

## DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE FONTES RENOVÁVEIS

Everton Geraldo Ladeira de Carvalho<sup>1</sup>, Deusanilde de Jesus Silva<sup>1</sup>, José Mauro de Almeida<sup>2</sup>, Nilda de Fátima Ferreira Soares<sup>1</sup>, José Humberto de Queiroz<sup>1</sup>, Álvaro Vianna Novaes de Carvalho Teixeira<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Viçosa, Brasil

<sup>2</sup>Universidade Federal do Recôncavo da Bahia, Brasil

### RESUMO

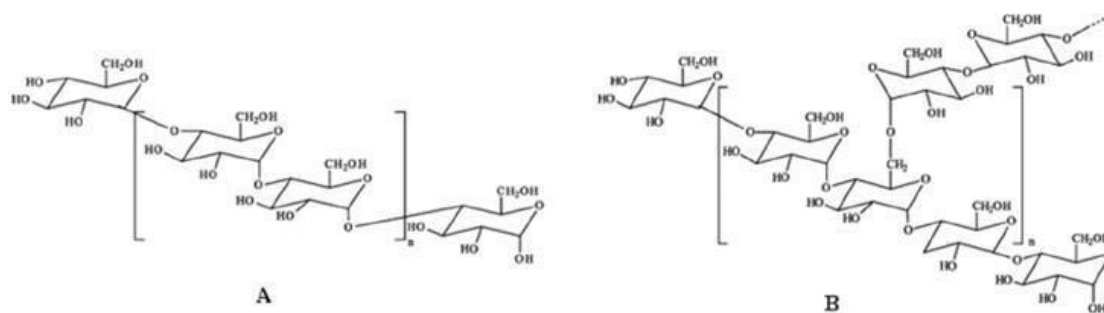
Neste trabalho, foram produzidos e avaliados filmes convencionais e compósitos de fontes renováveis, utilizando amido termoplástico como matriz polimérica e nanocristais de celulose como material de reforço. Os nanocristais de celulose foram produzidos em trabalhos anteriores a partir de fibras de algodão. Foram utilizadas diferentes concentrações do material de reforço, nomeadamente 0,0%, 0,5%, 1,5% e 2,5%, para investigação dos seus efeitos nas propriedades dos compósitos. Imagens em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) foram realizadas para avaliar as superfícies dos compósitos produzidos. A espessura de cada filme foi medida através de paquímetro digital, a hidrofiliabilidade através do teste de ângulo de contato com água e a biodegradabilidade foi avaliada através do teste de DNS (ácido 3,5 dinitrossalicílico) para quantificação de açúcares redutores. Amostras de filmes sem material de reforço foram confeccionadas a título de referência. De acordo com os resultados, pode-se observar que os filmes e compósitos foram satisfatoriamente produzidos pela técnica “casting” conforme imagens em MEV. O aumento da concentração do material de reforço provocou aumento na espessura e na hidrofiliabilidade dos filmes, e não alterou a transparência dos mesmos considerando a metodologia de avaliação utilizada. No ensaio de tração, contrariamente à literatura, foi observada tendência de aumento da deformação e diminuição do módulo de elasticidade com o incremento do material de reforço. A biodegradabilidade dos filmes foi comprovada pelo método utilizado e não foi influenciada pela presença do reforço.

**Palavras-chave:** Nanocristais de celulose; Fibras de algodão; Celuloses microcristalinas; Ângulo de contato; Microscopia Eletrônica de Transmissão.

### 1. INTRODUÇÃO

Atualmente, existe um interesse especial nos estudos de filmes biodegradáveis, tendo em vista que os filmes plásticos atuais são produzidos a partir de matérias-primas originadas do petróleo [1]. Diz-se nos dias de hoje que a humanidade vive na “era dos plásticos”, expressão que reflete a enorme influência desse produto no mundo moderno. Além dos plásticos atuais serem provenientes de fontes não renováveis, sua produção libera grande quantidade de dióxido de carbono, e ainda constituem fonte de lixo que se acumula no ambiente e não é degradado, prejudicando a fauna e a flora [2]. Diante desses aspectos negativos, surge uma alternativa que vem se consolidando no mercado mundial: o desenvolvimento de tecnologias para a produção de bioplásticos (biofilmes ou filmes biodegradáveis). Tais materiais são oriundos de fontes renováveis, sendo assim alternativa potencial para a redução tanto da dependência do petróleo quanto do impacto ambiental. Além disso, a total compostabilidade dos biofilmes gera adubos para fins de fertilização, fechando assim um ciclo sustentável.

A utilização do amido termoplástico como matéria-prima, a qual é constituída dos polímeros amilose e amilopectina (Figura 1A e 1B, respectivamente), é estudada em diversos meios acadêmicos, já sendo aplicada em setores industriais de forma eficiente e revolucionando o mercado de descartáveis. Os amidos, de forma generalista, são encontrados em diversas fontes. Em tubérculos, mandioca e batata, por exemplo, essas matérias-primas são conhecidas como féculas. Em milho, é chamado de amido propriamente dito. Amidos ou féculas são matérias-primas baratas, abundantes e de obtenção bastante simples, apresentando-se como fonte potencial para produção de filmes biodegradáveis.



