

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS – UFAM
PRÓ REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO – PROPESP
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS E ENGENHARIA DE MATERIAIS
– PPGCEM

JULIANA DA COSTA MAURÍCIO

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCELULOSES A PARTIR DA FIBRA DE
TUCUM (*Astrocaryum Chambira* Burret.)

MANAUS – AM

2023

Universidade Federal do Amazonas – UFAM
Pró Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação – PROPESP
Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais – PPGCEM

JULIANA DA COSTA MAURÍCIO

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCELULOSES A PARTIR DA FIBRA DE
TUCUM (*Astrocaryum Chambira* Burret.)

Dissertação de Mestrado
apresentada ao Programa de Pós-
Graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais da
Universidade Federal do
Amazonas como requisito parcial
para obtenção do título de Mestre
em Ciência e Engenharia de
Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Lizandro Manzato

Manaus – AM

2023

Ficha Catalográfica

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

M455o Maurício , Juliana da Costa
Obtenção e caracterização de nanoceluloses a partir da fibra de tucum (*Astrocaryum chambira* Burret.) / Juliana da Costa Maurício . 2023
92 f.: il. color; 31 cm.

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

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

JULIANA DA COSTA MAURÍCIO

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCELULOSES A PARTIR DA FIBRA DE
TUCUM (*Astrocaryum Chambira* Burret.)

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Amazonas, sob orientação do Prof. Dr. Lizandro Manzato, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

BANCA EXAMINADORA

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

Prof. Dr. Ivanei Ferreira Pinheiro
Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP)

Prof. Dr. Marcos Marques da Silva Paula
Universidade Federal do Amazonas (UFAM)

Manaus - AM

2023

*A Deus e minha família por serem
minha base, suporte e grandes
incentivadores dos meus sonhos.*

AGRADECIMENTOS

À Deus pela vida, saúde e por ter me dado força e sabedoria para conseguir finalizar esse mestrado e superar os desafios ao longo dele.

Aos meus pais, Neiry da Costa Maurício e José Maurício da Costa Neto, a minha avó, Iraci Silva da Costa, ao meu irmão Fernando Maurício da Costa e minha cunhada Sandrielle Marágua e ao meu noivo Matheus Cortes da Silva, por sempre acreditarem em mim, no meu potencial e por me darem forças e palavras de incentivo nos momentos complicados, eles são minha base e suporte.

Aos meus tios, Sônia Maurício, Marinaldo Lopes, Mauricia Costa e Jair Bezerra por toda ajuda e palavras de incentivo durante esse ciclo.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Lizandro Manzato, por ter me dado essa oportunidade de poder desenvolver uma pesquisa no laboratório ao qual coordena, e por todo suporte prestado no decorrer desse mestrado.

A Universidade Federal do Amazonas e ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM pela oportunidade concedida.

Ao Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais – LSCN, laboratório associado ao SisNANO (Processo CNPq 442601/2019-0), pelo ambiente concedido e por toda estrutura, no qual fizeram toda a diferença para o desenvolvimento desse mestrado.

A minha amiga Me. Marcella Cortes da Silva, que foi quem me apresentou o Laboratório LSCN e por toda ajuda prestada nessa caminhada. Além disso, também gostaria de agradecer aos colegas de trabalho Me. Marcus, Me. Jéssica, Me. Maria Tereza, Me. Mateus, Dr. Xavier, Me. Wanison, Dra. Ingrity, Me. Erica, Me. Amanda e Dr. Robson por toda ajuda durante esse período do mestrado e pelos momentos de descontração, com certeza, fizeram o diferencial para tornar essa caminhada mais leve.

Ao técnico William por todo suporte prestado no laboratório.

A todos os professores do programa pela disponibilização e pela ministração das aulas e todo conhecimento compartilhado.

Ao 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 Técnica Jéssica e ao Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos da Universidade do Estado do Amazonas – CMABio, da Universidade Estadual do

Amazonas, pelo serviço prestado para realização da caracterização de Microscopia Eletrônica de Varredura das amostras in natura e da celulose.

RESUMO

As fibras de Tucum são bastante utilizadas e conhecidas por famílias das comunidades indígenas do Amazonas, embora seja muito empregada na utilização de artesanato, ainda há pouca informação sobre a potencialidade dessa fibra. Sendo assim, esse estudo apresentou de forma inédita as propriedades do Tucum (*Astrocaryum chambira* Burret.) como fonte para a obtenção de nanocelulose. A parte vegetal utilizada foi o caule, sendo analisado primeiramente a composição química em percentual de celulose (66,77%), hemicelulose (14,21%) pertencentes à holocelulose (81,00%), teor de umidade (5,92%), cinzas (2,94%), extrativos (3,93%) e lignina (11,47%). A partir desses teores, pôde-se confirmar que essa fibra foi propícia para a polpação. A extração de celulose foi realizada pelo processo de mercerização e o produto dessa extração foi utilizado para obtenção de nanocristais de celulose, por meio da hidrólise ácida com ácido sulfúrico a 64% e, para a obtenção das nanofibrilas de celulose, no qual foi utilizado o processo de desfibrilação mecânica através do moinho desfibrilador Super Mass Colloider. Após isso, os materiais resultantes foram liofilizados para caracterização. As amostras de Tucum *in natura* e da celulose foram caracterizadas pelas técnicas de difração de raios x, infravermelho com transformada de Fourier, análises termogravimétricas e microscopia eletrônica de varredura. Os materiais resultantes da hidrólise ácida e do tratamento mecânico foram nanocristais e micro/nanofibrilas de celulose, respectivamente, no qual, foram caracterizados pelas mesmas técnicas mencionadas, com exceção da microscopia eletrônica de varredura e incluindo espalhamento dinâmico de luz e microscopia de força atômica. O índice de cristalinidade para os nanocristais foi de 66,79% e para as micro/nanofibrilas 43,95%. Nas imagens topográficas da Microscopia de Força Atômica foi possível observar que os nanocristais apresentaram uma estrutura similar a uma agulha. Já as micro/nanofibrilas, por se obter um material híbrido, as suspensões de celulose microfibrilada são normalmente heterogêneas com partículas de diâmetro irregular, alterando entre escalas micrométrica e nanométrica. Na análise de espalhamento dinâmico de luz referente as micro/nanofibrilas teve como ponto ótimo o ciclo 10, com uma maior frequência em torno de 11 – 13 nm, e com uma maior concentração das partículas em nanoescala. Desse modo, devido a pesquisas em buscas de novas fontes de biomassa, esse trabalho poderá possibilitar novas descobertas.

Palavras-chave: Lignocelulose, Celulose, Mercerização, Tratamento mecânico, Celulose nanocristalina, Celulose nanofibrilada.

ABSTRACT

Tucum fibers are widely used and known by families of indigenous communities in the Amazon, although it is widely used in handicrafts, there is still little information about the potential of this fiber. Therefore, this study presented, in an unprecedented way, the properties of Tucum (*Astrocaryum chambira* Burret.) as a source for obtaining nanocellulose. The plant part used was the stem, being analyzed firstly the chemical composition in percentage of cellulose (66.77%), hemicellulose (14.21%) belonging to holocellulose (81.00%), moisture content (5.92%), ash (2.94%), extractives (3.93%) and lignin (11.47%). Based on these contents, it was possible to confirm that this fiber was suitable for pulping. The cellulose extraction was carried out by the mercerization process and the product of this extraction was used to obtain cellulose nanocrystals, through acid hydrolysis with sulfuric acid at 64% and, to obtain cellulose nanofibrils, in which the mechanical defibrillation process using the Super Mass Colloder defibrillator mill. After that, the resulting materials were lyophilized for characterization. Tucum in natura and cellulose samples were characterized by X-ray diffraction, Fourier transform infrared, thermogravimetric analysis and scanning electron microscopy. The materials resulting from acid hydrolysis and mechanical treatment were cellulose nanocrystals and micro/nanofibrils, respectively, in which they were characterized by the same techniques mentioned, with the exception of scanning electron microscopy and including dynamic light scattering and atomic force microscopy. The crystallinity index for nanocrystals was 66.79% and for micro/nanofibrils 43.95%. In the topographic images of the Atomic Force Microscopy it was possible to observe that the nanocrystals presented a structure similar to a needle. As for micro/nanofibrils, as a hybrid material is obtained, suspensions of microfibrillated cellulose are normally heterogeneous with particles of irregular diameter, varying between micrometric and nanometric scales. In the analysis of dynamic light scattering referring to micro/nanofibrils, cycle 10 was the optimal point, with a higher frequency around 11 – 13 nm, and with a higher concentration of nanoscale particles. Thus, due to research in search of new sources of biomass, this work may enable new discoveries.

Keywords: Lignocellulose, Cellulose, Mercerization, Mechanical treatment, Nanocrystalline cellulose, Nanofibrillated cellulose.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Palmeira tucum (<i>Astrocaryum chambira</i> Burret.): a) folhas e frutos; b) tronco com espinhos; c) Anatomia da folha de palmeira.	20
Figura 2 - Modelo da estrutura de uma fibra vegetal e seus componentes.....	22
Figura 3 - Os três principais monômeros de monolignol e suas respectivas estruturas no polímero de lignina: (a) álcool p-Coumaril (unidade 4 – p-Hidroxifenil); (b) álcool Coniferílico (unidade Guaiacil); (c) álcool Sinapílico (unidade Siringil).	23
Figura 4 - Estrutura da hemicelulose juntamente com alguns grupos de açúcares.	24
Figura 5 - Intramolecular (----) e intermoleculares (----) redes de ligações de hidrogênio na estrutura da celulose.	26
Figura 6 - Fluxograma dos processos realizados para obtenção de celulose e nanoceluloses.	40
Figura 7 - Preparo do material (tucum).	40
Figura 8 - (A) Estufa modelo CienlaB; (B) Fibras de Tucum.	41
Figura 9 - (A) Forno mufla modelo GP Científica; (B) fibras de tucum antes de calcinar.	42
Figura 10 - Procedimento para retirada de extrativos da fibra de Tucum.	43
Figura 11 - Procedimento para retirada da lignina na fibra de Tucum.	44
Figura 12 – Holocelulose do Tucum.	45
Figura 13 – Alfacelulose do Tucum.	46
Figura 14 - Celulose Tucum.	47
Figura 15 - Etapas do processo de obtenção dos CNCs por hidrólise ácida: A) Processo de hidrólise ácida; B) Solução após adicionar água destilada gelada para cessar a reação; C) Material após sonicação; D) e E) Material após centrifugação; F) Material em diálise; G) Material após diálise; H) Material liofilizado.....	48
Figura 16 - Etapas do processo de obtenção das CNFs por moagem de discos: A) e B) Processo de passagem do material pelo moinho; C) Recolhimento do material após a passagem; D) Amostras coletadas dos ciclos (0, 5, 10, 15 e 20).	49
Figura 17 - Espalhamento de luz dinâmico dos ciclos das micro/nanofibrilas (5, 10, 15 e 20).	55
Figura 18 - Espalhamento de luz dinâmico dos CNCs.	56
Figura 19 - Espectros das amostras: fibra in natura, celulose, CNCs e micro/nanofibrilas do Tucum.	56
Figura 20 - Difração de Raios-X das amostras da fibra in natura, celulose, CNCs e das micro/nanofibrilas do Tucum.	58

Figura 21 - Difração de Raios-X das amostras coletadas dos ciclos das micro/nanofibrilas (0, 5, 10, 15 e 20).	60
Figura 22 - (A) TGA e DrTGA da amostra <i>in natura</i> de tucum; (B) TGA e DrTGA da Celulose.	61
Figura 23 - (A) TGA e DrTGA das Micro/Nanofibrilas; (B) TGA e DrTGA dos CNCs.	61
Figura 24 - Imagens da microscopia eletrônica de varredura da fibra <i>in natura</i> de Tucum.	65
Figura 25 - Imagens da microscopia eletrônica de varredura da celulose do Tucum.	66
Figura 26 - Imagens AFM dos CNC's obtidos a partir do Tucum.	67
Figura 27 - Análise de distribuição do diâmetro dos CNCs.	67
Figura 28 - Imagens AFM das micro/nanofibrilas obtidas a partir do Tucum.	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Representação da composição química da fibra de Tucum.	52
Tabela 2 - Bandas de Infravermelho definidas para material fibroso do tucum (Astrocaryum chambira Burret.), da celulose, dos CNCs e das micro/nanofibrilas.	57
Tabela 3 - Dados das curvas TG/DTG da fibra de tucum in natura e sua celulose.	62
Tabela 4 - Respectivas perdas de massa do material in natura, celulose, CNCs e micro/nanofibrilas.	64

LISTA DE SÍMBOLOS, ABREVIACÕES E NOMENCLATURAS

% – Porcentagem

DRX – Difração de raios X

FTIR – Infravermelho com Transformada de Fourier

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

TGA - Termogravimetria

DTG – Termogravimetria derivada

AFM – Microscopia de Força Atômica

DLS – Espalhamento de Luz Dinâmico

CNC – Nanocristais de Celulose

CNF – Nanofibrilas de Celulose

NaOH - Hidróxido de sódio

nm – Nanômetros

µm – Microns

RPM – Rotações por minuto

H₂SO₄ – Ácido Sulfúrico

C₂H₆O – Álcool Etilico

CH₃COCH₃ – Acetona

C₃H₄O₂- Ácido Acético Glacial

NaClO₂ – Clorito de Sódio

NaClO - Hipoclorito de Sódio

mL – Mililitros

°C – Graus Celsius

g – gramas

h – hora

Kv – Kilovolt

mA – Miliampere

Cu – Cobre

min. – minuto

mg – miligrama

mm – milímetro

N – Newton

kHz- Quilohertz

μL – Microlitros

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	17
2. OBJETIVOS.....	19
2.1. Geral.....	19
2.2 Específicos	19
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	20
3.1 Fibras lignocelulósicas	20
3.2 Tucum.....	20
3.3 Estrutura das Fibras	21
3.4 Lignina.....	23
3.5 Hemicelulose	24
3.6 Celulose	24
3.7 Nanocelulose	26
3.8 Nanocristais de Celulose	27
3.8.1 Métodos de extração dos nanocristais de celulose	28
3.9 Nanofibrilas de Celulose	33
3.9.1 Métodos de extração de nanofibrilas de celulose	34
4. MATERIAIS E MÉTODOS	39
4.1 Matéria-prima	39
4.2 Etapas do Processo	40
4.3 Preparo do Material	40
4.4 Caracterização Química.....	41
4.4.1 Teor de umidade	41
4.4.2 Teor de Cinzas	41
4.4.3 Teor de Extrativos	42
4.4.4 Teor de Lignina	43
4.4.5 Teor de Holocelulose.....	44

4.4.6 Teor de Alfacelulose.....	45
4.5 Extração de celulose	46
4.6 Obtenção de nanocristais de celulose (CNCs).....	47
4.7 Obtenção de nanofibrilas de celulose (CNFs)	48
4.8 Caracterização das amostras	49
4.8.1 Espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)	49
4.8.2 Difração de raios X (DRX).....	50
4.8.3 Análise termogravimétrica (TG)	50
4.8.4 Espalhamento de Luz Dinâmico (DLS).....	50
4.8.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	50
4.8.6 Microscopia de força atômica (AFM)	51
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
5.1 Caracterização Química das Fibras de Tucum	52
5.2 Espalhamento de Luz Dinâmico (DLS).....	54
5.3 Espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)	56
5.4 Difração de Raios-X (DRX)	58
5.5 Análise termogravimétrica (TGA e DrTGA)	61
5.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	64
5.7. Microscopia de Força Atômica (AFM)	66
6. CONCLUSÃO	69
7. TRABALHOS FUTUROS.....	70
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	71

1. INTRODUÇÃO

A busca por materiais naturais com o intuito de minimizar os impactos ambientais causados por materiais poluentes, tem estimulado pesquisadores a buscar alternativas que visem solucionar tais problemas. Com isso, têm-se um maior interesse por materiais de fontes renováveis, como as fibras lignocelulósicas. Além de ser um recurso abundante em todos os países, as fibras vegetais são matérias-primas de baixo custo e renováveis (BARTOS *et al.*, 2020; RANGAPPA *et al.*, 2022).

No Brasil, existem diferentes espécies, tornando o país um grande fornecedor de recursos naturais. É um dos maiores fabricantes de celulose do mundo, no ano de 2016 ocorreu atribuição de 6,2% do produto interno bruto ao campo de plantação das árvores, sendo o órgão principal responsável por este resultado, o setor de celulose e papel (PADOVANI, M. P.; FERREIRA, 2020).

As fibras que são oriundas de recursos naturais, assim como plantas ou outras espécies vivas, são conhecidas como fibras naturais. As fibras naturais possuem extrema importância, principalmente para a criação de compósitos ‘verdes’ biodegradáveis, que são materiais promissores para a solução dos problemas ambientais que são enfrentados atualmente (RANGAPPA *et al.*, 2022).

As fibras lignocelulósicas são formadas por três constituintes principais, celulose, hemicelulose e lignina, juntamente com outros constituintes presentes em quantidades menores (LOBO *et al.*, 2021). A celulose é um biopolímero empregada na produção de papel, agente de reforço em materiais compósitos, também é utilizada na indústria de fármacos e na fabricação de biocombustíveis (PEREIRA; ANJOS; MAGNAGO, 2019).

A celulose na forma de nanoestruturas (nanocelulose) foi considerado um dos materiais verdes mais promissores dos tempos atuais. Os materiais a base de nanocelulose estão ganhando cada vez mais força devido às suas excelentes propriedades, compatibilidade com diversos outros produtos, boas propriedades mecânicas e elevada razão de aspecto (TRACHE *et al.*, 2020). Com isso, existe uma grande utilização da nanotecnologia que compreende métodos, produtos e materiais na escala nanométrica, que variam de 1 a 100 nanômetros. Quando se utiliza esse tipo de escala, ocorre uma maior interação superfície/volume, esse caso possibilita ao material mais átomos em sua superfície que no

interior. Dessa forma, o material apresenta propriedades únicas, que não apresentaria se estivesse na escala micro (DA SILVA, F. S. *et al.*, 2020; SILVA, J. M., 2018). Esse tipo de escala é bastante utilizado em materiais compósitos, ocorrendo por meio de nanocristais de celulose (CNCs) ou nanofibrilas de celulose (CNFs) (VIANA *et al.*, 2019).

Posto isto, o material vegetal utilizado na presente dissertação, é o tucum (*Astrocaryum chambira* Burret.), palmeira pertencente à família Arecaceae (=Palmae). Na comunidade “Céu do Juruá” localizada na região Amazônica, essa palmeira é conhecida como “Tucum”, logo, suas fibras como “fibras de Tucum” (DE ANDRADE PENNAS *et al.*, 2020; DE OLIVEIRA; NETO; DA SILVA, 2018). Além de ser uma palmeira conhecida pelos povos dessa região, ela também possui um papel importante, pois é empregada para a confecção de artesanatos e outros produtos, mediante técnicas tradicionais de manipulação (DE ANDRADE PENNAS *et al.*, 2020), porém existem poucas informações concretas a respeito desse material.

Na literatura é possível encontrar estudos acadêmicos relacionados a caracterização da fibra foliar e fio artesanal de tucum da Amazônia (*Astrocaryum chambira* Burret) e também alguns estudos realizados com fibras do gênero *Astrocaryum*, constatando que esse material é promissor para a extração de celulose e posterior obtenção de nanoceluloses (DE ANDRADE PENNAS *et al.*, 2020; DOS SANTOS CARNEIRO DA CUNHA *et al.*, 2021).

Nessa circunstância, a presente pesquisa teve como propósito o estudo da fibra de tucum, visto que, ainda existem poucos estudos relacionadas a esse material, e dentro desses estudos não se encontram trabalhos relacionados a obtenção de nanocelulose. Além disso, o Tucum é um material promissor para essa extração, devido ao seu baixo teor de lignina em relação a outras fibras que possuem teores bem mais altos. Sendo assim, fez-se a investigação da composição química, extração/caracterização da celulose e obtenção/caracterização das nanoceluloses.

2. OBJETIVOS

2.1. Geral

Extrair e caracterizar nanoceluloses a partir das fibras de tucum (*Astrocaryum chambira Burret.*).

2.2 Específicos

Extrair celulose da fibra de tucum, através da técnica de mercerização e caracterizá-la;

Caracterizar as fibras de tucum e sua respectiva celulose, através das técnicas de DRX, FTIR, TG/ DTG e MEV;

Obter e caracterizar CNCs por meio da hidrólise ácida e através das técnicas de AFM, FTIR, DRX, TG/DTG e DLS.

Obter e caracterizar CNFs através da desfibrilação mecânica em moinho desfibrilador Super Mass Colloider e por meio das técnicas AFM, FTIR, DRX, TG/DTG e DLS.

Avaliar a morfologia, grupos funcionais, estabilidade térmica, tamanho médio e cristalinidade dos nanocristais e das nanofibrilas obtidas.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Fibras lignocelulósicas

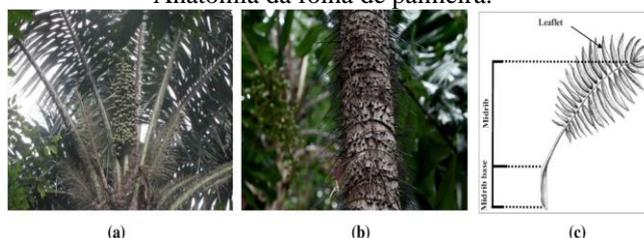
As fibras lignocelulósicas são consideradas uma das fontes naturais mais estudadas pelos pesquisadores. Essas fibras possuem vantagens importantes, como biodegradabilidade, abundância e dispõem de grandes qualidades técnicas. Com isso, suas propriedades mecânicas significativas e sua pouca densidade fazem com que essas fibras se tornem um material promissor para substituição das fibras sintéticas (OUSHABI, 2019).

As fibras lignocelulósicas fazem parte dos materiais de maior fonte de recursos renováveis e disponíveis no mundo todo. Normalmente, os materiais lignocelulósicos são formados celulose (variando em peso de 35-55%, lignina (variando em peso 10-25%) e hemicelulose (20-40% em peso). Além desses principais constituintes, a fibra também é composta de extrativos, cinzas e minerais (ALIAS *et al.*, 2021).

3.2 Tucum

A palmeira *Astrocaryum chambira* é largamente distribuída na Orinoquia e na Amazônia colombiana, venezuelana, peruana e brasileira (BERNAL R, 2015). É uma palmeira bastante alta com aproximadamente 20 m de altura e 40 cm de diâmetro, possui caule solitário, e é coberta por espinhos pretos de até 20 cm de comprimento. Os frutos possuem formatos ovais de 5 a 7 cm de comprimento e 4 a 5 cm de diâmetro, com coloração amarelo-esverdeado portando também pequenos espinhos. Essa palmeira produz flores no período de agosto a outubro e os frutos costumam amadurecer entre março e maio. Cada palmeira possui um alto número de frutos que podem ser encontrados em uma única planta (GARCÍA *et al.*, 2016; LÓPEZ CAMACHO, 2006). Essa palmeira é bastante utilizada para gerar produtos para o comércio no Noroeste da América do Sul e, com isso, a procura pela fibra tem aumentado por parte de comunidades ribeirinhas, com o objetivo de desenvolver artesanatos (BROKAMP *et al.*, 2011; GARCÍA *et al.*, 2015).

Figura 1 - Palmeira tucum (*Astrocaryum chambira* Burret.): a) folhas e frutos; b) tronco com espinhos; c) Anatomia da folha de palmeira.



Fonte: (DE ANDRADE PENNAS *et al.*, 2020)

No Brasil, a palmeira *Astrocaryum chambira* é também denominada como “Tucum”. Esta palmeira também possui outros nomes, como: “corombolo” ou “palm-coco” (Colômbia), “chambira” ou “coco” (Equador) e “chambira” (Peru) (KAHN, 2008). O gênero *Astrocaryum* alcança cerca de 40 espécies que são divididas normalmente entre a América do Sul e Central. Assim como outra espécie de *Arecaceae* possui importância econômica nas áreas em que habita (DRANSFIELD *et al.*, 2008).

Vários gêneros de *Astrocaryum* apresentam frutas e fibras comestíveis que podem ser retiradas das folhas (fig. 1. a). A espécie varia de palmeiras maiores a outras menores, mas todas com espinhos em seu tronco (fig. 1. b) (KAHN, 2008).

Essa espécie de palmeira é considerada uma das mais importantes para as comunidades indígenas que moram na região Amazônica. Nos últimos anos, vários produtos que foram confeccionados a partir dos talos de tucum, ganharam aceitação no comércio de artesanatos, resultando em uma fonte de renda para muitas famílias. As fibras e os caules dessa palmeira são empregados na produção de uma grande variedade de produtos, como: redes de pesca, cordas para amarração de canoas, bolsas, chapéus, além de enfeites femininos. Apesar dessa fibra ser bastante conhecida na Amazônia colombiana, apenas nos últimos anos foi inserida nas grandes feiras de artesanato de Bogotá (DE ANDRADE PENNAS *et al.*, 2020; DUARTE *et al.*, 2012). Além disso, os talos das folhas passaram a ser uma fonte potencial de fibra vegetal.

