

**ABTCP 2015**

48º CONGRESSO E EXPOSIÇÃO  
INTERNACIONAL DE CELULOSE E PAPEL

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



**Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG**  
**Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos - PPGCTA**

# **NANOCELULOSE DE ELEVADA CRISTALINIDADE EXTRAÍDA DA FIBRA DO BAGAÇO DE MANDIOCA**

**ANA PAULA TRAVALINI**  
**EDUARDO PRESTES**  
**IVO MOTTIN DEMIATE**  
**LUIS ANTONIO PINHEIRO**

**Outubro/2015**





# INTRODUÇÃO

## - Fontes renováveis:

**Sustentabilidade e biodegradabilidade;**

**Recursos de petróleo limitados;**

**Questões ambientais.**

## - Bagaço de mandioca:

**Teor de fibra celulósica de 15 a 50 %;**

**Destinação incorreta;**

**1000 kg de mandioca → 140 kg de bagaço (b.s.).**





# INTRODUÇÃO

- Celulose:

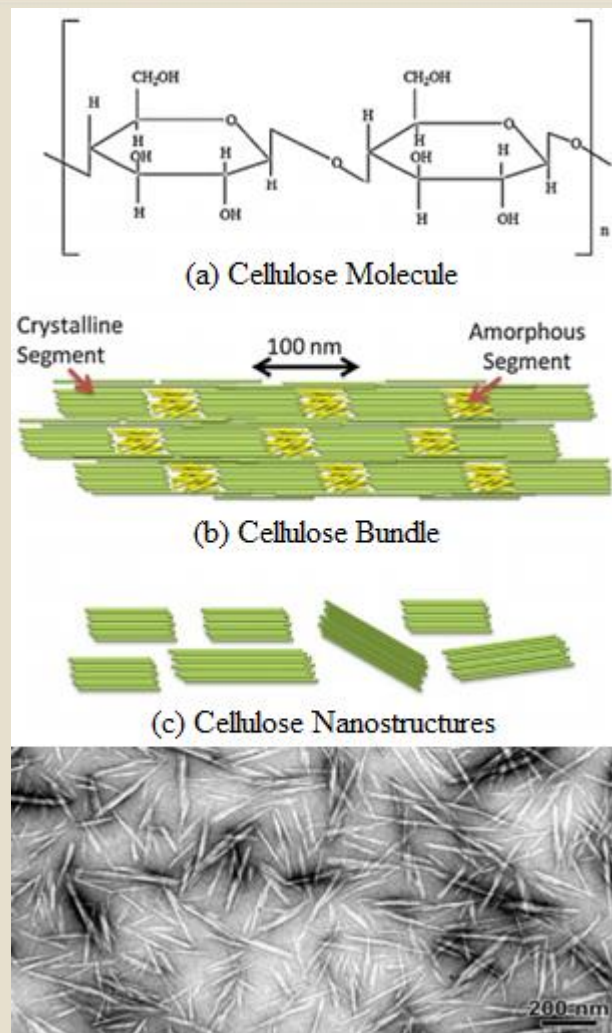
Principal biopolímero encontrado na natureza.

- Nanocelulose cristalina (CNC):

Regiões cristalinas;

Extração por hidrólise ácida;

Comprimento na faixa de 100 a 600 nm.



**Nanocelulose cristalina**

DUFRESNE, A.; BELGACEM, M. N. Cellulose-reinforced composites: from micro-to nanoscale. *Polímeros*, v. 23, p. 277-286, 2013.

REDDY, M. M.; VIVEKANANDHAN, S.; MISRA, M.; BHATIA, S. K.; MOHANTY, A. K. Biobased plastics and bionanocomposites: Current status and future opportunities. *Progress in Polymer Science*, v. 38, n. 10-11, p. 1653-1689, 2013.

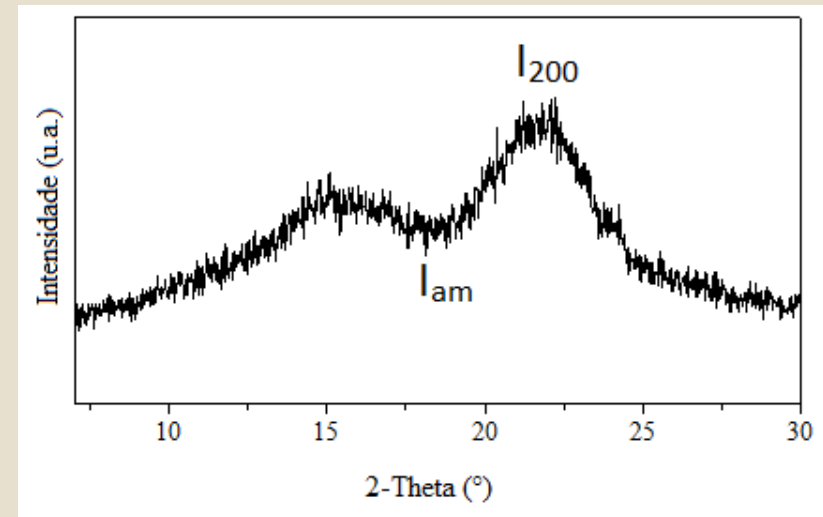


# INTRODUÇÃO

- Índice de cristalinidade (IC):

- Proporção entre as regiões cristalinas e amorfas.

$$IC = \left( 1 - \frac{I_{(am)}}{I_{(200)}} \right) \times 100$$



Difratograma de raios X

Celulose I  $\rightarrow I_{(am)} = 18^\circ$  e  $I_{(200)} = 22,5^\circ$

Celulose II  $\rightarrow I_{(am)} = 16^\circ$  e  $I_{(200)} = 21,7^\circ$





# INTRODUÇÃO

- Índice de cristalinidade de nanocelulose cristalina extraída a partir de diferentes fontes:

**Casca de arroz = 67 %;**

**Tubérculo de batata = 66 %;**

**Madeira = 71 %;**

**Línter de algodão = 90 %.**

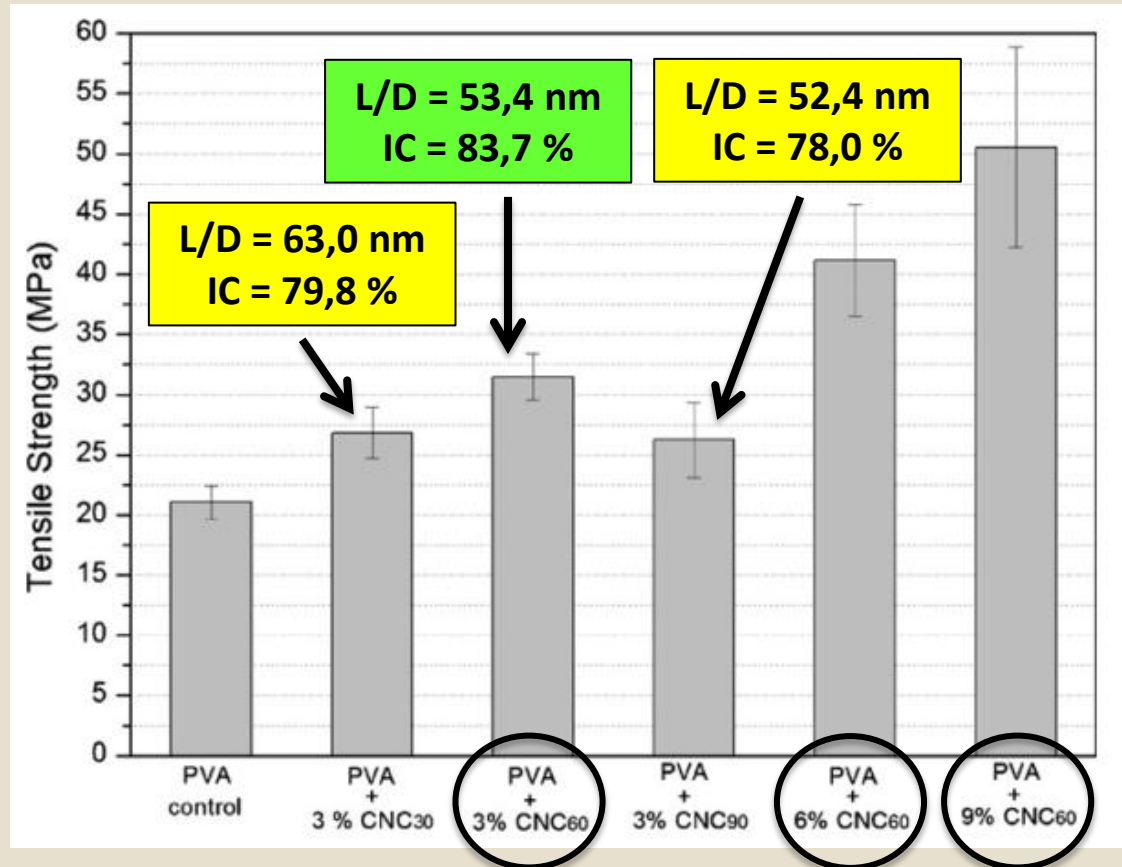




# INTRODUÇÃO

-Utilização de CNC como agente de reforço mecânico em filmes de PVA;

-O efeito do IC foi mais significativo do que a razão de aspecto.



