



UFAM

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS

FACULDADE DE TECNOLOGIA

ENGENHARIA DE MATERIAIS

FTM 124 – TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

LUIZ MATHEUS ABECASSIS FERREIRA BRITO

**Produção e caracterização de biocompósitos poliméricos
reforçados com microfibrilas de celulose a partir da folha
do abacaxi**

Manaus - AM

2022

LUIZ MATHEUS ABECASSIS FERREIRA BRITO

Produção e caracterização de biocompósitos poliméricos reforçados com microfibrilas de celulose a partir da folha do abacaxi

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Engenharia de Materiais, da Faculdade de Tecnologia (FT), da Universidade Federal do Amazonas, como requisito parcial para a obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientadora: Prof. Dra. Virginia Mansanares Giacon

Manaus - AM

2022

Ficha Catalográfica

B862p Brito, Luiz Matheus Abecassis Ferreira
Produção e caracterização de biocompósitos poliméricos
reforçados com microfibrilas de celulose a partir da folha do abacaxi
/ Luiz Matheus Abecassis Ferreira Brito . 2022
63 f.: il. color; 31 cm.

Orientadora: Virginia Mansanares Giacon
TCC de Graduação (Engenharia de Materiais) - Universidade
Federal do Amazonas.

1. Biofilmes. 2. Abacaxi. 3. Hidrólise Ácida . 4. Nanocelulose. I.
Giacon, Virginia Mansanares. II. Universidade Federal do
Amazonas III. Título



Ata da Realização da Defesa do Trabalho de Conclusão do(a) aluno(a) Luiz Matheus Abecassis Ferreira Brito do Curso de Bacharelado em Engenharia de Materiais.

1 Às 19 horas do dia 14 de setembro de 2022 , utilizando a plataforma Google Meet com link
2 <https://meet.google.com/fep-dowh-cwm>, realizou-se a Defesa do Trabalho de Conclusão Curso
3 intitulado **Produção e Caracterização de Biocompósitos Poliméricos Reforçados com**
4 **Celulose a Partir da Folha do Abacaxi** do graduando Luiz Matheus Abecassis Ferreira Brito,
5 tendo como orientadora a Professora Virginia Mansanares Giacon. Compuseram a banca
6 examinadora os professores Virginia Mansanares Giacon (Presidente), Rannier Marques
7 Mendonça, Angela Mari dos Santos Costella e Keuriane Lima Pontes. Inicialmente a Presidente
8 da Banca Examinadora expôs aos presentes o roteiro formal da Defesa do Trabalho de
9 Conclusão de Curso e, em seguida, passou a palavra ao aluno para o início da apresentação.
10 Após o aluno concluir a exposição em 33 minutos, a Presidente passou a palavra aos
11 Examinadores para início da arguição oral e respectiva defesa do discente. Logo após, sem a
12 presença do aluno e do público no recinto, a Banca Examinadora se reuniu para concluir o
13 julgamento. Posteriormente, a Presidente solicitou o retorno do aluno para a Banca proferir o
14 resultado final. O aluno Luiz Matheus Abecassis Ferreira Brito foi considerado **APROVADO**
15 com a nota 8,5 (oito e meio) como Média Final. A versão final da Monografia deverá ser
16 entregue a Coordenação do Curso de Engenharia de Materiais no formato digital e depositada
17 no Repositório Institucional da UFAM no prazo máximo de 30 (trinta) dias corridos a contar da
18 data de Defesa, contendo as modificações sugeridas pela Banca Examinadora. Conforme o
19 Anexo 04 da Resolução 014/2013 CEG/CONSEPE, o aluno será punido com reprovação na
20 disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso caso não cumpra o prazo estabelecido acima.
21 Nada mais havendo a tratar, a Presidente da Banca Examinadora deu por encerrado o
22 julgamento que tem por conteúdo o teor desta Ata que, após lida, será assinada por todos os
23 membros da Banca para fins de produção de seus efeitos legais. Manaus-AM, 14 de setembro
24 de 2022.

Prof. Dra. Virginia Mansanares Giacon
Orientadora – Presidente

Prof. Dr. Rannier Marques Mendonça – Examinador

Prof. Dra. Angela Mari dos Santos Costella – Examinadora

M.Sc. Keuriane Lima Pontes – Examinadora

"Dedico este trabalho a Deus, aos meus pais e aos meus avós. Sem eles nada seria possível".

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, primeiramente, o grande arquiteto do universo, por todo amor, alegria e experiências ao longo desses anos, por ter sido meu fiel companheiro em todos os momentos, até mesmo nos dias mais árduos e sombrios.

Agradeço a minha família, especialmente a minha mãe Márcia Júlia Abecassis e meu pai Luiz Carlos, pelo amor incondicional, apoio, carinho, dedicação, amizade, compreensão e por sempre acreditarem em mim. Ao meu avô José Ferreira e a minha avó Lenaide Nazaré, que em todos os momentos de suas vidas depositaram sua fé e confiança em mim, agradeço por todo carinho, apoio e momentos felizes que recebi de vocês, sei que algum dia nos encontraremos novamente.

Agradeço à Universidade Federal do Amazonas e ao Departamento de Engenharia de Materiais, por todas as oportunidades e recursos oferecidos para o meu aperfeiçoamento profissional e ao incentivo pela pesquisa e desenvolvimento pessoal ao longo da graduação.

Agradeço à minha querida orientadora, Virgínia Giacon, por todo incentivo, compreensão, oportunidade, carinho, amizade, sabedoria e ensinamentos que guardarei e levarei para a minha vida.

Dentre as amigas que fiz, minha gratidão especial vai para um grupo de pessoas que ao decorrer do tempo foram aparecendo e desempenhando um papel fundamental nas etapas da graduação e da minha vida: Cláudia Muniz, Gabrielle Machado, Gabriel Messias e Keuriane Pontes, que fizeram parte do meu primeiro grupo da graduação, que me acompanharam durante toda jornada, sem o apoio e ensinamento de vocês, não chegaria até aqui. Agradeço à Beatriz Sevalho, Sália Picanço e Thaís Mafra pelos conselhos, desabafos, risadas e alegrias proporcionadas desde as primeiras horas da manhã. À Ana Alice, Diego Cadais, Lívia Vasconcelos, Matheus Amorim e Rayson Gomes pelo carinho, coragem e alegria de vocês, até mesmo nos momentos mais tensos da graduação.

Agradeço a todo apoio, inspiração e companheirismo dos amigos do Laboratório de Materiais Compósitos da Amazônia (LaMAC), em especial à Bianca Hagino, Henrique Guimarães, Jaíne Késsia, Matheus Rodrigues, Viviane Magalhães e Diogo Monteiro.

Muito obrigado a todos que me auxiliaram nesse caminho.

RESUMO

Através da necessidade de minimizar impactos ambientais, oriundos da utilização de materiais provenientes de combustíveis fósseis e não biodegradáveis, novas matérias-primas derivadas de fontes renováveis vem sendo o objeto de estudo de inúmeras pesquisas que, buscam o desenvolvimento de alternativas mais ecológicas. Nesse contexto, pode-se citar a utilização de biopolímeros, como o filme de amido de milho, por seu caráter biodegradável e baixo custo econômico. Por outro lado, sua aplicação se mantém limitada, por apresentar alta hidrofiliabilidade, comprometendo suas propriedades mecânicas quando solicitadas. Assim, muitos estudos visando a diminuição da hidrofiliabilidade desses materiais têm sido realizados, principalmente no que se refere à produção de compósitos reforçados. Portanto, o objetivo do estudo foi desenvolver um biofilme, por meio do método casting, com uma matriz biopolimérica formada a partir de amido e glicerol como plastificante, reforçado com microfibras de celulose obtidas a partir da fibra da coroa do abacaxi. O filme foi caracterizado por meio de análises físicas (espessura, solubilidade, teor de umidade, absorção de água), morfológica (microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura), mecânica (ensaio de tração) e térmica (termogravimetria). O resultado do estudo, mostrou um filme com aparecimento de microfibrilas de celulose, apresentando melhorias em suas propriedades, com a diminuição de 7,98% de solubilidade e 42,85% na absorção de água, aumento para valores de Tensão Máxima de 2,75MPa e Módulo de Elasticidade de 2,58MPa, e relativa melhora em sua estabilidade térmica.

Palavras-chave: Biofilme, abacaxi, hidrólise ácida, nanocelulose.

ABSTRACT

Through the need to minimize environmental impacts, arising from the use of materials derived from fossil fuels and not biodegradable, new raw materials derived from renewable sources have been the object of study of numerous studies that seek the development of more ecological alternatives. In this context, starch, one can cite the use of biopolymers, such as corn starch film, for its biodegradable character and low economic cost. Its application remains limited, due to its high hydrophilicity, compromising its mechanical properties when requested. Biodegradable materials have been studied to be used as reinforcement of the films, and reduce their hydrophilicity. Thus, the objective of the study was to develop a biofilm, through the casting method, with a biopolymer matrix formed from starch and glycerol as plasticizer, reinforced with cellulose nanocrystals obtained from pineapple crown fiber. The film was characterized by means of physical (thickness, solubility, moisture content, water absorption), morphological (optical microscopy, scanning electron microscope), mechanical (tensile test) and thermal (thermogravimetry) analyses. The result of the study showed a film with the appearance of cellulose microfibers, presenting improvements in its properties, with a decrease of 7.98% in solubility and 42.85% in water absorption, an increase to Maximum Stress values of 2.75MPa and Elastic Modulus of 2.58MPa, and relative improvement in its thermal stability.

Key-words: Biodegradable film, pineapple, acid hydrolysis, nanocellulose.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Classificação das fibras naturais	12
Figura 2: Esquema da estrutura da fibra natural	12
Figura 3: Esquema estrutural da lignina	14
Figura 4: Esquema da composição das unidades de hemicelulose.....	15
Figura 5: Disposição dos nanocristais de celulose	16
Figura 6: Estrutura química da amilopectina	30
Figura 7: Estrutura química da amilose	31
Figura 8: Esquema adaptado da metodologia utilizada no estudo	Erro! Indicador não definido.
Figura 9: Moinho de facas.....	35
Figura 10: Filtragem a vácuo.....	36
Figura 11: Esquematização das análises das amostras e micrômetro digital	38
Figura 12: Analisador de umidade.....	39
Figura 13: Suporte para tração	40
Figura 14: Resultado da espessura das fibras	44
Figura 15: Resultado da microscopia óptica das amostras	41
Figura 16: Análise MEV	42
Figura 17: Filme sem reforço	48
Figura 18: Filme reforçado	48
Figura 19: Resultado tensão x deformação para amostra sem reforço	49
Figura 20: Resultado de tensão e deformação para amostra reforçada	49

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1: Matéria solúvel perdida em (%).....	38
Equação 2: Máxima absorção de água (%).....	38

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Composição química de fibras naturais.....	13
Tabela 2 - Produção de abacaxi no Brasil 2012 a 2018	26
Tabela 3 - Produção de abacaxi no Brasil por região geográfica	26
Tabela 4 - Quantidade arrecadada da exportação de abacaxi	27
Tabela 5 - Composição química da folha da coroa do abacaxi	27
Tabela 6- Espessura dos biofilmes com e sem reforço	43
Tabela 7: Percentual de solubilidade das amostras	44
Tabela 8: Percentual de absorção máxima de água	46
Tabela 9: Valores obtidos no teor de umidade dos filmes	47
Tabela 10: Resultado da caracterização mecânica	50

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	8
2. OBJETIVO	10
2.1 OBJETIVO GERAL	10
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	10
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	11
3.1 FIBRAS NATURAIS	11
3.1.1 Lignina	13
3.1.2 Hemicelulose	14
3.1.3 Celulose	15
3.1.4 Nanocristais de celulose	16
3.1.6 Obtenção da nanocelulose	19
3.2 Tratamentos Químicos Para Fibra	19
3.2.1 Hidrólise Ácida	22
3.3 Abacaxi	24
3.3.1 Estrutura da planta	24
3.3.2 Produção e exportação do abacaxi	25
3.4 Amido	29
3.4.1 Filmes de Amido	31
4. MATERIAIS E MÉTODOS	34
4.1 Materiais	34
4.2 Métodos	34
4.2.1 Preparação da fibra	35
4.2.2 Mercerização	35
4.2.3 Branqueamento	36
4.2.4 Extração dos nanocristais de celulose	36
4.2.5 Preparação dos filmes	37

4.2.6	Caracterização física	37
4.2.7	Caracterização Morfológica	39
4.2.8	Caracterização térmica	40
4.2.9	Caracterização mecânica	40
5.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	41
5.1	ANÁLISE MORFOLÓGICA	41
5.1.1	Microscopia Óptica	41
5.1.2	Microscopia Eletrônica de Varredura	42
5.2	CARACTERIZAÇÕES FÍSICAS	43
5.2.1	ESPESSURA	43
5.1.2	Solubilidade	44
5.1.3	Absorção máxima de água	45
5.1.4	Teor de umidade nos filmes	46
5.3	CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA	47
5.3.1	Termogravimetria	47
5.4	CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA	49
5.4.1	Ensaio de Tração	49
	CONCLUSÃO	52
	REFERÊNCIAS	54

1. INTRODUÇÃO

A influência humana no consumo excessivo de recursos naturais, aliado com a produção de materiais provenientes de resíduos fósseis, principalmente plásticos, são os principais responsáveis pelas mudanças e impactos negativos causados no planeta. Evidências mostram que alterações em escala global, causadas pela influência humana, alteraram os processos atmosféricos, hidrológicos e geológicos do planeta, desencadeando uma nova era geológica (FANZO, 2020 MATHEUS, 2021).

A modificação nas atividades humanas ocasionadas pela pandemia de COVID-19, promoveu um aumento no uso de materiais provenientes da indústria petroquímica, e um aumento na geração de resíduo agroindustrial, que por não possuir valor significativo comercial, seu descarte não possui controle de qualidade, promovendo sérios danos ambientais. (MATHEUS, 2021).

Estimativas feitas pela Organização para a Cooperação e o Desenvolvimento Econômico (OCDE) em 2019, indicam que 460 milhões de toneladas de plásticos, foram produzidos, sendo 40% deste volume referente a embalagens (VALOR, 2022).

Por outro lado, estudos com enfoque na modificação do panorama atual vem destacando o uso de biopolímeros renováveis como destino alternativo na produção de polímeros que atendam os requisitos exigidos para a indústria (BRITO et al., 2011; MATHEUS, 2021).

Devido suas composições biológicas e químicas, os resíduos da agroindústria tornam-se potenciais substitutos dos materiais convencionais, por serem renováveis, biodegradáveis, e terem vasta disponibilidade ao redor do planeta. Nesse contexto, a fibra da coroa do abacaxi é um dos resíduos descartados durante a extração da fruta, por não acumular valor significativo comercial e apenas o seu fruto ser destinado para a fabricação de geleia, polpa e sucos (UPADHYAY, 2013).

Dados do IBGE (2019) demonstram que a produção de abacaxi no Brasil atinge cerca de 1,6 bilhão de frutos por ano, estando apenas atrás das Filipinas e Costa Rica, levando em consideração o contexto mundial. O estado do Amazonas é o segundo maior produtor de abacaxi da região norte, representando cerca de 6% da produção nacional (CONAB, 2019).

