UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS – UFAM
Pró Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação – PROPESP
Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais – PPGCEM

MARCELLA CORTES DA SILVA

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCELULOSES A PARTIR DA FIBRA DE JACITARA (*Desmoncus polyacanthos* Mart.).

Manaus – AM
2021

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS – UFAM

Pró Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação – PROPESP

Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais – PPGCEM

MARCELLA CORTES DA SILVA

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCELULOSES A PARTIR DA FIBRA DE JACITARA (*Desmoncus polyacanthos* Mart.).

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Amazonas para obtenção do Título de Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Lizandro Manzato

Manaus – AM

2021

MARCELLA CORTES DA SILVA

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCELULOSES A PARTIR DA FIBRA DE JACITARA (*Desmoncus polyacanthos* Mart.).

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais (PPGCEM) da Universidade Federal do Amazonas (UFAM) para obtenção do Título de Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais.

BANCA EXAMINADORA

_____

Prof. Dr. Lizandro Manzato (Orientador – Presidente da Banca)
IFAM - CMDI / PPGCEM

_____

Prof. Dra. Cristina Gomes (Membro Titular – Interno)
UFAM - PPGCEM

_____

Prof. Dr. Valdeir Arantes (Membro Titular – Externo)
EEL - USP

Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Silva, Marcella Cortes da
S586s Síntese e Caracterização de nanoceluloses a partir da fibra de Jacitara (Desmoncus polyacanthos Mart.). / Marcella Cortes da Silva . 2021
84 f.: il. color; 31 cm.

Orientador: Lizandro Manzato
Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Amazonas.

1. Celulose. 2. Hidrólise ácida. 3. Método mecânico. 4. Nanocristais de celulose. 5. Nanofibrilas de celulose. I. Manzato, Lizandro. II. Universidade Federal do Amazonas III. Título

A Deus, minha família e orientador, pelo carinho, compreensão e incentivo demonstrados durante essa caminhada.

AGRADECIMENTOS

A Deus, meu refúgio e fortaleza, auxílio sempre presente na adversidade.

Aos meus pais, Marcelo Silva e Rosilene Cortes, por terem investido tempo de qualidade na criação e educação, ao meu irmão Matheus Silva, pela vida familiar que é minha base e força para alcançar objetivos. Ao meu namorado Myron Silva, pelo incentivo e companheirismo durante essa longa caminhada.

Agradeço em especial, *In Memoriam*, a minha avó Raimunda Martins, por incentivar o prosseguimento dos estudos a fim de galgar frutos oriundos do trabalho realizado com ética e profissionalismo.

Ao Prof. Dr. Túlio Costa, que durante a graduação proporcionou diversas oportunidades que trouxeram experiências e ensinamentos fundamentais, a minha eterna gratidão.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Lizandro Manzato, primeiramente pela perseverança e incentivo mesmo diante das minhas limitações, pelo imensurável conhecimento e excelente orientação.

Também agradeço imensamente pela oportunidade concedida da parceria realizada com a Escola de Engenharia de Lorena EEL – USP, que trouxe uma experiência única, inesquecível e de grande valor para a pesquisa. Ao Professor Dr. Valdeir Arantes e a Me. Bárbara Pereira, pela hospitalidade e total apoio na fase final da pesquisa.

Ao Prof. Dr. Flávio Freitas pelo privilégio de trocar experiências, ensinar novas técnicas e além de tudo influenciar a busca por novas descobertas. Aos amigos que tive o privilégio de conviver durante esse período, um agradecimento especial ao Me. Erick Oliveira e Me. Silma Barros por toda ajuda ofertada e conhecimento compartilhado, aos técnicos Me. Wanison Júnior e Me. Mitsu Takeno, sempre solícitos a ensinar e auxiliar na execução/discussão das caracterizações, no Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais IFAM – CMDI , laboratório associado ao Sistema Nacional de Laboratórios em Nanotecnologias (SisNANO).

A Juliana Limeira pela sua amizade, incentivo e conhecimento compartilhado.

A Thaís Bastos por prover a fibra bruta da Jacitara, oriunda do município brasileiro Barcelos localizado no interior do Amazonas.

Ao professor Prof. Dr. Antônio Félix do departamento de engenharia de materiais da USP por possibilitar caracterizar a Jacitara *in natura* e a celulose através da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) no Laboratório de Engenharia de Superfícies (EESC-USP).

Ao professor Prof. Dr. Ivanei Pinheiro por possibilitar caracterizar as nanoceluloses através da técnica de microscopia de força atômica (AFM) no Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano).

A Universidade Federal do Amazonas e ao Programa de Ciências e Engenharia de Materiais, pela oportunidade de me capacitar profissionalmente.

Ao Governo do Estado do Amazonas, a Fundação de Amparo à Pesquisa e Ensino do Amazonas – FAPEAM, pela concessão da bolsa de estudos.

RESUMO

O material fibroso da Jacitara é amplamente conhecido nas comunidades indígenas do Amazonas por sua qualidade, este estudo inédito mostrou a potencialidade da Jacitara (*Desmoncus polyacanthos* Mart.) como matéria-prima para obtenção de nanoceluloses. Para obtenção desses nanocristais, inicialmente realizou-se um pré-tratamento químico com ácido-clorito, após essa etapa foi realizada hidrólise ácida (H_2SO_4) 55 % (m/m). Para a síntese das nanofibrilas de celulose, utilizou-se o método mecânico por meio do moinho desfibrilador Super Mass Colloider (Masuko). As amostras da Jacitara *in natura*, celulose e das nanoceluloses obtidas, foram caracterizadas pelas técnicas de microscopia eletrônica de varredura, difração de raios X (DRX), infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), análises termogravimétricas (TGA/DTG), difração a laser (LD), viscosidade e microscopia de força atômica. O índice de cristalinidade dos nanocristais e das nanofibrilas foi de 0,61 e 0,47, e a temperatura de início de decomposição térmica foi de 230 e 337° C, respectivamente. A análise referente a distribuição das partículas das nanofibrilas teve como ponto ótimo o ciclo 20 onde mediu-se 12,78% da distribuição com tamanho de partículas em torno de 1.650 – 3.110 nm. As imagens obtidas por microscopia de força atômica comprovam a síntese de nanocristais de celulose e nanofibrilas de celulose a partir da Jacitara.

Palavras-chave: Celulose, Hidrólise ácida, Método mecânico, Nanocristais de celulose, Nanofibrilas de celulose.

ABSTRACT

Jacitara's fibrous material is widely known in Amazonian indigenous communities for its quality, this unprecedented study showed the potential of Jacitara (*Desmoncus polyacanthos* Mart.) as a raw material for obtaining nanocellulose. To obtain these nanocrystals, initially there was a chemical pre-treatment with acid-chlorite, after this step acid hydrolysis (H_2SO_4) 55% (m/m) was performed. For the synthesis of cellulose nanofibrils, the mechanical method was used through the Super Mass Colloider defibrillator mill (Masuko). The samples of *in natura* Jacitara, cellulose and nanocellulose obtained were characterized by scanning electron microscopy, X-ray diffraction (DRX), Fourier transform infrared (FTIR), thermogravimetric analysis (TGA/DTG), diffraction a laser (LD), viscosity and atomic force microscopy. The crystallinity index of nanocrystals and nanofibrils was 0.61 and 0.47, and the temperature at the start of thermal decomposition was 230 and 337°C, respectively. The analysis regarding the distribution of nanofibril particles had cycle 20 as the optimal point, where 12.78% of the distribution was measured with particle size around 1,650 – 3,110 nm. The images obtained by atomic force microscopy prove the synthesis of cellulose nanocrystals and cellulose nanofibrils from Jacitara.

Keywords: Cellulose, Acid Hydrolysis, Mechanical Method, Cellulose Nanocrystals, Cellulose Nanofibrils.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Gravura da obra História naturalis palmarum: *Desmoncus polyacanthos* Mart. 17

Figura 2- Esquema da estrutura dos materiais lignocelulósicos. 19

Figura 3- Representação esquemática da estrutura geral da parede celular de uma fibra vegetal exibindo a distribuição de microfibrilas de celulose com hemicelulose e lignina. 20

Figura 4- Principais componentes das paredes celulares vegetais: celulose, hemicelulose e lignina. 21

Figura 5- Esquema da extração de nanocelulose de biomassa lignocelulósica. 27

Figura 6- Fluxograma de processos realizados. 31

Figura 7- a) folhas limpas; b) corte das folhas; c) moinho de facas. 32

Figura 8- a) estufa utilizada para secagem; b) folhas moídas após teor de umidade. 33

Figura 9- Cadinhos em forno mufla. 34

Figura 10- Sistema balão-extrator. 35

Figura 11- Mistura em digestão. 36

Figura 12- Fases de obtenção da holocelulose. a) sistema de aquecimento; b) término do aquecimento; c) banho de gelo; d) holocelulose obtida. 38

Figura 13- Processo de obtenção da alfacelulose a) holocelulose em solução de NaOH; b) precipitado do processo. 40

Figura 14- Processo de obtenção da celulose. a) conjunto erlenmeyer-reagentes; b) precipitado no tubo falcon; c) precipitado peneirado e lavado; d) celulose obtida. 41

Figura 15- Processo de obtenção das CNCs. a) conjunto becker-reagente; b) banho de gelo; c) tubo *falcon* com precipitado; d) ultrassonicação; e) diálise; f) nanocristais de celulose após diálise; g) solução em potes de vidro para liofilização; h) CNCs. 43

Figura 16- Processo de obtenção das CNF´s a) moinho Masuko; b) processamento da amostra; c) amostra no analisador de tamanho; d) ciclos de desfibrilação; e) liofilização; f) CNF´s obtidas. 44

Figura 17- Microscopia eletrônica de varredura da fibra bruta de Jacitara. 51

Figura 18- Microscopia eletrônica de varredura da celulose. 51

Figura 19- Raios X das amostras: *in natura*, celulose, CNC e CNF. 53

Figura 20- Raios X dos ciclos das CNFs. 55

Figura 21- Espectros das amostras: *in natura*, celulose, CNC e CNF. 56

Figura 22- TGA da amostra *in natura*, celulose, CNC e CNF. 58

Figura 23- DTG da amostra *in natura*, celulose, CNC e CNF. 59

Figura 24- Distribuição do tamanho das partículas das CNFs. 60

Figura 25- Gráfico referente a viscosidade dos ciclos da CNF. 61

Figura 26- Imagens AFM de CNC´s obtidas a partir de Jacitara. 63

Figura 27- Imagens AFM de CNF´s obtidas a partir de Jacitara. 63

Figura 28- Análise de distribuição do diâmetro das CNFs. 64

LISTA DE TABELAS

TABELA 1- PERCENTUAL DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DE DIFERENTES FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS. 23
TABELA 2- COMPOSIÇÃO QUÍMICA 48
TABELA 3- DECONVOLUÇÃO DOS PICOS PARA CALCULAR O VALOR DE Z. 53

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 14
2 OBJETIVOS 16
2.1 Geral 16
2.2 Específico 16
3 REVISÃO DE LITERATURA 17
3.1 Jacitara (*Desmoncus polyacanthos* Mart.) 17
3.2 As Fibras e sua estrutura 18
3.2.1 Lignina 20
3.2.2 Hemicelulose 22
3.2.3 Celulose 22
3.3 Nanocelulose 24
3.4 Nanocristais de celulose – CNCs 24
3.5 Nanofibrilas de celulose – CNFs 25
3.6 Métodos de extração de nanoceluloses 26
4 MATERIAIS E MÉTODOS 30
4.1 Materiais 30
4.2 Etapas do processo 30
4.3 Preparo do material 31
4.4 Caracterização química 32
4.4.1 Teor de umidade 32
4.4.2 Teor de cinzas 33
4.4.3 Teor de extrativos 34
4.4.4 Teor de lignina 35
4.4.5 Teor de holocelulose 37
4.4.6 Teor de alfa celulose 39

4.4.7 Extração e teor de celulose 40
4.5 Síntese de nanocristais de celulose (CNCs) em meio ácido 41
4.6 Síntese de nanofibrilas de celulose (CNFs) por desfibrilação mecânica .. 43
4.6.1 Caracterização química da fibra e da celulose obtida a partir da Jacitara 43
4.6.2 Processo de síntese das CNFs 44
4.7 Caracterização das amostras 45
4.7.1 Microscopia eletrônica de varredura 45
4.7.2 Difração de raios X (DRX) 45
4.7.3 Espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) 46
4.7.4 Análise termogravimétrica (TGA/DTG) 46
4.7.5 Difração a Laser (LD) 46
4.8 Viscosidade 46
4.8.1 Microscopia de força atômica (AFM) 47
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES 48
5.1 Caracterização química da Jacitara 48
5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) 50
5.3 Difração de Raios X (DRX) 52
5.4 Espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) . 55
5.5 Análise termogravimétrica (TGA e DTG) 57
5.6 Difração a Laser (LD) 59
5.7 Viscosidade 61
..... 61
5.8 Microscopia de força atômica (AFM) 62
..... 64
6 Conclusão 65

7 Sugestão para trabalhos futuros 67

8 Referências..... 68

1 INTRODUÇÃO

A crescente preocupação com questões ambientais tem influenciado a busca por matérias-primas que possibilitam a criação de novos materiais. Busca-se que esses materiais possam substituir os utilizados comumente para determinado fim, sendo essencial o desempenho igual/superior a custos acessíveis da utilização destas alternativas (Araújo et al., 2019; Jiménez et al., 2012).

Desde os primórdios da humanidade utiliza-se a natureza para resolver problemas diversos. Há destaque na utilização de fibras vegetais como reforço em compósitos principalmente para substituição de fibra sintética e com foco em produtos ambientalmente amigáveis (Ferreira et al, 2020; Araújo et al., 2019; Rodrigues, 2015). As fibras vegetais possuem como principal componente a celulose e destacam-se por ser renováveis, biodegradáveis e por possibilitarem a diminuição da emissão de dióxido de carbono (CO_2) (Rodrigues, 2015).

No Brasil há grande variedade de espécies, esse fato torna o país uma fonte promissora de recursos naturais. Ele já é o segundo maior produtor de celulose do mundo, em 2016 houve atribuição de 6,2% do produto interno bruto ao setor de plantio de árvores, sendo o setor de celulose/papel principal responsável deste resultado (Padovani e Ferreira, 2020).

A celulose é utilizada para a fabricação de papel, reforço de compósitos, na indústria de fármacos e fabricação de biocombustíveis (Pereira et al., 2019). Há crescente utilização da nanotecnologia que envolve processos, materiais e produtos na escala que varia de 1 a 100 nanômetros. Ao utilizar essa escala há maior relação superfície/volume, esse fato proporciona ao material mais átomos em sua superfície que no interior. Essa mudança possibilita chegar a propriedades únicas que o material em escala macro não apresenta (Silva et al., 2020; Silva, 2018). Há crescente utilização da escala nanométrica em compósitos poliméricos, esta utilização pode ocorrer através de nanocristais de celulose (CNC) ou nanofibrilas de celulose (CNF) (Viana et al., 2019).

A Jacitara *(Desmoncus polyacanthos* Mart.) é pertencente à família *Palmae*, o material fibroso proveniente desta palmeira já é conhecido pelas suas características e aparência por comunidades indígenas do Amazonas e por índios sul-americanos, porém há pouca informação concreta a respeito dela (Fonseca et al., 2013; Lv during et al., 2006; Plotkin e Balick, 1984). Na literatura pode-se encontrar estudos acadêmicos relacionados a caracterização tecnológica das fibras do estipe e a síntese de nanofibras para obtenção de

compósitos poliméricos, estes comprovam a potencialidade das fibras em relação a resistência e dureza, além da eficácia na utilização das CNFs obtidas por meio da Jacitara em compósitos (Silva, 2018; Fonseca, 2012).

Neste contexto, a presente pesquisa teve como objetivo a caracterização química, extração/caracterização da celulose e síntese/caracterização das nanoceluloses obtidas a partir das fibras do caule da Jacitara.

2 OBJETIVOS

2.1 Geral

Extrair e caracterizar nanoceluloses a partir das fibras de Jacitara (*Desmoncus polyacanthos* Mart.).

2.2 Específico

Caracterizar as fibras da Jacitara e a celulose obtida, por meio das técnicas de microscopia eletrônica de varredura, difração de raios X, espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier e análises termogravimétricas;

Extrair nanocristais de celulose através da hidrólise ácida;

Sintetizar nanofibrilas de celulose por desfibrilação mecânica em moinho (Masuko);

Caracterizar os CNCs por meio das técnicas de microscopia de força atômica, difração de raios X, espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier e análises termogravimétricas;

Caracterizar as CNFs por meio das técnicas de microscopia de força atômica, difração a laser, difração de raios X, espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier, análises termogravimétricas e viscosidade.

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Jacitara (*Desmoncus polyacanthos* Mart.)

Segundo a rede GBIF 2019, a Jacitara (*Desmoncus polyacanthos* Mart.) é pertencente à família *Palmae*, subfamília *Arecoideae*, tribo Cocosea e subtribo Bactridinae. É nativa da região amazônica e está presente principalmente em regiões de solo alagadiço principalmente no sub-bosque, em áreas abertas não é comum (Troy et al., 1997). Possui estipe trepador, porém a produção de órgãos de fixação só ocorre mediante presença de instabilidade. Quando jovem o caule em posição vertical atinge 1,5 m de altura e 5 mm de diâmetro já as folhas da Jacitara tem de 1 a 1,3 m de comprimento, dispõe sobre o caule e folhas espinhos. A Jacitara (Figura 1) apresenta flores hermafroditas e frutos de cor avermelhada que em maturação exibe-se alaranjada (Isnard et al., 2005; Peckolt e Peckolt, 2016).

Figura 1- Gravura da obra História naturalis palmarum: *Desmoncus polyacanthos* Mart.

Fonte: C. Fr. von Martius. História Naturalis Palmarum (1823-1850)

O material fibroso proveniente desta palmeira já é conhecido pelas suas características e aparência por comunidades indígenas do Amazonas onde utiliza-se a tala do caule por meio de trançados das fibras para confecção de utensílios domésticos: cumatá, matapi, peneira e tipiti, e fins artesanais: cestos e quadros decorativos (Lv during et al., 2006). O material fibroso das raízes é utilizado nas zonas rurais por índios sul-americanos como agente desintoxicante por possuir propriedades depurativas (Plotkin e Balick, 1984; Liber Herbarum Minor, 2020).

Trabalhos recentes comprovam que o gênero *Desmoncus* tem uma variabilidade considerável de espécies, essa peculiaridade despertou o interesse na criação de uma proposta de classificação mais eficiente, porém ela não obteve êxito. Esta diversidade confusa se dá devido a plasticidade ambiental causada por fatores abióticos que o gênero apresenta (Souza e Jardim, 2015; Parrota e Knowles, 2001).

Há significativa utilização das fibras da Jacitara para produção artesanal, sendo estas utilizadas amplamente em combinação com cipó-titica. Há recomendações para produção dela por meio de projetos de manejo como já acontece com outras espécies. Essa produção em manejo poderia ser fonte de renda para as comunidades que fazem sua colheita, atualmente em comparação com outras espécies há valorização dos produtos feitos a partir da Jacitara devido sua qualidade e durabilidade. Um abano confeccionado a partir das fibras de tucumã possuem preço de venda de R$ 1,50, enquanto um abano confeccionado a partir das fibras de Jacitara são vendidos por R$ 2,0 (Santos et al., 2016; Queiroz et al., 2000).

3.2 As Fibras e sua estrutura

As fibras são um conjunto de filamentos, toda fibra é um polímero, porém sua classificação depende da polimerização. Podem ser classificadas em dois grupos principais, químicas ou naturais (Diniz et al., 2020).

As químicas possuem duas classificações:

I. Sintéticas: produção industrial e partem de substâncias puramente químicas (Ex.: poliéster).
II. Artificiais: produção industrial, mas partem da matéria de origem vegetal (Ex.: viscose).

As fibras naturais são divididas em três grupos, levando em consideração sua origem na natureza (Diniz et al., 2020):

I. Origem mineral: proveniente de rochas (Ex.: amianto).

II. Origem animal ou proteicas: proveniente da substância básica das fibras de origem animal que é a proteína (Ex.: lã).
III. Origem vegetal ou celulósicas: proveniente da substância básica das fibras de origem vegetal que é a celulose (Ex.: bambu, abacaxi, juta, coco e algodão).

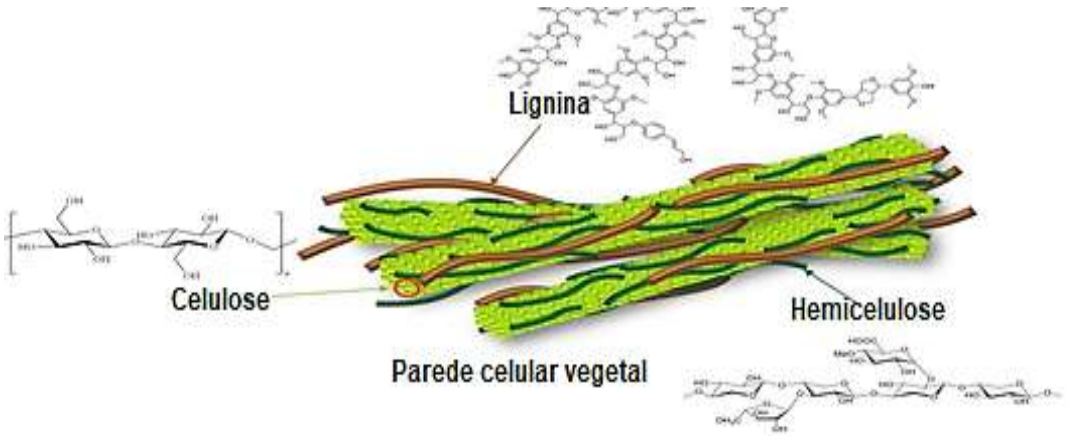
As fibras vegetais são classificadas em sete grupos (Diniz et al., 2020):

I. Fibras de gramínea (Ex.: junco e cana-de-açúcar);
II. Fibras de folhas (Ex.: sisal e banana);
III. Fibras de caule (Ex.: rami e linho);
IV. Fibras de fruto (Ex.: coco);
V. Fibras de semente (Ex.: sumaúma);
VI. Fibras de Raiz (Ex.: zacatão);
VII. Fibras de Madeira (Ex.: eucalipto e pinho).

As fibras vegetais possuem uma variedade de componentes, porém há três principais: celulose, hemicelulose e lignina (Fonseca et al., 2019; Lu e Hsieh, 2012). Os outros componentes em menor quantidade incluem a pectina, ceras e cinzas (Manaia et al., 2019). À vista disso, também são chamadas de fibras celulósicas ou lignocelulósicas (Bhattacharyya et al., 2015).

As propriedades que as fibras apresentam são resultado da composição química e da microestrutura morfológica que apresentam. Na parede vegetal dessas fibras há formação de um complexo onde as moléculas de celulose são mantidas unidas às hemiceluloses e estas envolvidas pela lignina, conforme a Figura 2 (Furtado et al., 2020; Jabbar,2017).

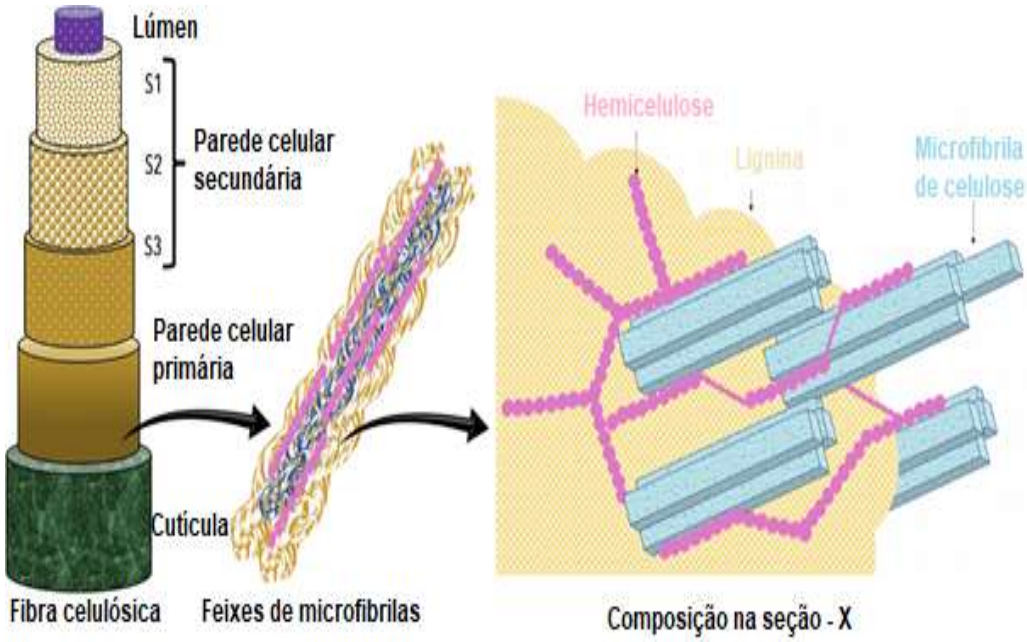
Figura 2- Esquema da estrutura dos materiais lignocelulósicos.



Fonte: Adaptado de Jensen et al. (2017)

A estrutura de uma fibra vegetal (Figura 3) varia de acordo com os órgãos da planta, espécie e diferentes estágios de desenvolvimento. Há um canal central (lumén) que é responsável pelo transporte de água e nutrientes da planta, as paredes secundárias S (1, 2 e 3), parede primária e lamela média (Shuvo, 2020; Poletto, 2020).