3.3 Estrutura das Fibras

As fibras são formadas por agrupamentos de filamentos, e são consideradas polímeros, entretanto sua especificação depende da polimerização. As fibras possuem duas classificações, sendo elas: químicas ou naturais (DINIZ *et al.*, 2020). Com isso, as químicas também possuem classificações, como: sintéticas e artificiais.

As sintéticas são produzidas industrialmente a partir de materiais químicos, como por exemplo, o poliéster. As artificiais também são produzidas industrialmente, no entanto, são formadas a partir de materiais de origem vegetal, como por exemplo a viscose.

Já as fibras naturais possuem três grupos diferentes, tendo como importância sua origem na natureza (DINIZ *et al.*, 2020)

I. Origem mineral: materiais provenientes das rochas, como por exemplo o amianto.

II. Origem animal ou proteicas: materiais oriundos de componentes básicos das fibras de origem animal, como a proteína. Tenho como exemplo a lã o tipo de material utilizado.

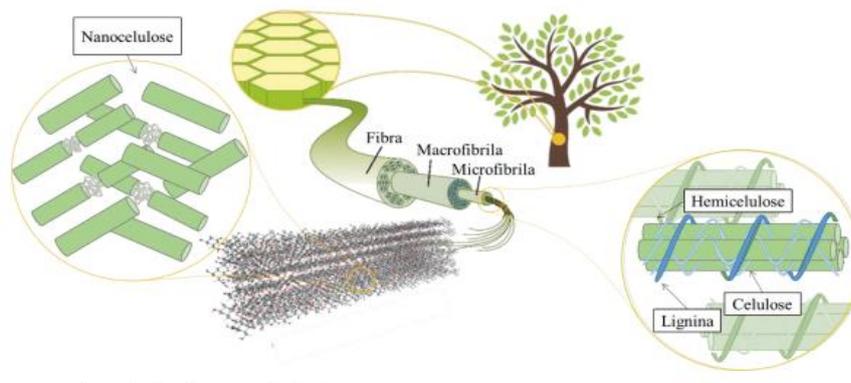
III. Origem vegetal ou celulósicas: materiais oriundos de componentes básicos das fibras de origem vegetal, como por exemplo a celulose. Alguns exemplos de fibras utilizadas, são: bambu, abacaxi, coco, algodão, entre outras.

As fibras vegetais são divididas em sete grupos, sendo essas fibras de: gramínea, folhas, caule, fruto, semente, raiz e madeira (DINIZ *et al.*, 2020).

As fibras vegetais lignocelulósicas são formadas principalmente por três polímeros: celulose, hemicelulose e lignina. Esses polímeros são constituídos por ligações de hidrogênio e ligações covalentes. São moléculas importantes pois compõem as paredes celulares das plantas (BORGES; GIGLIOLLI, 2020).

As características que os materiais vegetais possuem são o resultado da composição química e da microestrutura morfológica que apresentam. Na parede vegetal desses materiais há o desenvolvimento de um complexo no qual as hemiceluloses ficam presentes entre as microfibrilas de celulose, e esse conjunto é revestido pela lignina, conforme mostra a figura 2 (FURTADO *et al.*, 2020; JABBAR, 2017).

Figura 2 - Modelo da estrutura de uma fibra vegetal e seus componentes.

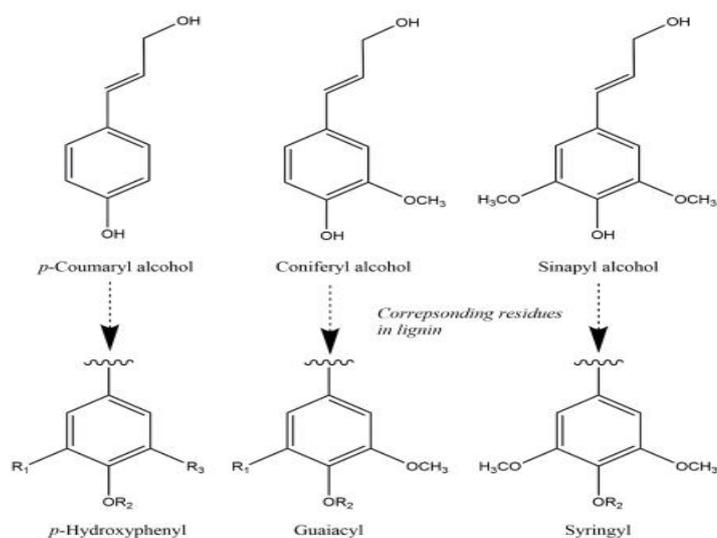


Fonte: Adaptado de Klemm *et al.* (2018)

3.4 Lignina

A lignina é um dos elementos fundamentais que compõem a biomassa lignocelulósica, envolvendo cerca de 15-40% da biomassa do material vegetal (BERTELLA; LUTERBACHER, 2020; GARLAPATI *et al.*, 2020). É formada por meio da polimerização oxidativa dos três fundamentais álcoois p-hidroxicinâmicos, conceituados como monolignóis, são eles: álcool p-cumarílico (tipo H), álcool coniferílico (tipo G) e álcool sinapílico (tipo S), que possuem unidades monoméricas, tais como: guaiacila, siringila e p-hidroxilfenila, respectivamente (DEL RÍO *et al.*, 2020).

Figura 3 - Os três principais monômeros de monolignol e suas respectivas estruturas no polímero de lignina: (a) álcool p-Coumaril (unidade 4 – p-Hidroxifenil); (b) álcool Coniferílico (unidade Guaiacil); (c) álcool Sinapílico (unidade Siringil).



Fonte: (BENGTSSON, 2019)

Essas substâncias são encontradas em especial na parede celular dos materiais vegetais, na qual possuem a função estrutural e de resistência, sendo considerada o principal recurso renovável de compostos aromáticos (LAURICHESSE; AVÉROUS, 2014).

Esse polímero é considerado de baixo custo, sustentável, com aplicações em biorrefinarias, sendo internamente relacionada à aplicação de derivados da biomassa, como materiais lignocelulósicos, para aproveitamento energético, combustíveis para transporte e matriz para a formação de várias substâncias químicas. Como as atuais tendências tecnológicas tendem para intensidades de energia e matérias-primas aproveitáveis, opções menos poluentes e diminuindo a dependência de fontes fósseis, começam a ganhar destaque no cenário atual (SOUTO; CALADO; PEREIRA JUNIOR, 2015).

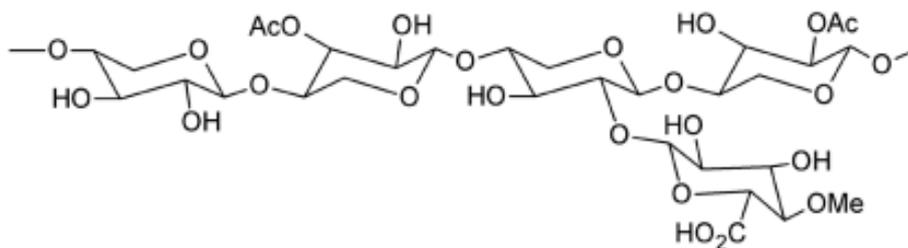
3.5 Hemicelulose

O termo hemicelulose foi comentado primeiramente por Schulze (SCHULZE, 1981) e tem sido bastante empregado para conceituar polissacarídeos que podem ser extraídos de fibras lignocelulósicas por meio de álcali diluído e são capazes de serem hidrolisados por ácidos diluídos. A porcentagem de hemicelulose em fibras lignocelulósicas normalmente está em torno de 15-35% (CHANDEL *et al.*, 2018).

Esse polissacarídeo é classificado como uma das regiões amorfas presentes nas fibras lignocelulósicas. As hemiceluloses possuem uma estrutura múltipla e formadas por vários derivados de pentoses (arabinose e xilose), hexoses (galactose, fucose, glicose, manose e ramnose) e ácido glicólico (ácido de fermentação de glicose, metil-glicose e ácido galacturônico). Os dois fundamentais tipos de unidades de açúcar encontrados nas hemiceluloses são as xilanas e glucomananas. A hemicelulose se liga à celulose por meio de ligações de Van der Waals e ligações de hidrogênio, ao passo que com a lignina cria uma estrutura resistente e reticulada (HERBAUT *et al.*, 2018; SANTOS *et al.*, 2018).

Com isso, as hemiceluloses executam uma função crucial na estrutura da parede celular, introduzindo-se a celulose e a lignina. As hemiceluloses podem ser retiradas da fibra por meio de pré-tratamento com álcali, ácido diluído, explosão de vapor, entre outros processos (HERBAUT *et al.*, 2018; SANTOS *et al.*, 2018).

Figura 4 - Estrutura da hemicelulose juntamente com alguns grupos de açúcares.



Fonte: (MELO, 2014)

3.6 Celulose

A celulose é um recurso renovável importante para ser utilizada em vários ramos industriais, tais como: têxteis, papel e celulose. Por ser o polímero mais abundante, o nosso planeta produz mais de mil toneladas por ano (RAJINIPRIYA *et al.*, 2018; RANA; FROLLINI; THAKUR, 2021). O imenso interesse por esse recurso é devido a sua

abundância, biodegradabilidade, alta capacidade de alteração química e afinidade com sistemas biológicos (RAJINIPRIYA *et al.*, 2018).

Geralmente, a celulose e outros componentes não celulósicos atuam como segmentos de construção das fibras vegetais. A celulose é a parte predominante dessas fibras e é capaz de ser extraída naturalmente, podendo compreender por volta de 30% do material vegetal. É um biopolímero de extrema abundância, sendo considerado o de maior quantidade presente na terra (BARRAGÁN *et al.*, 2019).

Esse polímero é classificado como um polissacarídeo semicristalino, contendo cadeias lineares na sua composição, essas cadeias são formadas por “celobiose” (unidades de repetição) conectadas por ligações tipo β -1-4 glicosídicas, proporcionando a cristalinidade da celulose. Na celulose essa cristalinidade constitui até 80% de regiões cristalinas (FURTADO *et al.*, 2020; POLETTTO, 2020; SEO *et al.*, 2019).

As áreas cristalinas da celulose são capazes de alterar o sentido molecular e a cadeia de ligações de hidrogênio que a constituem, essa alteração forma os polimorfos de celulose, sendo assim, existem quatro tipos: I, II, III e IV (GONG *et al.*, 2017; HERNÁNDEZ-VARELA *et al.*, 2021).

A celulose tipo I é natural e identificada principalmente na parede celular de materiais vegetais, contendo dois segmentos amorfos, sendo eles: I_{α} e I_{β} . Esses segmentos possuem célula unitária triclinica e monoclinica, respectivamente (HERNÁNDEZ-VARELA *et al.*, 2021).

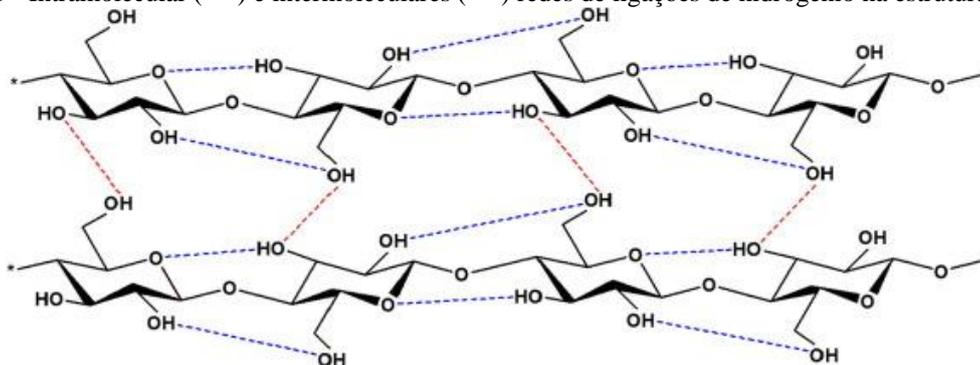
A celulose tipo II pode ser alcançada por meio de regeneração química ou pelo tratamento de mercerização da celulose tipo I. Encontra-se em aspecto antiparalelo, e contém célula unitária monoclinica. Em relação à estabilidade, a celulose tipo II é considerada mais estável que os outros tipos (GONG *et al.*, 2017).

A celulose tipo III pode ser desenvolvida através da celulose I ou II por meio de exposição à amônia ou a diversas aminas. Já a celulose tipo IV é alcançada através de tratamentos térmicos no material (GONG *et al.*, 2017; SUHAS *et al.*, 2016).

Com isso, a celulose tem um vasto campo de aplicações. Além de ser empregada na fabricação de biocombustíveis, a celulose é utilizada também na indústria alimentícia, na produção de fibras, na indústria de cosméticos, madeira, filmes, papel, plásticos, adesivos,

agentes gelificantes, tintas para impressão, coberturas e nano materiais (GUERRIERO *et al.*, 2016).

Figura 5 - Intramolecular (----) e intermoleculares (---) redes de ligações de hidrogênio na estrutura da celulose.



Fonte: (PHANTHONG *et al.*, 2018)

3.7 Nanocelulose

Atualmente, a utilização de materiais verdes, de caráter renovável e sustentável têm ganhado grande importância para a produção de diversos produtos de alto valor e que não causam grandes problemas a natureza (KARGARZADEH, Hanieh *et al.*, 2018; OKSMAN *et al.*, 2014; PANDEY *et al.*, 2015; THAKUR; THAKUR, 2015).

Nesse sentido, a celulose, amido, alginato, quitosana, quitina e gelatina são materiais promissores em relação a disponibilidade abundante em vários recursos (TRACHE, 2018). Dentre estes, a celulose é o mais abundante adquirido da biosfera e é encontrada em plantas, algas, tunicados e algumas bactérias (TRACHE *et al.*, 2016; VAZQUEZ *et al.*, 2015). Esse polímero conhecido por sua fonte inesgotável de matéria-prima, tem possibilidade de ser transformado e funcionalizado com vários usos industriais que estão disponíveis (MOKHENA; JOHN, 2020; MOOHAN *et al.*, 2020; TRACHE *et al.*, 2020).

Além disso, o benefício da celulose pode ser ampliado no momento em que as cadeias de celulose são agrupadas, formando regiões muito ordenadas que são capazes de ser posteriormente isoladas como nanopartículas, denominadas nano materiais de celulose ou nanoceluloses, apontadas como uma classe produtiva de materiais futurísticos (FOSTER *et al.*, 2018) em razão das suas propriedades físico-químicas.

A nanocelulose há alguns anos vem sendo bastante estudada, porém tem conquistado seu espaço em diversas aplicações somente nas últimas décadas e como resultado dessa inovação muitos materiais foram desenvolvidos e produtos de características relevantes objetivando aplicações industriais (MORAES *et al.*, 2016).

A procura por materiais sustentáveis com elevada resistência mecânica vem se expandindo desde os últimos tempos. Um grande incentivo para isso é a crescente preocupação com o meio ambiente, objetivando a reposição de polímeros sintéticos por naturais. Nessa circunstância, se amplia o interesse pelo emprego da nanocelulose, um biopolímero que possui excelentes propriedades, como alta resistência mecânica intrínseca, leveza, pouca toxicidade, transparência óptica e biodegradabilidade (MACHADO *et al.*, 2014; MAGALHÃES, W.L.E.; CLARO, 2018).

Com isso, em razão das suas propriedades, a nanocelulose está sendo empregada como carga de reforço em compósitos, na produção de embalagens (KARGARZADEH, H. *et al.*, 2018) na biomedicina, na indústria de papel, em processos de química analítica (RUIZ-PALOMERO; SORIANO; VALC, 2017) no setor automotivo, aeroespacial e eletrônico, como também em fármacos (LIN; DUFRESNE, 2014), refinarias (GONZÁLEZ-GARCÍA *et al.*, 2016) e aerogéis, para várias utilizações na engenharia (M. *et al.*, 2019).

A nanocelulose pode ser adquirida através de biomassa, plantas ou bactérias, tendo em vista técnicas muito simples, escaláveis e eficientes para o seu isolamento (THOMAS *et al.*, 2018). A utilização de métodos como a hidrólise ácida e tratamentos mecânicos ou a junção desses métodos na celulose pode originá-la em diferentes tamanho e formatos, como nanocristais de celulose (CNC) (ISLAM *et al.*, 2014; MONDAL, 2017) e nanofibrilas de celulose (CNF) (ABDUL KHALIL *et al.*, 2014). Com isso, tanto os nanocristais quanto as nanofibrilas são conceituados como nanocelulose, em razão das suas estruturas estarem em nanoescala (MORÁN *et al.*, 2008). As propriedades da nanocelulose obtida depende da fonte, da técnica utilizada para ao isolamento e das possíveis transformações de superfície subsequentes (THOMAS *et al.*, 2018). Apesar desses modelos possuírem semelhanças em sua composição química, acabam sendo diferentes em cristalinidade, tamanho e algumas características e propriedades que aparecem por meio da diferença de fontes e métodos de extração (PHANTHONG *et al.*, 2018; SIRÓ; PLACKETT, 2010).

3.8 Nanocristais de Celulose

Os CNCs são nanopartículas de grande porção da base biológica que são fabricados industrialmente em bateladas por dia no mundo todo (VANDERFLEET; CRANSTON, 2021). Essas nanopartículas podem ser utilizadas para melhorar o desempenho de diversos materiais, como: emulsões e espumas, compósitos poliméricos, dispositivos biomédicos, entre outros. O

desempenho dos nanocristais irá depender muito da forma como serão produzidos, como também da celulose utilizada (VANDERFLEET; CRANSTON, 2021).

Os CNCs, também conceituados como whiskers de celulose são obtidos por meio da extração de biomassas lignocelulósicas e possui como principal propriedade a sua fase cristalina. Os CNCs possuem diâmetro na faixa de 5-70 nm e comprimento 100-250 nm (KEDZIOR *et al.*, 2021). Com isso, a fase cristalina presente nos materiais vegetais pode ser isolada por meio de hidrólise ácida ou enzimática. Esse método consiste na desagregação das microfibrilas e do rompimento de maior parte da fase amorfa presente na celulose, ocasionando em estruturas de formato fino e alongado, semelhantes a agulhas, em escala nanométrica (DE BARROS *et al.*, 2017).

Essa estrutura bastante ordenada vêm sendo fonte de diversas pesquisas em razão das suas propriedades importantes, como densidade por volta de 1,52 g/cm³, elevada área de superfície, razão de aspecto superior a 10, biocompatibilidade e biodegradabilidade, além de possuir renovabilidade e abundância (DE BARROS *et al.*, 2017).

Além disso, os nanocristais de celulose, ao invés das fibras vegetais, possuem muitos grupos hidroxilas que conseguem ser adaptados à superfície considerando suas aplicações e utilidades ideais. Nos dias de hoje, os CNCs estão chamando bastante atenção dos acadêmicos e industriais. A análise de CNCs não enquadra apenas à sua retirada da fibra lignocelulósica, mas também à sua funcionalização para solucionar os novos obstáculos do dia a dia em várias áreas (RANA; FROLLINI; THAKUR, 2021).

Desse modo, esse material vem sendo cada vez mais estudado, visto que possui boas características mecânicas, ópticas, químicas e reológicas (GEORGE; SABAPATHI, 2015), o tornando um ramo promissor para vários estudos.

3.8.1 Métodos de extração dos nanocristais de celulose

Para extrair os nanocristais da biomassa, as fases de pré-tratamento e hidrólise devem ser inseridas, podendo ser um tratamento de uma fase ou a junção de vários tratamentos (NG *et al.*, 2021). Os CNCs são normalmente adquiridos através da hidrólise ácida ou hidrólise enzimática da polpa de celulose. Entretanto, outros métodos também são utilizados para a produção de nanocelulose, como: degradação por oxidação e método do Solvente Eutético Profundo (XIE *et al.*, 2018).

Os processos de hidrólise ácida necessitam passar por condições de reações divergentes que normalmente precisam da utilização do ácido concentrado, enquanto o método da hidrólise enzimática demanda um tempo mais elevado. No decorrer do processo de hidrólise, as regiões desordenadas (amorfas) que compõem a celulose são facilmente atacadas por ácido em comparação com as regiões ordenadas (cristalinas), ocorrendo primeiro a degradação das regiões amorfas, ao mesmo tempo em que as regiões cristalinas são retidas. Por fim, são obtidos os CNCs (XIE *et al.*, 2018).

Na hidrólise ácida, normalmente é utilizado o ácido sulfúrico, entretanto, outros ácidos também estão começando a serem utilizados, como por exemplo, o ácido nítrico, ácido fosfórico e seus compostos também podem ser utilizados. Alguns fatores devem ser estudados e definidos para obtenção da nanocelulose, tais como: tempo de reação, temperatura e concentração do ácido (DUFRESNE, 2013; YUNFENG *et al.*, 2018). Esse método não é considerado verde, pois ao final da etapa de lavagem é formada uma água ácida, provocando a corrosão de equipamentos e podendo ocasionar a deterioração da celulose (RAVINDRAN; SREEKALA; THOMAS, 2019). A Tabela abaixo mostra algumas condições de hidrólise ácida.

Quadro 1: Condições de hidrólise ácida para obtenção de nanocelulose.

Fonte	Concentração e tipo de ácido	Tempo e temperatura	Produção (%)	Referências
Resíduos de papelão e madeira	58% (v/v) de H ₂ SO ₄	25 min 68° C	23,5	(COURET <i>et al.</i> , 2017)
Algodão	63,9% (v/v) de H ₂ SO ₄	40 min 50° C	41,7	(SUN, B. <i>et al.</i> , 2016)
Tronco de dendezeiro	64% (v/v) H ₂ SO ₄	45 min 60° C	19	(LAMAMING <i>et al.</i> , 2015)
Celulose microcristalina	6 mol/L HCl	4h 110° C	90	(YU, H. <i>et al.</i> , 2013)
Algodão	85% (v/v) H ₃ PO ₄	180 min 50° C	---	(CAMARERO ESPINOSA <i>et al.</i> , 2013)

Fonte: A autora (2023)

Por outro lado, a hidrólise enzimática é um processo biológico, no qual as enzimas são empregadas para digerir ou alterar as fibras de celulose. Refere-se ao processo mais sustentável e ecologicamente correto, no entanto, esse método também possui algumas desvantagens, como: pouca eficiência, alto custo e tempo de processo, que, na maior parte, impede sua utilização para este fim (BAJPAI, 2017).

Para que ocorra um processo de hidrólise eficiente alguns fatores também devem ser ajustados, como temperatura e pressão, que resultam em um baixo consumo de energia. Em razão das suas morfologias, a nanocelulose produzida por enzimas compreendem aplicações mais valiosas (ZHANG, Y. *et al.*, 2020). A tabela 2 descreve algumas condições para a obtenção de nanoceluloses a partir de métodos de hidrólises enzimáticas.

Quadro 2. Algumas condições de hidrólise enzimática para obtenção de nanocelulose e suas respectivas propriedades resultantes.

Material	Método	Condições			Dimensões		Referências
					D	C	
Celulose Kraft branqueada de eucalipto	Pré-tratamento com ultrarrefinador SuperMassColloider, seguido de tratamento com Hidrólise Enzimática (EG)	1% da polpa celulósica	1°) 100 e 200 U/g de polpa de 2°) 5 a 200 U/g de polpa	50 °C; pH 6; 72 h	9 a 40 nm	30 a 70 nm	(DIAS; LACERDA; ARANTES, 2023)
Polpa de celulose de eucalipto	Pré-tratamento com moagem de bolas, seguido de hidrólise enzimática e sonicação.	2% da polpa celulósica	17,09 UI/mg de proteína	50 °C; pH 4,8; 96 h	24 nm	294 nm	(SQUINCA <i>et al.</i> , 2020)
Bagaço de cana-de-açúcar	Água quente (90°C) por 10 minutos seguido de hidrólise enzimática (EG e BG)	10% bagaço	7, 12 e 22 mg de proteína por grama de celulose	50°C; pH 5; 24h	14-18 nm	195-250 nm	(CAMARGO <i>et al.</i> , 2016)
Bagaço de cana-de-açúcar	Hidrólise Enzimática (EG e BG) com moagem de disco	1% biomassa	345 EGU/ g substrato	45°C; pH 5; 72h	15-30 nm	Vários µm	(TEIXEIRA <i>et al.</i> , 2015)

Polpa de Maple Branqueada	Hidrólise enzimática com enzimas comerciais (Cellic CTec 2 and Cellic HTec 2) seguido de ultrasom	5% (5g/100 mL)	0.04 mL CTec 2 + 0.02 mL HTec2 por grama de celulose	50°C; pH 4,8; 72h	5 -10 nm	1 µm	(SONG <i>et al.</i> , 2014)
---------------------------------	--	----------------------	---	----------------------------	-------------	------	--------------------------------

Fonte: A autora (2023)

Já o processo de Degradação por oxidação ocorre quando os grupos hidroxila presentes na estrutura da celulose possuem alta reatividade. Esses grupos são naturalmente oxidados através de oxidantes fortes em aldeídos, cetonas e grupos carboxila, de forma que suas estruturas são desfeitas e o grau de polimerização é diminuído. Desse modo, vários cientistas prepararam CNCs com êxito utilizando o método de degradação por oxidação. Yang *et al.* (2013) considerou duas etapas para o processo de oxidação para a preparação dos CNCs: primeiramente, o material foi oxidado por periodato de sódio e, posteriormente por clorito de sódio e, por fim, foi realizado uma centrifugação em duas etapas para a formação dos nanocristais (YANG *et al.*, 2013). As microfibrilas que são formadas podem ser transformadas em CNFs através de agitação mecânica. Os nanocristais que foram separados com os grupos OH na superfície apresentaram uma elevada cristalinidade (91%) e elevada densidade de carga que seria capaz de formar uma suspensão estável em fase aquosa (XIE *et al.*, 2018).