**Figura 1 - Estrutura química da amilose (A) e da amilopectina (B).**

Alternativa aos materiais plásticos, que também vem sendo estudada, é a utilização de compósitos. Estes são materiais formados por polímeros na fase contínua e micro ou nanomateriais na fase descontínua. Vale ressaltar que, na literatura, materiais compósitos constituídos de fontes renováveis são reportados como biocompósitos [3-6]. A produção dos compósitos visa modificação das propriedades mecânicas, ópticas, eletromagnéticas, com fim de desenvolver novas aplicações para filmes ou artefatos que eram produzidos apenas com os polímeros. Nesse sentido, destaca-se a utilização de nanocristais de celulose como material de reforço, devido a suas características de alta resistência mecânica e baixa densidade específica que tende a melhorar significativamente as propriedades da matriz polimérica. Diversos estudos têm sido publicados utilizando nanocristais de celulose como materiais de reforço em matrizes poliméricas.

Cao et al. (2008) reportaram essa tendência para filmes com nanocristais de fibras de coca como material de reforço em matriz com amido termoplástico. A confecção dos filmes visou à avaliação das propriedades térmicas, de resistência e de capacidade de absorção de água. Para tanto, os autores utilizaram testes de resistência mecânica e de capacidade de absorção de água. Concluiu-se que houve melhora na resistência – aumento de 3,9 MPa para 11,5 MPa quando o teor de nanocristais passou de 0% para 30% em massa, módulo de Young 31,9 MPa para 823,9 MPa - e matrizes com maiores concentrações de nanomateriais produziram compósitos com menor capacidade de absorção de água e com maior cristalinidade.

Medeiros et al. (2014) utilizaram poli (glicerol succinato-co-maleato) como matriz para compósitos com nanocristais de celulose. Os compósitos foram formulados com 1, 2 e 4% em massa de nanocristais e foi testada sua influência em propriedades mecânicas, térmicas e de biodegradabilidade. A resistência à tração e o módulo de Young tiveram aumento de 20 e 40%, respectivamente, com a adição de 4% de reforço. A estabilidade térmica, medida por análise termogravimétrica, não mostrou alteração significativa. Quanto à biodegradabilidade, houve pequena redução da taxa de degradação.

Nasseri e Mohammadi (2014) compararam o desempenho de nanocristais de celulose e nanopartículas de amido como reforço em amido termoplástico. A morfologia das nanopartículas e sua dispersão na matriz foram analisadas por microscópio eletrônico de transmissão e microscópio eletrônico de varredura, respectivamente. Difração de raios-x foi utilizada para investigação da cristalografia dos materiais. Testes mecânicos verificaram aumento da resistência dos filmes para ambos os reforços, porém com melhor resultado para as nanopartículas de amido, devido à melhor interação com a matriz polimérica.

Assim, o objetivo geral deste trabalho foi produzir compósitos de amido termoplástico. Os nanocristais foram produzidos a partir de fibras algodão em trabalhos anteriores. Os compósitos produzidos foram visualizados em microscópio eletrônico de varredura e avaliados quanto à transparência, à biodegradabilidade, à hidrofiliabilidade, à espessura e à resistência à tração.

## 2. MÉTODOS

Para a confecção dos compósitos, foi utilizado, na fase contínua, amido de milho neutro fornecido pela empresa Ingredion S/A (Figura 2). Na fase descontínua, foram utilizados nanocristais de celulose de fibras de algodão nas concentrações 0,5; 1,5 e 2,5% m/m. A título de comparação, filmes de amido sem materiais de reforço foram confeccionados. Água destilada foi utilizada em todas as etapas deste trabalho.

Os filmes de amido foram preparados em quatro tratamentos, sendo um deles sem reforço e os demais com nanocristais de celulose em percentagens diferentes: (1) Filme sem adição de nanocristais, NC 0%; (2) Compósito com 0,5% de nanocristais de algodão, ALG 0,5%; (3) Compósito com 1,5% de nanocristais de algodão, ALG 1,5%; (4) Compósito com 2,5% de nanocristais de algodão, ALG 2,5%.

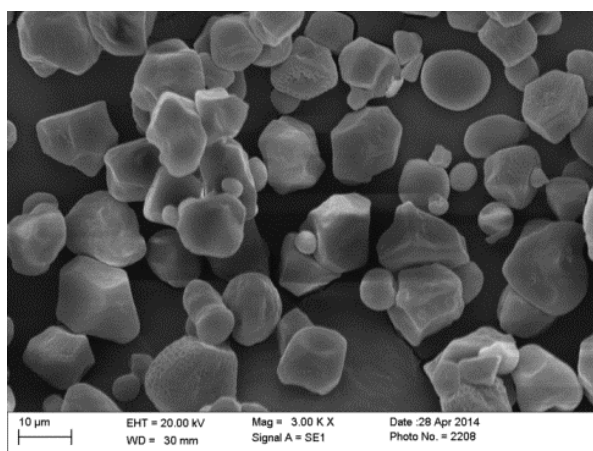


Figura 2. Fotomicrografia em MEV de amostra de amido neutro.