Figura 3- Representação esquemática da estrutura geral da parede celular de uma fibra vegetal exibindo a distribuição de microfibrilas de celulose com hemicelulose e lignina.



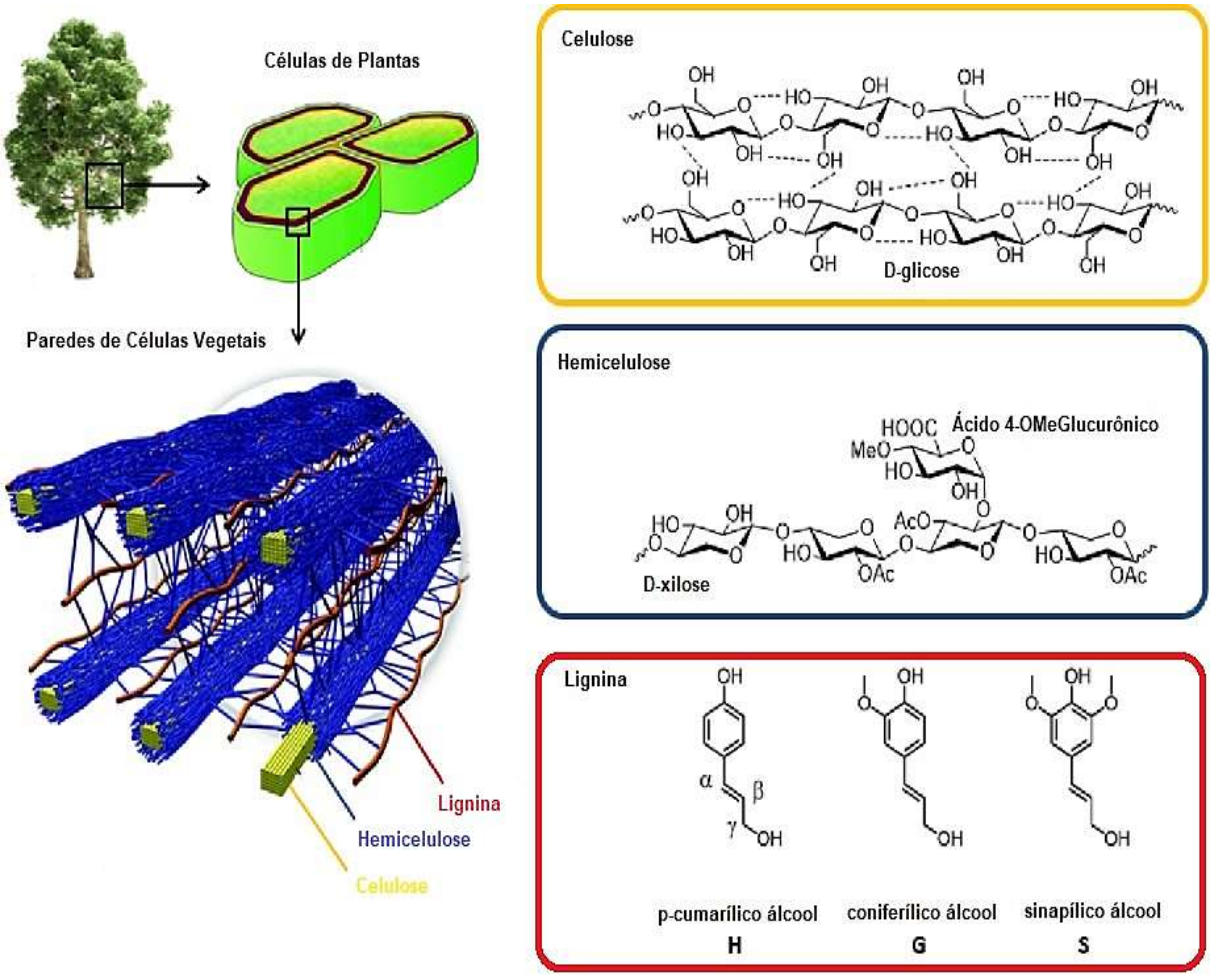
Fonte: Adaptado de Shuvo, II (2020)

3.2.1 Lignina

A lignina é um dos principais componentes da biomassa lignocelulósica, compreende cerca de 15 - 40% da biomassa vegetal (Bertella, 2020; Garlapati, 2020). É convencionalmente definida pela polimerização radicalar oxidativa dos três principais álcoois p- hidroxicinamílicos (os chamados monolignóis, Figura 4 A), álcool p- cumarílico, álcool coniferílico e álcool sinapílico, que estão na origem do p- hidroxifenil (H), unidades de guaiacil (G) e siringil (S) após incorporação no polímero de lignina (Del Río, 2020).

A lignina é o polímero amorfo e aromático mais abundante na natureza, na parede celular é responsável pela união das fibras celulósicas que a formam (Li, H., 2020). Essa união influencia diretamente nas propriedades mecânicas, estrutura, morfologia, flexibilidade e taxa de hidrólise que as fibras vão apresentar. O alto teor de lignina confere a fibra qualidade, sua estrutura nativa enrijece a parede celular e protege os carboidratos assim limitando fortemente contra transformações químicas e danos físicos (Diniz et al., 2020).

Figura 4- Principais componentes das paredes celulares vegetais: celulose, hemicelulose e lignina.



Fonte: Adaptado de Van den Bosh et al. (2018)

A produção mundial de lignina é de aproximadamente 100 milhões de toneladas por ano, avaliada em US $ 732,7 milhões em 2015. Até 2025 espera-se que chegue a US $ 913,1 milhões, número que influencia as pesquisas envolvendo a valorização desse material orgânico complexo (Bajwa et al., 2019).

A literatura reporta que a lignina foi por um longo tempo vista como subproduto das indústrias de papel e celulose (Sadeghifar, 2020). Diversos trabalhos a consideram como matéria-prima alternativa com grande potencial de substituição de recursos fósseis. O seu baixo custo e disponibilidade chamam atenção (Weiss et al., 2020).

Há uma extensa pesquisa na cadeia de valorização da lignina em produto, seus constituintes fenólicos são de particular interesse para uma biorrefinaria lignocelulósica voltada para a produção sustentável de compostos aromáticos verdes e ganha destaque na exploração de biocombustíveis celulósicos (Cao et al., 2018; Sadeghifar e Ragauskas, 2020; Zhu et al., 2020; Paone et al., 2020).

3.2.2 Hemicelulose

A hemicelulose é o segundo polissacarídeo mais abundante depois da celulose, representa cerca de 20 – 35% da biomassa vegetal. Apresenta estrutura amorfa e menor grau de polimerização quando comparado a celulose. Nas plantas apresenta-se como polissacarídeo heterogêneo que consiste em várias unidades de sacarídeo, seus blocos de construção são pentoses (arabinose e xilose), hexoses (galactose, glicose e manose) e ácidos hexurônicos (Ácido glucurónico) (Liu et al., 2020; Werner et al., 2014; Saha, 2003).

Devido suas propriedades físicas/químicas únicas e grande disponibilidade, ela torna-se um material promissor para diversas aplicações. Esse biopolímero têm potencial para ser utilizado em aplicações biomédicas, filmes, hidrogéis, dentre outras (Chen et al., 2016; Ahmad et al., 2020).

3.2.3 Celulose

A celulose é o biopolímero mais abundante da terra, possui múltiplas aplicações visto que é versátil, sustentável e barata (Purushotham et al., 2020; Zhao et al., 2020; Wang et al., 2020). Pode ser extraída através de compostos vegetais como a madeira/algodão ou ser produzida por bactérias não patogênicas (Severo, 2020).

O principal componente das fibras lignocelulósicas é a celulose, classificada como polissacarídeo semicristalino. Essa macromolécula possui cadeias lineares na sua estrutura, essas cadeias são compostas por unidades de repetição chamada “celobiose” unidas por ligações tipo β-1-4 glicosídicas, conferem o caráter cristalino a celulose. Esse caráter cristalino representa até 80% das regiões cristalinas (Poletto, 2020; Furtado et al., 2020; Seo et al., 2019).

As regiões cristalinas da celulose podem variar a orientação molecular e rede de ligações de hidrogênio que a compõe, essa variação origina os polimorfos de celulose. Há quatro polimorfos da celulose, a saber, tipo I, II, III, IV (Gong, 2017; Hernández, 2021).

A celulose tipo I é nativa e encontrada predominantemente na parede celular de materiais biológicos, possui duas estruturas conformacionais diferentes I_α e I_β. A I_α existe em uma célula unitária triclínica enquanto I_β em uma monoclínica (Hernández, 2021).

A celulose II pode ser obtida através de regeneração química ou mercerização da celulose I. Apresenta-se em configuração antiparalela, possui célula unitária monoclínica. Em questão de estabilidade, a celulose II é mais estável que as demais (Gong, 2017).

A celulose III é formada quando a celulose I ou II é exposta a amônia ou várias aminas. A IV é obtida por meio de tratamento térmico (Gong, 2017; Suhas et al., 2016).

O Brasil recentemente tornou-se líder mundial na exportação de celulose, se prevê uma expansão do consumo mundial de papel na próxima década de 430 para 460 milhões de toneladas (Mt) anuais (Sanquetta, 2020). A celulose já tem sido explorada e estudada amplamente há muitos anos, principalmente no que diz respeito a indústria de papel, porém atualmente tem recebido maior atenção, visto que, possui características que estão sendo mais valorizadas por consumidores sustentáveis (Trache, 2020). Há destaque na sua abundância, biodegradabilidade e renovabilidade, encontra-se na literatura estudos que tratam da exploração da celulose para diversos fins: filmes à base de celulose, membranas de celulose, aplicações em campos petrolíferos, aplicações biomédicas, dentre outros (Ling, 2020; Liu, 2021; Xiong et al., 2014).

Na natureza há uma variedade de fibras vegetais, muitas já foram estudadas quanto a sua composição química, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1- Percentual da composição química de diferentes fibras lignocelulósicas.

Fonte das Fibras	**Celulose (%)**	**Hemicelulose (%)**	**Lignina (%)**	**Fonte**
Jacitara	66,8	18,44	14,68	Fonseca (2013)
Caule de babaçu	65,5	8,9	21,9	Furtado (2020)
Bagaço da cana-de-açúcar	41	25	20	Silva (2020)
Malva	40-50	20-30	20-30	Oliveira (2020)
Casca de andiroba	31,4	16,1	35,7	Souza (2020)

Fonte: A autora (2020)

Os resíduos da Jacitara por sua vez são fonte pouco estudadas e utilizadas na elaboração de produtos sustentáveis, como os filmes biodegradáveis, tal fato, influência na

busca por maiores informações sobre esta matéria-prima. A Tabela 2 apresenta a composição química da Jacitara obtida durante a pesquisa.

3.3 Nanocelulose

Um dos pioneiros nos processos envolvendo a nanotecnologia, foram os materiais em escala nanométrica. Um nanomaterial que se evidencia é a nanocelulose, ela apresenta características únicas, tais como: grande superfície, baixa dilatação térmica e afinidade em formar ligações de hidrogênio, estas possibilitam que os materiais criados a partir desta fonte sejam explorados cada vez mais. Assim, a nanocelulose ganha seu destaque na indústria dos biodegradáveis, cosméticos, alimentos, biomedicina. Com isso, uma das suas principais associações consiste na sustentabilidade, pois trata-se de um material que pode ser obtido a partir de recursos renováveis (Kim et al., 2015; Luo et al., 2019).

Nanoceluloses trata-se de um termo utilizado para englobar todos os nanomateriais a base de celulose, estes são classificados como: CNCs, CNFs e nanocelulose bacteriana (BNC). Essas distinções se devem a grande diversidade de fontes para obtenção da nanocelulose, cada classificação apresenta característica única da qual torna o nanomaterial ideal para o desenvolvimento de produtos específicos (Gan et al., 2020).

Segundo Markets and Markets (Teodoro, 2020), o mercado de nanocelulose até 2025 tem previsão de atingir US $ 783 milhões. Esse crescimento influencia diretamente o emprego desta em novas aplicações, há trabalhos acerca da exploração da nanocelulose em membranas para purificação de água (Sharma,2020), como reforço para compósitos poliméricos (Shen, 2020), hidrogéis (Wang, 2020), dentre outras aplicações.

3.4 Nanocristais de celulose – CNCs

Os CNCs são extraídos das fibras lignocelulósicas e apresentam como característica principal, os seus domínios cristalinos. São produzidos a partir de métodos químicos, a extração em meio ácido é a mais utilizada já que há uma longa utilização em processos de produção com escala industrial. Os CNCs apresentam diâmetro na faixa de 5-70 nm e comprimento 100-250 nm (Kedzior et al., 2020).

Há diversas pesquisas acerca da obtenção dos CNCs a partir de fontes diversas de fibras lignocelulósicas. Obtenção dos CNCs a partir das fibras da coroa de abacaxi (Pereira et al., 2020), de casca de café (Collazo et al., 2018), sementes de sagu (Naduparambath et al., 2018), palmeira real (Hafemann et al., 2019), capim norte-africano (Luzi et al., 2019), dentre outras fontes.

São cada vez mais explorados em pesquisas, possuem excelentes propriedades mecânicas, óticas, químicas e reológicas (George e Sabapathi, 2015). Suas propriedades mecânicas influenciam na aplicação como reforço em compósitos (Huang et al., 2020), devido suas propriedades físico-químicas estão sendo utilizados para aplicações biomédicas (Ganguly et al., 2020) e há diversas outras aplicações avançadas dos CNCs que os tornam uma classe promissora.

Para o obtenção dos CNCs, entende-se que a região amorfa presente na amostra do nanomaterial é solúvel em meio ácido com concentração por volta de 60% p/p , devido à alta organização presente nas moléculas da região cristalina, esta região é inacessível e não solúvel em ácido, com isso a síntese das CNCs é impulsionada pela hidrólise que ocorre nas regiões amorfas presentes (Kedzior et al., 2020).

O grande interesse em estudos envolvendo esse tipo de nanomaterial cresceu nos últimos anos, principalmente, pelo fato de poder utilizar desde resíduos industriais como fonte para produção de CNCs assim aumentando a cadeia de valor desses materiais (Pulido et al., 2021).

Os CNCs apresentam-se em diferentes morfologias. Apresentam forma de bastonete, quando sintetizados por hidrólise ácida por meio da utilização do ácido sulfúrico (Lima et al., 2015; Milanez et al., 2014). O tamanho desses nanocristais podem ser controlados através da mistura de componentes ácidos, através da hidrólise realizada por determinado período reacional (Hanif et al., 2014).

Há trabalhos acerca da produção de CNCs esféricas por meio da hidrólise enzimática, hidrolise ácida assistida por ultrassom, hidrólise ácida em solução de persulfato de amônio (APS), dentre outras metodologias (Tong et al., 2020; Azrina et al., 2017; Cheng et al., 2014). Ao comparar a forma esférica com a de bastonetes, não se evidencia melhora na transparência da amostra quando aplicada a produção de filmes, porém é observado melhora na estabilidade térmica do material quando na forma esférica (Xu et al., 2021; Verma et al., 2021). Ao contrário, há na literatura estudo acerca de melhores propriedades mecânicas na produção de filmes a partir de nanocristais em forma de bastonete quando comparado a forma esférica (Xu et al., 2021).

3.5 Nanofibrilas de celulose – CNFs

As CNFs também tem sido amplamente estudadas nos últimos anos, pois elas apresentam características que interessam a indústria verde. São biodegradáveis, não tóxicas e

os custos para obtê-la são baixos. As nanofibrilas consistem na menor unidade presente na estrutura das fibras vegetais, são muito alongadas, constituídas por cadeias de celulose, são muito flexíveis e apresentam o diâmetro entre 1 a 100 nm, comprimento micrométrico, cadeias amorfas e cristalinas. São obtidas a partir de inúmeras fontes vegetais e renováveis, tais como: madeira, folhas e flores (Kedzior et al., 2020; Gan, et al., 2020).

Para a obtenção das CNFs utiliza-se processo mecânico, neste processo é feita a extração a partir de fontes como: fibras naturais, madeira, plantas e resíduos vegetais (Ribes et al., 2018). A fibrilação mecânica é o método mais comum, pode-se utilizar um homogeneizador de alta pressão, microfluidizador, moedor de discos, dentre outros equipamentos para esse fim. O mais utilizado é a moagem de discos já que se apresenta como melhor alternativa para produção comercial de celulose oriunda de processo mecânico (Sun et al., 2020).

O uso das nanofibrilas de celulose tem despertado o interesse das pesquisas devido à sua grande área superficial, ocasiona melhora nas propriedades físicas e mecânicas da matriz de forma eficaz (Liu et al., 2020). Esta característica possibilita uma maior interação com polímeros, assim influenciando positivamente na qualidade dos nanocompósitos. Isto torna a utilização das CNFs mais promissora quando comparada as fibras micrométricas que apresentam características e finalidades similares (Félix et al., 2017; Ghesti, 2019).

As CNFs, apresentam suas fibras flexíveis em forma de espaguete (Guan et al., 2019). Esse emaranhado característico confere a CNF maior resistência, menor coeficiente de expansão térmica e densidade, potencializando sua aplicação em produtos de alto desempenho (Liu et al., 2020).

As CNFs têm sido utilizadas em estudos que envolvem a produção de compósitos (Zhao et al., 2018; Platnieks et al., 2020; Santos et al., 2021), na indústria alimentícia (Yan et al., 2018; Yu et al., 2021), em aplicações biomédicas (Athinarayanan et al., 2020; Abdul et al., 2020), dentre outros.

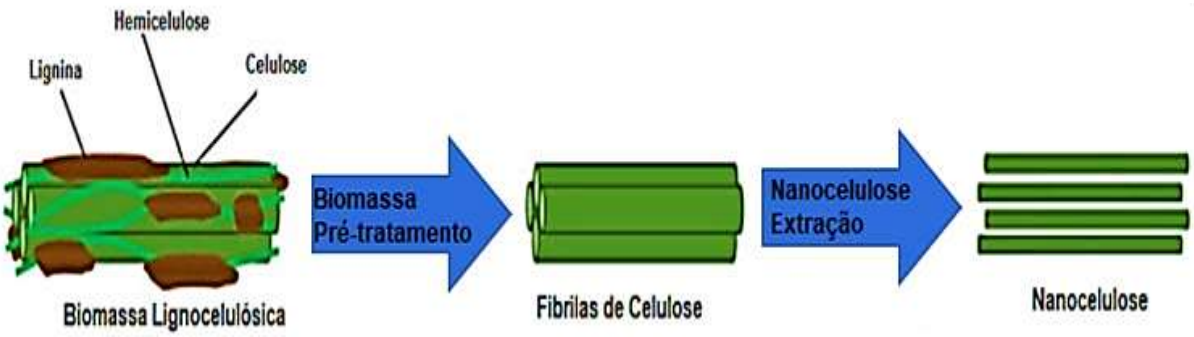
Há diversas pesquisas acerca da obtenção das CNFs a partir de fontes diversas de fibras lignocelulósicas para diversos fins. Obtenção de CNFs a partir das fibras de rami (Marinho et al., 2020), de casca de aveia (Debiagi et al., 2020), casca de soja (Debiagi et al., 2020), de resíduos de bagaço de cana (Zhang e Hui, 2020), dentre outras fontes.

3.6 Métodos de extração de nanoceluloses

A extração de nanocelulose da biomassa lignocelulósica geralmente segue um esquema de duas etapas principais. Na primeira etapa, os componentes não celulósicos, como

lignina, hemicelulose, ceras, pectinas e outros compostos, são removidos através do pré-tratamento da matéria-prima. Logo após, é extraída nanocelulose das fibrilas de celulose por hidrólise parcial (ácida ou enzimática) (Phanthong et al., 2018).

Figura 5- Esquema da extração de nanocelulose de biomassa lignocelulósica.



Fonte: Adaptado de Phanthong et al. (2018)

Devido os materiais lignocelulósicos *in natura* apresentarem uma estrutura morfológica rígida e recalcitrante é necessário a remoção da matriz amorfa. Os dois métodos mais utilizados para realizar o pré-tratamento da biomassa são o tratamento com ácido-clorito e o tratamento alcalino (Phanthong et al., 2018; Ibrahim et al., 2020).

No tratamento com ácido-clorito utiliza-se uma combinação de água destilada, clorito de sódio e ácido acético, com temperatura em torno de 70 - 80 °C por 4 - 12 h. No decorrer do tratamento é realizado adição de ácido acético e clorito de sódio à mistura, em intervalos de tempo com controle do pH. Após atingir o pH neutro através de consecutivas lavagens, o produto obtido é coletado e seco em estufa com temperatura em torno de 50 °C. Esse produto é chamado de holocelulose, que incluem celulose e hemicelulose na composição (Phanthong et al., 2018; Kundu e Mitra, 2021).

No tratamento alcalino utiliza-se hidróxido de sódio (4 - 20% em peso), agitado com holocelulose por um tempo em torno de 1 - 5 h. O produto desse tratamento após lavagens consecutivas até atingir pH neutro é seco em estufa com temperatura em torno de 50 °C. O produto é principalmente celulose, os materiais não celulósicos são removidos (Phanthong et al., 2018; Varshney et al., 2021).

Após o pré-tratamento é realizada a individualização das fibrilas de celulose a partir da hidrólise. Diferentes métodos resultam em tipos e propriedades diferenciadas para a nanocelulose obtida. Há várias abordagens, a hidrólise ácida e enzimática são as técnicas mais relatadas. A etapa de hidrólise pode ser combinada a desintegração mecânica assim possibilitando a síntese das CNFs (Phanthong et al., 2018; Michelin et al., 2020).

A hidrólise ácida possui uma longa história industrial e é empregada com o objetivo de hidrolisar as regiões desordenadas da celulose por meio de ácidos. O ácido mais usado é o ácido sulfúrico, porém atualmente há várias pesquisas que envolvem a utilização de outros ácidos como: nítrico, fosfórico e a mistura destes (Ghost et al., 2020). Através dessa técnica pode-se sintetizar a celulose nanocristalina, as principais variáveis que devem ser controladas são o tempo de reação, temperatura, concentração do ácido e a relação ácido/matéria prima (Phanthong et al., 2018; Wang et al., 2021).

A desvantagem nessa técnica é a água residual ácida gerada no processo de lavagem para neutralizar o pH da suspensão de nanocelulose. Por outro lado, a hidrólise ácida proporciona maior remoção dos compostos amorfos assim obtendo um produto mais cristalino (Ravindran et al., 2019).

Há estudos que exploram alternativas a utilização dos ácidos clássicos: persulfato de amônio – APS (Caschera et al., 2020; Oun et al., 2020), ácido cítrico (Bondancia et al., 2020; Lungu et al., 2021), dentre outros.

O crescente número de pesquisas entre 2007 a 2018 evidenciam que a hidrólise enzimática é considerada uma técnica promissora. Em contraste com o método citado anteriormente, essa técnica não gera resíduos tóxicos. Para uma hidrólise enzimática eficiente, os fatores que devem ser controlados são a temperatura e pressão, resultam em um menor consumo de energia. Devido suas morfologias, a nanocelulose produzida por enzimas possui aplicações mais valiosas (Ribeiro et al., 2019; Zhang et al., 2020).

A desintegração mecânica consiste na síntese de fibrilas da celulose, por meio de método mecânico para a produção de nanofibrilas de celulose (Supian et al., 2020). A escolha do tipo de técnica mecânica e a intensidade de força aplicada, determinam o grau de ruptura das ligações de hidrogênio interfibrilar. A desvantagem da utilização dessa técnica são os altos custos ocasionados pelo elevado consumo de energia em alguns métodos (Hamawand et al., 2020).

A moagem em moinho de bolas é um método mecânico que é considerado ecologicamente correto e de baixo custo, no ambiente industrial é amplamente utilizado. O método consiste em uma concha cilíndrica girando em torno do seu eixo onde há parcial preenchimento com bolas. A energia proveniente do impacto e atrito entre as bolas e as amostras, converte as partículas de micro para nanoescala. A desvantagem da utilização dessa técnica é a contaminação que pode ser ocasionada pelo meio da moagem ou recipiente, além das formas irregulares e tempos prolongados (Ferreira et al., 2020; Seta et al., 2020).

O futuro traz a necessidade da preferência por materiais mais verdes e sustentáveis. A nanocelulose destaca-se nesse cenário, as desvantagens das técnicas utilizadas recentemente influenciam novas pesquisas na área (Ibrahim et al., 2020; Ramos et al., 2020).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

O órgão utilizado da Jacitara é o caule, que após retirada da bainha e das folhas completas, apresenta parte interna do caule, do qual se extrai as talas. As talas foram obtidas do município Barcelos, interior do Amazonas, situa-se às margens do Rio Negro.

Segundo a lei do Marco da Biodiversidade, informações de origem genética de espécies vegetais são consideradas patrimônio genético (Silva e Oliveira, 2018). Conforme o inciso II do art. 2º da Lei nº 13.123 de 2015, esta pesquisa foi cadastrada no Sistema Nacional de Gestão do Patrimônio Genético e do Conhecimento Tradicional Associado (SISGEN) por meio do número de cadastro A26C986.