O persulfato de amônio (APS) pode também ser utilizado para a produção de CNCs (HU *et al.*, 2014; KASIRI; FATHI, 2018; MASCHERONI *et al.*, 2016). Um dos trabalhos realizados por Hu *et al.* (2014) apontaram que as partículas esféricas com diâmetro de 20-70 nm foram alcançadas por meio deste método, e a cristalinidade dos nanocristais obtidos apresentou melhora após vários tratamentos químicos realizados (HU *et al.*, 2014).

Nesta técnica algumas matérias-primas, como cânhamo, linho, palha, entre outras, podem ser usadas direto para a produção de CNCs sem precisar de pré-tratamento para a deslignificação. Isso é possível porque o APS tem a função de deslignificação além da degradação oxidativa (XIE *et al.*, 2018).

Geralmente, se comparado com as hidrólises ácida e enzimática, os nanocristais apresentaram um rendimento bem melhor por meio da técnica de degradação oxidativa. Entretanto, na reação ocorre o consumo de um elevado número de oxidantes e o tempo de reação também acaba sendo mais duradouro. Além do que, uma elevada quantidade de

energia e água precisam ser utilizadas, fazendo com que o custo de produção seja muito alto (XIE *et al.*, 2018).

O método do Solvente Eutético Profundo (DES), é um novo tipo de solvente que se constitui através da formação de um composto receptor de ligação de hidrogênio (HBA), com um composto doador de ligação de hidrogênio (HBD), conhecido também como um tipo de líquido verde sintetizado que utiliza espécies aniônicas, catiônicas ou que não sejam iônicas, sendo considerado um método que surgiu de forma rápida na literatura atual e vêm recebendo bastante atenção por parte dos pesquisadores (HAMMOND *et al.*, 2017; HAMMOND; BOWRON; EDLER, 2017).

Alguns pré-tratamentos lignocelulósicos acabam tendo um custo muito elevado de energia, pois demandam alta temperatura e pressão para ocorrer a remoção da lignina (ZHANG, X.; YUAN; CHENG, 2017). Entretanto, os métodos utilizados nos dias de hoje são baseados em solventes eutéticos profundo (DES) que necessitam de uma quantidade menor de energia do que os métodos estabelecidos (DAI *et al.*, 2013).

No trabalho realizado por Yang e colaboradores (2019) um sistema de solvente eutético profundo foi montado e catalisado com FeCl_3 verde e reciclável para a produção de nanocristais a partir de celulose kraft de eucalipto, apresentando CNCs com alto rendimento e ótimas propriedades térmicas (YANG *et al.*, 2019).

A pesquisa realizada por Fan e colaboradores (2020) demonstrou a extração de CNCs através de um solvente eutético profundo, ecológico, de fácil obtenção e, a partir disso foram construídos hidrogéis nanocompósitos autocurativos, com boa estabilidade térmica e excelente dispersibilidade (FAN *et al.*, 2020).

O DES pode ser produzido com materiais naturais que possuem pouca toxicidade, como o cloreto de colina e ácidos orgânicos, além de apresentarem propriedades antibacterianas, catalíticas e de solubilidade benéficas (LAITINEN *et al.*, 2017; XU *et al.*, 2016).

Entretanto, as vantagens dos DESs em relação aos compostos orgânicos voláteis não significam necessariamente que sejam exemplares. Na realidade, esse método também possui suas desvantagens, como baixa estabilidade, elevada higroscopicidade, inflamabilidade, uma certa volatilidade e alta viscosidade. Muitos solventes, nos dias de hoje, são classificados como solventes verdes, porém, a definição e o escopo de solventes verdes ainda são muito vagos (CHEN, Y.; MU, 2021).

Dentre as técnicas comentadas neste trabalho, o processo por meio de hidrólise ácida foi a escolhida pela autora, visto que, é uma das técnicas mais empregadas para a produção de CNCs, além de ser um processo que economiza tempo, levando no geral, menos de 2h e proporcionando rendimentos acima de 70%. Uma das vantagens do isolamento ácido é a abundância de grupos hidroxila presentes nos CNCs, tornando-os mais reativos e hidrofílicos (GUNATHILAKE *et al.*, 2021; VANDERFLEET; CRANSTON, 2021).

3.9 Nanofibrilas de Celulose

As CNFs, também conhecidas como celulose nanofibrilada, é formada a partir da desintegração mecânica das fibras celulósicas, proporcionando a quebra da parede celular e a subsequente exibição das microfibrilas que estavam anteriormente localizadas no interior das fibras de celulose (MAGALHÃES *et al.*, 2017).

As CNFs vêm sendo estudadas há alguns anos, em razão por apresentarem propriedades que interessam à indústria verde, uma vez que são biodegradáveis, não possuem toxicidade e dispõem de um baixo custo para sua obtenção. As nanofibrilas compreendem a menor unidade existente na estrutura das fibras de um material vegetal, são bastante alongadas e formadas por cadeias de celulose, são também ajustáveis e possuem diâmetro entre 1 a 100 nm, sendo um comprimento micrométrico, com cadeias formadas por regiões cristalinas e amorfas. São adquiridas a partir de diversas origens vegetais e renováveis, como a madeira, folhas e flores (GAN *et al.*, 2020; KEDZIOR *et al.*, 2021).

A CNF é formada por regiões ordenadas e desordenadas que constituem uma cadeia mais longa na direção longitudinal, em relação aos nanocristais de celulose. Desse modo, por possuir longas cadeias de celulose juntamente com uma alta quantidade de grupos hidroxílicos visíveis em sua superfície, acaba potencializando a reatividade das estruturas, através da organização de várias ligações de hidrogênio, possibilitando a diminuição dos espaços vazios entre as cadeias, originando uma alta densidade e maior transparência (MARTINS; DE TOLEDO; PETRI, 2017).

As nanofibrilas de celulose possuem excelentes propriedades mecânicas, como boa resistência, maleabilidade, boa relação de área de superfície com relação ao volume, como também, ótima relação do comprimento da fibra com à largura. As CNFs são estruturas semelhantes a um gel em meio aquoso, possuindo pouca densidade e com efeito tixotrópico (BARBASH; YASCHENKO; SHNIRUK, 2017; LAVORATTI; SCIENZA; ZATTERA, 2016; SZYMAŃSKA-CHARGOT *et al.*, 2018). Dessa forma, as CNFs em suas aplicações

possuem o objetivo especialmente de melhorar a resistência térmica (ROWE; TAJVIDI; GARDNER, 2016), como também estabilização em emulsões (MIKULCOVÁ; BORDES; KAŠPÁRKOVÁ, 2016).

3.9.1 Métodos de extração de nanofibrilas de celulose

Um dos métodos mais comuns para a extração de nanocelulose acontece por meio da desintegração mecânica, no qual ocorre a separação das fibrilas de celulose, através do processo mecânico de alto poder de cisalhamento (SUPIAN *et al.*, 2020). Com isso, o tratamento que geralmente é aplicado para a fabricação de nanofibrilas de celulose é a homogeneização ou como foi mencionado anteriormente, a desintegração mecânica (ABDUL KHALIL *et al.*, 2014).

A seleção do tipo de método mecânico e intensidade de força utilizada constata o grau de quebra das ligações de hidrogênio interfibrilar (HAMAWAND *et al.*, 2020). Apesar das nanofibrilas possuírem um alto potencial em várias aplicações, a eficácia da fabricação das CNFs ainda é um desafio em referência a escala comercial, alta capacidade e consumo de energia. Dessa forma, ainda que Abdul Khalil e colaboradores (2014) tenham descrito diversos métodos para produção de CNFs, foi apresentado recentemente que todos os preparos que ocorrem na fibra lignocelulósica envolvem pré-tratamentos enzimáticos ou químicos antes de passar pelo processo de desintegração mecânica intensiva. Esses pré-tratamentos são realizados com o objetivo de contribuir para a desintegração da celulose em nanofibrilas, diminuindo também o consumo de energia (ILYAS *et al.*, 2019).

Com isso, várias técnicas de desintegração mecânica estão sendo utilizadas para produzir nanofibrilas, como: homogeneização de alta pressão, microfluidização, moagem, criocrushing em nitrogênio líquido e o ultrassom de alta intensidade (ABDUL KHALIL *et al.*, 2014; SYAFRI *et al.*, 2018).

Os homogeneizadores e os microfluidizadores são instrumentos comuns para a produção de CNFs. São equipamentos capazes de desintegrar as fibras de celulose e torná-las em nanofibrilas através da homogeneização de alta pressão. O procedimento ocorre quando a polpa da celulose deve ser passada por meio de um pequeno intervalo entre uma válvula de impacto e a válvula de homogeneização sob condições com elevadas pressões e altas velocidades, de modo que essas fibras sejam cortadas, garantindo também a fibrilação da celulose (XIE *et al.*, 2018).

Em um trabalho realizado por Wang e colaboradores (2018), eles observaram de forma curiosa que os tamanhos das partículas padrão de nanocelulose reduziram com uma carga mais elevada ou a partir da quantidade de períodos que foram processados no aparelho. Isso fará com que a magnitude das forças destrutivas seja elevada no aparelho de homogeneização. Além de ser um método com alguns benefícios, como: alta eficiência e a não utilização de solventes orgânicos (KAWEE; LAM; SUKYAI, 2018; WANG, Z. *et al.*, 2018). Entretanto, um ponto negativo desse método é problemas que poderão ocorrer devido a limpeza repetitiva no aparelho (IREANA YUSRA *et al.*, 2018).

O método por meio da microfluidização é uma opção ao homogeneizador e opera sob cisalhamento constante. Ocorre a passagem da pasta celulósica por meio de um compartimento em formato de Z sob elevada pressão em torno de 40.000 em uma dimensão de canal geométrica essencialmente projetada (100-400 μm) transforma-se em um produto semelhante a um gel (KARGARZADEH, Hanieh *et al.*, 2017).

A câmara de interação aplica força de cisalhamento e um impulso que acaba acelerando o processo de desfibrilação do material. O microfluidizador é formado por uma sequência de válvulas de retenção que possibilitam a passagem da pasta fluida (MISSOUM; BELGACEM; BRAS, 2013; SAHOO; KANDASUBRAMANIAN, 2014).

Com isso, direciona o material sobre um trocador de calor, conduzindo externamente para a próxima etapa da técnica. Esta técnica colabora para a fibrilação adicional da fibra de celulose. A técnica de microfluidização é descontínua, impede o entupimento do aparelho, ao contrário do homogeneizador. Entretanto, algumas fibras podem ficar entrelaçadas, causando assim problemas no aparelho, com isso, alguns pré-tratamentos devem ser realizados com o objetivo de evitar isso. As nanofibrilas que são formadas e isoladas de diversas fibras por meio do refino e microfluidização geram CNFs com maior distribuição de tamanho homogêneo (FERRER *et al.*, 2012).

O criocrushing é um método que consiste na desintegração mecânica para o isolamento de nanofibrilas de celulose que estejam no estado congelado. No procedimento, a amostra é triturada mecanicamente em um meio de nitrogênio líquido para diminuir o comprimento da fibra. É um método bastante útil e muito aplicado como um processo de pré-tratamento antes da homogeneização. Entretanto, fornece baixa produtividade e um elevado custo devido à utilização de energia por tempo prolongado (DINESH; KANDASUBRAMANIAN, 2022).

A ultrassom de alta intensidade consiste no processo mecânico para dispensar nanopartículas (ZIANOR AZRINA *et al.*, 2017). A vantagem desse método é que as forças hidrodinâmicas de ultrassom formam bolhas de cavitação (bolhas microscópicas de gás), levando à variação mecânica. Esta propriedade detém a força de interação celulose-fibras que finalmente formam nanocelulose (CHEN, P. *et al.*, 2013). Visto que é formado pela confirmação do desenvolvimento excessivo de calor (KALIA *et al.*, 2014).

Diversos pesquisadores têm se dedicado ao estudo desse efeito da energia de ultrassom para o rendimento dos CNFs. Isso acontece, pois, o rendimento da fibra de nanocelulose termicamente estável expande devido a energia do ultrassom. A junção de um pré-tratamento com a sonicação, é um dos processos eficientes para a formação de nanocelulose. A potência da sonicação é um dos fatores da fibrilação. A baixa potência rompe as ligações fracas e a alta potência rompe as ligações fortes. A concentração de celulose é outro aspecto que necessita do aumento da dispersão. Na produção de um elevado rendimento de CNF, o método mais utilizado é o ultrassom (CAMARERO ESPINOSA *et al.*, 2013). Com isso, com uma alta concentração de celulose, é possível se obter também um aumento na viscosidade, formando irregularidades na dispersividade uniforme. O tempo no ultrassom é um dos aspectos que auxilia no rendimento da nanofibrila de celulose (DINESH; KANDASUBRAMANIAN, 2022).

A técnica de moagem é considerada uma boa opção para a produção de nanocelulose, além de ser uma técnica bastante utilizada (ÄMMÄLÄ *et al.*, 2019; SUN, D. *et al.*, 2020). As fibras de celulose são moídas dentro de um pequeno espaço entre os discos e, com isso, é necessário a passagem do material várias vezes para então ocorrer a desintegração da parede celular formando em fibrilas nanométricas (ÄMMÄLÄ *et al.*, 2019). A cinética de moagem por possuir a função de quebra ajuda na avaliação desse mecanismo e também no desempenho do moinho (BU *et al.*, 2020). Além de ser uma técnica que possibilita a utilização de suspensões concentradas sem a necessidade de filtrar o material para obter partículas ultrafinas (VELÁSQUEZ-COCK *et al.*, 2016).

O quadro abaixo mostra alguns trabalhos encontrados que utilizaram as técnicas mencionadas acima.

Quadro 3: Técnicas realizadas para a produção de nanofibrilas de celulose.

Método	Fonte de NC	Fase de Pré-tratamento	Tratamento Principal	Referências
Moinho desfibrilador Super Mass Colloider (Masuko)	Caule da Jacitara	Tratamento com ácido para deslignificação.	1,0 L de uma suspensão de 1% (m/m) da amostra, com ajuste simultâneo para aposição do disco superior -100 µm. A desfibrilação ocorreu em ciclos marcados.	(SILVA, 2021)
Homogeneização de alta pressão	Fibra de palmeira de açúcar	Tratamento de refino antes da homogeneização.	1,8% de suspensão de fibra em água foi processada em um homogeneizador. As amostras foram passadas 15 vezes por uma bomba intensificadora que aumentou a pressão da bomba, seguida pela câmara de interação.	(ILYAS <i>et al.</i> , 2019)
Microfluidização	Polpa de eucalipto	Condições de oxidação moderada.	A polpa oxidada foi para 2% em peso e o pH elevado para 8. Depois disso, a solução foi dispersa por 20 min a 12.500 RPM. A suspensão dispersa foi microfluidizada para diferentes ciclos e pressões através de diferentes sistemas de câmara de canal.	(HERRERA <i>et al.</i> , 2018)
Moagem	Fibras de eucalipto	Tratamento alcalino e tratamento enzimático, seguido pelo processo de moagem.	Primeiramente foi realizado a polpação e o refino da fibra. Em seguida realizou-se o tratamento alcalino com NaOH e, posteriormente, o tratamento enzimático.	(BANVILLE T <i>et al.</i> , 2021)
Criocrushing	Madeira de Moringa (<i>Moringa oleifera</i> Lam.)	Ultrassom de alta intensidade.	Lascas de madeira de Moringa foram cozidos por polpação Kraft. O pós-tratamento nas fibras por hidrólise ácida foi realizado com uma solução de H ₂ SO ₄ a 40% (v/v) a 80 ° C por 2 h. A separação das fibras foi realizada por meio de uma técnica de ultrassom de alta intensidade combinada com crioesmagamento com nitrogênio líquido.	(VÁZQUEZ-GUERRERO <i>et al.</i> , 2021)

Ultrassom de alta intensidade	Farinha de madeira dura (<i>Populus ussuriensis</i>)	Tratamento solvotérmico de 1,4-butilenoglicol.	Primeiramente foi realizado o tratamento solvotérmico de 1,4-butilenoglicol. O material obtido após esse tratamento foi misturado em água destilada em uma concentração de 0,5% em peso e ultrassonicado.	(ZHAO <i>et al.</i> , 2021)
-------------------------------	--	--	---	-----------------------------

Fonte: A autora (2023)

Dentre as técnicas comentadas nesse trabalho, a escolhida para a produção das nanofibrilas de celulose é a técnica de moagem em moinho desfibrilador Super Mass Colloider. Visto que, o material celulósico que passa pela moagem sofre uma distribuição de diâmetro bem mais estreito, pois nesse método ocorre a quebra da ligação de hidrogênio e da estrutura da parede celular, e devido as forças de cisalhamento, garante que grande parte da polpa celulósica seja isolada em nanodimensões (ZENG *et al.*, 2021).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Matéria-prima

O gênero da fibra estudada (Quadro 4) é bastante empregado por muitas comunidades tradicionais da Amazônia para a produção de acessórios e instrumentos artesanais, na qual executam um papel significativo para as comunidades locais. As fibras da palmeira de tucum são provenientes da região de Ipixuna, estados do Amazonas, Brasil.

Quadro 4: Informações sobre a fibra vegetal estudada na presente pesquisa.

Nome		Família da planta e principais usos
Comum	Científico	
Tucum	<i>Astrocaryum chambira</i> Burret.	Família Arecaceae (Palms). As folhas e os troncos são utilizados na produção de artesanatos, e as sementes e frutos são empregados para alimentar pessoas e animais.

Fonte: A autora (2023)

Conforme a lei do Marco da Biodiversidade, informações de origem genética de espécies vegetais são consideradas patrimônio genético (Silva e Oliveira, 2018). Com base no 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 A4DB093.

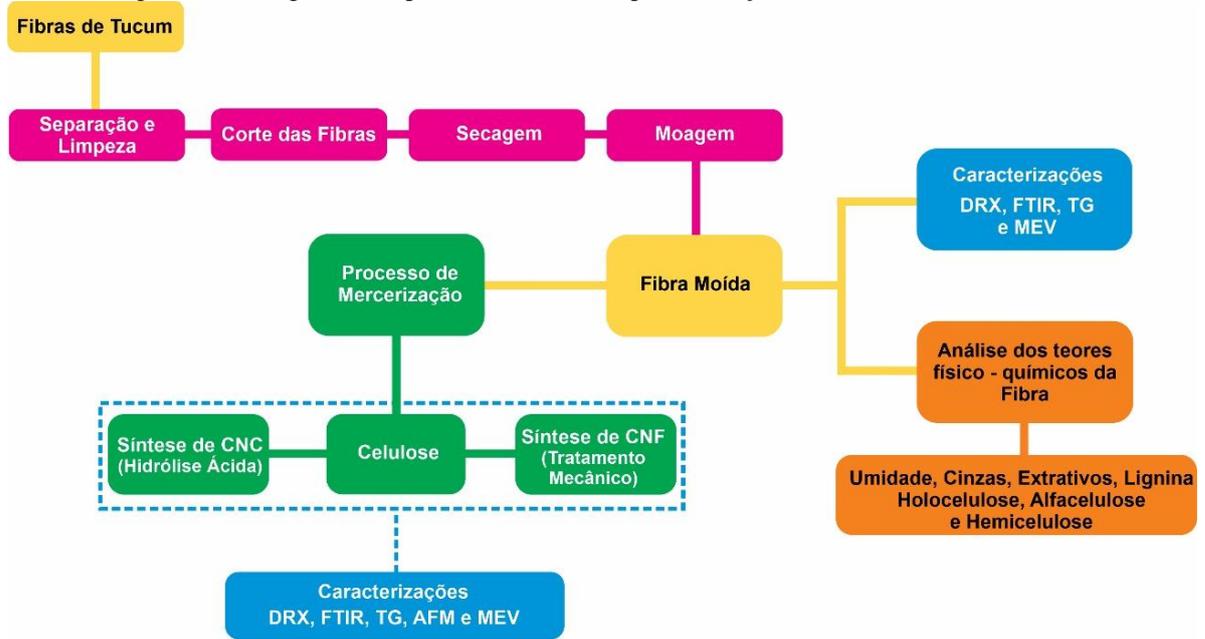
Os reagentes utilizados, foram: álcool etílico 95% (C₂H₆O) (Alphatec), acetona P.A (CH₃COCH₃) (Alphatec), ácido acético glacial 99,85% (C₃H₄O₂) (Nuclear), ácido sulfúrico 72% (H₂SO₄) (Nuclear), clorito de sódio 80% (NaClO₂) (Sigma-Aldrich), hidróxido de sódio P.A (NaOH) (Dinâmica) e Hipoclorito de Sódio 2,5% (NaClO).

As extrações e as caracterizações foram realizadas 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 Nacional de Nanotecnologia (LNNano) e Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos (CMABio) da Universidade Estadual do Amazonas.

4.2 Etapas do Processo

O fluxograma abaixo apresenta a sequência de processos realizados nesse trabalho.

Figura 6 - Fluxograma dos processos realizados para obtenção de celulose e nanoceluloses.



Fonte: A autora (2023)

4.3 Preparo do Material

Primeiramente, as talas de tucum foram limpas com a ajuda de um pano úmido, para a retirada de sujeira e outros possíveis contaminantes que pudessem estar presentes no material. Em seguida, foram cortadas em pequenos pedaços e secas em estufa modelo CE 220/81 da marca CIENLAB a 60°C por 12 horas. Após a secagem, as fibras foram moídas no moinho de facas tipo Wiley TE-650/1 da marca ACB LABOR e, por fim, foram peneiradas em peneira de malha 100 mesh (0.149 mm). A figura 7 mostra o preparo do material:

Figura 7 - Preparo do material (tucum).



Fonte: A autora (2023)

4.4 Caracterização Química

Para os procedimentos que foram realizados para calcular o teor de umidade, cinzas, extrativos, lignina, holocelulose e alfacelulose foi utilizado como base a apostila de Procedimentos para Análise Lignocelulósica da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – EMBRAPA (MORAIS; ROSA; MARCONCINI, 2010). Todas as análises foram realizadas em sextuplicada.

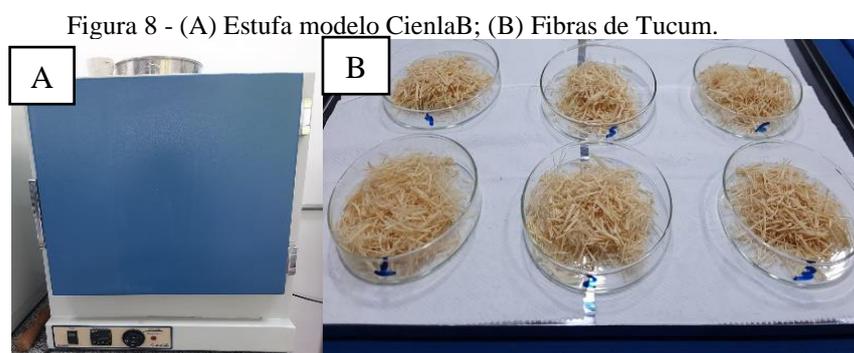
4.4.1 Teor de umidade

A princípio, as placas no qual o material foi colocado foram limpas, secas e pesadas. Em seguida, o material foi pesado diretamente nas placas e colocado em estufa a 105°C por 3 horas. Findando esse tempo, o material foi retirado e posto em dessecador por 30 minutos para resfriar ao ponto de atingir a temperatura ambiente. Após isso, o conjunto (material + placa) foi pesado novamente. Esse procedimento foi repetido até se obter peso constante do material.

Para o cálculo do teor de umidade deve-se utilizar a equação 1:

$$(1) (MRAU - MRAS) \times 100\% \div MAU = TU\%$$

No qual: MRAU= massa do recipiente com a amostra úmida; MRAS= massa do recipiente com a amostra seca; MAU= massa da amostra úmida; TU%= teor de umidade.