### 2.1 Confecção dos filmes

Os filmes de amido foram preparados com 4% de amido absolutamente seco (4 g/100 g de solução filmogênica) com concentração de glicerol de 40% base amido na solução. As soluções filmogênicas foram preparadas com base na massa final de 100 g. Foram adicionados 4 g a.s. de amido e 1,6 g de glicerol previamente solubilizados em água destilada. Em seguida, foram aquecidas, sob agitação, a temperatura de  $90\pm 3^{\circ}\text{C}$  por 20 minutos, para a geleificação do amido. Os filmes foram confeccionados pela técnica “casting”, sendo a solução filmogênica colocada em placa de Petri com 15 cm de diâmetro e, por evaporação do solvente, neste caso a água, o filme era formado (LU et al., 2005, e CAO et al., 2008). O conjunto placa com a solução filmogênica foi colocado em estufa nivelada a  $35^{\circ}\text{C}$  por 48 h para a completa evaporação da água e formação do filme.

### 2.2 Confecção dos compósitos

Os compósitos foram confeccionados com procedimento análogo a confecção dos filmes sem reforço. Suspensão de nanocristais de celulose produzida em trabalhos anteriores (Carvalho et al., 2012 e Vieira et al., 2012) com concentração conhecida, foram colocadas juntamente com a água destilada para atingir 100 g de solução filmogênica. A Tabela 1 contém as quantidades dos materiais usadas na confecção do filme e dos compósitos. Foram confeccionados 3 filmes para cada tratamento.

**Tabela 1. Quantidade de cada componente para confecção de filmes com nanocristais de celulose**

Tratamento	Amido (g)	Glicerina (g)	Reforço (%)	Suspensão de Reforço (g)	Água (g)	Total (g)
NC 0%	4,51	1,6	0	0	93,89	100
ALG 0,5%	4,51	1,6	0,5	16,04	77,85	100
ALG 1,5%	4,51	1,6	1,5	48,12	45,77	100
ALG 2,5%	4,51	1,6	2,5	80,19	13,70	100

### 2.3 Visualização dos compósitos em MEV

Pequenos pedaços de filme ou de compósito, para cada tratamento, com dimensões aproximadas de 0,5 x 0,5 cm foram submergidos em nitrogênio líquido à temperatura de 196°C abaixo de zero por 60 segundos, um a cada vez, com o objetivo de congelar os materiais. Após esse tempo, os pedaços para cada tratamento foram quebrados em fragmentos menores com o auxílio de uma lâmina de bisturi. Dois a três fragmentos foram dispostos sobre um suporte fixados com fita adesiva dupla face de forma que a face da espessura ficasse paralela à superfície do suporte, com o objetivo de obter imagens da estrutura interna dos filmes e compósitos, com superfícies metalizadas, em microscópio eletrônico de varredura LEO 1430VP com tensão de aceleração de 20 KV. Imagens das superfícies de amostras dos filmes do lado oposto ao do contato com a placa de Petri foram também realizadas com o objetivo de avaliar as características de superfície dos filmes.

### 2.4 Determinação da espessura dos filmes

Para medir a espessura, os filmes foram cortados em tiras de 2 cm de largura e 10 cm de comprimento. A espessura foi medida com um paquímetro digital em cinco pontos diferentes para cada filme, determinando a média dos valores nesses pontos. Para cada tratamento, foram feitas quatro repetições, obtendo-se novamente uma média desses valores.

### 2.5 Avaliação da resistência dos filmes

As propriedades mecânicas foram medidas utilizando o aparelho de ensaio mecânico, modelo INSTRON 3367, com célula de carga de 1kN, velocidade de tração de 12,5 mm/min, distância entre garras de 5 cm e amostras com comprimento de aproximadamente 10 cm com largura de 2 cm. Foram consideradas as seguintes propriedades: carga máxima de ruptura (N), alongamento na ruptura (%) e módulo de elasticidade (N/mm).

### 2.6 Avaliação da hidrofiliabilidade

A hidrofiliabilidade dos filmes de amido, com e sem material de reforço, foi feita através de medidas de ângulo de contato, em temperatura ambiente, utilizando-se o aparelho Goniômetro (KRUSS, Hamburgo, Alemanha). Amostras de filmes foram fixadas em lâminas de vidro por meio de fita adesiva dupla face, sendo essa lâmina colocada no aparelho. Uma gota de água foi colocada automaticamente através de uma agulha em um ponto do filme que pudesse ser mais bem visualizado pela câmera do aparelho. Após alguns segundos, era medido o valor do ângulo de contato. As medidas foram feitas em três pontos diferentes de cada amostra. A título de comparação, amostra de plástico comercial (polietileno de baixa densidade) também teve seu ângulo de contato medido. Foram utilizados dois pedaços de filme para cada tratamento.

