

COMUNICADO  
TÉCNICO

413

Colombo, PR  
Fevereiro, 2018

**Embrapa**

# Produção de filmes de celulose nanofibrilada

Washington Luiz Esteves Magalhães  
Francine Ceccon Claro

# Produção de filmes de celulose nanofibrilada<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Washington Luiz Esteves Magalhães, Engenheiro químico, doutor em Ciências e Engenharia de Materiais, pesquisador da Embrapa Florestas, Colombo, PR; Francine Ceccon Claro, Química, doutoranda em Engenharia e Ciência dos Materiais na Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR

A demanda por materiais sustentáveis com alta resistência mecânica vem aumentando nos últimos anos, devido a crescentes preocupações ambientais, visando a substituição de polímeros sintéticos por naturais (Carvalho et al., 2009; Wu et al., 2012). Nesse contexto, aumenta o interesse pela aplicação da nanocelulose, um biomaterial que apresenta características únicas, como alta resistência mecânica, transparência óptica, baixa toxicidade e biodegradabilidade (Wu et al., 2012; Sacui et al., 2014).

A celulose é um polissacarídeo de fórmula molecular  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , com característica fibrosa, sendo o polímero natural mais abundante na terra e que pode ser usado em várias aplicações industriais (Hoenich, 2006). A celulose é encontrada em uma ampla variedade de plantas e algas, e também pode ser obtida por meio de síntese bacteriana. Inúmeras pesquisas abordam uma vasta gama de estruturas de celulose (fibras, nanofibrilas, cristais entre outras) para diversas aplicações comerciais (Hoenich, 2006; loelovich, 2008).

Devido ao aumento da área superficial, em escala nanométrica, as nanofibrilas apresentam aspectos estruturais e físicos únicos que lhes conferem propriedades de tração, óptica, elétrica e química distintas de suas contrapartes macroscópicas (Hubbe et al., 2008; Kamel, 2007). As nanofibrilas de celulose podem ser obtidas por diversos processos mecânicos ou químicos, que abram a estrutura da fibra expondo as microfibrilas (Nechyporchuk et al., 2015).

Os nanomateriais celulósicos têm a capacidade de formar ligações de hidrogênio, criando uma rede forte e densa, e são excelentes para aplicações como barreiras (Ferrer et al., 2017).

A nanocelulose pode ser usada em diversas aplicações, tais como: reforço em polímeros, aumento da resistência mecânica de papel cartão, liberação lenta de fármacos, cosméticos, aditivos de revestimento, embalagens de alimentos, biomedicina e barreira para gases (Abdul Khalil et al., 2014).

O objetivo deste trabalho foi propor um processo de produção de filmes de nanofibrilas de celulose vegetal a partir de uma suspensão de nanocelulose obtida por desfibrilação mecânica.

## Obtenção da suspensão de nanofibrilas de celulose

As nanofibrilas de celulose foram obtidas a partir da polpa celulósica branqueada pelo método de desfibrilação mecânica em moinho coloidal Super Masscoloider Masuko Sangyo, com 1.500 rpm e 20 passes (Magalhães et al., 2017).

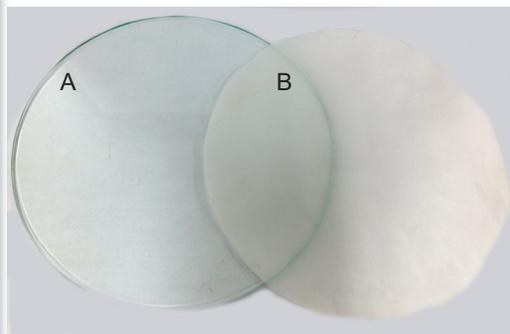
## Método para produção de filmes de nanocelulose

A massa de suspensão de nanocelulose necessária para obtenção do filme deve ser diluída em água destilada até concentração de  $3 \times 10^{-3} \text{ g mL}^{-1}$ . A mistura resultante deve ser agitada manualmente por aproximadamente 1 minuto, até completar a homogeneização. Após, filtrar em membrana de nylon (abertura de  $22 \mu\text{m}$ ) suportada em peneira de 60 Mesh (Figura 1).