Fonte: A autora (2023)

4.4.2 Teor de Cinzas

Os cadinhos antes de serem utilizados foram calcinados a uma temperatura de 600°C por 30 minutos em forno mufla. Em seguida, foram transferidos para um dessecador para resfriamento até obter a temperatura ambiente e, posteriormente foram pesados. Foram adicionadas aos cadinhos 1,5 g de cada material e colocados em forno mufla, a uma temperatura de 600°C por 3 horas. Ao final desse tempo, desligou-se a mufla e esperou-se

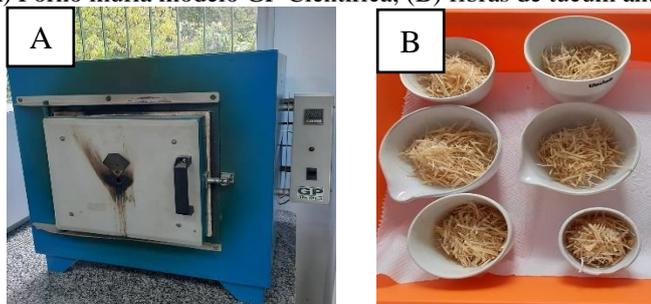
mais 1h para o decaimento da temperatura, após isso, os cadinhos foram retirados e colocados em dessecador por 30 minutos para resfriamento e, em seguida foram pesados.

Para o cálculo do teor de cinzas utilizou-se a equação 2:

$$(2) ((MRAC - MR) / MA) \times 100\% = TC\%$$

Na qual: MRAC = massa do conjunto recipiente + amostra calcinada; MR = massa do recipiente; MA = massa da amostra; TC = teor de cinzas.

Figura 9 - (A) Forno mufla modelo GP Científica; (B) fibras de tucum antes de calcinar.



Fonte: A autora (2023)

4.4.3 Teor de Extrativos

Os balões de vidro utilizados foram pesados anteriormente. Após isso, aproximadamente 4,0 g das fibras moídas sem umidade foram colocadas em cartuchos feitos de papel de filtro e colocados em um aparelho soxhlet. Com isso, foram adicionados, gradativamente, 150 mL de álcool etílico (etanol) aos balões de vidro, no qual permaneceram 5 horas em refluxo, sendo contabilizados 24 refluxos dentro desse intervalo. Após esse tempo, o solvente foi recuperado em rotaevaporador e o conjunto (balão + extrato) foi colocado em estufa a uma temperatura de 105°C por aproximadamente 12 horas. Posteriormente, o conjunto foi colocado em dessecador até atingir a temperatura ambiente e pesado para obtenção da massa final, estabelecendo-se então os teores de extrativos existentes na amostra. O procedimento foi realizado em sextuplicada.

Para o cálculo do teor de extrativos, usamos a equação 3:

$$(3) (MRE - MRRS) / MA \times 100\% = TE\%$$

No qual: MRE = massa do recipiente com os extrativos; MRRS = massa do conjunto recipiente com o resíduo do solvente; MA = massa da amostra; TE% = teor de extrativos.

Figura 10 - Procedimento para retirada de extrativos da fibra de Tucum.



Fonte: A autora (2023)

4.4.4 Teor de Lignina

O procedimento para determinação da lignina foi realizado por meio do método de hidrólise ácida. Em um almofariz foi adicionado cerca de 1g da fibra moída e sem extrativos, em seguida, adicionou-se 17 mL de ácido sulfúrico 72% (m/m) resfriado em geladeira. Com isso, essa mistura foi macerada por 15 minutos até se tornar homogênea, e colocada em digestão por 24 horas. Posteriormente, essa mistura foi adicionada em um balão de vidro de 500 mL, no qual adicionou-se 150 mL de água destilada, e o condensador foi acoplado em uma manta aquecedora, deixando o solvente em ebulição por 4 horas. Com isso, o material resultante desse procedimento foi filtrado em um funil de vidro sinterizado do tipo 4 (previamente pesado), e lavado com bastante água destilado até a obtenção de um pH aproximado ao da água, medido com uma fita de pH. Posteriormente, esse conjunto (funil + amostra) foi colocado em estufa a 105°C até a obtenção de um peso constante, definindo-se o teor de lignina.

Para obtenção do teor de lignina utilizou-se a equação 4:

$$(4) (MFL - MF / MA \times 100\%) - TC\% = TLI\%$$

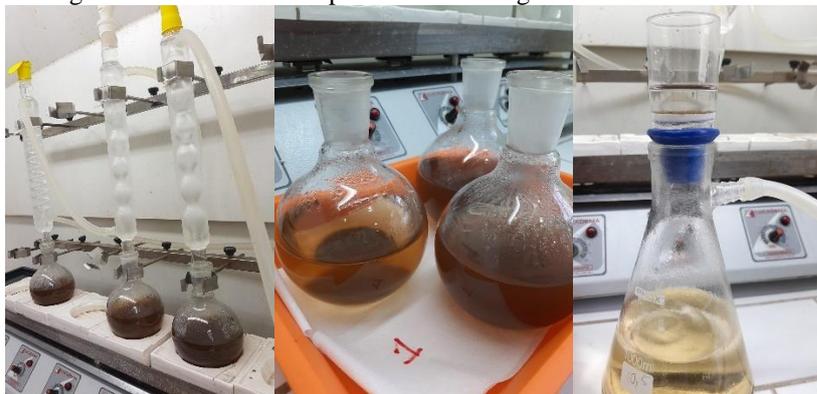
No qual: MFL= massa do funil com lignina; MF= massa do funil; MA= massa da amostra; TC= teor de cinzas; TLI= teor de lignina insolúvel.

Os dados deverão ser referentes à massa da amostra sem umidade e sem extrativos, por esse motivo, foi fundamental efetuar mais um cálculo com o intuito de corrigir os valores que precisarão encontrar-se na análise centesimal do material original com base na equação 5:

$$(5) TLI\% \times [100 - (TE\% + TU\%)] / 100 = TLI\% \text{ corrigido}$$

No qual: TLI= teor de lignina insolúvel; TE= teor de extrativos; TU= corresponde ao teor de umidade.

Figura 11 - Procedimento para retirada da lignina na fibra de Tucum.



Fonte: A autora (2023)

4.4.5 Teor de Holocelulose

Foram adicionados 3g da fibra moída seca e sem extrativos em Erlenmeyer de 500 mL limpo e seco, 120 mL de água destilada, 2,5 g de clorito de sódio e 1 mL de ácido acético glacial. Esse sistema foi fechado com outro Erlenmeyer de 125 mL e, com isso, ocorreu a digestão da lignina sob agitação constante e aquecimento em um banho de óleo a 70°C por 5 horas. Contudo, passados 1h do processo adicionou-se 2,5 g de clorito de sódio e 1 mL de ácido acético glacial. Novamente, após 1h essas mesmas adições foram realizadas. Ao findar esse tempo, o sistema permaneceu em banho de gelo por 30 minutos para suspender a reação. Para a realização da filtração do material, foi utilizado um funil de vidro sinterizado do tipo 2, limpo, seco e previamente pesado. Esse conjunto (funil + amostra) foi lavado com bastante água destilada até conseguir um pH aproximado ao da água. Em seguida, adicionou-se 20 mL de álcool metílico (metanol) e, posteriormente lavou-se com bastante água. O funil juntamente com o material foi transferido para a estufa a uma temperatura de 105°C por 24 horas. A solução restante foi recolhida para a realização de um descarte adequado.

Para a realização do cálculo do teor de holocelulose, deverá utilizar a equação 6:

$$(6) \text{MFH} - \text{MF MA} \times 100\% = \text{TH}\%$$

No qual: MFH = massa do funil somada a massa da holocelulose; MF = massa do funil limpo e seco; MA = massa da amostra; TH% = teor de holocelulose.

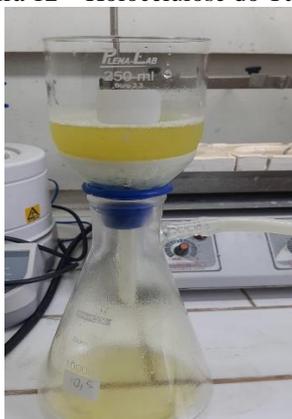
Os dados deverão ser referentes à massa da amostra sem umidade e sem extrativos, por esse motivo, foi fundamental efetuar mais um cálculo com o intuito de corrigir os valores

que precisarão encontrar-se na análise centesimal do material original com base na equação 7:

$$(7) TH\% \times [100 - (TE\% + TU\%)] 100 = TH\% \text{ corrigido}$$

No qual: TH% = teor de holocelulose; TE = teor de extrativos; TU = teor de umidade.

Figura 12 – Holocelulose do Tucum.



Fonte: A autora (2023)

4.4.6 Teor de Alfacelulose

Em um almofariz limpo e seco, foi adicionado cerca de 1 g da holocelulose seca obtida no processo anterior, e 15 mL de hidróxido de sódio 17,5% (m/v). Posteriormente, esperou-se a reação por 2 minutos, pois é o momento em que a solução entra em contato com a holocelulose. Em seguida, iniciou-se o processo de maceração por 15 minutos. Após esse prazo, foram adicionados 40 mL de água destilada, para posterior filtração. No processo de filtração a vácuo, o funil de vidro sinterizado utilizado foi do tipo 2, no qual já permanecia limpo, seco e pesado. Após o processo de filtração, o conjunto (funil + alfacelulose) foi colocado em estufa a 105°C durante 12 horas e, após esse tempo pesou-se, para determinação do teor de alfacelulose.

Para calcular o teor de alfacelulose (TA%) deverá ser usada a equação 8:

$$(8) \frac{MFA - MF}{MAH} \times 100\% = TA\%$$

No qual: MFA = massa do funil somada a massa da alfacelulose; MF = massa do funil; MAH = massa amostra de holocelulose; TA% = teor de alfacelulose.

Figura 13 – Alfacelulose do Tucum.



Fonte: A autora (2023)

Os valores de hemicelulose foram obtidos a partir da diferença de holocelulose e alfacelulose.

4.5 Extração de celulose

A metodologia utilizada para extração de celulose foi conforme Manzato e colaboradores (2018), com adaptações (MANZATO *et al.*, 2018). Primeiramente, a fibra moída e peneirada em peneiras de 18 e 30 mesh foi seca em estufa de recirculação de ar a 55 °C (overnight). Em seguida, a fibra foi colocada em um balão de fundo chato sob a proporção de 1:20 (m/v) de solução de NaOH 10% (m/v), à temperatura de 45 °C sob agitação vigorosa durante 2 horas. Após o tratamento, a fibra foi lavada com água destilada até obter um pH no valor próximo de 7.

Após essas etapas, a fibra foi submetida a uma nova lavagem sob a proporção de 1:20 (m/v) de solução ½ (NaOH 5% (m/v) + NaClO 2% (m/m) à temperatura de 45 °C sob agitação constante por 2 horas. Feito isso, a fibra foi deixada em repouso por 24 horas e, em seguida, foi lavada com bastante água destilada, até se obter um pH próximo de 7.

Repetiu-se o processo da etapa anterior, realizando a terceira e última lavagem na fibra.

Para o cálculo da porcentagem de celulose, deverá ser aplicado a equação 9.

$$(9) (M_c - M_f) / (M_c) \times 100\% = M_c \%$$

No qual: M_c = massa da celulose obtida; M_f = massa da fibra; M_c = massa da celulose.

Figura 14 - Celulose Tucum.



Fonte: A autora (2023)

4.6 Obtenção de nanocristais de celulose (CNCs)

A metodologia utilizada para a extração de nanocristais de celulose foi segundo Xing e colaboradores (2020), com adaptações. Em um balão volumétrico de 100 mL foi adicionado 2g da celulose obtida a partir do caule do Tucum, adicionou-se 40 mL da solução de ácido sulfúrico 64% (m/m). O conjunto balão-reagentes foi colocado sob aquecimento com auxílio da manta aquecedora em capela de exaustão, manteve-se a temperatura constante a 60 °C por 15 minutos e agitação constante com a utilização da barra magnética (XING *et al.*, 2020).

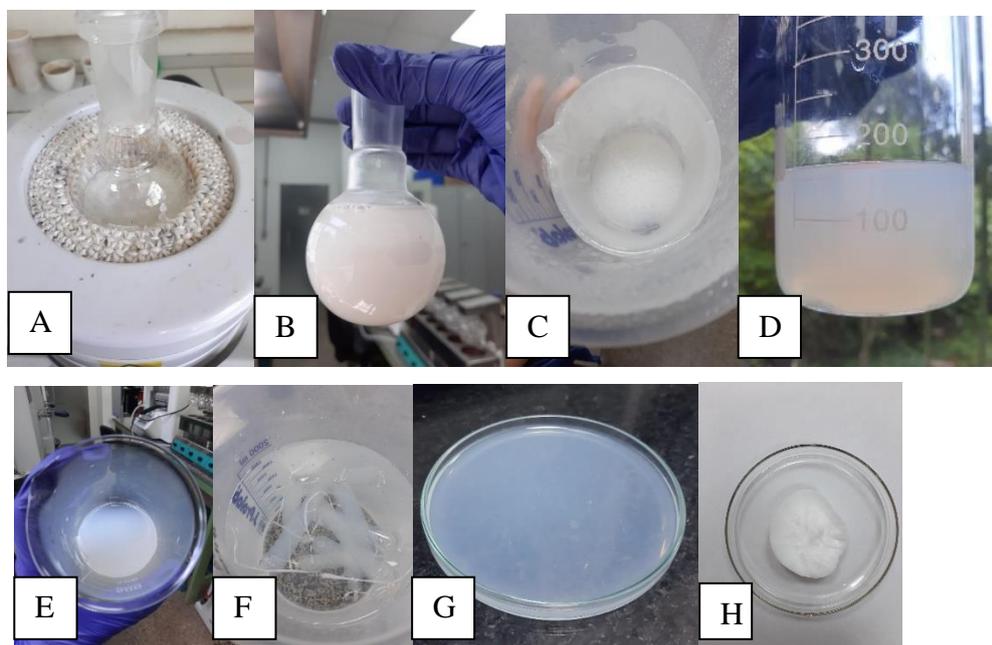
Após esse tempo, para finalizar a reação adicionou-se água destilada gelada, aproximadamente 40 mL. O conteúdo do balão foi transferido para um becker de plástico para ultrassonicação. O material foi ultrassonicado em equipamento do modelo VCX1500 da marca Sonics, por 5 minutos com a programação: pulso de 15 segundos com repouso de 30 segundos, temperatura de 25°C e amplitude de 70%.

Após isso, o material foi transferido para tubos falcon de 50 mL para centrifugação a 5000 rpm por ciclos de 5 minutos. A cada ciclo, o sobrenadante era trocado com cuidado e completava o volume do tubo com água destilada, repetiu-se o processo por 6 vezes. A partir do 3° ciclo, houve a formação da suspensão turva azulada evidenciando a formação dos nanocristais, com isso, essa suspensão começou a ser coletada.

Finalizada as centrifugações, as suspensões foram transferidas para sacos de diálise, no qual permaneceram por 10 dias em um becker de 500 mL com água destilada suficiente para cobrir os sacos. A diálise foi realizada para eliminar possíveis resíduos de ácido sulfúrico e impurezas que poderiam estar presentes na suspensão. Ao final de todas essas etapas, as

suspensões foram colocadas em pequenos potes de vidro, em seguida, congeladas e liofilizadas em equipamento do modelo LJJ02C da marca JJ Científica para posterior caracterização.

Figura 15 - Etapas do processo de obtenção dos CNCs por hidrólise ácida: A) Processo de hidrólise ácida; B) Solução após adicionar água destilada gelada para cessar a reação; C) Material após sonicação; D) e E) Material após centrifugação; F) Material em diálise; G) Material após diálise; H) Material liofilizado.



Fonte: A autora (2023)

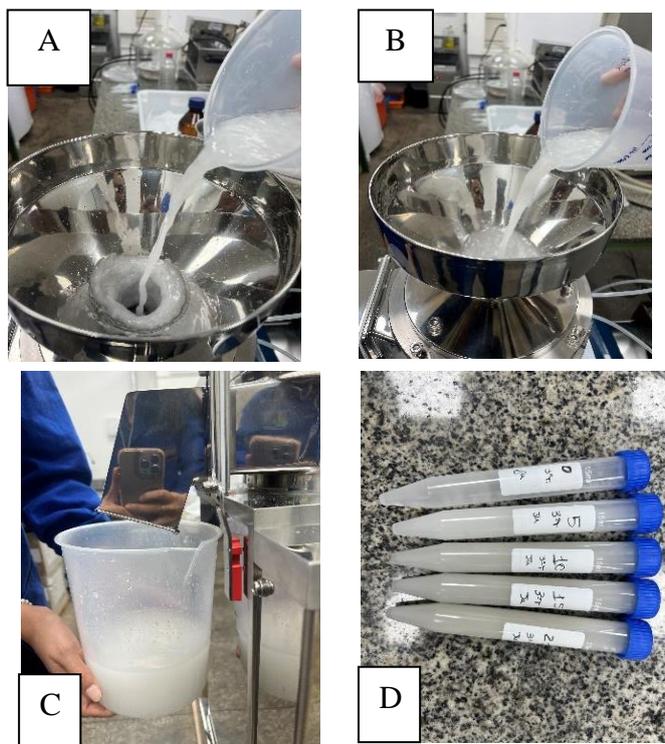
4.7 Obtenção de nanofibrilas de celulose (CNFs)

A metodologia utilizada foi adaptada segundo os autores Berto e Arantes (2019) e Turbak; Snyder; Sandberg (1983), para a obtenção de nanofibrilas de celulose por tratamento mecânico em moinho desfibrilador Super Mass Colloider (Masuko MKCA6-5J), com discos cerâmicos (MKGA 10-80). Os discos posicionados um sobre o outro foram ajustados na posição “zero” de movimento, sendo assim, os discos são ajustados a partir do ruído ocasionado pelo mínimo contato entre eles. Foi utilizado 1L da solução a 1% (m/m) da celulose do Tucum, com ajuste simultâneo para a posição do disco superior -100 μm . (BERTO; ARANTES, 2019; TURBAK; SNYDER; SANDBERG, 1983).

A desfibrilação ocorreu em ciclos, ou seja, cada passagem de todo o volume do material era considerada um ciclo. A cada ciclo o tamanho e a distribuição das partículas foram analisados por meio do espalhamento de luz dinâmico (DLS). As amostras foram diluídas em água destilada e, antes desse processo, a água destilada foi passada em filtro de

seringa para eliminar possíveis contaminantes. Após isso, realizou-se 20 ciclos devido a poucas informações em relação ao Tucum. Por fim, foram selecionadas amostras de 5 ciclos (0, 5, 10, 15, 20) contendo possíveis partículas nanofibriladas de celulose, que foram secas em estufa de recirculação de ar a 40°C para posterior caracterização.

Figura 16 - Etapas do processo de obtenção das CNFs por moagem de discos: A) e B) Processo de passagem do material pelo moinho; C) Recolhimento do material após a passagem; D) Amostras coletadas dos ciclos (0, 5, 10, 15 e 20).



Fonte: A autora (2023)

4.8 Caracterização das amostras

4.8.1 Espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

As amostras foram estudadas por espectroscopia de infravermelho, no qual foi utilizado um equipamento da marca Agilent Technologies, modelo Cary 630®, do laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais (LSCN), do Instituto Federal do Amazonas. As análises foram realizadas por transmitância em relação ao número de onda, no intervalo de 4000 – 650 cm^{-1} , com resolução de 8 cm^{-1} , com um número de varreduras de 128 scans.

4.8.2 Difração de raios X (DRX)

O modelo de difratômetro utilizado para a realização das análises foi o BRUCKER, modelo D2 Phaser®, equipado com uma fonte Cu ($K\alpha$), operado a 30 Kv e 10 mA. As medidas foram realizadas a temperatura ambiente, ângulo de difração variando de $2\theta = 5 - 80^\circ$, ao passo de 0,5 segundos e um incremento de $0,02^\circ$.

Para determinar o valor da cristalinidade, foi utilizado a fórmula 10 por meio da integração das áreas da região cristalina e amorfa. O método utilizado foi desenvolvido por French (FRENCH, 2014). Para isto, utiliza-se a equação 10:

$$(10) C\% = A_c / (A_a + A_c) \times 100$$

No qual:

C%: índice de cristalinidade

Aa: Área amorfa

Ac: Área Cristalina

4.8.3 Análise termogravimétrica (TG)

Para a realização das análises, foi utilizado um equipamento da marca SHIMADZU modelo TGA-50®, sob um fluxo de gás nitrogênio com vazão de $50 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. Utilizou-se um intervalo de temperatura de 50° a 700°C , a uma taxa de $10^\circ\text{C}/\text{min}$. Todas as análises foram realizadas utilizando 3 mg da amostra que foram colocados em cadinho de platina.

4.8.4 Espalhamento de Luz Dinâmico (DLS)

As nanofibrilas de celulose e os nanocristais foram analisados quantitativamente em relação ao tamanho médio e distribuição das partículas. Essa técnica é uma das mais bem aceitas para medir a distribuição do tamanho de partículas em suspensão. O equipamento utilizado foi o Mastersizer 3000 (Malvern Instruments) e a dispersão das partículas foi verificada por meio do Hydro MV (unidade de dispersão), evitando a agregação delas. Foram realizadas 5 leituras de cada ciclo (ciclos 0, 5, 10, 15, 20), resultantes a partir da desfibrilação mecânica.

4.8.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras de tucum *in natura* e sua celulose foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura, modelo JSM – IT500HR, magnitude de 500x a 2000x, tensão de

aceleração constante = 5,0 kV, distância de trabalho = 13,0 mm, do Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos da Universidade do Estado do Amazonas – CMABio, localizado na Universidade Estadual do Amazonas. Para a realização do preparo das amostras, elas foram colocadas em tocos de suporte de metal com fita adesiva dupla-face, e revestidas com ouro.

4.8.6 Microscopia de força atômica (AFM)

As imagens foram obtidas 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 / m e 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 adicionada sobre uma mica e seca em temperatura ambiente. As micas contendo as amostras de CNC ou CNF foram mantidas em dessecador até as análises.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização Química das Fibras de Tucum

Após o preparo da fibra, ela foi avaliada quanto a sua composição química em valores percentuais de umidade, cinzas, extrativos, lignina, holocelulose, alfacelulose e hemicelulose. A hemicelulose é obtida por meio da diferença entre a holocelulose e a alfacelulose. A tabela abaixo apresenta a composição química dessa fibra.

Tabela 1 - Representação da composição química da fibra de Tucum.

Parâmetros	Tucum
Umidade	5,92 ± 0,92 (%)
Cinzas	2,94 ± 0,69 (%)
Extrativos	3,93 ± 0,18 (%)
Lignina	11,47 ± 0,21 (%)
Holocelulose	81,00 ± 0,85 (%)
Alfacelulose	66,77 ± 1,32 (%)
Hemicelulose	14,21 ± 1,63 (%)

Fonte: A autora (2023)

Os valores de umidade podem variar, de acordo com o solo, local de coleta e o material coletado. O tucum apresentou um teor de 5,92%, caracterizando-se como uma fibra hidrofílica. Esse caráter pode ser encontrado também nas fibras de sisal (5-10%) e cânhamo (6,2-12%) (ASIM *et al.*, 2015; BÉAKOU *et al.*, 2008). Essa característica hidrofílica presente em muitas fibras vegetais é normalmente atribuída à presença de hemiceluloses em função das suas várias ramificações (BALEY, 2004; PAGE *et al.*, 2017). O teor de cinzas encontrado para o tucum foi de 2,94%, resultando em um baixo teor, que não deixa de ser característico de produtos provenientes da biomassa da madeira (KALIA *et al.*, 2014).

O tucum apresentou um teor de extrativo de 3,93%, um valor aproximado ao das matérias-primas normalmente utilizadas para polpação, como: Eucalipto (2-5%) e pinus (3-5%) (COELHO DE CARVALHO BENINI *et al.*, 2017; FARIA *et al.*, 2020; YU, B. *et al.*, 2021). Isso é satisfatório, visto que, um baixo teor de extrativos é favorável ao método de obtenção de nanoceluloses, dado que, vários elementos não estruturais das fibras podem dificultar o processo de extração da celulose (YAHYA *et al.*, 2018).

A fibra de Tucum apresentou um baixo teor de lignina (11,47%) em relação a outras fibras que possuem altos teores, como eucalipto (27-31%) e pinus (22-27%) (EDMUNDS *et al.*, 2017; JARDIM *et al.*, 2017). O teor de lignina do tucum é semelhante aos valores encontrados no caule de *Cissus quadrangularis* (11,27%), do Sisal (8,0-14%) e da Juta (11,8%) (INDRAN; EDWIN RAJ; SREENIVASAN, 2014). Embora a lignina seja um polímero importante que compõe os materiais lignocelulósicos, ela não é aceitável para a polpação química e a fabricação de papel, visto que, influencia no branqueamento e em algumas propriedades óticas, como o brilho (VALENTIN I. POPA, 2013). Nesse sentido, a combinação dos tratamentos alcalinos realizados na fibra pôde contribuir para a remoção em grande parte da lignina, restando apenas 4,9%, resultado este satisfatório para a polpação e para a obtenção de nanocelulose.

Os valores obtidos para os teores de holocelulose encontrados foram satisfatórios, visto que o material apresentou um alto teor de 81,00%, valores semelhantes ao teor do fio de linho (80,8%) (BETENE *et al.*, 2020).

