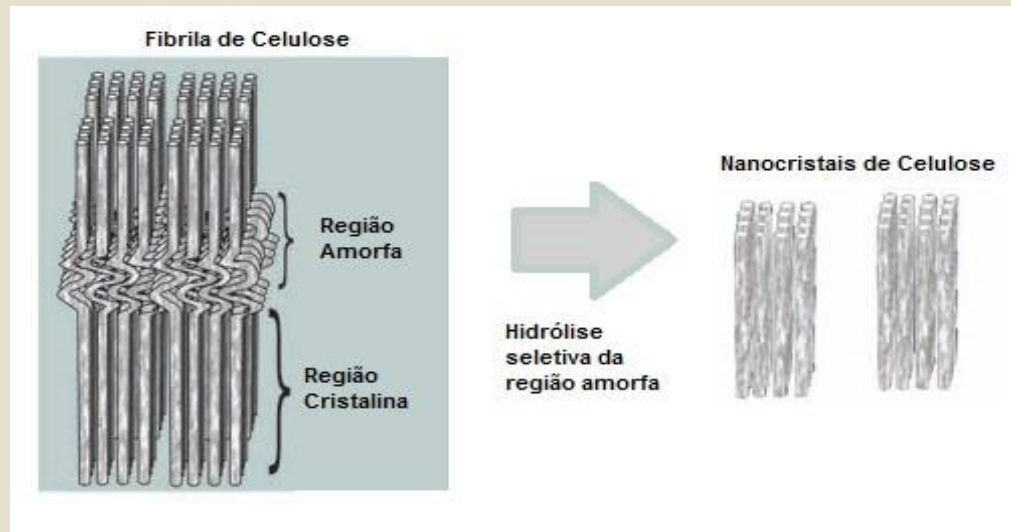
# BIOCOMPÓSITOS



(Cao, 2009; Medeiros, 2014; Nasser, 2014)



# NANOCRISTAIS DE CELULOSE



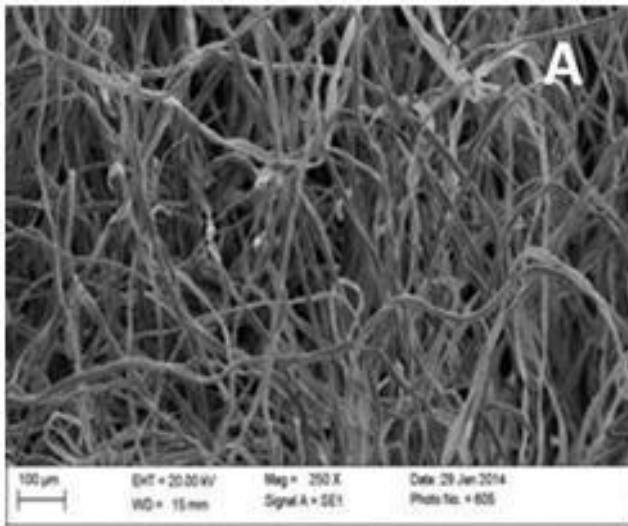
Fonte: Silva *et al.* (2009) adaptado

- ❖ Matérias-primas: palha de arroz, fibras de dendê e algodão, serragem de eucalipto, etc.
- ❖ Alta resistência e baixa densidade específica;



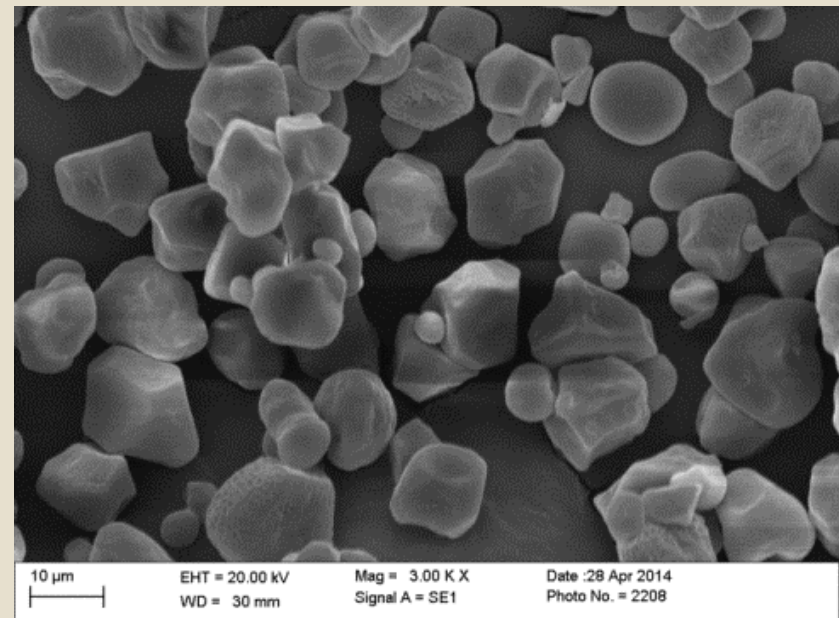


# MATERIAIS



Fotomicrografia em microscopia eletrônica de varredura (MEV) de amostras de **fibra de algodão**

Fotomicrografia em microscopia eletrônica de varredura (MEV) de amostras de **amido neutro**





# PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- ❖ Obtenção dos nanocristais de celulose
- ❖ Confeção dos filmes de amido;
- ❖ Avaliação dos filmes;
  - ❖ Microscopia eletrônica de varredura (MEV);
  - ❖ Espessura;
  - ❖ Resistência mecânica;
  - ❖ Hidrofilicidade;
  - ❖ Biodegradabilidade



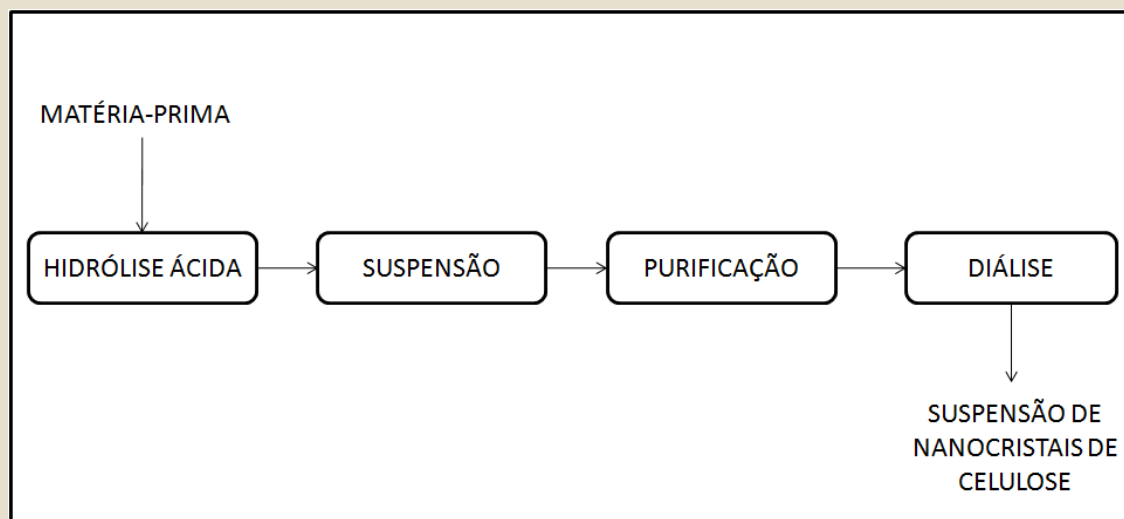
# NANOCRISTAIS DE CELULOSE

## HIDRÓLISE:

$H_2SO_4$  65%(m/m)  
Temperatura – 50°C  
Tempo 30 min

## SUSPENSÃO

Centrifugação 3500 rpm  
3 ciclos de 15 min  
Suspensão leitosa



## PURIFICAÇÃO

Centrifugação 12000 rpm  
Eliminação de impurezas

## DIÁLISE:

Membrana de celulose regenerada  
Correção de pH >5

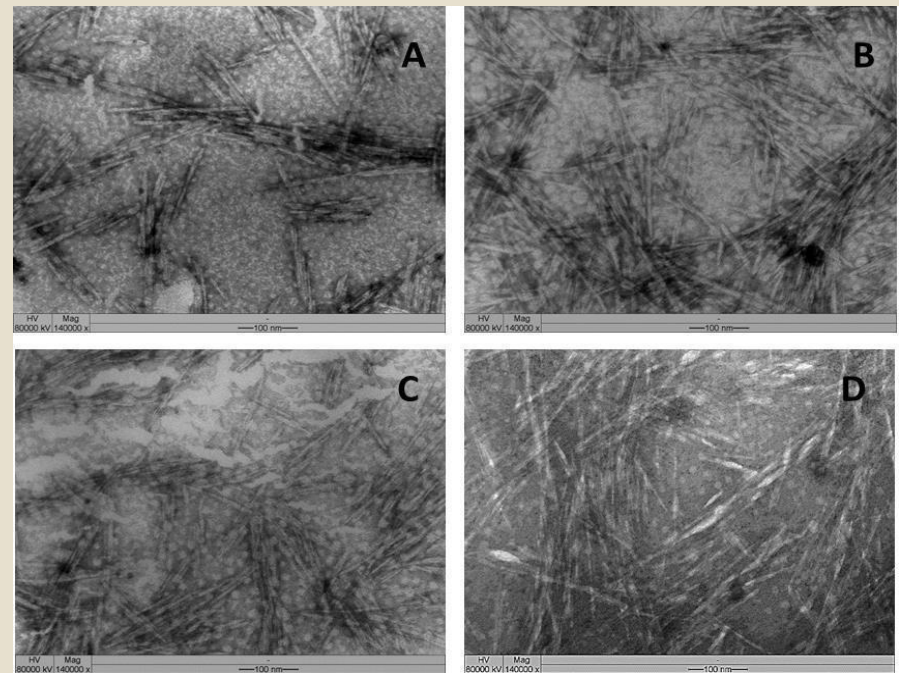




# OBTENÇÃO DOS NANOCRISTAIS



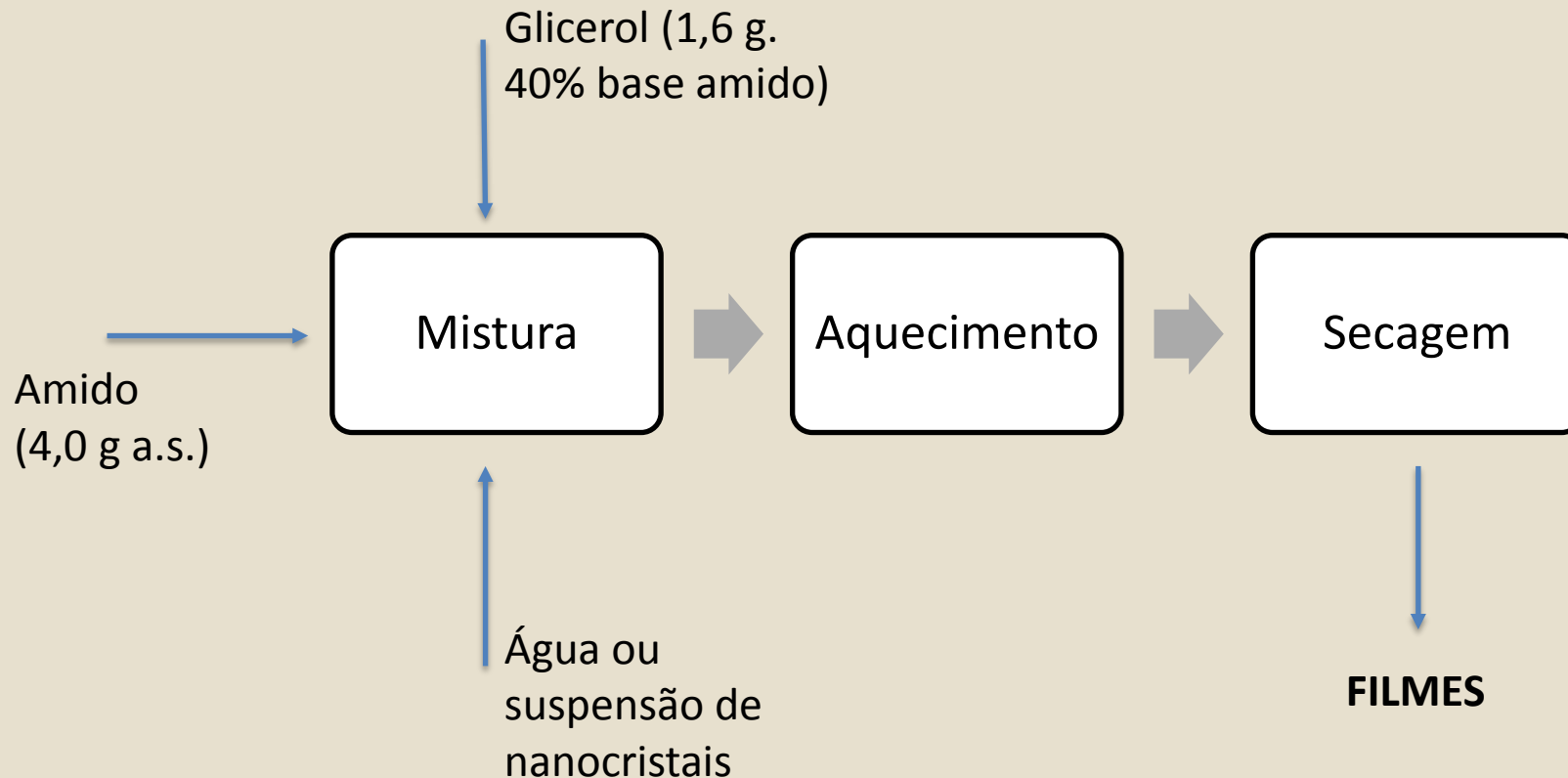
Suspensão de nanocristais concentrada (esquerda) e diluída (direita)