De acordo com os dados do Relatório de Atividades Trimestrais (RAT) do Instituto de Desenvolvimento Agropecuário e Florestal Sustentável do Estado do Amazonas (IDAM), os municípios de Itacoatiara e Careiro da Várzea produzem 82% da produção do abacaxi no Amazonas, representando 6% da produção nacional, de acordo com o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE, 2019), porém cerca de 45% de sua massa inicial, incluindo a coroa, é descartado na forma de resíduo.

A utilização do resíduo do abacaxi, em diferentes aplicações, foi reportada na literatura. Por exemplo, Senthilkuumaar (2000), comprovou que os resíduos da fruta de abacaxi podem ser usados na remoção de metais tóxicos como mercúrio, chumbo, zinco, cobre e níquel. Hameed (2009), reportou que o caule do abacaxi pode ser usado como adsorvente de baixo custo na remoção de corante azul a base de metileno, quando aplicado nas indústrias têxteis.

A literatura também reporta a aplicação das fibras do resíduo da coroa do abacaxi como reforço em compósitos poliméricos, por apresentarem baixo custo econômico, caráter renovável e biodegradável, ampla disponibilidade e serem ricas em celulose, possibilitando sua aplicação como reforços em nano compósitos poliméricos (UPADHYAY, 2013).

A utilização da estrutura da celulose, em escala nanométrica se destacou recentemente pela comunidade científica devido as suas características químicas e físicas, grande disponibilidade, renováveis, flexíveis com a inércia química e possibilitam a modificação química da superfície, baixa densidade, alta porosidade e biodegradabilidade natural (GOPAKUMAR, 2019).

Considerando esse contexto, aliado com o atual cenário da produção de resíduos da fibra da coroa do abacaxi, no estado, almeja-se desenvolver um biofilme, por meio do método casting, com uma matriz biopolimérica formada a partir de amido e glicerol como plastificante, reforçado com nanocristais de celulose obtidos a partir da fibra da coroa do abacaxi.

2. OBJETIVO

2.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver um biofilme, por meio do método *casting*, com uma matriz biopolimérica formada a partir de amido de milho e glicerol como plastificante, reforçado com nanocristais de celulose obtidos a partir da fibra da coroa do abacaxi.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obter nanocristais de celulose, da fibra da coroa do abacaxi, através de hidrólise ácida e neutralização através de centrifugação.
- Avaliar o comportamento físico do filme, através da análise de teor de umidade, solubilidade, absorção máxima de água e espessura.
- Caracterizar termicamente o filme de amido, através das técnicas de análise termogravimétrica (TG) e Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC).
- Caracterizar mecanicamente os filmes de amido de milho reforçados com nanocristais de celulose através do ensaio de tração: Determinação da resistência a tração e módulo de elasticidade.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 FIBRAS NATURAIS

A fibra natural é um polímero que pode ser retirado da natureza, sendo dividido em três grupos, considerando sua origem (DINIZ, 2020):

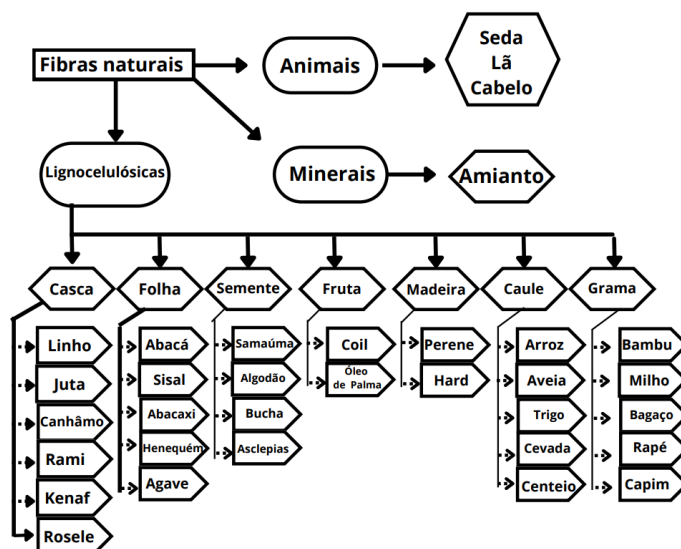
- I. Fibras de origem mineral: Possuem estrutura fibrosa e são constituídas por silicatos (DINIZ, 2020).
- II. Fibras de origem animal: Também conhecidas como proteicas, é a fibra cuja origem é a substância básica das fibras de origem animal, a proteína (DINIZ, 2020).
- III. Fibras de origem vegetal: Também chamadas de lignocelulósicas, são fibras originadas da celulose, substância básica das fibras de origem vegetal (DINIZ, 2020).

Na divisão das fibras vegetais, elas podem ser classificadas em sete grupos (DINIZ, 2020):

- I. Madeira
- II. Semente
- III. Fruto
- IV. Caule
- V. Folhas
- VI. Gramínea
- VII. Raiz

A Figura 1 contém mais informações sobre a divisão e as classificações das fibras naturais

Figura 1 – Classificação das fibras naturais

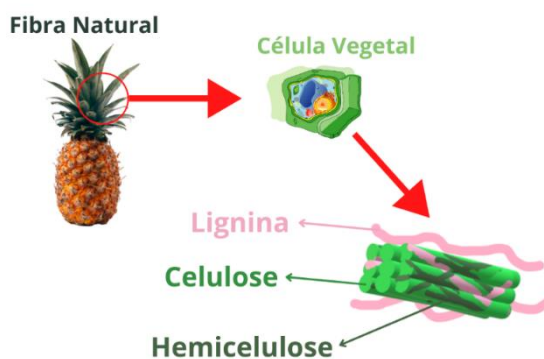


Fonte: Adaptado de Jain (2021)

A composição química das fibras, como a quantidade de celulose, hemicelulose e lignina presentes, pode se diversificar de acordo com fatores que envolvem diferentes estágios da fibra, como o seu tipo de armazenamento, condições climáticas, condições de colheita, temperatura ou métodos de produção. Tais fatores, podem prejudicar ou beneficiar a qualidade da fibra, e conseqüentemente, suas aplicações (JAIN, 2021).

A celulose, hemicelulose, lignina, pectinas e ceras são os principais componentes químicos das fibras vegetais, sendo substâncias polares. Atuam como material de cementação, sendo os constituintes principais de uma fibra vegetal, ligando várias fibras elementares entre si. A Figura 2 demonstra a estrutura das fibras naturais.

Figura 2 - Esquema da estrutura da fibra natural



Fonte: Adaptado de Santos (2012)

A Tabela 1 ilustra a composição química de algumas fibras vegetais (DINIZ, 2020).

Tabela 1- Composição química de fibras naturais

FIBRA	CELULOSE (%)	HEMICELULOSE(%)	LIGNINA (%)
Algodão	80 – 90	5 – 20	0
Grão de café	33,1	30,3	24,5
Trigo	33 – 38	26 – 32	8,3
Sisal	74	13	17 – 19
Piaçava	28,6	25,8	45
Folha do Abacaxi	68 – 85	16 – 19	5 – 12

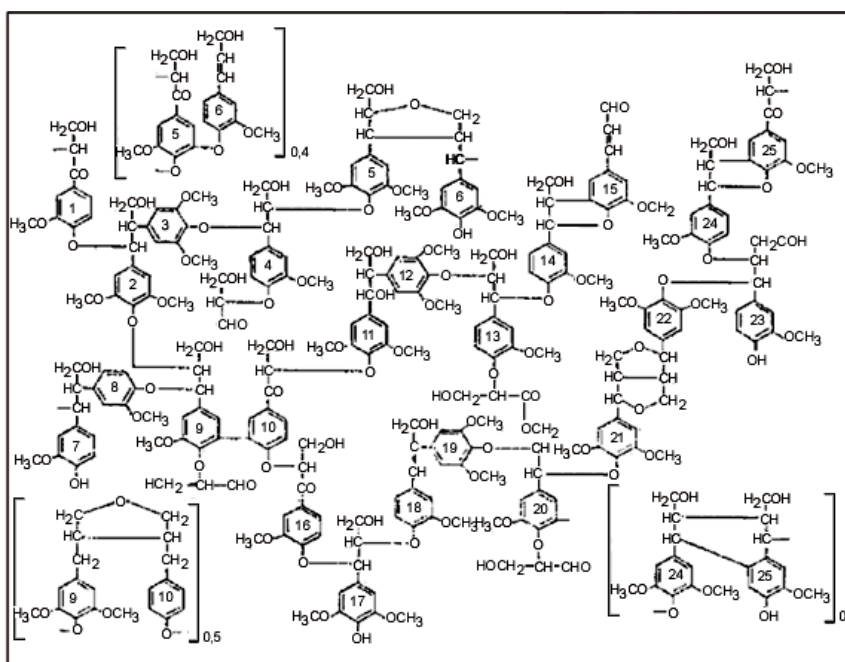
Fonte: Adaptado de KUMARI (2018); Jain (2021)

3.1.1 Lignina

Derivado do latim *lignum*, a palavra lignina significa “madeira”, corresponde a um dos principais componentes das fibras celulósicas. É responsável pelo transporte de água, nutriente e metabólitos, fornecendo resistência mecânica aos vegetais e proteção ao tecido contra-ataques de micro-organismos (FENGEL, 1984).

A lignina representa cerca de 30 % de todo o carbono orgânico não fóssil, sendo considerado o segundo polímero mais abundante no mundo, atrás da celulose. É um componente de estrutura amorfa das fibras lignocelulósicas (Figura 3), de origem renovável é derivada da polimerização desidrogenativa de três estruturas fenilpropanoides: o álcool coniferílico, álcool sinapílico e álcool p-cumarílico responsáveis por levar a formação de um vasto número de grupos funcionais e ligações, gerando um polímero complexo e tridimensional(LAURICHESSE,2014; BES, 2019).

Figura 3: Esquema estrutural da lignina



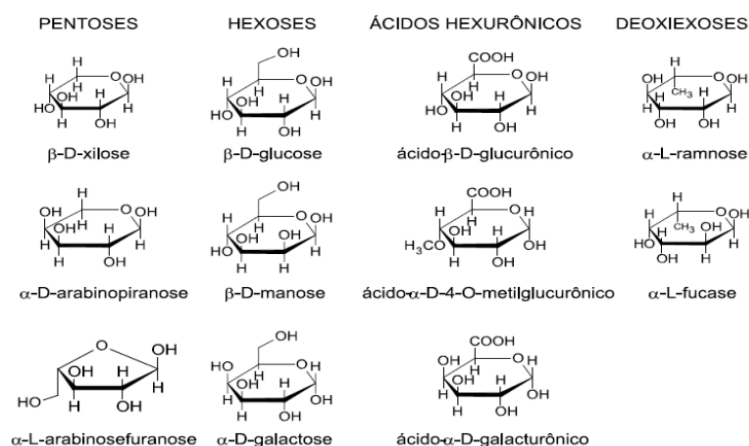
Fonte: Adaptado de Veloso (1993)

A lignina é separada em larga escala pelas indústrias de papel e celulose, e utilizada apenas como combustível para geração de energia e recuperação de produtos químicos. Estudos envolvendo diferentes aplicações para lignina validam sua possibilidade na obtenção de novas matérias-primas baseados em lignina, como insumos químicos, alimentos e energia, contribuindo para sua valorização (FREITAS, 2019).

3.1.2 Hemicelulose

Correspondendo entre 15 % e 35 % da composição da parede celular, a hemicelulose é um importante tipo de polissacarídeo da parede celular. Composta por hexoses, ácidos e pentoses que fazem parte de uma classe de polissacarídeos de baixa massa molecular (Figura 4). Possuem semelhança estrutural com a celulose e se depositam na parede celular (PALMA, 1993. GIRIO, 2010).

Figura 4: Esquema da composição das unidades de hemicelulose



Fonte Rodrigues (2008)

3.1.3 Celulose

Presente em todas as plantas, servindo como base dos componentes orgânicos, a celulose é homopolissacarídeo linear, cuja unidade de repetição é a celobiose, de fórmula geral $(C_6H_{10}O_5)_n$, formada pela união de duas moléculas de glicose. A celobiose é responsável pelo crescimento linear da cadeia, conferindo aumento da massa molar, dando rigidez a estrutura rígida e significativo grau de cristalinidade (CRUZ, 2017).

Sua estrutura linear ou fibrosa, contém seis grupos de hidroxila, formando ligações de hidrogênio intramolecular e intermolecular, responsáveis pela formação de cristais insolúveis em águas, além de tornarem a celulose resistente a tratamentos químicos e biológicos, devido a constante manutenção das redes cristalinas (CRUZ, 2017).

A celulose pode apresentar até quatro formas cristalinas, com propriedades químicas e físicas próprias, como densidade, ponto de fusão, solubilidade e são designadas como I, II, III e IV (OGEDA, 2010).

A cristalinidade da celulose tem grande importância, uma vez que possui a capacidade de influenciar a reatividade, controlar o acesso das ligações químicas as regiões cristalinas e dos compostos ou enzimas aos grupos funcionais. Seu grau e

dimensões são dependentes da fonte de origem da mesma, como por exemplo, a celulose do algodão apresenta elevado grau de cristalinidade e cadeias mais ordenadas quando comparada à celulose presente nas árvores (OGEDA, 2010).

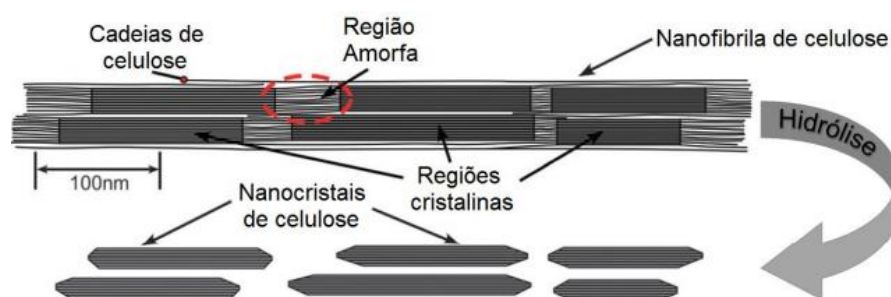
Na escala nanométrica, o alto grau de cristalinidade presente na nanopartícula de celulose é responsável pelas propriedades superiores, incluindo maior resistência. Atua como um reforço nesse nanocompósito natural, com a lignina e hemicelulose atuando como matriz (SEIXAS, 2019).

3.1.4 Nanocristais de celulose

O campo de estudo envolvendo materiais em escala nanométrica, tem proporcionado grandes descobertas de novos materiais sustentáveis. Essas descobertas permitem que novas tecnologias possam se desenvolver e revolucionar o atual mercado dos materiais convencionais, pois abordam questões relacionadas ao meio ambiente e sustentabilidade na atual indústria. Um desses novos materiais é a nanocelulose e suas estruturas (NASCIMENTO, 2018).

Os nanocristais de celulose são microfibrilas que foram desagregadas, através de processos que isolam o domínio cristalino, como por exemplo, hidrólise ácida. São reportados na literatura como cristalitos, whiskers ou cristais de celulose e possuem elevada cristalinidade, pureza, formato alongado semelhante a agulhas, em escala nanométrica, são unidos por regiões amorfas, compondo as microfibrilas celulósicas, conforme ilustra a Figura5 (SILVA, 2009).