A celulose é uma das partes da holocelulose (celulose e hemicelulose) sendo o principal componente químico nas polpas e nos papéis. No processo de polpação, os produtos químicos empregados possibilitam ataques a vários elementos, menos à celulose. Com isso, o teor de celulose possui extrema importância para a indústria de papel e celulose, além de fornecer indícios da potencialidade da extração de celulose e obtenção de nanocelulose (PEGO; BIANCHI; VEIGA, 2019; VALENTIN I. POPA, 2013). Sendo assim, as fibras que possuem um alto teor de carboidratos mostram grande probabilidade de formar ligações interfibrilares, em razão das suas propriedades químicas para formar ligações de hidrogênio. Com isso, o tucum apresentou uma porcentagem de celulose de 66,77%, sendo um valor considerável e semelhante aos trabalhos realizados com o linho (62-72%), juta (59-71,5%) e sisal (60-78%) (AL-OQLA *et al.*, 2015).

A hemicelulose está ligada na parede celular das plantas juntamente com a celulose e a lignina, sendo estruturas que estimulam as características intrínsecas das fibras, trabalham como espaçadores naturais de modo que acabam limitando a reticulação interfibrilar. Sendo assim, com base nessas características é possível apontar melhora na plasticidade das fibras (PERE *et al.*, 2019). O valor encontrado de hemicelulose para a fibra estudada foi de 14,21%, sendo este semelhante ao bagaço da cana-de-açúcar (15%-25%) (PERRONE *et al.*, 2021).

Entretanto, pequenas alterações são esperadas nos valores obtidos devido a condições como origem da amostra, impurezas e consequências das condições de cultivo, assim como

também diferenças nos processos utilizados para a colheita (FONTES *et al.*, 2021). Apesar disso, todos os valores encontrados mostraram-se favoráveis, apontando elevado teor de celulose encontrado no material, sendo um indicativo para este se tornar fonte atrativa para a obtenção de nanocelulose.

5.2 Espalhamento de Luz Dinâmico (DLS)

Para analisar a distribuição de tamanho das partículas, o DLS foi empregado representado nos gráficos da figura 17 e 18, com isso, essa técnica é utilizada para medir o tamanho médio das partículas sólidas, suspensões e soluções. No decorrer do processo de desfibrilação mecânica, os ciclos foram coletados a cada 5 passagens para leitura no equipamento. No ciclo 5, as partículas ficaram dispersas apresentando tamanhos variados em torno de 0,374-9700 nm, sendo assim, após 5 ciclos, a suspensão apresentou partículas na escala nanométrica e micrométrica.

Foram realizados 20 ciclos, porém os que apresentaram melhores resultados foram os ciclos 10 e 20, no qual pode-se observar uma maior frequência em torno de 11 – 13 nm e em torno de 0,381-10,084 nm das partículas nas suspensões, respectivamente. Sendo assim, o material resultante do tratamento mecânico, não foi totalmente nanofibrilado, mas sim micro/nanofibrilas de celulose. Desse modo, a desfibrilação das fibras de celulose pode levar ao isolamento tanto de celulose microfibrilada, como de celulose nanofibrilada com diferentes propriedades intrínsecas propícias para diversas aplicações (BERTO; ARANTES, 2019). A desfibrilação de fibras sob alta força de cisalhamento mecânico leva ao rompimento das ligações interfibrilares e à formação de fibras de tamanho nano a macro com altas áreas superficiais (DILAMIAN; NOROOZI, 2019).

Entretanto, como é possível observar no gráfico que apresenta o ciclo 15, as partículas possuem um diâmetro maior, sem partículas nanométricas, isso pode ser explicado por um erro de amostragem, ou seja, quando se considera a amostragem, alguns problemas podem ser observados. Dessa forma, a preparação da amostra é muito importante, e a sobreposição das partículas e erros de amostragem são frequentemente vistos. Esses erros podem ser minimizados quando se analisa o material por completo e não apenas uma amostra (MILLER; SCHAETZL, 2012).

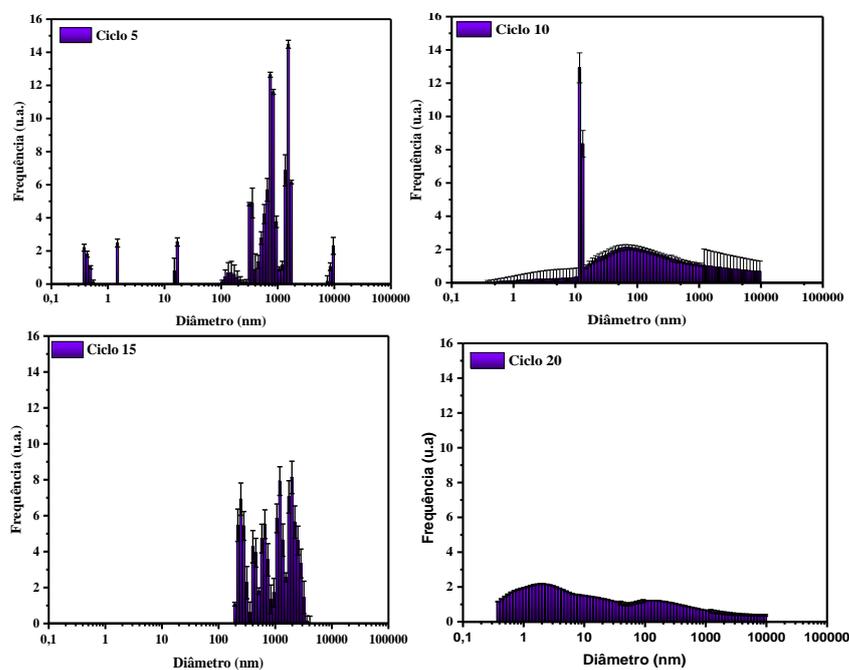
Segundo Fedorov e colaboradores (2019), as CNFs podem apresentar por meio do espalhamento de luz dinâmico tamanhos de partículas em torno de 500 – 2000 nm ou próximo a essa faixa. Essa técnica foi empregada com o objetivo de monitorar o tamanho das

partículas a partir de cada ciclo, no entanto, não é recomendada em processos que envolvam interações dinâmicas e alta concentração do material. Para os CNCs, pode-se observar por meio dos gráficos que se obteve com êxito um material nanométrico, com valores menores a 100 nm, como é possível observar na figura 18.

É possível encontrar na literatura que o tamanho das partículas tanto para as nanofibras quanto para os nanocristais, pode sofrer alteração dependendo do método de obtenção, da matéria-prima e de outros fatores que podem vir a interferir nos resultados da distribuição dos tamanhos de partículas (KARGARZADEH *et al.*, 2017). Desse modo, essa heterogeneidade nas suspensões acontece devido à presença de fragmentos de fibras com diâmetros maiores, além das microfibrilas que foram desfibriladas (BERTO; ARANTES, 2019).

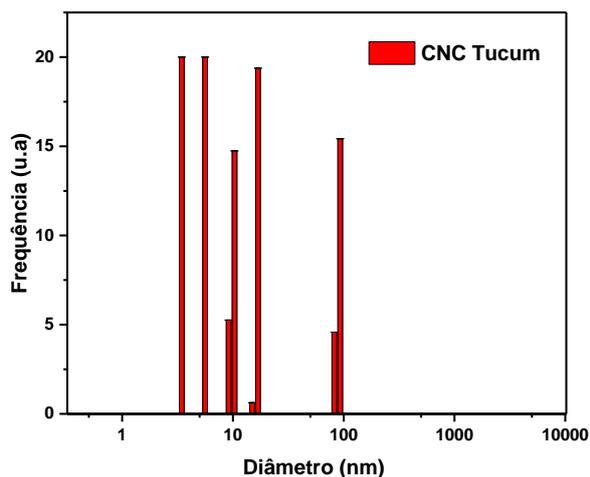
Têm-se também outro efeito na utilização desta técnica que é a aglomeração, ou seja, quanto mais pequenas as partículas forem, maiores serão as probabilidades delas se interagirem, principalmente por meio das ligações de hidrogênio entre as hidroxilas presentes na celulose, tendo como resultado a aglomeração de várias partículas. Desse modo, esse efeito acaba elevando o tamanho das partículas. Diversos estudos presentes na literatura utilizam surfactantes para evitar esse efeito no decorrer da análise em relação ao tamanho da partícula por DLS (DE FREITAS *et al.*, 2019). A microscopia de força atômica foi uma outra técnica utilizada para se ter um valor mais preciso do tamanho das partículas obtidas.

Figura 17 - Espalhamento de luz dinâmico dos ciclos das micro/nanofibrilas (5, 10, 15 e 20).



Fonte: A autora (2023)

Figura 18 - Espalhamento de luz dinâmico dos CNCs.

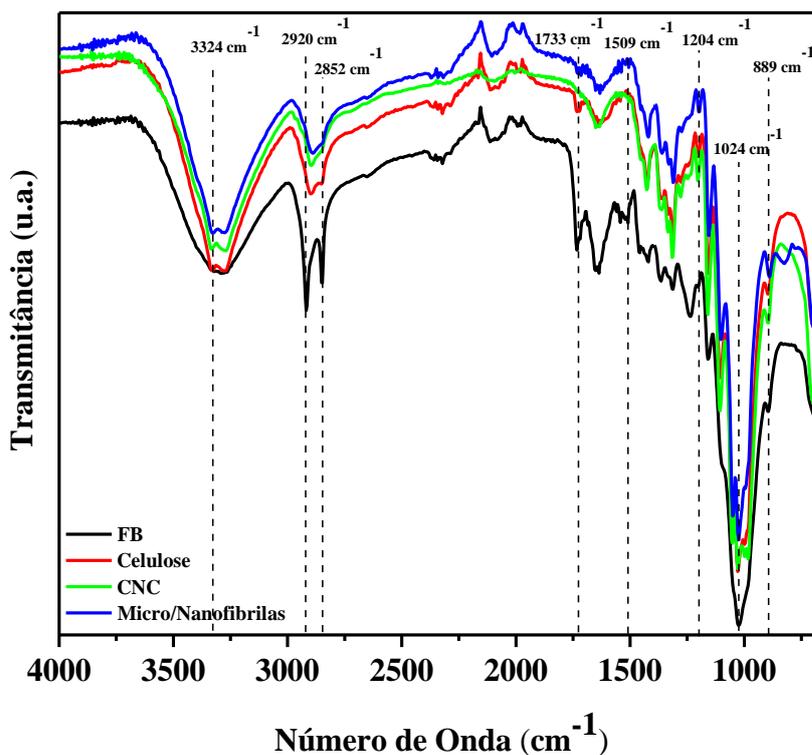


Fonte: A autora (2023)

5.3 Espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia (FTIR) foi efetuada para investigar os grupos funcionais e ligações presentes nas amostras no decorrer das etapas de tratamento entre a fibra *in natura*, da celulose, dos CNCs e das micro/nanofibrilas de celulose (Figura 19).

Figura 19 - Espectros das amostras: fibra *in natura*, celulose, CNCs e micro/nanofibrilas do Tucum.



Fonte: A autora (2023)

A tabela 2 abaixo demonstra os comprimentos de onda dos espectros de FTIR realizados, relacionando-os com as suas respectivas atribuições.

Tabela 2 - Bandas de Infravermelho definidas para material fibroso do tucum (*Astrocaryum chambira* Burret.), da celulose, dos CNCs e das micro/nanofibrilas.

Comprimento de Onda (cm⁻¹)	Atribuição
Fibra <i>in natura</i> – Celulose – CNC – Micro/Nanofibrilas	
3324	3700-3200 → estiramento O-H
2920	2900-2700 → estiramento C-H
2852	2900-2700 → estiramento C-H
1733	1740-1720 → estiramento C=O
1509	1500 → estiramento C=C
1204	1300-1100 → estiramento C-O
1024	1000-600 → estiramento C-O
889	1000-600 → flexão fora do plano = C-H

Fonte: A autora (2023); Atribuições conforme interpretação das informações do livro Stuart (2014).

Os espectrômetros apresentados apontam a presença de grupos funcionais característicos de materiais lignocelulósicos, com isso, a banda presente na faixa de 3324 cm⁻¹ apresentou forte estiramento vibracional O-H relativos às moléculas de celulose e água que formam as fibras lignocelulósicas (MACEDO *et al.*, 2020).

Nas bandas entre 2900-2800 cm⁻¹ nos espectros presentes, foi possível observar um estiramento vibracional de ligações C-H de grupos CH₂, ligações estas que são características da celulose e hemicelulose. A partir disso, foi possível observar que os picos nessa faixa diminuíram de intensidade, conforme a amostra passava por tratamentos, tanto para as micro/nanofibrilas como para os nanocristais, comprovando assim a diminuição da hemicelulose (ZHANG, H. *et al.*, 2015). Além disso, ocorreu do mesmo modo grande diminuição do pico em torno de 1730 cm⁻¹ atribuído aos grupos carbonila característicos também das ligações de hemiceluloses (MACEDO *et al.*, 2020). Nessa faixa, o espectro que melhor apresentou a extinção desse pico, foi o espectro referente ao CNC.

O pico encontrado na região em 1509 cm⁻¹ é característico da estrutura aromática da lignina (C=C). Com isso, é possível observar a diminuição dessa banda conforme as amostras iam sendo tratadas, confirmando a retirada de grande parte da lignina (DE FARIAS *et al.*, 2017).

O pico característico em 1204 cm⁻¹ e 1024 cm⁻¹ são referentes às ligações de C-O em hemicelulose ou lignina e ao alongamento e frequência de C-H e C=O, pertencentes ao grupo da celulose, respectivamente (MONDRAGON *et al.*, 2014). Muitos autores perceberam que o

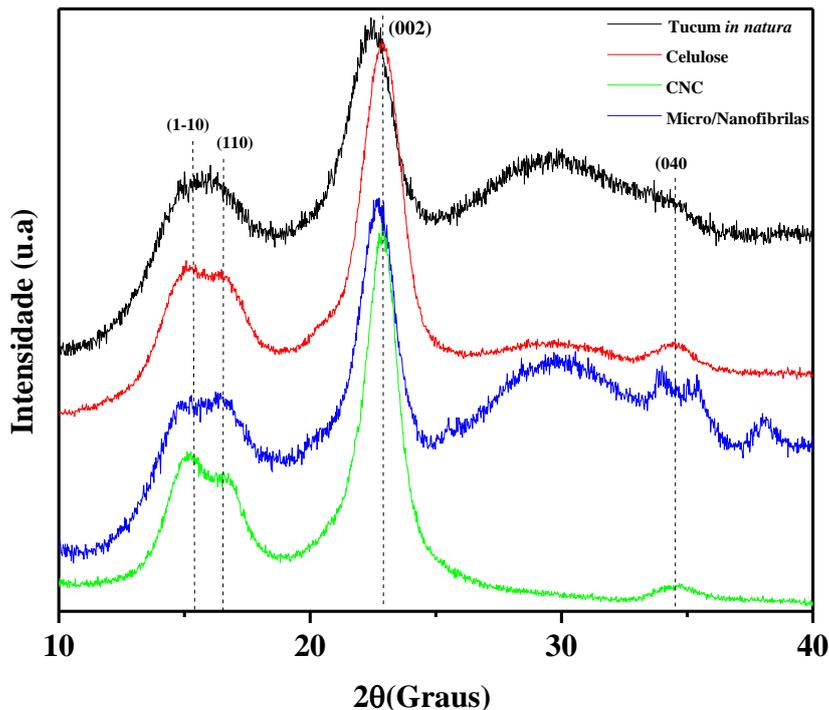
crescimento na intensidade dessa banda em 1024 cm^{-1} , está relacionado à remoção de partes não celulósicas ligadas ao redor da celulose, é possível encontrar resultados parecidos na pesquisa de Ravindran e colaboradores (2019) (RAVINDRAN; SREEKALA; THOMAS, 2019).

O pico característico em 889 cm^{-1} está relacionado as vibrações de C-H glicosídicas pertencentes a estrutura da celulose, podendo estar relacionado tanto a celulose amorfa quanto à cristalina (DE FARIAS *et al.*, 2017).

5.4 Difração de Raios-X (DRX)

Os materiais lignocelulósicos são formados por substâncias amorfas e cristalinas, com isso, a celulose é formada por arranjos cristalinos, enquanto a lignina e hemicelulose são polímeros totalmente amorfos. Pode-se comprovar este fato por meio dos difratogramas abaixo, no qual apresentam características semicristalinas, específicos de materiais vegetais (POLETTI *et al.*, 2012).

Figura 20 - Difração de Raios-X das amostras da fibra *in natura*, celulose, CNCs e das micro/nanofibrilas do Tucum.



Fonte: A autora (2023)

A fibra *in natura*, a celulose, os CNCs e as micro/nanofibrilas do tucum (figura 20) foram analisados. Ambas as ligações de hidrogênio (intra e intermoleculares) estão presentes na celulose por meio de grupos hidroxilas, o que origina diversos arranjos cristalinos

ordenados. Como previsto, o DRX das fibras apresenta estruturas similares à celulose I β com orientação preferencial dos cristalitos por todo o eixo da fibra. As amostras estudadas apresentaram um pico agudo em torno de $2\theta = 22^\circ$ (plano 002) característicos da celulose tipo I (FONSECA *et al.*, 2019; GALIWANGO *et al.*, 2019; LI *et al.*, 2015).

Os dois picos de difração menos intensos sobrepostos em $2\theta = 15^\circ$ e $2\theta = 16^\circ$, são referentes aos planos de rede (1-10) e 110) da celulose I (FONSECA *et al.*, 2019). O pico referente ao ângulo (002) está relacionado aos anéis glicosídicos e aponta um aumento no alinhamento desses anéis e também na região cristalina e, conseqüentemente, ocorre uma elevação na sua intensidade (FURTADO *et al.*, 2017).

O pico largo em torno de $34,52^\circ$ também é característico da celulose tipo I, e representa o plano cristalográfico (040). Com base, nos difratogramas o índice de cristalinidade foi calculado para as amostras de tucum *in natura* (38,49%), celulose (53,68%), CNC (66,79%) e micro/nanofibrilas – ciclo 10 (43,95%). O grau de cristalinidade está associado diretamente com a origem e processamento do material. O ciclo 10 das micro/nanofibrilas foi escolhido para ser utilizado como base, visto que, a partir da técnica de caracterização de espalhamento de luz dinâmico teve-se uma maior frequência das partículas com valores um pouco acima de 10 nm, tendo um pico mais elevado de frequência em nanoescala.

É possível observar também, ao comparar os difratogramas, menores diminuições dos picos que correspondem as regiões amorfas para o CNC obtido, efetivando o processo de branqueamento do material e as condições da hidrólise no qual fora realizado, garantindo uma boa cristalinidade.

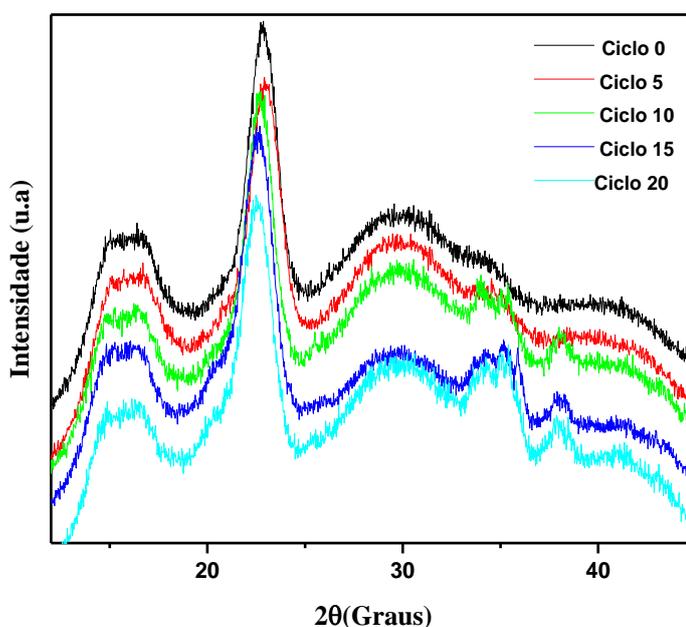
O índice de cristalinidade (IC) encontrado para a fibra *in natura* está dentro da faixa de materiais celulósicos que apresentam cristalinidade em torno de 40% e semelhante aos valores encontrados para fibras lignocelulósicas (32 – 43%) (ADEL *et al.*, 2010; SILVA, R. *et al.*, 2009).

Pode-se observar comparando os difratogramas da celulose com o do CNC, um elevado aumento da cristalinidade, visto que, o CNC apresentou um pico mais intenso, com isso, é possível destacar que houve remoção de grande parte do material não celulósico e degradação de regiões amorfas da amostra, por meio do processo de hidrólise ácida. Dessa forma, o material acaba ficando mais cristalino. Com base na literatura, a concentração do ácido para se obter melhores resultados fica em torno de 50 – 64% (HUSSIN; ATTAN;

WAHAB, 2020; LENGOWSKI, E. C; MUNIZ, G. I. M; NISGOSKI, S; MAGALHÃES, 2013; WULANDARI; ROCHLIADI; ARCANA, 2016).

O IC encontrado para as micro/nanofibrilas foi um pouco acima do valor encontrado para madeira de bétula e próximo ao encontrado para a palha de soja (50%) (LIIMATAINEN *et al.*, 2012; MARTELLI-TOSI *et al.*, 2018). Estudos comprovam que no decorrer do tratamento mecânico, a cada ciclo (passagens do material pelo moinho) pode ocorrer danos na estrutura das fibrilas, desse modo, sua cristalinidade pode diminuir (BLANCO *et al.*, 2018; IWAMOTO; LEE; ENDO, 2014). Com isso, quando a cristalinidade das micro/nanofibrilas é reduzida, a flexibilidade aumenta e o módulo de Young diminui (OTTESEN *et al.*, 2019).

Figura 21 - Difração de Raios-X das amostras coletadas dos ciclos das micro/nanofibrilas (0, 5, 10, 15 e 20).



Fonte: A autora (2023)

Ao comparar os espectros das micro/nanofibrilas em relação ao do CNC, é possível notar visualmente uma diminuição na intensidade dos picos cristalinos. Essa ocorrência pode ser explicada, devido à falta de tratamento químico no processo de obtenção das micro/nanofibrilas, desse modo, grande parte das regiões amorfas, características de materiais lignocelulósicos, acabam permanecendo. Uma segunda explicação para esse fato, é que no tratamento mecânico pode ocorrer deterioração das fibrilas, há relatos que comprovam que o número de ciclos em que a amostra passa pelo moinho pode diminuir a cristalinidade (VIANA; DE MUNIZ; MAGALHÃES, 2017). É possível observar na figura 21 os difratogramas dos ciclos (0, 5, 10, 15 e 20), com isso, até o ciclo 10 a cristalinidade variou de

38,50 – 43,95%, após o ciclo 10 houve diminuição da cristalinidade para 40,72% (ciclo 15) e 34,69% (ciclo 20).

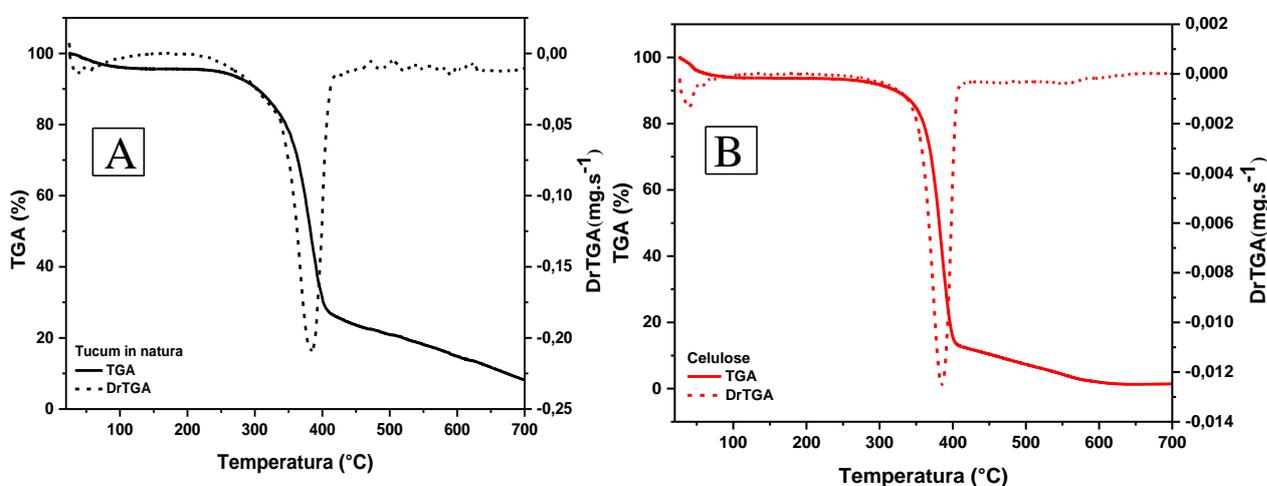
Assim, como houve a diminuição da cristalinidade, também foi possível observar o escurecimento do material e talvez um possível acúmulo de sedimentos na amostra devido ao cisalhamento dos discos do moinho, podendo ocasionar mudanças na estrutura do material, desse modo, findou-se o processo em 20 ciclos (IWAMOTO; LEE; ENDO, 2014; QING *et al.*, 2013; TEIXEIRA *et al.*, 2010). Com base na caracterização de DLS realizada, foi possível notar que a partir do ciclo 10 já encontra-se material em nanoescala (DA COSTA CORREIA *et al.*, 2018; YIHUN *et al.*, 2020).