Aguardar em torno de 1 hora e prensar cuidadosamente o filtrado com a sobreposição de outra membrana de nylon ( $22 \mu\text{m}$ ) e uma placa de vidro (espessura de 4 mm e com o mesmo diâmetro da peneira utilizada) (Figura 2). O peso do vidro sobre o gel ajudará a retirada do excesso de água. Em seguida, o conjunto peneira, gel de nanocelulose e placa de vidro deve ser levado à estufa a  $60 \text{ }^\circ\text{C}$  para secagem por 12 horas, conforme esquema apresentado

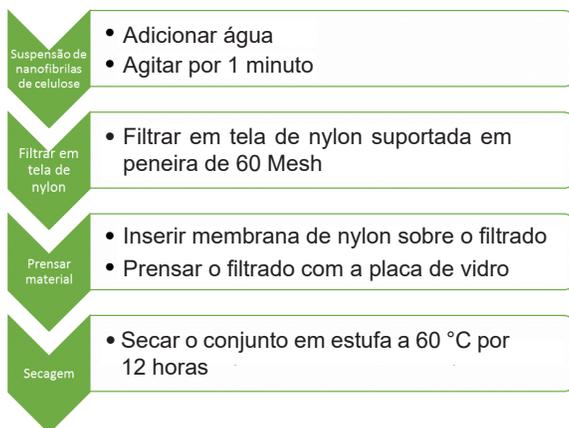


**Figura 1.** Processo de filtração em peneira e tela de nylon.



**Figura 2.** A) Placa de vidro; B) Membrana de nylon.

na Figura 3. Após 12 horas, retirar o conjunto da estufa e separar cuidadosamente o filme de nanocelulose seco entre as membranas de nylon.



**Figura 3.** Processo de obtenção do filme de nanocelulose.

## Cálculo da quantidade de celulose a ser usada em cada filme

A partir da gramatura desejada (20 a 60 g m<sup>-2</sup>), determina-se a massa de nanocelulose necessária para a produção do filme. A área de cada filme pode ser considerada como sendo a área da peneira a ser utilizada (Equação 1).

$$\text{gramatura} \left( \frac{\text{g}}{\text{m}^2} \right) = \frac{\text{massa de celulose (g)}}{\text{área da peneira (m}^2\text{)}} \quad (1)$$

A partir da massa de nanocelulose, determina-se a massa de suspensão de nanofibrilas necessária, considerando o teor de nanofibrilas da suspensão (Equação 2).

$$\text{massa de suspensão de nanocelulose (g)} = \frac{\text{massa de nanocelulose necessária (g)} \times 100 (\%)}{\text{teor de nanocelulose na suspensão} (\%)} \quad (2)$$

Ex: para um filme com gramatura 20 g m<sup>-2</sup>, uma suspensão de nanocelulose de 2% e uma peneira de área 0,0294 m<sup>2</sup>:

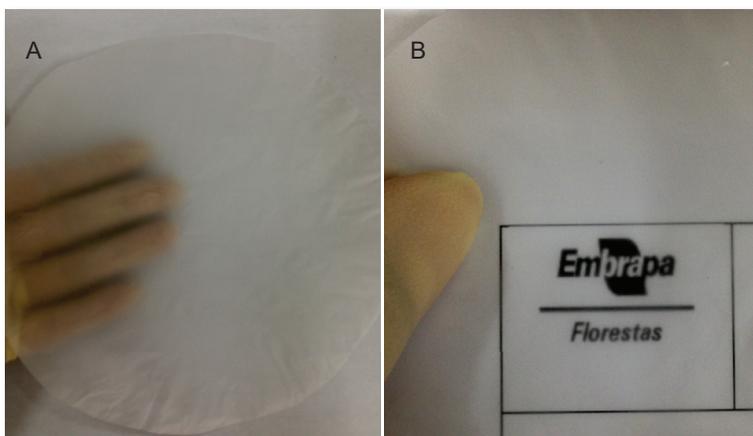
$$20 \left( \frac{\text{g}}{\text{m}^2} \right) = \frac{\text{massa de nanocelulose (g)}}{0,0294 \text{ m}^2}$$

$$\text{massa de nanocelulose} = 0,588 \text{ g}$$

$$\text{massa de suspensão de nanocelulose (g)} = \frac{0,588 \text{ g} \times 100}{2}$$