Fotomicrografias dos nanocristais de celulose em diferentes ampliações

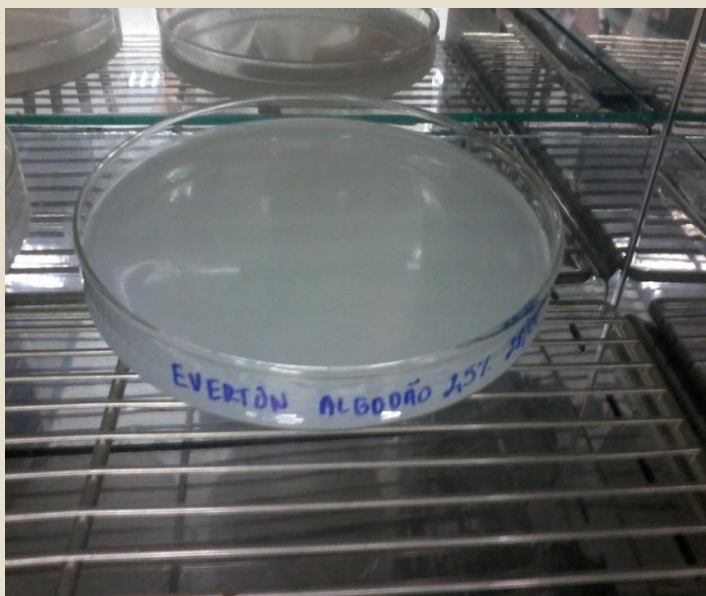


# PRODUÇÃO DOS FILMES





# PRODUÇÃO DOS FILMES



**Teor de nanocristais (m/m):**  
ALG 0%; ALG 0,5%; ALG 1,5%;  
ALG 2,5%

**Aquecimento:**  
Temperatura:  $90 \pm 3$  °C  
Tempo: 20 min  
Agitação constante

**Secagem:**  
Estufa de circulação forçada  
Técnica “casting”  
Tempo: 48 horas  
Temperatura:  $25 \pm 3$  °C



# AValiação EM MEV

## Preparo dos filmes

Corte com dimensões aproximadas de 0,5 cm x 0,5 cm

## Preparo das amostras

Congelamento  
Quebra em fragmentos menores

Fixação dos fragmentos em suporte

Metalização das superfícies

## MEV

Obtenção da imagem da superfície do filme

Obtenção da imagem da espessura



# ENSAIO DE TRAÇÃO

## Espessura

Cortes 2 cm x 10 cm

Medidas em 5 pontos diferentes (4x)

