UNIVERSIDADE DO ESTADO DA BAHIA

Departamento de Tecnologia e Ciências Sociais – Campus III

EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA NANOCELULOSE A PARTIR DAS CASCAS DO CAULE DE *Sarcomphalus joazeiro* (Mart.)

GÉSSICA THAILANE DA SILVA PINTO

Juazeiro – BA

2022

GÈSSICA THAILANE DA SILVA PINTO

EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA NANOCELULOSE A PARTIR DAS CASCAS DO CAULE DE *Sarcomphalus joazeiro* (Mart.)

Monografia apresentada ao Colegiado de Engenharia de Bioprocessos e Biotecnologia da Universidade do Estado da Bahia – UNEB – Campus III, como requisito parcial para avaliação do Trabalho de Conclusão do Curso de Engenharia de Bioprocessos e Biotecnologia.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Santana de Lima

Juazeiro – BA

2022

GÉSSICA THAILANE DA SILVA PINTO

EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA NANOCELULOSE A PARTIR DAS CASCAS DO CAULE DE *Sarcomphalus joazeiro* (Mart.)

Trabalho de conclusão de curso aprovado como pré-requisito parcial à obtenção ao grau de Bacharel em Engenheiro (a) de Bioprocessos e Biotecnologia do Departamento de tecnologia e Ciências Sociais da Universidade do Estado da Bahia

Aprovado em 14/07/22

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Ricardo Santana de Lima (Orientador)
Universidade do Vale do São Francisco – UNIVASF

Prof. Dr. André Luís Lopes da Silva
Universidade do Estado da Bahia - UNEB

gov.br Documento assinado digitalmente
ROMULO BATISTA VIEIRA
Data: 26/07/2022 15:23:18-0300
Verifique em https://verificador.iti.br

Prof. Dr. Rômulo Batista Vieira
Universidade do Estado da Bahia – UNEB

Juazeiro -BA

2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Regivaldo José da Silva/CRB-5-1169

P726e Pinto, Géssica Thailane da Silva

Extração e Caracterização da nanocelulose a partir das cascas do caule de Sarcomphalus joazeiro (Mart.) / Géssica Thailane da Silva Pinto. Juazeiro-BA, 2022.

61 fls.: il.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Santana de Lima.
Inclui Referências
TCC (Graduação – Engenharia de Bioprocessos e Biotecnologia) – Universidade do Estado da Bahia. Departamento de Tecnologia e Ciências Sociais. Campus III. 2022.

1. Nanotecnologia. 2. Celulose nanoestruturada. 3. Biomateriais. 4. Sarcomphalus joazeiro. I. Lima, Ricardo Santana de. II. Universidade do Estado da Bahia. Departamento de Tecnologia e Ciências Sociais. III. Título.

CDD: 620.5

AGRADECIMENTOS

- Primeiramente à Deus, força suprema que nos rege, responsável por tudo a nossa volta;
- Aos meus pais, Luciana e Jean e meus avós Carmozinda e Gerson pelo apoio e suporte incondicionais, que permitiram que eu chegasse até aqui. Amo vocês;
- Ao meu namorado Guilherme, por acompanhar toda minha trajetória e me ajudar em todos os momentos da minha vida. Eu te amo;
- Ao meu orientador Dr. Ricardo de Santana Lima, pelo auxílio e orientação;
- Aos colegas de laboratório, especialmente à Bárbara, que me ajudou e aconselhou durante todo o trabalho;
- Ao Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações – MCTIC.

“O que sabemos é uma gota, o que ignoramos é um oceano.”

Isaac Newton

RESUMO

A Celulose é uma estrutura onipresente nos organismos vegetais, constituída através das ligações β--1,4 glicosídicas entre monômeros de glicose, apresentando partes cristalinas e amorfas. A formação da celulose envolve estruturas elementares denominadas de nanocelulose. Pode-se subdividir a nanocelulose em três categorias, sendo elas: nanocristais de celulose (CNCs), nanofibrilas de celulose (CNFs) e nanocelulose bacteriana (BNC), de acordo com suas características morfológicas e origens, sendo os CNCs e CNFs gerados a partir da desintegração da matéria vegetal, a partir de tratamentos químicos ou mecânicos. *Sarcomphalus joazeiro* (Mart.), (basiônimo: *Ziziphus joazeiro*), conhecido popularmente como juazeiro, é uma espécie endêmica da Caatinga, e suas cascas e folhas possuem inúmeras aplicações medicinais popularmente conhecidas. Considerando sua abundância na natureza e facilidade de colheita, o juazeiro pode ser considerado um produto natural com aplicações biotecnológicas promissoras. O presente trabalho teve como intuito a extração e análise da nanocelulose do caule do Juazeiro (*Sarcomphalus joazeiro*) Mart. Foram realizadas análises físicas (MEV e FTIR) e análises cristalográficas (DRX). No MEV, pôde-se observar que todos os tratamentos alteraram a morfologia das fibras em relação textura. Na DRX, os valores das intensidades do difratograma foram iguais a aproximadamente $2\theta = 16°$ (plano 10-1), $2\theta = 22{,}5°$(plano 011) e $2\theta = 34°$(plano 002), o que indicam a presença da fase cristalina celulose I. Na análise de FTIR houve a presença de bandas características indicando a presença de celulose. Acredita-se que, a aplicação de novas técnicas e estudos complementares serão necessários para validar a presença da nanocelulose nas amostras tratadas.

Palavras – chave: Juazeiro, celulose, nanocristais, nanofibrilas

ABSTRACT

Cellulose is a ubiquitous structure in plant organisms, consisting of β --1,4 glycosidic bonds between glucose monomers, with crystalline and amorphous parts. The formation of cellulose involves elementary structures called nanocellulose. Nanocellulose can be subdivided into three categories, namely: cellulose nanocrystals (CNCs), cellulose nanofibrils (CNFs) and bacterial nanocellulose (BNC), according to their morphological characteristics and origins, with CNCs and CNFs generated from from the disintegration of plant matter, from chemical or mechanical treatments. *Sarcomphalus joazeiro* (Mart.), (basionym: *Ziziphus joazeiro*), popularly known as juazeiro, is an endemic species of the Caatinga, and its bark and leaves have numerous popularly known medicinal applications. Considering its abundance in nature and ease of harvesting, juazeiro can be considered a natural product with promising biotechnological applications. The present work aimed to extract and analyze nanocellulose from the stem of Juazeiro (*Sarcomphalus joazeiro*) Mart. Physical analyzes (SEM and FTIR) and crystallographic analyzes (XRD) were performed. In SEM, it was observed that all treatments altered the morphology of the fibers in relation to texture. In XRD, the values of the diffractogram intensities were equal to approximately $2\theta = 16°$ (plane 10-1), $2\theta = 22.5°$ (plane 011) and $2\theta = 34°$ (plane 002), which indicate the presence of the crystalline phase cellulose I. In the FTIR analysis there was the presence of characteristic bands indicating the presence of cellulose. It is believed that the application of new techniques and complementary studies will be necessary to validate the presence of nanocellulose in the treated samples.

Key words: Juazeiro, cellulose, nanocrystals, nanofibrils

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura da parede celular vegetal 19
Figura 2 - Unidades de açúcares formadores de polioses. 20
Figura 3 -Macromolécula de celulose 21
Figura 4 - Esquema de uma célula vegetal e suas estruturas basais 25
Figura 5 - *Sarcomphalus joazeiro* (Mart.) 28
Figura 6 - Etiqueta 29
Figura 7 - Preparo da amostra. Fragmentos do caule coletados (a), secagem em estufa (b), moagem (c) e pó obtido (d) 32
Figura 8 - Fibra após tratamento alcalino 33
Figura 9 - Fibra branqueada 34
Figura 10 - Centrífuga Hettich, modelo UNIVERSAL 320R 36
Figura 11 - Cuba de Ultrassom CRISTÓFOLI 37
Figura 14 - Microscópio Eletrônico de Varredura, modelo Hitachi-TM 1000 40
Figura 15 - Espectrômetro IRTracer 100 (Shimadzu) 41
Figura 16 - Difratômetro Rigaku - MiniFlex 42
Figura 17 - Imagens obtidas após a análise de EDS. Fibra in natura **1)**, tratamento alcalino **2)**, branqueamento **3)**, TBH1 **4)**, TBH2 **5).** 43
Figura 18 – Micrografias eletrônicas **a** fibra *in natura*, **b** tratamento alcalino, **c** branqueamento, **d** TBH1, **e** TBH2 45
Figura 19 - Gráfico FTIR comparativo de todas as amostras 50
Figura 20 - Difratograma referentes as fibras *in natura*, com tratamento alcalino (T) e submetidas a hidrólise ácida (TBH1). 52

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Reagentes e suas respectivas marcas utilizados durante os procedimentos. 30
Tabela 2 - Critérios definidos durante o procedimento da hidrólise ácida 35
Tabela 3 - Espectros vibracionais e suas atribuições 50

LISTA DE ABREVITURAS E SIGLAS

CMF: Celulose Microfibrilada

CNC: Celulose Nanocristalina

CNF: Celulose Nanofibrilada

DRX: Difratometria de raio X

CAFMA: Central de Análise de Fármacos, Medicamentos e Alimentos

FTIR: Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier

IPGM: Instituto de Pesquisas em Ciência dos Materiais

MEV: Microscopia Eletrônica de Varredura

TBH1: Amostra submetida ao processo de tratamento alcalino, branqueamento e hidrólise ácida com H_2SO_4 37,5% (m/m)

TBH2: Amostra submetida ao processo de tratamento alcalino, branqueamento e hidrólise ácida com H_2SO_4 60% (m/m)

UNEB: Universidade do Estado da Bahia

UNIVASF: Universidade Federal do Vale do São Francisco

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 14
1.1 OBJETIVO 17
1.1.1 Objetivo Geral 17
1.1.1.1 Objetivos específicos: 17
2 REVISÃO DE LITERATURA 18
2.1 FIBRAS VEGETAIS 18
2.2 LIGNINA 19
2.3 HEMICELULOSE 20
2.4 CELULOSE 21
2.5 NANOCELULOSE 22
2.6 CELULOSE NANOFIBRILADA (CNF) 23
2.7 CELULOSE NANOCRISTALINA (CNC) 23
2.8 EXTRAÇÃO DA NANOCELULOSE 24
2.9 APLICAÇÕES 26
2.10 *Sarcomphalus joazeiro* (MART.) 26
3 MATERIAIS E MÉTODOS 29
3.1 MATERIAIS 29
3.2 ETAPAS DO PROCESSO 31
3.3 EXTRAÇÃO DA NANOCELULOSE 31
3.3.1 Preparação do pó 32
3.3.2 Tratamento alcalino 32
3.3.3 Branqueamento 33
3.3.4 Hidrólise ácida 34
3.3.5 Centrifugação 35
3.3.6 Ultrassonificação 36
3.3.7 Liofilização 37
3.4 CARACTERIZAÇÃO DA CELULOSE EXTRAÍDA DA CASCA DO JUAZEIRO (*Sarcomphalus joazeiro* MART.) 39
3.4.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-EDS) 39
3.4.2 Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) 40
3.4.3 Difração de Raio X (DRX) 41
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO 43

4.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA - EDS 43
4.2 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE *FOURIER* (FTIR) 48
4.3 DIFRAÇÃO DOS RAIOS – X 51
5 CONCLUSÃO 53
REFERÊNCIAS 54

1 INTRODUÇÃO

O avanço da ciência, tem promovido uma constante busca por materiais com capacidade de substituição dos compostos sintéticos tradicionais, com o intuito de aplicação das fibras naturais substitutas em diversos segmentos industriais; reduzindo, consequentemente, os impactos ambientais, e estabelecendo o aproveitamento do potencial vegetal e agrícola do Brasil, com a perspectiva de utilização desses componentes desde a escala têxtil até como reforço de matrizes poliméricas em dimensões micro e nanométrica (VIEIRA, 2015).