$$\text{massa de suspensão de nanocelulose} = 29,4 \text{ g}$$

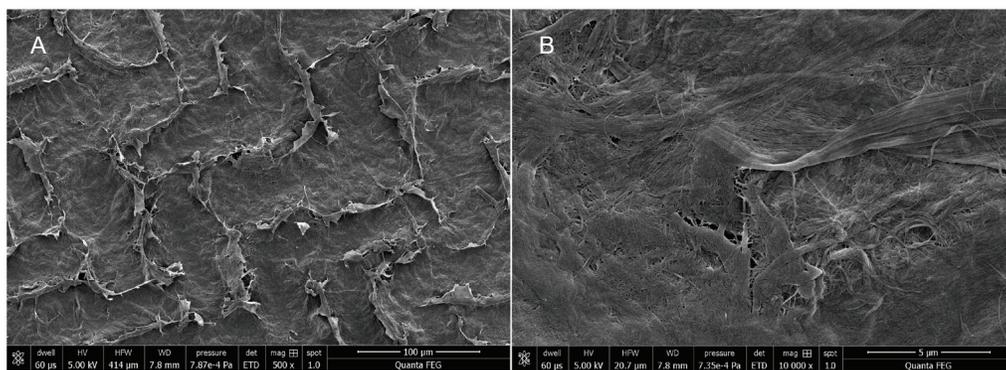
O filme resultante é homogêneo e translúcido (Figura 4), conforme também observado por diversos autores (Iwamoto et al., 2007; Wang et al., 2013). A largura das fibras e o tamanho dos poros são muito distintos, quando se compara o filme translúcido e uma folha de papel comum. O material torna-se translúcido quando as nanofibrilas de celulose estão densamente empacotadas e os interstícios entre as fibras são suficientemente pequenos a ponto de evitar o espalhamento da luz (Nogi et al., 2009).



**Figura 4.** A) Filme de nanocelulose com gramatura de 20 g m<sup>-2</sup>; B) Translucidez do filme de nanocelulose.

## Análise complementar

A morfologia das nanofibrilas nos filmes obtidos pode ser analisada pela técnica de microscopia eletrônica de varredura. Para a microscopia é necessário colocar uma pequena porção do filme sobre fita de carbono dupla-face, previamente colada sobre porta amostras (*stubs*), e recobrir com ouro. As micrografias (Figura 5) foram obtidas por microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta 450 FEG.



**Figura 5.** Micrografias do filme de nanocelulose: A) Magnificação de 500 X; B) Magnificação de 10 kX.

O filme formado apresenta superfície com morfologia impressa do filtro de nylon. Todavia, ele é compacto e não poroso, tornando-se adequado para aplicação como barreira. Não foi possível observar as fibras individuais originais da madeira. Apenas algumas fibras oriundas da adesão entre muitas nanofibrilas puderam ser observadas. No entanto, a maioria do material está densamente compactado (Figura 5), o que resulta na translucidez do filme (Nogi et al., 2009; Zhu et al., 2014).

## Conclusão

O filme de nanofibrilas de celulose formado pelo método de filtração e prensagem apresenta características de translucidez, baixa porosidade e boa resistência mecânica.