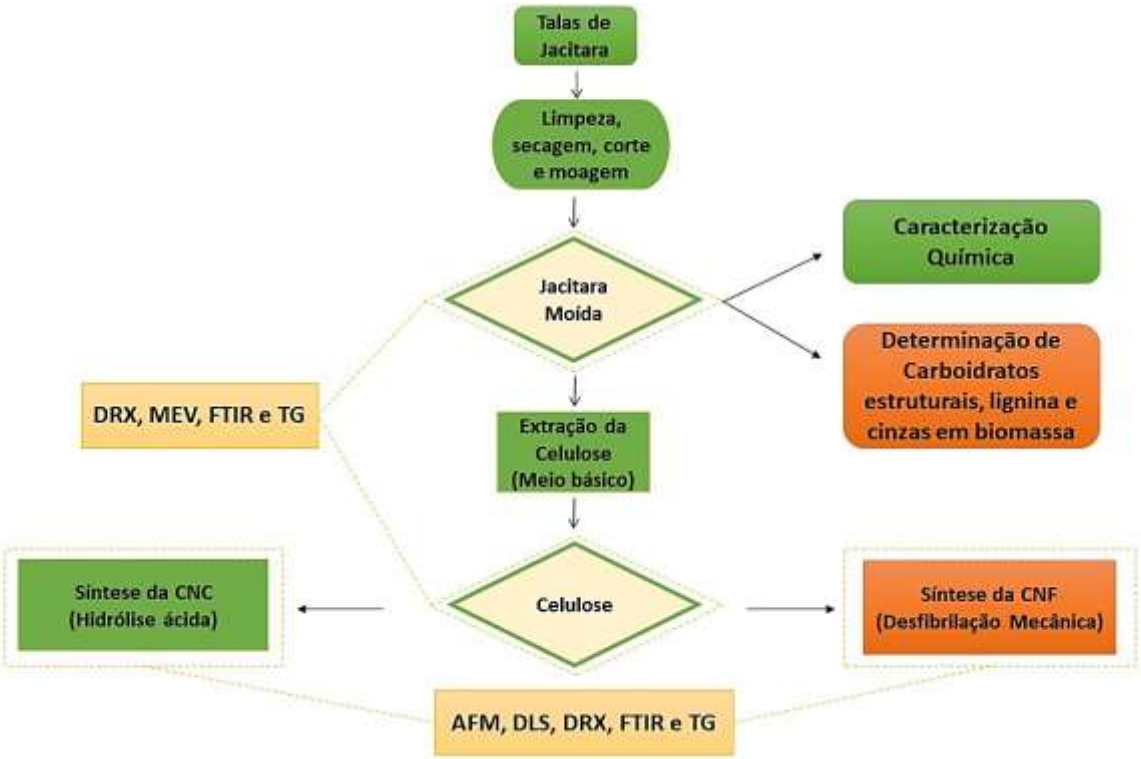
Os reagentes utilizados: álcool etílico 95% (C_2H_6O) (Alphatec), acetona P.A (CH_3COCH_3) (Alphatec), ácido acético glacial 99,85% ($C_3H_4O_2$) (Nuclear), ácido sulfúrico 72% (H_2SO_4) (Nuclear), clorito de sódio 80% ($NaClO_2$) (Sigma-Aldrich) e hidróxido de sódio P.A (NaOH) (Dinâmica).

Os ensaios e análises foram elaborados no Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais (LSCN) do Instituto Federal do Amazonas (IFAM - CMDI) pertencente a rede do Sistema Nacional de Laboratórios em Nanotecnologia (SisNANO), Laboratório de Microscopia – Demar (EEL-USP), Laboratório de Biocatálise e Bioprodutos (BBioPRO) (EEL-USP), Laboratório de Engenharia de Superfícies (EESC-USP) e Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano).

4.2 Etapas do processo

O fluxograma (Figura 6) apresenta a sequência de processos executados nesse trabalho.

Figura 6- Fluxograma de processos realizados.



Fonte: A autora (2020)

4.3 Preparo do material

A talas inicialmente passaram por um processo de limpeza com o auxílio de um pano úmido para eliminar poeira, sujeira ou outros contaminantes que pudessem estar por sua extensão. Após a limpeza, as talas foram mantidas em estufa modelo CE 220/81 da marca CIENLAB a 60 °C por 12 horas, o material apresenta baixa umidade sendo necessário a secagem devido à sua resistência.

As talas do caule da Jacitara foram cortadas em pedaços menores de 0,5 a 1 cm para facilitar o processo de moagem. Posteriormente foi realizada a moagem em moinho de facas tipo Wiley TE-650/1 da marca ACB LABOR em peneira de 45 mesh (0,354 mm).

Figura 7- a) folhas limpas; b) corte das folhas; c) moinho de facas.

Fonte: A autora (2020)

4.4 Caracterização química

4.4.1 Teor de umidade

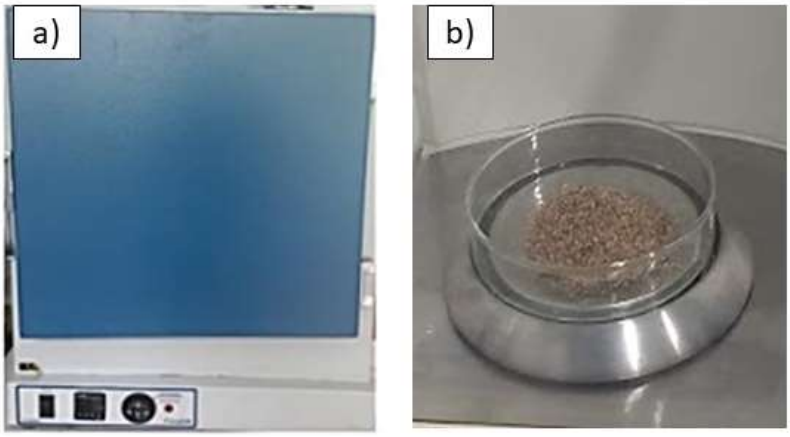
O método utilizado foi segundo TAPPI.T 421 om-02 (2002a), para determinação do teor de umidade da Jacitara moída, onde utilizou-se 2,0 g da amostra em cadinhos de porcelana e determinou-se a massa antes e depois da permanência por 3 h em estufa a 105 ± 2 °C, o conjunto depois de retirado da estufa foi posto em dessecador para resfriar à temperatura ambiente por, pelo menos, meia hora. Esse processo foi repetido até a obtenção de peso constante da amostra. Análise realizada em quintuplicata no LSCN.

Para determinação do teor de umidade em percentagem (TU%), utilizou-se a Equação (1).

$$(1)\ \frac{(\mathrm{MRAU}-\mathrm{MRAS})\mathrm{x}100\%}{\mathrm{MAU}} = TU\%$$

Onde: TU%: teor percentual de umidade da amostra; MAU: massa da amostra úmida, em g; MRAU: massa do recipiente com a amostra úmida, em g; MRAS: massa do recipiente com a amostra seca, em g.

Figura 8- a) estufa utilizada para secagem; b) folhas moídas após teor de umidade.



Fonte: A autora (2020)

4.4.2 Teor de cinzas

O método utilizado foi segundo TAPPI.T211 om-02 (2002b), para a determinação do teor de cinzas da Jacitara moída, onde utilizou-se 1,5 g de amostra em cadinhos de porcelana previamente calcinados a 600 °C por 30 minutos e resfriados em dessecador, o qual sofreu incineração do material orgânico em forno mufla na temperatura de 600 °C por 3 h, segundo recomendação da Farmacopeia Brasileira (1988) para materiais vegetais, após resfriamento dos cadinhos em dessecador ocorreu a pesagem, obtendo a massa de cinzas resultante. Análise realizada em quintuplicata (Hojo et al., 2008).

Para determinação do teor de cinzas em percentagem (TC%), utilizou-se a Equação (2).

$$(2)\ \frac{(\mathrm{MRAC}-\mathrm{MR})\mathrm{x}100\%}{\mathrm{MA}} = T\mathrm{C}\%$$

Onde: TC%: teor percentual de cinzas da amostra; MA: massa da amostra, em g; MR: massa do recipiente, em g; MRAC: massa do conjunto recipiente/amostra calcinada, em g.

Figura 9- Cadinhos em forno mufla.

Fonte: A autora (2020)

4.4.3 Teor de extrativos

Para a extração por soxhlet foi utilizado o método segundo TAPPI. T204 cm-97 (1997). Foi pesado em cartuchos extratores (saquinhos feitos de papel de filtro) 4,0 g de amostra da Jacitara moída (peso seco). Extraiu-se em Soxhlet utilizando o solvente álcool etílico 95% P.A, onde 150 mL deste foi gradativamente adicionado em balão de vidro de 500 mL, pesado previamente.

O conjunto balão-extrator foi colocado em aquecimento em manta aquecedora e conectado ao condensador. Após alcançar 24 refluxos no período de quatro a cinco horas, o cartucho com a amostra da Jacitara moída agora sem extrativos, foi colocado na estufa a 60 °C por 4 h, colocado no dessecador, pesado e armazenado para uso em processos futuros. O balão com solvente-extrativos foi removido e com o auxílio do rotaevaporador recuperou-se o solvente até que o volume final do balão fosse de 20 mL a 25 mL. Este foi colocado na estufa a 105 ± 2 °C por duas horas, findo esse tempo removeu-se o balão da estufa para o dessecador por pelo menos 30 minutos e mediu-se a massa de extrativos resultante.

Esse procedimento foi repetido 15 vezes, para permitir a redução do desvio-padrão, a eliminação de dados fora da escala além da obtenção de quantidade considerável da Jacitara moída sem extrativos para utilização em outros processos.

Para determinação do teor de extrativos em percentagem (TE%), utilizou-se a Equação (3).

$$(3)\ \frac{(\mathrm{MRE}-\mathrm{MRRS})\mathrm{x}100\%}{\mathrm{MA}} = T\mathrm{E}\%$$

Onde: TE%: teor de extrativos da amostra; MA: massa da amostra, em g; MR: massa do recipiente, em g; MRE: massa do conjunto recipiente/extrativos, em g; MRRS: massa do conjunto recipiente/resíduo de solvente, em g.

Como os dados obtidos da Equação 3 referem-se à amostra seca, há necessidade de realizar mais um cálculo (Equação 4) com a finalidade de corrigir os valores.

$$(4)\ \frac{\mathrm{TE\%\ x\ (100-TU\%)}}{100} = T\mathrm{E\%\ corrigido}$$

Onde: TE%: teor de extrativos da amostra; TU: teor de umidade; TE%: teor de extrativos corrigido.

Figura 10- Sistema balão-extrator.

Fonte: A autora (2020)

4.4.4 Teor de lignina

O método utilizado foi segundo a norma TAPPI T 222 om-22 (2002c), com modificações, para determinação do teor de lignina da Jacitara moída, sem umidade e extrativos. Em um almofariz com capacidade de 300 mL foi adicionado 1,0 g da amostra, sem umidade nem extrativos e em seguida adicionou-se 17 mL de ácido sulfúrico 72 % (m/m), resfriado em geladeira antes do uso. Logo após, houve agitação vigorosa de 15 minutos com o auxílio do pistilo, até não apresentar mais partículas visíveis da amostra. Findo esse tempo, esperou-se 24 horas para ocorrer o processo de digestão.

Figura 11- Mistura em digestão.

Fonte: A autora (2020)

Após esta etapa, lavou-se um funil de vidro sinterizado – ASTM tipo 4, este foi colocado por 4 h em uma estufa a 105 ± 2 °C, com o auxílio de uma pinça foi colocado em um dessecador por pelo menos 30 minutos e em seguida foi pesado com tal cuidado para ser utilizado posteriormente.

Finalizado o tempo de digestão, foi adicionado ao almofariz 306 mL de água destilada para diluir o ácido sulfúrico a 4 %, o conteúdo do almofariz foi gradativamente transferido para um balão de 500 mL e o conjunto balão-condensador foi colocado em manta aquecedora. Após 4 h contadas a partir do início da fervura a 70 °C sob aquecimento e refluxo, deixou-se o balão atingir a temperatura ambiente.

Utilizando o funil sinterizado – ASTM tipo 4, filtrou-se o conteúdo do balão com o auxílio de um kitassato de 1000 mL, conector e uma bomba a vácuo. O precipitado presente no funil foi enxaguado com água destilada em abundância até o filtrado possuir pH próximo ao da água, medido com um pHmetro.

Por fim, o conjunto funil-lignina foi colocado por 4 h em uma estufa a 105 ± 2 °C, com o auxílio de uma pinça este foi posto em um dessecador por 30 minutos e em seguida pesado com tal cuidado, obtendo a massa de lignina resultante. Análise feita em triplicata.

Para determinação do teor de lignina insolúvel em percentagem (TLI%), utilizou-se a Equação (5).

$$(5)\left(\frac{(\mathrm{MFL}-\mathrm{MF})\mathrm{x}100\%}{\mathrm{MA}}\right) - TC\% = TLI\%$$

Onde: TLI%: teor de lignina insolúvel da amostra; MA: massa da amostra, em g; MF: massa do funil limpo e seco, em g; MFL: massa do funil somada à massa de lignina, em g; TC: teor de cinzas.

Como os dados obtidos da Equação 5 referem-se à amostra seca e sem extrativos, há necessidade de realizar mais um cálculo (Equação 6) com a finalidade de corrigir os valores.

$$(6)\ \frac{\mathrm{TLI\%\ x\ [100-(TE\%+TU\%)]}}{100} = T\mathrm{LI\%}\ corrigido$$

Onde: TLI%: teor de lignina insolúvel da amostra; TE%: teor de extrativos; TU%: teor de umidade; TLI%: teor de lignina corrigido.

4.4.5 Teor de holocelulose

O método utilizado para determinação da holocelulose foi segundo descrito por Salim; Wahab, 2008, com adaptações. Primeiramente, lavou-se um funil de vidro sinterizado – ASTM tipo 2, este foi colocado por 2 h em uma estufa a 105 ± 2 °C, com o auxílio de uma pinça foi colocado em um dessecador por pelo menos 30 minutos e em seguida foi pesado com tal cuidado para ser utilizado posteriormente.

Em um erlenmeyer de 500 mL foi adicionado 3 g da amostra da Jacitara, sem umidade e sem extrativos. A esse erlenmeyer foi acrescentado 120 mL de água destilada, 2,5 g de clorito de sódio e 1 mL de ácido acético glacial. O conjunto erlenmeyer-reagentes foi tampado com um erlenmeyer de 125 mL e colocado em banho-maria em uma capela de exaustão, mantendo a temperatura constante a 70 ± 2 °C e com o auxílio de barra magnética ocorreu agitação constante durante a reação.

Após uma hora de reação, adicionou-se 2,5 g de clorito de sódio e 1 mL de ácido acético glacial ao conjunto erlenmeyer-reagentes. Novamente passado uma hora de reação, essa adição foi repetida, o aquecimento prosseguiu por mais 3 h.

Ao longo das 5 h de aquecimento, a reação promoveu a elevação do gás cloro, este foi visível na vidraria pela coloração amarelo-esverdeada. Por este motivo realizou-se um banho de gelo por 30 minutos, esse cobrindo a altura do conteúdo do erlenmeyer.

Utilizando o funil sinterizado – ASTM tipo 2, filtrou-se o conteúdo do erlenmeyer com o auxílio de um kitassato de 1000 mL, conector e uma bomba a vácuo. O precipitado

presente no funil foi lavado com água destilada em abundância, quando o filtrado estava próximo da neutralidade foi feito uma lavagem com 20 mL de acetona do precipitado, seguiu-se com o enxague até pH próximo da água, medido com um pHmetro.

Por fim, o conjunto funil-holocelulose foi colocado por 18 h em estufa a 105 ± 2 °C, com o auxílio de uma pinça após esse período ele foi para dessecador por 30 minutos e em seguida pesou-se com tal cuidado, obtendo a massa de holocelulose resultante. Análise feita em triplicata.

Para determinação do teor de holocelulose em percentagem (TH%), utilizou-se a Equação (7).

$$(7)\ \frac{(\mathrm{MFH}-\mathrm{MF})\mathrm{x}100\%}{\mathrm{MA}} = T\mathrm{H}\%$$

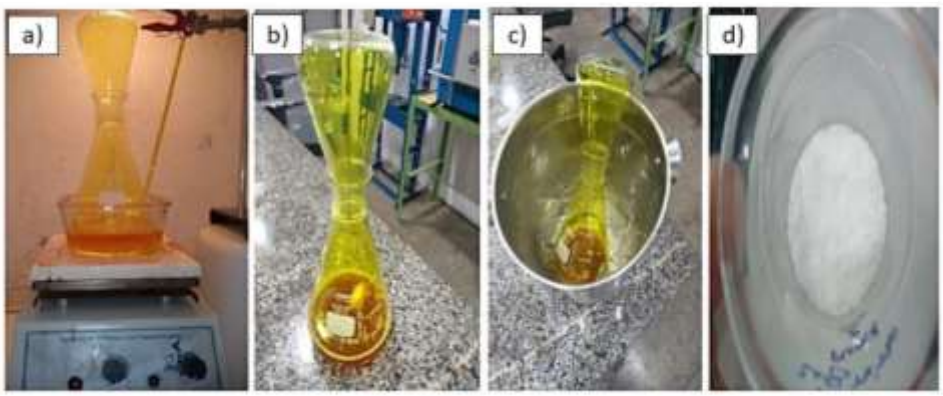
Onde: TH%: teor de holocelulose da amostra; MA: massa da amostra, em g; MF: massa do funil limpo e seco; MFH: massa do funil somada à massa de holocelulose, em g.

Como os dados obtidos da Equação 7 referem-se à massa da amostra seca e sem extrativos, há necessidade de realizar mais um cálculo (Equação 8) com a finalidade de corrigir os valores.

$$(8)\ \frac{\mathrm{TH\%\ x\ [100-(TE\%+TU\%)]}}{100} = T\mathrm{H\%}\ corrigido$$

Onde: TH%: teor de holocelulose; TE%: teor de extrativos; TU%: teor de umidade; TH%corrigido: teor de holocelulose corrigido.

Figura 12- Fases de obtenção da holocelulose. a) sistema de aquecimento; b) término do aquecimento; c) banho de gelo; d) holocelulose obtida.



Fonte: A autora (2020)

4.4.6 Teor de alfa celulose

O método utilizado foi segundo TAPPI T 203 cm-99 (2009), para determinação de alfacelulose a partir da holocelulose obtida anteriormente. Primeiramente, lavou-se um funil de vidro sinterizado – ASTM tipo 2, este foi colocado por 2 h em estufa a 105 ± 2 °C, com o auxílio de uma pinça foi colocado em um dessecador por pelo menos 30 minutos e em seguida foi pesado com tal cuidado para ser utilizado posteriormente.

Em um almofariz foi adicionado 1 g da holocelulose da Jacitara, adicionou-se 15 mL de uma solução de NaOH a 17,5% (m/v), após 2 minutos de contato entre a solução e a celulose, com o auxílio de um pistilo a mesma foi macerada por 8 minutos. Após esse tempo, foi adicionado ao conjunto almofariz-reagentes 40 mL de água destilada.

Utilizando o funil sinterizado – ASTM tipo 2, filtrou-se o conteúdo do almofariz com o auxílio de um kitassato de 1000 mL, conector e uma bomba a vácuo. O precipitado presente no funil foi lavado com água destilada em abundância, seguiu-se com o enxague até pH próximo da água, medido com um pHmetro.

Por fim, o conjunto funil-alfacelulose foi colocado por 18 h em estufa a 105 ± 2 °C, com o auxílio de uma pinça após esse período ele foi para dessecador por 30 minutos e em seguida pesou-se com tal cuidado, obtendo a massa de alfacelulose resultante. Análise feita em triplicata.

Para determinação do teor de alfacelulose em percentagem (TA%), utilizou-se a Equação (9).

$$(9)\ \frac{(\mathrm{MFA}-\mathrm{MF})\mathrm{x}100\%}{\mathrm{MAH}} = TA\%$$

Onde: TA%: teor de alfacelulose da amostra; MF: massa do funil limpo e seco; MAH: massa da amostra de holocelulose, em g; MFA: massa do funil somada à massa de alfacelulose.

Para obtenção do teor corrigido de alfacelulose ($TA_{corrigido}$), com base no teor corrigido de holocelulose ($TH_{corrigido}$), deve-se realizar o cálculo segundo a Equação 10.

$$(10)\ \frac{(\mathrm{THcorrigido\ x\ TA})}{100} = TAcorrigido$$

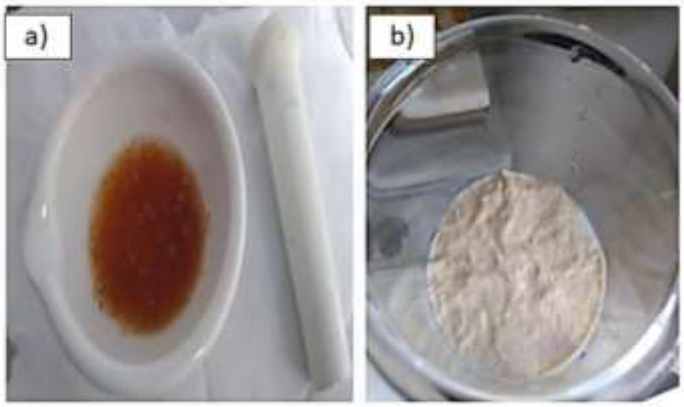
Onde: THcorrigido: teor de holocelulose corrigido; TA: teor de alfacelulose; TAcorrigido: teor de alfacelulose corrigido.

Através do cálculo da diferença entre os valores dos dois teores, calcula-se o valor de hemicelulose (THeCcorrigido), conforme a Equação 11.

$$(11)\ THcorrigido - TAcorrigido = THeCcorrigido$$

Onde: THcorrigido: teor de holocelulose corrigido; TAcorrigido: teor de alfacelulose corrigido; THeCcorrigido: teor de hemicelulose corrigido.

Figura 13- Processo de obtenção da alfacelulose a) holocelulose em solução de NaOH; b) precipitado do processo.



Fonte: A autora (2020)

4.4.7 Extração e teor de celulose

A metodologia utilizada para a extração da celulose foi segundo Kumode et al., 2017, com adaptações. Em um erlenmeyer de 500 mL foi adicionado 5 g da amostra da Jacitara moída, sem umidade e sem extrativos. A esse erlenmeyer foi acrescentado 150 mL de água destilada, 5 g de clorito de sódio 80% e 1 mL de ácido acético glacial 99,85%. O conjunto erlenmeyer-reagentes foi tampado com um erlenmeyer de 125 mL e colocado em banho-maria em uma capela de exaustão, mantendo a temperatura constante a 70 ± 2 °C e com o auxílio de barra magnética ocorreu agitação constante durante a reação.

Após 1 h de reação, adicionou-se 5 g de clorito de sódio 80% e 1 mL de ácido acético glacial 99,85% ao conjunto erlenmeyer-reagentes. Novamente passado uma hora de reação, esse processo foi repetido, o aquecimento prosseguiu por mais 3 h.

Ao longo das 5 h de aquecimento, a reação promoveu a elevação do gás cloro, este foi visível na vidraria pela coloração amarelo-esverdeada. Por este motivo realizou-se um banho de gelo por 30 minutos, esse cobrindo a altura do conteúdo do erlenmeyer.

O conteúdo do erlenmeyer foi transferido para tubos *falcon* de 50 mL, em seguida com o auxílio de uma centrífuga, houve a centrifugação a 6000 rpm com ciclos de 5 minutos, a cada ciclo trocava-se com cuidado o sobrenadante para não ocorrer perda do precipitado e completava-se com água destilada novamente, houve repetição por 12 vezes do processo.

Utilizando uma peneira com malha 100 mesh (0.149 mm), peneirou-se o conteúdo dos tubos com o auxílio de um becker de 1000 mL. O precipitado presente na peneira foi enxaguado com água destilada em abundância, seguiu-se com o enxague até pH próximo da água, medido com um pHmetro.

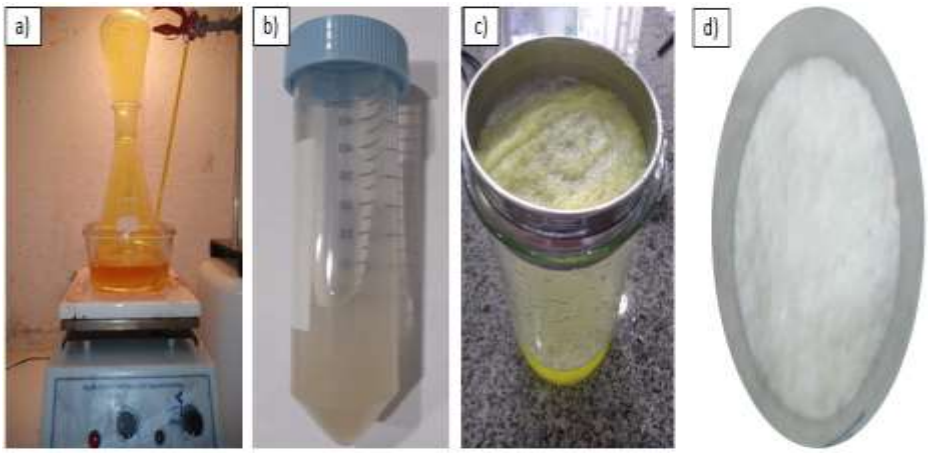
Por fim, a celulose foi transferida para placas de petri onde permaneceu 12 h em estufa a 70 ± 2 °C, obtendo a massa de celulose resultante. Esse procedimento foi repetido 15 vezes, para permitir a redução do desvio-padrão, a eliminação de dados fora da escala além da obtenção de quantidade considerável de celulose a partir da Jacitara para utilização em outros processos.

Para determinação do teor de celulose em percentagem (Mc%), utilizou-se a Equação (12).

$$(12)\ \frac{(\mathrm{Mc}-\mathrm{Mf})\mathrm{x}100\%}{\mathrm{Mc}} = \mathrm{Mc}\%$$

Onde: Mc: massa da celulose obtida; MF: massa da fibra; Mc%: teor de celulose.