A celulose, é um polímero estrutural onipresente na natureza que concede propriedades mecânicas às células vegetais superiores apresentando uma estrutura organizacional de fibras naturais, derivada de componentes nanofibrilares elementares que promovem sua resistência e características de alto desempenho em diferentes espécies de plantas (DUFRESNE, 2013). As propriedades mais importantes da madeira e de outros materiais lignocelulósicos são os seus atributos mecânicos, em destaque, sua capacidade inusual de fornecer alta resistência mecânica e alta relação resistência-peso, conferindo-lhes flexibilidade para combater grandes mudanças dimensionais, como o inchaço e encolhimento (DUFRESNE, 2013).

Embora haja muitos estudos voltados para o desenvolvimento de materiais poliméricos biodegradáveis de fontes renováveis, considerando que há uma vasta abundância natural e custo baixo de produção, os mesmos, apresentam características mecânicas inferiores em relação aos polímeros sintéticos provenientes de derivados do petróleo (PEREIRA et al., 2014). No entanto, uma forma de contornar essa situação é utilizando nanocompósitos biodegradáveis ou nanopartículas de reforços que sejam oriundas de fontes renováveis (PEREIRA et al., 2014).

Os nanomateriais provenientes de polissacarídeos como amido, quitina e celulose, obtêm grande destaque por apresentarem características de interesse, sendo que, os derivados de celulose denominados de nanocristais de celulose ou *nanowhiskers* (CNCs), alcançam evidência maior nos estudos, devido, principalmente, ao fato de serem oriundos da fonte mais abundante e apresentarem baixo custo em relação as demais. (PEREIRA et al.,2014). Além disso, são neutros em carbono, sustentáveis, recicláveis e não tóxicos, com o potencial de serem nanomateriais verdadeiramente verdes (DUFRESNE, 2013).

A atual ciência dos materiais, visa promover o desenvolvimento de novos materiais e reaproveitar materiais antigos fornecendo-lhes propriedades novas e multifuncionais, com o intuito de atender às demandas dos diferentes âmbitos sociais: como biomedicina, meio

ambiente, energia, farmacologia, agricultura e alimentos(NOREMYLIA; HASSAN; ISMAIL, 2022).

Tendo em vista as características superiores supracitadas da nanocelulose, sua busca no mercado global ficou situada em torno de US$ 87, 5 milhões no ano de 2016 e deverá atingir aproximadamente US$ 699,6 milhões no ano de 2023, com 33,8% correspondendo a sua taxa de crescimento anual composta (LIM et al., 2022).

A nanocelulose provêm como um produto gerado a partir da celulose, um material abundante e presente na parede celular de células vegetais, com uma estrutura nanométrica organizada de forma hierárquica (MEFTAHI et al., 2022). Salienta-se que, o uso da nanocelulose nas ciências dos materiais obtém posição de destaque e uma enorme relevância, devido à propriedades intrínsecas a sua estrutura, tais quais: disponibilidade, renovabilidade, leveza, dimensionalidade em nanoescala, morfologia única e suas características físicas e químicas por excelência insuperáveis, o que atrelado ao menor custo de produção, e ao fato de serem extraídos de uma fonte abundante e renovável, torna o produto mais acessível a população (KARGARZADEH et al., 2017).

Pode-se subdividir a nanocelulose em três categorias, sendo elas: nanocristais de celulose (CNCs), nanofibrilas de celulose (CNFs) e nanocelulose bacteriana (BNC), de acordo com suas características morfológicas e origens, sendo os CNCs e CNFs gerados a partir da desintegração da matéria vegetal, a partir de tratamentos químicos ou mecânicos (LIM et al., 2022).

Sarcomphalus joazeiro (Mart.), (basiônimo: *Ziziphus joazeiro*), conhecido popularmente como juazeiro, é uma espécie endêmica da Caatinga, e suas cascas e folhas possuem inúmeras aplicações medicinais popularmente conhecidas, incluindo tratamentos para caspa, reumatismo, limpeza dos dentes, gripe, febre, problemas estomacais, agente cicatrizante, antisséptico, tônico capilar sendo ainda usado para transtornos de azia e indigestão. (CARTAXO; SOUZA; ALBUQUERQUE, 2010). O uso dessa planta é amplamente difundido na medicina popular, sendo que suas partes, em particular a casca e a casca do caule, são triturados e utilizados para escovação dos dentes (ANDRADE et al., 2019).

O Brasil dispõe de um vasto território, apto a se tornar a primeira floresta plantada do mundo para fins de obtenção da nanocelulose, com intuito de utilizá-la na síntese de novos materiais com maior valor agregado (SANTIAGO; REIS, 2011). Considerando sua abundância na natureza e facilidade de colheita, o juazeiro pode ser considerado um produto natural com aplicações biotecnológicas promissoras (LEANDRO et al., 2021).

Tendo em vista, a importância da disseminação de biomateriais com vasta aplicação industrial, oriundos de matéria prima acessível e módica, o presente trabalho visa a extração e caracterização da nanocelulose a partir das cascas de *Sarcomphalus joazeiro* (Mart.).

1.1 OBJETIVO

1.1.1 Objetivo Geral

Extrair e analisar a nanocelulose das cascas do caule do Juazeiro (*Sarcomphalus joazeiro*) Mart.

1.1.1.1 Objetivos específicos:

- Analisar a celulose através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) com a observação dos nanocristais ou nanofibrilas de celulose, bem como espectroscopia de energia dispersiva (EDX) para identificação de elementos químicos específicos encontradas nas fibras após cada tratamento;
- Analisar através da Espectroscopia de Absorção no Infravermelho com Transformada de *Fourrier* (FTIR) bandas que indiquem a presença da nanocelulose a partir da absorbância em regiões específicas das moléculas;
- Analisar cristalograficamente os nanocristais, através da técnica de Difração dos Raios X (DRX), que indiquem o grau de ordenação dos cristais da molécula;

2 REVISÃO DE LITERATURA

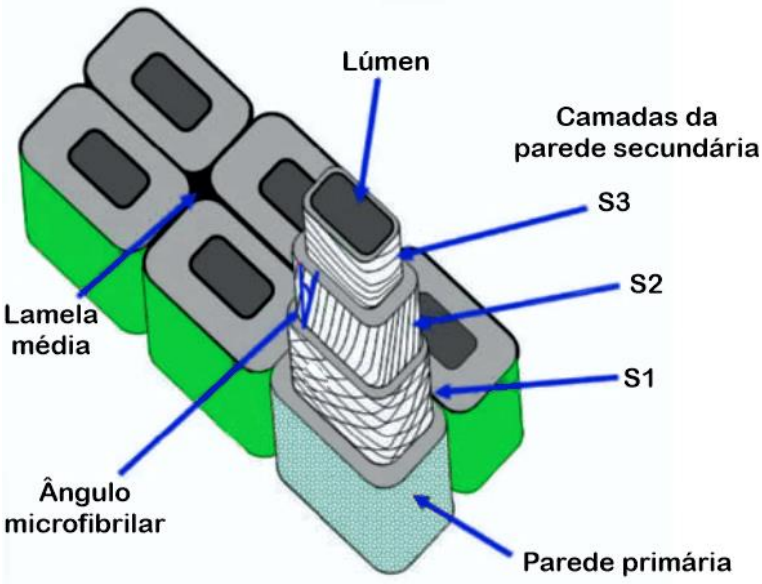
2.1 FIBRAS VEGETAIS

Fibras são polímeros classificados mediante o tipo de polimerização, cujos componentes podem apresentar-se como filamentos finos, alongados, contínuos ou cortados, servindo de matéria-prima para manufatura; onde podem ser transformadas em fios, linhas, cordas ou mantas para confecção de inúmeros produtos como papel, feltro, etc. As fibras manufaturadas são classificadas de acordo com a origem em natural (animal, vegetal e mineral), artificial ou sintética (BASTOS, 2009). As fibras minerais são oriundas de ligações cristalinas, como o asbesto; as de origem animal são produzidas através de ligações proteicas, como a lã e as vegetais são originadas de ligações celulósicas, como sisal, curáua, arumã, açaí, juta, malva entre outras (OLIVEIRA, 2017).

As fibras vegetais são constituídas de paredes celulares presentes em partes da planta, sendo estas folhas, caule e frutos (AKIN et al., 2010). A parede celular vegetal, é uma estrutura composta de camadas, sendo a primeira delas denominada de parede primaria (PM), com a incorporação de microfibrilas através do processo de intuscepção. Entre as paredes celulares de duas células adjacentes encontra-se a lamela média ou mediana (LM), e em algumas células há a deposição de outras camadas suplementares, que configuram a parede secundária, sendo esta, composta por microfibrilas que são adicionadas de forma ordenada por aposição, podendo formar até três camadas denominadas de S1, S2 e S3, delimitadas de acordo com a orientação da deposição, que é variável; a Figura 1 ilustra a estrutura das células vegetais (APEZZATO-DA-GLÓRIA; CARMELLO-GUERREIRO, 2006). As fibras vegetais são denominadas de lignocelulósicas e contêm em sua composição básica: celulose, hemicelulose e lignina, além de quantidades menores de outros componentes, intitulada de fração solúvel, constituída de pectina, sais inorgânicos, substâncias nitrogenadas e corantes naturais. (PAULA, 2011) .

Devido a sua constituição complexa, as fibras têm sido materiais com enorme relevância para humanidade, sendo incluída em inúmeras aplicações industriais e possuindo o potencial de substituir fibras à base de petróleo. Maiores estudos dos componentes presentes na fibra resultarão em uma utilização mais eficiente da mesma, atrelado a benefícios econômicos, aumentando padrões de qualidade e avanços no processamento de coprodutos. (AKIN et al., 2010).

Figura 1 - Estrutura da parede celular vegetal



Fonte.: Adaptado de KRETSCHMANN (2003)

2.2 LIGNINA

A lignina é o segundo polímero mais abundante encontrado na natureza, presente na parede celular de vegetais, conferindo-lhes suporte estrutural, impermeabilidade e resistência contra ataques microbianos e estresse oxidativo (PEREIRA, 2010). Além disso, é um composto altamente complexo, constituído pela polimerização de unidades de fenil-propano, derivadas de três álcoois: *trans*-*para*-cumarílico, *trans*-coniferílico e *trans*-sinapílico (SANTOS, 2013).