Nanocompósitos de PVA / CNC



## OBJETIVO

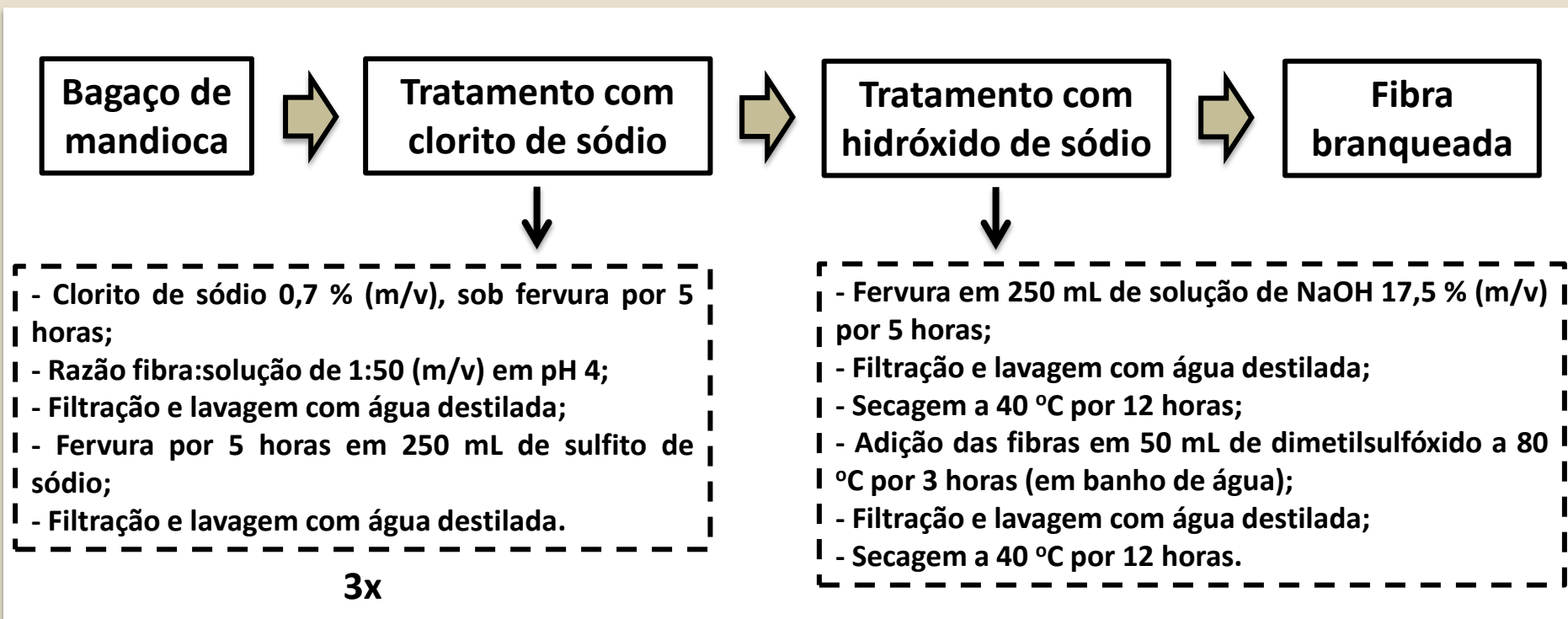


**EXTRAIR NANOCELULOSE DE ELEVADA  
CRISTALINIDADE A PARTIR DA FIBRA DO  
BAGAÇO DE MANDIOCA**



# PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

## - Branqueamento e isolamento da celulose:

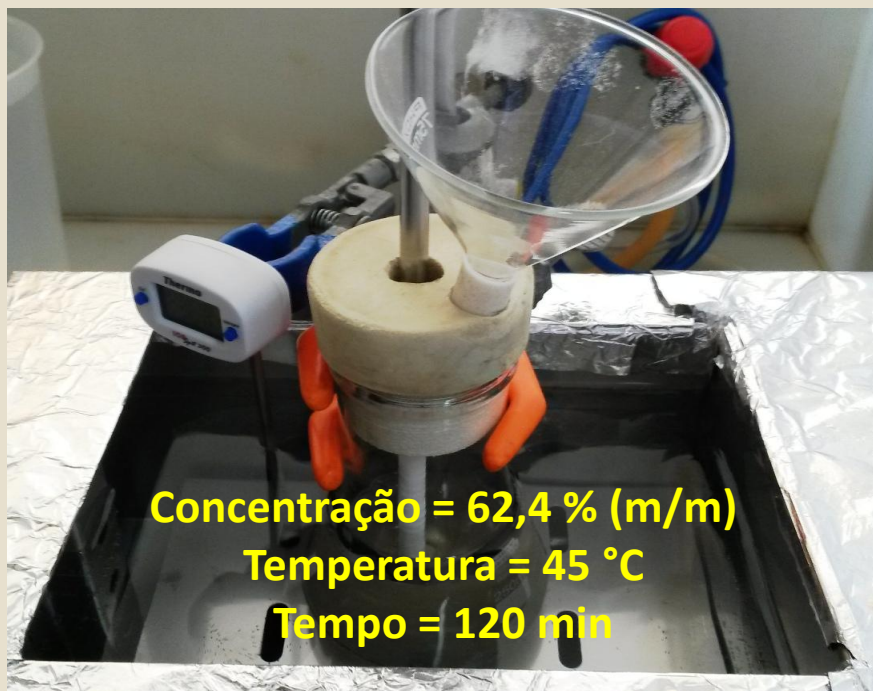






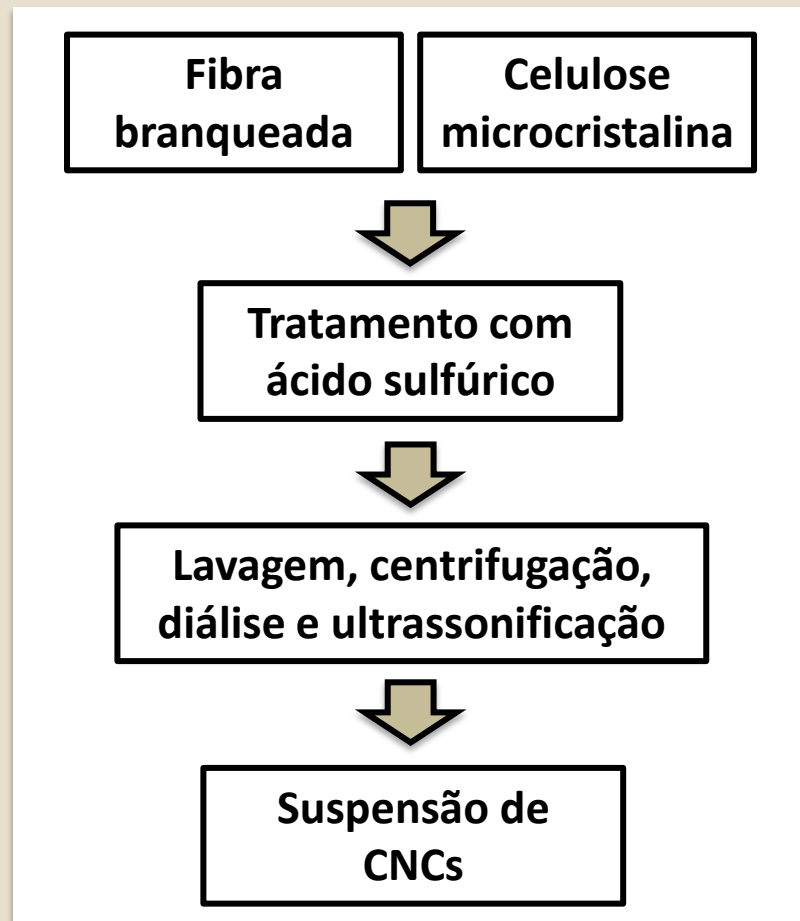
# PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