Figura 5: Disposição dos nanocristais de celulose



Fonte: Novo (2016)

A ordenação da estrutura dos nanocristais de celulose, conferem ao material alta resistência mecânica, bem como mudanças significativas em suas propriedades, elétricas, magnéticas e ópticas, estimulando sua utilização como agente de reforço em materiais poliméricos (SILVA, 2010; PEREIRA, 2014).

É constituído por unidades de glicose que contém três grupos hidroxilas que são ligados aos carbonos 2, 3 e 6, sendo responsáveis por garantir as interações intermoleculares, que garantem a formação de sucessivas estruturas que compõe a parede celular da fibra, como microfibrilas (SILVA, 2009).

As microfibrilas, são constituídas de regiões cristalinas e amorfas. As regiões cristalinas são originadas através da ação combinada de biopolimerização e cristalização da celulose, que ocorre através de processos enzimáticos na célula. Por outro lado, as regiões amorfas são resultadas da má formação ocasionado devido à alteração no processo de cristalização, também podem ser conhecidas como regiões em que não ocorreu o efeito de cristalização. A proporção entre essas regiões determinará o grau de cristalinidade (SILVA, 2009).

Trata-se de um cristal definido e com poucos defeitos, possuindo elevada resistência, com estruturas singulares e cristalinas, com morfologia de formato fino e alongado devido a relação entre o comprimento e o diâmetro, proporcionando ao cristal um alto módulo de Young (CRUZ, 2017).

Por possuir uma vasta gama de propriedades, como grande área superficial, biodegradabilidade, baixa densidade e caráter não-tóxico, a produção de cristais de nanocelulose vem despertando interesse em diversos campos industriais. Estudos relatam sua utilização em reforço de materiais plásticos, sensores da indústria petrolífera, tintas e cosméticos (HAOACH, 2019).

De acordo com a literatura, as variações de celulose existentes, demonstram potencial promissor para o desenvolvimento de novos materiais de tecnologias mais sustentáveis. Nascimento (2018) obteve filmes com alta cristalinidade, boa estabilidade térmica, resistentes e rígidos ao utilizar a nanocelulose bacteriana como reforço

Propriedades interessantes também foram observadas por Prado (2019) ao isolar e caracterizar nanocristais de celulose extraídos de resíduos da coroa do

abacaxi. Um alto índice de cristalinidade (73%), estabilidade térmica, hidrofiliabilidade presentes nos nanocristais de celulose aliados ao caráter econômico de baixo custo na obtenção das fibras, podem contribuir positivamente para o potencial promissor dos nanocristais de celulose como uso em reforço de nanocompósitos poliméricos.

Barbash (2019) observou boas propriedades em seu estudo envolvendo nanocristais de celuloses extraídas de hastes da planta *Miscanthus x giganteus*, ao formar filmes com maior estabilidade térmica e alta resistência à tração. Ananocelulose deu maior densidade aos filmes, permitindo propriedades mais aprimoradas para a preparação de novos materiais compósitos

Os nanocristais de celulose também possuem como vantagem, a possibilidade de serem extraídos de diversas fontes, como investigado por Pham (2020) ao extrair nanocristais de celulose de jornais antigos, através de tratamentos químicos. Um alto índice de cristalinidade de 80,15% foi observado através das caracterizações, bem como alta estabilidade térmica e propriedades ópticas aceitáveis, reforçando fortemente pesquisas adicionais de nanocompósitos reforçados com nanocristais de celulose.

Na área da medicina, nanocristais de celulose podem ser utilizados em inúmeros tipos de células, podendo ser bons carregadores de fármacos, mostrando grande eficiência ao se ligarem a antibióticos e agentes anticâncer. No campo da nanotecnologia, os nanocristais tem despertado interesse para uma série de aplicações. Por exemplo, na fabricação de filmes transparentes ou como nanocargas na fabricação de bionanocompósitos (CRUZ, 2017).

Atualmente os nanocristais de celulose são obtidos por diferentes métodos, sendo a hidrólise ácida a metodologia mais utilizada. Durante a reação, as regiões amorfas são rapidamente atacadas, quando comparada com os domínios cristalinos que permanecem intactos, fazendo com que os domínios amorfos sejam destruídos para que se preserve a parte cristalina (CRUZ, 2017).

Os nanomateriais de celulose podem ser extraídos de qualquer fonte celulósica na forma de nanofibrilas ou nanocristais, através do processo de hidrólise mecânica ou ácida. A transformação da celulose em nanoescala confere aos materiais propriedades interessantes, como aumento na área superficial, baixa densidade,

biodegradabilidade, além de aprimorar a resistência mecânica e térmica dos materiais que serão reforçados, possibilitando diversas aplicações para diferentes setores industriais (DUFRESNE, 2019).

3.1.6 Obtenção da nanocelulose

A obtenção da nanocelulose acontece através da remoção da região amorfa das fibras naturais, para que aconteça o isolamento da celulose e da nanocelulose. Existem diversos métodos para sua obtenção, de natureza química, mecânica, biológica ou uma combinação entre eles. Empregado na área de medicina regenerativa, a produção de celuloses bacterianas é um método biológico para obtenção de nanocristais de celulose (CRUZ, 2017).

Para os métodos mecânicos, são aplicadas forças de cisalhamentos até a obtenção dos nanocristais, por meio de microfluidização ou homogeneização da fibra. A hidrólise ácida é o método químico mais utilizado para a produção dos nanocristais, consistindo em atacar as regiões amorfas da celulose, onde se concentram as ligações de hidrogênios mais fracas, expondo a celulose a algum ácido forte, ocorrendo a clivagem hidrolítica das ligações glicosídicas da região amorfa, que conseqüentemente isola a região cristalina (CRUZ, 2017).

Tratamentos químicos são necessários para que haja a extração da celulose, visando a solubilização de componentes amorfos na superfície da fibra, como hemicelulose e pectinas. A mercerização é um dos processos mais utilizados por modificar a superfície química das fibras e deixa-las mais suscetíveis a hidrólise ácida, seguida do processo de branqueamento para a remoção da lignina (SANTOS, 2016; CRUZ, 2017).

3.2 TRATAMENTOS QUÍMICOS PARA FIBRA

Os tratamentos químicos são eficientes para o isolamento das nanofibras de celulose, porém sua eficiência depende do nível de isolamento que a nanofibra de celulose se encontra, objetivando obter uma dispersão coloidal dos mesmos. Há diversos tratamentos descritos na literatura, entre eles, a mercerização (ROSA, 2010).

A norma ASTM D1695 define mercerização como um processo no qual as fibras vegetais são submetidas a uma interação com solução aquosa de base forte, acarretando mudanças nas estruturas nas dimensões, morfologia e propriedades mecânicas das fibras.

Para aumentar a compatibilidade entre as matrizes poliméricas e fibras naturais, a mercerização proporciona um aumento na área superficial fibrilar que permite acesso dos grupos de hidroxila da celulose, melhorando a cristalinidade da fibra e aumentando a sua rugosidade (BARRETO, 2009).

Com finalidade de modificar a estrutura das fibras naturais através da solubilização da hemicelulose e lignina, a mercerização se destaca por ser um dos mais populares tratamentos químicos utilizados em fibras naturais (ALBINANTE, 2013).

É considerado um dos tratamentos mais econômicos, deixando as fibras mais susceptível a hidrólise ácida, ativando os grupos de hidroxila da celulose e lignina da fibra, causando inchaço e remoção parcial dos componentes da mesma, aumentando a quantidade de celulose exposta na superfície das fibras, resultando num aumento da cristalinidade e na redução do diâmetro das fibras (SANTOS, 2016).

Durante a mercerização, a celulose é tratada com solução alcalina aquosa, sendo bastante utilizada em processos que se desejam produzir derivados de celulose, favorecendo a remoção de lignina, podendo também promover a mudança estrutural da celulose I e II, através do processo de intumescimento (MARIANO, 2013).

Been (2019) investigou os efeitos do tratamento alcalino com hidróxido de sódio nas fibras de coco e seu desempenho como reforços em compósitos. O tratamento foi efetivo na remoção de componentes parciais da fibra, como hemicelulose e lignina, resultando em fibras com textura superficial áspera e de significativa rugosidade.

Os compósitos reforçados com fibras de coco mercerizadas demonstraram melhor estabilidade térmica em baixas temperaturas e menor hidrofobicidade quando comparados aos compósitos reforçados com fibra *in natura*, contribuindo para melhor adesão interfacial entre a fibra/matriz (BEEN, 2019).

O tratamento alcalino também produziu efeitos nas propriedades estruturais, mecânicas e térmicas da fibra de palma, que foram usadas como reforço em compósitos com matriz de poliuretano, conforme relata Oushabi et al. (2017). Os resultados mostram a eficácia do tratamento na remoção dos constituintes não

celulósicos da fibra, resultando no aumento da resistência à tração dos compósitos, além de ser responsável pela melhora na adesão interfacial fibra/matriz.

O tratamento de branqueamento é outro processo utilizado nas indústrias de papel e celulose. Consiste no isolamento das fibras de celulose, com o objetivo de promover um desmembramento dos componentes da fibra sem causar a destruição das fibrilas celulósicas (MARIANO, 2013).

Hernandes (2018) investigou a influência do branqueamento na extração de nanocristais de celulose de resíduos de palha de milho. A eficácia na remoção dos componentes amorfos da fibra como, lignina e hemicelulose, foi proporcional ao número de vezes que a amostra havia sido submetida ao branqueamento, resultando também na diminuição do tamanho do nanocristal de celulose.

O número de exposições da fibra ao processo de branqueamento influenciou na eficiência da extração dos componentes amorfos da mesma. Resultados satisfatórios foram observados ao realizar o processo de branqueamento por duas vezes, por obter nanocristais com dimensões menores e maior estabilidade térmica, devido a presença de componentes amorfos da fibra que não foram retirados (HERNANDES, 2018).

Por outro lado, o excesso de exposição das fibras ao branqueamento, resultam na redução dimensional dos nanocristais de celulose, porém apresentam uma queda de estabilidade térmica das fibras, juntamente com a oxidação das mesmas. Por sua vez, uma única exposição das fibras ao branqueamento resulta em extrações ineficientes de hemicelulose e lignina, bem como resultados insatisfatórios na obtenção de nanocristais de celulose, que em sua grande maioria apresentam dimensões micrométricas (HERNANDES, 2018).

Barreto (2009) ao trabalhar com fibras de sisal e do pseudocaulo de bananeira, constatou que tanto a mercerização como o branqueamento são efetivos para causar modificações estruturais na superfície da fibra, tornando-as mais adsorvente em relação a fibra *in natura*.

A junção dos tratamentos químicos de mercerização e branqueamento também foi observada por Prado (2019) para isolar e caracterizar nanocristais de celulose de resíduos da fibra da coroa do abacaxi. As caracterizações químicas e morfológicas comprovaram a eficiência na remoção dos componentes amorfos, hemicelulose e lignina, que aliadas ao processo de hidrólise ácida, contribuíram para redução no tamanho do diâmetro dos nanocristais de celulose.

O aumento no teor de celulose também foi reportado por Zheng (2019) em seu estudo para obtenção de nanocelulose obtidas do resíduo da casca de noz. As caracterizações apontaram que a mercerização e o branqueamento foram eficazes na remoção dos componentes amorfos da fibra, promovendo o aumento de até 89% no teor de celulose presente nos resíduos da casca de noz.

3.2.1 Hidrólise Ácida

O processo de hidrólise ácida contribui para o desenvolvimento de tecnologias biodegradáveis utilizadas no combate da disposição final de resíduos sólidos. É utilizada para quebrar as microfibras em nanocristais, e ocorre utilização de um ácido mineral em solução aquosa, diluída ou concentrada, ocorrendo nos compostos orgânicos, como ésteres, açúcares dentre outros. (HIJAZIN, 2012).

O tratamento permite a dissolução dos domínios amorfos e a obtenção de uma suspensão aquosa. Durante o processo, as regiões cristalinas dos grânulos, principalmente a do amido, são as mais resistentes que as regiões amorfas, fazendo com que pequenos cristais possam ser isolados a partir da hidrólise. Após o processo de hidrólise, se inicia a centrifugação, para retirada do ácido, diálise e ultrassom, para a maior dispersão da suspensão (COSTA, 2016).

Uma vez atingindo as regiões amorfas, os nanocristais podem apresentar alta cristalinidade, porém é necessário um período de tempo específico, fazendo com que o rendimento da hidrólise seja relativamente baixo, o que dificulta sua aplicação em escala industrial (COSTA, 2016).

No caso da celulose, por se tratar de um polímero semicristalino, o processo de hidrólise ácida atua dissolvendo os domínios amorfos através da presença de um ácido forte e controlado que será aplicado em suas fibras. Durante o processo, os íons penetram nas cadeias de celulose promovendo o processo de clivagem hidrolítica e liberando cristalitos individuais, resultando nos nanocristais de celulose (DUFRESNE, 2019).

Diferentes tipos de ácidos podem ser utilizados para degradar as fibras de celulose, sendo o ácido clorídrico e sulfúrico os mais utilizados. Porém, a literatura

informa que há limitações envolvendo o ácido clorídrico, apesar de possuir a maior facilidade de remoção que os outros ácidos, o mesmo apresenta dificuldade em dispersar em solventes e obter uma suspensão instável, tendendo para floculação (SANTOS, 2016).

Ácido fosfórico, bromídrico, fórmico, cítrico e similares, são outros tipos de ácidos que também podem ser utilizados no processo de hidrólise ácida. Parâmetros como, concentração de ácido, temperatura, tempo de reação de hidrólise, controlam as variações no tamanho e da cristalinidade dos nanocristais de celulose (WANG, 2019).

Dai (2018) utilizou a hidrólise ácida com ácido sulfúrico, precedida por tratamentos químicos de branqueamento e mercerização, para obter nanocristais de celulose em forma de agulha. Nanocristais de celulose de alta cristalinidade foram obtidos, com tamanhos médios de 15 ± 5 e 189 ± 23 nm de diâmetro e comprimento.

A inserção de nanocristais de celulose em filmes de goma de gelana resultou em um relativo aumento da viscosidade, proporcional ao aumento do teor dos nanocristais de celulose nos filmes, além de significativas melhorias na estabilidade térmica, cristalinidade e resistência à tração dos filmes (DAI, 2018).

Prado (2019) afirma que no processo de hidrólise ácida, as moléculas ácidas se difundem mais facilmente nas regiões amorfas da celulose do que no domínio cristalinos que é mais densamente compactado, podendo promover alterações no tipo polimórfico da celulose.

A hidrólise ácida, na fibra da coroa de abacaxi, possui mais efetividade quando aliada a outros tratamentos químicos utilizados na fibra, pois permitem um melhor acondicionamento das cadeias de celulose que conseqüentemente aumentam a sua cristalinidade (PRADO, 2019).