Entretanto, devido o material ainda conter uma quantidade mínima de 4,9% de lignina, isso pode ter dificultado a desfibrilação do material, isso porque a lignina acaba influenciando no processo, impedindo a despolimerização da celulose. Desse modo, como foi observado em outras caracterizações, obteve-se também celulose microfibrilada com diâmetros maiores (YUAN *et al.*, 2021).

5.5 Análise termogravimétrica (TGA e DrTGA)

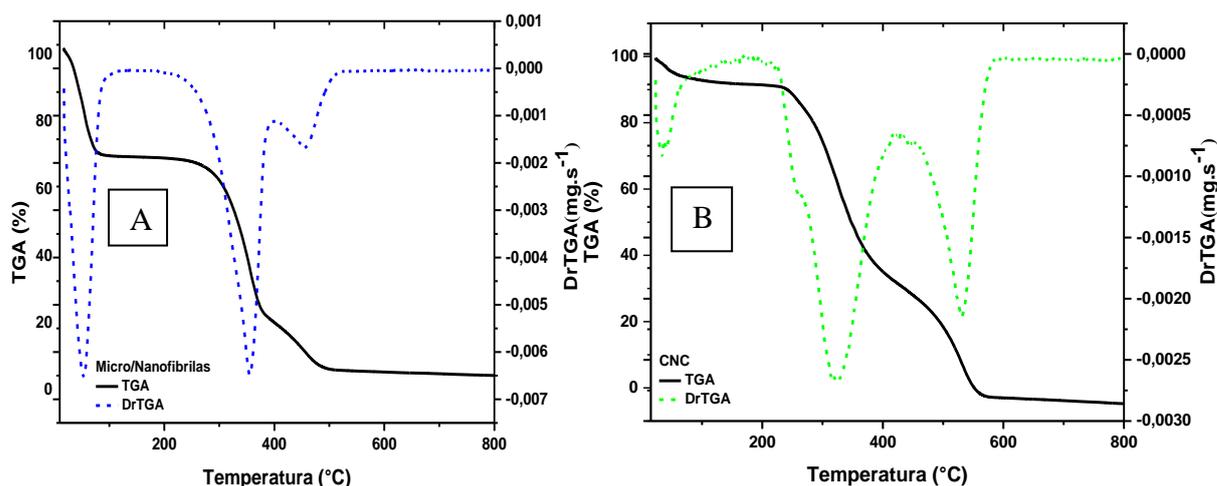
A análise termogravimétrica (TGA) foi realizada para analisar a estabilidade térmica da fibra de tucum *in natura*, celulose, CNCs e micro/nanofibrilas. Os dados dos eventos térmicos observados na figura 22 e 23, podem ser visualizados na Tabela 3.

Figura 22 - (A) TGA e DrTGA da amostra *in natura* de tucum; (B) TGA e DrTGA da Celulose.



Fonte: A autora (2023)

Figura 23 - (A) TGA e DrTGA das micro/nanofibrilas; (B) TGA e DrTGA dos CNCs.



Fonte: A autora (2023)

Tabela 3 - Dados das curvas TGA/DTG da fibra de tucum *in natura*, celulose, CNCs e micro/nanofibrilas de celulose.

Amostras	Resultados do TGA		DTG	
	Fases	Δm (%)	ΔT (°C)	T_p °C
Tucum <i>in natura</i>	1°	4,00%	26,04 – 150,60	40,76
	Estabilidade	-----	150,60 – 240,00	-----
	2°	69,13%	251,62 – 422,82	384,71
	3°	17,73%	422,82 – 700,00	523,53
Celulose	1°	6,43	26,92 – 150,76	40,76
	Estabilidade	-----	150,76 – 240	-----
	2°	81,05	251,93 – 421,74	384,40
	3°	10,21	421,74 – 700,00	561,18
Nanocristais	1°	8,01%	23,40 – 146,81	33,42
	Estabilidade	-----	145,38 – 220,50	-----
	2°	60,57%	220,50 – 428,87	328,35
	3°	33,77%	428,87 – 800,00	533,86
Micro/Nanofibrilas	1°	30,45%	23,85 – 131,85	51,57
	Estabilidade	-----	132,85 – 233,91	-----
	2°	50,86%	233,91 – 417,50	357,75
	3°	13,74%	417,50 – 800,00	462,68

Δm - perda de massa (%); ΔT – variação da temperatura; T_p – temperatura de pico.

Fonte: A autora (2023)

Os gráficos apresentaram perfis semelhantes e é possível observar três eventos de perdas de massa. No primeiro evento, todos os gráficos de TGA apresentaram um pequeno pico inicial na faixa de 25°-150° °C, que são referentes a evaporação de água solvente e água estrutural. A água intra ou estrutural-molecular vaporiza em temperatura acima de 200 °C que se situam no interior das cadeias moleculares, fortemente ligados às cadeias da estrutura. Com exceção apenas da curva TGA apresentada no gráfico das micro/nanofibrilas, no qual apresentou um pico mais intenso, devido a quantidade de água presente na estrutura do material. As micro/nanofibrilas também não foram secas antes de serem utilizadas, devido a isto, apresentaram um pico mais intenso de evaporação de água. O teor de umidade dos CNCs foi menor do que o das micro/nanofibrilas, isso ocorre devido à desidratação das fibras de celulose por meio do processo de hidrólise ácida realizado, que por sua vez, acaba introduzindo grupos sulfato na superfície externa dos CNCs (DOS SANTOS CARNEIRO DA CUNHA *et al.*, 2021; NANG AN *et al.*, 2020).

As análises de TGA demonstraram estabilidade térmica da fibra até a faixa de 240 °C. O segundo evento ocorre a partir de 250 °C, verificando-se a decomposição da holocelulose (tanto da hemicelulose quanto da celulose) até, aproximadamente cerca de 420 °C (DOS SANTOS CARNEIRO DA CUNHA *et al.*, 2021). Não há a possibilidade ao certo de saber em qual temperatura cada componente se decompõe, visto que, essa decomposição pode ocorrer simultaneamente. Com base na literatura, a decomposição de fibras lignocelulósicas ocorre em torno de 200-530 °C, hemicelulose entre 240-310 °C e celulose entre 310-360 °C (BET *et al.*, 2019).

Com isso, o terceiro evento ocorrido foi a partir de 422 °C, o último pico observado é acima de 500 °C e é referente a decomposição da protolignina (lignina presente em fibras naturais), no qual pode-se observar o desaparecimento desse pico após o tratamento da fibra (fibra branqueada), indicando que o processo de mercerização foi eficiente para a remoção da lignina (DOS SANTOS CARNEIRO DA CUNHA *et al.*, 2021).

Comparando os gráficos das micro/nanofibrilas com o dos CNCs, é possível notar que o último pico ficou mais evidente para os CNCs. Isso pode ter ocorrido, devido a um erro de amostragem no material ou uma sensibilidade da balança, que é uma incerteza em todos os sistemas TGA (SAADATKHAH *et al.*, 2020). Além disso, também é possível ocorrer a carbonização, ou seja, a formação de resíduos minerais característicos de matéria orgânica e o

término da decomposição de ácidos graxos e outros componentes provocados pela despolimerização (DI-MEDEIROS *et al.*, 2014).

Dessa forma, a partir da análise feita associando os eventos com as correspondentes perdas de massas, pode-se encontrar os seguintes valores conforme mostra a tabela 4.

Tabela 4 - Respectivas perdas de massa do material *in natura*, celulose, CNCs e micro/nanofibrilas.

Amostras	Perdas de Massas		
	Umidade (%)	Holocelulose (%)	Lignina (%)
Fibra <i>in natura</i>	4%	69,13%	17,73%
Celulose	6,43%	81,05%	10,73%
CNCs	8,01%	60,57%	33,77%
Micro/Nanofibrilas	30,45%	50,86%	13,74%

Fonte: A autora (2023)

Com isso, ao final da análise térmica restaram apenas 8,13% de fibra *in natura* correspondendo a 0,38 mg, 1,21% para a celulose, correspondendo a 0,04 mg, para os CNCs 1,43% correspondendo a 0,076g e para as micro/nanofibrilas 4,11% correspondendo a 0,21g.

5.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

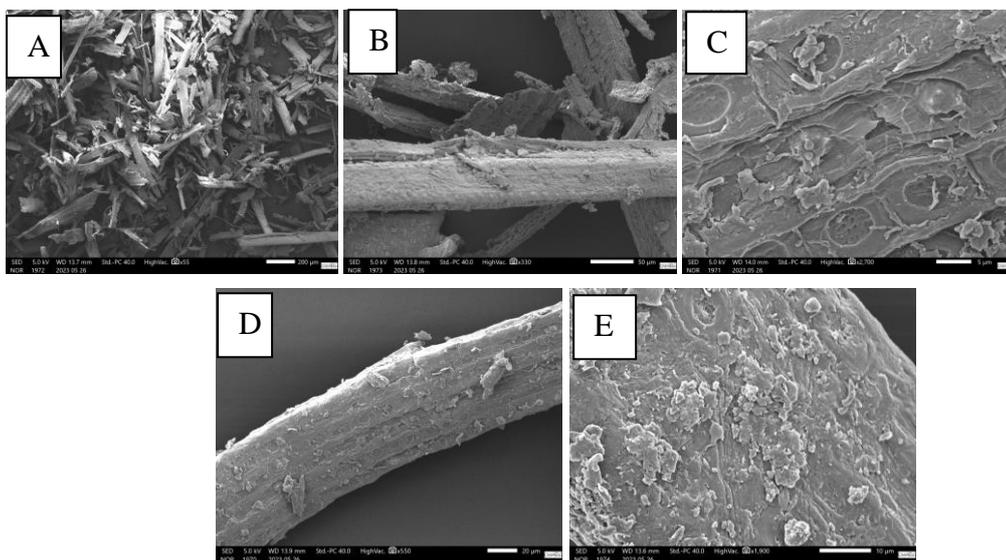
Os resultados da microscopia contribuem para obter uma imagem clara da morfologia da superfície da fibra. Com isso, as micrografias realizadas partiram da fibra *in natura* de Tucum e da celulose. Na figura 24 (A, B, C, D, E) são observadas as micrografias da fibra *in natura* com magnificações de 55x; 300x; 2,700x; 550x e 1,900x e resolução de 200 µm, 50µm, 5µm, 20µm e 10µm, respectivamente.

Sendo assim, as micrografias mostraram formações sendo regularmente distribuídas pela superfície transversal do material, além disso, o material mostrou diversas estruturas rugosas e lisas, com aparência irregular e superfície heterogênea, com características parecidas à fibra de juta e à fibra de bambu (RAJOLE; RAVISHANKAR; KULKARNI, 2020; WANG, K. *et al.*, 2017). Além do que, também é possível observar estruturas incrustadas as fibras. Dessa forma, essas estruturas possuem evidências de outros componentes, como: extrativos, lignina e hemicelulose presentes nas fibras. As partes que

possuem rugosidade possibilitam uma melhor interação entre a fibra e a matriz polimérica, esse fato possibilita que as fibras sejam mais resistentes (SILVA, 2021).

Além do mais, as fibras de Tucum contêm canais de lúmen poligonais conforme mostra a figura 24 e, é possível visualizar também saliências espinhosas à base de sílica, que são denominados fitólitos, similares aos encontrados na fibra de piaçava (DE ANDRADE PENNAS *et al.*, 2020; GARCIA FILHO *et al.*, 2020; NASCIMENTO *et al.*, 2012).

Figura 24 - Imagens da microscopia eletrônica de varredura da fibra *in natura* de Tucum.

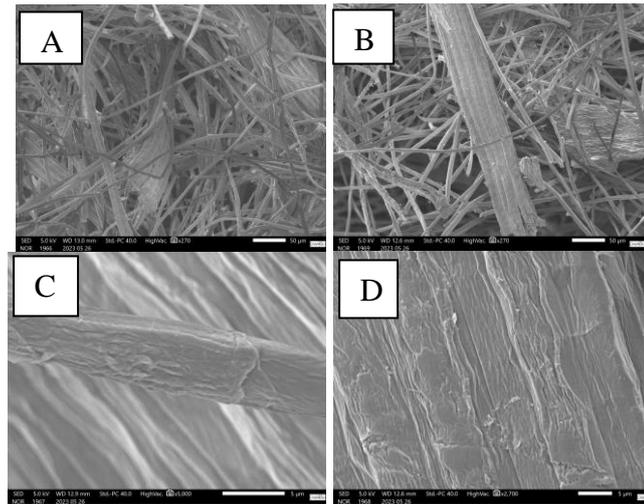


Fonte: A autora (2023)

Na figura 25 (A, B, C, D) são observadas micrografias das fibras branqueadas do Tucum com magnificações de 270x para (A) e (B), 5,000x para (C) e 2,700x para (D), com resolução de 50 μm para (A) e (B) e 5 μm para (C) e (D).

Com isso, comparando as figuras 24 e 25 observa-se que a fibra de tucum após o processo de mercerização mostrou uma estrutura ordenada e a formação de fibras alinhadas, soltas e agrupadas em pacotes com diversos feixes de fibras como encontrado para o bagaço da cana-de-açúcar (ROCHA; MULINARI, 2011; SATYANARAYANA *et al.*, 2019). Além disso, observa-se também superfícies limpas nas fibras e com menos rugosidade em relação a fibra *in natura*, com poucas impurezas, que indicam que o processo de branqueamento e remoção de grande parte da lignina, extrativos, proteínas e hemicelulose foram efetivos.

Figura 25 - Imagens da microscopia eletrônica de varredura da celulose do Tucum.



Fonte: A autora (2023)

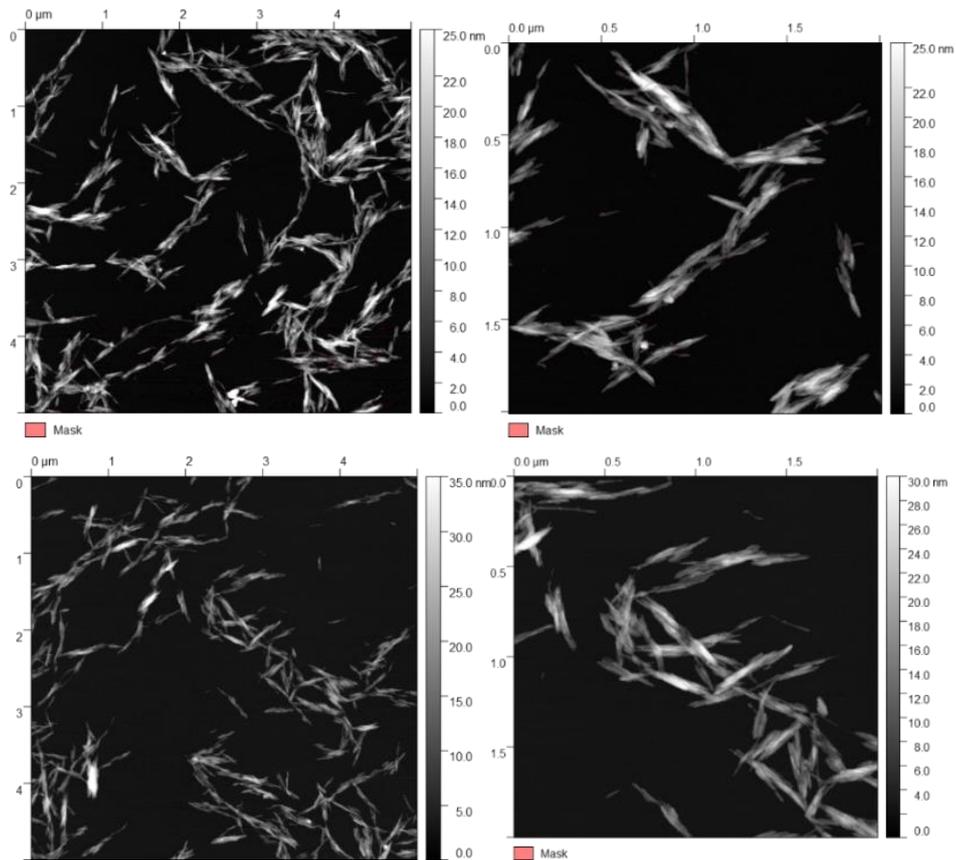
5.7. Microscopia de Força Atômica (AFM)

O AFM foi realizado para verificar a morfologia e distribuição dos CNCs e das micro/nanofibrilas de celulose obtidas. Como visualizado nas caracterizações anteriores realizadas (DRX, FTIR, TGA/DrTGA) é perceptível que grande parte da região amorfa das amostras foram removidas por meio das técnicas empregadas neste trabalho, para as respectivas obtenções de CNCs e micro/nanofibrilas de celulose.

O que diferencia e determina um material celulósico como nanocristal ou nanofibrilas são suas dimensões, como comprimento e diâmetro. Para os nanocristais, toda a sua dimensão deve ser nanométrica, ou seja, tanto o comprimento quanto o diâmetro. Já para as nanofibrilas, somente o diâmetro deve ser nanométrico (FERREIRA *et al.*, 2019). Contudo, a variação das diferentes matérias-primas da celulose e os processos de tratamento levam à formação de diferentes tipos de CNFs e CNCs que diferem em suas características, como: morfologia, cristalinidade, estabilidade térmica, grau de polimerização, entre outros (DILAMIAN; NOROOZI, 2019).

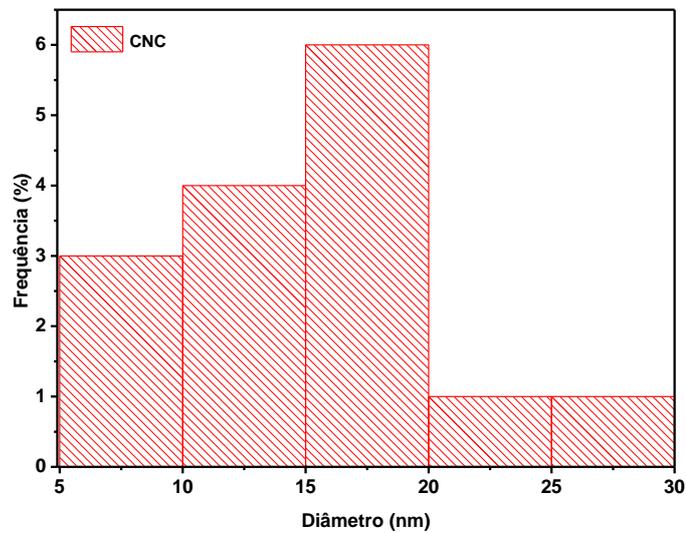
Desse modo, na figura 26 é possível observar imagens que foram analisadas no programa Gwyddion, referente aos CNCs. Com isso, observa-se uma mistura de alguns CNCs individuais e em pequenos grupos ou agregados. Logo abaixo encontra-se o gráfico de análise de distribuição do diâmetro (figura 27), apresentando valores abaixo de 70 nm (KEDZIOR *et al.*, 2021; KIAN *et al.*, 2019).

Figura 26 - Imagens AFM dos CNC's obtidos a partir do Tucum.



Fonte: A autora (2023)

Figura 27 - Análise de distribuição do diâmetro dos CNCs.



Fonte: A autora (2023)

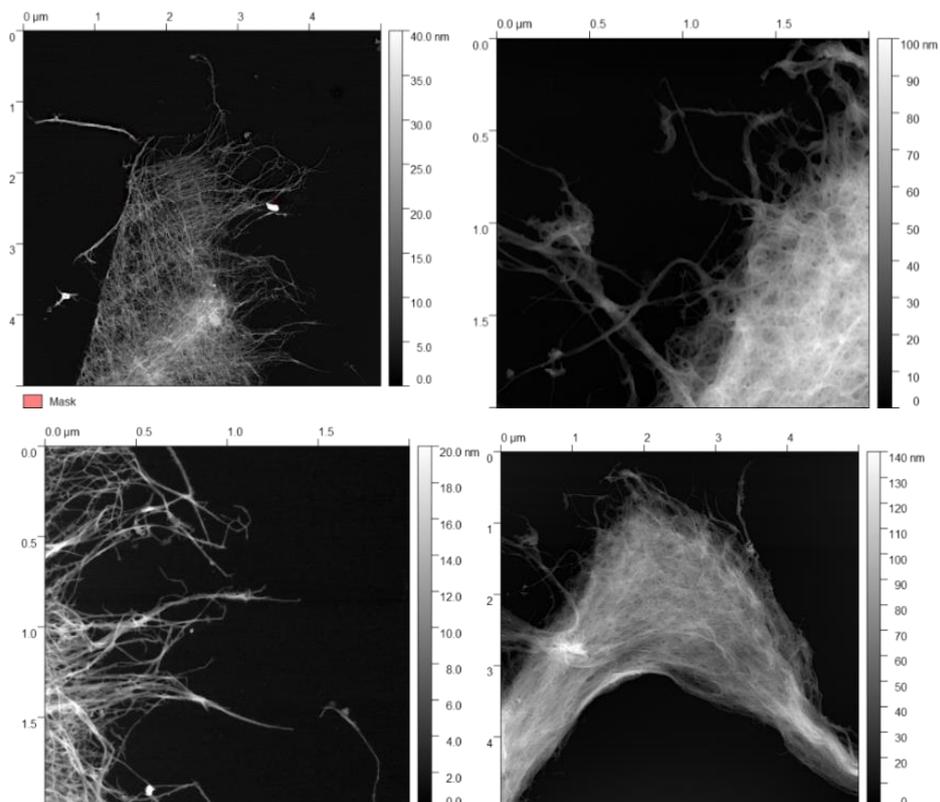
As micro/nanofibrilas possuem a capacidade de formar malhas altamente porosas com estruturas semelhantes a uma teia, com isso, é possível observar um emaranhado

característico das micro/nanofibrilas (figura28) (BEHESHTI TABAR *et al.*, 2017; KIAN *et al.*, 2019; MAUTNER, 2020). Decorrente disso, o material nanofibrilado possui mais flexibilidade do que os nanocristais, o que concede um maior alongamento durante qualquer tensão mecânica (FERREIRA *et al.*, 2019).

Com base em De France e colaboradores (2017), as micro/nanofibrilas são mais longas e possuem uma menor cristalinidade em relação aos CNCs, isso é comprovado também por meio das outras caracterizações realizadas neste trabalho. Com isso, as micro/nanofibrilas são capazes de construir uma rede emaranhada mesmo em concentrações mais baixas (DE FRANCE; HOARE; CRANSTON, 2017).

Por se tratar de um material híbrido entre celulose microfibrilada e celulose nanofibrilada, de acordo com a literatura, as suspensões de celulose microfibrilada são normalmente heterogêneas com partículas de diâmetro irregular, alterando entre escalas micrométrica e nanométrica, e mesmo com porções residuais de fibras não delaminadas. Tem-se como exemplo, um estudo realizado por Lehmonen, Pere, Hytönen e Kangas (2017), no qual eles classificaram como celulose microfibrilada uma suspensão de celulose que passou pelo processo de desfibrilamento e que contém fibrilas com diâmetros maiores que 150 nm (BERTO; ARANTES, 2019; LEHMONEN *et al.*, 2017).

Figura 28 - Imagens AFM das micro/nanofibrilas obtidas a partir do Tucum.



Fonte: A autora (2023)

6. CONCLUSÃO

O caule do Tucum foi analisado quanto a sua composição química em percentual de celulose (66,77%) e hemicelulose (14,21%) pertencentes à holocelulose (81,00%), teor de umidade (5,92%), cinzas (2,94%), extrativo (3,93%) e lignina (11,47%). A partir desses teores, pode-se comprovar que a fibra do Tucum se mostrou propícia para a polpação e, com isso, foi possível obter celulose, nanocristais e micro/nanofibrilas de celulose.

A metodologia desenvolvida para a extração de celulose foi eficaz para a remoção de grande parte dos constituintes amorfos, que são a lignina e a hemicelulose, ocorrendo a confirmação deste fato por meio das caracterizações que foram realizadas. Entretanto, ainda restou um percentual de 4% de lignina no material.

A partir da celulose extraída, obteve-se com êxito os nanocristais por meio da hidrólise com H₂SO₄ 64% e centrifugação do material. Porém, o material resultante da desfibrilação mecânica foram micro/nanofibrilas de celulose, ou seja, não houve a completa desfibrilação do material. Contudo, dependendo do tipo de aplicação, esse resultado não seria descartado, visto que, já existem trabalhos na literatura que utilizam materiais similares, principalmente como reforço em compósitos.

O índice de cristalinidade encontrado para as amostras, foram: tucum *in natura* (38,49%), celulose (53,68%), CNC (66,79%) e micro/nanofibrilas – ciclo 10 (43,95%). A cristalinidade dos CNCs é mais alta em relação as outras amostras, devido à grande parte dos constituintes não celulósicos serem removidos no processo de hidrólise ácida. Para as micro/nanofibrilas houve diminuição da cristalinidade a partir do processamento do material pelo moinho, e devido à falta de tratamento químico no processo de desfibrilação, grande parte das regiões amorfas, características de materiais lignocelulósicos, acabam permanecendo e afetam a cristalinidade.