### 2.7 Avaliação da biodegradabilidade

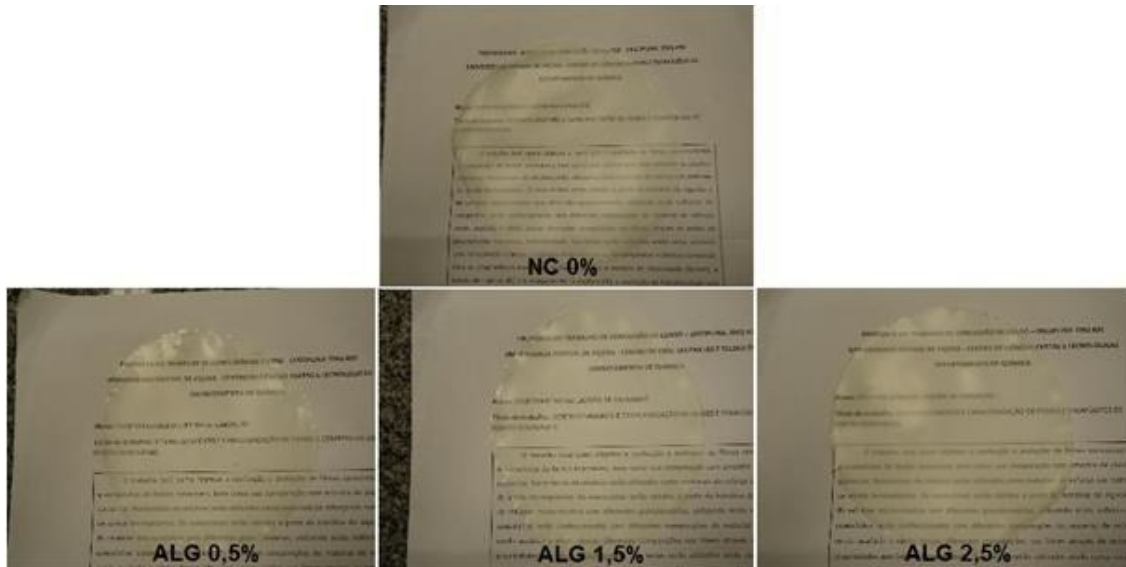
A avaliação da biodegradabilidade foi feita através da quantificação de açúcares redutores totais pelo método DNS (ácido 3,5-dinitrossalicílico). O DNS é um composto de cor alaranjada que reage com os açúcares redutores, formando um composto mais escuro, dependendo da concentração. Através dessa mudança de coloração, foi possível medir a quantidade de açúcares redutores por espectrofotometria, ou seja, a quantidade de filme que se degradou.

Amostras de filmes com, aproximadamente, 7 mg e 9 mm<sup>2</sup> foram hidrolisados com 25 µL da enzima α-amilase de *Bacillus licheniformis* (Tipo XII-A, solução salina, ≥ 500 unidades/mg) em tubos de ensaio com 975 µL de tampão de fosfato de sódio e cloreto de sódio com pH 6,9 por 10 minutos em temperatura ambiente. A seguir, foi adicionado 1 mL de DNS a cada tubo e aqueceu-se a mistura a 100 °C por 5 minutos para ocorrer a reação. Os tubos foram resfriados rapidamente em banho de gelo e as soluções diluídas 5 vezes, tendo a absorvância medida a 540 nm em espectrofotômetro UV-vis do fabricante Hitachi, modelo U-2000. Os valores foram comparados a uma curva padrão de glicose e foi obtido um gráfico de biodegradabilidade com os diferentes tratamentos.

Foi feito um teste negativo (t-) para cada tratamento, sem a presença de enzima, para verificar se o filme sofria degradação apenas na presença do tampão. Também foi feito um teste no tempo inicial (t<sub>0</sub>), onde a enzima era colocada logo no início. Esse teste tem como objetivo descontar a presença de açúcares redutores que podem estar na própria solução enzimática. Os demais testes foram feitos, em duplicata, para os quatro tratamentos dos filmes.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

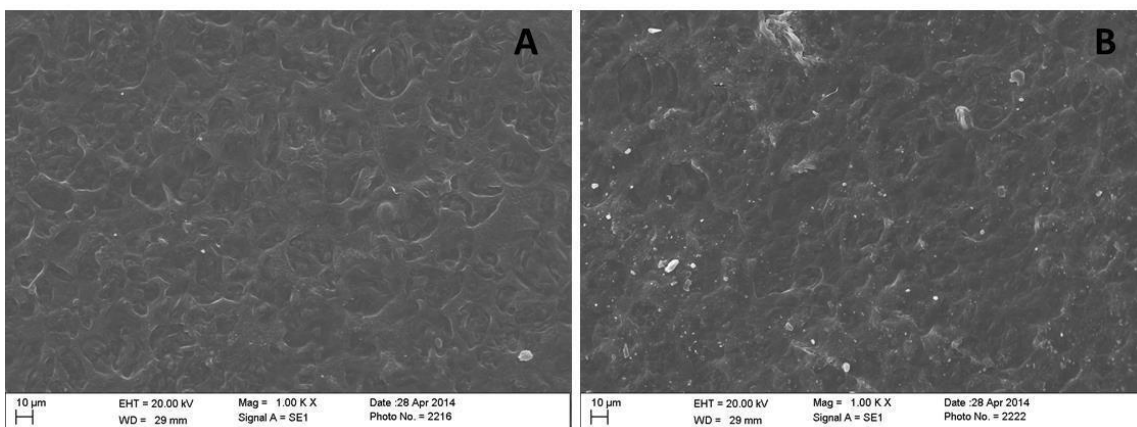
As imagens dos filmes sobre folha de papel, com e sem material de reforço, são mostradas na Figura 3. A olho nu, não foi notada diferença significativa na transparência dos filmes com e sem nanocristais de celulose. Se comparado com filme plástico convencional, estes filmes apresentaram-se com transparências inferiores.