A utilização do ácido sulfúrico é considerada o método mais eficiente na hidrólise ácida, pois os sulfetos reagem com as hidroxilas da superfície por meio do processo de sulfonação, dando origem a grupos ésteres de sulfato aniônicos, que induzem a uma formação de uma camada eletrostática sob toda a superfície promovendo sua dispersão em água (SANTOS, 2016).

Cherian (2008) relatou mudanças na estrutura e morfologia da fibra, conforme a concentração do ácido e também pela pressão aplicada, juntamente com redução do diâmetro da fibra e o aumento na cristalinidade das amostras conforme o aumento da concentração dos ácidos ao utilizar o método de hidrólise ácida em autoclave.

Merlini (2016) reporta que as condições de hidrólise ácida afetam a forma dos nanocristais de celulose, independente da concentração de ácido. Reações conduzidas a 35°C resultaram em nanocristais de celulose com coexistência das estruturas cristalinas I e II com formato esférico, e reações a 45°C resultam em estrutura cristalina I com formato de haste, com maior estabilidade térmica em condições de temperaturas maiores.

Outro tipo de celulose, a celulose bacteriana, também pode ser isolada por meio de hidrólise ácida, como relatado por Costa (2018), que obteve suspensões aquosas estáveis com estabilidades eletrostática favoráveis, que quando aplicados como reforço, apresentaram uma melhor afinidade entre a matriz e reforço.

Resultados positivos, para o isolamento de cristais de nanocelulose, foi reportado por Trikolesh (2019), que ao aliar com o tratamento de clorito de sódio, apresentaram maior rendimento de celulose. Os nanocristais de celulose apresentaram ausência de seus componentes amorfos, além de outras características como alta cristalinidade e estabilidade térmica.

Até o momento, alguns países já atingiram a produção industrial na utilização do processo de hidrólise ácida, obtendo tamanhos de partículas mais uniformes. A problemática se dá pelo resíduo e o pós-tratamento gerado pelo processo. Grandes concentrações de ácidos podem causar a destruição da estrutura da celulose (WANG, 2019).

3.3 Abacaxi

3.3.1 Estrutura da planta

O abacaxi (*Ananas comosus*) é uma planta de clima tropical, nativo do continente americano, pertencente à família *Bromeliaceae* e gênero *Ananas* Mill, tendo seu nome utilizado tanto para a planta quanto para o fruto. Sua planta é

monocotiledoneas herbácea pertencente a família *bromeliáceas*, da subfamília *Bromelioideae* (CONAB, 2019; JAIN, 2021).

Estima-se que tem sua origem provável na América do Sul, sendo disseminado em regiões da América Central e do Caribe, antes da chegada dos europeus. Sua facilidade de cultivo e dispersão foram fatores principais que permitiram que os colonizadores espalhassem seu fruto no continente Europeu, Africano e Asiático (EMBRAPA, 2000; CONAB, 2019).

A fruta simboliza a socialidade e amizade entre regiões e comunidades, principalmente em festas e celebrações no passado. As primeiras referências de plantação do abacaxi datam do ano de 1399 no Paraguai e no Brasil. A planta é popularmente conhecida por seu nome de gênero Ananas em mais de 30 línguas. Para os índios nativos pelos trópicos e subtropicais da América do Sul e Central seu nome significa "excelente fruta" em Guarani.

Suas folhas são pontiagudas, organizadas em uma espiral de coloração verde com pequenos tons de rosa, ao redor de um pequeno caule. Sua reprodução é feita por propágulos vegetativos que ocorre durante o plantio da coroa ou dos brotos alojados em seu caule. O tipo de plantio determinará o desenvolvimento inicial da raiz e seu sistema de cultura varia entre 12 e 24 meses dependendo das condições do terreno e da temperatura (JAIN, 2021).

3.3.2 Produção e exportação do abacaxi

O Brasil produz o equivalente a 1,62 milhões de toneladas de abacaxi ao ano, sendo o segundo fruto mais produzido do país. Segundo a Organização das Nações Unidas para a Alimentação e a Agricultura (FAO) a quantidade de produções ao ano tornou o Brasil o segundo maior produtor mundial, atrás apenas da Costa Rica (FAO, 2019).

A produção de abacaxi abrange todo o território nacional. De acordo com o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE,2019) atingindo cerca de 11,9 bilhões de frutos produzidos somente no período entre 2012 a 2018 (Tabela 2); demonstrando um resultado médio anual de 1,7 bilhões de frutos, apenas com exceção de 2017 (CONAB, 2019).

Tabela 2 - Produção de abacaxi no Brasil 2012 a 2018

Ano	Quantidade
2012	1.697.734
2013	1.655.887
2014	1.764.162
2015	1.769.097
2016	1.706.078
2017	1.539.756
2018	1.766.986

Fonte: Adaptado de IBGE (2019)

Os estados do Norte, Nordeste e Sudeste se destacam quanto a produção de abacaxi. O Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) quantificou a média regional da produção nacional entre 2012 e 2018, mostrado na Tabela 3.

Tabela 3 - Produção de abacaxi no Brasil por região geográfica - 2012 a 2018

Estados	Média Regional (%)
Norte	30
Nordeste	35
Sudeste	28
Sul	1
Centro – Oeste	6

Fonte: Adaptado de IBGE (2019)

Grande parte da produção do país se concentra no estado do Pará, com 412.102 toneladas, sendo responsável pela colheita de 68,20% da produção regional entre 2012 e 2018. O estado da Paraíba, 283.362 toneladas produzidas ao ano é

responsável por 51,49% da produção de abacaxi da Região Nordeste. Minas Gerais com 251.429 toneladas produzidas ao ano representa 49,54% da produção de abacaxi produzida no Sudeste (IBGE, 2019).

Para o Instituto Agrônomo de Campinas (2019) toda a indústria de colheita e produção de frutas representa uma das práticas econômicas mais importantes do país, apenas a produção de abacaxi emprega mais de 74 mil pessoas no campo, possibilitando a exportação para mais de 17 países ao redor do mundo.

A participação do país no mercado internacional ainda é irrelevante, apesar da quantidade de produção. Entre 2012 e agosto de 2019, o país arrecadou um montante de US\$ 80 milhões, com aproximadamente 48 milhões de toneladas de abacaxi exportados. As exportações envolvem a fruta, o suco, e o preparo e processamento do abacaxi, que correspondem a 29%, 69% e 2%, da quantidade exportada, respectivamente (CONAB, 2019).

A Tabela 4, a seguir, mostra a quantidade aproximada dos lucros de exportação no período entre 2012 e 2019.

Tabela 4 - Quantidade arrecadada da exportação de abacaxi

Anos	Quantidade (US\$)
2012	6 milhões
2013	5 milhões
2014	3 milhões
2015	15 milhões
2016	28 milhões
2017	12 milhões
2018	5 milhões
2019	3 milhões

Fonte: Adaptado de IBGE (2019)

Argentina e Uruguai são os principais países onde a fruta é destinada, com 95% de representação do quantitativo exportado até 2018. Os destinos se diversificam quanto ao abacaxi preparado e processado, tendo Paraguai, Uruguai, Angola, Portugal, Itália e Estados Unidos como destinos desse produto. Quanto ao suco, Argentina, os Países Baixos, Espanha, Bélgica e Chile são os importadores mais frequentes (CONAB, 2019).

Após a produção, o fruto, a planta e a fibra extraída da coroa do abacaxi se tornam resíduos vegetais renováveis, econômicos, biodegradáveis e possuem ampla disposição na natureza. Em contrapartida, seus potenciais econômicos e tecnológicos ainda são desconhecidos por parte dos produtores, levando ao descarte inadequado dos resíduos gerados durante a sua produção e extração, com destaque para a coroa do abacaxi que representa de 20% a 80% do volume da fruta. (PRADO, 2019).

Esses subprodutos da produção do abacaxi constituem matéria-prima de baixo valor econômico que possuem potenciais para serem utilizados em agentes de reforço em compósitos e nanocompósitos (PEREIRA, 2021).

3.3.3 A fibra da coroa do abacaxi

A fibra da coroa do abacaxi possui alto potencial de aplicação, considerando a alta produção de abacaxi presente no país aliado ao fato de que grande parte do abacaxi é transformado resíduo agroindustrial e descartado indevidamente. Seu uso é limitado à materiais de artesanato e a indústria têxtil. Assim, agregar valor à essa matéria-prima diminuiria os danos ambientais, promovendo a geração de empregos e rendas (REICHERT, 2020).

A fibra da folha de abacaxi é composta por celulose, hemicelulose, lignina e pectina como elementos principais de sua composição. Em comparação com outras fibras naturais, a fibra da coroa do abacaxi possui maior teor de celulose, tornando-a mais resistente e útil para utilização em produtos. A alta quantidade de celulose também é responsável pela elevada resistência mecânica. A tabela 5 mostra a composição química das fibras das folhas de abacaxi (JAIN, 2021).

Tabela 5 - Composição química da folha da coroa do abacaxi

Celulose	68% – 85%
Hemicelulose	16% – 19%
Lignina	5% – 12%
Pectina	1,0% – 1,3%
Ceras	10% – 12%
Cinzas	0,8% – 4%

Fonte: Adaptado de Jain (2021)

As fibras apresentam propriedades comparáveis as fibras lignocelulósicas comerciais, apresentando estrutura e microestrutura celular organizada e com estruturas onduladas, com planos cristalográficos de celulose I e com bom teor de umidade e absorção de água (Prado, 2015).

Na literatura é possível encontrar trabalhos científicos utilizando a fibra da coroa do abacaxi, como por exemplo a sua utilização como reforço em materiais compósitos para a construção civil (NEGRÃO, 2020), modificação de sua estrutura por tratamentos químicos para a formação de compósitos poliméricos (MARCON, 2009), na produção de compósitos sustentáveis (REICHERT, 2020), entre outros.

Pereira (2021) comprovou que as fibras extraídas da coroa do abacaxi, aliadas com tratamentos químicos, podem ser utilizadas como reforço para embalagens de alimentos, pois apresentaram estabilidade térmica elevada e alto índice de cristalinidade que auxiliam na produção de nanocelulose.

3.4 AMIDO

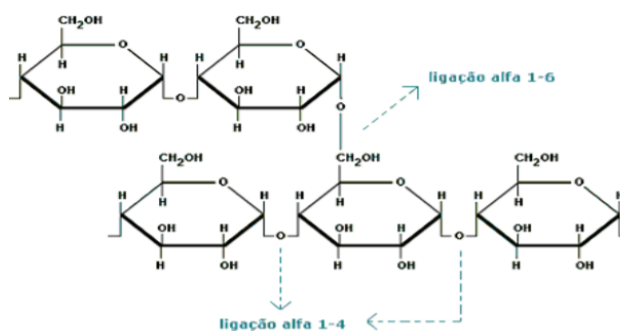
O amido é um polissacarídeo organizado sob a forma de grânulos com caráter parcialmente cristalino e com graus de cristalinidade que variam de 20 a 45%. É uma das matrizes de polímeros mais utilizadas nas indústrias de filme, por ser biodegradável e ser amplamente encontrando em frutas, tubérculos e grãos de cereais (COSTA 2016, YOUNG 1984).

Por ser um material de reserva dos vegetais, o amido precisa ser transportado pelas folhas através de outras regiões dos vegetais, onde se forma e se instala permanentemente. Esse processo é facilitado pela sua decomposição, dando origem a outras formas de açúcares solúveis ao suco celular, que se convertem novamente em amido (MANO, 2013).

Em sua constituição química, destaca-se dois polímeros de glicose que apresentam estrutura e funcionalidade diferentes, sendo eles a amilopectina, uma macromolécula com elevada massa molar, a amilose, macromolécula de caráter linear. As variações das proporções destes componentes influenciam nas propriedades físico-químicas dos grânulos de amido, afetando suas aplicações industriais (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010; COSTA, 2016).

A amilopectina é um polímero que apresenta alto grau de ramificações. Sua estrutura (Figura 6) é formada, na maioria das vezes, por 20 a 25 unidades de α -D-glucopiranos, unidades por ligações α -(1-4), onde suas cadeias são unidas por ligações α -(1-6) entre si, além ser responsável pela formação do grânulo de amido.

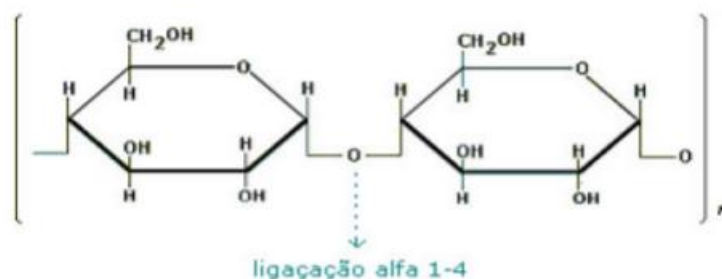
Figura 6: Estrutura química da amilopectina



Fonte: Costa, 2016

A amilose é um polímero linear composto por unidades D-glicoses ligadas por ligações α -(1-4), com estrutura de hélice (Figura 7) e com grau de polimerização variando de 200 a 3000, dependendo da origem do amido (COSTA, 2016).

Figura 7: Estrutura química da Amilose



Fonte: Costa, 2016

As diferentes proporções e pesos moleculares de amilopectina e amilose possibilitam que o amido seja isolado, obtendo diferentes propriedades, processamentos e aplicações. Quando as estruturas semicristalinas dos grânulos de amido são aquecidas em contato com a água, dão início ao processo de gelatinização, ocorrendo a transformação do amido granular em pasta viscoelástica (SOUZA, 2015)

As nanopartículas à base de amido são utilizadas como transportadores de fármacos, devido a sua biocompatibilidade e biodegradabilidade e sua aplicação, como reforço em matrizes poliméricas, se tornou promissor na última década. Filmes de amido de ervilha reforçados com nanocristais de amido, obtiveram melhores propriedades mecânicas e morfológicas, além de uma significativa melhora na estabilidade térmica (LI et al., 2015).

3.4.1 Filmes de Amido

As propriedades químicas, físicas e funcionais que a amilose possui para a formação de géis, juntamente com sua capacidade de formação de filmes, torna o amido, um material base essencial para produção de filmes biodegradáveis. Em solução, as moléculas de amilose tendem a se orientar paralelamente, dando origem a formação de ligações de hidrogênio entre hidroxilas e polímeros adjacentes, resultando na redução da afinidade do polímero à água, favorecendo a formação de uma pasta opaca que posteriormente forma os filmes mais resistentes (MALI, 2010).

Em escala laboratorial, podem ser obtidos pelo método de moldagem do tipo casting. Sua utilização consiste em, primeiramente, na gelatinização do amido com objetivo de desestruturar seus grânulos, para que em seguida seja depositado em um

molde para posterior secagem em estufa, obtendo o filme polimérico termoplástico (CAMPAGNER, 2014).

Este material tem-se mostrado promissor, devido ao seu caráter biodegradável e baixo custo de produção quando comparados a outros polímeros comerciais com o mesmo caráter, como poli-hidroxibutirato (PHB) e derivados, que podem custar até 8 vezes mais, se comparados aos polímeros derivados de petróleo (CAMPAGNER, 2014).

Na literatura, há um grande número de aplicações para o amido em filmes biopoliméricos e materiais para embalagens e/ou revestimentos. Lubis (2017) desenvolveu filmes de amido oriundos de semente de jaca e quitosana, com sorbitol como plastificante, resultando em significativos desempenhos mecânicos, espessura e elongação satisfatórios.