Figura 14- Processo de obtenção da celulose. a) conjunto erlenmeyer-reagentes; b) precipitado no tubo falcon; c) precipitado peneirado e lavado; d) celulose obtida.



Fonte: A autora (2020)

4.5 Síntese de nanocristais de celulose (CNCs) em meio ácido

A metodologia utilizada para a extração de nanocristais de celulose foi segundo Pinheiro et al., 2017, com adaptações. Em um becker de 40 mL foi adicionado 1 g da celulose

obtida a partir do caule de Jacitara, adicionou-se 10 mL da solução de ácido sulfúrico 55% (m/m). Houve testes com concentrações diferenciadas de ácido sulfúrico, com a concentração em 55% não houve escurecimento da amostra.

O conjunto becker-reagentes foi colocado sob aquecimento com auxílio da chapa de aquecimento em capela de exaustão, manteve-se a temperatura constante a 50 °C por 30 minutos e agitação constante com a utilização da barra magnética. Após esse tempo, realizou-se banho de gelo para findar a reação.

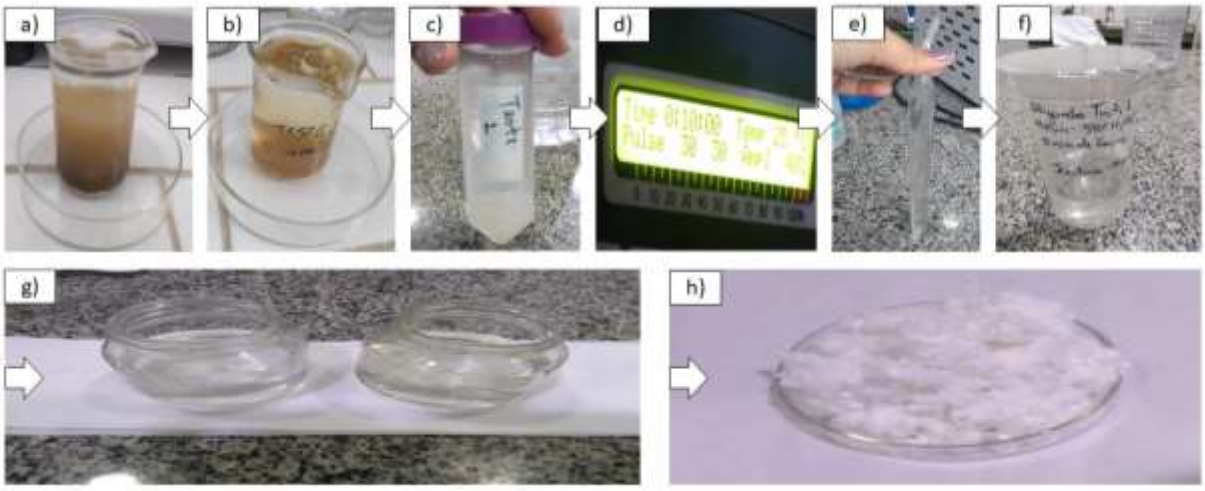
O conteúdo do becker foi transferido para tubos *falcon* de 50 mL, em seguida com o auxílio de uma centrífuga, houve a centrifugação a 5.000 rpm com ciclos de 5 minutos, a cada ciclo trocava-se com cuidado o sobrenadante para não ocorrer perda do precipitado e completava-se com água destilada novamente, repetiu-se por 10 vezes o processo até pH próximo da água, medido com pHmetro.

O conteúdo dos tubos foi transferido para um becker plástico de 250 mL, realizou-se ultrassonicação com o equipamento do modelo VCX1500 da marca Sonics, sendo necessário três ciclos com a programação: 10 minutos por ciclo, pulso de 30, temperatura de 25°C e amplitude de 40%. Finalizado os ciclos, as suspensões foram transferidas para sacos de diálise, eles permaneceram por 72 h em proveta de 1000 mL com água destilada suficiente para cobrir os sacos, a agitação constante manteve-se por meio de chapa de aquecedora com auxílio de barra magnética, porém somente utilizando o agitador magnético.

A diálise ocorreu para eliminar possíveis resíduos de ácido sulfúrico e impurezas da suspensão. Finalizado esse processo, as suspensões foram armazenadas em potes de vidro, congeladas e liofilizadas em equipamento do modelo LJJ02C da marca JJ Científica.

Esse procedimento foi repetido em triplicata, para a obtenção de quantidade considerável de possíveis nanocristais de celulose a partir da Jacitara para caracterização.

Figura 15- Processo de obtenção das CNCs. a) conjunto becker-reagente; b) banho de gelo; c) tubo *falcon* com precipitado; d) ultrassonicação; e) diálise; f) nanocristais de celulose após diálise; g) solução em potes de vidro para liofilização; h) CNCs.



Fonte: A autora (2020)

4.6 Síntese de nanofibrilas de celulose (CNFs) por desfibrilação mecânica

A finalidade de sintetizar nanofibrilas de celulose, foi possibilitada por meio da parceria realizada com EEL-USP. Por esse motivo, com adaptações da norma ASTM E 1758-01 e metodogia de Sluiter et al., 2012, foi realizada complementarmente a determinação da principal composição da Jacitara, sem umidade e sem extrativos, e da celulose obtida a partir dela, sendo determinados celulose, hemicelulose, lignina insolúvel e cinzas da biomassa.

4.6.1 Caracterização química da fibra e da celulose obtida a partir da Jacitara

A caracterização química complementar das amostras de celulose obtida a partir da Jacitara e das suas fibras foram determinadas pela adaptação da metodologia descrita por Sluiter et al., 2012, com a quantificação celulose, hemicelulose e lignina. Brevemente descrita, a lignina solúvel foi quantificada por espectrometria UV a 205 nm, considerando a constante de absortividade igual a 105 $L.g^{-1}.cm^{-1}$ (Dence, 1992), em espectrofotômetro Epoch 2 (Biotek®).

Os componentes da biomassa liberados pela hidrólise com H_2SO_4 a 72%(m/m) liberados forma quantificados por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE-Waters®), utilizando uma coluna HPX-87H (Bio-rad) a 45° C, eluída com ácido sulfúrico 0,005mol/L a uma taxa de 0,6mL/min, utilizando o detector de índice de refração (Waters®) a 35 °C, com as áreas dos cromatogramas convertidas em concentração utilizando curvas de calibração previamente construídas com padrões de glicose, xilose, arabinose e ácido acético.

As cinzas das amostras de celulose obtida a partir da Jacitara e das suas fibras foram determinadas segundo a metodologia adaptada descrita por (Sluiter et al., 2008).

4.6.2 Processo de síntese das CNFs

A metodologia utilizada foi adaptada segundo Berto; Arantes, 2019 e Turbak; Snyder; Sandberg, 1983, para síntese de nanofibrilas de celulose por desfibrilação mecânica em ultra-refinador de discos SuperMassColloider (Masuko MKCA6-5J), com discos cerâmicos (MKGA 10-80). Os discos posicionada um sobre outro foram ajustados na posição zero de movimento, determinada a partir do ruído ocasionado pelo mínimo contato entre os discos a 1600 rpm, iniciando imediatamente a alimentação de forma manual com 1,0 L de uma suspensão de 1% (m/m) de celulose de Jacitara, com ajuste simultâneo para aposição do disco superior -100 μm. Durante o processamento, foram monitorados o tempo e consumo de energia (kWh) do SuperMassColloider através de medidor de energia (ForLong DRT-341D).

A desfibrilação ocorreu em ciclos marcados, considerando como um ciclo a passagem de todo o volume utilizado na alimentação do ultra-refinador de disco. A cada ciclo o tamanho e distribuição de partículas foram determinadas por espelhamento de luz a laser de baixo ângulo (LALLS) por meio do analisador de tamanho Mastersizer 3000 (Malvern Instruments, Reino Unido) segundo a metodologia descrita por Berto; Arantes (2019). Buscou-se realizar 25 ciclos devido pouca informação e parâmetro acerca da Jacitara. Findou-se a desfibrilação em 23 ciclos, a amostra começou a acumular nos discos dando indícios de possível diminuição das propriedades mecânicas e início da degradação. Por fim, foram selecionadas amostras de seis ciclos (0, 5, 10, 15, 20, 22) contendo possíveis nanofibrilas de celulose, que foram secas por liofilização (Edwards Super Modulyo Freeze Dryer) para as caracterizações futuras.

Figura 16- Processo de obtenção das CNF´s a) moinho Masuko; b) processamento da amostra; c) amostra no analisador de tamanho; d) ciclos de desfibrilação; e) liofilização; f) CNF´s obtidas.

Fonte: A autora 2020

4.7 Caracterização das amostras

4.7.1 Microscopia eletrônica de varredura

As amostras de Jacitara moída e da celulose obtida, foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura, EVO® LS 15, do departamento de engenharia de materiais da USP. Buscou-se por meio das micrografias análise morfológica de superfície e observação estrutural das fibras, visto que, por meio destas informações ao evidenciar maior ordenamento, houve eficácia na extração da celulose em meio básico.

4.7.2 Difração de raios X (DRX)

As análises de DRX foram realizadas nas amostras, utilizando um difratômetro de raios X, BRUCKER, modelo D2 Phaser®, equipado com uma fonte Cu (Kα), operado a 30 Kv e 10 mA. As medidas foram realizadas a temperatura ambiente, ângulo de difração variando de 2θ = 5 - 70°, e fenda de 0,6 mm. Buscou-se por meio dessas medidas identificar as substâncias cristalinas presentes nas amostras, os picos característicos obtidos nos difratogramas permitem a identificação das fases cristalinas (Santos; Corrêa, 2011). Os difratogramas gerados são submetidos a identificação das fases cristalinas, através de comparação de padrões difratométricos de materiais puros.

O índice de cristalinidade (IC) da amostra *in natura*, celulose e das nanoceluloses, foram determinados pela proporção entre as intensidades (I) do principal pico cristalino e da região amorfa. Esse método foi desenvolvido por Segal (Segal et al., 1959) e é amplamente utilizado para estimar a cristalinidade de materiais celulósicos, utiliza-se a Equação 13:

$$(13)\ 100x\ \frac{Ic - Iam}{\mathrm{Ic}} = IC$$

Onde: *IC*: índice de cristalinidade; *Ic*: intensidade do pico cristalino; *Iam*: intensidade do pico amorfo.

A análise de DRX foi composta pelo valor de Z (para determinar qual foi a mais dominante entre a celulose I_α e a celulose I_β), e a comparação entre a celulose I_α e I_β. O valor Z foi determinado usando a distância lateral entre as cadeias de polímero de celulose, ou seja, d1 (100) e d2 (110), usando o seguinte equação (Wada et al., 2001; Darmawan et al., 2016) (Equação 14):

$$(14)\ Z = 1693d1 - 902d2 – 549$$

Se o valor de Z for maior que 0, indica o domínio da celulose I_α, enquanto Z < 0 implica o domínio da celulose I_β.

4.7.3 Espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

As amostras foram analisadas por espectroscopia de infravermelho, utilizando um equipamento da marca Agilent Technologies, modelo Cary 630®, Reflectância total atenuada (ATR), com resolução de 4 cm^{-1}, no intervalo de 4000 – 400 cm^{-1} com 30 varreduras por espectro, onde as saídas espectrais foram registradas no modo de transmitância em função do número de onda.

4.7.4 Análise termogravimétrica (TGA/DTG)

As análises termogravimétricas foram realizadas utilizando-se um equipamento da marca SHIMADZU, modelo TGA-50® e sob atmosfera de nitrogênio. O intervalo de temperatura utilizado foi de 50 a 700°C, a uma taxa de 10°C/min. Para todas análises foram utilizados 3 mg da amostra, em cadinho de platina.

4.7.5 Difração a Laser (LD)

A celulose nanofibrilada foi analisa quantitativamente quando ao tamanho médio e distribuição das partículas. Utilizou-se o equipamento Mastersizer 3000 (Malvern Instruments) e a dispersão das partículas foi possibilitada através do Hydro MV (unidade de dispersão), evitando a agregação delas. Foram realizadas 6 leituras (ciclos 0, 5, 10, 15, 20, 22), resultantes a partir da desfibrilação mecânica.

4.8 Viscosidade

Para avaliar o efeito do processo de desfibrilação mecânica sobre o grau de polimerização e a degradação das cadeias de celulose, realizou-se ensaio da viscosidade com as amostras dos ciclos das CNFs.

A viscosidade foi determinada em função da taxa de cisalhamento por meio de um viscosímetro Brookfield Modelo LVDVII a 40 °C.

4.8.1 Microscopia de força atômica (AFM)

A AFM foi realizada em um microscópio de força atômica NX10 (Park System) operando em contato intermitente. A constante da mola e a frequência ressonante da ponta de silício (nanosensores) foram 42 N / me 320 kHz, respectivamente. As amostras de CNCs e CNFs foram preparadas como segue. Uma gota de 10 μL de suspensão CNC/CNF diluída (0,001% em peso) foi colocada em mica por 3 min e depois lavada com água deionizada para remover o excesso de amostra. As amostras foram secas em condições ambientais.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Caracterização química da Jacitara

O caule da Jacitara após o processo de moagem foi avaliado quanto a sua composição química em percentual de celulose, hemicelulose pertencentes à holocelulose, teor de umidade, cinzas, extrativos e lignina.

A tabela 2 abaixo apresenta a composição química da Jacitara (*Desmoncus polyacanthos* Mart.).

Tabela 2- Composição química

Composição do caule de Jacitara (%)	Umidade	Cinzas	Extrativos	Lignina	Holocelulose			Balanço Total (%)
					Celulose	Hemicelulose	Total (%)	
Valor Médio ± Desvio Padrão	5,33 ± 0,04	0,64 ± 0,03	2,75 ± 0,01	24,16 ± 0,05	42,6 ± 1,91	21,42 ± 0,01	64,16 ± 0,28	97,04

Fonte: A autora (2020)

A Jacitara apresentou teor de extrativos de 2,75%, abaixo do encontrado para as fibras lignocelulósicas da coroa do abacaxi (3,62%), rami (8,62%), satintail Brasileiro (13,8%), utilizadas como matérias-prima para produção de nanoceluloses (Faria et al., 2020; Yu et al., 2021; Benini et al., 2017). Um baixo teor de extrativos é benéfico ao processo de síntese de nanoceluloses, visto que, alguns desses constituintes não estruturais das fibras podem inibir o isolamento da celulose (Yahya et al., 2018).

O alto teor de lignina da Jacitara de 24% foi semelhante aos valores encontrados em madeiras, como eucalipto (27- 31%) e pinus (22- 27%) (Jardim et al., 2017; Edmunds et al., 2017). A utilização de polpa não branqueada ou polpa sem deslignificação extensa tem sido amplamente explorada, já que pode-se reduzir o uso de produtos químicos e o consumo de energia na produção de nanocelulose além de fornecer lignina contendo nanocelulose (Hong et al., 2020). Há na literatura trabalhos acerca da utilização de fibrilas de nanocelulose com alto teor de lignina com a finalidade de aprimorar propriedades mecânicas, térmicas e de barreira na produção de filmes (Nair et al., 2018).

O teor de cinzas de 0,64% mostra-se semelhante ao encontrado para as fibras de eucalipto (1%) e Pinus (0,5%), utilizadas como matérias-primas para produção de

nanoceluloses (Souza et al., 2019; Jiménez et al., 2008). Esse baixo teor de cinzas é característico de produtos provenientes da biomassa de madeira (Kalia, 2017).

A celulose é a porção da holocelulose (celulose e hemicelulose), compreende cerca de 40% da biomassa vegetal (Neves et al., 2021). Conhecer o teor de celulose é fundamental para a indústria de papel e celulose, ele traz indícios da potencialidade da extração de celulose e síntese de nanoceluloses (Pego et al., 2019; Popa, 2013).

Fibras que possuem maior teor de carboidratos apresentam maior possibilidade de estabelecer ligações interfibrilares, em virtude das suas propriedades químicas em formar ligações de hidrogênio. Nesse sentido, a resistência à tração e o módulo de elasticidade delas são diretamente proporcionais ao teor de celulose (Junior et al., 2013).

Os valores obtidos para o percentual do teor de celulose da Jacitara *in natura* neste trabalho foram cerca de 42% e mostram-se similares à faixa reportada em outros trabalhos, como o bagaço de cana-de-açúcar (32- 45%) e palha de milho (30 – 40%) (Andrade et al., 2019; Song et al., 2020). O teor de celulose (42%), alfacelulose (42%), hemicelulose (21%) e holocelulose (64%) da Jacitara demonstram o potencial dessa fibra, esses teores são semelhantes ao encontrado para alguns eucaliptos: celulose (43- 49%), hemicelulose (18- 23%) e holocelulose (64- 70%) (Gomide et al., 2005).

Quando comparado ao trabalho de Fonseca et al., 2013, que extraiu 66% de celulose das fibras de Jacitara torna-se inferior, porém o método utilizado foi diferenciado, a metodologia de detergentes neutros (FDN) e ácidos (FDA) possuem limitações: parte da lignina é solubilizada (FDA), ocorre precipitação da pectina (FDA), recuperação parcial de pectinas (FDN) e remoção de proteína e amido (FDN), o que pode ser evidenciado no percentual de lignina de 14,68% e hemicelulose de 18,44%, inferiores aos resultado encontrados nesse trabalho (Anjos et al., 2020). O teor de extrativos totais (3,94%) é superior ao encontrado neste trabalho e pode ser explicado pela escolha do solvente etanol/tolueno, porém neste trabalho a utilização somente da extração em etanol mostra-se eficiente, já que há uma quantidade baixa de extrativos. O teor de cinzas mostra-se superior, essa diferença pode ser explicada pelos fatores fenotípicos, principalmente relacionados ao solo.

As hemiceluloses são estruturas que favorecem propriedades intrínsecas das fibras, atuam como espaçadores naturais assim diminuindo a reticulação interfibrilar. A partir do controle dessas propriedades há melhora na plasticidade das fibras (Pere, et al., 2019). A Jacitara apresenta teor de hemicelulose de 21% semelhante a madeira de eucalipto (18- 24%),

deve-se lembrar que há forte correlação entre a idade da colheita e o teor de celulose (Morais, et al., 2017).

Todos os teores encontrados para as fibras de Jacitara mostraram-se promissores, a extração de celulose apresentou como principais características a alvura e resistência das fibras. O teor de celulose é um indicativo que a Jacitara pode-se tornar fonte atrativa para a extração de CNCs e CNFs.

5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

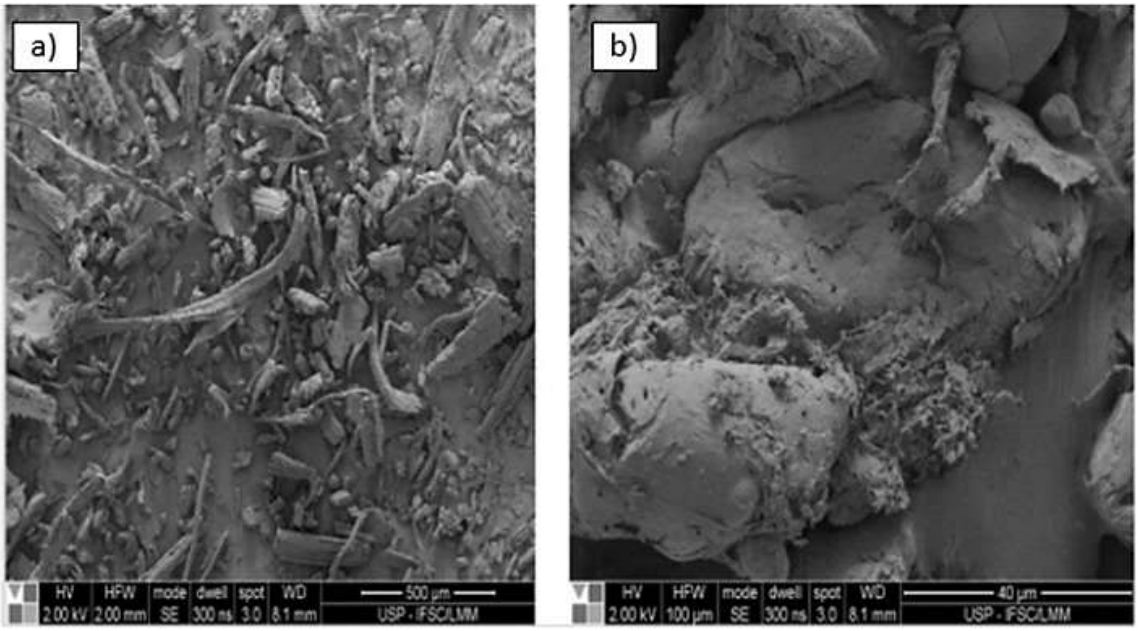
Foram feitas micrografias tanto da Jacitara *in natura* quanto da celulose obtida a partir das fibras de Jacitara.

As micrografias da Figura 17 evidenciam que a fibra *in natura* tem aparência irregular, rugosidade e apresenta estruturas incrustadas a ela. Essas estruturas são indícios de extrativos, lignina e hemicelulose presentes nas fibras. Essa rugosidade presente na amostra possibilita a maior interação entre a fibra e a matriz polimérica, fato esse comprovado pela alta resistência que as fibras da Jacitara possuem (Rocha; Mulinari, 2011; Santos; Neto, 2019).

Ao comparar a Figura 17 e 18 é evidente que a fibra de Jacitara após o processo de extração em meio básico mostrou evidência de ordenamento, na micrografia da Figura 18 pode-se observar o surgimento de fibras alinhadas, soltas e agrupadas em pacotes com vários feixes de fibras como observado para o bagaço da cana-de-açúcar (Rocha; Mulinari, 2011; Satynarayana et al., 2018).

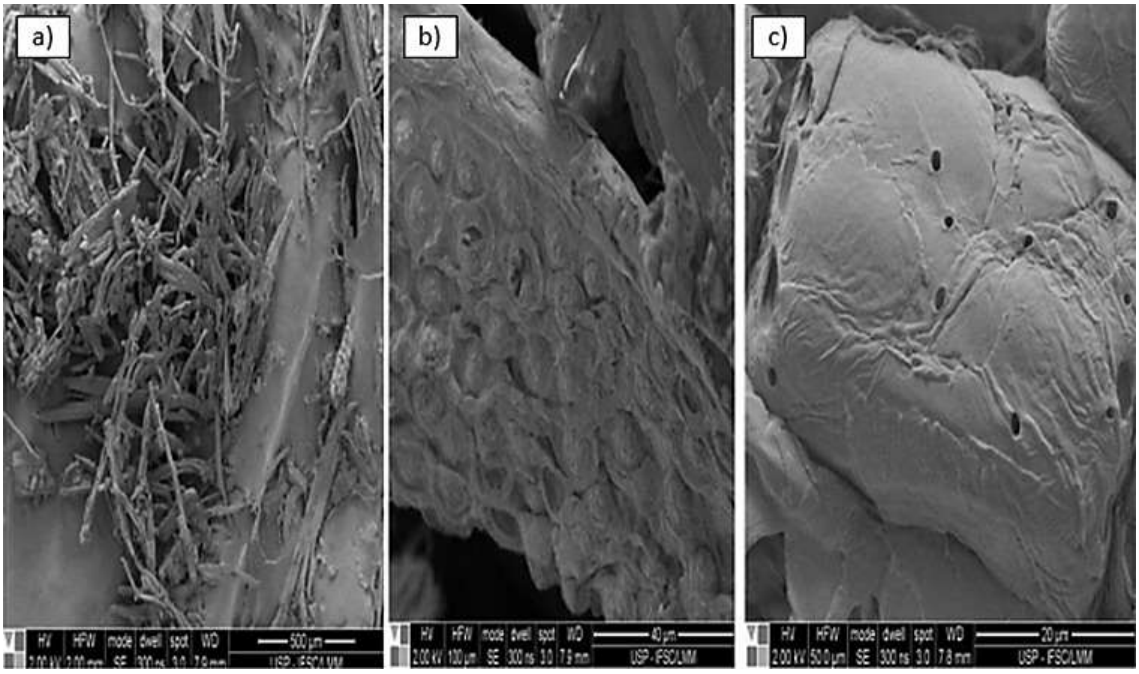
Também é possível observar os “pits” nas micrografias da figura 18 b) e c) dispostos ao longo da parede celular, estes encontram-se em poços revestidos por vasos e servem para transportar água e nutrientes ao longo das células até as raízes e folhas da planta, também foi observado por Luz et al., 2008 para o bagaço da cana-de-açúcar a presença destes (Kloster et al., 2012).

Figura 17- Microscopia eletrônica de varredura da fibra bruta de Jacitara.



Fonte: A autora (2020)

Figura 18- Microscopia eletrônica de varredura da celulose.