**Figura 3: Fotografias dos filmes com nanocristais de concentrações distintas, sobre superfície escrita para avaliação da transparência.**

#### 3.1 Visualização de filme e de compósito em MEV

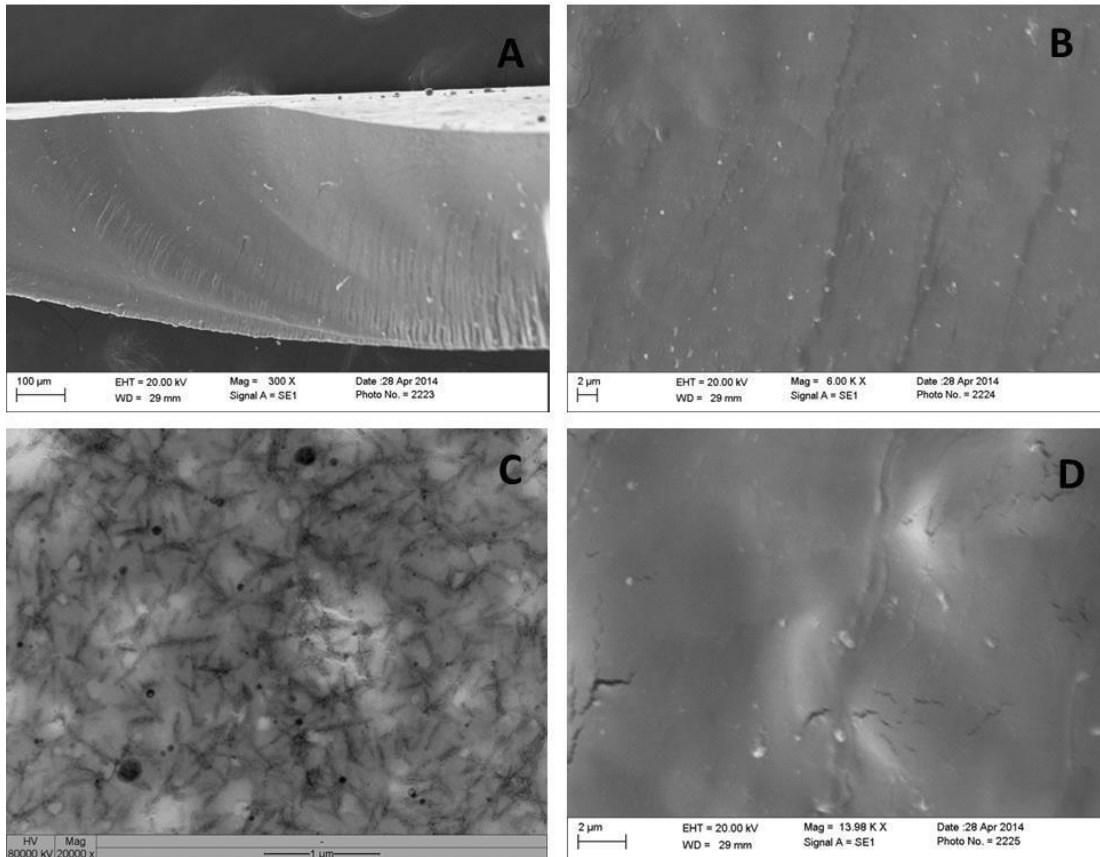
A Figura 4 mostra as fotomicrografias dos filmes feitas em microscópio eletrônico de varredura para filme sem material de reforço (Figura 4A) e compósito de amido com 0,5% de nanocristais de celulose de fibra de algodão (Figura 4B). É possível observar que a face rugosa para cada filme se mostrou semelhante nas imagens e esta característica se deve à técnica escolhida para confecção dos filmes e compósitos, *casting*. Não foram observados nas superfícies dos filmes defeitos como pequenas fissuras e bolhas de ar. Estas imagens foram feitas para cada tratamento não havendo diferenças visuais entre os mesmos. Todos os tratamentos apresentaram características físicas de superfície semelhantes, sendo esta a razão de serem apresentadas apenas as imagens de dois tratamentos.



**Figura 4: Fotomicrografias em MEV de filme sem nanocristais (A) e de compósito amido com nanocristais de fibras de algodão 0,5% (B).**

As imagens da face Z, espessura, do compósito de amido com 0,5% de nanocristais de celulose congelado com nitrogênio líquido e fraturado numa sequência de aumentos podem ser vistos na

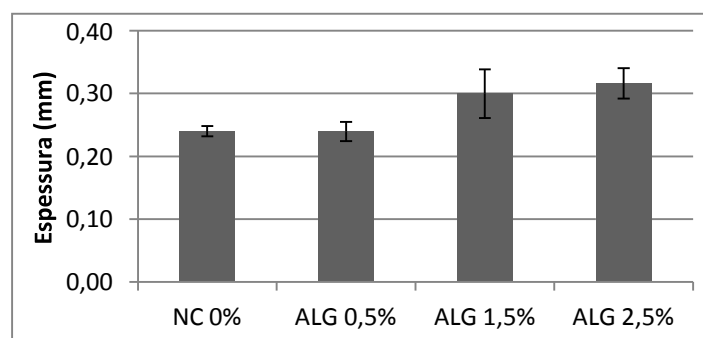
Figura 5 (A, B e C). Mesmo com o aumento das imagens, os nanocristais de celulose como fase descontínua do compósito não puderam ser vistos mesmo quando comparadas as imagens das Figuras 10C com a da Figura 5 D, posto que a ampliação da face Z do compósito foi menor do que a ampliação dos nanocristais isolados, respectivamente (Figura 5). Não foi possível aumentar a ampliação das imagens da face Z (Figura 5 D) devido à danos no material pelo feixe de elétrons no próprio equipamento. Neste caso, esta técnica não se mostrou adequada para verificar os nanocristais nos compósitos por MEV. Sugere-se a desidratação, blocagem dos filmes com resina seguidas da obtenção de filmes ultrafinos por ultramicrotomia, preparação e visualização dos filmes por microscopia de transmissão de elétrons.