Costa (2018) em seu estudo envolvendo filme de amido à base de aveia residual, relatou resultados significantes para a sua utilização em filmes comestíveis, como espessura, solubilidade e permeabilidade ao vapor d'gua. A composição química, teores de umidade e pureza presentes no filme de amido, extraído do resíduo industrial de aveia, também se enquadraram nos padrões estabelecidos pela legislação.

Outras fontes de amido, como a semente de jaca, também obtiveram bons resultados, como relatado por Campos (2017). O alto teor de amilose presente no amido da semente de jaca resultou em uma boa formação de filme, que incorporado com alfa-tocoferol obteve significantes melhorias nas barreiras UV e aumento da força de tensão de ruptura.

Porém, a limitação encontrada nas propriedades mecânicas de diversos polímeros biodegradáveis limita sua aplicação na indústria, uma vez que polímeros sintéticos possuem propriedades superiores. Com isso, surge a incorporação de reforços provenientes de outras substâncias, de preferência com origem natural, como forma de incrementar as propriedades mecânicas dos filmes de amido. (CAMPAGNER, 2014).

De acordo com a literatura, nanocristais de celulose possuem grande potencial como reforços quando aplicados em filmes poliméricos, como reportado por Souza

(2015), que identificou aumento nas propriedades mecânicas, como a resistência à tração e módulo de Young, quando adicionou nanocristais de celulose à matriz de quitosana.

3.4.1 Glicerol como agente plastificante nos filmes de amido

O glicerol é um dos plastificantes mais utilizados nos estudos que envolvem a produção dos biofilmes, derivados do amido. Objetivando o controle da flexibilidade, o plastificante é uma molécula de baixa volatilidade de composição química semelhante ao polímero utilizado na constituição do biofilme. A adição à solução filmogênica altera a organização molecular do amido, alterando a viscosidade do sistema e melhorando a mobilidade das macromoléculas (RABELLO, 2013).

As forças intermoleculares das cadeias poliméricas são reduzidas com a adição do plastificante, permitindo que ocorra o deslizamento das cadeias do polímero. O plastificante ocasiona alterações nos biofilmes, levando a um aumento de flexibilidade e diminuição na resistência mecânica, porém auxiliam na melhora do processamento e redução de dureza do material polimérico (MALI, 2010; RABELLO, 2013)

O aumento no teor de glicerol não é proporcional ao aumento de sua hidrofiliabilidade, como observado por Coffferri (2019) que verificou um aumento na solubilidade dos filmes biodegradáveis de proteína de soja isolada ao aumentar o teor de glicerol

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

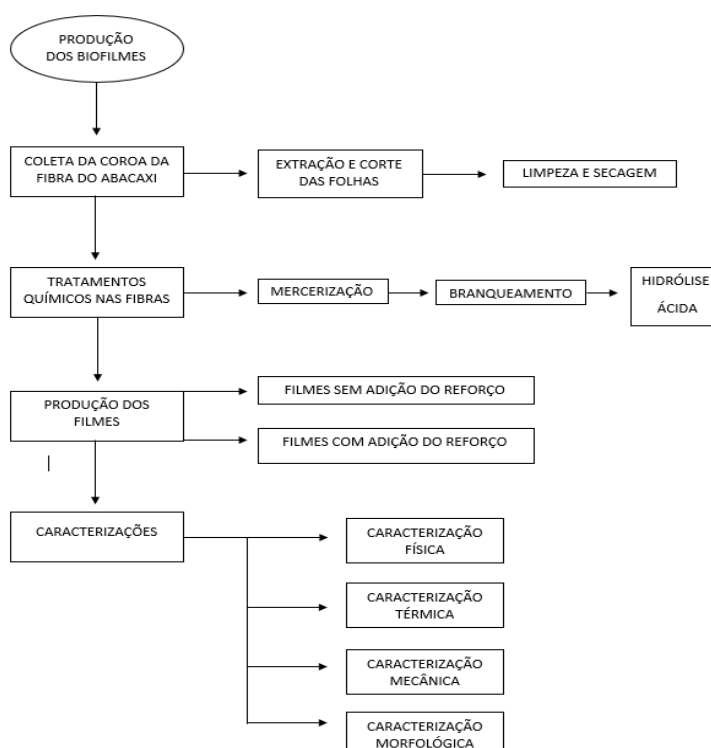
Os materiais utilizados na produção dos biofilmes poliméricos reforçados com nanocristais de celulose, estão descritos a seguir e podem ser vistos na figura 8:

- a) Amido de milho, marca KIMIMO;
- b) Glicerina bidestilada (Glicerol), marca DINÂMICA;
- c) Coroa do abacaxi;
- d) Hidróxido de sódio Lentilhas P.A.-A.C.S. 100%, marca Synth;
- e) Peróxido de hidrogênio 200 VOL. .P.A - ACS, marca NUCLEAR;
- f) Ácido sulfúrico, PA ACS 95-98, marca NUCLEAR.

4.2 Métodos

A metodologia aplicada, foi adaptada de Prado (2019) para a extração de nanocristais de celulose da fibra da coroa do abacaxi. A Figura 9 ilustra as etapas da metodologia aplicada para o desenvolvimento e caracterização dos filmes.

Figura 8: Esquema adaptado da metodologia utilizada no estudo



4.2.1 Preparação da fibra

As fibras foram extraídas manualmente de uma coroa do abacaxi, cortadas em seguida imersas em água destilada (60 °C durante 1 hora) para posterior lavagem em água corrente, objetivando a remoção de resíduos e impurezas presentes.

As fibras, já higienizadas, foram secas em estufa (100 °C durante 5 horas), da marca Ethik e levadas para a moagem em moinho macro de rotor vertical com facas móveis e fixas, Moinho Micro de Facas, Marconi, Modelo 048 (Figura 9) para os tratamentos químicos.

Figura 9: Moinho de facas



Fonte: Autor,2022

4.2.2 Mercerização

Após o procedimento de higienização e secagem, 100 gramas das fibras de abacaxi foram tratadas em uma solução de 500 mL contendo 5 % de NaOH, em 90 °C durante 1 hora, sob constante agitação.

Em seguida, as fibras mercerizadas foram secas utilizando uma bomba de vácuo, marca New Pump, com velocidade de vazão de 53 a 58 litros/minuto, e levadas a estufa (60 °C) até a obtenção de massa constante.

Figura 10: Filtragem a vácuo utilizada para retirar excesso de água das fibras



Fonte: Autor,2022

4.2.3 Branqueamento

As fibras mercerizadas, foram submetidas ao processo de branqueamento, para a remoção dos componentes amorfos da fibra, como lignina e hemicelulose. 100 gramas de fibra mercerizada foram tratadas com 400 ml de uma mistura com 5 % de NaOH e 16 % de H₂O₂ durante 90min a 55 °C, sob constante agitação.

4.2.4 Extração dos nanocristais de celulose

Conforme Prado (2019), os nanocristais de celulose foram isolados das fibras da coroa do abacaxi após a realização dos tratamentos químicos, por hidrólise ácida. Anteriormente testou-se as concentrações de 60 % e 50 %, que resultaram em colorações escuras indicando que o material foi comprometido. As fibras foram imersas lentamente em uma solução com 40 % de H₂SO₄, sob uma agitação vigorosa, durante 1 hora em 45 °C. Para interromper a reação, a suspensão foi imediatamente resfriada em banho de gelo, e a água destilada com gelo foi adicionada à solução ácida.

O processo resultou em uma suspensão, que foi lavada com água deionizada por centrifugações sucessivas, até a obtenção do pH 5. Após isso a suspensão foi armazenada em pequenos sacos de diálise para a remoção do excesso de ácido. Por

último a suspensão foi sonicada por 5 minutos, utilizando processador ultra-sônico para médio volume, modelo VCX 500 com 500W de potência, e mantida refrigerada até o seu uso.

4.2.5 Preparação dos filmes

O procedimento utilizado para a preparação da solução filmogênica reforçada com microcristais de celulose, foi adaptado das pesquisas de Martins (2017), conforme descrito a seguir:

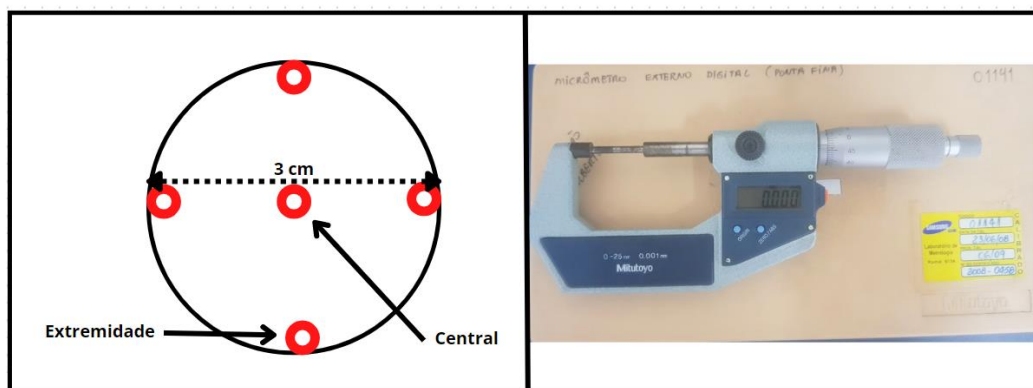
1. Foi adicionado 4,0 g de amido e 1,1 g de glicerol, dispersos em 100 mL de água destilada, em seguida foram misturados;
2. A solução foi cuidadosamente submetida ao agitador magnético, até a temperatura de 72 ° C para a gelatinização do amido e posterior resfriamento até 58 °C;
3. A suspensão contendo os microcristais de celulose foi pesada em uma balança analítica da Marca GEHAKA AG200, com cerca de 0,1 % concentração em relação a solução filmogênica, valor esse que desempenhou melhor trabalhabilidade aos filmes, quando comparado a outros valores de concentração;
4. Um filme sem adição de microcristais de celulose também foi preparado, com as mesmas concentrações de glicerol e amido para a comparação entre as amostras;
5. A solução formadora de filmes foi uniformemente despejada sobre placas de petri e acondicionadas sob uma superfície nivelada, em estufa à 35°C durante o período de 18 horas;
6. Após a secagem, os filmes foram removidos dos suportes e acondicionados em dessecador, com umidade e temperatura controlados, para a realização das análises de caracterização.

4.2.6 Caracterização física

4.2.6.1 Espessura

As amostras foram cortadas em formatos de discos e medidos com o uso do Micrômetro Externo Digital, com precisão de 0,001 mm, da marca MITUTOYO, 0 (Figura 11). Adaptado de Cao (2007), três corpos de prova foram cortados com 3 cm de diâmetro e estes foram medidos em cinco pontos distintos (quatro pontos nas extremidades e um ponto no centro do disco) obtendo-se a média entre os pontos.

Figura 11: Esquematização da análise das amostras e micrômetro digital



Fonte: Autor, 2022

4.2.6.2 Solubilidade em água

O ensaio de solubilidade foi realizado adaptando-se a norma ASTM D 570 – 98, para a obtenção do percentual de solubilidade das amostras, sendo calculada através da equação 1:

$$\text{matéria solúvel perdida (\%)} = \frac{(\text{massa condicionado} - \text{massa recondicionado})}{\text{massa recondicionado}} \times 100$$

Equação 1: Matéria solúvel perdida em %

4.2.6.3 Máxima absorção de água

De acordo com a norma ASTM D 570 – 98, a absorção máxima de água pelos plásticos é descrita como a soma entre o percentual de aumento do massa (AP%) e o percentual de solubilidade (%) dos biofilmes (equação 2).

$$\text{MÁXIMA ABSORÇÃO DE ÁGUA} = \text{AUMENTO MASSA (\%)} + \text{MATÉRIA SOLÚVEL PERDIDA (\%)}$$

Equação 2: Máxima absorção de água

4.2.6.4 Teor de umidade

O teor de umidade dos biofilmes foi analisado pelo analisador halogêneo de umidade da marca OHAUS, 50hz, modelo MB 35, presente no Laboratório de Materiais da Amazônia e Compósitos

Figura 12: Analisador de Umidade



Fonte: Autor,2022.

4.2.7 Caracterização Morfológica

4.2.7.1 Microscopia Óptica

Os biofilmes com e sem reforço foram cortados em formato circular com 2 cm de diâmetro e analisados morfológicamente por meio da microscopia óptica pelo equipamento Microscópio Biológico BEL Photosnic Bio2, da marca Bel Engineering, com Frequência de 60Hz, localizado no Laboratório de Materiais Compósitos da Amazônia (LaMAC).

4.2.7.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

O ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), foi realizado nos filmes com e sem reforço, obtidos em um microscópio eletrônico de varredura TESCAN VEGA3 em alto vácuo, 3kV, realizado no Laboratório Temático de Microscopia Ótica e Eletrônica, do Instituto Nacional de Pesquisas Amazônicas (LTMOE/INPA).

O ensaio MEV no reforço foi realizado pelo microscópio Thermo Scientific Prisma E, 5 kV, realizado no laboratório de Microscopia e Caracterização de Materiais, localizado no campus Araras da Universidade Federal de São Carlos.

Com o objetivo de caracterizar a morfologia do reforço, dos filmes reforçados e sem reforços para correlacioná-los com suas propriedades, além de comparar os efeitos da incorporação de reforço no filme.

4.2.8 Caracterização térmica

4.2.8.1 Termogravimetria

A análise térmica dos biofilmes ocorreu por meio da técnica de termogravimetria (TG), a partir do equipamento SDT Q600 da TA Instrument, com taxa de aquecimento de 10° C/ min até a temperatura de 800°C, com fluxo de gás nitrogênio de 30 ml/min, presente no Laboratório de Materiais da Amazônia e Compósitos (LaMAC).

4.2.9 Caracterização mecânica

4.2.9.1 Ensaio de tração

O ensaio foi realizado utilizando a Máquina Universal de Ensaios - Modelo AME 5kN com capacidade de 5kN, presentes no Laboratório de Materiais da Amazônia e Compósitos (LaMAC) da Universidade Federal do Amazonas.

Para a realização do ensaio, utilizou-se 3 amostras de cada tipo de filme, com dimensões de 1cm de largura e 7,5cm de comprimento, conforme descrito por Vieira (2012).

Figura 13: Suporte para tração



Fonte: Autor, 2022.

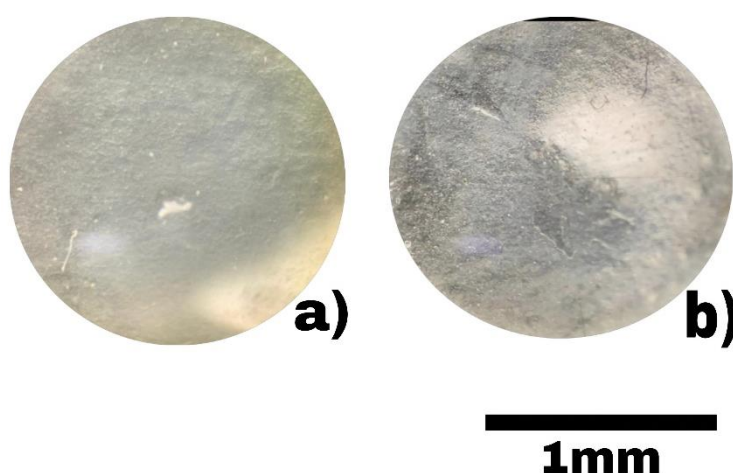
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 ANÁLISE MORFOLÓGICA

5.1.1 Microscopia Óptica

A Figura 15, apresenta o resultado obtido pela microscopia óptica dos biofilmes: a) filmes de amido; b) filme de amido com reforço.