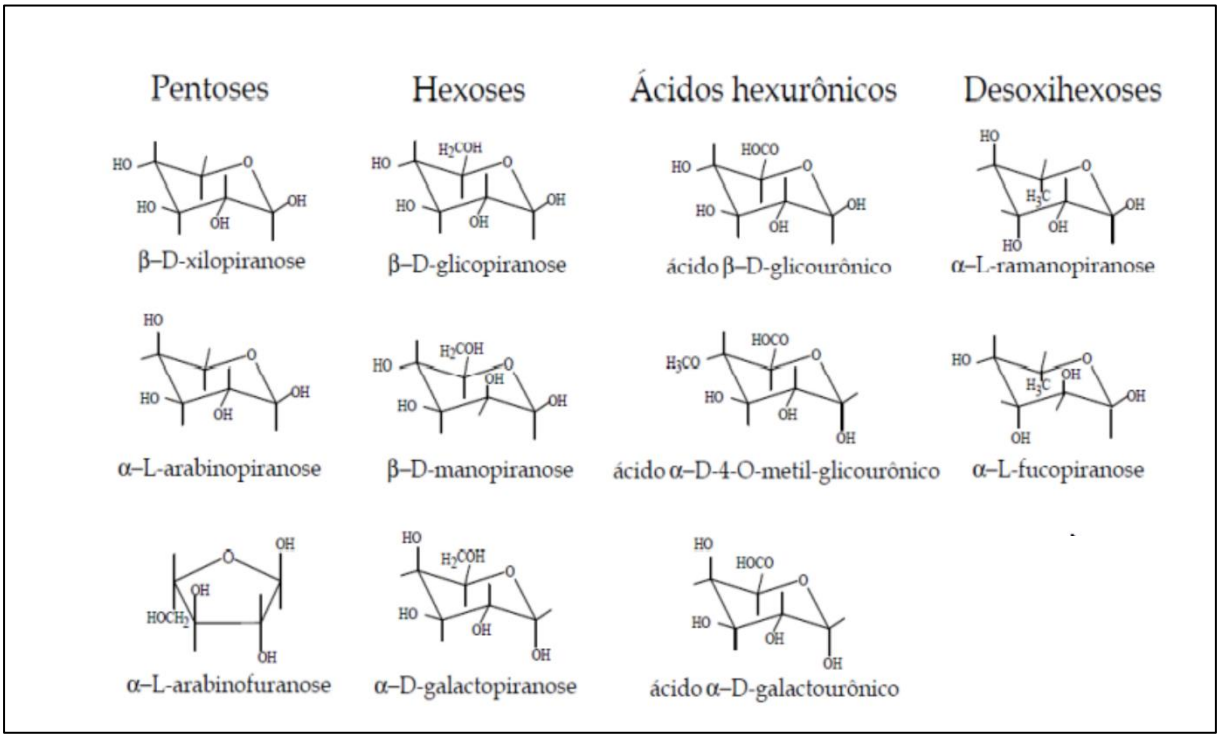
A lignina é biossintetizada através de um processo randômico, com geração de radicais livres, que são liberados na desidrogenação, mediados pela peroxidase, o que desencadeia o desenvolvimento de uma macromolécula amorfa, com muitas ramificações, grupos funcionais (ligações duplas, carbonilas, carboxílicos e metoxílicos) e 20 tipos diferentes de ligações entre as unidades monoméricas, principalmente do tipo éter e carbono-carbono (SANTOS, 2013).

2.3 HEMICELULOSE

As hemiceluloses são constituídas através da condensação de vários açúcares (xilose, arabinose, galactose, glucose, manose), juntamente com ácido 4-O-metil-glucurônico e resíduos de ácido galactorônico (SANTOS, 2013). A mesma configura-se como uma estrutura amorfa que possui características hidrofílicas provenientes do baixo grau de polimerização em comparação com a celulose; e composição variável a depender das características da fonte, tipo de tecido e estágio de desenvolvimento do vegetal. (LIMA, 2018; SANTOS, 2013).

Hemiceluloses também são intituladas de polioses, possuindo unidades de açúcares com quantidade variável de átomos de carbono, cinco ou seis, correspondendo as pentoses e hexoses, respectivamente (LINO, 2015). A Figura 2 ilustra os monômeros de açúcares formadores de polioses. Salienta-se que as polioses não formam uma estrutura química definida, caracterizando-se como compostos poliméricos presentes em vegetais fibrosos (LINO, 2015).

Figura 2 - Unidades de açúcares formadores de polioses.

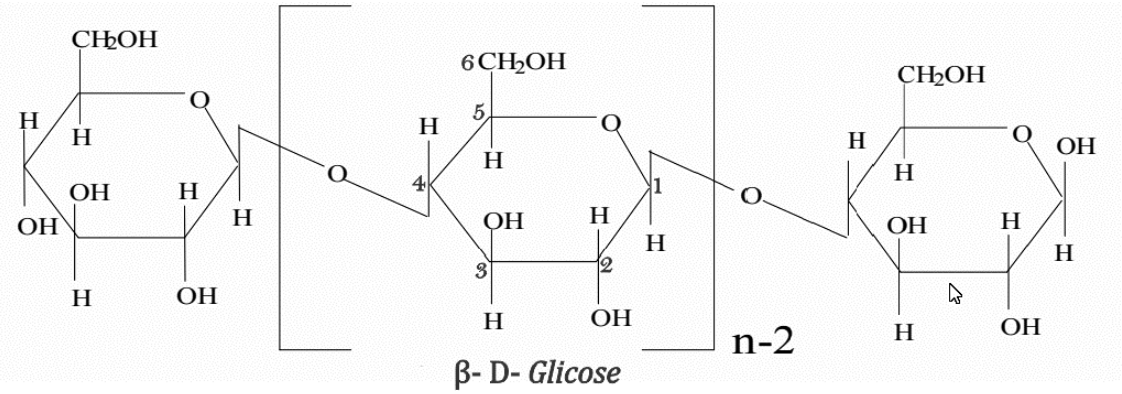


Fonte.: LINO, 2015

2.4 CELULOSE

A celulose é um polímero estrutural, formado através de monômeros de glicose unidas pelas ligações β (1→4) glicosídicas (REECE et al., 2015). É caracterizada por ser o composto orgânico mais abundante do planeta, sendo encontrado principalmente como constituinte da parede celular das plantas (REECE et al., 2015). A Figura 3 ilustra as ligações entre os monômeros de glicose.

Figura 3 -Macromolécula de celulose



Fonte.: Adaptado de GIRI; ADHIKARI (2012).

Além das ligações covalentes entre os açúcares de glicose, a celulose apresenta ligações de hidrogênio intracadeia entre grupos hidroxila e o oxigênio presente no anel pirano, o que promove a configuração em cadeira da celulose (MOON et al., 2011). Durante o processo de formação da celulose, ligações intermoleculares de hidrogênio e *van der Waals*, também são estabelecidas, desenvolvendo um aglomerado de múltiplas cadeias, chamadas de fibrilas elementares, que se agregam em microfibrilas maiores (5-50 nm de diâmetro e vários mícrons de comprimento (MOON et al., 2011). As ligações intra e intermoleculares das fibrilas de celulose propiciam sua estabilidade e rigidez, sendo esse, o principal constituinte de reforço para árvores, plantas, tunicados, algas e bactérias (MOON et al., 2011).

O processo de agregação que origina à parede celular da fibra, mediado através das ligações intermoleculares, consiste em arranjos sucessivos, sendo as micelas, agrupamentos das cadeias em feixes; microfibrilas, conjunto de micelas; e as fibrilas, agregados de microfibrilas, também conhecidas como macrofibrilas (SILVA; D'ALMEIDA, 2009). Sabe-se ainda que, as

microfibrilas, oriundas da formação das moléculas de glicose, apresentam em sua estrutura, regiões cristalinas e ordenadas e regiões amorfas e desordenadas. As primeiras resultantes de um processo ordenado amparado por enzimas, e as últimas de alterações durante a biossíntese (SILVA; D'ALMEIDA, 2009).

Além disso, o biopolímero apresenta sete formas polimórficas conhecidas (I, II, III_1 ,III_2, IV_1, IV_2), que são atribuídas a suas regiões cristalinas, onde o grupo (CH_2OH) assume diferentes conformações nas cadeias, sendo, no entanto, comumente encontrada como uma mistura das suas formas nativas Iα e Iβ , com quantidades de uma em relação a outra variáveis à depender da fonte (CANDINHO, 2020; LIMA, 2018).

2.5 NANOCELULOSE

A nanocelulose é uma estrutura presente nos materiais lignocelulósicos e compõe-se de duas partes: celulose cristalina e celulose amorfa, com dimensões nanométricas menores ou iguais a 100 nm, o que em virtude da sua razão de aspecto e composição cristalina e amorfa origina diferentes tipos de nanocelulose discutidos na literatura (LAVORATTI, 2015), sendo elas: (I) nanocristais de celulose (CNCs), também chamados de celulose nanocristalina ou *nanowhiskers* de celulose, (II) nanofibrilas de celulose (CNFs), também conhecida como celulose nanofibrilada e (III) celulose bacteriana (BC) (ABITBOL et al., 2016; NASIR et al., 2017)

As variações ou tipos de nanocelulose descritos, exibem diferentes atributos, o que por sua vez, induz aplicações e funções distintas de acordo com as especificidades de cada uma (ABITBOL et al., 2016) . Dentre as características dessa estrutura, pode-se citar: alta resistência ao módulo/tração de *Young* (grandeza que se refere a razão entre a tensão aplicada e a deformação sofrida pelo corpo, quando o comportamento é linear) de por exemplo, 150 GPa/10 GPa para CNCs, uma gama de proporções que podem ser acessadas dependendo do tipo de partícula; potencial compatibilidade com outros materiais, como polímeros, proteínas e células vivas, opções de processamento químico e material extremamente versáteis, e consequente enorme variedade de possibilidades de estrutura e função. (ABITBOL et al., 2016; HESSEL et al., 2016).

2.6 CELULOSE NANOFIBRILADA (CNF)

As nanofibrilas de celulose, são uma rede emaranhada de fibrilas com dimensões micrométricas, contendo celulose amorfa e cristalina em sua estrutura, o que diverge dos CNCs que apresentam cerca de 90% de cristalinidade (ABITBOL et al., 2016; NASIR et al., 2017). As partículas emaranhadas apresentam caráter viscoso em concentrações baixas 1% (p/p) (ABITBOL et al., 2016).

Nanofibrilas de celulose são componentes importantes no processo de formação da madeira e da celulose vegetal, sendo constituída por 36 cadeias de celulose Iβ, contendo partes amorfas e cristalinas (MOON et al., 2011). O ponto que diverge a celulose nanofibrilada das fibrilas de celulose (CMF), é o diâmetro, sendo menor e mais finos nas primeiras, ressalvando-se que, em algumas literaturas os termos são usados como sinônimos (MOON et al., 2011).