## Ensaio mecânico

Equipamento INSTRON 3367 (foto)

Carga 1 kN

Velocidade 12,5 mm/min

Distância entre garras 5 cm

## Propriedades medidas

Carga máxima de ruptura (N)

Alongamento na ruptura (%)

Módulo de elasticidade (N/mm)







# HIDROFILICIDADE

Amostras de filmes são  
fixadas em lâminas

Uma gota de água é  
colocada sobre o filme

3 medidas de ângulo em  
cada amostra

Comparação com amostra  
de plástico comercial (PE)



Goniômetro Kruss, Easy Drop





# BIODEGRADABILIDADE

Quantificação de açúcares redutores totais – **Método DNS**

## Hidrólise

7 mg de filme  
25  $\mu$ L enzima  $\alpha$ -  
amilase  
975  $\mu$ L tampão  
fosfato e cloreto de  
sódio  
Temperatura  
ambiente, 10 min

## Oxi-redução

1 mL DNS  
Temperatura:  
100 °C  
Tempo: 5 min

## Espectofotômetro

Diluição 5x  
Medidas de  
absorvância a 540  
nm

Comparação com curva padrão de glicose

Controle (-) → sem enzima

Teste inicial → DNS colocado no início

Branco → sem amostra de filme

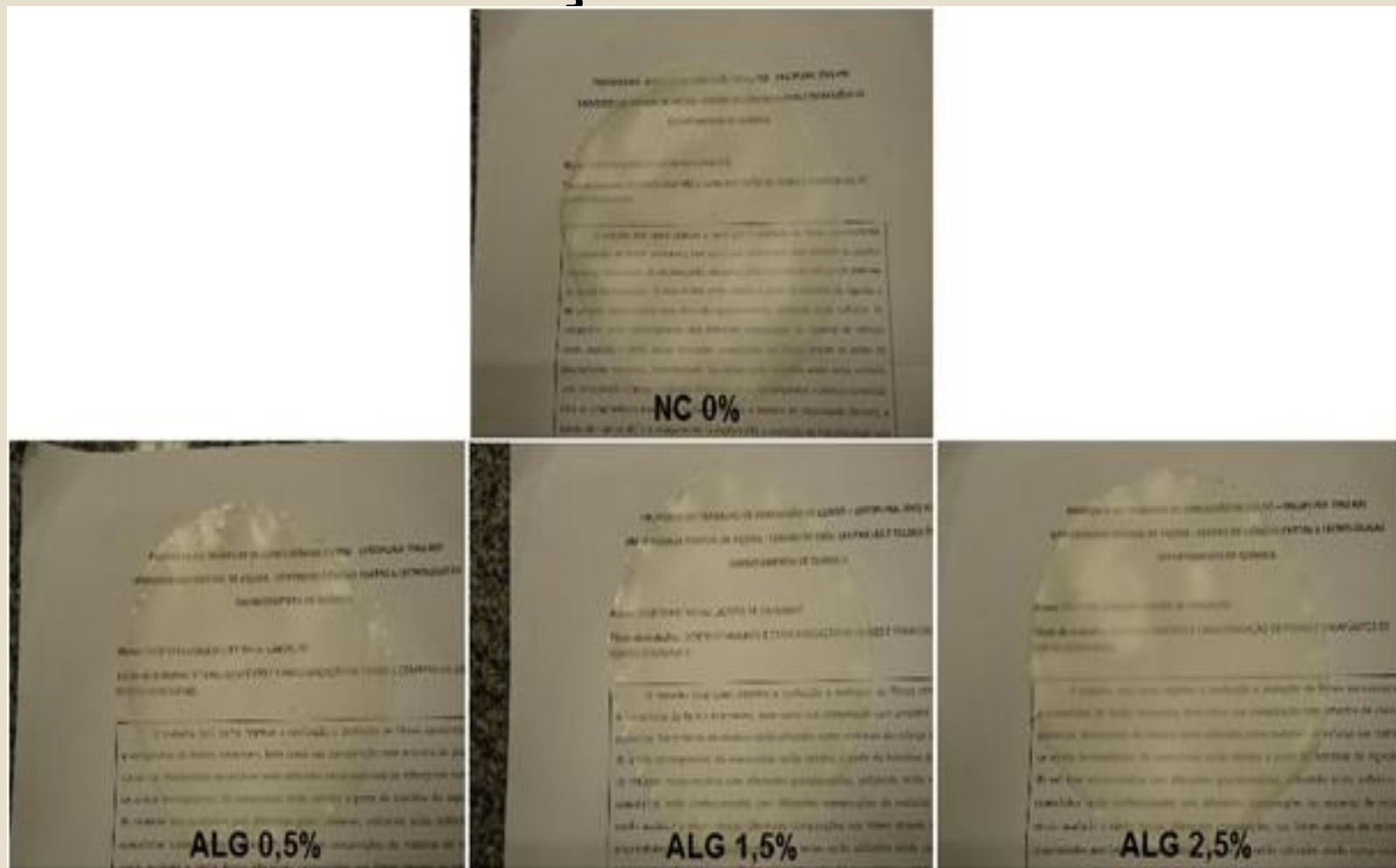


# RESULTADOS

- ❖ Confecção dos filmes de amido;
- ❖ Avaliação dos filmes;
  - ❖ MEV;
  - ❖ Resistência mecânica;
  - ❖ Hidrofilicidade;
  - ❖ Biodegradabilidade