Figura 15: Resultado da microscopia óptica das amostras



Fonte: Autor, 2022.

Observa-se que na superfície de ambos os filmes não ocorreu a formação de rachaduras e bolhas em excesso, indicando que a aplicação da técnica casting na produção dos filmes foi favorável durante o processo de formação, com parâmetros de agitação e temperatura adequados.

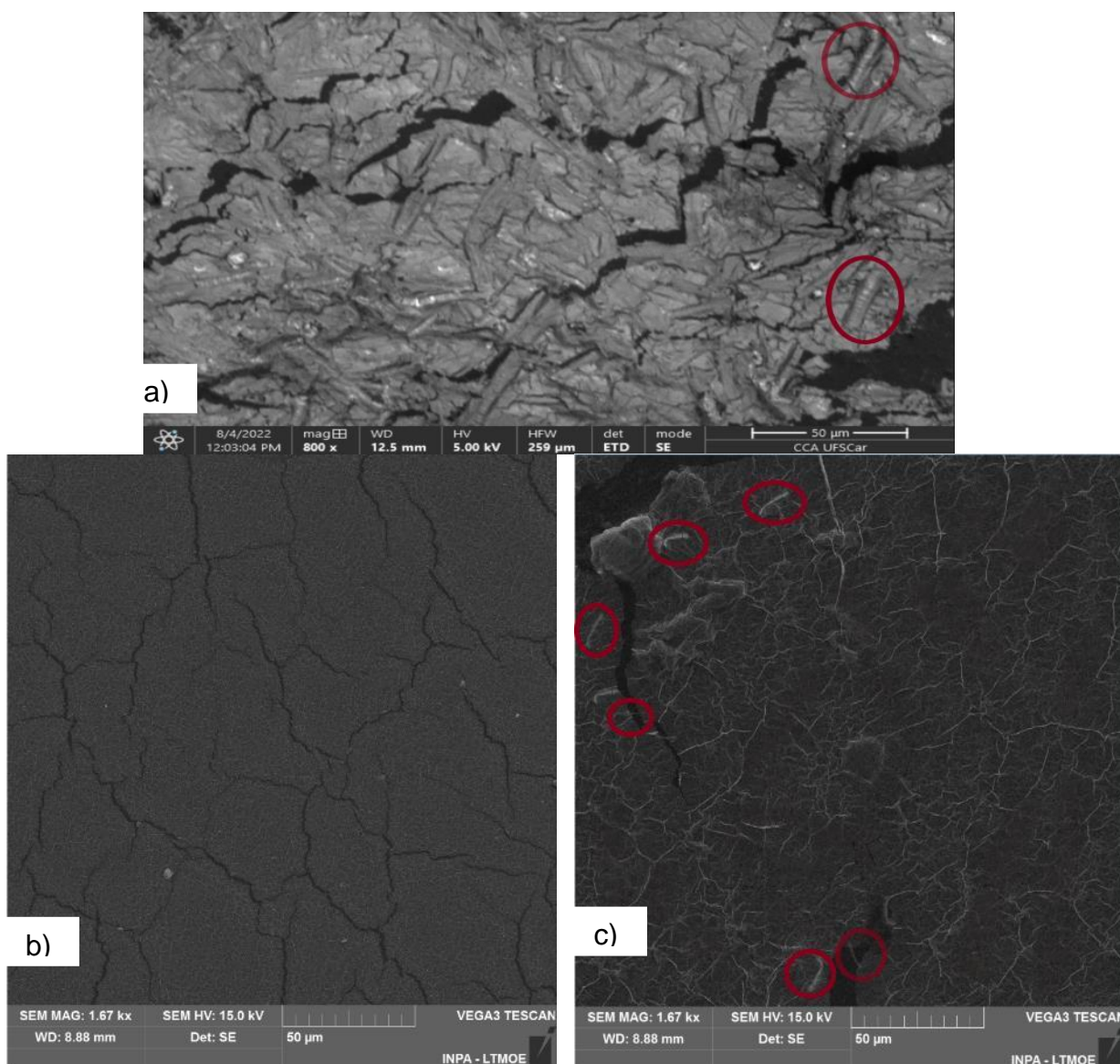
O filme reforçado apresentou aparência áspera e com determinadas áreas de aspecto rugoso, enquanto o filme sem reforço possui aspecto mais liso e com poucas irregularidades na superfície, com textura e aparência semelhante ao plástico convencional. A ausência de aglomerados em ambos os filmes também indica um bom espalhamento das partículas, resultando em uma mistura entre fibra e matriz minimamente adequada.

5.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

A Figura 16 demonstra as micrografias realizadas na fibra da coroa do abacaxi após os tratamentos químicos e nos filmes de amido com e sem reforço.

Figura 16: Análise MEV

a) Fibra pós tratamentos químicos b) Filme sem reforço c) Filme com reforço



Comparando-se a micrografia dos filmes, verificou-se que a adição do reforço não interferiu significativamente na estrutura interna da matriz. A integridade estrutural do filme de amido demonstra mais rachaduras que em comparação com a do filme reforçado.

Apesar de não ter sido possível observar a formação de nanocristais no filme e na fibra após tratamentos químicos em escala nanométrica, a imagem da fibra utilizada como reforço e no filme, apresentaram pequenos feixes de microfibrilas visíveis em escala μm , destacados em vermelho na figura 17 a) e c).

O aparecimento de microfibras é ocasionado pela quebra de fibras em microfibras, ocasionadas durante os tratamentos químicos na fibra, resultando em uma superfície rugosa e com pequenos furos ao seu redor, como observado por Faria (2020).

As microfibrilas podem ser formadas pelo processo químico de hidrólise ácida e conferem um aumento em propriedades mecânicas quando utilizada como aditivo, como o observado por Potulski (2014) ao confirmar que a adição de microfibrilas de celulose aumentou de 41 a 258 % a resistência do papel, quando sujeito aos esforços de rasgo, arrebentamento e tração, conferindo melhoria em suas propriedades mecânicas. Para Wang (2006), as microfibrilas podem atingir diâmetro na faixa de 0 a 1 μm e de 5 a 50 μm .

5.2 CARACTERIZAÇÕES FÍSICAS

5.2.1 Espessura

Na tabela 6 estão apresentados os valores de espessura dos filmes de amido com e sem adição do reforço de microfibras de celulose, produzidos pela técnica casting.

Tabela 6 - Espessura (mm) dos biofilmes com e sem reforço

Espessura (mm)	
Filme de amido	0,23 ± 0,2
Filme de amido reforçado	0,24 ± 0,4

Fonte: Autor, 2022.

A espessura determinada pela medição direta através do micrômetro dos filmes reforçados foi de $0,24 \pm 0,4$ mm e dos filmes de amido sem reforço foi de $0,21 \pm 0,2$ mm. Observa-se mais homogeneidade no biofilme formado sem o reforço, com poucas alterações em sua superfície, quando comparados aos biofilmes reforçados.

A adição de reforço ao filme influenciou na diferenciação da textura das amostras, uma vez que as partículas de amido obtidas no filme e do processo de obtenção do reforço, possuem granulometrias diferentes

Comparado a literatura, o valor de espessura encontrado em ambos os filmes é menor que o visto por Liu (2005) que obteve filmes de espessura mais elevada (0,327 a 0,422 mm) pelo método de extrusão.

Para Sobral (1999) os controles das espessuras na produção tipo casting torna-se dependente da viscosidade da solução filmogênica, das condições da estufa para que obtenha maior uniformidade e do espalhamento do material.

5.1.2 Solubilidade

Os resultados para o ensaio de solubilidade podem ser vistos na Tabela 7.

Tabela 7: Percentual de solubilidade das amostras

SOLUBILIDADE (%)	
Filmes de amido	Filmes de amido reforçados
$35,01 \pm 0,2$	$27,03 \pm 0,1$

Fonte: Autor, 2022.

Os filmes sem reforço apresentaram 35,01 % de solubilidade, enquanto o filme reforçado apresentou 27,03%. Observou-se que a incorporação do reforço proporcionou uma diminuição no percentual de solubilidade quando comparados com o filme sem reforço.

A adição do reforço ao filme proporcionou uma barreira física pela interação com a matriz polimérica de amido e com o glicerol, resultando na diminuição da

solubilidade. Ressalta-se ainda que a adição do glicerol, como agente plastificante, tem grande influência sobre a solubilidade dos filmes de amido sem reforço, por seu caráter hidrofílico. O aditivo interage com a matriz do filme aumentando o espaço livre entre as cadeias, auxiliando na entrada de água, e aumentando sua solubilidade (MACHADO, 2014).

Em comparação com a literatura, a solubilidade dos filmes encontrados nesse estudo foi menor que os encontrados por Yamashita (2005) ao investigar a do conservador propionato de cálcio e permanganato de potássio em biofilmes à base de amido, cujos valores de solubilidade variaram entre 78 e 86 %. Farias (2012) obteve a variação de 16,8 % a 52,9 % nas solubilidades dos biofilmes de amido reforçados com a polpa de acerola.

Machado (2014) reportou valores menores de solubilidade em filmes reforçados por nanocelulose, obtidas via hidrólise ácida, da fibra de coco verde, com valores de 12,05 %, conseqüente do alto grau de cristalinidade obtidos pelas nanopartículas.

O elevado grau de solubilidade não impossibilita a aplicação dos biofilmes, podendo ser necessária para outras aplicações, como para embalagens que necessitam de contato com a água durante o processamento de desidratação do alimento embalado. Embalagens comestíveis também necessitam de alta solubilidade de filmes, pois auxilia na dissolução instantânea do acondicionamento de porções alimentares em misturas como sopas, chás e temperos. A cobertura de sementes agrícolas, encapsulação de alimentos e em casos de filmes consumíveis a alta solubilidade, torna-se vantajosa (FARIAS,2012).

5.1.3 Absorção máxima de água

A norma ASTM D 570-98 traz que a absorção máxima de água deve ser descrita como a soma entre o percentual de aumento de massa e o percentual de solubilidade encontrado nos filmes, os valores encontrados podem ser observados na Tabela 8.

Tabela 8–Percentual de absorção máxima de água

Absorção máxima de água (%)	
Filme de amido	146,01 ± 0,1
Filme de amido reforçado	103,16 ± 0,1

Fonte: Autor, 2022.

Observa-se na tabela 8 uma redução de absorção de água conforme a adição do reforço ao filme de amido. As amostras sem reforço apresentaram 146,01 % de absorção máxima de água, enquanto as amostras reforçadas absorveram cerca de 103,16 % de água.

Ainda assim, ambas amostras absorveram uma quantidade significativa de água, a elevada absorção máxima de água encontrada, limitariam a aplicação do filme como revestimento para embalagens de alimentos, podendo propiciar o ambiente ideal para a proliferação de microrganismos, fragilizando o material e resultando na perda de suas propriedades. Isso ocorre pelo caráter hidrofílico do amido e do reforço, reduzindo a adesão com a matriz (THIRÉ, 2004).

Os valores obtidos de máxima absorção de água para o filme, o destacariam para aplicações que necessitam de contato com a água durante o processamento ou para embalagens comestíveis, que necessitam de alta solubilidade e conseqüentemente um elevado valor de absorção de água (FARIAS, 2022).

Os filmes por serem finos, absorvem uma quantidade significativa de água, quando imersos em líquidos por longos períodos tendendo a se desmanchar facilmente. As microfibras celulósicas também possuem alta capacidade de retenção, ocasionando valores elevados de absorção de água (THIRÉ, 2004; CABRAL, 2020).

5.1.4 Teor de umidade nos filmes

Na Tabela 9 encontram-se os valores obtidos referentes ao teor de umidade dos biofilmes com e sem reforço.

Tabela 9: Valores obtidos no teor de umidade dos filmes

Teor de umidade dos filmes (%)	
Filme de amido	3,47 ± 0,1
Filme de amido com reforço	7,49 ± 0,2

Fonte: Autor, 2022

Os filmes de amido apresentaram 3,47 % de teor de umidade e os filmes reforçados apresentaram 7,49 % de teor de umidade. É possível observar um aumento no teor com a adição do reforço.

Em comparação com valores da literatura, a adição de glicerol para a formação do filme não influenciou significativamente no teor de umidade, mesmo as moléculas de glicerol possuindo elevada hidrofiliabilidade, o que favorece a adsorção de moléculas na água. Altmann (2018) nos seus estudos com amido puro, obteve valores de umidade acima de 20 %, maiores que os obtidos neste estudo.

Para aplicações onde o filme conserve o alimento, os valores obtidos para o teor de umidade são favoráveis para auxiliar na taxa de conservação do produto, devido a menor atividade de água presente no produto (AMARAL, 2019)

Este resultado, também pode estar relacionado com a despadronização das condições necessárias para armazenamento da amostra, levando em consideração que o ensaio de teor de umidade foi o último ensaio físico a ser realizado.

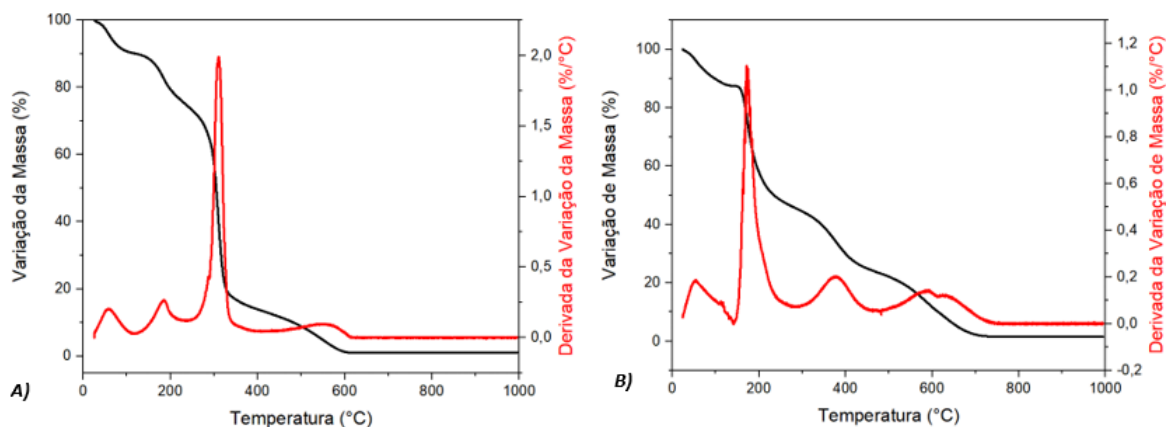
5.3 CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA

5.3.1 Termogravimetria

A análise foi realizada para avaliar a estabilidade térmica do filme de amido com e sem reforço, sendo possível observar os estágios de degradação térmica, como ilustra as Figuras 17.