2.7 CELULOSE NANOCRISTALINA (CNC)

Os CNCs são constituídos de regiões cristalinas de celulose e apresentam promissoras especificidades mecânicas, óticas e térmicas em comparação à estruturas de celulose de tamanhos maiores, devido ao seu processo de extração e consequente remoção da maior parte dos defeitos relacionados à organização gradual de um organismo vegetal, originando um composto chave para a construção e geração de novos materiais, como os compósitos de celulose (PEREIRA et al., 2014).

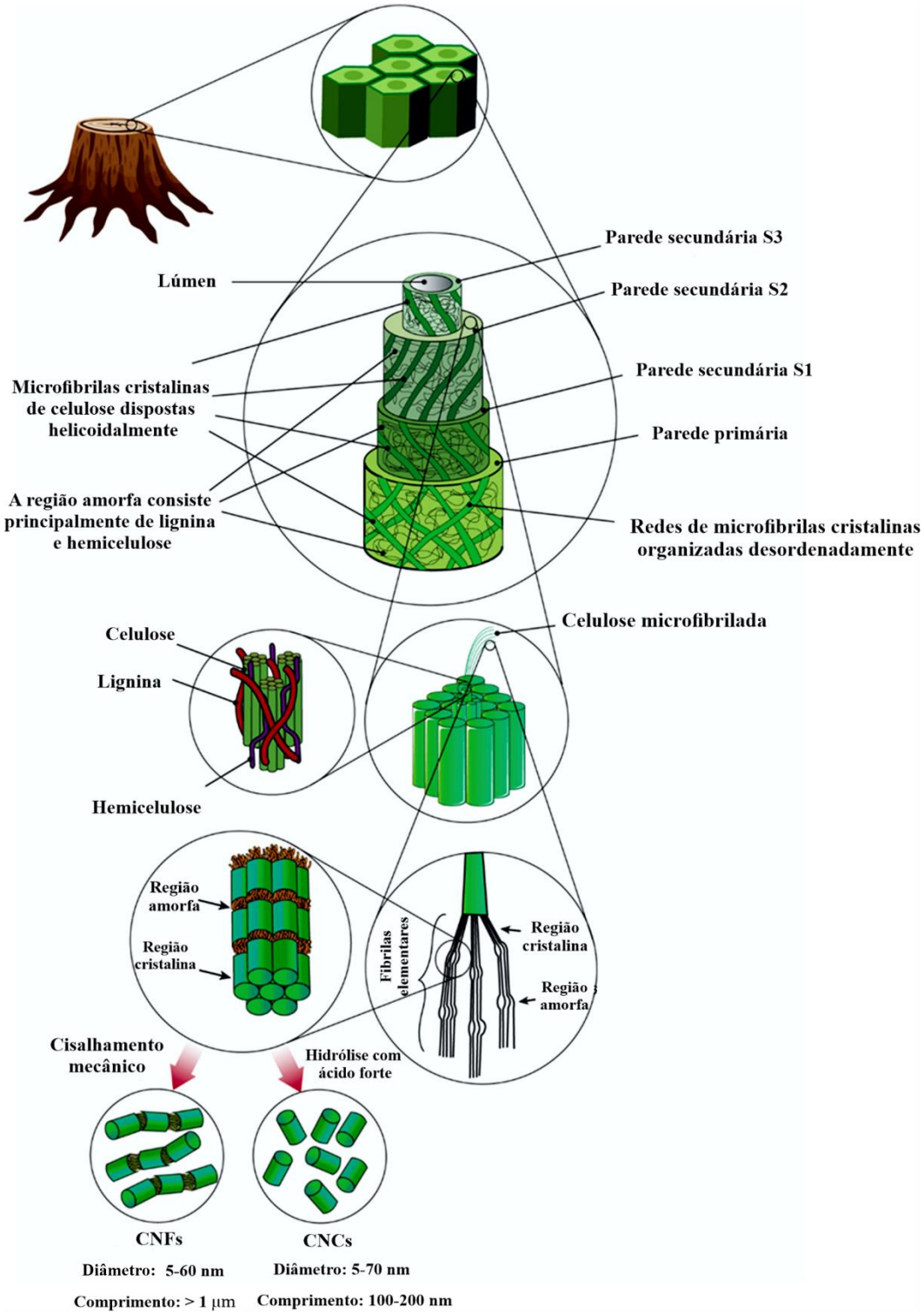
2.8 EXTRAÇÃO DA NANOCELULOSE

A utilização e extração de partículas nanométricas, se dá mediante várias etapas químicas, a começar pelo pré-tratamento que é um procedimento que pode ser realizado através do desengraxamento, tratamentos alcalinos e / ou branqueamento, sendo findado através da hidrólise ácida, para obtenção das nanopartículas (VIEIRA, 2015). Através desses processos, é viável o aumento da resistência mecânica, redução da absorção de água, diminuição dos graus de agregação, remoção da lignina e hemicelulose residuais e a obtenção de nanopartículas altamente cristalinas (VIEIRA, 2015). A Figura 4 ilustra os componentes das células vegetais e a extração da nanocelulose.

O tratamento alcalino se faz necessário como agente solubilizante de uma parte fracionada da hemicelulose e concomitante exposição da estrutura da celulose para posterior processamento da mesma (LIM et al.,2022). O processo de branqueamento geralmente ocorre após o tratamento alcalino e tem como intuito a remoção da lignina e hemicelulose residuais das fibras (LIM et al.,2022).

Os nanocristais de celulose (CNCs) são produzidos, principalmente, pela técnica de hidrólise ácida, sendo o reagente mais utilizado durante essa etapa, o ácido sulfúrico (ABITBOL et al., 2016). Tal componente hidrolisa seletivamente as partes amorfas da celulose, originando partículas com alto grau de cristalinidade e, com a formação de grupos sulfatados carregados negativamente na superfície das moléculas que impedem aglutinação em água devido a repulsão eletrostática entre as partículas (ABITBOL et al., 2016). Os componentes originados podem apresentar dimensões entre 5-20 nm à 100-500 nm, se a origem for vegetal, com comportamento de automontagem a depender da concentração (ABITBOL et al., 2016).

Figura 4 - Esquema de uma célula vegetal e suas estruturas basais



Fonte.: Adaptado de DHALI e colaboradores (2021)

2.9 APLICAÇÕES

A nanocelulose pode ser sintetizada em formato tridimensional, mediante processos que simulam com facilidade a matriz extracelular de tecidos especializados, o que está intrinsecamente relacionado a sua utilização na bioengenharia, engenharia de tecidos ósseos, engenharia de tecidos de cartilagem, rastreamento celular e propagação do câncer (PRADEEP et al., 2022).

A nanocelulose fibrilada (NFC) e os nanocristais de celulose (CNC), podem ser largamente empregados também na indústria alimentícia como materiais de embalagem, podendo atuar no revestimento de camadas internas, como aditivos alimentares e alimentos funcionais (LU et al., 2021). Ao atuarem como revestimento de embalagens, os NFCs; aumentam a força física das mesmas e atuam como bloqueadores de ar, água e óleo, impedindo que alimentos gordurosos ou líquidos fiquem encharcados. (LU et al., 2021).

Na indústria de papel, a nanocelulose pode atuar, conferindo infindas vantagens ao setor, como: aumento da resistência à tração e ruptura, melhores propriedades de barreira para óleos, oxigênio e umidade, melhor superfície de impressão, biodegradabilidade, redução de custos com aditivos e no refino. A mesma, pode atuar área de setor de painéis de madeira reconstituído, promovendo a possibilidade de alteração das propriedades dos adesivos, aumento nas propriedades mecânicas dos painéis e redução das emissões de formaldeídos (LENGOWSKI; JÚNIOR, 2019).

2.10 *Sarcomphalus joazeiro* (Mart.)

Sarcomphalus joazeiro (Mart.) Figura 5, é uma árvore endêmica do nordeste brasileiro e possui como características: apresentar porte mediano à alto, tronco reto ou tortuoso, armado, com a presença de espinhos, ramos flexuosos, subdivididos; podendo ser piloso ou não (BRAGA, 2001). Além disso, o *S. joazeiro* é uma planta arbórea bastante difundida nos sertões nordestinos, destacando-se por apresentar-se sempre com folhas verdes, mesmo em períodos de seca devido ao sistema radicular profundo capaz de absorver umidade do subsolo. (BRAGA, 2001).

O tronco dessa árvore é utilizado regionalmente, para construção de cabos de ferramenta, canzis, tarugo ou prego de madeira, para construções rurais, moirões e em marcenaria (CARVALHO, 2007).

No trabalho de BRITO e colaboradores (2015), os extratos folhosos de *S. joazeiro* expressaram a existência de inúmeros metabólitos secundários, tais quais: flavonoides, fenóis, taninos e saponinas, além da capacidade antioxidante e baixa citotoxicidade para células mamíferas (fibroblastos). Nesse mesmo estudo, demonstrou-se que o extrato foi sinérgico em combinação com os antibióticos gentamicina ou amikacina contra *Enterobacter aerogenes* e em combinação com gentamicina contra *Staphylococus. aureus*.

NASCIMENTO e colaboradores (2020) observaram a presença de saponinas triterpênicas do tipo oleanano e damarano, sendo comprovado que o teor de saponinas oriundas da casca foi superior ao das folhas, o que foi demonstrado através de análises de gravimetria e espectroscopia.

No trabalho de SILVA e colaboradores (2011) foi demonstrado que as cascas e folhas de *S. joazeiro* possuem potencial microbiano e apresentam-se como recurso importante para o tratamento de doenças, alcançando efeitos inibitórios frente à bactérias *Mycobacterium smegmatis* (para cascas e folhas) e *Micrococcus luteus* (extrato das folhas).

LEANDRO e colaboradores (2021) demonstraram que os frutos do juazeiro são uma fonte alternativa e natural de polissacarídeos promissores para a indústria alimentícia. Os autores desenvolveram um sistema de preservação comestível para revestimento alimentar com efeito positivo sobre os parâmetros físico-químicos, texturais e microbiológicos do queijo coalho, o que aumentou a segurança do queijo para o consumo humano, devido à redução de coliformes totais e termotolerantes que podem ser prejudiciais à saúde humana, demonstrando a capacidade da planta como uma matriz potencial para a incorporação de compostos ativos naturais, como antimicrobianos e antioxidantes, que podem prolongar a vida útil do queijo e outros produtos alimentícios.

Figura 5 - *Sarcomphalus joazeiro* (Mart.)