**Figura 5 :** Fotomicrografias em MEV da face Z do compósito de amido e nanocristais de fibras de algodão 2,5% em diferentes ampliações (A, B e D) e fotomicrografia em MET de nanocristais de fibra de algodão(C).

### 3.2 Determinação da espessura dos filmes

Os valores médios de espessuras dos filmes para cada tratamento estão apresentados na Figura 6.

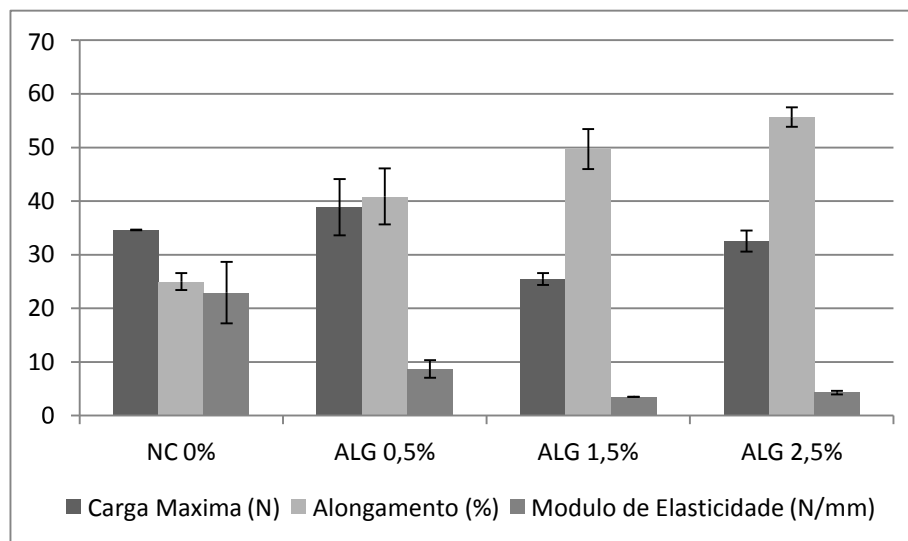


**Figura 6 - Gráfico das espessuras dos filmes para diferentes tratamentos.**

Nota-se que a espessura dos filmes tem tendência de aumentar com a concentração de nanocristais de celulose no compósito (comparar os resultados da Figura 6 NC 0% e ALG 0,5% com os resultados de ALG 1,5% e ALG 2,5%). Isso pode ter acontecido porque, no momento da secagem dos filmes, houve uma retração maior naqueles com maior porcentagem de nanocristais. Uma hipótese é que a presença de maior número de nanocristais teria maior interação com os grupos hidroxilas das moléculas de amilose e de amilopectina no amido (Figura 1), 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. No entanto, os dados não são suficientes para uma afirmação conclusiva.

### 3.3 Avaliação da resistência dos filmes

Os resultados de carga máxima (N), alongamento até a ruptura (%) e módulo de elasticidade (N/mm) encontram-se na Figura 7.



**Figura 7: Resultados do teste mecânico nos compósitos com concentração crescente de nanocristais de celulose de fibras de algodão.**

Como pode ser notada, a carga máxima variou com a concentração de nanocristais, porém não apresentou uma tendência. Uma hipótese é que a variação da concentração de material de reforço nos compósitos foi muito pequena para uma avaliação mais precisa dessa propriedade. Outra hipótese a ser considerada é o número de filmes e compósitos confeccionados para cada tratamento. Maior número de corpos de prova, poderia reduzir a variabilidade e mostrar o efeito. Trabalhos de literatura mostram que o aumento da concentração de materiais de reforço melhora as propriedades de resistência (Cao et al.,2008 e Medeiros et al.,2014). Sendo assim, as propriedades alongamento na ruptura e módulo de elasticidade mostraram tendência contrária ao encontrado na literatura. Os compósitos apresentaram maior deformação em concentrações mais elevadas de nanocristais de celulose, enquanto que o módulo de elasticidade apresentou queda. Como dito anteriormente, as baixas concentrações de reforço parecem ter sido as principais responsáveis pela dificuldade na avaliação das propriedades, devido ao alto valor dos erros nas medidas. Neste trabalho não foi possível utilizar concentrações maiores de nanocristais devido à baixa disponibilidade dos mesmos na ocasião. O maior obstáculo para isso seria o tempo necessário para a produção em quantidades maiores. Além disso, o número de repetições e a distribuição dos nanocristais no filme também podem ter sido fatores causadores de erros. Quanto a este último, torna-se necessária a visualização dos nanocristais na estrutura do compósito para melhor avaliar seu efeito, o que não foi possível utilizando o método descrito neste trabalho. Esses erros podem ser corrigidos em trabalhos futuros, nos quais podem ser testados também nanocristais provenientes de outras fontes, como eucalipto e pinus. A escolha do algodão neste trabalho foi devido ao seu alto teor de celulose e pureza, eliminando etapas de purificação das fibras antes do isolamento dos nanocristais de celulose.