Figura 17: Análise termogravimétrica das amostras para

A) Filme sem reforço e B) Filmes reforçados



Fonte: Autor, 2022.

As amostras apresentaram duas regiões de degradação de temperatura, ocorrendo em cerca de 100 °C e 200 – 400 °C.

A perda de massa em torno de 100 °C para ambas as amostras é atribuída a volatilização da água e de água livre, mostrado pelo pequeno pico no lado esquerdo da curva (LIU et al., 2010).

Todas as amostras mostraram uma grande perda de massa na região que compreende as temperaturas de 200 – 400 °C. Para o filme reforçado a decomposição nesta faixa ocorre devido despolimerização da hemicelulose (250 °C) e a degradação da celulose. Para o filme sem reforço o evento está relacionado a degradação do amido, que ocorre em 330 °C, valor esse semelhante ao encontrado por Schlemmer (2010).

Ao comparar os gráficos, observa-se que os filmes reforçados possuíram um início de degradação mais rápida que o filme sem reforço. A formação de grupos sulfonatos ocasionados pela utilização do ácido sulfúrico, durante a hidrólise ácida, podem reduzir a estabilidade térmica do filme, levando a sua degradação térmica mais acelerada.

Johar (2012) encontrou resultado semelhante na degradação dos cristais de nanocelulose obtidos da folha do abacaxi que apresentaram degradação térmica mais rápida quando comparado aos nanocristais derivados da casca de arroz.

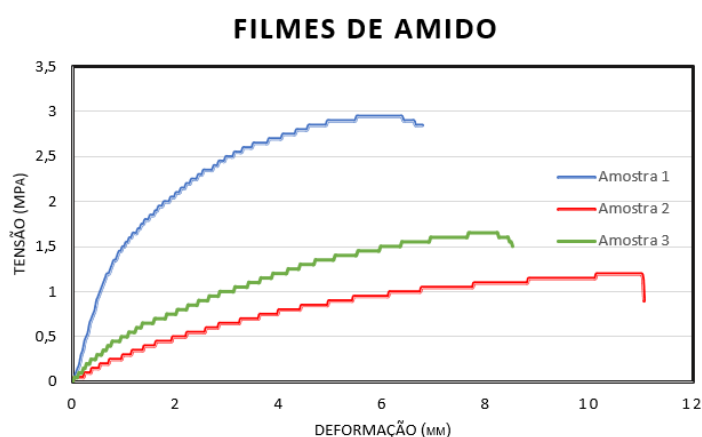
Para Liu (2010), a diferença observada na perda de massa entre os biofilmes, sugere que as amostras possuem teores diferentes de umidade. A diferença entre as curvas, indicam um potencial de aplicação dos filmes reforçados em embalagens de produtos alimentícios, evidenciando que os filmes reforçados são mais termicamente estáveis (LAPA, 2020).

5.4 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

5.4.1 Ensaio de Tração

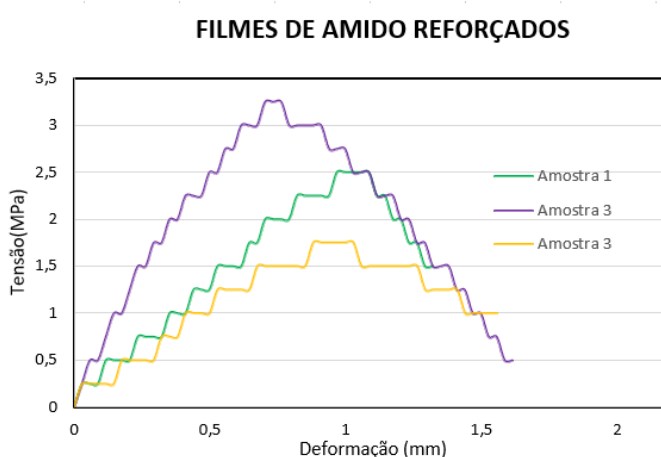
As Figura 18 e Figura 19 apresentam os resultados obtidos através do ensaio de tração nos filmes.

Figura 18: Resultado tensão x deformação para amostra sem reforço



Fonte: Autor, 2022.

Figura 19: Resultado tensão x deformação para amostras reforçadas



Fonte: Autor, 2022.

Na tabela 10 são apresentados, respectivamente, os resultados referentes à tensão máxima, tensão de escoamento e módulo de elasticidade. Os filmes reforçados apresentaram maior tensão de escoamento e foram mais rígidos que os filmes de amido sem reforço.

As amostras de filme de amido sem reforço apresentam tensão máxima de resistência à tração de 1,65 MPa, valor inferior ao filme de amido reforçado que apresentou 2,75 MPa. A incorporação do reforço ao filme também influenciou no módulo de elasticidade, obtendo valor de 2,58 MPa para os filmes reforçados e de 1,53 MPa para os filmes de amido sem reforço.

Tabela 10: Resultado da caracterização mecânica

Amostras	Tensão Máxima [MPa]	Tensão de Escoamento [MPa]	Módulo de Elasticidade [MPa]
Filme de amido	1,65 ± 0,9	1,45 ± 0,8	1,53 ± 0,6
Filme de amido reforçado	2,75 ± 0,6	2,5±0,7	2,58 ± 1,2

Fonte: Autor, 2022

O módulo de elasticidade atua como indicador da rigidez do filme, quanto maior o valor encontrado mais rígido será o filme e menor será a deformação elástica resultante de uma tensão, corroborando com os resultados encontrados nesse estudo. Para a literatura, os filmes de amido de maneira geral são quebradiços, devido as interações do tipo ligações de hidrogênio presentes entre as cadeias do polímero (ZIN, 2022).

As propriedades mecânicas do filme de amido dependem da fonte de amido escolhido. Sueiro (2016) observou que filmes de amido de mandioca apresentam valores de resistência tração em torno de 4,82 MPa, porém quando reforçados com pululana e nano celulose bacteriana seus valores de resistência diminuíram para 1,41MPa e 1,35 MPa, respectivamente.

A diminuição da resistência à tração também foi reportada por Carmo (2016) ao fabricar filme de amido de milho e reforçá-los com fibras de bagaço de cana-de-açúcar, óleo de mamona e óleo de soja. A Análise Térmica Dinâmico-Mecânica (DMTA) resultou em valores de resistência à tração de 1,05 MPa para o amido sem reforço, 0,46 MPa para o filme reforçado com fibras e 0,33MPa e 0,40 MPa, para os reforçados com óleo de mamona e óleo de soja.

A adição de glicerol e reforço no filme, promoveu mudanças nas propriedades mecânicas, afetando positivamente a mobilidade entre as cadeias poliméricas. O reforço com microfibras de celulose não interferiu na interação molecular presente entre o amido/glicerol, melhorando sua resistência à tração

O aumento das propriedades mecânicas pode estar relacionado com o aparecimento de microfibras que atuaram como reforço, observadas pelo MEV. Kerche (2022) também observou a melhora nas propriedades mecânicas, quando utilizou microfibras de celulose como reforço em bioespumas rígidas poliuretânicas, resultando em um aumento de rigidez e um aumento de 192% no módulo de elasticidade à compressão

Neste trabalho, a adição do reforço no filme deixou os filmes relativamente menos flexíveis, aliado com o perceptível aumento no módulo de elasticidade. Para Kim (2014), a diminuição da flexibilidade tem como uma das causas a ampliação entre as interações das cadeias de amido presentes no biofilme.

CONCLUSÃO

Com base nos resultados das análises e experimentos deste estudo, as seguintes conclusões podem ser apresentadas

Através do processo de mercerização, branqueamento e hidrólise ácida na fibra da coroa do abacaxi obteve-se como reforço do filme, microfibras de celulose, em escala micrométrica.

Os filmes poliméricos de amido com adição do reforço de microfibras de celulose, proporcionaram ao material modificações nas propriedades: físicas, térmica, mecânica e morfológica.

A interação da matriz de amido com as moléculas de água foi diminuída pela adição do reforço, apresentando 27,03% de solubilidade e absorção máxima de água de 103,15%, valor inferior quando comparado ao filme de amido sem reforço. A hidrofobicidade presente no filme de amido sem reforço, com o glicerol atuando como plastificante foi reduzida, porém os resultados indicam que este ainda não é um material totalmente impermeável para determinadas aplicações.

As propriedades mecânicas do filme reforçado indicaram maior rigidez e menor deformação elástica, com o aumento do módulo de Young (MPa) e aumento da resistência à tração.

Para as propriedades térmicas, os filmes reforçados apresentaram um início de degradação mais rápida. A incorporação do reforço ao filme melhorou sua estabilidade térmica.

Os filmes reforçados com microfibras de celulose, possuíram desempenhos satisfatórios com relação aos filmes de amido em propriedades mecânicas e térmicas.

Por fim, destaca-se que a fibra da coroa do abacaxi possui potencial de aplicação para sua utilização como reforço em biofilmes.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Perante os resultados obtidos, torna-se relevante investigar alguns aspectos com relação influência dos tratamentos químicos de mercerização, branqueamento e hidrólise ácida nas fibras da coroa do abacaxi. Algumas alternativas objetivando a continuidade da pesquisa, podem ser identificadas abaixo:

Avaliar a influência de diferentes concentrações de NaOH e H₂SO₂ na fibra da coroa, objetivando verificar a relação entre a concentração e as propriedades do compósito.

Realização de ensaio duplo de branqueamento, a fim de verificar a sua influência como pré-tratamento na obtenção dos nanocristais de celulose.

Realizar uma análise da cristalinidade da fibra in natura e pós-tratamentos, por meio da Difração de Raios-X, bem como a identificação das fases da celulose, índice de cristalinidade e percentual cristalino.

Realizar análise térmica nas fibras pós-tratamentos químicos de mercerização, branqueamento e hidrólise ácida, objetivando futura comparação com os valores obtidos pelo ensaio térmico dos filmes reforçados.

Medir o teor de umidade dos filmes anterior aos ensaios de Absorção de Água e Solubilidade em água.

Realizar análise das características estruturais da fibra, por meio da Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).

Avaliar a influência de diferentes concentrações de glicerol e sua influência na hidrofiliabilidade dos filmes sem reforço e com reforço.

Verificar a influência do ácido clorídrico na realização do tratamento de hidrólise ácida, a fim de verificar seus efeitos na extração de nanocristais de celulose.

REFERÊNCIAS

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. (1978). **Gerência-Geral Alimentos, Resolução** - “CNNPA nº 12, de 1978”, Diário Oficial da República Federativa do Brasil.

ASTM D570 – 98, Standard Test Method for Water Absorption of Plastics, 1998.

ALBINANTE, Sandra Regina; PACHECO, E. B. A. V.; VISCONTE, Leila Lea Yuan. **Revisão dos tratamentos químicos da fibra natural para mistura com poliolefinas**. Química Nova, v. 36, n. 1, p. 114-122, 2013

ALTMANN, Ingrid; ATZ, Nara R.; ROSA, Simone ML. **Desenvolvimento e caracterização de filmes biodegradáveis obtidos a partir de amido de milho: uma proposta experimental de produção de biofilmes em sala de aula**. Química Nova na Escola, v. 40, n. 1, p. 53-58, 2018.

AMARAL, Daniel P. et al. **MATERIAL BIODEGRADÁVEL À BASE DE AMIDO DE MANDIOCA (Manihotesculenta) PARA APLICAÇÃO NA CONSERVAÇÃO DE ALIMENTOS**.

Bacakova, L., Pajorova, J., Bacakova, M., Skogberg, A., Kallio, P., Kolarova, K., &Svorcik, V. (2019). **Versatile Application of Nanocellulose: From Industry to Skin Tissue Engineering and Wound Healing**. Nanomaterials (Basel, Switzerland), 9(2), 164.

BARRETO, A.C.H. O. **Modificações químicas em fibras lignocelulósicas para obtenção e aplicação em biocompósitos de matriz fenólica derivada de LCC e na bioissorção de metais**. 2008. 89 f. Dissertação (Mestrado em Química Inorgânica) – Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2009.

Barbash V A, Yashchenko V and Vasylieva O. **Preparation and Properties of Nanocellulose from Miscanthus x giganteus J. Nanomater**. 2019

Been Seok, Yew & Muhamad, Martini & Mohamed, S. & Wee, Fwen. (2019). **Effect of Alkaline Treatment on Structural Characterisation, Thermal Degradation and Water Absorption Ability of Coir Fibre Polymer Composites**. Sains Malaysiana. 2019.

BRITO, G. F et al. **Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes**. Revista Eletrônica de Materiais e Processos. Campina Grande, v. 62, p. 127 - 139, 31 set 2011.

CAMPAGNER, Marina Rodrigues et al. **Filmes poliméricos baseados em amido e lignossulfonatos: preparação, propriedades e avaliação da biodegradação**. Polímeros, v. 24, n. 6, p. 740-751, 2014.

CABRAL, Marllon Victor Soares. **Soluções aquosas de celulose microcristalina tratada superficialmente (TMCC) para desenvolvimento de compósitos cimentícios com melhor desempenho mecânico**. 2020. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco.

CAMPOS, Natália di Loreto. **Produção e caracterização de filmes biodegradáveis ativos de amido de semente de jaca**. 2017. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais voltados à Agroindústria) - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2017.

Cao, Na, Yuhua Fu, and Junhui He. **"Preparation and physical properties of soy protein isolate and gelatin composite films."** Food Hydrocolloids 21.7 (2007): 1153-1162.

CHERIAN, B. M.; POTHAN, L.A.; NGUYEN-CHUNG, T.; MENNIG, G.; KOTTAISAMY, M.; THOMAS, S. **A Novel Method for the Synthesis of Cellulose Nanofibril Whiskers from Banana Fibers and Characterization** Journal of Agricultural and Food Chemistry, v. 56, p. 5617–5627, 2008.

CONAB. **"A participação do abacaxi no desenvolvimento econômico nas regiões produtoras"**. Disponível em: < https://www.conab.gov.br/institucional/publicacoes/compendio-de-estudos-da-conab/30706_fec8df8c31ba1fa1fd923e1c0b86baee>. Acesso em 05.04.2022

COSTA, Élia. **PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE AMIDO DE MANDIOCA E EFEITO DA SUA INCORPORAÇÃO EM FILMES A BASE DA MESMA MATRIZ POLIMÉRICA**. Dissertação, UFBA, Bahia, 2016.

COSTA. Douglas Rangel da; MARTINS, Rafaela Alves; GUIDES, George Lemes. **Filme comestível à base de amido proveniente de resíduo de aveia industrial**. Tecnologia & Ciência Agropecuária., João Pessoa, v.12, n.3, p.65-70, Setembro. 2018

Costa, J.F.D., Garcia, M.C.F., Apati, G.P. et al. (2017). **Nanocristais de celulose bacteriana: da obtenção, sob diferentes condições de hidrólise, à incorporação como reforço em poli(L-ácido láctico)**. *Matéria* 22: e11917. (1–17).

CRUZ, L. P.R. **Obtenção de nanocelulose por hidrólise ácida e enzimática de fibras de algodão de resíduo de tecidos de algodão tingido com corante índigo**. 125f. 2017. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2017.