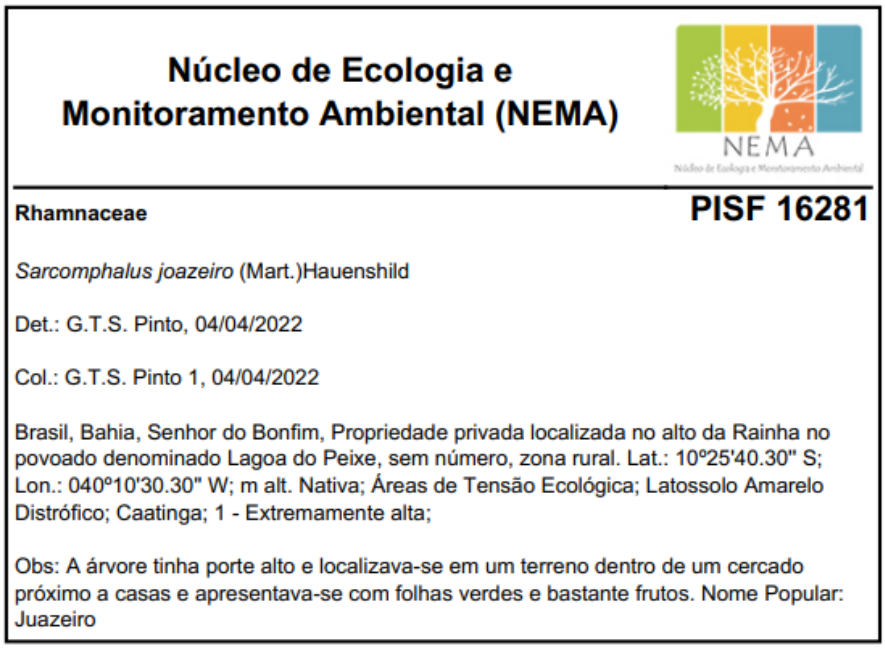
Fonte.: Autora (2022)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

Fragmentos das cascas do caule do *Sarcomphalus joazeiro* foram coletadas no dia 04/04/2022, no município de Senhor do Bonfim – BA, Alto da Rainha, CEP:48.970-000, Latitude: 10°25’40.3” S; Longitude: 40°10’30.3” W . Posteriormente a exsicata contendo partes da planta foi depositada no NEMA - Núcleo de Ecologia e Monitoramento Ambiental localizada na Universidade do Vale do São Francisco UNIVASF - Petrolina, *campus* Ciências Agrárias (CCA), para devida identificação (Figura 6).

Figura 6 - Etiqueta



Fonte.: Autora (2022)

A moagem do caule do juazeiro foi realizada no Laboratório de Bromatologia da Universidade Federal do Vale do são Francisco, *campus* de Ciências Agrárias (CCA) - Petrolina. O processo de extração da celulose (tratamento alcalino, branqueamento e hidrólise ácida) foram realizadas no Laboratório de Microscopia da Universidade Federal do Vale do são Francisco, Petrolina - Centro. As análises de caracterização: Microscopia eletrônica de Varredura e Difração de Raios - X foram realizadas da Universidade Federal do Vale do são Francisco, *campus* Juazeiro, já a análise de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier na UNIVASF – Petrolina, *campus* Centro. Os materiais utilizados durante a pesquisa estão listados na Tabela 1.

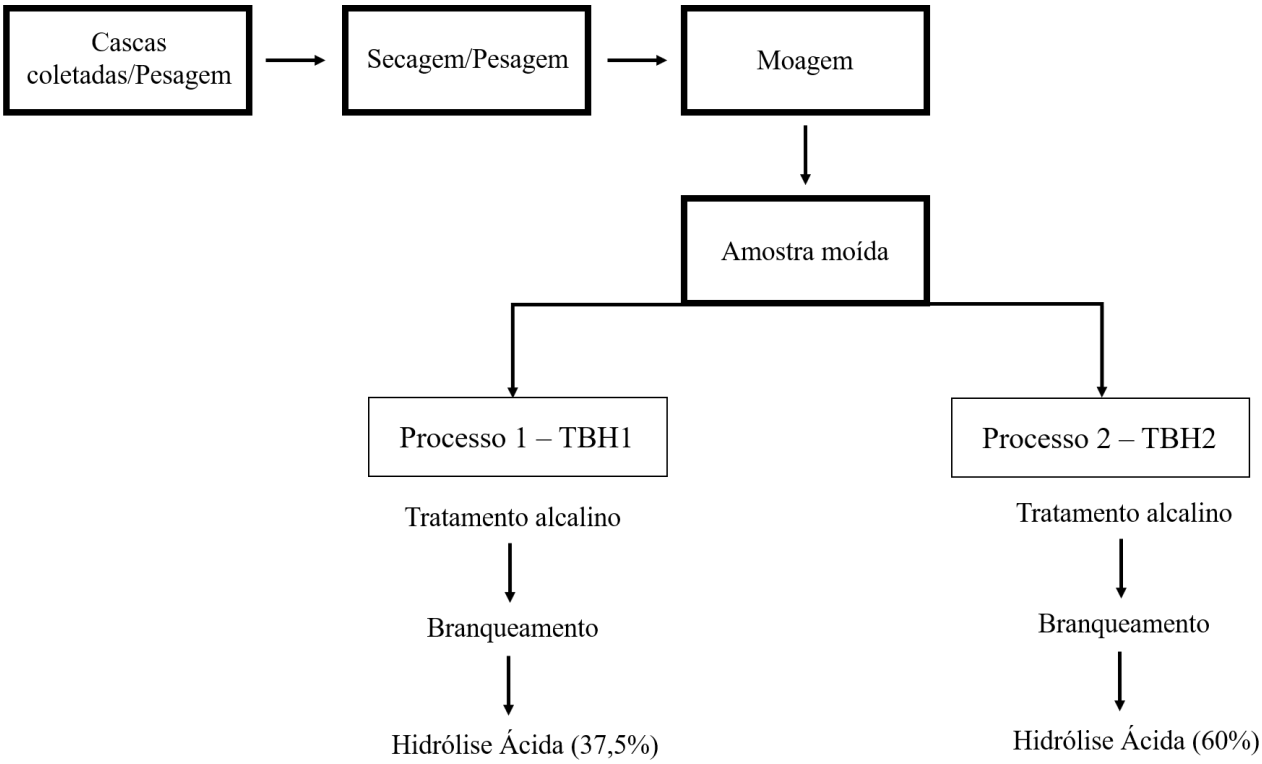
Tabela 1 - Reagentes e suas respectivas marcas utilizados durante os procedimentos.

Etapa	Reagente	Marca
Tratamento alcalino	Hidróxido de Sódio, P.A	Isofar Indústria e Comércio de Produtos Químicos Ltda.
Branqueamento	Hidróxido de Sódio, P.A Peróxido de Hidrogênio 50 % (v/v)	Isofar Indústria e Comércio de Produtos Químicos Ltda. QuimisulSC Produtos Químicos e Laboratório Brasil
Hidrólise ácida	Ácido Sulfúrico, P.A	Isofar Indústria e Comércio de Produtos Químicos Ltda.

Fonte.: A Autora (2022)

3.2 ETAPAS DO PROCESSO

O esquema seguinte demonstra de forma objetiva as etapas realizadas no presente trabalho.



3.3 EXTRAÇÃO DA NANOCELULOSE

O tratamento alcalino e o branqueamento foram seguidos de acordo com a metodologia PEREIRA (2010). A hidrólise alcalina, centrifugação e ultrassonificação foram realizadas segundo a metodologia de CANDINHO (2020) com algumas modificações.

3.3.1 Preparação do pó

Os fragmentos das cascas do caule coletadas do juazeiro, foram colocadas para serem pesadas, apresentando peso úmido de 1,375 kg. Em seguida, foram introduzidas em uma estufa de circulação forçada de ar, para secar por 5 dias a 45 °C. Após serem novamente pesadas, apresentaram 1,145 kg de peso seco. As amostras obtidas foram inseridas em um moinho de facas do tipo Marconi, com peneiras de 1 mm, transformadas em pó e acondicionadas em frascos de plástico. A Figura 7, descreve as etapas relacionadas a preparação de fragmentos do caule do *S. joazeiro*.

Figura 7 - Preparo da amostra. Fragmentos do caule coletados (a), secagem em estufa (b), moagem (c) e pó obtido (d)

(a) (b) (c) (d)

Fonte.: A Autora (2022)

3.3.2 Tratamento alcalino

Realizada de acordo com a metodologia de PEREIRA (2010) com algumas modificações, o pó moído *in natura*, foi pesado e para cada 5 g do mesmo utilizou-se 100 mL de solução de NaOH 5% (m/v). Posteriormente a solução foi colocada em agitador magnético à temperatura ambiente por 2 h sob agitação. Após o processo, a amostra foi lavada com água

destilada sucessivas vezes e retirada por meio do processo de decantação, até a obtenção do pH neutro (7,0), observado mediante a utilização de papel indicador de pH. Em seguida, a amostra foi colocada para secar em estufa de recirculação forçada de ar a 75 °C por 6 h. A Figura 8 ilustra a fibra após o tratamento.

Figura 8 - Fibra após tratamento alcalino

Fonte.: A Autora (2022)

3.3.3 Branqueamento

O peróxido de hidrogênio na concentração 50% (v/v) foi diluído em 1 litro de água destilada, para a obtenção de uma titulação de 25% (v/v), sendo acondicionados posteriormente em frascos de vidro. Paralelamente, 4 g de NaOH foram pesados e diluídos em 100 mL de água destilada para obtenção de uma titulação de 4% (m/m). Foram vertidos 50 mL de solução de NaOH 4% (m/m) previamente preparado em um béquer, juntamente com 50 mL de solução de H_2O_2 25% (v/v), 5 g do pó do juazeiro que foram previamente submetidos ao tratamento alcalino e colocados em um agitador magnético a 50 ºC por 2h. Após o tempo estimado, a

amostra foi lavada sucessivas vezes com água destilada pelo processo de filtração até a obtenção do pH neutro (7,0). A Figura 9 ilustra a fibra após o procedimento supracitado.

Figura 9 - Fibra branqueada

Fonte.: A Autora (2022)

3.3.4 Hidrólise ácida

A hidrólise ácida foi realizada seguindo a metodologia proposta por CANDINHO (2020) com adaptações. Os parâmetros utilizados estão dispostos na Tabela 2.

Tabela 2 - Critérios definidos durante o procedimento da hidrólise ácida

Amostra	TBH1	TBH2
Solução (m/m)	H_2SO_4 37,5%	H_2SO_4 60%
Temperatura (°C)	45 - 50	45 - 50
Tempo (min)	45	45
Massa da amostra (g)	0,514 g	0,706 g
Volume do ácido (mL)	10 mL	14 mL

Fonte.: A Autora (2022)

Inicialmente, preparou-se a solução de ácido sulfúrico nas concentrações indicadas na tabela. Concomitantemente, foi aquecido um recipiente com água em chapa aquecedora até atingir a temperatura de 45 ºC. Após o aquecimento, foi inserido no agitador magnético uma vasilha com água e um béquer contendo a amostra previamente branqueada com o respectivo volume do ácido indicado na Tabela 2. A temperatura foi controlada para que permanecesse na faixa de 45-50 ºC, por 45min. Quando se atingiu o tempo estipulado, a reação foi interrompida utilizando um banho de gelo e adicionando ao béquer água destilada gelada, contendo o mesmo volume utilizado de solução.