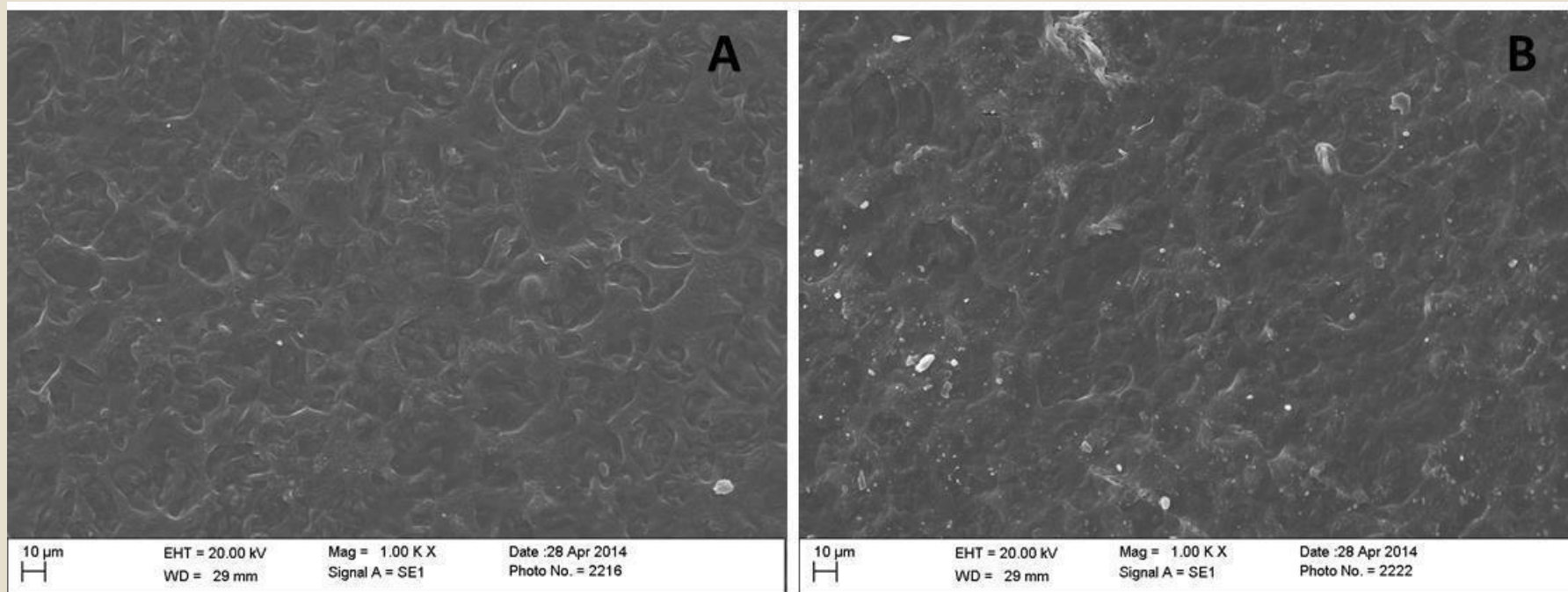


# PRODUÇÃO DOS FILMES





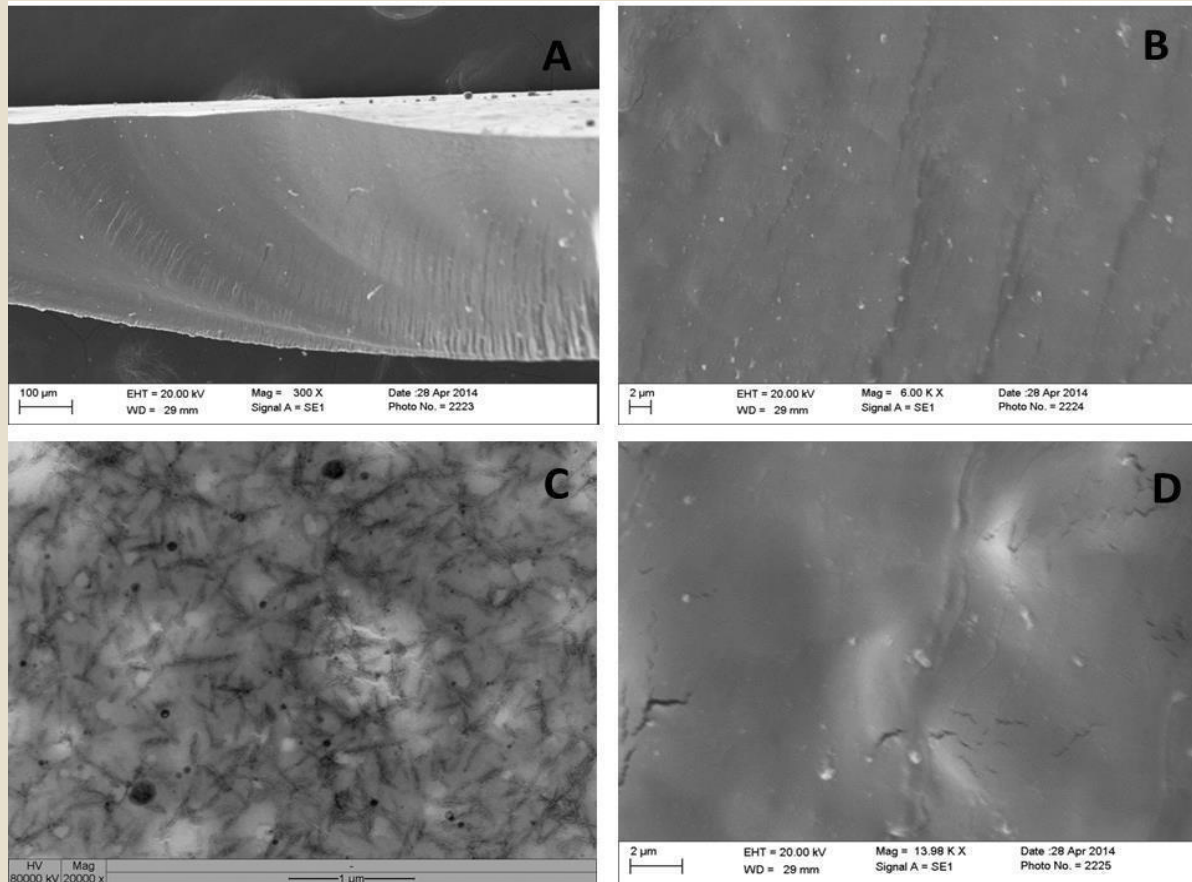
# CARACTERIZAÇÃO EM MEV



(A) Filme sem nanocristais e (B) compósito amido com nanocristais de fibra de algodão 0,5%