## - Hidrólise ácida:



**Concentração = 62,4 % (m/m)**  
**Temperatura = 45 °C**  
**Tempo = 120 min**

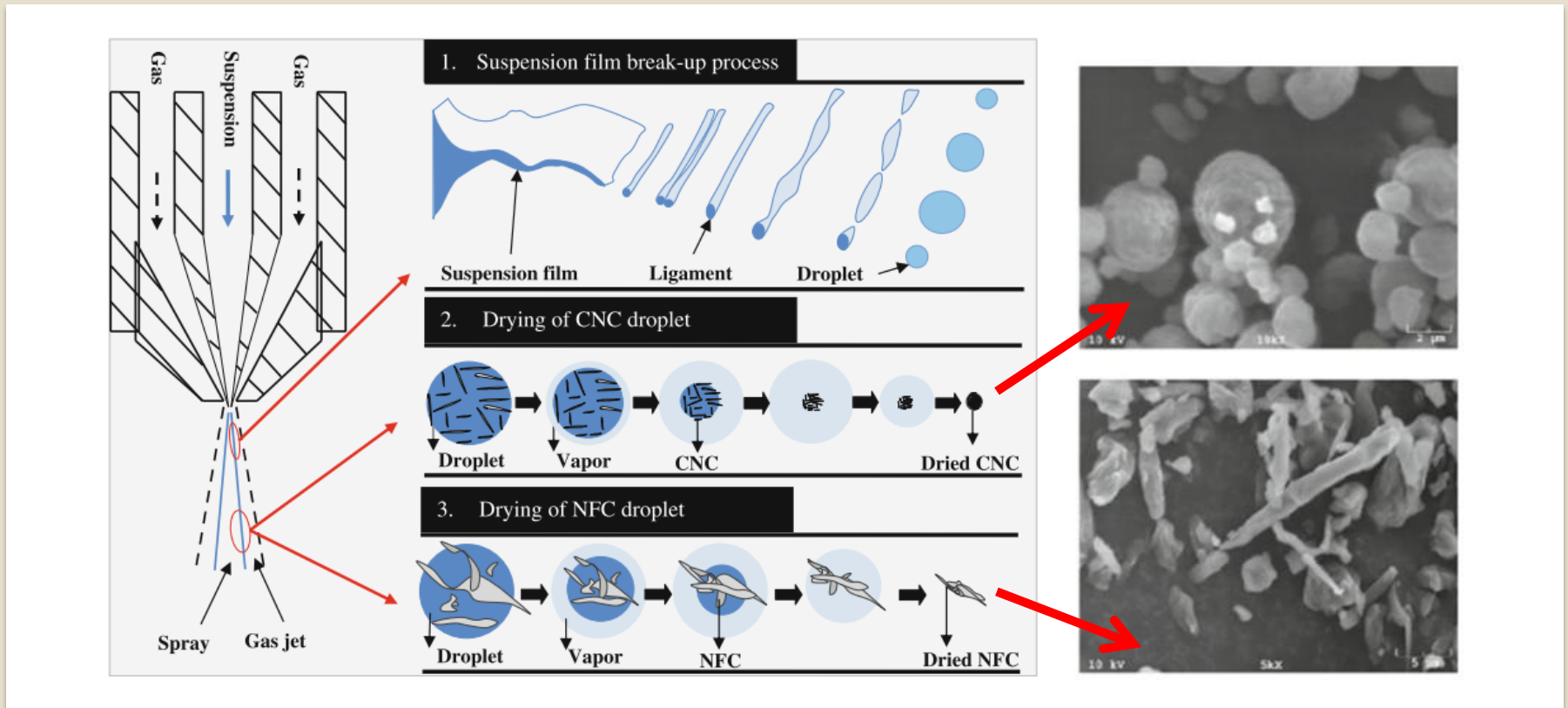
**Sistema experimental**





# PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

## - Secagem por atomização (spray-drying):





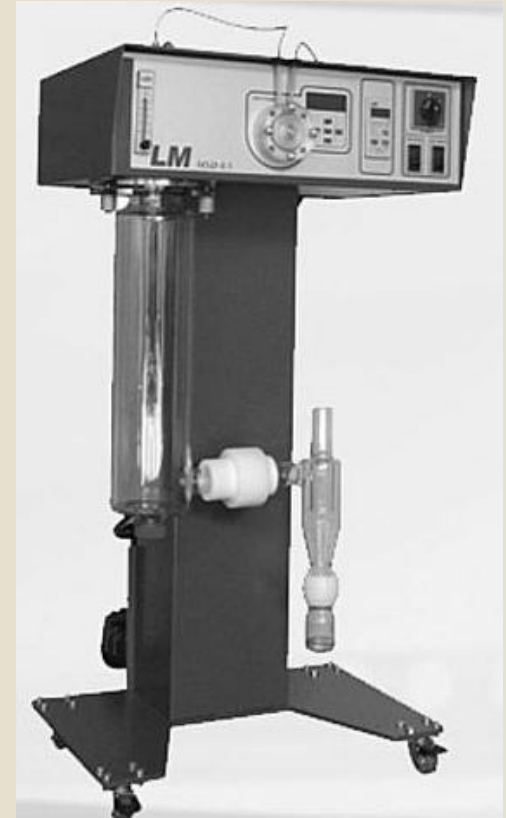
## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### - Secagem por atomização (spray-drying):