3.3.5 Centrifugação

Após a hidrólise ácida, realizou-se centrifugação para ajustar o pH e concentrar a suspensão. A centrifugação foi feita em centrífuga convencional da marca Hettich, modelo

UNIVERSAL 320 R (Figura 10), com um total de 3 ciclos de 15 min a 4500 rpm. A cada ciclo realizado, retirava-se o sobrenadante e completava-se com água destilada previamente gelada para iniciar a próxima centrifugação. Ao fim dos três ciclos, a amostra foi retirada dos frascos da centrífuga e acondicionada em um béquer (CANDINHO, 2020).

Figura 10 - Centrífuga Hettich, modelo UNIVERSAL 320R

Fonte.: A Autora (2022)

3.3.6 Ultrassonificação

O béquer contendo a suspensão concentrada após a centrifugação, foi colocado em uma cuba de ultrassom da marca CRISTÓFOLI, com água e gelo durante 10 min, com intervalos realizados a cada 5 min. O equipamento utilizado está ilustrado na Figura 11 abaixo.

Figura 11 - Cuba de Ultrassom CRISTÓFOLI

Fonte.: A Autora (2022)

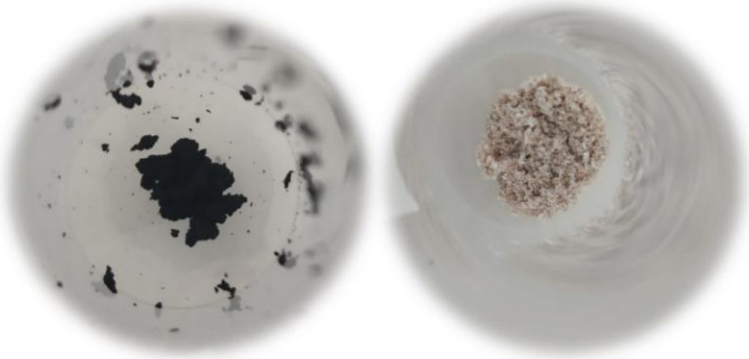
3.3.7 Liofilização

Após finalizados a ultrassonificação, a suspensão foi inserida em tubos de ensaio e levadas ao freezer por 3 dias. Posteriormente, as amostras foram liofilizadas no liofilizador TERRONI série LT (**Erro! Fonte de referência não encontrada.**), à temperatura de - 42°C e 680 mmHg. A **Erro! Fonte de referência não encontrada.**, apresenta as amostras após o processo de liofilização.

Figura 12 - Liofilizador da marca TERRONI, série LT

Fonte.: A Autora (2022)

Figura 13 – Amostras após a liofilização. A) 60% e B) 37,5%



A) B)

3.4 CARACTERIZAÇÃO DA NANOCELULOSE EXTRAÍDA DA CASCA DO JUAZEIRO (*Sarcomphalus joazeiro* Mart.)

3.4.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-EDS)

O microscópio eletrônico de varredura é um equipamento comumente utilizado para análises topográficas da superfície, composição e propriedades de materiais, apresentando uma resolução espacial melhor que a de um microscópio óptico, cujo aumento máximo da superfície analisada se limita a 2000 vezes (FERREIRA, 2016). A técnica medida foi realizada no Laboratório Multiusuário de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais – LaMDeM localizado no Instituto de Pesquisas em Ciência dos Materiais da Universidade do Vale do São Francisco *campus* Juazeiro – Bahia (IPCM – UNIVASF), sendo utilizada para caracterizar morfologicamente as fibras *in natura*, após tratamento alcalino e hidrólise ácida, observando-se visualmente os efeitos dos tratamentos químicos. A visualização da amostra por microscopia eletrônica só é possível após a metalização da amostra, que no presente estudo, foi feita utilizando átomos de ouro. Após a metalização, as amostras foram analisadas em um microscópio de varredura Hitachi-TM1000 (Figura 12).

Figura 12 - Microscópio Eletrônico de Varredura, modelo Hitachi-TM 1000

Fonte.: BARBOSA (2022)

3.4.2 Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier é uma técnica que utiliza um interferômetro e transformação matemática de Fourier para obtenção de espectros de uma determinada amostra (SKOOG, 2006). As análises de FTIR foram realizadas utilizando um espectrômetro IRTracer 100 (Shimadzu) (Figura 13). As medições foram realizadas na Central de Análise de Fármacos, Medicamentos e Alimentos (CAFMA) localizado na Universidade Federal do Vale do São Francisco – *campus* Petrolina. As amostras foram avaliadas na forma de pastilhas com KBr. O intuito da utilização da técnica foi avaliar a identificação de grupos funcionais e ligações características contidas nos materiais.

Figura 13 - espectrômetro IRTracer 100 (Shimadzu)

Fonte.: BARBOSA (2022)

3.4.3 Difração de Raio X (DRX)

A técnica de difração de raios X é bastante utilizada no estudo e análise quantitativa e qualitativa de fases cristalinas, teor de cristalinidade e inspeção da estrutura cristalina de materiais (SEIXAS, 2019). As fibras foram analisadas na forma de pó e inseridas no suporte do difratômetro.

As medidas de difração de raios X foram realizadas utilizando o equipamento Rigaku – MiniFlex de DRX (Figura 14), com uma fonte de radiação de CuKα (1,4518 Å), tensão de 40 kV e faixa de 2θ de 0 a 100°. O difratômetro está localizado no Instituto de Pesquisas em

Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Vale do São Francisco (IPCM-UNIVASF) *campus* Juazeiro – BA adquirido mediante à Chamada Pública MCTI/FINEP/FNDCT 02/2016 (Ref. 053316) do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações – MCTIC

Figura 14 - Difratômetro Rigaku - MiniFlex

Fonte.: BARBOSA (2022)

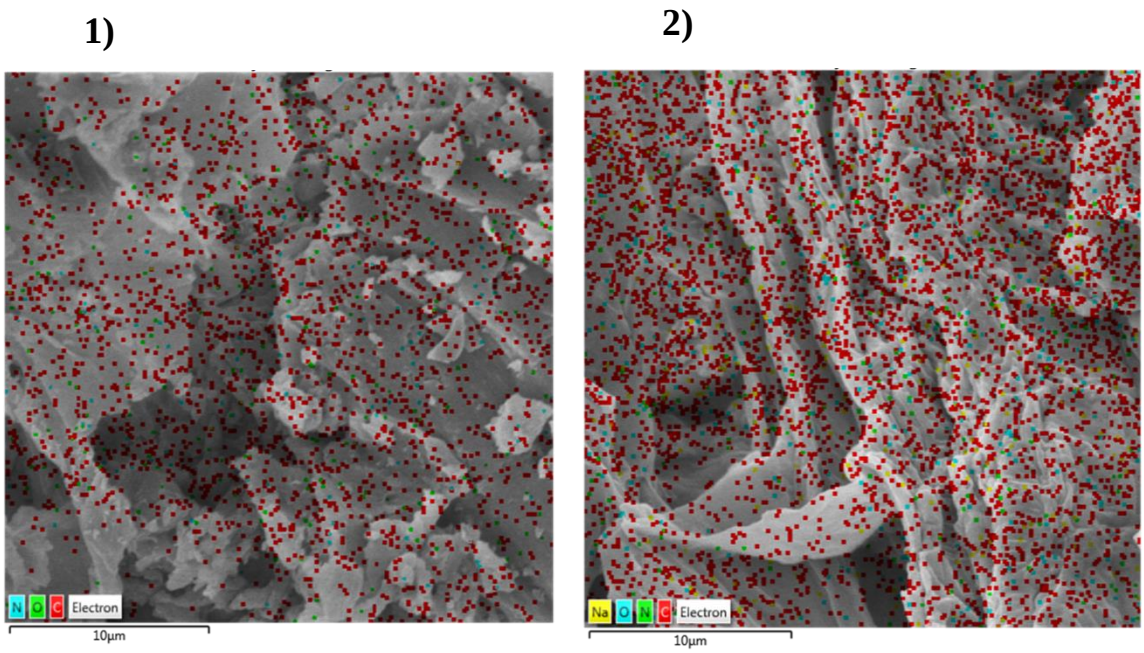
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA - EDS

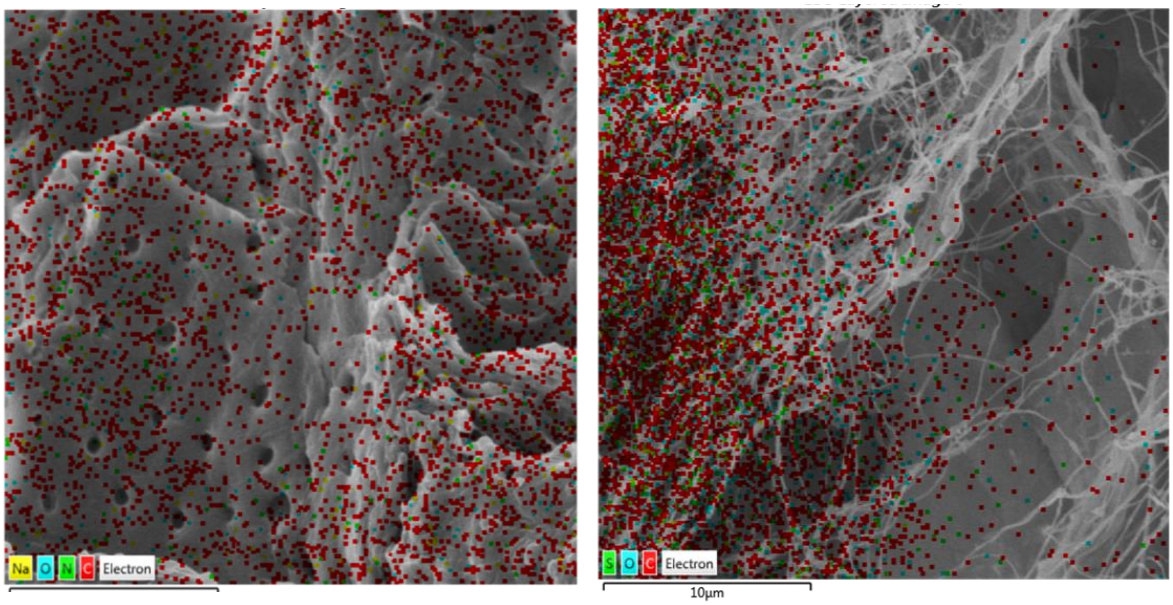
A Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), é uma técnica acoplada a Microscopia eletrônica de varredura, que permite realizar uma análise multielementar, com informações acerca da morfologia e identificação de elementos químicos em uma amostra sólida (LUIZ et al., 2015; RODRIGUES et al., 2017). A avaliação do EDS é qualitativa e semiquantitativa, não apresentando alta precisão, mas uma estimativa acerca da presença de elementos químicos (VIEIRA, et al., 2021).