# CARACTERIZAÇÃO EM MEV

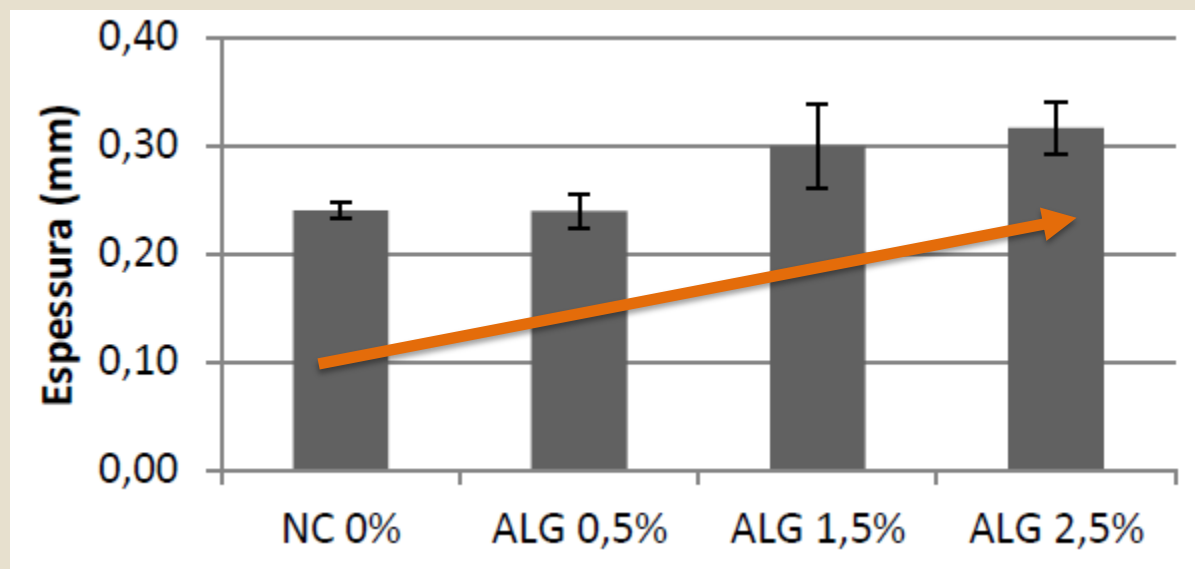


Imagens da face espessura em diferentes ampliações (A,B,D)  
Fotomicrografia dos nanocristais de celulose puros (C)