**Taxa de fluxo de ar = 0,3 m<sup>3</sup>/min;**

**Taxa de alimentação = 7 mL/min;**

**Temperatura da câmara de saída = 110 °C.**



**Spray dryer MSD 0.5  
(Labmaq do Brasil)**



# PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

## - Técnicas de caracterização:

**Fibra Detergente Neutro (FDN) → celulose, hemicelulose e lignina**

VAN SOEST, P. J.; ROBERTSON, J. B.; LEWIS, B. A. Symposium: Carbohydrate methodology, metabolism, and nutritional implications in dairy cattle. *Journal of Dairy Science*, v. 74, n. 10, p. 3583-3597, 1991.

**Fibra Detergente Ácido (FDA) → celulose e lignina**

AOAC. Animal Feed. In. *Oficial Methods of Analysis*, 2000.

**Resíduo de FDA + ácido sulfúrico → lignina**

RATTANACHOMSRI, U.; TANAPONGPIPAT, S.; EURWILAICHITR, L.; CHAMPREDA, V. Simultaneous non-thermal saccharification of cassava pulp by multi-enzyme activity and ethanol fermentation by *Candida tropicalis*. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, v. 107, n. 5, p. 488-493, 2009.





## **PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

**- Técnicas de caracterização:**

**Difratometria de raios X (DRX)**

**Índice de cristalinidade.**

**Potencial zeta e distribuição de tamanho de partículas (DLS)**

**Estabilidade da suspensão e diâmetro médio equivalente.**

**Microscopia eletrônica de transmissão (MET) e de varredura (MEV)**

**Análise morfológica.**

A magnifying glass with a black handle and silver frame is positioned over a financial chart. The chart has a vertical axis on the left with numbers 0, 2, 4, 6, 8, 10 and a horizontal axis with years '96, '97, '98, '99, '00. A bar chart with red bars shows an upward trend from approximately 5.5 in '96 to 8.5 in '00. A line graph with a black line shows a downward trend from approximately 10 in '96 to 5 in '00. A white rounded rectangular box with a black border is centered over the chart, containing the text "RESULTADOS E DISCUSSÃO".

## RESULTADOS E DISCUSSÃO



## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### - Caracterização fibrosa:

Componente (%-p)	Bagaço de mandioca	Fibra branqueada
<b>FDN</b>	<b>61,5</b>	<b>93,8</b>
<b>FDA</b>	<b>63,1</b>	<b>94,1</b>
<b>Celulose</b>	<b>51,5</b>	<b>90,6</b>
<b>Lignina</b>	<b>11,6</b>	<b>3,5</b>



# RESULTADOS E DISCUSSÃO

## - Aspecto visual:



**Bagaço de mandioca**

**Celulose microcristalina**

**Fibra branqueada**

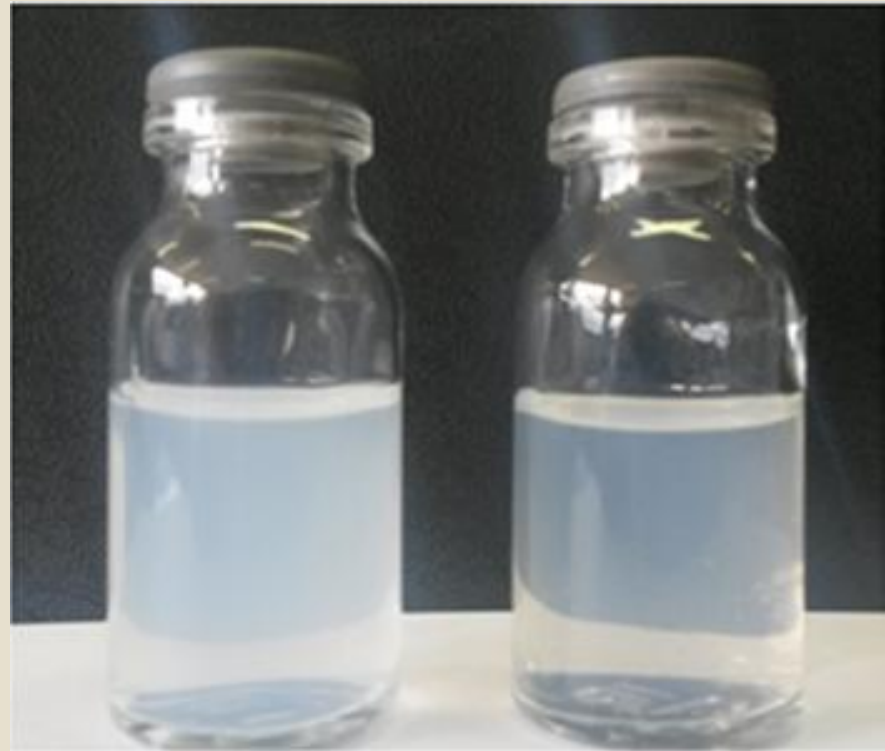




## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### - Suspensão de CNC:

Concentração de CNC em  
suspensão = 3 g/L



CNC - CMC

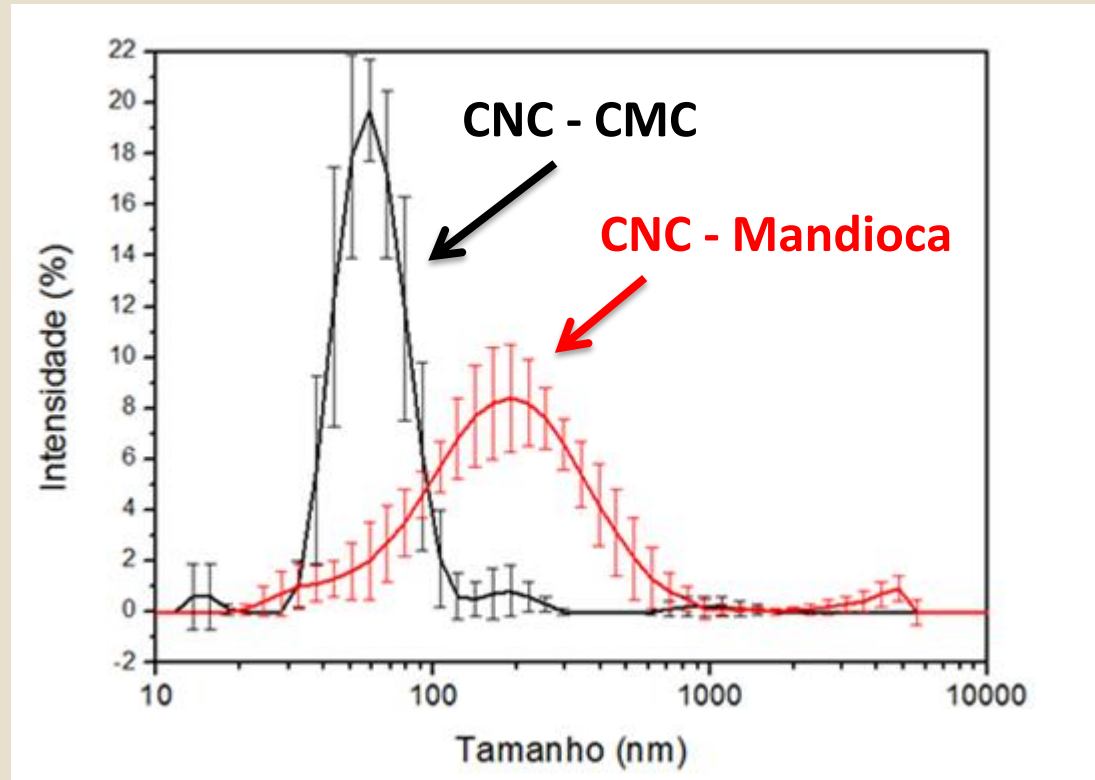
CNC - Mandioca



# RESULTADOS E DISCUSSÃO

- Distribuição de tamanho de partículas:

Suspensão	Potencial Zeta (mV)	Z <sub>average</sub> (DLS)
CNC – CMC	-25,9	55,7 nm
CNC - Mandioca	-21,0	199 nm

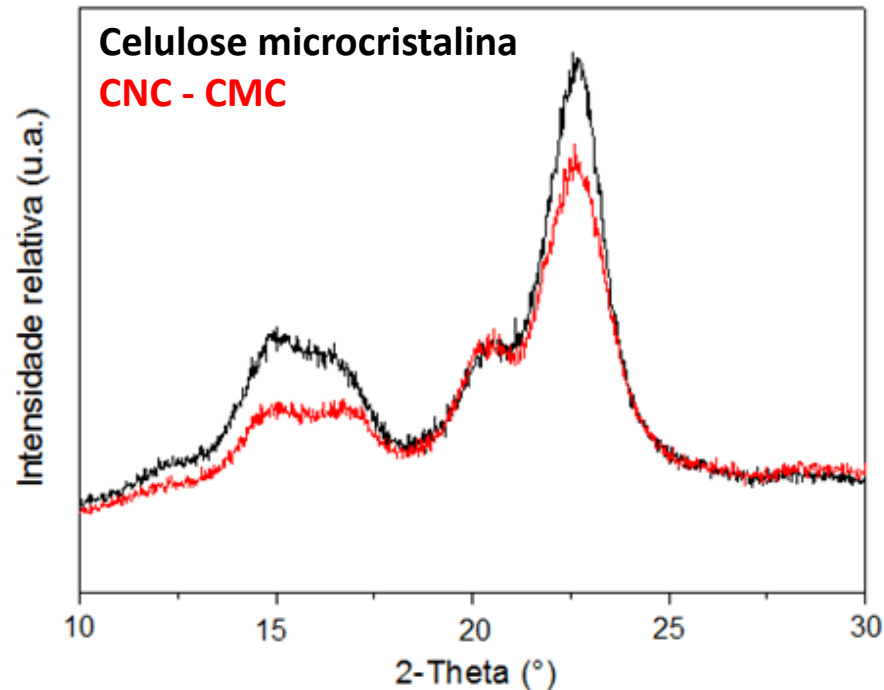
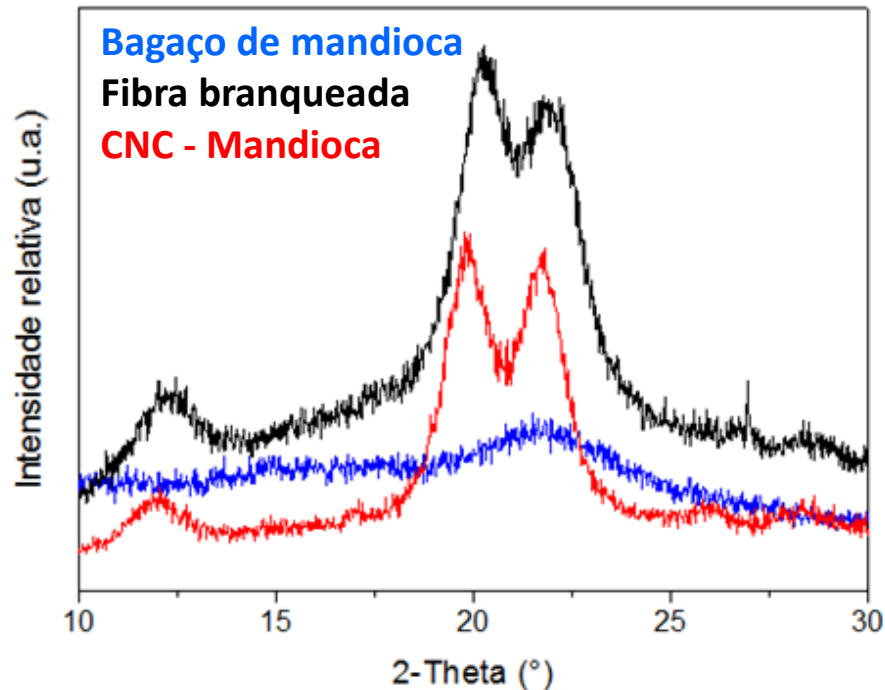