Fonte: A autora (2020)

5.3 Difração de Raios X (DRX)

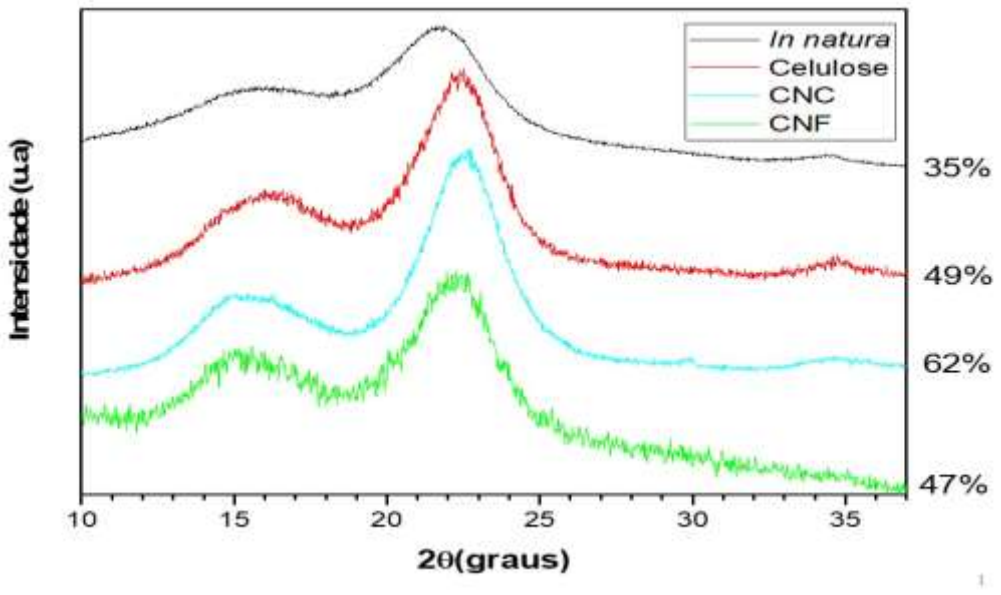
A Figura 19 está apresentando os difratogramas das fibras de Jacitara *in natura*, da celulose e das nanoceluloses. Essas amostras apresentam picos característicos para a celulose I_β nos ângulos de 2θ = 14,77°, 16,80°, 22,46°, estes eventos correspondem aos planos cristalográficos (-101), (101), (002). O pico largo em torno de 34,52° a uma convolução de 5 planos de difração (ICDD: 00-060-1502).

Com base na micrografia, o índice de cristalinidade fora estimado para a amostras da Jacitara *in natura* (35%), celulose (49%), CNC (62%) e CNF – ciclo 20 (47%). O grau de cristalinidade está diretamente relacionado com a origem e processamento da amostra. Foi escolhido o ciclo 20 da CNF, visto que, foi considerado o ponto ótimo já que através da técnica de difração a laser mediu-se 12,78% da distribuição com tamanho de partículas em torno de 1.650 – 3.110 nm.

O IC encontrado para a Jacitara *in natura* está dentro da faixa encontrada para celulose de arvores que apresentam cristalinidade em torno de 40% e semelhante ao encontrado para materiais lignocelulósicos (32 – 43%) (Silva et al., 2009; Adel et al., 2010). O IC encontrado para CNC é próximo ao encontrado para a casca de arroz (65%), bagaço de cana (67%) e superior ao encontrado para a casca de mandioca (51%), chips de bambu (52%), folhas de dendê (45,5%) (Yu et al., 2020; Hussin et al., 2020). A concentração do ácido para realização da hidrólise, tempo e a temperatura da reação, podem ocasionar tanto a degradação da região amorfa quanto cristalina da amostra e até mesmo a mudança das ligações na cadeia da celulose. Utiliza-se concentrações para o ácido em torno de 50 - 64%, há estudos que comprovam que uma menor concentração de ácido aliada a uma menor temperatura, em tempos maiores de reação, possibilita um índice de cristalinidade maior (Lengowski et al., 2013; Wulandari et al., 2016; Hussin et al., 2020).

O IC da CNF foi superior ao encontrado para madeira de bétula (40%) e próximo do encontrado para palha de soja (50%) (Liimatainem et al., 2012; Martelli et al., 2018). Durante os processos mecânico para síntese das CNFs, há estudos que indicam que a cada número de passagens (ciclo) pode ocorrer danos nas nanofibras assim diminuindo a cristalinidade do material (Blanco et al., 2018; Iwamoto et al., 2007). Com a redução da cristalinidade, aumenta-se a flexibilidade e diminuição do módulo de Young (ponto de inclinação máxima) das CNF´s (Ottesen et al., 2019).

Figura 19- Raios X das amostras: *in natura*, celulose, CNC e CNF.



Fonte: A autora (2020)

A Tabela 3 mostra a deconvolução dos picos usados para calcular o valor de Z; também, o primeiro pico em 16,80° e o segundo em 21,49 ° foram usados para calcular d1 e d2, respectivamente. Como o valor de Z encontrado é negativo (Z = - 30,68), conclui-se que a a Jacitara *in natura* é predominantemente do tipo I_β, o que já era esperado uma vez que a celulose I_α é predominante na celulose bacteriana e algas, enquanto do do tipo I_β é referente a celulose vegetal (Poletto et al., 2014; Dima et al., 2017; Silva et al.,2020).

Tabela 3- Deconvolução dos picos para calcular o valor de Z.

D1 (nm)	D2 (nm)	Z	Estrutura Dominante
0,5263	0,4132	-30,68	Monoclínica

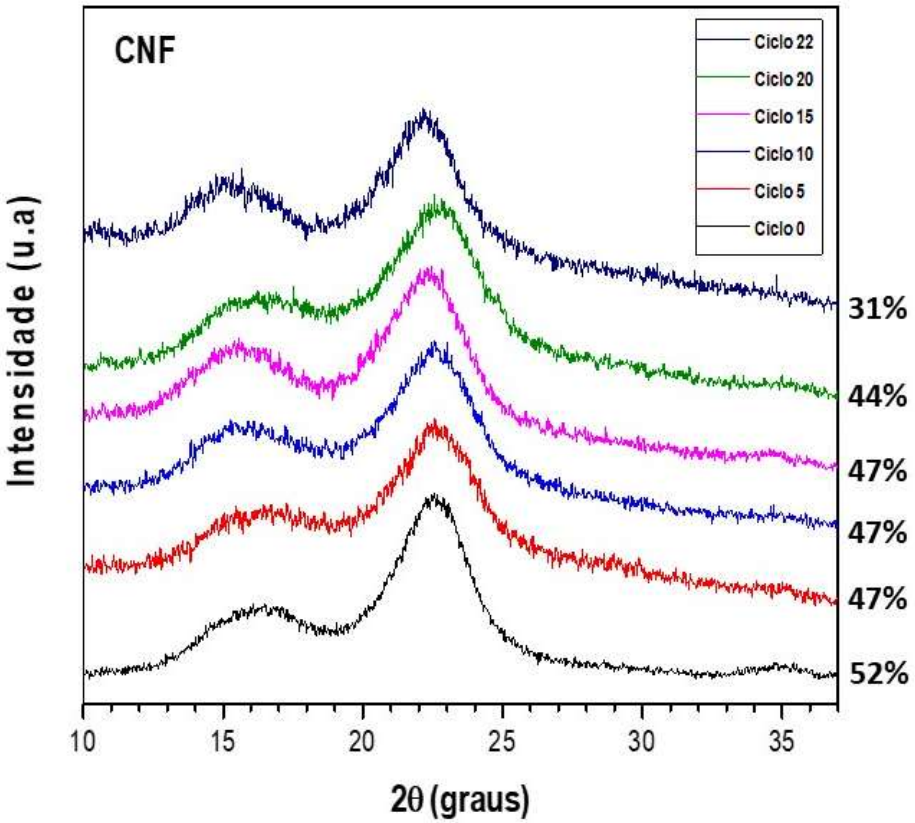
Fonte: A autora (2020)

Os materiais lignocelulósicos são compostos por substâncias amorfas e cristalinas, a celulose apresenta-se através de arranjos cristalinos, enquanto lignina e hemicelulose são substancialmente amorfos. Esse fato pode ser comprovado no espectro de difração da Jacitara *in natura* e da celulose que apresentam características semicristalinas, característico de fibras vegetais (Poletto et al., 2012).

Já ao comparar o espectro do CNF em comparação ao CNC, observa-se menor intensidade dos picos. Esse fato pode ser explicado pela ausência de processo químico na extração da CNF, assim mantendo-se as regiões amorfas características dos materiais lignocelulósicos. Outra possível explicação para esse fenômeno é que no processo de nanofibrilação há possibilidade de danificar as nanofibras, estudos comprovam que o número de passes (ciclos) em um moinho, diminui a cristalinidade consideravelmente com apenas um passe. Observa-se nos espectros dos ciclos (0, 5, 10, 15, 20 e 22) das CNFs (Figura 19) que até o ciclo 20 há variação de 52 – 44% para IC, após esse passe houve diminuição drástica da cristalinidade para 31%. Juntamente com a diminuição da cristalinidade iniciou-se a degradação das fibras, consequência desta degradação foi a diminuição das propriedades mecânicas que levaram ao acúmulo das CNFs no moinho, assim sendo necessário findar a síntese em 22 ciclos (Teixeira et al., 2010; Qing et al., 2009; Iwamoto et al., 2007).

Acredita-se que a partir do ciclo 10 já haja nanofibrilas de celulose, deste modo há estudos que utilizam o produto deste ciclo (Correia et al., 2018; Yihun et al., 2020). Ele apresentou neste trabalho IC de 47% e manteve-se constante até o ciclo 15.

Figura 20- Raios X dos ciclos das CNFs.

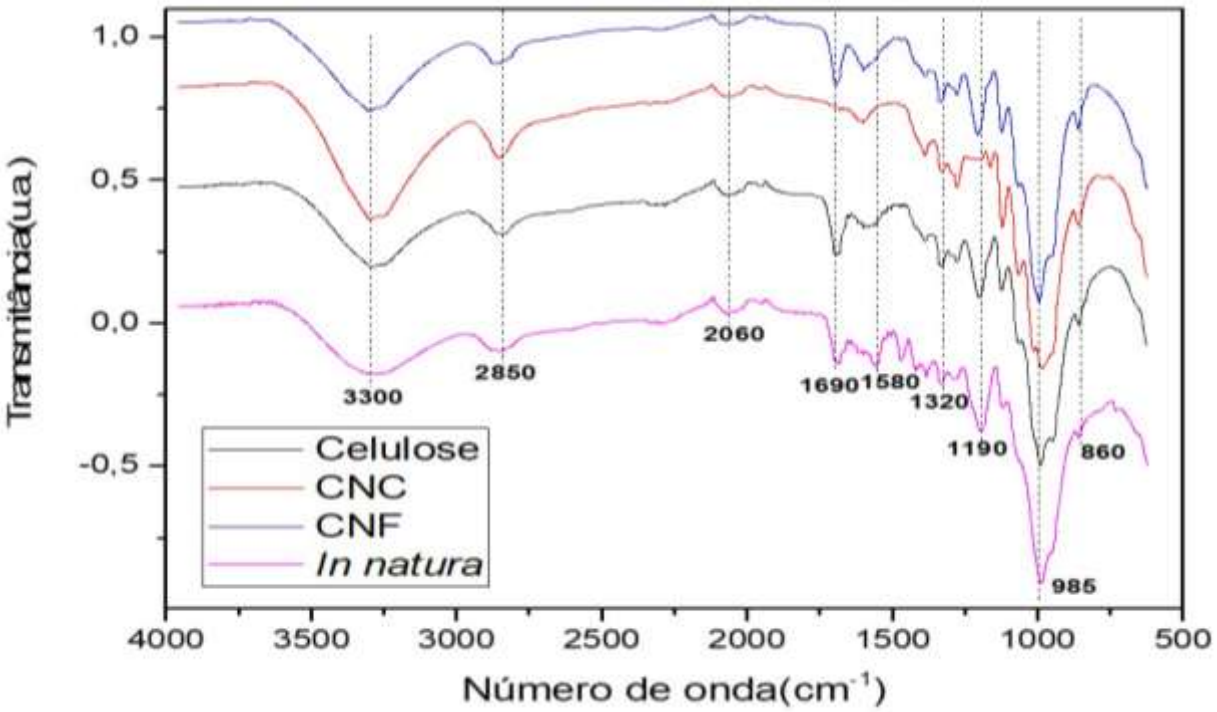


Fonte: A autora (2020)

5.4 Espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 21 mostra os espectros no infravermelho das fibras de Jacitara *in natura*, da celulose e das nanoceluloses.

Figura 21- Espectros das amostras: *in natura*, celulose, CNC e CNF.



Fonte: A autora (2020)

Os espectros representados indicam a presença de grupos funcionais característicos de materiais lignocelulósicos, a banda centrada em 3300 cm^{-1} presente em todos os espectros, é referente a vibração de estiramento O-H que compõe às moléculas de celulose e água presente nas amostras (Manzato, 2018).

A banda em 2850 cm^{-1} está relacionada ao alongamento vibracional de ligações entre C-H dos grupos de celulose, lignina e hemicelulose. Nos espectros referentes as fibras de Jacitara *in natura* e da sua CNF não apresentam diferença, enquanto os espectros referentes a celulose e CNC apresentam bandas menores. Essa diminuição de bandas apenas nesses espectros pode ser explicada pelo processo de extração de celulose e pela hidrólise acida para obtenção da CNC, pois só há ataque nas regiões amorfas a partir de processos químicos (Manzato et al., 2018; Teixeira et al., 2010).

As bandas em 2060 cm^{-1} a 1580 cm^{-1} são atribuídas a presença do grupo de éster e carbonila (c=o), sugerem a possibilidade de existência de fenóis, ácidos graxos, ligações de éster em ácidos além de componentes aromáticos da lignina (Yao et al., 2019; Prado et al., 2019; Giroux; Charland; Macphee, 2006). Ao comparar o espectro referente a CNC com os outros, há o desaparecimento da banda em 1690 cm^{-1} a 1580 cm^{-1} e diminuição das demais. Essa

mudança deve-se a hidrólise ácida realizada para a síntese dos nanocristais, este processo consegue remover a lignina das amostras (HUANG et al., 2019).

Como já observado no espectro de difração de raio X a CNF apresentou a menor cristalinidade em comparação com a CNC, também pode-se observar que devido a extração de celulose não ter sido eficiente na remoção da lignina há presença desta na CNF. Um pré-tratamento de deslignificação poderia melhorar a eficiência na remoção da lignina, visto que, as fibras de Jacitara mostram resistência diferenciada em relação a outras fibras (QING et al., 2009; Andrade et al., 2019). No entanto como já abordado, a presença de lignina não é de um todo ruim, é bom, caso haja uma aplicação desejada.

As banda forte em 1190 cm-1 refere-se ao alongamento e frequência das ligações entre C-H e C=O, grupos característicos da celulose (polissacarídeos da celulose). A banda em 985 cm-1 refere-se as vibrações de C-H glicosídicas, características da celulose (Santos et al., 2019). Todos os resultados mostram que a metodologia empregada para síntese das nanoceluloses foram eficientes.

5.5 Análise termogravimétrica (TGA e DTG)

A análise termogravimétrica foi realizada para investigar a estabilidade térmica das amostras das fibras de Jacitara *in natura*, da celulose e das nanoceluloses.

Na Figura 22 referente a análise de TGA, observa-se que acorreu o primeiro estágio de perca de massa em torno de 40 a 100 °C e refere-se à desidratação intermolecular (vaporização da água presente nas amostras). O segundo estágio de perda de massa apresenta pico de degradação entre 230 a 430 °C, refere-se à degradação da CNC, CNF, celulose e amostra *in natura*, respectivamente.

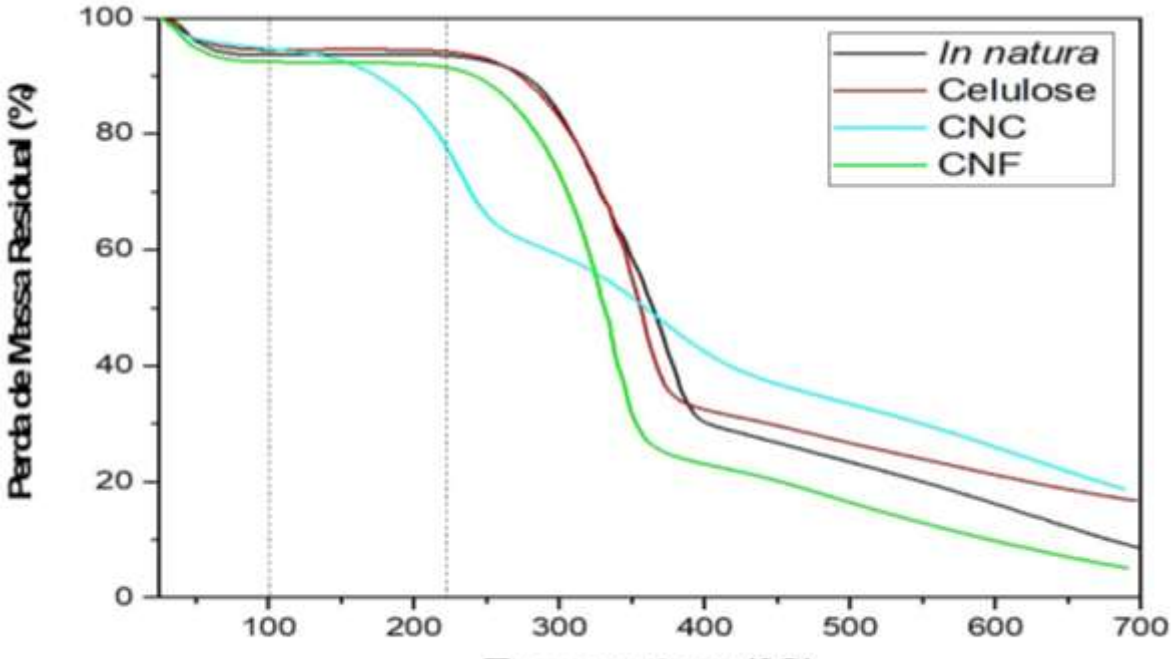
Na Figura 23 referente a análise de DTG, observa-se a ligeira perda de massa em temperaturas mais baixas em torno 40 °C, refere-se à vaporização da água presente nas amostras. Há perda de massa em torno de 325 °C para amostra de Jacitara *in natura*, esse fato pode ser atribuído a presença de lignina e hemicelulose nas amostras.

Naloka et al., 2020, descreveram a decomposição térmica da celulose entre 300-360°C e 400- 550°C. Ocorre perda de massa mais acentuada para CNC em torno de 230°C, fato esse explicado pela hidrólise ácida com H_2SO_4 que ocasiona diminuição da estabilidade térmica, ocasionada pela presença de grupos sulfatos na superfície da celulose nanocristalina (Travalini et al., 2016). Tanto a caracterização por DRX como FTIR corroboram acerca da maior cristalinidade da CNC, mesmo diante da perca de antemão de massa quando comparada

a CNF. Há dois estágios mais acentuados de degradação para CNC, o primeiro estágio em torno de 200 a 300°C é atribuível à degradação completa de nanocelulose já o segundo estágio em torno de 300 a 365 °C é atribuível a celulose microcristalina (Onkarappa et al., 2020; Zhou et al., 2013).

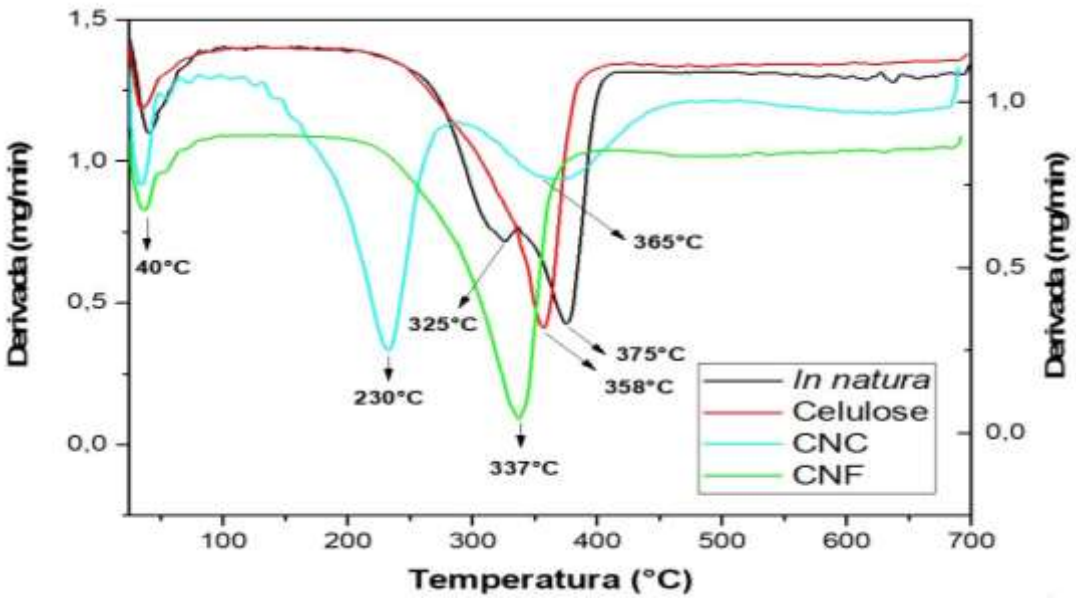
Para CNF há perda mais acentuada em 337°C, na síntese da CNF não há processo químico, mas a desfibrilação mecânica produz alta área de superfície que resulta na formação de cadeias de extremidade livre assim ocorrendo decomposição com antecedência em comparação as amostras das fibras de Jacitara *in natura* e da celulose (Onkarappa et al., 2020; Yildirim; Shaler, 2017). Lee et al., 2018 descrevam decomposição térmica da celulose nanofibrilada entre 320- 353°C e 300- 342°C. Silva et al., 2019 também verificou a mesma etapa entre 193- 370°C para as CNFs.

Figura 22- TGA da amostra *in natura*, celulose, CNC e CNF.



Fonte: A autora (2020)

Figura 23- DTG da amostra *in natura*, celulose, CNC e CNF.



Fonte: A autora (2020)

Todos os resultados mostram que a metodologia empregada para extração de celulose e síntese das nanoceluloses foram eficientes. Também a partir desta análise há indícios ocorreu síntese de nanocristais e nanofibrilas a partir da Jacitara (Onkarappa et al., 2020; Lee et al., 2018; Zhou et al., 2013).

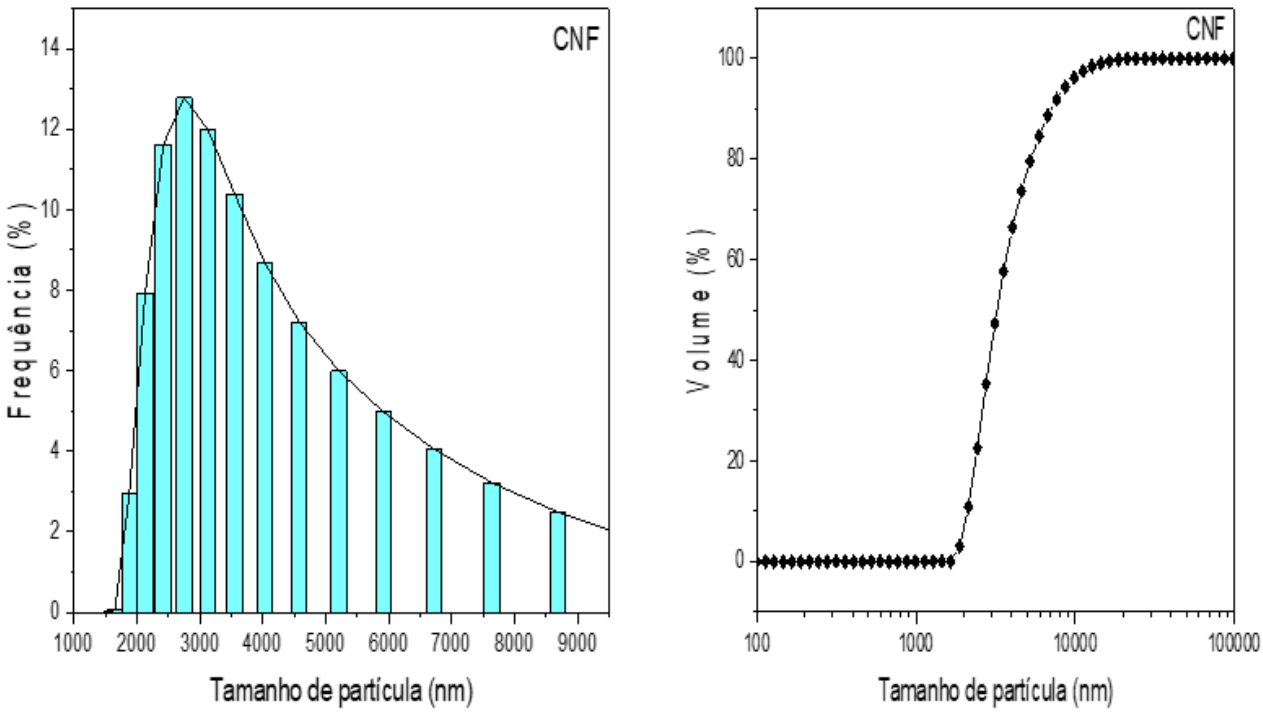
5.6 Difração a Laser (LD)

Com o objetivo de analisar a distribuição do tamanho de partículas, o espalhamento de luz a laser é usado para medir o tamanho médio de partículas sólidas, suspensões e soluções. Durante o processo de desfibrilação mecânica houve a utilização dessa técnica a cada passe (ciclo), no ciclo 0 as partículas apresentaram tamanho em torno de 2.420 – 16.300 nm. Após 5 ciclos de desfibrilação mecânica, as partículas apresentaram tamanhos em torno de 2.130 – 8.640 nm, assim evidenciando uma grande diminuição do tamanho das partículas.

Foram realizados 22 ciclos, porém o ponto ótimo foi o ciclo 20 onde mediu-se 12,78% da distribuição com tamanho de partículas em torno de 1.650 – 3.110 nm como observado no gráfico abaixo. Após o ciclo 20 iniciou-se o aumento do tamanho das partículas, esse fato deve-se ao processo de nanofibrilação pois a cada passe as nanofibras são danificadas, ocorre diminuição da cristalinidade e degradação das fibras. As caracterizações de DRX e FTIR dos ciclos das CNFs comprovam a diminuição da cristalinidade.