### 3.4 Avaliação da hidrofiliidade

Os valores médios, com os respectivos desvios padrão estão representados na Figura 8.

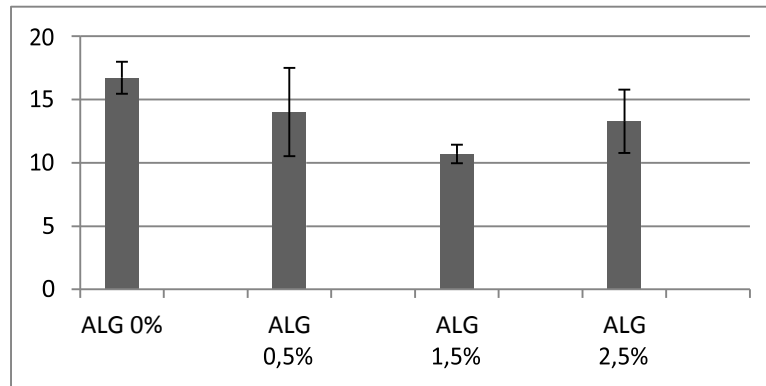


Figura 8: Ângulo de contato das amostras de filmes.

De acordo com a Figura 8, é possível afirmar que os filmes são altamente hidrofílicos se comparado com o ângulo de contato com água do filme plástico comercial medido nas mesmas condições ( $100,2^\circ$ ), o qual se apresenta altamente hidrofóbico (comparar também as imagens da Figura 9 A com B e C). Estatisticamente, nada se pode afirmar sobre o efeito da adição de nanocristais.

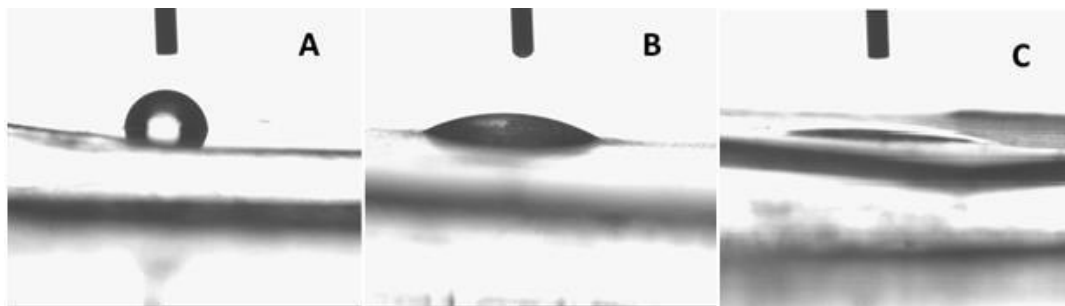


Figura 9 : Resultados de ângulos de contato no filme plástico (A), no filme de amido sem nanocristais de celulose (B) e nos compósitos com 0,5% de nanocristais (C) e com 1,5% de nanocristais.

### 3.5 Avaliação da biodegradabilidade

A curva padrão de glicose obtida está representada na Figura 10. A equação da reta encontrada no gráfico, com um coeficiente de determinação ( $R^2$ ) de 0,997, o que indica que 99,7% dos pontos podem ser explicados por essa equação, sendo, portanto, uma boa correspondência.

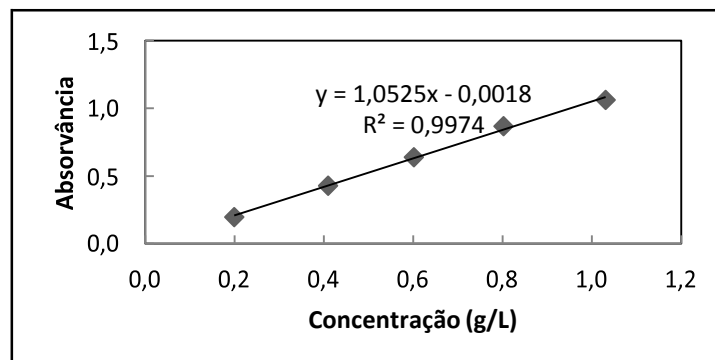


Figura 10: Curva padrão de glicose.



Os resultados de absorvância obtidos encontram-se na Tabela 3, com os valores descontados do teste negativo e do tempo inicial.

**Tabela 3- Dados de absorvância do teste de biodegradabilidade**

Tratamento	Absorvância Relativa ao branco				Absorvância Real	Concentração (g/L)
	A1	A2	Desvio Padrão	Média		
t-	-0,001	0,002	0,002	0,001	-	-
t0	0,129	0,089	0,028	0,109	-	-
NC 0%	0,541	0,562	0,015	0,552	0,443	0,422
ALG 0,5%	0,528	0,543	0,011	0,536	0,427	0,406
ALG 1,5%	0,602	0,583	0,013	0,593	0,484	0,461
ALG 2,5%	0,540	0,538	0,001	0,539	0,430	0,410

Para o filme sem nanocristais de celulose, 0,422 g/l representa a quantidade de açúcar redutor presente em 1mL de solução proveniente da biodegradação do filme. Isso significa que 0,422 mg do filme foram degradados nessas condições, ou seja, aproximadamente, 6% do filme. Usando um nível de confiança de 99%, nenhum tratamento diferiu significativamente na análise de variância. Assim, é possível concluir que a presença dos nanocristais não influenciou a biodegradabilidade do material.