Na Figura 15, estão os mapas relacionados as fibras *in natura* 1), após tratamento alcalino 2), branqueamento 3), e após as hidrólises ácidas TBH1 4) e TBH2 5). Observa-se a presença em todas, dos elementos químicos carbono (C), oxigênio (O) e nitrogênio (N), característicos do composto orgânico, celulose. Na imagem (2), há a presença do elemento químico sódio (Na), devido ao tratamento alcalino realizado com o hidróxido de sódio (NaOH). Já nas imagens (4) e (5) é possível observar o elemento químico enxofre (S), em virtude do tratamento com o ácido sulfúrico (H_2SO_4).

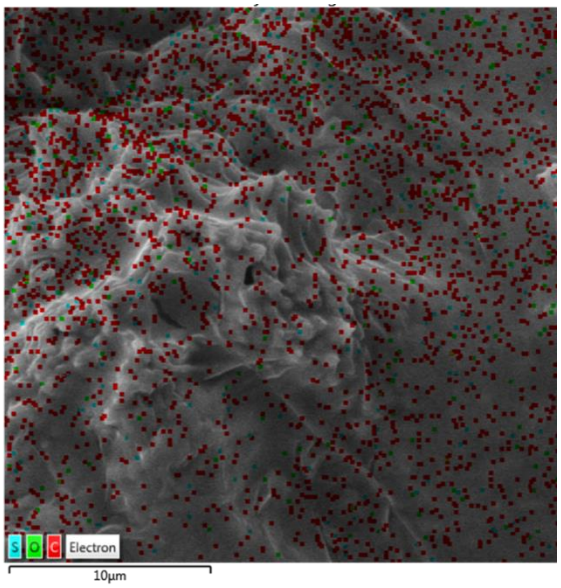
Figura 15 - Imagens obtidas após a análise de EDS. Fibra in natura **1)**, tratamento alcalino **2)**, branqueamento **3)**, TBH1 **4)**, TBH2 **5).**



3) **4)**



5)

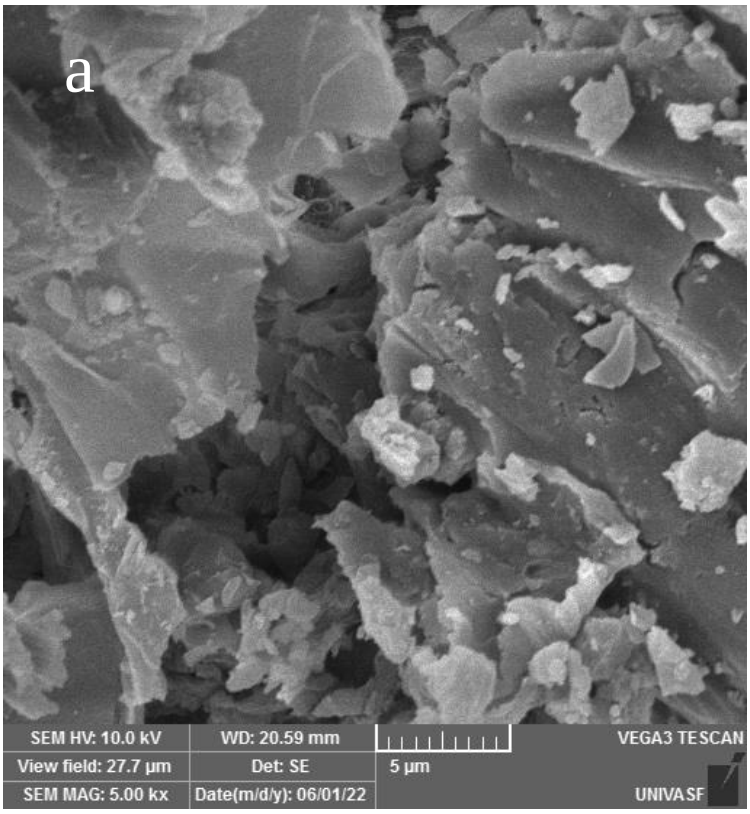


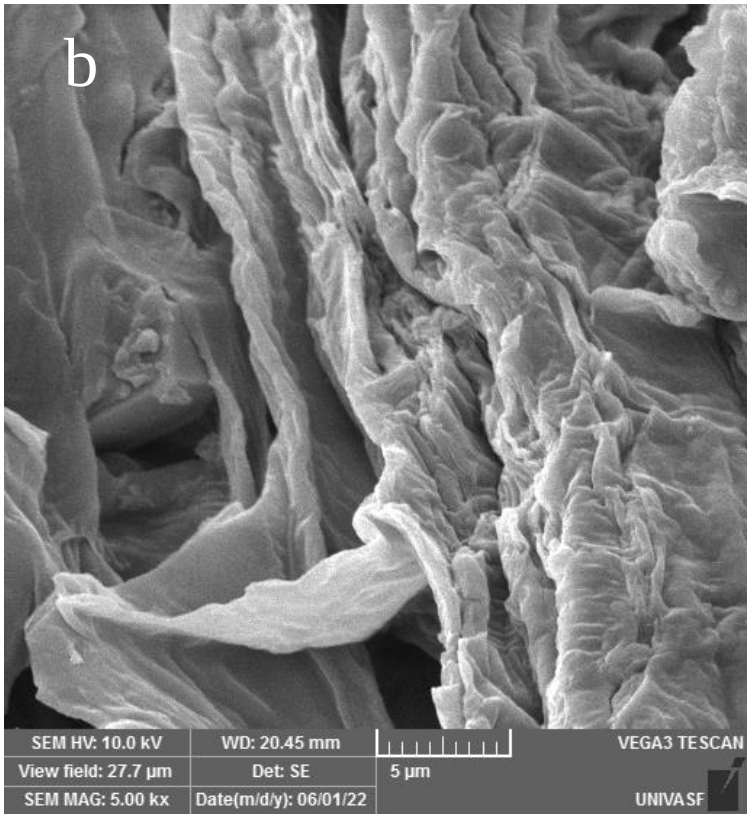
Fonte.: A Autora (2022)

As figuras abaixo apresentam as micrografias obtidas na análise de MEV com aumento de 5.000 vezes. Na figura (a) que corresponde a amostra *in natura*, pode-se observar um aspecto liso devido a presença de óleos e resíduos que conferem tais características ao caule do juazeiro natural, o que difere da amostra (b), que corresponde a fibra obtida após o tratamento alcalino, que apresenta uma superfície rugosa.

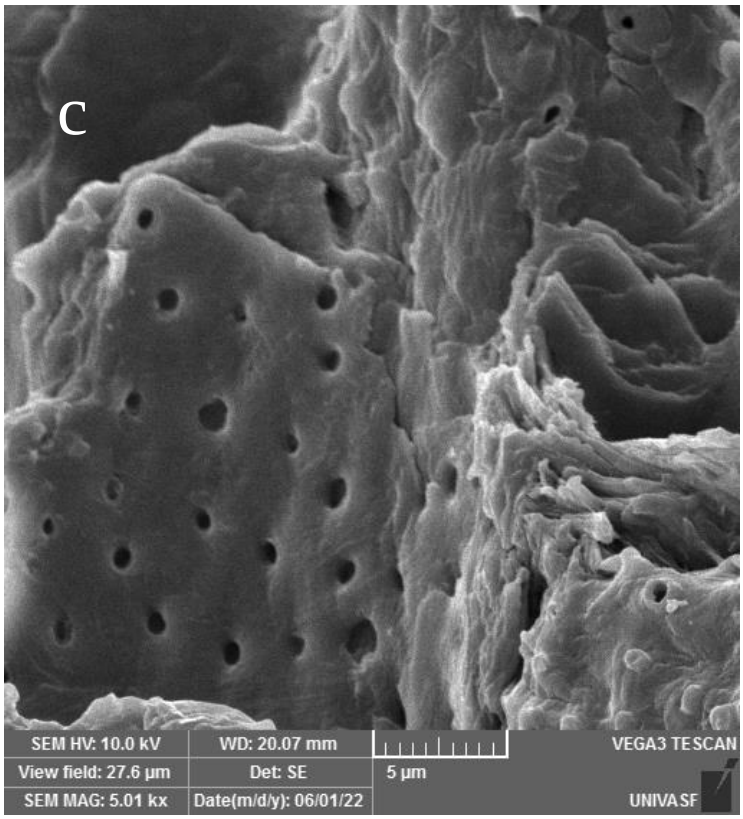
No primeiro tratamento alcalino, nota-se um processo de desfibrilamento das fibras, com retirada da matriz composta por lignina e hemicelulose que envolve a celulose. Observa-se também, uma inerente redução do diâmetro das fibras, após cada tratamento químico utilizado (SANTOS, 2016). Além disso, com a utilização de substâncias químicas, ocorre a quebra de ligações de hidrogênio que são responsáveis pela união das cadeias de celulose, originando uma superfície mais rugosa, com uma maior área de contato em comparação as fibras *in natura* (VIEIRA, 2015). Pode-se observar que todos os tratamentos alteraram a morfologia das fibras com relação a textura (SANTOS, 2016).

Figura 16 – Micrografias eletrônicas **a** fibra *in natura*, **b** tratamento alcalino, **c** branqueamento, **d** TBH1, **e** TBH2

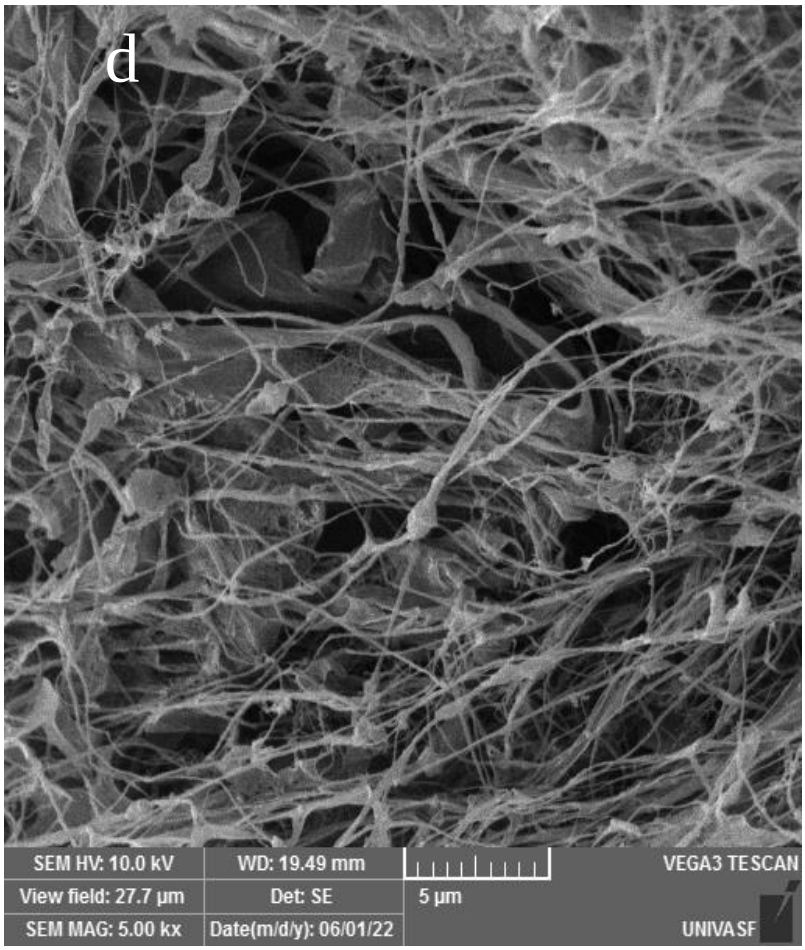




Na amostra branqueada (c) é possível notar fissuras devido ao ataque do peróxido de hidrogênio, o que demonstra solubilização da hemicelulose compatível com o que foi observado por PEREIRA, (2010).