Fedorov et al., 2019, descrevem que a celulose nanofibrilada pode apresentar através de LD tamanhos de partículas em torno de 500 – 2000 nm, no ponto ótimo há proximidade dessa faixa. Essa técnica foi utilizada com a finalidade de acompanhar o tamanho das partículas a cada passe, porém não é adequada em processos que envolvam interações dinâmicas e alta concentração de partículas. A dispersão das partículas foi possibilitada através do Hydro MV (unidade de dispersão), esse equipamento é hidrodinâmico assim ao realizar a medição há possibilidade de cálculo do tamanho das partículas de água ou solvente que compõe a amostra. Essa limitação ocasiona a medição de um tamanho maior de partículas do que o real (Rosén et al., 2020; Nepomuceno et al., 2018).

Figura 24- Distribuição do tamanho das partículas das CNFs.



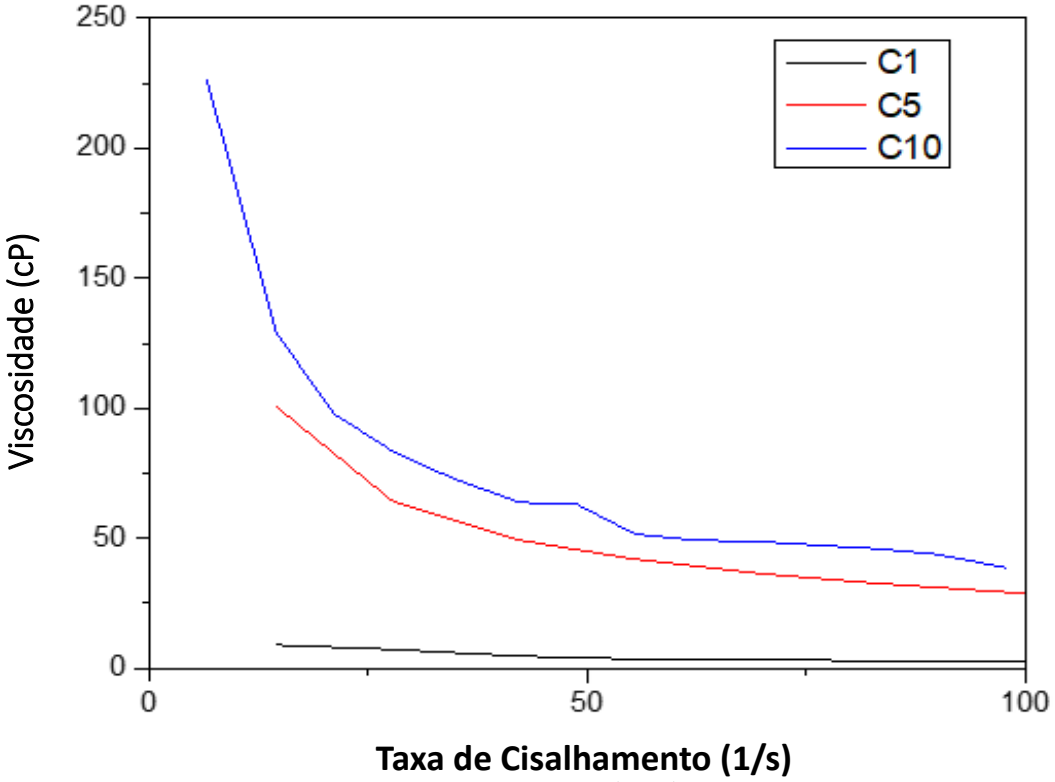
Fonte: A autora (2020)

5.7 Viscosidade

O processo de desfibrilação mecânica reduziu as cadeias de celulose, consequentemente houve a redução do grau de polimerização. Esse fato é comprovado através do gráfico abaixo (Figura 22) referente aos ciclos 1, 5 e 10. No ciclo 1 a curva de fluxo tem comportamento newtoniano próprio de fluidos homogêneos como a água, isso ocorre porque há utilização de 1,0 L de uma suspensão de 1% (m/m) de celulose de Jacitara. Os ciclos 5 e 10 possuem comportamento de pseudoplásticos, fato esse ocasionado pelo método mecânico de fibrilação que leva a formação de um gel com elevado teor de água (Luchesi; Moreira; Marconcini, 2019; Potulsk et al., 2018; Potulski et al., 2016).

Esses resultados demostram que houve eficiência no processo de desfibrilação mecânica, visto que, há mudança no comportamento da amostra inicial (ciclo 1) evidenciado a formação de gel característico do processo de síntese das CNFs (ciclo 10). Estes resultados servem de apoio para futuras aplicações das CNFs obtidas por meio da Jacitara, o comportamento pseudoplástico traz indícios de passividade de molde.

Figura 25- Gráfico referente a viscosidade dos ciclos da CNF.



Fonte: A autora (2020)

5.8 Microscopia de força atômica (AFM)

AFM foi usado para caracterizar a morfologia e distribuição das nanoceluloses obtidas.

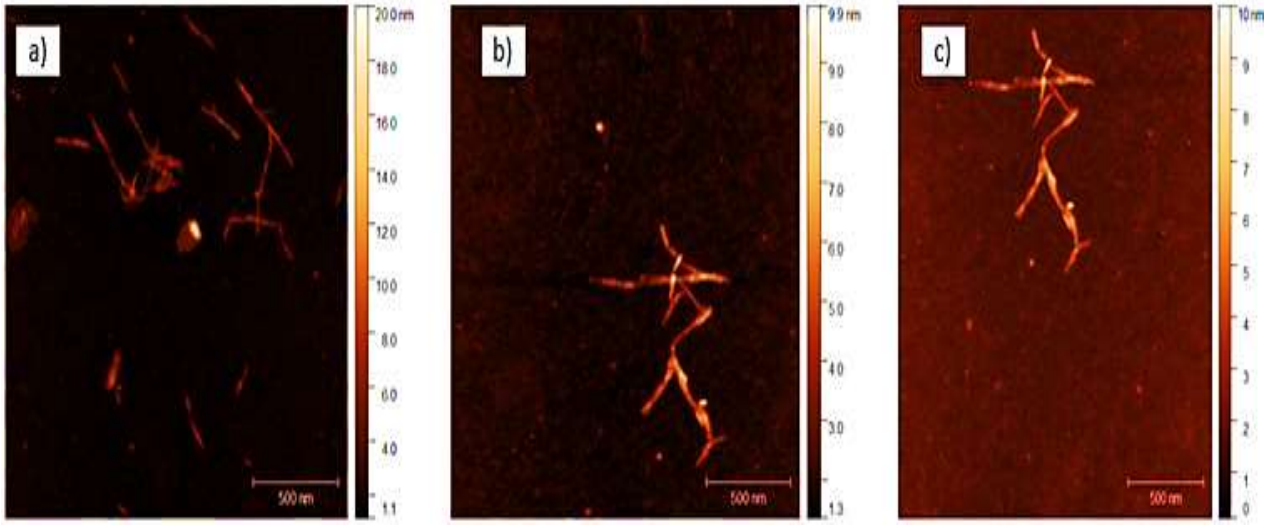
Como observado nas técnicas de DRX, FTIR, TG/DTG, é evidente que a parte amorfa dos CNCs e CNFs foi removida através dos métodos utilizados neste trabalho para as determinadas sínteses. A LD realizado das CNFs mostravam indícios da síntese de nanofibrilas de celulose, porém devido suas limitações fez-se necessário a utilização desta técnica. O que define um material celulósico como nanocristal ou nanofibrila são suas dimensões (comprimento e diâmetro). Para os nanocristais tanto o comprimento quanto o diâmetro devem apresentar dimensões nanométricas, enquanto as nanofibrilas devem apresentar diâmetro nanométrico (Ferreira et al., 2019).

As imagens abaixo são referentes aos CNCs, pode-se observar um aspecto característico de bastonetes para os nanocristais (Lima et al., 2015; Milanez et al., 2014). É importante ressaltar que não foi utilizado a poli-lisina no preparo das amostras de AFM, assim os nanocristais ficaram mais agregados e tornou-se dificultoso as medidas de comprimento e diâmetro.

As imagens são referentes às CNFs, estas são formadas por domínios cristalinos e amorfos. Pode-se observar cristais mais curtos semelhantes as CNCs, esse fato pode ser atribuído ao processo de desfibrilação que pode ter ocasionado o isolamento dos domínios cristalinos levando aos nanocristais (Pinto et al., 2019; Capron et al., 2017). Na figura a) pode-se observar um emaranhado típico dos CNF´s, devido a uma quantidade maior de imagens das nanofibrilas foi possível realizar um gráfico de distribuição dos diâmetros das CNFs, a maior parte delas estão em torno de 4 nm. Há trabalhos que comprovam que as CNFs podem atingir diâmetros muito pequenos (4-100 nm) (Mautner, 2020; Tabar et al., 2017).

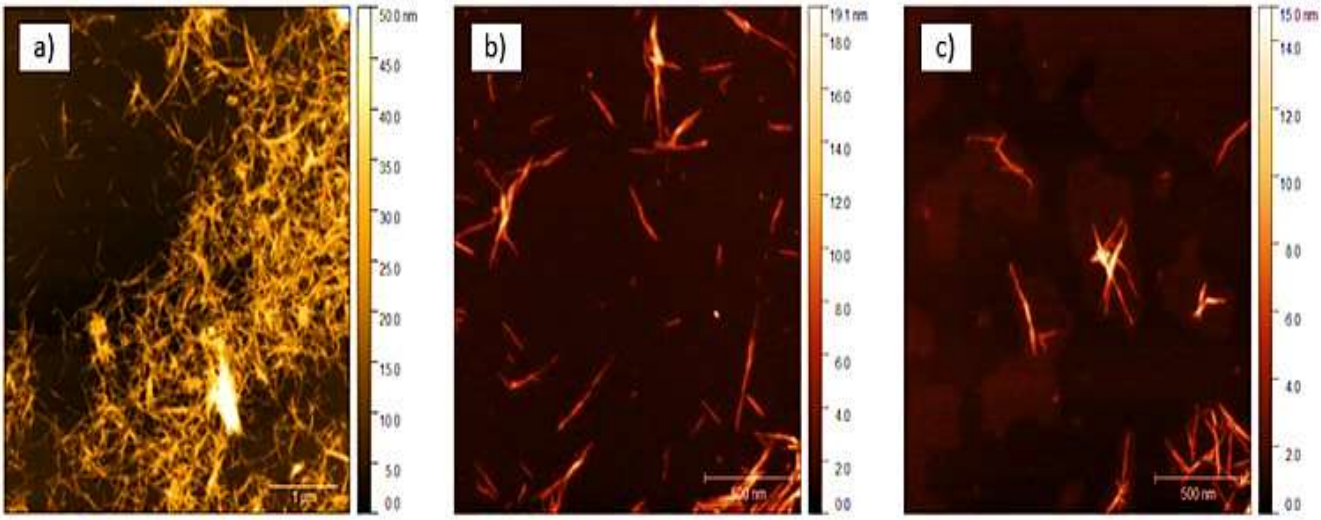
A possibilidade da presença de nanocristais e nanofibrilas no ciclo-20 que foi considerado o ponto ótimo por LD, pode ser benéfico para diversas aplicações. Na aplicação em aerogéis, proporções mistas (CNC e CNF) houve melhor desempenho do que os aerogéis puros (Yahya et al., 2020). Para a aplicação em filmes, a morfologia variada de compostos CNC e CNF mistos levaram ao aumento da molhabibilidade da superfície dos filmes (Sun et al., 2018).

Figura 26- Imagens AFM de CNC´s obtidas a partir de Jacitara.



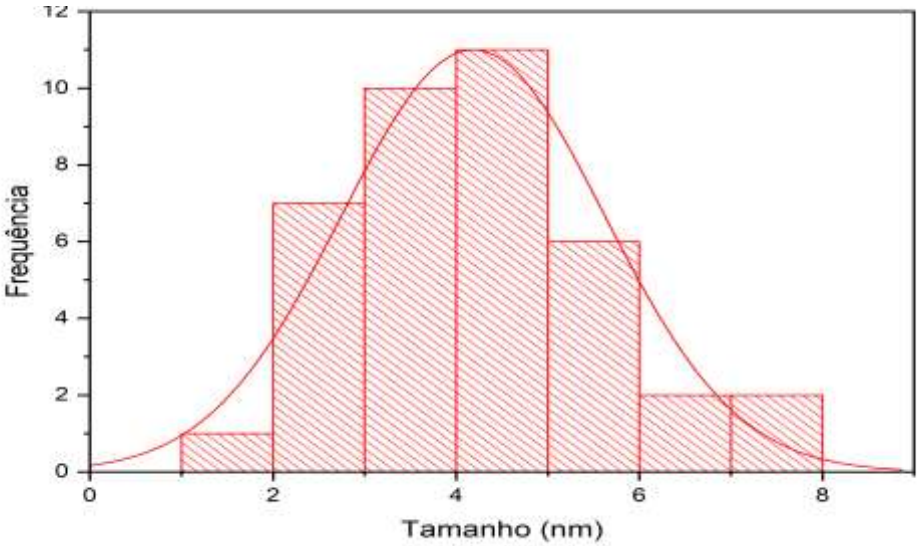
Fonte: A autora (2020)

Figura 27- Imagens AFM de CNF´s obtidas a partir de Jacitara.



Fonte: A autora (2020)

Figura 28- Análise de distribuição do diâmetro das CNFs.



Fonte: A autora (2020)

6 Conclusão

Este estudo mostrou pela primeira vez a potencialidade da Jacitara (*Desmoncus polyacanthos* Mart.) como matéria-prima para obtenção de nanocristais de celulose. A qualidade do material fibroso desta palmeira já é amplamente conhecida, a tala do caule é utilizada pelas comunidades indígenas do Amazonas para fins artesanais que levam a criação de peças resistentes e duradouras. Devido a utilização por índios sul-americanos do material fibroso da Jacitara devido suas propriedades depurativas, há indícios que possui grande resistência do material a ataques de microrganismos. Há grande abundância desta palmeira tanto na Amazônia brasileira quanto na internacional, porém há poucas informações a respeito dela.

O caule da Jacitara foi avaliado quanto a sua composição química em percentual de celulose (42,6%), hemicelulose (21,42%) pertencentes à holocelulose (64,16%), teor de umidade (5,33%), cinzas (0,64%), extrativos (2,75%) e lignina (24,16%). Todos os teores encontrados para as fibras de Jacitara mostraram-se promissores a extração de celulose e síntese de nanoceluloses.

A extração de celulose não foi eficiente em remover todos os componentes amorfos (lignina e hemicelulose), porém dependo da aplicação não é de todo ruim já que pode trazer benefícios a aplicação das nanoceluloses obtidas por meio desta.

A metodologia desenvolvida para a produção de nanoceluloses mostrou-se satisfatória. A extração de celulose por hidrólise ácida (H_2SO_4) possibilitou a síntese das CNCs. Fato esse comprovado pelas imagens realizadas por microscopia de força atômica e pelos indícios das outras caracterizações.

Foi realizado a síntese das CNFs a partir da metodologia de desfibrilação mecânica. O gel formado é característico do produto da extração por essa metodologia, a viscosidade comprova a mudança do comportamento da amostra de newtoniano para pseudoplástico que é típico de materiais que possuem a viscosidade diminuída com aumento da tensão. Através do espalhamento dinâmico de luz mediu-se 12,78% da distribuição com tamanho de partículas em torno de 1.650 – 3.110 nm, esses resultados somente são indícios que há CNFs na amostra analisada. Fato esse comprovado pelas imagens realizadas por microscopia de força atômica das CNFs. A possibilidade de através do processo de desfibrilação ter produzido o isolamento dos domínios cristalinos levando aos nanocristais é benéfico a aplicações diversas como: filmes, aerogéis, dentre outras.

Por conseguinte, há comprovação que as fibras da Jacitara além de apresentarem potencial na extração de celulose, também se mostram como excelente fonte para síntese de nanoceluloses. Devido sua abundância em áreas das comunidades indígenas amazônicas e zonas rurais indígenas sul-americanas, a colheita e possível plantação em manejo poderia proporcionar renda e valorização das fibras.

Por fim, esse estudo visou proporcionar o conhecimento acerca das potencialidades de uma palmeira pouco conhecida e amplamente utilizada por comunidades da Amazônia. Há busca frequente de novas fontes de biomassa, essa pesquisa pode ser caminho para novas descobertas.

7 Sugestão para trabalhos futuros

Aplicação das nanoceluloses em:

- Alimentos, propõem-se explorar os indícios de resistência do material ao ataque de microrganismos e sua capacidade de atuação como agente desintoxicante;
- Cimento dentário, estudo da aplicação das nanoceluloses pura ou misto (CNC e CNF) para melhoria da resistência.;
- “Drug delivery”, poderão ser veículo de transporte de medicamentos dentro do corpo (nanoencapsulação);
- Biossensores e diagnósticos, cobertos com substâncias orgânicas podem tornar-se condutores elétricos;
- Aplicações biomédicas como “Scalfolds”, podem entrar na composição de estruturas que servem como guias para regeneração de cartilagens;
- Estudos reológico para produção de diferentes compósitos;
- Filmes biodegradáveis;
- Produção de aerogéis.

8 Referências

Abdul, K. H. P. S.; Adnan, A. S.; Yahya, E. B.; Olaiya, N. G.; Safrida, S.; Hossain, M.; Pasquini, D. Uma revisão sobre aerogéis à base de nanofibras de celulose vegetal para aplicações biomédicas. **Polymers**, v. 12, n.8, p. 1759, 2020.

Adel, A. M.; Wahab, Z. H.; Ibrahim, A. A.; Shemy, M. T. Caracterização da celulose microcristalina preparada a partir de materiais lignocelulósicos. Parte I. Hidrólise catalisada por ácido. **Bioresource technology**, v. 101, n. 12, p. 4446-4455, 2010.

Ahmad, N.; Tayyeb, D.; Ali, I.; K Alruwaili, N.; Ahmad, W.; Khan, A. H.; Iqbal, M. S. Desenvolvimento e caracterização de filmes à base de hemicelulose para aplicação em curativos antibacterianos. **Polymers**, v. 12, n.3, 548, 2020.

Amalraj, A.; Gopi, S.; Thomas, S.; Haponiuk, J. T. Nanomateriais de celulose em aplicações biomédicas, alimentares e nutracêuticas: uma revisão. **Macromolecular Symposia**, v. 380, n. 1, p. 1800115, 2018.

Amorim, J. D. P.; Souza, K.C.; Duarte, C. R.; Silva D, I.; Ribeiro, F. D. A. S.; Silva, G. S.; Sarubbo, L. A. Nanocelulose vegetal e bacteriana: Produção, propriedades e aplicações em medicina, alimentação, cosméticos, eletrônica e engenharia. Uma revisão. **Environmental Chemistry Letters**, v. 18, n. 3, p. 851-869, 2020.

Andrade, T. C. C.; Bitencourt, W. C.; Bomtempo, F. V. S.; Alves, F. S.; Barbosa, R. S.; Guarda, E. A. Hidrólise Enzimática de Celulose para Obtenção de Glicose Utilizando Líquido Iônico como Meio Solvente. **Rev. Virtual Quim**, v 11, n. 1, p. 310-235, 2019.

Anjos, A.N.A.; Viegas, C.R.; Gomes, R.S.; Almeida, J.C.C. Métodos utilizados para determinação dos constituintes da fração fibrosa, uma revisão. **Revista Archivos de Zootecnia**, v. 69, n. 266, 2020.

Araújo, R. B.; Arruda, A. J. V.; Arruda, E. C. P. Investigação de Estratégias de Leveza e Resistência das Fibras de Agave para Material de Impressão 3D Bioinspirado. **MIX Sustentável**, v. 5, n.1, p. 53-65, 2019.

ASTM E 1758-01. Standard Practice for Preparation of Biomass for Compositional Analysis. **American Society for Testing and Materials**, 2001; USA.

Athinarayanan, J.; AlshatwiL, A. A.; Periasamy, V. S. Análise de biocompatibilidade de celulose nanofibrilada derivada de biomassa de Borassus flabellifer. **Polímeros de carboidratos**, v. 235, p. 115961, 2020.

Azrina, Z. Z.; Beg, M. D. H.; Rosli, M. Y.; Ramli, R.; Junadi, N.; Alam, A. M. Celulose nanocristalina esférica (NCC) de polpa de cacho de frutas vazia de dendê via hidrólise assistida por ultrassom. **Polímeros de carboidratos**, v. 162, p. 115-120, 2017.

Bajwa, D. S et al. Uma revisão concisa da produção atual de lignina, aplicações, produtos e seu impacto ambiental. **Culturas e produtos industriais**, v. 139, p. 111526, 2019.

Bajwa, D. S.; Pourhashem, G.; Ullah, A. H.; Bajwa, S. G. Uma revisão concisa da produção atual de lignina, aplicações, produtos e seu impacto ambiental. **Culturas e produtos industriais**, v. 139, p. 111526, 2019

Benini, C. C.; Voorwald, K. C, Cioffi, H. J. C.; Milanese, M. O. H.; Ornaghi Jr, H. L . Caracterização de uma nova fibra lignocelulósica do Brasil: Imperata brasiliensis (Satintail Brasileiro) como fonte alternativa para extração de nanocelulose. **Journal of Natural Fibers**, v.14, n.1, p. 112-125, 2017.

Bertella, S.; Luterbacher, J. S. Funcionalização da lignina para a produção de novos materiais. **Trends in Chemistry**, v. 2, n. 5, p. 440-453, 2020.

Berto, G. L.; Arantes, V. Kinetic changes in cellulose properties during defibrillation into microfibrillated cellulose and cellulose nanofibrils by ultra-refining. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s.l.], 2019.

Bhattacharyya, D.; Subasinghe, A.; Kim, N. K.. **Multifunctionality of Polymer Composites**: Challenges and New Solution. 1. ed. United States of America: **Elsevier**, 2015, p. 102-143.

Blanco, A.; Monte, M. C.; Campano, C.; Balea, A.; Merayo, N.; Negro, C. Nanocelulose para uso industrial: nanofibras de celulose (CNF), nanocristais de celulose (CNC) e celulose bacteriana (BC). **Handbook of nanomaterials for industrial applications**, Elsevier, p. 74-126, 2018.

Bondancia, T. J.; Aguiar, J.; Batista, G.; Cruz, A. J.; Marconcini, J.M.; Mattoso, L. H. C.; Farinas, C. S. Produção de nanocelulose com ácido cítrico em um conceito de biorrefinaria: efeito do tempo de reação de hidrólise e análise técnico-econômica. **Industrial & Engineering Chemistry Research** , v. 59, n.25, p. 11505-11516, 2020.

Capron, I.; Rojas, O. J.; Bordes, R. Behavior of nanocelluloses at interfaces. **Current Opinion in Colloid & Interface Science**, v. 29, p. 83-95, 2017.

Caschera, D.; Toro, R. G.; Federici, F.; Montanari, R.; Caro, T.; Al-Shemy, M. T; Adel, A. M. Abordagem verde para a fabricação de nanocompósitos de celulose oxidada com prata com propriedades antibacterianas. **Celulose**, v. 27, n. 14, p. 8059-8073, 2020.

Chen, G. G.; Qi, X. M.; Guan, Y.; Peng, F.; Yao, C. L.; Sun, R. C. Filme nanocompósito à base de hemicelulose de alta resistência para aplicações em embalagens de alimentos. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, v. 4, n.4, p. 1985-1993, 2016.

Cheng, M.; Qin, Z.; Liu, Y.; Qin, Y., Li, T.; Chen, L.; Zhu, M. Extração eficiente de nanocristais de celulose esféricos carboxilados com estreita distribuição por meio da hidrólise de fibras de liocel usando persulfato de amônio como oxidante. **Journal of Materials Chemistry**, v. 2, n. 1, p. 251-258, 2014.

Collazo-Bigliardi, S.; Ortega-Toro, R.; Boix, A. C. Isolamento e caracterização de celulose microcristalina e nanocristais de celulose de casca de café e estudo comparativo com casca de arroz. **Polímeros de carboidratos**, v. 191, p. 205-215, 2018.

Correia, C. V.; Santos, S. F.; Teixeira, R. S.; Junior, H. S. Celulose nanofibrilada e polpa celulósica para reforço de materiais extrudados à base de cimento. **Construção e Materiais de Construção**, v. 160, p. 376-384, 2018.

D., Mathew, A.; Oksman, K. Otimização do isolamento de nanocristais de celulose microcristalina por hidrólise ácida. **Celulose**, v. 13, n. 2, p. 171-180, 2006.

Darmawan, S.; Wistara, N.; Pari, G.; Maddu, A.; Syafii, W. Characterization of Lignocellulosic Biomass as Raw Material for the Production of Porous Carbon-based Materials. **BioResources**, v.11, p. 3561-3574, 2016.

Debiagi, F.; Faria T. P. C.; Mali, S. Celulose nanofibrilada obtida da casca da soja por meio de processos simples e ecologicamente corretos baseados em extrusão reativa. **Cellulose**, v. 27, n. 4, p. 1975-1988, 2020.

Debiagi, F.; Faria T. P. C.; Mali, S. Uma abordagem verde baseada na extrusão reativa para produzir celulose nanofibrilada a partir de casca de aveia. **Valorização de Resíduos e Biomassa**, p. 1-10, 2020.