Em suma, esse trabalho visou possibilitar o estudo a respeito das potencialidades dessa palmeira que não é muito conhecida, porém, bastante utilizada pelas famílias indígenas para confecção de artesanatos. Desse modo, o material dessa palmeira é eficaz devido a grande quantidade de celulose presente em suas fibras e por conter um baixo teor de lignina. Além disso, devido a pesquisas em buscas de novas fontes de biomassa, esse trabalho poderá possibilitar novas descobertas.

7. TRABALHOS FUTUROS

- ✓ Verificar o potencial de aplicação dos CNCs e das micro/nanofibrilas obtidas para a produção de compósitos;
- ✓ Otimizar o processo de desfibrilação no moinho desfibrilador Super Mass Colloider;
- ✓ Fazer uma avaliação estatística em relação ao processo de produção das nanofibrilas, utilizando-se como variáveis os ciclos e o diâmetros das CNFs.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABDUL KHALIL, H. P. S. *et al.* Production and modification of nanofibrillated cellulose using various mechanical processes: A review. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 99, p. 649–665, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.08.069>
- ADEL, A. M. *et al.* Characterization of microcrystalline cellulose prepared from lignocellulosic materials. Part I. Acid catalyzed hydrolysis. **Bioresource Technology**, [s. l.], v. 101, n. 12, p. 4446–4455, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.01.047>
- AL-OQLA, F. M. *et al.* A novel evaluation tool for enhancing the selection of natural fibers for polymeric composites based on fiber moisture content criterion. **BioResources**, [s. l.], v. 10, n. 1, p. 299–312, 2015. Available at: <https://doi.org/10.15376/biores.10.1.299-312>
- ALIAS, A. H. *et al.* Hybridization of MMT/Lignocellulosic Fiber Reinforced Polymer Nanocomposites for Structural Applications: A Review. **Coatings**, [s. l.], v. 11, n. 11, p. 1355, 2021. Available at: <https://doi.org/10.3390/coatings11111355>
- ÄMMÄLÄ, A. *et al.* Key role of mild sulfonation of pine sawdust in the production of lignin containing microfibrillated cellulose by ultrafine wet grinding. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], v. 140, n. May, p. 111664, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.111664>
- ASIM, M. *et al.* A review on pineapple leaves fibre and its composites. **International Journal of Polymer Science**, [s. l.], v. 2015, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1155/2015/950567>
- BAJPAI, P. Basics of Anaerobic Digestion Process. *In*: [S. l.: s. n.], 2017. p. 7–12. Available at: https://doi.org/10.1007/978-981-10-4130-3_2
- BALEY, C. Influence of kink bands on the tensile strength of flax fibers. **Journal of Materials Science**, [s. l.], v. 39, n. 1, p. 331–334, 2004. Available at: <https://doi.org/10.1023/B:JMSC.0000007768.63055.ae>
- BANVILLET, G. *et al.* Alkaline treatment combined with enzymatic hydrolysis for efficient cellulose nanofibrils production. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 255, p. 117383, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117383>
- BARBASH, V. A.; YASCHENKO, O. V.; SHNIRUK, O. M. Preparation and Properties of

- Nanocellulose from Organosolv Straw Pulp. **Nanoscale Research Letters**, [s. l.], v. 12, n. 1, p. 241, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1186/s11671-017-2001-4>
- BARRAGÁN, E. U. P. *et al.* Isolation of Cellulose Nanocrystals from *Typha domingensis* Named Southern Cattail Using a Batch Reactor. **Fibers and Polymers**, [s. l.], v. 20, n. 6, p. 1136–1144, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1007/s12221-019-8973-1>
- BARTOS, A. *et al.* Alkali treatment of lignocellulosic fibers extracted from sugarcane bagasse: Composition, structure, properties. **Polymer Testing**, [s. l.], v. 88, n. January, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2020.106549>
- BÉAKOU, A. *et al.* Physico-chemical and microstructural characterization of “*Rhectophyllum camerunense*” plant fiber. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [s. l.], v. 39, n. 1, p. 67–74, 2008. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.09.002>
- BEHESHTI TABAR, I. *et al.* Production of cellulose nanofibers using phenolic enhanced surface oxidation. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 174, p. 120–127, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.06.058>
- BENGTSSON, A. **Carbon fibres from lignin - cellulose precursors**. [S. l.: s. n.], 2019.
- BERNAL R, G. S. e C. M. **Catálogo de plantas y líquenes de Colombia**. [S. l.], 2015. Available at: <http://catalogoplantasdecolombia.unal.edu.co/en/>.
- BERTELLA, S.; LUTERBACHER, J. S. Lignin Functionalization for the Production of Novel Materials. **Trends in Chemistry**, [s. l.], v. 2, n. 5, p. 440–453, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.trechm.2020.03.001>
- 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.], v. 127, p. 637–648, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.01.169>
- BET, C. D. *et al.* Aqueous extraction of organic amaranth starch and their by-products. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [s. l.], v. 138, n. 4, p. 2733–2749, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10973-019-08374-7>
- BETENE, A. D. O. *et al.* Physico-Chemical and Thermal Characterization of Some Lignocellulosic Fibres: <i>Ananas comosus</i> (AC),

<i>Neuropeltis acuminatas</i> (NA) and <i>Rhectophyllum camerunense</i&. **Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering**, [s. l.], v. 08, n. 04, p. 205–222, 2020. Available at: <https://doi.org/10.4236/jmmce.2020.84014>

BLANCO, A. *et al.* Nanocellulose for Industrial Use. *In: HANDBOOK OF NANOMATERIALS FOR INDUSTRIAL APPLICATIONS*. [S. l.]: Elsevier, 2018. p. 74–126. Available at: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813351-4.00005-5>

BORGES, C. P.; GIGLIOLLI, A. A. S. Avaliação Do Acervo De Informações De Teores De Celulose, Hemicelulose E Lignina Na Biomassa Do Bagaço De Cana De Açúcar / Evaluation of the Information Collection of Cellulose, Hemicellulose and Lignin Contents in Sugarcane Bagasse Biomass. **Brazilian Journal of Development**, [s. l.], v. 6, n. 9, p. 71782–71791, 2020. Available at: <https://doi.org/10.34117/bjdv6n9-574>

BROKAMP, G. *et al.* Trade in Palm Products in North-Western South America. **The Botanical Review**, [s. l.], v. 77, n. 4, p. 571–606, 2011. Available at: <https://doi.org/10.1007/s12229-011-9087-7>

BU, X. *et al.* Wet and dry grinding of coal in a laboratory-scale ball mill: Particle-size distributions. **Powder Technology**, [s. l.], v. 359, p. 305–313, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.09.062>

CAMARERO ESPINOSA, S. *et al.* Isolation of Thermally Stable Cellulose Nanocrystals by Phosphoric Acid Hydrolysis. **Biomacromolecules**, [s. l.], v. 14, n. 4, p. 1223–1230, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1021/bm400219u>

CAMARGO, L. A. *et al.* Feasibility of Manufacturing Cellulose Nanocrystals from the Solid Residues of Second-Generation Ethanol Production from Sugarcane Bagasse. **BioEnergy Research**, [s. l.], v. 9, n. 3, p. 894–906, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1007/s12155-016-9744-0>

CHANDEL, A. K. *et al.* The path forward for lignocellulose biorefineries: Bottlenecks, solutions, and perspective on commercialization. **Bioresource Technology**, [s. l.], v. 264, n. June, p. 370–381, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.06.004>

CHEN, P. *et al.* Concentration effects on the isolation and dynamic rheological behavior of cellulose nanofibers via ultrasonic processing. **Cellulose**, [s. l.], v. 20, n. 1, p. 149–157, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-012-9829-7>

CHEN, Y.; MU, T. Revisiting greenness of ionic liquids and deep eutectic solvents. **Green Chemical Engineering**, [s. l.], v. 2, n. 2, p. 174–186, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.gce.2021.01.004>

COELHO DE CARVALHO BENINI, K. C. *et al.* Characterization of a New Lignocellulosic Fiber from Brazil: *Imperata brasiliensis* (Brazilian Satintail) as an Alternative Source for Nanocellulose Extraction. **Journal of Natural Fibers**, [s. l.], v. 14, n. 1, p. 112–125, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1080/15440478.2016.1167647>

COURET, L. *et al.* Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from post-consumer wood fiberboard waste. **Cellulose**, [s. l.], v. 24, n. 5, p. 2125–2137, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-017-1252-7>

DA COSTA CORREIA, V. *et al.* Nanofibrillated cellulose and cellulosic pulp for reinforcement of the extruded cement based materials. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 160, p. 376–384, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.066>

DA SILVA, F. S. *et al.* DESEMPENHO TECNOLÓGICO DE PAPÉIS PRODUZIDOS COM ADIÇÃO DE NANOFIBRILAS DE CELULOSE DE *Eucalyptus*. **BIOFIX Scientific Journal**, [s. l.], v. 5, n. 2, p. 174, 2020. Available at: <https://doi.org/10.5380/biofix.v5i2.69489>

DAI, Y. *et al.* Ionic liquids and deep eutectic solvents in natural products research: Mixtures of solids as extraction solvents. **Journal of Natural Products**, [s. l.], v. 76, n. 11, p. 2162–2173, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1021/np400051w>

DE ANDRADE PENNAS, L. G. *et al.* Amazonian tucum (*Astrocaryum chambira* Burret) leaf fiber and handcrafted yarn characterization. **SN Applied Sciences**, [s. l.], v. 2, n. 2, p. 1–11, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1007/s42452-020-2031-x>

DE BARROS, E. M. *et al.* Comparison of strategies for the simultaneous saccharification and fermentation of cashew apple bagasse using a thermotolerant *Kluyveromyces marxianus* to enhance cellulosic ethanol production. **Chemical Engineering Journal**, [s. l.], v. 307, p. 939–947, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.09.006>

DE FARIAS, J. G. G. *et al.* Surface lignin removal on coir fibers by plasma treatment for improved adhesion in thermoplastic starch composites. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 165, p. 429–436, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.02.042>

DE FRANCE, K. J.; HOARE, T.; CRANSTON, E. D. Review of Hydrogels and Aerogels Containing Nanocellulose. **Chemistry of Materials**, [s. l.], v. 29, n. 11, p. 4609–4631, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1021/acs.chemmater.7b00531>

DE FREITAS, F. A. *et al.* Synthesis and evaluation of the potential of nonionic surfactants/mesoporous silica systems as nanocarriers for surfactant controlled release in enhanced oil recovery. **Fuel**, [s. l.], v. 241, p. 1184–1194, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.12.059>

DE OLIVEIRA, S. F.; NETO, J. P. D. M.; DA SILVA, K. E. R. Uma revisão sobre a morfoanatomia e as propriedades farmacológicas das espécies *Astrocaryum aculeatum* Meyer e *Astrocaryum vulgare* Mart. **Scientia Amazonia**, [s. l.], v. 7, n. 3, p. 18–28, 2018. Available at: <http://www.scientia-amazonia.org>

DEL RÍO, J. C. *et al.* Lignin Monomers from beyond the Canonical Monolignol Biosynthetic Pathway: Another Brick in the Wall. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, [s. l.], v. 8, n. 13, p. 4997–5012, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c01109>

DI-MEDEIROS, M. C. B. *et al.* Rheological and biochemical properties of *Solanum lycocarpum* starch. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 104, p. 66–72, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.01.023>

DIAS, I. K. R.; LACERDA, B. K.; ARANTES, V. High-yield production of rod-like and spherical nanocellulose by controlled enzymatic hydrolysis of mechanically pretreated cellulose. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 242, p. 125053, 2023. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.125053>

DILAMIAN, M.; NOROOZI, B. A combined homogenization-high intensity ultrasonication process for individualizaion of cellulose micro-nano fibers from rice straw. **Cellulose**, [s. l.], v. 26, n. 10, p. 5831–5849, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02469-y>

DINESH, G.; KANDASUBRAMANIAN, B. Fabrication of transparent paper devices from nanocellulose fiber. **Materials Chemistry and Physics**, [s. l.], p. 125707, 2022. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.125707>

DINIZ, J. F. de B. *et al.* Secagem de fibras de sisal em estufa com circulação forçada de ar: Um estudo experimental. **Research, Society and Development**, [s. l.], v. 9, n. 10, p. e8639109342, 2020. Available at: <https://doi.org/10.33448/rsd-v9i10.9342>

DOS SANTOS CARNEIRO DA CUNHA, J. *et al.* Study on Mechanical and Thermal

Properties of Amazon Fibers on the Polymeric Biocomposites: Malva and Tucum. **Fibers and Polymers**, [s. l.], v. 22, n. 11, p. 3203–3211, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1007/s12221-021-0843-y>

DRANSFIELD, J. *et al.* **Genera Palmarum - The Evolution and Classification of the Palms**. Londres: Royal Botanical Garden, 2008.

DUARTE, A. Y. . *et al.* Ethnobotany of natural fibres—*Bactris setosa* (tucum) in a traditional rural community. **Fibres Text East Eur.**, [s. l.], v. 2, p. 18–20, 2012.

DUFRESNE, A. Nanocellulose: a new ageless bionanomaterial. **Materials Today**, [s. l.], v. 16, n. 6, p. 220–227, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2013.06.004>

EDMUNDS, C. W. *et al.* Characterization and enzymatic hydrolysis of wood from transgenic *Pinus taeda* engineered with syringyl lignin or reduced lignin content. **Cellulose**, [s. l.], v. 24, n. 4, p. 1901–1914, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-017-1231-z>

FAN, Q. *et al.* Eco-friendly extraction of cellulose nanocrystals from grape pomace and construction of self-healing nanocomposite hydrogels. **Cellulose**, [s. l.], v. 27, n. 5, p. 2541–2553, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-020-02977-2>

FARIA, L. U. S. *et al.* Production of cellulose nanocrystals from pineapple crown fibers through alkaline pretreatment and acid hydrolysis under different conditions. **Journal of Materials Research and Technology**, [s. l.], v. 9, n. 6, p. 12346–12353, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.08.093>

FERREIRA, F. *et al.* Polymer Composites Reinforced with Natural Fibers and Nanocellulose in the Automotive Industry: A Short Review. **Journal of Composites Science**, [s. l.], v. 3, n. 2, p. 51, 2019. Available at: <https://doi.org/10.3390/jcs3020051>

FERRER, A. *et al.* Valorization of residual Empty Palm Fruit Bunch Fibers (EPFBF) by microfluidization: Production of nanofibrillated cellulose and EPFBF nanopaper. **Bioresource Technology**, [s. l.], v. 125, p. 249–255, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.08.108>

FONSECA, A. S. *et al.* Main Characteristics of Underexploited Amazonian Palm Fibers for Using as Potential Reinforcing Materials. **Waste and Biomass Valorization**, [s. l.], v. 10, n. 10, p. 3125–3142, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1007/s12649-018-0295-9>

FONTES, A. M. *et al.* Micro/nanostructured lignonnanocellulose obtained from steam-

exploded sugarcane bagasse. **Cellulose**, [s. l.], v. 28, n. 16, p. 10163–10182, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-021-04205-x>

FOSTER, E. J. *et al.* Current characterization methods for cellulose nanomaterials. **Chemical Society Reviews**, [s. l.], v. 47, n. 8, p. 2609–2679, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1039/C6CS00895J>

FRENCH, A. D. Idealized powder diffraction patterns for cellulose polymorphs. **Cellulose**, [s. l.], v. 21, n. 2, p. 885–896, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-013-0030-4>

FURTADO, J. B. D. M. *et al.* **Caracterização química da fibra do caule da palmeira de babaçu natural e após tratamento.** [S. l.], 2017. Available at: <http://revistas.poli.br/~anais/index.php/rep/article/download/1254/646?inline=1>.

FURTADO, J. B. D. M. *et al.* Polyethylene/fiber composite - characterization and degradation. **Revista Virtual de Química**, [s. l.], v. 12, n. 1, p. 272–285, 2020. Available at: <https://doi.org/10.21577/1984-6835.20200021>

GALIWANGO, E. *et al.* Isolation and characterization of cellulose and α -cellulose from date palm biomass waste. **Heliyon**, [s. l.], v. 5, n. 12, p. e02937, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02937>

GAN, P. G. *et al.* Thermal properties of nanocellulose-reinforced composites: A review. **Journal of Applied Polymer Science**, [s. l.], v. 137, n. 11, p. 48544, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1002/app.48544>

GARCÍA, N. *et al.* Demography and sustainable management of two fiber-producing *Astrocaryum* palms in Colombia. **Biotropica**, [s. l.], v. 48, n. 5, p. 598–607, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1111/btp.12338>

GARCÍA, N. *et al.* Management of the palm *Astrocaryum chambira* Burret (Arecaceae) in northwest Amazon. **Acta Botanica Brasilica**, [s. l.], v. 29, n. 1, p. 45–57, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1590/0102-33062014abb3415>

GARCIA FILHO, F. D. C. *et al.* Ballistic behavior of epoxy matrix composites reinforced with piassava fiber against high energy ammunition. **Journal of Materials Research and Technology**, [s. l.], v. 9, n. 2, p. 1734–1741, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.12.004>

GARLAPATI, V. K. *et al.* Circular economy aspects of lignin: Towards a lignocellulose

biorefinery. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, [s. l.], v. 130, p. 109977, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2020.109977>

GEORGE, J.; SABAPATHI, S. . Cellulose nanocrystals: synthesis, functional properties, and applications. **Nanotechnology, Science and Applications**, [s. l.], p. 45, 2015. Available at: <https://doi.org/10.2147/NSA.S64386>

GONG, J. *et al.* Research on cellulose nanocrystals produced from cellulose sources with various polymorphs. **RSC Advances**, [s. l.], v. 7, n. 53, p. 33486–33493, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1039/c7ra06222b>

GONZÁLEZ-GARCÍA, S. *et al.* Environmental performance of biomass refining into high-added value compounds. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], v. 120, p. 170–180, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.02.015>

GUERRIERO, G. *et al.* Lignocellulosic biomass: Biosynthesis, degradation, and industrial utilization. **Engineering in Life Sciences**, [s. l.], v. 16, n. 1, p. 1–16, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1002/elsc.201400196>

GUNATHILAKE, T. M. S. U. *et al.* Investigations on the interactions of proteins with nanocellulose produced via sulphuric acid hydrolysis. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 193, p. 1522–1531, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.10.215>

HAMAWAND, I. *et al.* Nanoparticle technology for separation of cellulose, hemicellulose and lignin nanoparticles from lignocellulose biomass: A short review. **Nano-Structures & Nano-Objects**, [s. l.], v. 24, p. 100601, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.nanoso.2020.100601>

HAMMOND, O. S. *et al.* Deep eutectic-solvothermal synthesis of nanostructured ceria. **Nature Communications**, [s. l.], v. 8, n. 1, p. 14150, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1038/ncomms14150>

HAMMOND, O. S.; BOWRON, D. T.; EDLER, K. J. The Effect of Water upon Deep Eutectic Solvent Nanostructure: An Unusual Transition from Ionic Mixture to Aqueous Solution. **Angewandte Chemie International Edition**, [s. l.], v. 56, n. 33, p. 9782–9785, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1002/anie.201702486>

HERBAUT, M. *et al.* Multimodal analysis of pretreated biomass species highlights generic markers of lignocellulose recalcitrance. **Biotechnology for Biofuels**, [s. l.], v. 11, n. 1, p. 52,

2018. Available at: <https://doi.org/10.1186/s13068-018-1053-8>

HERNÁNDEZ-VARELA, J. D. *et al.* Effect of ball milling on cellulose nanoparticles structure obtained from garlic and agave waste. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 255, n. October 2020, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117347>

HERRERA, M. *et al.* Preparation and evaluation of high-lignin content cellulose nanofibrils from eucalyptus pulp. **Cellulose**, [s. l.], v. 25, n. 5, p. 3121–3133, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-018-1764-9>

HU, Y. *et al.* Preparation of cellulose nanocrystals and carboxylated cellulose nanocrystals from borer powder of bamboo. **Cellulose**, [s. l.], v. 21, n. 3, p. 1611–1618, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-014-0236-0>

HUSSIN, F. N. N. M.; ATTAN, N.; WAHAB, R. A. Extraction and Characterization of Nanocellulose from Raw Oil Palm Leaves (*Elaeis guineensis*). **Arabian Journal for Science and Engineering**, [s. l.], v. 45, n. 1, p. 175–186, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1007/s13369-019-04131-y>

ILYAS, R. A. *et al.* Sugar palm (*Arenga pinnata* (Wurmb.) Merr) cellulosic fibre hierarchy: a comprehensive approach from macro to nano scale. **Journal of Materials Research and Technology**, [s. l.], v. 8, n. 3, p. 2753–2766, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.04.011>

INDRAN, S.; EDWIN RAJ, R.; SREENIVASAN, V. S. Characterization of new natural cellulosic fiber from *Cissus quadrangularis* root. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 110, p. 423–429, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.04.051>

IREANA YUSRA, A. F. *et al.* Controlling of green nanocellulose fiber properties produced by chemo-mechanical treatment process via SEM, TEM, AFM and image analyzer characterization. **Journal of Fundamental and Applied Sciences**, [s. l.], v. 10, n. 1S, p. 1–17, 2018.

ISLAM, M. T. *et al.* Preparation of nanocellulose: A review. **AATCC Journal of Research**, [s. l.], v. 1, n. 5, p. 17–23, 2014. Available at: <https://doi.org/10.14504/ajr.1.5.3>

IWAMOTO, S.; LEE, S.-H.; ENDO, T. Relationship between aspect ratio and suspension viscosity of wood cellulose nanofibers. **Polymer Journal**, [s. l.], v. 46, n. 1, p. 73–76, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1038/pj.2013.64>

JABBAR, A. **Sustainable Jute-Based Composite Materials: Mechanical and Thermomechanical Behaviour**. [S. l.]: Cham, Switzerland : Springer, 2017.

JARDIM, J. M. *et al.* Avaliação da qualidade e desempenho de clones de eucalipto na produção de celulose. **O Papel**, [s. l.], v. 78, n. 11, p. 122–129, 2017.

KAHN, F. The genus *Astrocaryum* (Arecaceae). **Revista peruana de biología**, [s. l.], v. 15, n. November, p. 31–48, 2008.