## Referências

- ABDUL KHALIL, H. P. S.; DAVOUDPOUR, Y.; ISLAM, N.; MUSTAPHA, A.; SUDESH, K.; DUNGANI, R.; JAWAID, M. Production and modification of nanofibrillated cellulose using various mechanical processes: a review. **Carbohydrate Polymers**, v. 99, p. 649-665, 2014. DOI: 10.1016/j.carbpol.2013.08.069.
- CARVALHO, W.; CANILHA, L.; FERRAZ, A.; MILAGRES, A. M. F. Uma visão sobre a estrutura, composição e biodegradação da madeira. **Química Nova**, v. 32, n. 8, p. 2191-2195, 2009. DOI: 10.1590/S0100-40422009000800033.
- FERRER, A.; PAL, L.; HUBBE, M. Nanocellulose in packaging: advances in barrier layer technologies. **Industrial Crops and Products**, v. 95, p. 574-582, 2017. DOI: 10.1016/j.indcrop.2016.11.012.
- HOENICH, N. Cellulose for medical applications: past, presente and future. **BioResources**, v. 1, n. 2, p. 270-280, 2006.
- HUBBE, M. A.; ROJAS, O. J.; LUCIA, L. A.; SAIN, M. Cellulosic nanocomposites: a review. **BioResources**, v. 3, n. 3, p. 929-980, 2008.
- IOELOVICH, M. Cellulose as a nanostructured polymer: a short review. **BioResources**, v. 3, n. 4, p. 1403-1418, 2008.
- IWAMOTO, S.; NAKAGAITO, A. N.; YANO, H. Nano-fibrillation of pulp fibers for the processing of transparent nanocomposites. **Applied Physics A: Materials Science and Processing**, v. 89, n. 2, p. 461-466, 2007. DOI: 10.1007/s00339-007-4175-6.
- KAMEL, S. Nanotechnology and its applications in lignocellulosic composites: a mini review. **Polymer Letters**, v. 1, n. 9, p. 546-575, 2007. DOI: 10.3144/expresspolymlett.2007.78.
- MAGALHÃES, W. L. E.; CLARO, F. C.; MATOS, M. de; LENGOWSKI, E. C. **Produção de nanofibrilas de celulose por desfibrilação mecânica em moinho coloidal**. Colombo: Embrapa Florestas, 2017. 5 p. (Embrapa Florestas. Comunicado técnico, 404).
- NECHYPORCHUK, O.; BELGACEM, M. N.; BRAS, J. Production of cellulose nanofibrils: a review of recent advances. **Industrial Crops and Products**, v. 93, p. 2-25, 2015. DOI: 10.1016/j.indcrop.2016.02.016.
- NOGI, M.; IWAMOTO, S.; NAKAGAITO, A. N.; YANO, H. Optically transparent nanofiber paper. **Advanced Materials**, v. 21, n. 16, p. 1595-1598, 2009. DOI: 10.1002/adma.200803174.
- SACUI, I. A.; NIEUWENDAAL, R. C.; BURNETT, D. J.; STRANICK, S. J.; JORFI, M.; WEDER, C.; FOSTER, E. J.; OLSSON, R. T.; GILMAN, J. W. Comparison of the properties of cellulose nanocrystals and cellulose nanofibrils isolated from bacteria, tunicate, and wood processed using acid, enzymatic, mechanical, and oxidative methods. **ACS Applied Materials and Interfaces**, v. 6, n. 9, p. 6127-6138, 2014. DOI: 10.1021/am500359f.
- WANG, H.; LI, D.; ZHANG, R. Preparation of ultralong cellulose nanofibers and optically transparent nanopapers derived from waste corrugated paper pulp. **Bioresources**, v. 8, n. 1, p. 1374-1384, 2013.
- WU, C. N. et al. Ultrastrong and high gas-barrier nanocellulose/clay-layered composites. **Biomacromolecules**, v. 13, n. 6, p. 1927-1932, 2012. DOI: 10.1021/bm300465d.

ZHU, H.; FANG, Z.; PRESTON, C.; LI, Y.; HU, L. Transparent paper: fabrications, properties, and device applications. **Energy & Environmental Science**, v. 7, n. 1, p. 269-287, 2014. DOI: 10.1039/C3EE43024C.

Exemplares desta edição  
podem ser adquiridos na:

**Embrapa Florestas**

Estrada da Ribeira, km 111, Guaraituba,  
Caixa Postal 319  
83411-000, Colombo, PR, Brasil  
Fone: (41) 3675-5600  
www.embrapa.br/florestas  
www.embrapa.br  
www.embrapa.br/fale-conosco/sac

**1ª edição**

Versão digital (2018)



MINISTÉRIO DA  
**AGRICULTURA, PECUÁRIA  
E ABASTECIMENTO**



Comitê Local de Publicações  
da Embrapa Florestas

Presidente

*Patrícia Póvoa de Mattos*

Vice-Presidente

*José Elidney Pinto Júnior*

Secretária-Executiva

*Neide Makiko Furukawa*

Membros

*Álvaro Figueredo dos Santos, Gizelda Maia*

*Rego, Guilherme Schnell e Schühli, Ivar*

*Wendling, Luis Cláudio Maranhão Froufe,*

*Maria Izabel Radomski, Marilice Cordeiro*

*Garrastazu, Valderés Aparecida de Sousa*

Supervisão editorial/Revisão de texto

*José Elidney Pinto Júnior*

Normalização bibliográfica

*Francisca Rasche*

Tratamento das ilustrações

*Francine Ceccon Claro*

*Neide Makiko Furukawa*

Projeto gráfico da coleção

*Carlos Eduardo Felice Barbeiro*

Editoração eletrônica

*Neide Makiko Furukawa*

Fotos (capa e texto)

*Francine Ceccon Claro*