Del Río, J.C.; Rencoret, J.; Gutiérrez, A.; Elder, T.; Kim, H.; Ralph, J. Monômeros de lignina além da via biossintética do monolignol canônico: outro tijolo na parede. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, v. 8, n.13, p. 4997-5012, 2020.

Dence C. W. The Determination of Lignin. Em: Lin SY, Dence CW (eds) Methods in Lignin Chemistry. **Springer Series in Wood Science**, 1992. Springer, Berlim, Heidelberg.

Desmoncus polyacanthos Mart. in GBIF Secretariat (2019). GBIF Backbone Taxonomy. Checklist dataset https://doi.org/10.15468/39omei accessed via GBIF.org on 2020-08-29.

Dima S. O.; Panaitescu D.M.; Orban C. Bacterial Nanocellulose from Side-Streams of Kombucha Beverages Production: Preparation and Physical-Chemical Properties. **Polymers,** v.9, n. 8, 2017.

Diniz, J. F.; Lima, E. S.; Magalhães, H. L. F.; Lima, W. M. P. B.; Porto, T. R. N., Gomez, R. S.; Lima, A. G. B. Secagem de fibras de sisal em estufa com circulação forçada de ar: Um estudo experimental. **Research, Society and Development**, v.9, n.10, 2020.

Diniz, J.F.; Lima, H. G. G.; Barbosa de Lima, A. G.; Nascimento, J. J.; Ramos, A. D (2019). Secagem de fibra de sisal: uma investigação teórica e experimental. **Em Defect and Diffusion Forum**. Trans Tech Publications Ltd, v. 391, p. 36-41, 2019.

Durigan C.C.; Lira F.O.; Pereira R.F. **Fibras de índio:** Arte e Cultura no médio rio Negro. Manaus: Fundação Vitória Amazônica, 2006. 40p.

Edmunds, C. W.; Peralta, P.; Kelley, S. S.; Chiang, V. L.; Sharma-Shivappa, R.R.; Davis, M.F.; Peszlen, I. Caracterização e hidrólise enzimática da madeira de Pinus taeda transgênico modificado com siringil lignina ou teor reduzido de lignina. **Cellulose**, v. 24, n. 4, p. 1901-1914, 2017.

Faria, L. U. S.; Pacheco, B. J. S.; Oliveira, G. C.; Silva, J. L. Produção de nanocristais de celulose a partir de fibras da coroa de abacaxi por meio de pré-tratamento alcalino e hidrólise ácida em diferentes condições. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 6, p. 12346-12353, 2020.

Farmacopéia Brasileira, 4. ed. São Paulo: Atheneu, v. 1, 1988.

Fedorov, P. P.; Luginina, A. A.; Kuxnetsov, S. V. Filmes luminescentes de conversão ascendente compostos contendo nanocelulose e partículas de SrF_2 : Ho. **Celulose**, v. 26, p. 2403 – 2423, 2019.

Félix, F. T.; Marinho, J. P. N.; Silva, S. N.; Azevedo, D. M. D. F. S. SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE FOSFATO DE CÁLCIO E NANOFIBRAS DE CELULOSE VISANDO APLICAÇÃO NO REPARO DE TECIDOS ÓSSEOS. **The Journal of Engineering and Exact Sciences**, v. 3, n.8, p. 1209-1226, 2017.

Ferreira, B. F. F.; Ferreira, J. C. B.; Santos, A. L. M.; Freitas, P. R. D.; Abreu, C. A. C. O Uso dos Canudos Biodegradáveis como um meio de repensar a mentalidade social. **INGI**, v. 4, n.2, p.718-728, 2020.

Ferreira, F. V.; Mariano, M.; Pinheiro, I. F.; Cazalini, E. M.; Souza, D. H.; Lepesqueur, L. S.; Lona, L. M. Nanocompósitos de poli (butileno adipato-co-tereftalato) à base de nanocristais de celulose cobertos com filmes finos de prata antimicrobiana. **Polymer Engineering & Scien**ce, v. 59, n. 2, p. 356-365, 2019.

Ferreira, R. R.; Souza, A. G.; Nunes, L. L.; Shahi, N.; Rangari, V. K.; Santos R. D. Uso de moinho de bolas para preparação de nanocelulose a partir de biomassa de eucalipto: Desafios e otimização de processos por método combinado. **Materials Today Communications**, v. 22, n. 100755, 2020.

Fonseca, A. D. S.; Raabe, J.; Dias, L.; Baliza, A.; Tonoli, G.; Vasconcelos, R.; Marconcini, J. (2013). Avaliação preliminar do potencial de fibras amazônicas para extração de nanocristais de celulose. In: **Embrapa Instrumentação-Artigo em anais de congresso (ALICE)**. In: WORKSHOP DA REDE DE NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO, 7.; ESCOLA DE NANOTECNOLOGIA, São Carlos, SP, v. 3, p. 476-478, 2013.

Fonseca, A. S. **Caracterização Tecnológica das Fibras de Estipe de *Desmoncus polyacanthos* Mart.** 2012. Tese (Mestrado em Ciência e Tecnologia da Madeira). Universidade Federal de Lavras, Minas Gerais.

Fonseca, A. S.; Mori, F. A.; Tonoli, G. H. D.; Savastano, H.; Ferrari, D. L.; Miranda, I. P. A. Properties of an Amazonian vegetable fiber as a potential reinforcing material. **Industrial Crops and Products**, v. 47, p. 43–50, 2013.

Fonseca, C. S.; Silva, M. F.; Mendes, R. F.; Hein, P. R. G.; Zangiacomo, A. L.; Savastano, H.; Tonoli, G. H. D. Jute fibers and micro/nanofibrils as reinforcement in extruded fiber-cement composites. **Construction and Building Materials**,v. 211, p. 517-527, 2019.

Furtado, J. B. M; Filho, P. A. F.; Oliveira, T. P.; Caetano, M. R. S. Araújo, I. M. S.; Figueiredo, F. C.; Júnior, J. R. S. Caracterização química da fibra do caule da palmeira de babaçu natural e após tratamento. **Revista de Engenharia e Pesquisa Aplicada**, v. 5, n. 3, p. 56-64, 2020.

Gan, PG.; Sam, ST.; Abdullah, Muhammad, F. B.; Omar, M.F. Propriedades térmicas de compósitos reforçados com nanocelulose: uma revisão . **J. Appl. Polym. Sci**, v.13, n. 48544, 2020.

Ganguly, K.; Patel, D. K.; Dutta, S. D.; Shin, W. C.; Lim, K. T. Auto-montagem com resposta a estímulos de nanocristais de celulose (CNCs): Estruturas, funções e aplicações biomédicas. **Jornal internacional de macromoléculas biológicas**, v. 155, p. 456-469, 2020.

Garlapati, V.K.; Chandel, A.K.; Kumar, S.J.; Sharma, S.;0 Sevda, S.; Ingle, A.P.; Pant, D. Aspectos da economia circular da lignina: rumo a uma biorrefinaria de lignocelulose. **Revisões de energia renovável e sustentável**, v. 130 , n. 109977, 2020.

George, J.; Sabapathi, S. N. Nanocristais de celulose: síntese, propriedades funcionais e aplicações. **Nanotecnologia, ciência e aplicações**, v.8, n. 45, 2015.

Ghesti, G. F.; Guimarães, M. G.; Evaristo, R. B. W.; Macedo, J. L.; Nascimento, P. G. B. D. Estudo Prospectivo e Tecnológico da Celulose com Ênfase em Nanocelulose e Catálise. **Cadernos de Prospecção**, v. 12, n.3, p. 576, 2019

Ghost, T.; Dhar, P.; Katiyara. Nanocelulose: metodologias de extração e fabricação. **Celulose Nanocrystals**, pág. 23, 2020.

Giroux, L.; Charland, J. P.; MacPhee, J. A. Application of thermogravimetric Fourier transform infrared spectroscopy (TG− FTIR) to the analysis of oxygen functional groups in coal. **Energy & fuels**, v. 20, n. 5, p. 1988-1996, 2006.

Gomes, V. J.; Longue Jr, D.; Colodette, J. L.; Ribeiro, R. A.; Braun, H. Influência do conteúdo de xilanas na branqueabilidade, propriedades higroscópicas, fisico-mecânicas e óptica de polpas branqueadas de eucalipto. **Química Nova**, v. 38, n.2, p. 221-226, 2015.

Gomide, J. L.; Colodette, J. L.; Oliveira, R. C.; Silva, C. M. Caracterização tecnológica, para produção de celulose, da nova geração de clones de Eucalyptus do Brasil. **Revista Árvore**, Viçosa, v. 29, n. 1, p. 129-137, 2005.

Gong, J.; Li, J.; Xu, J.; Xiang, Z.; Mo, L. Pesquisa sobre nanocristais de celulose produzidos a partir de fontes de celulose com vários polimorfos. **Avanços RSC**, v. 7, n. 53, p. 33486-33493, 2017.

Guan, M.; An, X.; Liu, H. Nanofibra de celulose (CNF) como filler versátil para preparação de folhas de papel tissue à base de polpa de bambu. **Celulose**, v. 26, n. 4, p. 2613-2624, 2019.

Hafemann, E.; Battisti, R.; Marangoni, C.; Machado, R. A. Valorização de resíduos agroindustriais de palmeira real por meio do isolamento de nanocristais de celulose. **Polímeros de carboidratos** , n. 218 ,p. 188-198, 2019.

Hamawand, I.; Seneweera, S.; Kumarasinghe, P.; Bundschuh, J. Tecnologia de nanopartículas para separação de nanopartículas de celulose, hemicelulose e lignina da biomassa de lignocelulose: uma breve revisão. **Nano-estruturas e nano-objetos**, v. 24, n. 100601, 2020.

Hanif, Z.; Ahmed, F. R.; Shin, S. W.; Kim, Y. K.; Um, S. H. Toxicidade dependente do tamanho e da dose de nanocristais de celulose (CNC) em fibroblastos humanos e adenocarcinoma de cólon. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 119, p. 162-165, 2014.

Hernández-Varela, J. D.; Chanona-Pérez, J. J.; Sodi, F. C.; Vicente-Flores, M. Efeito do moinho de bolas na estrutura de nanopartículas de celulose obtidas a partir de resíduos de alho e agave. **Carbohydrate Polymers**, v. 255 ,p. 117347, 2021.

Hojo, O.; Ernesto, V.; Ribeiro, C. A.; Fiscarelli, P.; Fertonani, F. Comparação metodológica entre mufla convencional e automática para análise de umidade e cinzas em bagaço de cana. In **CONGRESSO DA QUALIDADE EM METROLOGIA**, v. 8, p. 1-6, 2008.

Hong, S.; Song, Y.; Yuan, Y.; Lian, H.; Liimatainen, H. Produção e caracterização de lignina contendo nanocelulose de luffa através de um tratamento com solvente eutético profundo ácido e fracionamento sistemático. **Culturas e produtos industriais**, v. 143, n. 111913, 2020.

Huang, C.D.; Liu, Q.Q.; LI, X.L; ZHANG, C.C. Efeito do consórcio no rendimento de grãos do milho e nos componentes do rendimento. **Journal of Integrative Agriculture**, v.18, n. 8, p. 1690-1700, 2019.

Huang, S.; Liu, X.; Chang, C.; Wang, Y. Desenvolvimentos recentes e aplicações prospectivas de nanocristais de celulose relacionadas a alimentos: uma revisão. **Celulose**, v. 27, n. 6, p. 2991-3011, 2020.

Hussin, F. N. N. M.; Attan, N.; Wahab, R. A. Extração e caracterização de nanocelulose de folhas de dendê (Elaeis guineensis). **Arabian Journal for Science and Engineering**, v. 45, n. 1, p. 175-186, 2020.

Ibrahim, H.; Sazali, N.; Salleh, W. N. W.; Abidin, M. N. Z. Uma breve revisão sobre a utilização recente de nanocelulose para remediação de águas residuais e separação de gases. **Materiais hoje: procedimentos**, 2020.

Ibrahim, H.; Sazali, N.; Salleh, W. N. W; Abidin, M. N. Z. Uma breve revisão sobre a utilização recente de nanocelulose para remediação de águas residuais e separação de gases. **Materiais hoje: procedimentos**, 2020.

Isnard, S.; Speck, T.; Rowe, N. P. Biomechanics and development of the climbing habit in two species of the South American palm genus *Desmoncus* (Arecaceae). **American Journal of Botany**, v. 92, n. 9, p. 1444–1456, 2005.

Iwamoto, S.; Lee, SH.; Endo, T. Relação entre razão de aspecto e viscosidade de suspensão de nanofibras de celulose de madeira. **Polymer Journal**, v. 46, n. 1, p. 73-76, 2014.

Jabbar A. **Sustainable Jute-Based Composite Materials**: Mechanical and Thermomechanical Behaviour. 1. ed. Cham: **Springer**, 2017, p. 5-12.

Jardim, J. M.; Gomes, F. J. B.; Colodette, J. L.; Brahim, B. P. Avaliação da qualidade e desempenho de clones de eucalipto na produção de celulose. **O papel**, São Paulo, v. 78, p. 122-129, 2017.

Jensen, C.; Rodriguez, G. J.; Karatzos, S. O. G.; Iversen, S. (2017). Fundamentals of Hydrofaction™: Renewable crude oil from woody biomass. **Biomass Conversion and Biorefinery**, v.7, n. 10, p. 1007, 2017.

Jiménez L.; Rodríguez A.; Pérez A.; Moral A.; Serrano L. Matérias-primas alternativas e processo de polpação usando tecnologias limpas. **Ind Crop Prod**, v. 28, p. 11–16, 2008.

Jiménez, A.; Fabra, M. J.; Talens, P.; Chiralt, A. Edible and Biodegradable Starch Films: A Review. **Food and Bioprocess Technology**, v. 5, n. 6, p. 2058-2076, 2012.

Junior, M. G.; Novack, K. M.; Botaro, V. R.; Protásio, T. D. P.; Couto, A. M. Caracterização físico-química de fibra e polpas de Bambusa vulgaris Schrad para utilização em compósitos poliméricos. **Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales**, v. 33, n.1, p. 33-42, 2013.

Kalia, Susheel (Ed.). **Materiais compósitos lignocelulósicos**. Springer, 2017.

Kedzior, S. A.; Gabriel, V.A.; Dubé, M.A .; Cranston, E.D. Nanocelulose em Emulsões e Sistemas Heterogêneos de Polímero à Base de Água: Uma Revisão . **Adv. Mater**, 2020.

Kim, J.H.; Shim, B.S.; Kim, H.S.; Lee, Y.J.; Min, S.K.; Jang, D.; Kim, J. Revisão da nanocelulose para materiais futuros sustentáveis. **International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology**, v.2, n. 2, p. 197-213, 2015.

Kloster, A.; Gnaedinger, S.; Adami-Rodrigues, K.;Urban, C. Novo registro de Zollernioxylon tinocoi Mussa (Fabaceae) no Vale do Juruá, Mioceno da Formação Solimões, Bacia do Acre, Brasil. **Gaea-Journal of Geoscience**, v. 8, n.1, p. 26-32, 2012.

Kumode, M. M. N. et al. Microfibrillated nanocellulose from balsa tree as potential reinforcement in the preparation of 'green' composites with castor seed cake. **Journal of Cleaner Production**, [s.l.], 2017.

Kundu, S.; Mitra, D.; Das, M. Influência do tratamento com clorito na estrutura fina do bagaço de cana-de-açúcar pré-tratado com álcalis. **Biomass Conversion and Biorefinery** , 1-15, 2021.

Lahiji, R. R.; Xu, X.; Reifenberger, R.; Raman, A.; Rudie, A.; Moon, R. J. Caracterização por microscopia de força atômica de nanocristais de celulose. **Langmuir**, v. 26, n. 6, p. 4480-4488, 2010.

Lee, D. H.; Condrate, R. A. An FTIR spectral investigation of the structural species found on alumina surfaces. **Materials Letters**, v. 23(4-6), p. 241–246, 1995.

Lengowski, E. C, Muniz, G. I. B.; Nisgoski, S.; Magalhães, W. L. E. Métodos de avaliação de aquisição de celulose com diferentes graus de cristalinidade. **Scientia Forestalis**, v. 41, n. 98, p. 185-194, 2013.

Li, H.; Bunrit, A., Li, N.; Wang, F. Clivagem de lignina com participação de heteroátomo em aromáticos funcionalizados. **Chemical Society Reviews**, v. 49, n.12, p. 3748-3763, 2020.

Liber Herbarum Minor, 2020. A guia incompleta das plantas medicinais. Disponível em <http://www.liberherbarum.net/Minor/BZ/XPn7788Sn0086.Htm >(Acesso em: 13 de fev. de 2020.

Liimatainen, H.; Visanko, M.; Sirviö, J. A.; Hormi, O. E.; Niinimaki, J. Aumento da nanofibrilação da celulose da madeira por meio da oxidação sequencial de periodato-clorito. **Biomacromolecules**, v. 13, n. 5, p. 1592-1597, 2012.

Lima, L. R.; Santos, D. B.; Santos, M. V.; Barud, H. S.; Henrique, M. A.; Pasquini, D.; Ribeiro, S. J. Nanocristais de celulose a partir de celulose bacteriana. **Química Nova**, v. 38, n. 9, p.1140-1147, 2015.

Ling, Z.; Wang, K.; Liu, W.; Tang, W.; Yong, Q. Ajustando os alinhamentos de nanocristais de celulose para a montagem supramolecular de filmes nemáticos quirais com capacidade de proteção UVB altamente eficiente. **Journal of Materials Chemistry**, v. 8, n. 25, p. 8493-8501, 2020.

Liu, C.; Wang, S.; Zhang, Y. Efeitos das nanofibrilas de celulose na cinética de cura da resina de fenol formaldeído. **Materials Research Express**, v. 7, n. 6, p. 065009, 2020.

Liu, H.; Chen, T.; Dong, C.; Pan, X. Aplicações biomédicas de hidrogéis à base de hemicelulose. **Current medicinal Chemistry** , v. 27, n. 28, p. 4647-4659, 2020.

Liu, K.; Du, H.; Zheng, T.; Liu, H.; Zhang, M.; Xie, H.; Si, C. Avanços recentes em celulose e seus derivados para aplicações em campos petrolíferos. **Carbohydrate Polymers**, p. 117740, 2021.

Lu, P.; Hsieh, Y. L. Preparation and characterization of cellulose nanocrystals from rice straw. **Carbohydrate Polymers**, v. 87, n. 1, p. 564-573, 2012.

Luchesi, B.; Moreira, F.; Marconcini, J. **Reologia de géis de amido de milho incorporados com cera de abelha**. In Embrapa Instrumentação-Artigo em anais de congresso (ALICE). In: SIMPÓSIO NACIONAL DE INSTRUMENTAÇÃO AGROPECUÁRIA, 4., 2019, São Carlos, SP. Ciência, inovação e mercado: anais. São Carlos, SP: Embrapa Instrumentação, 2019

Lungu, A.; Cernencu, A. I.; Dinescu, S.; Balahura, R.; Mereuta, P.; Costache, M.; Iovu, H. Hidrogéis à base de hidrocolóide enriquecidos com nanocelulose projetados usando uma estratégia livre de Ca2 + baseada em ácido cítrico. **Materiais e Design**, v.197, n.109200, 2021.

Luo, H.; Cha, R.; Li, J.; Hao, W.; Zhang, Y.; Zhou, F. Avanços na engenharia de tecidos de andaimes baseados em nanocelulose: uma revisão. **Polímeros de carboidratos**, v. 224, p. 115144, 2019.

Luz, S. M.; Delto T. J.; Rcha, G. J. R.; Gonçalves, A. R.; Del Arco, A. P. Cellulose and cellulignin from sugarcane bagasse reinforced polypropylene composites: Effect of acetylation on mechanical and thermal properties. **Composites:** Part A, v.39, p.1362–1369, 2008.

Luzi, F.; Puglia, D.; Sarasini, F.; Tirillò, J.; Maffei, G.; Zuorro, A.; Torre, L. Valorização e extração de nanocristais de celulose de gramíneas norte-africanas: Ampelodesmos mauritanicus. **Polímeros de carboidratos**, v. 209 , p. 328-337, 2019.

Manaia, J. P.; Manaia, A. T.; Rodrigues, L. Industrial Hemp Fibers: An Overview. **Fibers**, v. 7, n. 12, p. 106, 2019.

Manzato, L. et al. Optimization of Cellulose Extraction from Jute Fiber by Boxbehnken Design. **Fibers and Polymers**, [s.l.], 2018.

Marinho, NP, de Cademartori, PHG, Nisgoski, S., de Andrade Tanobe, VO, Klock, U., & de Muñiz, G. I. B. Viabilidade de fibras de rami como matéria-prima para o isolamento de celulose nanofibrilada. **Polímeros de carboidratos**, v. 230 , n. 115579, 2020.

Martelli-Tosi, M.; Masson, M. M.; Silva, N. C.; Esposto, B. S.; Barros, T. T.; Assis, O. B.; Tapia-Blácido, D. R. Soybean straw nanocellulose produced by enzymatic or acid treatment as a reinforcing filler in soy protein isolate films. **Carbohydrate polymers**, v. 198, p. 61-68, 2018.

Martius, C. F. P. V. 1823-1850. **Historia naturalis Palmarum**. Leipzig: T.O. Weigel; vols. I-III.

Mautner, A. Membranas e filtros de nanocelulose para tratamento de água: uma revisão. **Polymer International**, v. 69, n. 9, p. 741-751, 2020.

Michelin, M.; Gomes, D. G.; Romaní, A.; Polizeli, M. D. L.; Teixeira, J. A. Produção de nanocelulose: explorando a rota enzimática e resíduos da indústria de celulose e papel. **Molecules**, v. 25, n. 15, p. 3411, 2020.

Milanez, D. H.; Conserva, A. C. A.; Amaral, R. M.; Faria, L. I. L.; Gregolin, J. A. R. Análise de bases de dados e termos de busca para estudos bibliométricos e monitoramento científico em nanocelulose. **Em Questão**, v. 20, n.3, p. 114-133, 2014.

Morais, P. H. D. D.; Longue Júnior, D.; Colodette, J. L.; Morais, E. H. D. C.; Jardim, C. M. Influence of clone harvesting age of Eucalyptus grandis and hybrids of Eucalyptus grandis x Eucalyptus urophylla in the wood chemical composition and in Kraft pulpability. **Ciência Florestal**, v. 27, n. 1, p. 237-248, 2017.

Naduparambath, S.; Jinitha, T. V.; Shaniba, V.; Sreejith, M. P; Balan, A. K.; Purushothaman, E. Isolamento e caracterização de nanocristais de celulose de cascas de sementes de sagu. **Polímeros de carboidratos**, v. 180 , p. 13-20, 2018.

Nair, S. S.; Chen, H.; Peng, Y.; Huang, Y.; Yan, N. Biocompósitos de ácido polilático reforçados com fibrilas de nanocelulose com alto teor de lignina para melhorar as propriedades mecânicas, térmicas e de barreira. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, v. 6, n. 8, p. 10058-10068, 2018.

Naloka, K.; Matsushita, K.; Theeragool, G. Biossíntese aprimorada de nanofibrilas ultrafinas de nanocelulose bacteriana usando um material de baixo custo pela cepa adaptada de Komagataeibacter xylinus MSKU 12. **International Journal of Biological macromolecules**, v.150, p.1113-1120, 2020.

Neponucemo, N. C.; Seixas, A. A. A.; Medeiros, E. S.; Mélo, T. J. A. Síntese e caracterização de nanocompósitos de polianilina/nanofibrilas de celulose (pani/cnf). **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 13, n. 3, 2018.

Neves, R. M.; Ornaghi, H. L.; Zattera A. J.; Amico, S. C. Recent studies on modified cellulose/nanocellulose epoxy composites: A systematic review, **Carbohydrate Polymers**, v. 255, n. 117366, 2021.

Oliveira, A. M. D.; Barreto-Garcia, P. A. B.; Novaes, A. B. D.; Carvalho, F. F. D.; Meireles, I. E. D. S. Leaf litter decomposition in bamboo, neem and eucalyptus plantations. **Ciência Florestal**, v. 30, n. 3, p. 845-855, 2020.

Onkarappa, H. S.; Prakash, G. K.; Pujar, G. H.; Kumar, C. R.; Latha, M. S.; Betageri, V. S. Hevea brasiliensis mediated synthesis of nanocellulose: Effect of preparation methods on morphology and properties**. International Journal of Biological Macromolecules**, v. 160, p. 1021-1028, 2020.

Ottesen, V.; Larsson, P. T.; Chinga-Carrasco, G.; Syverud, K.; Gregersen, Ø. W. Mechanical properties of cellulose nanofibril films: effects of crystallinity and its modification by treatment with liquid anhydrous ammonia. **Cellulose**, v. 26, n. 11, p. 6615-6627, 2019.

Oun, A. A.; Shankar, S.; Rhim, J. W. Nanomateriais híbridos de nanocelulose / metal e nanopartículas de óxido metálico multifuncionais. **Avaliações críticas em ciência alimentar e nutrição**, v. 60, n. 3, p. 435-460, 2020.

Padovani, M. P.; Ferreira, D. H. L. Estudo da aplicação da análise envoltória de dados na avaliação da eficiência de indústrias de papel e celulose no Brasil na dimensão ambiental. **Gestão e sustentabilidade ambiental**, v. 9, n. 20, p. 231-254, 2020.

Paone, E.; Tabanelli, T.; Mauriello, F. A ascensão da biorrefinaria de lignina. **Parecer atual em Green and Sustainable Chemistry**, v. 24, p. 1-6, 2020

Parrota, J. A.; Knowles, O. H. Restoring tropical forests on lands mined for bauxite: Examples from the Brazilian Amazon. **Ecological Engineering**, v 17, n.2, p. 219-239, 2001.