Com esse resultado, foi possível afirmar que os filmes de amido foram biodegradados pela amilase. Esta enzima é produzida por fungos na natureza e, portanto, os filmes de amido podem ser degradados rapidamente no meio ambiente, ao contrário do plástico comum, que por ser um material sintético, geralmente não é biodegradável, e quando é, seu tempo de decomposição é da ordem de séculos. (Guamá et. al., 2009)

#### 4. CONCLUSÕES

Este trabalho teve como objetivo a confecção e caracterização de filmes sem e com nanocristais de celulose (compósitos), com diferentes concentrações de reforço. De acordo com os resultados alcançados, as seguintes conclusões podem ser tiradas:

- A técnica *casting*, em escala laboratorial, se mostrou eficaz na produção dos filmes com e sem reforço, corroborado pelas imagens em MEV que não mostraram qualquer defeito em sua estrutura;
- A utilização do MEV não foi eficiente para observação dos nanocristais na estrutura dos compósitos devido à fragilização dos filmes em ampliações elevadas, causada pelo feixe de elétrons;
- 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 através da quantificação de açúcares redutores totais pelo método DNS e a presença do reforço não alterou significativamente essa variável;
- Os filmes, por meio das medidas de ângulo de contato, se mostraram altamente hidrofílicos quando comparados ao plástico comercial. Devido a pouca variação na porcentagem de reforço, os tratamentos não diferiram significativamente, não sendo possível verificar o efeito da presença de nanocristais na hidrofilicidade.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem aos técnicos no Núcleo de Microscopia e Microanálise da UFV, pelo apoio nas análises de Microscopia, ao Prof. Nélio, pela ajuda nas análises de ângulo de contato, e ao Prof. Efraim, pela ajuda nas análises no espectrofotômetro. Os autores também agradecem ao CNPq, pela bolsa de iniciação científica, e à FAPEMIG pelo apoio financeiro ao projeto.

## REFERÊNCIAS

1. Nobrega, M.M.; Bona, E.; Muller, C.M.; Yamashita, F.. "Extruded Cylindrical Strands: Mechanical Properties Correlated with the Formation of Biodegradable Films Through Blown Extrusion". *Polymer Engineering and Science*, p.35-41. (2012)
2. Morales, R.; Pulido, D.; Ticas, S.; Trigo, M. A.. "Revolução do Bioplástico Brasileiro." Disponível em: <http://www.knowledgeatwharton.com.br/article/a-revolucao-do-bioplastico-brasileiro/>. Acesso em: 04 de julho de 2014. (2010)
3. Faruk, O.; Bledzki, A.K.; Fink, H. P.; Sain, M. "Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010." *Progress in Polymer Science*, vol. 37, pp.1552-1596. (2012)
4. Ahmad, E.E.M.; Luyt, A.S.. "Effects of organic peroxide and polymer chain structure on morphology and thermal properties of sisal fibre reinforced polyethylene composites." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, pp. 703–710. (2012)
5. Venkateswaran, N.; Elaya, A. P.; Darunsundaranayagam, D.. "Fiber surface treatment and its effect on mechanical and visco-elastic behavior of banana/epoxy composite." *Materials and Design*, vol. 47, pp.151–159. (2013)
6. Sehaqui, H.; Allais, M.; Zhou, Q.; Berglund, L.A.. "Wood cellulose biocomposites with fibrous structures at micro and nanoscale." *Composites Science and Technology*, vol. 71, pp. 382–387. (2011)
7. Cao, X., Chen, Y., Chang, P. R., Stumborg, M., Huneault, M. A.. "Green Composites Reinforced with Hemp Nanocrystals in Plasticized Starch." *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 109; pp. 3804-3810. (2008)
8. Medeiros, E. S.; Offeman, R. D.; Klamczynski, A.P.; Glenn, G.M.; Mattoso, L.H.C.; Orts, W.J.. "Synthesis, Characterization and Nanocomposite Formation of Poly(glycerol succinate-co-maleate) with Nanocrystalline Cellulose." *Journal of Polymers and the Environment*, vol. 22, pp.219-226. (2014)
9. Nasser, R., Mohammadi, N.. "Starch-based nanocomposites: A comparative performance study of cellulose whiskers and starch nanoparticles." *Carbohydrate Polymers*, vol. 106, pp. 432–439. (2014)
10. Vieira, A.P.B., Carvalho, E.G.L., Neves, M.T., Silva, D.J., Almeida, J.M., Rodrigues, F.A., Sousa, R.C.S., Neto, A.B.M., Produção de Nanocristais de celulose a partir do aproveitamento de resíduos de serraria. XIX Congresso Brasileiro de Engenharia Química, COBEQ, 9-12 Setembro – Buzios, Brasil (2012);
11. Carvalho, E. G. L., Neves, M. T., Vieira, A. P. B., Silva, D. J., Almeida, J. M., Rodrigues, F. A., Sousa, R. C. S., Mendonça Neto, A. B. Isolamento de nanocristais de celulose de diferentes materiais celulósicos. The 45th ABTCP International Pulp and Paper Congress and VIIIberoAmerican Congress on Pulp and Paper Research October, 9-11. Sao Paulo, Brazil (2012);