# ESPESSURA

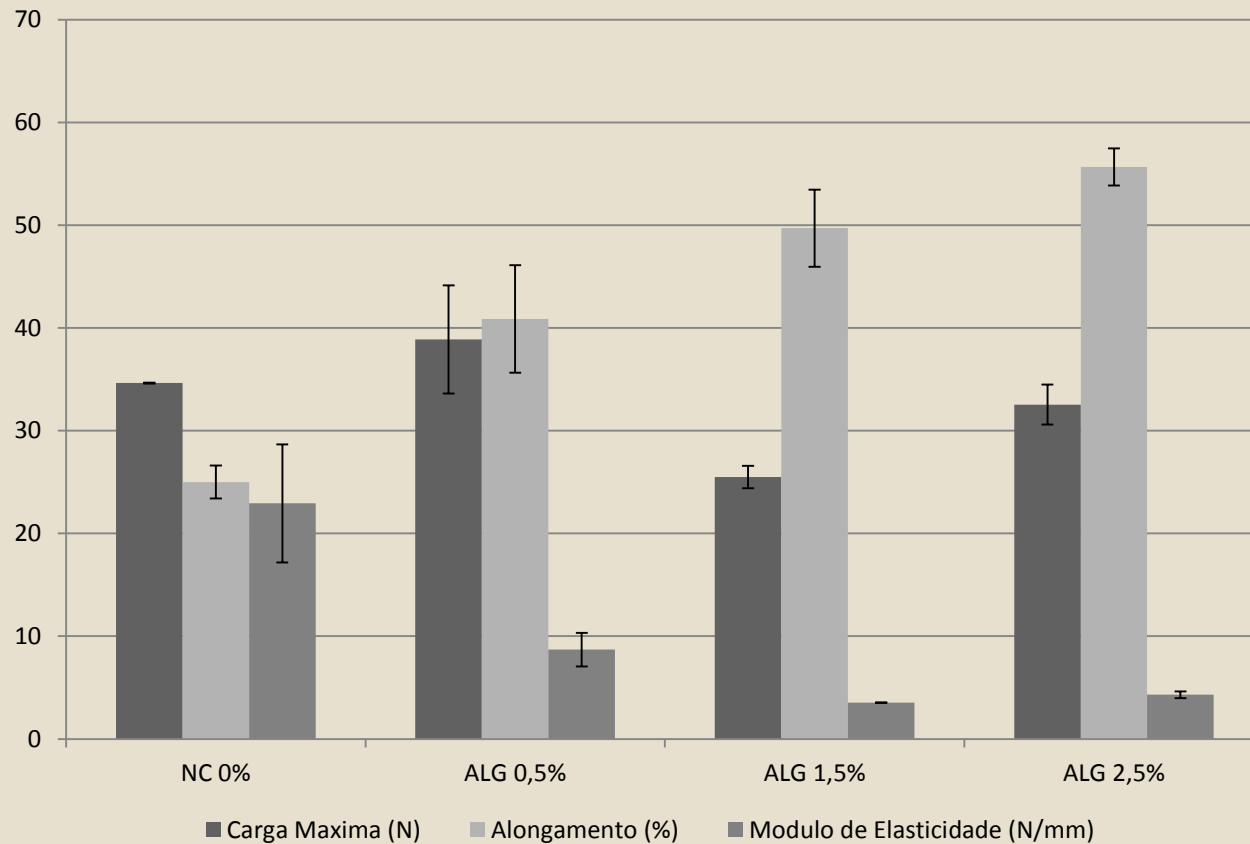


Uma hipótese é que a presença de maior número de nanocristais teria maior interação com os grupos hidroxilas das moléculas no amido de maneira atrativa, causando a retração do filme. Maior número de ligações de hidrogênio formadas durante a secagem do filme pode ter influenciado na retração dos filmes