Peckolt, T.; Peckolt, G. **História das plantas medicinais e úteis do Brasil**. 1. ed. Belo Horizonte, MG: Fino Traço, 2016. 904p.

Pego, M. F.; Bianchi, M. L.; Veiga, T. R. L. A. Avaliação das propriedades do bagaço de cana e bambu para produção de celulose e papel. **Revista de Ciências Agrárias Amazonian Journal of Agricultural and Environmental Sciences**, v. 62, 2019.

Pere, J.; Pääkkönen, E.; Ji, Y.; Retulainen, E. A. Influence of the hemicellulose content on the fiber properties, strength, and formability of handsheets. **BioResources**, v.14, n.1, p. 251-263, 2019.

Pereira, N. R. L.; Anjos, F. E.; Magnago, R. F. Resíduos Lignocelulósicos da Bananicultura: Uma Revisão Sobre os Processos Químicos de Extração da Celulose. **Rev Virtual Quim**, v. 11, n. 4, p. 1165-1179, 2019.

Pereira, P. H. F.; Júnior, H. L. O.; Coutinho, L. V.; Duchemin, B.; Cioffi, M. O. H. Obtenção de nanocristais de celulose de fibras de coroa de abacaxi por hidrólise de clorita livre com ácido sulfúrico: caracterização física, química e estrutural. **Celulose** , v. 27, n. 10, p. 5745-5756, 2020.

Phanthong, P.; Reubroycharoen, P.; Hao, X.; Xu, G.; Abudula, A.; Guan, G. Nanocelulose: Extração e aplicação. **Conversão de recursos de carbono**, v. 1, n.1, p. 32-43, 2018.

Pinheiro, I. F. et al. Mechanical, rheological and degradation properties of PBAT nanocomposites reinforced by functionalized cellulose nanocrystals. European Polymer Journal, [s.l.], 2017.

Pinto, L. O.; Bernardes, J. S.; Rezende, C. A. Low-energy preparation of cellulose nanofibers from sugarcane bagasse by modulating the surface charge density. **Carbohydrate polymers**, v. 218, p. 145-153, 2019.

Platnieks, O.; Gaidukovs, S.; Barkane, A.; Sereda, A.; Gaidukova, G.; Grase, L.; Laka, M. Compósitos poliméricos sustentáveis de base biológica de poli (butileno succinato) / celulose microcristalina / celulose nanofibrilada: Estudos termo-mecânicos e de biodegradação. **Polymers**, v. 12, n.7, p. 1472, 2020.

Plotkin, M. J.; Balick, M. J. Medicinal uses of South American palms. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 10, n. 2, p.157–179, 1984.

Poletto, M. Correlação entre as propriedades físicas, químicas e térmicas de seis fibras naturais. **Brazilian Journal of Development**. v.6, p. 10558-10565, 2020.

Poletto, M.; Zattera, A.J.; Forte, M.M; Santana, R.M. Decomposição térmica da madeira: Influência dos componentes da madeira e do tamanho dos cristais de celulose. **Bioresource Technology**, v.109, p. 148-153, 2012.

Popa, V. I. (ed.). Pulp production and processing: from papermaking to high-tech products. Shropshire: Smithers Rapra, 2013.

Potulski, D. C.; Viana, L. C.; Muniz, G. I. B.; Andrade, A. S.; Klock, U. Caracterização de nanofilmes de celulose nanofibrilada obtida em diferentes consistências, 2016.

Prado, K. S.; Gonzales, D.; Spinacé, M. A. S. Recycling of viscose yarn waste through one-step extraction of nanocellulose. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s.l.], 2019.

Pulido-Barragán, U. E.; Morales-Cepeda, A. B; Castro-Guerrero, C. F.; Koschella, A.; Heinze, T. Atualizando o composto de fibra Euphorbia Antisyphilitica: Um material residual transformado em celulose nanocristalina. **Culturas e produtos industriais**, v. 160, n. 113111, 2021.

Purushotham, P.; Ho, R.; Zimmer, J. Arquitetura de um complexo de celulose sintase de planta homotrimérica cataliticamente ativo. **Science**, v. 369, n. 6507, p. 1089-1094, 2020.

Qing, Y.; Sabo, R.; Zhu, JY.; Agarwal, U.; Cai, Z., & Wu, Y. Um estudo comparativo de nanofibrilas de celulose desintegradas por meio de múltiplas abordagens de processamento. **Polímeros de carboidratos**, v. 97, n.1, p. 226-234, 2013.

Queiroz, J.A.L.; Gonçalves, E.G.; Rabelo, B.V.; Carvalho, A.C.A. de; Pereira, L.A.; Cesarino, F. **Cipó-titica (*Heteropsis* flexuosa (H.B.K.) G.S. Bunting):** diagnóstico e sugestões para o uso sustentável no Amapá. Macapá: Embrapa Amapá, 2000. 17p.

Ramos, L. P.; Delgado, M.; Vallejos, M. E. Edição especial sobre "Caracterização, produção e uso da nanocelulose". **Celulose**, v. 27, n. 18, p. 10567-10569, 2020.

Ribeiro, R. S.; Pohlmann, B. C.; Calado, V.; Bojorge, N.; Pereira Jr, N. Produção de nanocelulose por hidrólise enzimática: Tendências e desafios. **Engineering in Life Sciences**, v.19, n. 4, p. 279-291, 2019

Ribes, D. D.; Zanatta, P.; Gatto, D. A.; Magalães, W. L. E.; Beltrame, R. Produção de suspensões nanofibrilares de celulose vegetal por meio de processo combinado–Avaliação do gasto energético. **Matéria**, v. 23, n.4, 2018.

Rocha, G. J. M.; Mulinari, D. G. Modification of the cellulose fibers from sugarcane bagasse with aluminium hydroxide. **Cadernos UniFOA,** v. 6, n. 1, 2011.

Rodrigues, J.; Souza, J. A.; Fujiyama, R. Compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais da Amazônia fabricados por infusão. **Matéria**, v. 20, n. 4, p. 946-960, 2015.

Rosén, T.; Mittal, N.; Roth. S. V.; Zhang, P.; Lundell, F.; Soderberg, L. D. **Os campos de fluxo controlam a organização nanoestrutural em redes semiflexíveis**. Wallenberg Wood Science Center, Royal Institute of Technology, SE-100 44 Estocolmo, Suécia, 2020.

Sadeghifar, H.; Ragauskas, A. Lignina como bloqueador de luz ultravioleta - uma revisão. **Polymers**, v. 12, n. 5, p. 1134, 2020.

Saha, B. C. Hemicellulose bioconversion. **Journal of industrial microbiology and biotechnology**, v. 30, n.5, p. 279-291, 2003.

SALIM, R.; WAHAB, R. Effect of oil heat treatment on chemical constituents of semantan bamboo (Gigantochloa scortechinii Gamble). **Journal of Sustainable Development**, v.1, n.2, p.91-98, 2008.

Sanquetta, C. R.; de Oliveira Piva, L. R.; Sanquetta, M. N. I.; Maas, G. C. B.; Dalla Corte, A. P. MERCADO DE CELULOSE NO BRASIL E EM CINCO GRANDES PAÍSES. **BIOFIX Scientific Journal**, v. 5, n. 2, p. 189-194, 2020.

Santi, T. Nanotecnologia: a oportunidade de crescimento do setor de celulose no mercado. **O Papel: revista mensal de tecnologia em celulose e papel**, v. 78, n.11, p. 86-88, 2017.

Santos, K.; Neto, A. S. Caracterização do resíduo da erva mate para utilização como reforço em compósitos poliméricos, 2019.

Santos, R. F.; Ribeiro, J. C. L.; Carvalho, J. M. F.; Magalhães, W. L. E.; Pedroti, L. G.; Nalon, G. H.; Lima, G. E. S. Celulose nanofibrilada e suas aplicações em compósitos à base de cimento: Uma revisão. **Construção e Materiais de Construção**, v. 288, n. 123122, 2021.

Santos, R. S.; Ferreira, M. C.; Lima, P. G. Espécies fibrosas em mercados do Distrito Florestal Sustentável da BR-163. **Biota Amazônica**, v. 6, n. 2, p. 101-109, 2016.

Santos, S. S. dos; Corrêa, J. A. M. Síntese de hidróxidos duplos lamelares do sistema Cu, Zn, Al-CO3: propriedades morfológicas, estruturais e comportamento térmico. **Cerâmica**, v. 57, n. 341, p. 274-280, 2011.

Satyanarayana, KG, Flores-Sahagun, TH, & Bowman, P. Materiais Lignocelulósicos do Brasil - Sua Caracterização e Aplicações em Compósitos Poliméricos e Obras de Arte. Em materiais compósitos lignocelulósicos, **Springer**, Cham, p. 1-96, 2018.

Segal, L. et al. An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer. **Textile Research Journal**, [s.l.], 1959.

Seo, E. S. M.; Silva. N. S.; Barbosa, I. T. F.; Athiê , A. A. R.; Luca, A. C. Obtenção de um copo mais sustentável: preparação e caracterização de fibras naturais e de biocompósitos. **Revista de Saúde, Meio ambiente e Sustentabilidade**, v. 14, n. 2, 2019.

Seta, F. T.; An, X.; Liu, L.; Zhang, H.; Yang, J.; Zhang, W.; Liu, H. Preparação e caracterização de nanocristais de celulose de alto rendimento (CNC) derivados de pré-tratamento em moinho de bolas e hidrólise de ácido maleico. **Polímeros de carboidratos**, v. 234, p. 115942, 2020.

Severo, L. S. Síntese e caracterização de grafeno produzido a partir da serragem de madeira. 2020.

Sharma, P. R.; Sharma, S. K.; Lindström, T.; Hsiao, B. S. Membranas Habilitadas por Nanocelulose para Purificação de Água: Perspectivas. **Advanced Sustainable Systems**, v. 4, n. 5, p. 1900114, 2020.

Shen, R.; Xue, S.; Xu, Y.; Liu, Q.; Feng, Z.; Ren, H.; Kong, F. Progresso da Pesquisa e Demanda de Desenvolvimento de Compósitos Polímeros Reforçados com Nanocelulose. **Polymers**, v. 12, n. 9, p. 2113, 2020.

Shuvo, II. Atributos de fibra e mapeamento da influência de cultivares de diferentes culturas celulósicas industriais (algodão, cânhamo, linho e canola) nas propriedades têxteis. **Bioresour. Bioprocess**, v. **7,** n.51, 2020.

Silva, A. M. B.; Serrão, N.O.;Gusmão C. G.; Takeno, M.L.; Antunes, N.T.B.; Iglauer, S.; Maia, P.J.S. Remoção de rodamina 6G de efluentes sintéticos usando vagens de Clitoria fairchildiana como biossorvente de baixo custo. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 27, n. 3, p. 2868-2880,2020.
Poletto, M.; Ornaghi, H. L.; Zattera, A. J. Native cellulose: structure, characterization and thermal properties. **Materials**, v. 7, n. 9, p. 6105-6119, 2014.

Silva, F. S.; Schulz, H. R.; Acosta, A. P.; Cardoso, G. V. Desempenho tecnológico de papéis produzidos com adição de nanofibrilas de celulose de Eucalyptus. **BIOFIX Scientific Journal**, v. 5, n. 2, p. 174-179, 2020.

Silva, J. M. **Preparação e Caracterização de Nanofibras de celulose de Jacitara (Desmoncus polyacanthos Mart.) para obtenção de compósitos poliméricos**. 2018. Tese (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais). Setor tecnológico, Universidade Federal do Paraná, Curitiba.

Silva, M. D, Oliveira, D. R. D. **A nova legislação brasileira sobre o acesso à biodiversidade (Lei 13.123 / 15 e Decreto 8.772/16)**, 2018.

Silva, R.; Haraguchi, S. K.; Muniz, E. C.; Rubira, A. F. Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos. **Química Nova**, v.32, n. 3, p. 661-671, 2009.

Silvério, F. O.; Barbosa, L. C. D. A.; Gomide, J. L.; Reis, F. P.; Piló-Veloso, D. Metodologia de extração e determinação do teor de extrativos em madeiras de eucalipto. **Revista Árvore**, v. 30, n. 6, p. 1009-1016, 2006.

Sluiter, A.; Hames, B.; Ruiz, R.; Scarlata, C.; Sluiter, J.; Templeton, D. **Procedimento analítico NREL / TP-510-42618 - Determinação de carboidratos estruturais e lignina na biomassa**. Procedimento Analítico de Laboratório, 2012.

Sluiter, A.; Hames, B.; Ruiz, R.; Scarlata, C.; Sluiter, J.; Templeton, D. **Determinação de carboidratos estruturais e lignina na biomassa**. Procedimento Analítico de Laboratório, 2008.

Song, H.; Jia, H.; Wang, Q.; Zhao, X.; Yang, G.; Zhang, M.; Ma, L. Um novo sistema ecologicamente correto para extração de celulose da palha de milho: o sistema de lacase de baixa temperatura. **Materiais**, v. 13, n. 2, p. 437, 2020.

Souza, A. G. D.; Lima, G. F.; Rodrigues, R. C.; Cesarino, I.; Leão, A. L.; Rosa, D. S. Uma nova abordagem para a conversão de biomassa lignocelulósica de eucalipto em nanoestruturas de celulose: um método que pode ser aplicado na indústria. **Journal of Natural Fibers**, p. 1-11, 2019.

Souza, A. P. S.; Jardim, M. A. G. Diversidade florística e padrões ecológicos de palmeiras da área de proteção ambiental, Ilha do Combu, Belém, Pará, Brasil. **Biota Amazônica**, v.5, n. 3, p. 8-13, 2015.

Suhas, V. K.; Carrot, P. J. M.; Singh, R.; Chaudhary, M.; Kushwaha, S. Cellulose: A review as natural, modified and activated carbon adsorbent. **Bioresource Technology**, v. 216, p. 1066–1076, 2016.

Sun, D.; Onyianta, A. J.; O'Rourke, D.; Perrin, G.; Popescu, C. M.; Saw, L. H, Dorris, M. Um processo para derivar nanofibrilas de celulose de alta qualidade de espécies invasoras de aguapé. **Celulose**, p.1-14, 2020.

Sun, X.; Mei, C.; French, A. D.; Lee, S.; Wang, Y.; Wu, Q. Surface wetting behavior of nanocellulose-based composite films. **Cellulose**, v. 25, n. 9, p. 5071-5087, 2018.

Supian, M. A. F.; Amin, K. N. M.; Jamari, S. S; Mohamad, S. Produção de nanofibras de celulose (CNF) a partir de cachos vazios (EFB) por método mecânico. Journal of Environmental Chemical Engineering, v. 8, n.1, p. 103024, 2020.

Tabar, I. B.; Zhang, X.; Youngblood, J. P.; Mosier, N. S. Produção de nanofibras de celulose usando oxidação de superfície fenólica aprimorada. **Polímeros de carboidratos**, v. 174, p. 120-127, 2017.

TAPPI.T 203 cm-99: Alfa, beta e gama-celulose em polpa. http://imisrise.tappi.org/TAPPI/Products/01/T/0104T203.aspx (2009). Acessado em 21 de julho de 2021.

TAPPI.T 204 cm-97: Extrativos solventes de madeira e celulose. http://www.tappi.org/content/sarg/t204.pdf (1997). Acessado em 21 de julho de 2021.

TAPPI.T 211 om-02: Cinzas em madeira, pasta, papel e cartão: combustão a 525 ° C. https://ipstesting.com/find-a-test/tappi-test-methods/tappi-t-211-ash-test-525c/ (2002). Acessado em 21 de julho de 2021.

TAPPI.T 222 om-22: Lignina insolúvel em ácido em madeira e celulose. http://www.tappi.org/content/SARG/T222.pdf (2002). Acessado em 21 de julho de 2021.

TAPPI.T 421 om-02: Umidade em celulose, papel e papelão. http://imisrise.tappi.org/TAPPI/Products/01/T/0104T412.aspx (2002). Acessado em 21 de julho de 2021.

Teixeira, E. D. M.; Oliveira, C. R. D.; Mattoso, L. H.; Corrêa, A. C.; Paladin, P. D. Nanofibras de algodão obtidas sob diferentes condições de hidrólise ácida. **Polímeros**, v. 20, n.4, p. 264-268, 2010.

Teodoro, A. Mercado de nanocelulose cresce de forma acentuada. Revista campo e negócios, 2020. Disponível em: < https://revistacampoenegocios.com.br/mercado-de-nanocelulose-cresce-de-forma-acentuada/>. Acesso em: 01, junho de 2021.

Tong, X.; Shen, W.; Chen, X.; Jia, M.; Roux, J. C. Preparação e análise do mecanismo de nanocristais de celulose com morfologia controlada via hidrólise enzimática composta de polpa de eucalipto. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 137, n. 9, p. 48407, 2020.

Trache, D.; Tarchoun, A.F.; Derradji, M.; Mehelli, O.; Hussin, M. H.; Bessa, W. . Fibras de celulose e nanocristais: Preparação, caracterização e modificação de superfície. **Nanomateriais InFuncionalizados i: Fabricação**, p. 171-190, 2020.

Travalini, A. P.; Prestes, E.; Pinheiro, L. A.; Demiate, I. M. Nanocelulose de elevada cristalinidade extraída da fibra do bagaço de mandioca. **O PAPEL**, v. 77, n. 1, p. 73-80, 2016.

Troy, A. R.; Ashton, P. M. S.; Larson, B.C. Protocolo para medir a abundância e o tamanho de uma liana neotropical, *Desmoncus polyacanthos* (Palmae), em relação à estrutura da floresta. **Botânica Econômica**, *n.* 51, p. 339 – 346, 1997.

Turbak, A. F.; Snyder, F. W.; Sandberg, K. R. Microfibrillated cellulose, a new cellulose product: Properties, uses, and commercial potential. J. **Appl. Polym. Sci., Appl. Polym. Symp.**, [s.l.], 1983.

Van den Bosch, S.; Koelewijn, S. F.; Renders, T.; Van den Bossche, G.; Vangeel, T.; Schutyser, W.; Sels, B. Catalytic Strategies Towards Lignin-Derived Chemicals. **Topics in current chemistry**, v.376. n.10. 2018.

Varshney, S.; MilshraI, N.; Gupta, M. K. Progresso em nanocelulose e seus compósitos à base de polímeros: uma revisão sobre processamento, caracterização e aplicações. **Polymer Composites**, 2021.

Verma, C.; Chhajed, M.; Gupta, P.; Roy, S.; Maji, P. K. Isolamento de nanocristais de celulose de diferentes resíduos de biomassa comparando sua ordenação de cristal líquido com exploração morfológica. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 175, p. 242-253, 2021.

Viana, L. V.; Muñiz, G. I. B; Magalhães, W. L. E.; Andrade, A. S; Nisgoski, S.; Potulski, D. C. Filmes Nanoestruturados Produzidos a partir de Polpa Kraft Branqueada de Pinus sp. **Floresta Ambient**, v. 26 ,n. 4, 2019.

Wada, M.; Okano, T.; Sugiyama, J. Alomorfos de celulose cristalina nativa I avaliados por dois espaçamentos d equatoriais. **Journal of Wood Science**, v. 47, n. 2, p. 124-128, 2001.

Wang, H.; Biswas, S. K.; Zhu, V.; Lu, Y.; Yue, Y.; Han, J.; Xu, X.; Wu, Q.; Xiao, H. "Hidrogéis eletrocondutores auto-curáveis baseados em nanocelulose estruturada com núcleo-casca / híbridos de nanotubos de carbono para uso como supercapacitores flexíveis" . **Nanomateriais**, v. 10, n. 1, p. 112, 2020.

Wang, J.; Xu, J.; Zhu, S.; Wu, Q.; Li, J.; Gao, Y.; Chen, K. Preparação de nanocelulose em alto rendimento via sinergia químico-mecânica. Carbohydrate Polymers, v. 251 , p. 117094, 2021.

Wang, Z.; Lee, Y. H.; Kim, S. W.; Seo, J. Y.; Lee, S. Y.; Nyholm, L. Por que dispositivos de armazenamento de energia eletroquímica à base de celulose ?. **Materiais Avançados**, p. 2000892, 2020.

Weiss, R.; Guebitz, G. M.; Pellis, A.; Nyanhongo, G. S. Aproveitando o poder das enzimas para personalizar e valorizar a lignina. **Tendências em Biotecnologia**, 2020.

Werner, K.; Pommer, L.; Broström, M. Decomposição térmica das hemiceluloses. **Journal of Analytical e Pirólise Aplicados**, v. 110, p. 130-137, 2014.

Wulandari, W. T.; Rochliadi, A.; Arcana, I. M. Nanocellulose prepared by acid hydrolysis of isolated cellulose from sugarcane bagasse. **In IOP conference series**: materials science and engineering, v. 107, n. 1, p. 012045, 2016.

Xiong, R.; Han, Y.; Wang, Y.; Zhang, W.; Zhang, X.; Lu, C. Nanopaper híbrido de celulose totalmente flexível, altamente transparente e iridescente com resistência mecânica aprimorada e superfície gravável. **Polímeros de carboidratos**, v. 1, n. 13, p. 264-271, 2014.

Xu, J. T.; Chen, X. Q.; Shen, W. H.; Li, Z. Spherical vs rod-like cellulose nanocrystals from enzymolysis: A comparative study as reinforcing agents on polyvinyl alcohol. Carbohydrate, **Polymers**, v. 256, n. 117493, 2021

Yahya, M.; Chen, Y. W.; Lee, H. V.; Hassan, W. H. W. Reutilização de biomassas lignocelulósicas e processadas selecionadas como fontes sustentáveis para a fabricação de nanocelulose via abordagem de hidrólise catalisada por Ni (II): um estudo comparativo. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 26, n. 7, p. 2825-2844, 2018.

Yan, J.; Hu, J.; Yang, R., Zhang, Z.; Zhao, W. Celulose nanofibrilada inovadora de palha de arroz como fibra alimentar para maiores benefícios à saúde, preparada por um método de produção verde e em escala. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, v. 6, n.3, p. 3481-3492, 2018.

Yao, Q.; Li, Y.; Tang, X.; Gao, J.; Wang, R.; Zhang, Y.; Ma, X. Separation of petroleum ether extracted residue of low temperature coal tar by chromatography column and structural feature of fractions by TG-FTIR and PY-GC/MS. **Fuel**, v. 245, p. 122-130, 2019.

Yihun, F. A.; Ifuku, S.; Saimoto, H.; Izawa, H.; Morimoto, M. Nanocompósitos de poli (metacrilato de metila) reforçados com nanofibras de quitina modificadas com superfície altamente transparentes e flexíveis: estudos mecânicos, térmicos e ópticos. **Polymer**, v. 197, p. 122497, 2020.

Yildirim, N .; Shaler, S. Um estudo sobre o desempenho térmico e nanomecânico de Nanomateriais de Celulose (CNs). **Materials**, v.10, n. 718, 2017.

Yu, B.; Zeng, X.; Wang, L.; Regenstein, J. M. Preparação de celulose nanofibrilada a partir de casca de toranja e sua aplicação como substituto de gordura em sorvetes. **Carbohydrate Polymers**, v. 25, n. 117415, 2021.

Yu, S.; Sun, J.; Shi, Y.; Wang, Q.; Wu, J.; Liu, J. Nanocelulose de diversos resíduos de biomassa: sua preparação e utilizações potenciais para produtos de alto valor agregado. **Ciência Ambiental e Ecotecnologia**, n. 100077, 2020.

Yu, W.; Wang, C.; Yi, Y.; Wang, H.; Yang, Y.; Zeng, L.; Tan, Z. Pré-tratamento direto de fibras de rami cru usando um solvente eutético profundo ácido para produzir nanofibrilas de celulose em alta pureza. **Celulose**, v. 28, n. 1, p. 175-188, 2021.

Zhang, K.; Su, Y.; Xiao, H. Preparação e Caracterização de Celulose Nanofibrilada de Resíduos de Bagaço de Cana por Força Mecânica. **BioResources**, v.15, n. 3, p. 6636-6647, 2020.

Zhang, Y.; Chen, J.; Zhang, L.; Zhan, P.; Liu, N.; Wu, Z. Preparação de nanocelulose a partir de madeira de choupo explodida a vapor por sonicação assistida por enzimólise. Materials **Research Express**, v. 7, n.3, p. 035010, 2020.

Zhao, D.; Zhu, Y.; Cheng, W.; Chen, W.; Wu, Y.; Yu, H. Materiais funcionais flexíveis à base de celulose para eletrônicos inteligentes emergentes. **Materiais avançados**, p. 2000619, 2020.

Zhao, Y.; Dang, W.; Lu, Z.; Deng, J.; Hao, Y.; Su, Z.; Zhang, M. Fabricação de papel composto à base de fibra de aramida mecanicamente robusto e resistente a UV, adicionando nano-TiO 2 e celulose nanofibrilada. **Celulose,** v. 25, n.7, p. 3913-3925, 2018.

Zhou, H.; Long, Y.; Meng, A.; Li, Q.; Zhang, Y. Simulação da pirólise de cinco espécies de biomassa por hemicelulose, celulose e lignina com base em curvas termogravimétricas. **Thermochimica Acta**, v. 566, p. 36-47, 2013.

Zhu, J.; Yan, C.; Zhang, X.; Yang, C.; Jiang, M.; Zhang, X. Uma plataforma sustentável de lignina: de biorecursos a materiais e suas aplicações em baterias recarregáveis e supercapacitores. **Progress in Energy and Combustion Science**, v. 76, n. 100788, 2020.