KALIA, S. *et al.* Nanofibrillated cellulose: Surface modification and potential applications. **Colloid and Polymer Science**, [s. l.], v. 292, n. 1, p. 5–31, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1007/s00396-013-3112-9>

KARGARZADEH, H. *et al.* Recent developments in nanocellulose-based biodegradable polymers, thermoplastic polymers, and porous nanocomposites. **Progress in Polymer Science**, [s. l.], v. 87, p. 197–227, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2018.07.008>

KARGARZADEH, Hanieh *et al.* **Advances in cellulose nanomaterials**. [S. l.]: Springer Netherlands, 2018. ISSN 1572882X.v. 25 Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-018-1723-5>

KARGARZADEH, Hanieh *et al.* Methods for Extraction of Nanocellulose from Various Sources. **Handbook of Nanocellulose and Cellulose Nanocomposites**, [s. l.], p. 1–49, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1002/9783527689972.ch1>

KASIRI, N.; FATHI, M. Production of cellulose nanocrystals from pistachio shells and their application for stabilizing Pickering emulsions. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 106, p. 1023–1031, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.08.112>

KAWEE, N.; LAM, N. T.; SUKYAI, P. Homogenous isolation of individualized bacterial nanofibrillated cellulose by high pressure homogenization. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 179, n. June 2017, p. 394–401, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.09.101>

KEDZIOR, S. A. *et al.* Nanocellulose in Emulsions and Heterogeneous Water-Based Polymer Systems: A Review. **Advanced Materials**, [s. l.], v. 33, n. 28, p. 2002404, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1002/adma.202002404>

- KIAN, L. K. *et al.* A review on processing techniques of bast fibers nanocellulose and its polylactic acid (PLA) nanocomposites. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 121, p. 1314–1328, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.09.040>
- KLEMM, D. *et al.* Nanocellulose as a natural source for groundbreaking applications in materials science: Today's state. **Materials Today**, [s. l.], v. 21, n. 7, p. 720–748, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2018.02.001>
- LAITINEN, O. *et al.* Hydrophobic, Superabsorbing Aerogels from Choline Chloride-Based Deep Eutectic Solvent Pretreated anfile:///C:/Users/juhma/OneDrive/Área de Trabalho/CNF em Moinho Coloidal - Preparo.pdf Silylated Cellulose Nanofibrils for Selective Oil Removal. **ACS Applied Materials & Interfaces**, [s. l.], v. 9, n. 29, p. 25029–25037, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1021/acsami.7b06304>
- LAMAMING, J. *et al.* Cellulose nanocrystals isolated from oil palm trunk. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 127, p. 202–208, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.03.043>
- LAURICHESSE, S.; AVÉROUS, L. Chemical modification of lignins: Towards biobased polymers. **Progress in Polymer Science**, [s. l.], v. 39, n. 7, p. 1266–1290, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2013.11.004>
- LAVORATTI, A.; SCIENZA, L. C.; ZATTERA, A. J. Dynamic-mechanical and thermomechanical properties of cellulose nanofiber/polyester resin composites. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 136, p. 955–963, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.10.008>
- LEHMENEN, J. *et al.* Effect of cellulose microfibril (CMF) addition on strength properties of middle ply of board. **Cellulose**, [s. l.], v. 24, n. 2, p. 1041–1055, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-016-1146-0>
- LENGOWSKI, E. C; MUNIZ, G. I. M; NISGOSKI, S; MAGALHÃES, W. L. E. Cellulose acquirement evaluation methods with different degrees of crystallinity. **Sci. For.**, [s. l.], v. 41, p. 185–194, 2013.
- LI, W. *et al.* Characterization of cellulose from banana pseudo-stem by heterogeneous liquefaction. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 132, p. 513–519, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.06.066>

- LIIMATAINEN, H. *et al.* Enhancement of the Nanofibrillation of Wood Cellulose through Sequential Periodate–Chlorite Oxidation. **Biomacromolecules**, [s. l.], v. 13, n. 5, p. 1592–1597, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1021/bm300319m>
- LIN, N.; DUFRESNE, A. Nanocellulose in biomedicine : Current status and future prospect. **EUROPEAN POLYMER JOURNAL**, [s. l.], v. 59, p. 302–325, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2014.07.025>
- LOBO, F. C. M. *et al.* An Overview of the Antimicrobial Properties of Lignocellulosic Materials. **Molecules**, [s. l.], v. 26, n. 6, p. 1749, 2021. Available at: <https://doi.org/10.3390/molecules26061749>
- LÓPEZ CAMACHO, R. **Manual de identificación de especies no maderables del corregimiento de Tarapacá, Colombia**. [S. l.: s. n.], 2006. *E-book*.
- M., H. *et al.* Robust Superhydrophobic Cellulose Nanofiber Aerogel for Multifunctional Environmental Applications. **Polymers**, [s. l.], v. 11, n. 3, p. 495, 2019. Available at: <https://doi.org/10.3390/polym11030495>
- MACEDO, M. J. P. *et al.* Surface modification of kapok fibers by cold plasma surface treatment. **Journal of Materials Research and Technology**, [s. l.], v. 9, n. 2, p. 2467–2476, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.12.077>
- MACHADO, B. A. S. *et al.* Obtaining Nanocellulose From Green Coconut Fibers and Incorporation in Biodegradable Films of Starch Plasticized With Glycerol. **Química Nova**, [s. l.], v. 37, n. 8, p. 1275–1282, 2014. Available at: <https://doi.org/10.5935/0100-4042.20140220>
- MAGALHÃES, W.L.E.; CLARO, F. C. Produção de filmes de celulose nanofibrilada. [s. l.], 2018.
- MAGALHÃES, Washington Luiz Esteves *et al.* Comunicado 404 Técnico. [s. l.], 2017.
- MANZATO, L. *et al.* Optimization of Cellulose Extraction from Jute Fiber by Box-behnken Design. **Fibers and Polymers**, [s. l.], v. 19, n. 2, p. 289–296, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1007/s12221-018-1123-8>
- MARTELLI-TOSI, M. *et al.* Soybean straw nanocellulose produced by enzymatic or acid treatment as a reinforcing filler in soy protein isolate films. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 198, p. 61–68, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.06.053>
- MARTINS, B. F.; DE TOLEDO, P. V. O.; PETRI, D. F. S. Hydroxypropyl methylcellulose

based aerogels: Synthesis, characterization and application as adsorbents for wastewater pollutants. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 155, p. 173–181, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.08.082>

MASCHERONI, E. *et al.* Comparison of cellulose nanocrystals obtained by sulfuric acid hydrolysis and ammonium persulfate, to be used as coating on flexible food-packaging materials. **Cellulose**, [s. l.], v. 23, n. 1, p. 779–793, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-015-0853-2>

MAUTNER, A. Nanocellulose water treatment membranes and filters: a review. **Polymer International**, [s. l.], v. 69, n. 9, p. 741–751, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1002/pi.5993>

MELO, R. F. do N. V. de O. S. N. D. de Q. **Uso de bioadsorventes lignocelulósicos na remoção de poluentes de efluentes aquosos**. [S. l.: s. n.], 2014. v. 01 Available at: <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.26070.24645>

MIKULCOVÁ, V.; BORDES, R.; KAŠPÁRKOVÁ, V. On the preparation and antibacterial activity of emulsions stabilized with nanocellulose particles. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 61, p. 780–792, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.06.031>

MILLER, B. A.; SCHAETZL, R. J. Precision of Soil Particle Size Analysis using Laser Diffractometry. **Soil Science Society of America Journal**, [s. l.], v. 76, n. 5, p. 1719–1727, 2012. Available at: <https://doi.org/10.2136/sssaj2011.0303>

MISSOUM, K.; BELGACEM, M. N.; BRAS, J. Nanofibrillated cellulose surface modification: A review. **Materials**, [s. l.], v. 6, n. 5, p. 1745–1766, 2013. Available at: <https://doi.org/10.3390/ma6051745>

MOKHENA, T. C.; JOHN, M. J. **Cellulose nanomaterials: new generation materials for solving global issues**. [S. l.]: Springer Netherlands, 2020. ISSN 1572882X.v. 27 Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02889-w>

MONDAL, S. Preparation, properties and applications of nanocellulosic materials. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 163, p. 301–316, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.12.050>

MONDRAGON, G. *et al.* A common strategy to extracting cellulose nanoentities from different plants. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], v. 55, p. 140–148, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.02.014>

MOOHAN, J. *et al.* Cellulose nanofibers and other biopolymers for biomedical applications. A review. **Applied Sciences (Switzerland)**, [s. l.], v. 10, n. 1, 2020. Available at: <https://doi.org/10.3390/app10010065>

MORAES, A. de S. *et al.* Caracterização morfológica de nanocristais de celulose por microscopia de força atômica. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [s. l.], v. 21, n. 2, p. 532–540, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1590/s1517-707620160002.0050>

MORAIS, J. P. S.; ROSA, M. de F.; MARCONCINI, J. M. **Procedimentos para Análise Lignocelulósica**. Campina Grande, PB: [s. n.], 2010.

MORÁN, J. I. *et al.* Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers. **Cellulose**, [s. l.], v. 15, n. 1, p. 149–159, 2008. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-007-9145-9>

NANG AN, V. *et al.* Extraction of High Crystalline Nanocellulose from Biorenewable Sources of Vietnamese Agricultural Wastes. **Journal of Polymers and the Environment**, [s. l.], v. 28, n. 5, p. 1465–1474, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10924-020-01695-x>

NASCIMENTO, D. C. O. *et al.* Studies on the characterization of piassava fibers and their epoxy composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [s. l.], v. 43, n. 3, p. 353–362, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.12.004>

NG, L. Y. *et al.* A review on cellulose nanocrystals production and characterization methods from *Elaeis guineensis* empty fruit bunches. **Arabian Journal of Chemistry**, [s. l.], v. 14, n. 9, p. 103339, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2021.103339>

OKSMAN, K. *et al.* **Handbook of Green Materials**. [S. l.]: WORLD SCIENTIFIC, 2014. (Materials and Energy).v. 5 Available at: <https://doi.org/10.1142/8975>

OTTESEN, V. *et al.* Mechanical properties of cellulose nanofibril films: effects of crystallinity and its modification by treatment with liquid anhydrous ammonia. **Cellulose**, [s. l.], v. 26, n. 11, p. 6615–6627, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02546-2>

OUSHABI, A. The pull-out behavior of chemically treated lignocellulosic fibers/polymeric matrix interface (LF/PM): A review. **Composites Part B: Engineering**, [s. l.], v. 174, p. 107059, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107059>

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. [S. l.: s. n.], 2020.

PAGE, J. *et al.* Multi-physical properties of a structural concrete incorporating short flax fibers. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 140, p. 344–353, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.124>

PANDEY, J. K. *et al.* Dispersion of Nanocellulose (NC) in Polypropylene (PP) and Polyethylene (PE) Matrix. *In: HANDBOOK OF POLYMER NANOCOMPOSITES. PROCESSING, PERFORMANCE AND APPLICATION.* Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2015. p. 179–189. Available at: https://doi.org/10.1007/978-3-642-45232-1_56

PEGO, M. F. 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**, [s. l.], p. 1–11, 2019. Available at: <https://doi.org/10.22491/rca.2019.3158>

PERE, J. *et al.* Influence of the hemicellulose content on the fiber properties, strength, and formability of handsheets. **BioResources**, [s. l.], v. 14, n. 1, p. 251–263, 2019. Available at: <https://doi.org/10.15376/biores.14.1.251-263>

PEREIRA, N. R. L.; ANJOS, F. E.; MAGNAGO, R. F. Lignocellulosic residues of banana cultivation: A review of the cellulose extraction chemical processes. **Revista Virtual de Química**, [s. l.], v. 11, n. 4, p. 1165–1179, 2019. Available at: <https://doi.org/10.21577/1984-6835.20190080>

PERRONE, O. M. *et al.* Improving cellulosic ethanol production using ozonolysis and acid as a sugarcane biomass pretreatment in mild conditions. **Bioresource Technology Reports**, [s. l.], v. 13, n. November 2020, p. 100628, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2021.100628>

PHANTHONG, P. *et al.* Nanocellulose: Extraction and application. **Carbon Resources Conversion**, [s. l.], v. 1, n. 1, p. 32–43, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.crcon.2018.05.004>

POLETTTO, M. Correlação entre as propriedades físicas, químicas e térmicas de seis fibras naturais. **Brazilian Journal of Development**, [s. l.], v. 6, n. 3, p. 10558–10565, 2020. Available at: <https://doi.org/10.34117/bjdv6n3-073>

POLETTTO, M. *et al.* Thermal decomposition of wood: Influence of wood components and

cellulose crystallite size. **Bioresource Technology**, [s. l.], v. 109, p. 148–153, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.11.122>

QING, Y. *et al.* A comparative study of cellulose nanofibrils disintegrated via multiple processing approaches. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 97, n. 1, p. 226–234, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.04.086>

RAJINIPRIYA, M. *et al.* Importance of Agricultural and Industrial Waste in the Field of Nanocellulose and Recent Industrial Developments of Wood Based Nanocellulose: A Review. **ACS Sustainable Chemistry and Engineering**, [s. l.], v. 6, n. 3, p. 2807–2828, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.7b03437>

RAJOLE, S.; RAVISHANKAR, K. S.; KULKARNI, S. M. Performance study of jute-epoxy composites/sandwiches under normal ballistic impact. **Defence Technology**, [s. l.], v. 16, n. 4, p. 947–955, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.dt.2019.11.011>

RANA, A. K.; FROLLINI, E.; THAKUR, V. K. Cellulose nanocrystals: Pretreatments, preparation strategies, and surface functionalization. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 182, p. 1554–1581, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.05.119>

RANGAPPA, S. M. *et al.* Lignocellulosic fiber reinforced composites: Progress, performance, properties, applications, and future perspectives. **Polymer Composites**, [s. l.], v. 43, n. 2, p. 645–691, 2022. Available at: <https://doi.org/10.1002/pc.26413>

RAVINDRAN, L.; SREEKALA, M. S.; THOMAS, S. Novel processing parameters for the extraction of cellulose nanofibres (CNF) from environmentally benign pineapple leaf fibres (PALF): Structure-property relationships. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 131, p. 858–870, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.03.134>

ROCHA, G. J. M.; MULINARI, D. R. Modificação das fibras de celulose provenientes do bagaço de cana-de-açúcar com hidróxido de alumínio. **Cadernos UniFOA**, [s. l.], 2011.

ROWE, A. A.; TAJVIDI, M.; GARDNER, D. J. Thermal stability of cellulose nanomaterials and their composites with polyvinyl alcohol (PVA). **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [s. l.], v. 126, n. 3, p. 1371–1386, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10973-016-5791-1>

RUIZ-PALOMERO, C.; SORIANO, M. L.; VALC, M. Trends in Analytical Chemistry

Nanocellulose as analyte and analytical tool: Opportunities and challenges. [s. l.], v. 87, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.trac.2016.11.007>

SAADATKHAH, N. *et al.* Experimental methods in chemical engineering: Thermogravimetric analysis—TGA. **Canadian Journal of Chemical Engineering**, [s. l.], v. 98, n. 1, p. 34–43, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1002/cjce.23673>

SAHOO, B. N.; KANDASUBRAMANIAN, B. Recent progress in fabrication and characterisation of hierarchical biomimetic superhydrophobic structures. **RSC Advances**, [s. l.], v. 4, n. 42, p. 22053–22093, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1039/c4ra00506f>

SANTOS, V. T. de O. *et al.* Role of hemicellulose removal during dilute acid pretreatment on the cellulose accessibility and enzymatic hydrolysis of compositionally diverse sugarcane hybrids. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], v. 111, p. 722–730, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.11.053>

SATYANARAYANA, K. *et al.* Hybrid Beamforming Design for Full-Duplex Millimeter Wave Communication. **IEEE Transactions on Vehicular Technology**, [s. l.], v. 68, n. 2, p. 1394–1404, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1109/TVT.2018.2884049>

SCHULZE, D. G. Identification of Soil Iron Oxide Minerals by Differential X-ray Diffraction. **Soil Science Society of America Journal**, [s. l.], v. 45, n. 2, p. 437–440, 1981. Available at: <https://doi.org/10.2136/sssaj1981.03615995004500020040x>

SEO, E. S. M. *et al.* Obtenção De Um Copo Mais Sustentável: Preparação E Caracterização De Fibras Naturais E De Biocompósitos. **Ciência e Engenharia de Materiais e o Desenvolvimento Socioambiental**, [s. l.], v. 14, n. 2, p. 61–73, 2019. Available at: <https://doi.org/10.22533/at.ed.4891919127>

SILVA, M. C. **SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCELULOSE A PARTIR DA FIBRA DE JACITARA (Desmoncus polyacanthos Mart.)**. Manaus: [s. n.], 2021.

SILVA, J. M. UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOFIBRAS DE CELULOSE DE JACITARA (Desmoncus polyacanthos Mart .) PARA OBTENÇÃO DE PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOFIBRAS DE CELULOSE DE JACITARA (Desmoncus polyacanthos Mart .) PARA OBTE. [s. l.], 2018.

SILVA, R. *et al.* Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos. **Química Nova**, [s. l.], v. 32, n. 3, p. 661–671, 2009.

SIRÓ, I.; PLACKETT, D. Microfibrillated cellulose and new nanocomposite materials: a review. **Cellulose**, [s. l.], v. 17, n. 3, p. 459–494, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-010-9405-y>

SONG, Q. *et al.* Nanofibrillated Cellulose (NFC): A High-Value Co-Product that Improves the Economics of Cellulosic Ethanol Production. **Energies**, [s. l.], v. 7, n. 2, p. 607–618, 2014. Available at: <https://doi.org/10.3390/en7020607>

SOUTO, F.; CALADO, V.; PEREIRA JUNIOR, N. Fibras de carbono a partir de lignina: Uma revisão da literatura. **Revista Materia**, [s. l.], v. 20, n. 1, p. 100–114, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1590/S1517-707620150001.0012>

SQUINCA, P. *et al.* Nanocellulose Production in Future Biorefineries: An Integrated Approach Using Tailor-Made Enzymes. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, [s. l.], v. 8, n. 5, p. 2277–2286, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b06790>

SUHAS *et al.* Cellulose: A review as natural, modified and activated carbon adsorbent. **Bioresource Technology**, [s. l.], v. 216, p. 1066–1076, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.05.106>

SUN, B. *et al.* Further characterization of cellulose nanocrystal (CNC) preparation from sulfuric acid hydrolysis of cotton fibers. **Cellulose**, [s. l.], v. 23, n. 1, p. 439–450, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-015-0803-z>

SUN, D. *et al.* A process for deriving high quality cellulose nanofibrils from water hyacinth invasive species. **Cellulose**, [s. l.], v. 27, n. 7, p. 3727–3740, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-020-03038-4>

SUPIAN, M. A. F. *et al.* Effect of different bleaching reagents and process sequences on the properties of steam-exploded empty fruit bunch (EFB) fiber. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, [s. l.], v. 778, n. 1, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/778/1/012015>

SYAFRI, E. *et al.* Synthesis and characterization of cellulose nanofibers (CNF) ramie reinforced cassava starch hybrid composites. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 120, p. 578–586, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.08.134>

SZYMAŃSKA-CHARGOT, M. *et al.* Effect of ultrasonication on physicochemical properties of apple based nanocellulose-calcium carbonate composites. **Cellulose**, [s. l.], v. 25, n. 8, p.

4603–4621, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-018-1900-6>

TEIXEIRA, R. S. S. *et al.* Combining biomass wet disk milling and endoglucanase/ β -glucosidase hydrolysis for the production of cellulose nanocrystals. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 128, p. 75–81, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.03.087>

TEIXEIRA, E. M. *et al.* Nanofibras de algodão obtidas sob diferentes condições de hidrólise ácida. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, [s. l.], v. 20, p. 264–268, 2010.

THAKUR, V. K.; THAKUR, M. K. Recent advances in green hydrogels from lignin: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 72, p. 834–847, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2014.09.044>

THOMAS, B. *et al.* Nanocellulose, a Versatile Green Platform: From Biosources to Materials and Their Applications. **Chemical Reviews**, [s. l.], v. 118, n. 24, p. 11575–11625, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.7b00627>

TRACHE, D. *et al.* Nanocellulose: From Fundamentals to Advanced Applications. **Frontiers in Chemistry**, [s. l.], v. 8, 2020. Available at: <https://doi.org/10.3389/fchem.2020.00392>

TRACHE, D. Nanocellulose as a promising sustainable material for biomedical applications. **AIMS Materials Science**, [s. l.], v. 5, n. 2, p. 201–205, 2018. Available at: <https://doi.org/10.3934/matensci.2018.2.201>

TRACHE, D. *et al.* Physicochemical properties of microcrystalline nitrocellulose from Alfa grass fibres and its thermal stability. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [s. l.], v. 124, n. 3, p. 1485–1496, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10973-016-5293-1>

TURBAK, A. F.; SNYDER, F. W.; SANDBERG, K. R. **MICROFIBRILLATED CELLULOSE, A NEW CELLULOSE PRODUCT: PROPERTIES, USES, AND COMMERCIAL POTENTIAL.** [S. l.: s. n.], 1983. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-021-03823-9>

VALENTIN I. POPA. **PULP PRODUCTION AND PROCESSING: FROM PAPERMAKING TO HIGH TECH PRODUCTS.** [S. l.: s. n.], 2013.

VANDERFLEET, O. M.; CRANSTON, E. D. Production routes to tailor the performance of cellulose nanocrystals. **Nature Reviews Materials**, [s. l.], v. 6, n. 2, p. 124–144, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1038/s41578-020-00239-y>

VÁZQUEZ-GUERRERO, A. *et al.* Cd(II) and Pb(II) Adsorption Using a Composite

Obtained from *Moringa oleifera* Lam. Cellulose Nanofibrils Impregnated with Iron Nanoparticles. **Water**, [s. l.], v. 13, n. 1, p. 89, 2021. Available at: <https://doi.org/10.3390/w13010089>

VAZQUEZ, A. *et al.* Extraction and Production of Cellulose Nanofibers. *In: HANDBOOK OF POLYMER NANOCOMPOSITES. PROCESSING, PERFORMANCE AND APPLICATION.* Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2015. p. 81–118. Available at: https://doi.org/10.1007/978-3-642-45232-1_57

VELÁSQUEZ-COCK, J. *et al.* Influence of combined mechanical treatments on the morphology and structure of cellulose nanofibrils: Thermal and mechanical properties of the resulting films. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], v. 85, p. 1–10, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.02.036>

VIANA, L. C. *et al.* Nanostructured films produced from the bleached *Pinus* sp. kraft pulp. **Floresta e Ambiente**, [s. l.], v. 26, n. 4, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1590/2179-8087.019115>

VIANA, L. C.; DE MUNIZ, G. I. B.; MAGALHÃES, W. L. E. Propriedades físicas e mecânicas de filmes nanoestruturados obtidos a partir de polpa Kraft de *Pinus* sp. não branqueada. **Scientia Forestalis/Forest Sciences**, [s. l.], v. 45, n. 116, p. 653–662, 2017. Available at: <https://doi.org/10.18671/scifor.v45n116.06>

WANG, K. *et al.* Vibration-based identification of interphase properties in long fiber reinforced composites. **Composite Structures**, [s. l.], v. 174, p. 244–251, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.04.018>

WANG, Z. *et al.* Nanocellulose Structured Paper-Based Lithium Metal Batteries. **ACS Applied Energy Materials**, [s. l.], v. 1, n. 8, p. 4341–4350, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1021/acsaem.8b00961>

WULANDARI, W. T.; ROCHLIADI, A.; ARCANA, I. M. Nanocellulose prepared by acid hydrolysis of isolated cellulose from sugarcane bagasse. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, [s. l.], v. 107, p. 012045, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/107/1/012045>

XIE, H. *et al.* Recent Strategies in Preparation of Cellulose Nanocrystals and Cellulose Nanofibrils Derived from Raw Cellulose Materials. **International Journal of Polymer Science**, [s. l.], v. 2018, p. 1–25, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1155/2018/7923068>

- XING, L. *et al.* Transition of cellulose supramolecular structure during concentrated acid treatment and its implication for cellulose nanocrystal yield. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 229, p. 115539, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115539>
- XU, G. C. *et al.* Enhancing cellulose accessibility of corn stover by deep eutectic solvent pretreatment for butanol fermentation. **Bioresource Technology**, [s. l.], v. 203, p. 364–369, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2015.11.002>
- YAHYA, N. *et al.* A review of integrated photocatalyst adsorbents for wastewater treatment. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, [s. l.], v. 6, n. 6, p. 7411–7425, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.06.051>
- YANG, Xianghao *et al.* Facile Extraction of Thermally Stable and Dispersible Cellulose Nanocrystals with High Yield via a Green and Recyclable FeCl₃ -Catalyzed Deep Eutectic Solvent System. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, [s. l.], v. 7, n. 7, p. 7200–7208, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b00209>
- YANG, Xuan *et al.* Injectable Polysaccharide Hydrogels Reinforced with Cellulose Nanocrystals: Morphology, Rheology, Degradation, and Cytotoxicity. **Biomacromolecules**, [s. l.], v. 14, n. 12, p. 4447–4455, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1021/bm401364z>
- YIHUN, F. A. *et al.* Highly transparent and flexible surface modified chitin nanofibers reinforced poly (methyl methacrylate) nanocomposites: Mechanical, thermal and optical studies. **Polymer**, [s. l.], v. 197, p. 122497, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2020.122497>
- YU, B. *et al.* Preparation of nanofibrillated cellulose from grapefruit peel and its application as fat substitute in ice cream. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 254, n. August 2020, p. 117415, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117415>
- YU, H. *et al.* Facile extraction of thermally stable cellulose nanocrystals with a high yield of 93% through hydrochloric acid hydrolysis under hydrothermal conditions. **Journal of Materials Chemistry A**, [s. l.], v. 1, n. 12, p. 3938, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1039/c3ta01150j>
- YUAN, T. *et al.* Lignin containing cellulose nanofibers (LCNFs): Lignin content-morphology-rheology relationships. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 254, p. 117441, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117441>
- YUNFENG, H. *et al.* Preparation of cellulose nanocrystals coated soft packaging material and

evaluation of its oxygen barrier performance. **Chinese Society of Agricultural Engineering**, [s. l.], 2018. Available at: <http://www.tcsae.org/.../index.aspx>

ZENG, J. *et al.* Cellulose nanofibrils manufactured by various methods with application as paper strength additives. **Scientific Reports**, [s. l.], v. 11, n. 1, p. 11918, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1038/s41598-021-91420-y>

ZHANG, H. *et al.* Influence of alkali treatment on flax fiber for use as reinforcements in polylactide stereocomplex composites. **Polymer Engineering & Science**, [s. l.], v. 55, n. 11, p. 2553–2558, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1002/pen.24147>

ZHANG, X.; YUAN, Q.; CHENG, G. Deconstruction of corncob by steam explosion pretreatment: Correlations between sugar conversion and recalcitrant structures. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 156, p. 351–356, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.09.044>

ZHANG, Y. *et al.* Preparation of nanocellulose from steam exploded poplar wood by enzymolysis assisted sonication. **Materials Research Express**, [s. l.], v. 7, n. 3, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab7b28>

ZHAO, X. *et al.* Facile Extraction of Cellulose Nanofibrils (Cnfs) from Wood Using Acidic Ionic Liquid-catalyzed Organosolv Pretreatment Followed by Ultrasonic Processing. **Journal of Natural Fibers**, [s. l.], p. 1–12, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1080/15440478.2021.1889434>

ZIANOR AZRINA, Z. A. *et al.* Spherical nanocrystalline cellulose (NCC) from oil palm empty fruit bunch pulp via ultrasound assisted hydrolysis. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 162, p. 115–120, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.01.035>