O tamanho inicial da fibra branqueada extraída do bagaço de mandioca foi 5x superior ao da CMC.



# RESULTADOS E DISCUSSÃO

## - Difractometria de raios X:



O tratamento de branqueamento promoveu uma alteração na estrutura cristalina da celulose.



## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### - Difractometria de raios X:

<b>Fibra celulósica</b>	<b>IC (%)</b>
<b>Bagaço de mandioca</b>	<b>49,3</b>
<b>Fibra branqueada</b>	<b>74,2</b>
<b>CNC - Mandioca</b>	<b>84,1</b>
<b>Celulose microcristalina</b>	<b>81,0</b>
<b>CNC - CMC</b>	<b>78,7</b>

O índice de cristalinidade de 84,1 % foi muito promissor.





## RESULTADOS E DISCUSSÃO

**Por que um elevado índice de cristalinidade foi obtido?**

**Branqueamento com clorito de sódio em triplicata;**

**Condições de hidrólise adequadas;**

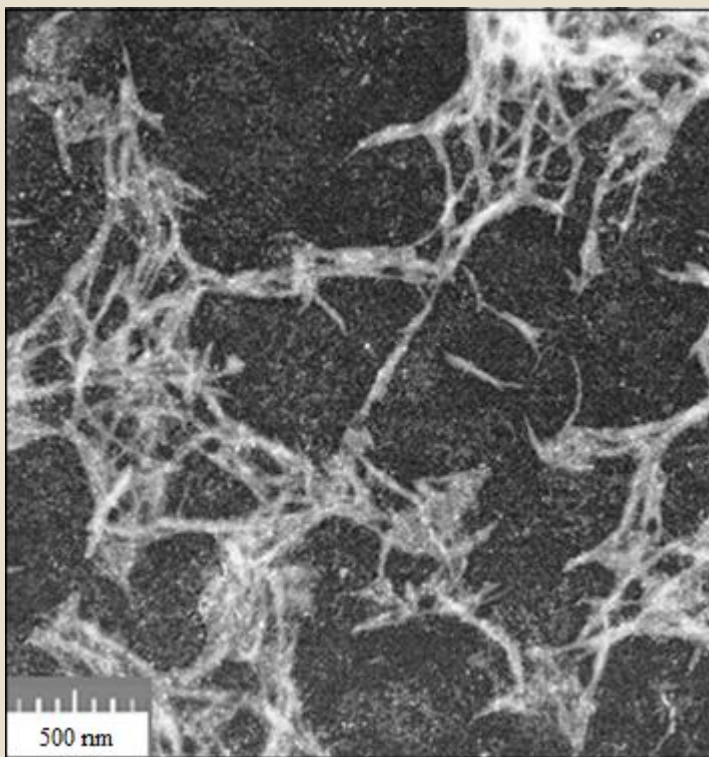
**Secagem por atomização.**



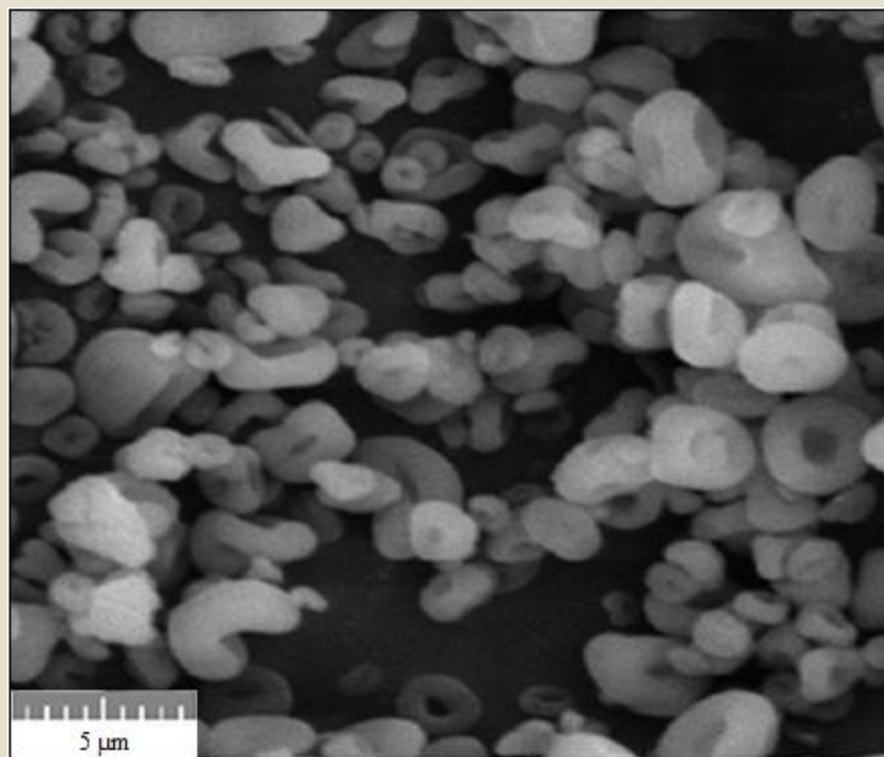


# RESULTADOS E DISCUSSÃO

- Micropartículas obtidas por spray-drying:



CNC - Mandioca



SD - Mandioca



## CONCLUSÕES

**Produção de fibra branqueada com teor de celulose de 90 % e índice de cristalinidade de 74,2 %;**

**Mudança na estrutura cristalina da celulose durante o tratamento com NaOH;**

**Índice de cristalinidade de 84,1 % para as micropartículas obtidas por spray-drying;**

**● Produção de biofilmes de amido reforçados com nanocelulose;**

**Avaliação da migração em alimentos.**



# ATIVIDADES DO GRUPO DE PESQUISA DA UEPG



**Extração de nanocelulose  
a partir de biomassa**



**Otimização do processo  
de hidrólise ácida**

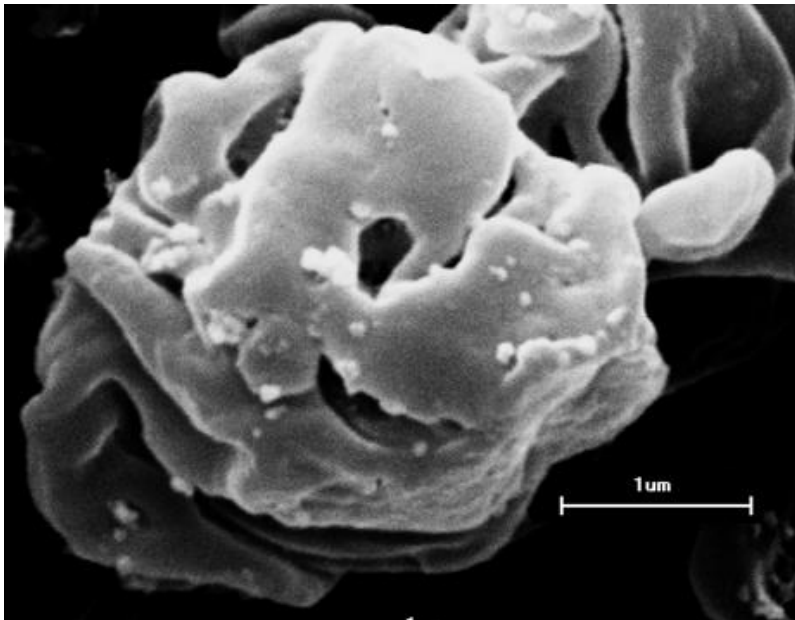


**Avaliação da técnica de  
secagem por atomização**

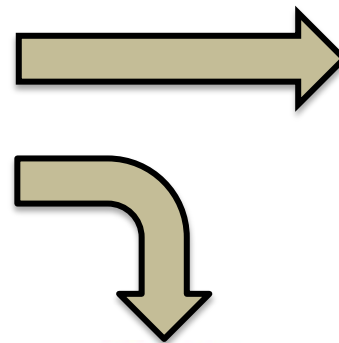




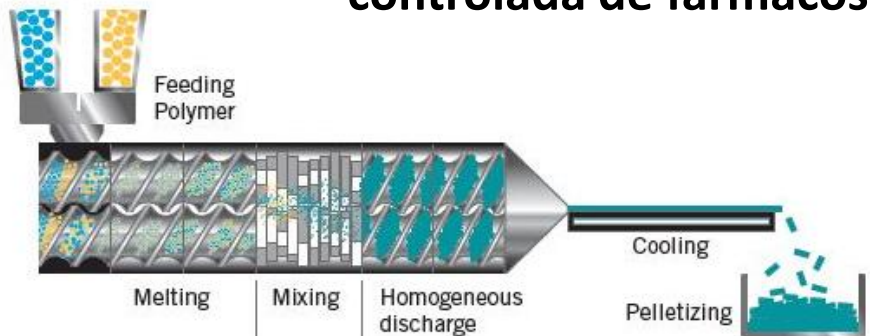
# ATIVIDADES DO GRUPO DE PESQUISA DA UEPG



**Desenvolvimento de micropartículas obtidas a partir da secagem por atomização de suspensão de CNC**



**Sistemas para liberação controlada de fármacos**



**Processamento de biocompósitos por extrusão**





## CONTATOS

**Ana Paula Travalini**  
Eng. de Alimentos  
(42) 9820-3041

[ana-apt@hotmail.com](mailto:ana-apt@hotmail.com)

**Eduardo Prestes**  
Eng. de Materiais  
(42) 9911-3140

[epres@uol.com.br](mailto:epres@uol.com.br)

**Ivo Mottin Demiate**  
Eng. de Alimentos  
(42) 3220-3768

[demiate@yahoo.com](mailto:demiate@yahoo.com)

**Luís Antonio Pinheiro**  
Eng. de Materiais  
(42) 9916-3433

[lapinheiro7@gmail.com](mailto:lapinheiro7@gmail.com)

<http://www.pitangui.uepg.br/propesp/ppgcta>



**Fale  
Conosco**



**OBRIGADA PELA ATENÇÃO!!!**