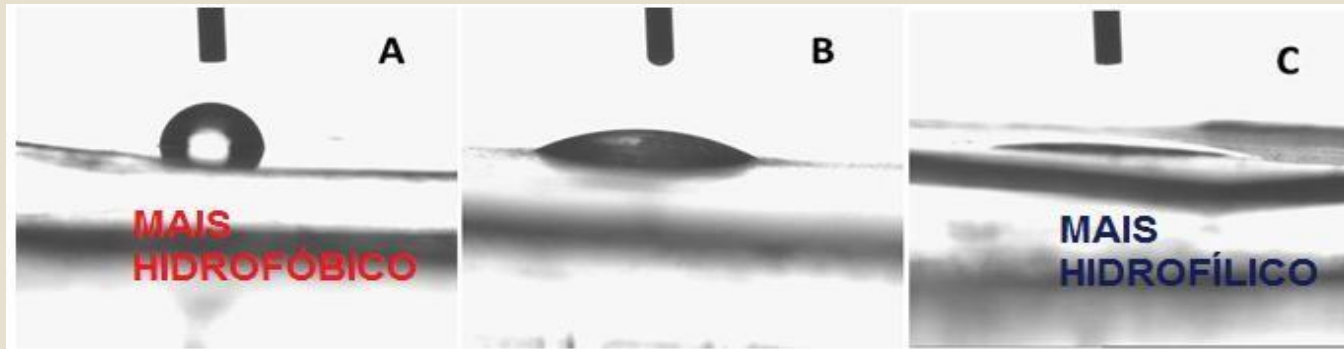


# RESISTÊNCIA MECÂNICA

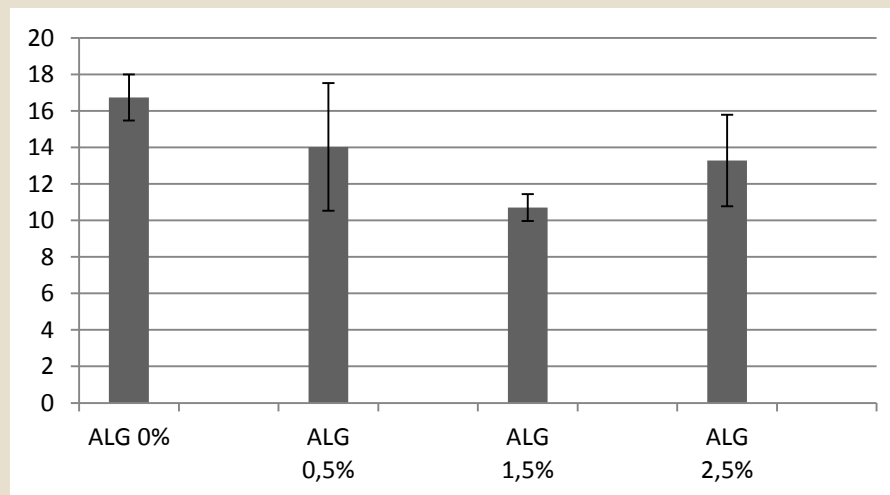




# HIDROFILICIDADE



(A) Filme plástico, (B) ALG 0% e (C) ALG0,5%

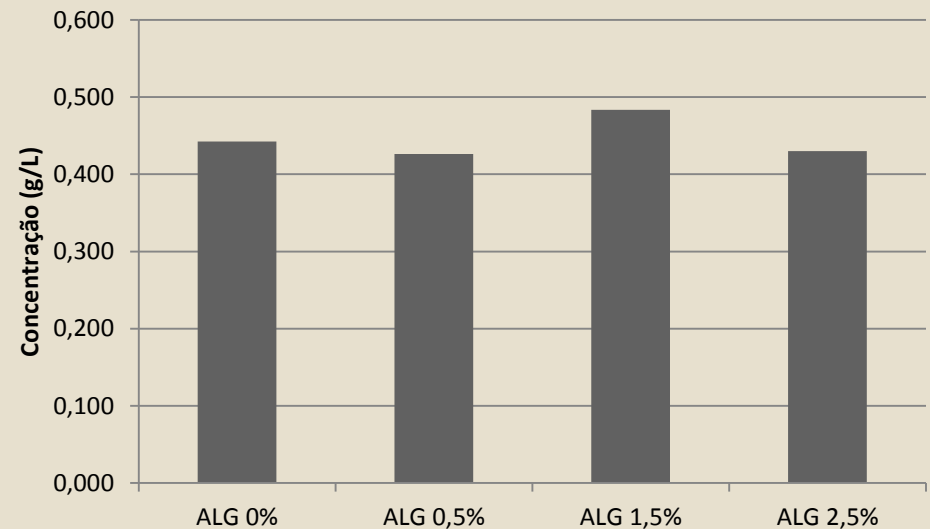




# BIODEGRADABILIDADE



Concentração degradada



~6% do filme foi degradado

Produção de amilase na natureza por fungos

Plástico se degrada na ordem de séculos (GUAMÁ,2009)

Testes futuros em condições reais



# CONCLUSÕES

- ❖ Nanocristais em forma dispersa e individualizada, apresentando-se em formato de agulha com elevada razão de aspecto;
- ❖ A técnica casting se mostrou eficaz na produção dos filmes
- ❖ A transparência dos compósitos não foi influenciada pela presença de nanocristais nas concentrações utilizadas neste trabalho;
- ❖ A utilização do MEV não foi suficiente para observação dos nanocristais na estrutura dos compósitos;
- ❖ Os testes de resistência mecânica não resultaram como esperado, tendo o módulo de elasticidade diminuído e a deformação aumentada. Nada foi possível concluir quanto à carga máxima suportada.
- ❖ A biodegradabilidade dos filmes foi comprovada e a presença do reforço não alterou significativamente essa condição;
- ❖ Os filmes se mostraram altamente hidrofílicos quando comparados ao plástico comercial.



# SUGESTÕES

Estudo mais detalhado do isolamento de nanocristais de celulose de diferentes biomassas;



Utilização de maiores concentrações de nanocristais;



Técnica de blocagem em resina e imagens em MET para visualização dos nanocristais suas distribuição nos filmes;



Avaliação das propriedades mecânicas dos compósitos, e das propriedades de barreira;



Estudo da biodegradabilidade em ambiente real.



# AGRADECIMENTOS

À Professora Deusanilde de Jesus Silva;  
Aos colegas de laboratório Laura Batalha e Gustavo Santiago;  
Ao técnico Abelardo Barreto Mendonça Neto;  
Aos profissionais do Núcleo de Microscopia e Microanálise da  
Universidade Federal de Viçosa, Karla Gonçalves e Gilmar  
Valente.  
Ao Professor Sebastião de Tavares Resende e sua equipe;  
Ao Professor José Humberto de Queiroz e sua equipe, ao  
Professor Efraim Lázaro Reis e a técnica Odilaine Inácio Carvalho  
Damasceno;  
Ao Professor Álvaro Vianna Novaes de Carvalho Teixeira;  
À Professora Nilda e sua equipe;  
Ao Professor Nélio José de Andrade e ao mestrando José Felício  
Queiroz Fialho Júnior;



**ABTCP 2015**

48º CONGRESSO E EXPOSIÇÃO  
INTERNACIONAL DE CELULOSE E PAPEL

48º CONGRESSO INTERNACIONAL DE CELULOSE E PAPEL  
1ª CONFERÊNCIA IBEROAMERICANA SOBRE BIOECONOMIA



**OBRIGADO!**

**Contato:**

Everton Carvalho  
Engenheiro Químico  
Mestrando em Agroquímica

[everton.carvalho@ufv.br](mailto:everton.carvalho@ufv.br)

REALIZAÇÃO



CORREALIZAÇÃO