Dai, Hongjie& Ou, Shiyi& Huang, Yue& Huang, Huihua. (2018). **Utilization of pineapple peel for production of nanocellulose and film application**. *Cellulose*. 25. 10.1007/s10570-018-1671-0.

Dufresne, A. **Nanocellulose Processing Properties and Potential Applications**. *Curr Forestry Rep* 5, 76–89 (2019)

Farias, Mônica Guimarães et al. **Caracterização físico-química de filmes comestíveis de amido adicionado de acerola (Malphigiaemarginata D.C.)**. *Química Nova* [online]. 2012, v. 35, n. 3 [Acessado 12 Agosto 2022] , pp. 546-552.

FARIA, LúrimaUane Soares et al. **Production of cellulose nanocrystals from pineapple crown fibers through alkaline pretreatment and acid hydrolysis under different conditions**. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 9, n. 6, p. 12346-12353, 2020.

Fanzo, J., Hood, A., & Davis, C.. **Eating our way through the Anthropocene**. *Physiology&Behavior*, 222, 112929. 2020

FAO - ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS PARA AGRICULTURA E ALIMENTAÇÃO. **Production of pineapple: Top 10 producers. 2019**. Disponível em: <<http://www.fao.org>> Acesso em: 02. jun, 2022

FENGEL, D., WEGENER, G. *Wood, chemistry, ultrastructure, reactions*. New York :Waster&Grugter, 1984. 613p.

Freitas, Fabiana & Jesus, Márcia & Vital, Benedito & Veiga, Taís & Xisto, Mariana. (2019). **Potencial da desmetilação da lignina na produção de adesivo para colagem de lâminas de madeira**. *Revista Ciência da Madeira - RCM*. 10.

HAOACH, Julia Faust. **Obtenção e caracterização de nanocristais de celulose por hidrólise ácida a partir do bagaço de cana-de-açúcar**. 2019. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Francisco Beltrão, 2019.

Hernandez, Cécile&Bauli, Clara & Rosa, D.. (2018). **INFLUÊNCIA DO BRANQUEAMENTO NA EXTRAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE DE RESÍDUOS DE PALHA DE MILHO..** In: Anais do 14º Congresso Brasileiro de Polímeros – Águas de Lindóia, SP. 2018

IAC, 2019. **Abacaxi IAC Gomo-de-mel**. Disponível em: <<http://www.iac.sp.gov.br/cultivares/inicio/Folders/Abacaxi/cIACGomo-de-Mel.html>>. Acesso em 05.02.2022

IDAM. "**Relatório de Atividades IDAM**". Disponível em: <www.idam.am.gov.br/wp-content/uploads/2021/09/RAIDAM2020_web_vfinal>. Acesso em 06.05.2022

Gopakumar, D.; Thomas, S.; Owolabi, F.A.T.; Thomas, S.; Nzihou, A.; Rizal, S.; Khalil, H.A. **Nanocellulose Based Aerogels for Varying Engineering Applications**. *Encycl. Renew. Sustain. Mater.* 2020, 2, 155–165.

MALI, Suzana; GROSSMANN, Maria Victória Eiras; YAMASHITA, Fábio. **Starch films: production, properties and potential of utilization**. *Semina: Ciências Agrárias*, v. 31, n. 1, p. 137-156, 2010.

GIRIO, F.M.; FONSECA, C.; CARVALHEIRO, F.; DUARTE, L.C., **R. Hemicelluloses for fueethanol:a review**. *Bioresource Technology*, Philadelphia, v.101, n. 13, p. 3775-4800, 2010

HIJAZIN, Ms Carlos Atalla Hidalgo; SIMÕES, Aline Tonial; SILVEIRA, Diogo Rhoden. **Hidróliseácida, alcalina e enzimática**. *RevistaAtitude*, Porto Alegre, v. 4, n. 7, p. 89-93, 2012.

Jain, Jyoti & Sinha, Shishir. (2021). **Pineapple Leaf Fiber Polymer Composites as a Promising Tool for Sustainable, Eco-friendly Composite Material: Review**. *Journal of Natural Fibers*. 1-22. 10.1080/15440478.2021.1993478.

JOHAR, N.; AHMAD, I.; DUFRESNE, A. **Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk**. Industrial Crops and Products, [s.l.], 2012.

Kim, J.; Choi, Y.; Kim, S. R. B.; Lim, S.; **Humidity stability of tapioca starch-pullulan composite films**. Food Hydrocolloid. 2014, 41, 140.

F. Kerche, Eduardo & Cruz, Joziel & Silva, Amanda Albertin Xavier & Azevedo, C. & Silva, I. & Castro, D. & Moreira, M. & Scherer, L. & Dias, T. & Bristot, D.. (2022). **MICROFIBRAS DE CELULOSE COMO REFORÇO EM BIOESPUMAS RÍGIDAS POLIURETÂNICAS**. 10.37885/220408728.

LI, X. et al. Mechanical, barrier and morphological properties of starch nanocrystals-reinforced pea starch films. **Carbohydrate Polymers**, v. 121, p. 155–162, 2015.

LIU, Y. et al. **The study of electrochemically active microbial biofilms on different carbon-based anode materials in microbial fuel cells**. Biosensors and Bioelectronic, Oxford, v.25, n.9, p. 2167-2171,2010

LUBIS, M. et al. **Utilization starch of jackfruit seed (*Artocarpus heterophyllus*) as raw material for bioplastics manufacturing using sorbitol as plasticizer and chitosan as filler**. Journal of Physics: Conference Series, v.801, n. 1, 2017.

Machado, Bruna A. S. et al. **Obtenção de nanocelulose da fibra de coco verde e incorporação em filmes biodegradáveis de amido plastificados com glicerol**. Química Nova [online]. 2014, v. 37, n. 8

MAHARDIKA, Melbi et al. **Production of nanocellulose from pineapple leaf fibers via high-shear homogenization and ultrasonication**.Fibers, v. 6, n. 2, p. 28, 2018.

MALI, Suzana; GROSSMANN, Maria Victória Eiras; YAMASHITA, Fábio. **Starch films: production, properties and potential of utilization**. Semina: Ciências Agrárias, v. 31, n. 1, p. 137-156, 2010.

MANO, Eloisa Biasotto; Mendes, Luis Claudio. **A NATUREZA E OS POLÍMEROS: MEIO AMBIENTE, GEOPOLÍMEROS, FITOPOLÍMEROS E ZOOPOLÍMEROS**. São Paulo: Editora Blucher, 2013.

MARIANO, Marcos. **OBTENÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE OBTIDOS A PARTIR DO SISAL**. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências Físicas e Matemáticas, Programa de Pós-Graduação em Química, Florianópolis, 2013.

MARTINS, Douglas Ferreira. **Estudo da influência da hidrólise ácida da celulose extraída do capim Mombaça na produção de nanocristais de celulose com diferentes estruturas polimórficas**. 2016. 133 f. Tese (Doutorado em Química) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2016.

MATHEUS, J. R. V.; SATORIVA, J. M.; BARONE, A. S.; ANDRADE, C. J. de; FAI, A. E. C. **Biodegradable films and vegetable reinforcement agents: A focus on Brazilian studies from the perspective of the circular economy**. Research, Society and Development, [S. l.], v. 10, n. 9, p. e49210918278, 2021.

MARCON, J. S. et al. **Estudo da modificação da fibra proveniente da coroa de abacaxi para a formação de compósitos poliméricos**. In: Anais do 10º Congresso Brasileiro de Polímeros Unesp, Foz do Iguaçu, PR, Brasil. 2009.

Merlini, Aline. **Avaliação das condições de hidrólise ácida na obtenção de nanocristais de celulose de pinus taeda**. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Florianópolis, 2016.

NASCIMENTO, Elígenes Sampaio do. **Filmes nanocompósitos à base de celulose bacteriana e nanocristais de celulose**. 2018. 94 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química)-Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2018.

Negrão, Ana Gomes, Pinto, Edna Moura e Silva, Lucineide Balbino da. **Material compósito de fibra da folha do abacaxizeiro (Ananascomosus) para uso no ambiente construído**. Ambiente Construído. 2020, v. 20, n. 3

NOVO, Lísias Pereira. **Novas perspectivas para uma biorrefinaria de cana-de-açúcar no Brasil**. 2016. Tese (Doutorado em Físico-Química) - Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2016. doi:10.11606/T.75.2016.tde-12082016-090114

OGEDA, T.L.; PETRI, D.F. ET AL. **Hidrólise enzimática de biomassa**. Química Nova, Sociedade Brasileira de Química, v. 33, n. 7, p. 1549, 2010.

OECD. 2019b. **Global Material Resources Outlook to 2060: Economic Drivers and Environmental Consequences**. Paris: OECD, Available online: <https://www.oecd.org/environment/global-material-resources-outlook-to-2060-9789264307452-en.htm>

REICHERT, Alexandra Augusta et al. **Utilization of pineapple crown fiber and recycled polypropylene for production of sustainable composites**. JournalofRenewableMaterials, v. 8, n. 10, p. 1327-1341, 2020.

RODRIGUES, Fábio de Ávila et al. **Avaliação da tecnologia de hidrólise ácida de bagaço de cana**. CAMPINAS, SP. 2007.

RODRIGUES, C.P.; CAMARGO, J.A. **Bagaço de cana-de-açúcar como potencial para co-geração de energia elétrica e etanol celulósico**. São Joaquim da Barra: iara Coimbra, 2008. 25p

ROSA, M. F.; MEDEIROS, E.S.; MALMONGE, J.A.; GREGORSKI, K.S.; WOOD, D.F.; MATTOSO, L.H.C.; GLENN, G.; ORTS, W.J.; IMAM, S.H. **Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior**. Carbohydrate Polymers, 2010.

SAEMAN, J. F. **Hydrolysis of Cellulose and Decomposition of Sugars in Dilute Acid at High Temperature**. Industrial and Engineering Chemistry, v.37, n.1, p. 43-52, 1945.

SANTOS, Frirlei Cardozo dos. **Cellulose acetate nanocomposite with nanocellulose obtained from bagasse of sugarcane**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, RJ. 2016

SEIXAS, Marcus Vinicius de Souza. **Obtenção de nanocelulose a partir de bagaço de cana-de-açúcar e incorporação em EVA**. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

SILVA, D. d. J.; D'ALMEIDA, M. Nanocristais de celulose. O papel, v.70, n. 7, p. 34 - 52, 2009.

SOUZA VC DE, **Nanocristais de celulose como fase de reforço para filmes de quitosana: obtenção, caracterização e aplicação**. Tese de Doutorado: Universidade Federal de Santa Catarina, 2015.

SUEIRO, Ana Claudia et al. **Filmes biodegradáveis de amido de mandioca, pululana e celulose bacteriana**. Química Nova, v. 39, p. 1059-1064, 2016.

Oushabi, Abdessamad&Sair, Said &OudrhiriHassani, Fahd &Abboud, Younes &Tanane, Omar & Abdeslam, El Bouari. (2017). **The effect of alkali treatment on mechanical, morphological and thermal properties of date palm fibers (DPFs): Study of the interface of DPF–Polyurethane composite**. South African Journal of Chemical Engineering. 2017

PALMA, M.B. **Influência da agitação e da aeração na atividade de xilaneses de Peniciliumjanthinellum**. 1993.89p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa.1993

PRADO, K.S;Spinacé MAS. **Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from pineapple crown waste and their potential uses**. International Journal of Biological Macromolecules. 2019

Prado, Karen &Spinacé, Márcia. (2015). **Characterization of Fibers from Pineapple's Crown, Rice Husks and Cotton Textile Residues**. Materials Research. 18. 530-537. 10.1590/1516-1439.311514.

Pham, T.Y.N; Tran, M. C.**Extraction of thermally stable cellulose nanocrystals in short processing time from waste newspaper by conventional acid hydrolysis**. MaterialsResearch Express. 2020

PEREIRA, Fabiano Vargas et al. **Bionanocompósitos preparados por incorporação de nanocristais de celulose em polímeros biodegradáveis por meio de evaporação de solvente, automontagem ou eletrofiação**. Quím. Nova [online]. 2014, vol.37, n.7, pp.1209-1219. ISSN 0100-4042

Pereira Novo, Lísias. (2016). Novas perspectivas para uma biorrefinaria de cana-de-açúcar no Brasil.

Pereira, P. H. F., Ornaghi, H. L., Arantes, V., & Cioffi, M. O. H. (2021). **Effect of chemical treatment of pineapple crown fiber in the production, chemical composition, crystalline structure, thermal stability and thermal degradation kinetic properties of cellulosic materials.** Carbohydrate Research, 499, 108227.

Potulski, D. C., De Muniz, G. I. B., Klock, U., and De Andrade, A. S. (2014). **“Influência da incorporação de celulose microfibrilada nas propriedades de resistência mecânicas do papel [Influence of the incorporation of microfibrillated cellulose on the mechanical strength properties of paper],”** Scientia Forestalis 40(103), 345-351.

RABELLO, Marcelo; De PAOLI. Marcos Aurelio. **ADITIVAÇÃO DE TERMOPLÁSTICOS.** São Paulo – SP. Artliber Editora Ltda, 2013.

Trilokesh, C., Uppuluri, K.B. **Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from jackfruit peel.** Sci Rep 9, 16709 (2019).

VALOR. ‘Mundo produz mais de 460 milhões de toneladas de plástico’. Disponível em: <<https://valor.globo.com/brasil/noticia/2022/02/22/mundo-produziu-460-milhoes-de-toneladas-de-plastico-em-2019-e-reciclou-menos-de-10percent-alerta-ocde.ghml>>. Acesso em 04.04.2022

Wang Jie, Xin Liu, Tao Jin, Haifeng He & Lei Liu. **Preparation of nanocellulose and its potential in reinforced composites: A review.** Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition. 2019

WANG, S.; CHENG, Q.; RIALS, T. G.; LEE, S. H. **Cellulose Microfibril/Nanofibril and Its Nanocomposites.** In: PACIFIC RIM BIO-BASED COMPOSITES SYMPOSIUM, 8, Tennessee. Tennessee: Forest Products Center, University of Tennessee, 2006.

Xiao Li Shen, Jia Min Wu, Yonghong Chen, Guohua Zhao, **Antimicrobial and physical properties of sweet potato starch films incorporated with potassium sorbate or chitosan**, Food Hydrocolloids, Volume 24, Issue 4, 2010, Pages 285-290,

Yamashita, F., Nakagawa, A., Veiga, G.F., Mali, S., & Grossmann, M.V.E. (2005). **Filmes biodegradáveis para aplicação em frutas e hortaliças minimamente processadas**. Brazilian Journal of Food Technology, 8(3), 335-343

Zheng, Dingyuan & Zhang, Yangyang & Guo, Yunfeng & Yue, Jinqian. **Isolation and Characterization of Nanocellulose with a Novel Shape from Walnut (Juglans Regia L.) Shell Agricultural Waste**. Polymers. 2019

ZIN, Lilian Christina et al. **SEPARAÇÃO ENANTIOSSELETIVA DA OXIBUTININA: UMA INVESTIGAÇÃO TEÓRICA E EXPERIMENTAL**. Química Nova, v. 45, p. 263-267, 2022.