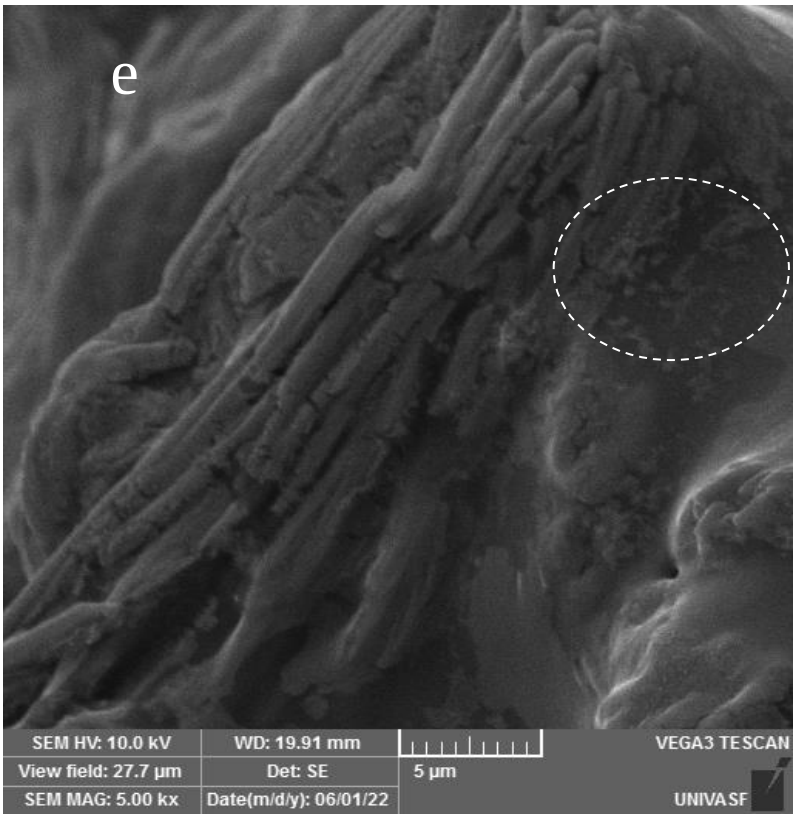
A imagem (d) corresponde a amostra TBH1, sendo notório a presença de um feixe emaranhado de nanofibrilas de celulose (CNF). No trabalho de BACHA (2022), fica perceptível as diferenças estruturais entre as fibras da palha de teff *in natura* e após a hidrólise ácida. Segundo o autor, isso se deve a difusão do ácido, especialmente, nas partes amorfas da estrutura celulósica, hidrolisando as ligações glicosídicas mais acessíveis das partes amorfas e eliminando-as.



A imagem (e) corresponde a amostra TBH2, sendo possível notar uma maior cristalização condensada das partículas ordenadas da nanocelulose. TRILOKESH e UPPULURI (2019) realizaram a extração da nanocelulose da casca da jaca utilizando agentes branqueadores, ácido, aparelho ultrassônico e observaram que as imagens obtidas na microscopia apresentavam estrutura automontada devido ao estabelecimento de atração eletrostática interfibrilar entre os grupos hidroxila na superfície da amostra, similar ao que é observado na figura (e). Os autores concluíram que os cristais individuais extraídos, tendem a se agregar durante o processo de evaporação da água, o que promove um aumento das partículas que podem levar a discrepâncias de tamanho quando analisadas pela microscopia eletrônica de

transmissão e Potencial Zeta (definido como o potencial eletrostático no plano de cisalhamento de uma partícula) (DINGER, 2006).

.



Fonte.: A Autora (2022)

4.2 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE *FOURIER* (FTIR)

As amostras das fibras após cada tratamento: *in natura*, tratamento alcalino (T), branqueada (B), hidrólise ácida (TBH1) e hidrólise ácida (TBH2), foram caracterizadas pela técnica de FTIR, para avaliar grupos funcionais e determinar a presença dos componentes lignina, hemicelulose, celulose. Os dados obtidos através dos espectros são apresentados na Figura 17 e na Tabela 3.

Observa-se bandas nas regiões 3426 cm^{-1} à 3429 cm^{-1} , relacionadas as vibrações de estiramento da ligação O-H-, e percebe-se que houve uma maior alargamento nas amostras TBH1 e TBH2 , o que pode indicar aumento dos grupos hidroxilas e respectivas ligações de hidrogênio, atribuídas a reação com o H_2SO_4 , que possui hidrogênios e oxigênios adicionais (BRAZ, 2020).

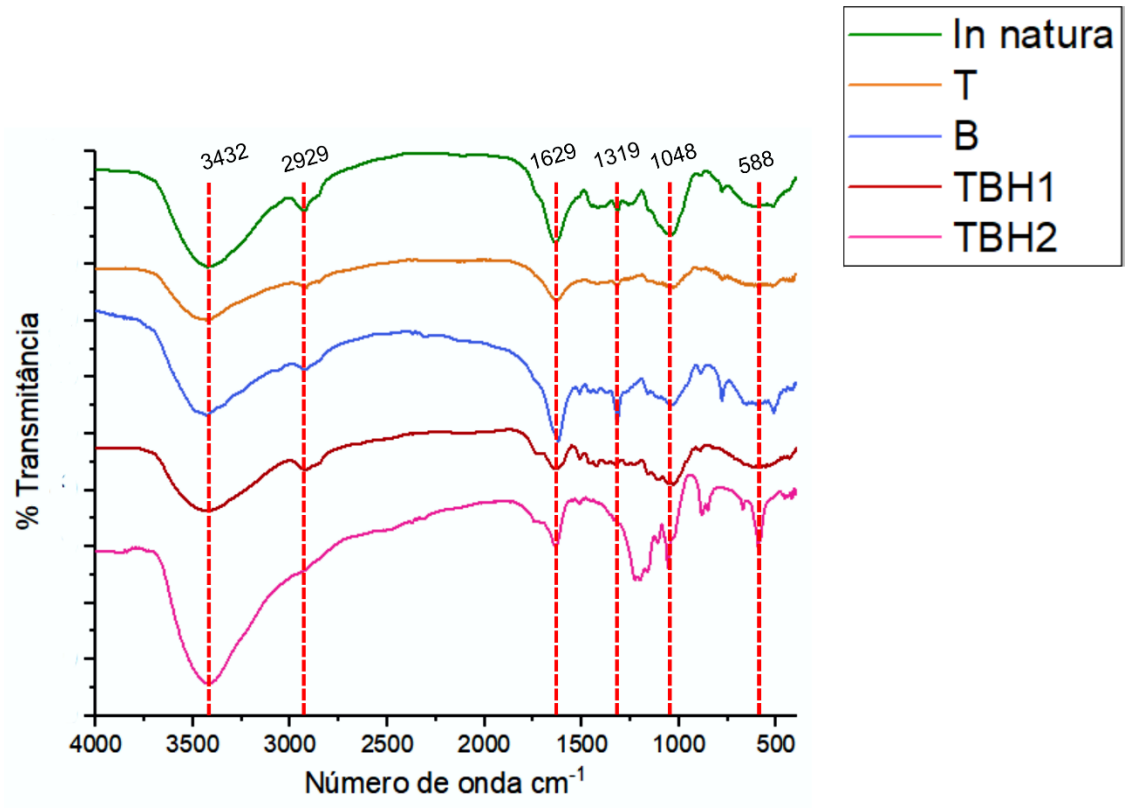
As bandas obtidas na faixa de 1316 cm^{-1} à 1327 cm^{-1} estão relacionados à deformação das ligações C-H- na celulose e hemicelulose, o que não foi observado nas hidrólises ácidas (TBH1 e TBH2) , podendo sugerir uma remoção da hemicelulose residual (LIMA, 2016).

Bandas na faixa de 1370 cm^{-1} e 1050 cm^{-1} são vibrações de flexão dos anéis aromáticos dos polissacarídeos e anéis presentes na estrutura da celulose (VIEIRA, et al., 2019). Foram obtidas bandas em torno de 1327 cm^{-1} à 1051 cm^{-1} o que demonstra a presença da celulose de forma mais evidente na amostra TBH2, onde o pico é mais intenso.

Bandas em torno de 1600 cm^{-1}, 1500 cm^{-1} e 830 cm^{-1} indicam a presença de lignina (SEIXAS, 2019). De acordo com os dados obtidos, os picos se situaram em torno de 1638 cm^{-1} à 1624 cm^{1}, havendo a caracterização dessa banda que indicou a presença da molécula em todas as amostras, incluindo TBH1 e TBH2, demonstrando que o tratamento ácido não foi suficiente para remoção da lignina remanescente.

Bandas obtidas em torno de 1640 cm^{-1}, indicam presença de água, associando-se a flexão angular O-H-, adsorvida nas moléculas de celulose (MARINHO, 2017). As bandas obtidas no presente estudo ficaram em torno de 1638 cm^{-1} à 1634 cm^{-1}, e foram características de todas as amostras, indicando a presença de água e higroscopicidade das amostras.

Figura 17 - Gráfico FTIR comparativo de todas as amostras



Fonte.: A Autora (2022).

Tabela 3 - Espectros vibracionais e suas atribuições

Atribuições	*In natura*	Tratamento alcalino (T)	Branqueamento (B)	Hidrólise ácida (TBH1)	Hidrólise ácida (TBH2)
Estiramento O-H intra e intermolecular - celulose e hemicelulose	3426 cm^{-1}	3446 cm^{-1}	3446 cm^{-1}	3446 cm^{-1}	3429 cm^{-1}
Estiramento assimétrico C-H celulose	2933 cm^{-1}	2923 cm^{-1}	2930 cm^{-1}	2927cm^{-1}	___
Adosrção de água	1638 cm^{-1}	1634 cm^{-1}	1624 cm^{-1}	1638 cm^{-1}	1637 cm^{-1}
Deformação CH_2 celulose	1316 cm^{-1}	1320 cm^{-1}	1327 cm^{-1}	____	___
Estiramento assimétrico COC hemicelulose e estiramento assimétrico celulose	1051 cm^{-1}	1041 cm^{-1}	1037 cm^{-1}	1033 cm^{-1}	1051 cm^{-1}

Fonte.: CANDINHO, 2020 ; LIMA, 2016.

4.3 DIFRAÇÃO DOS RAIOS – X

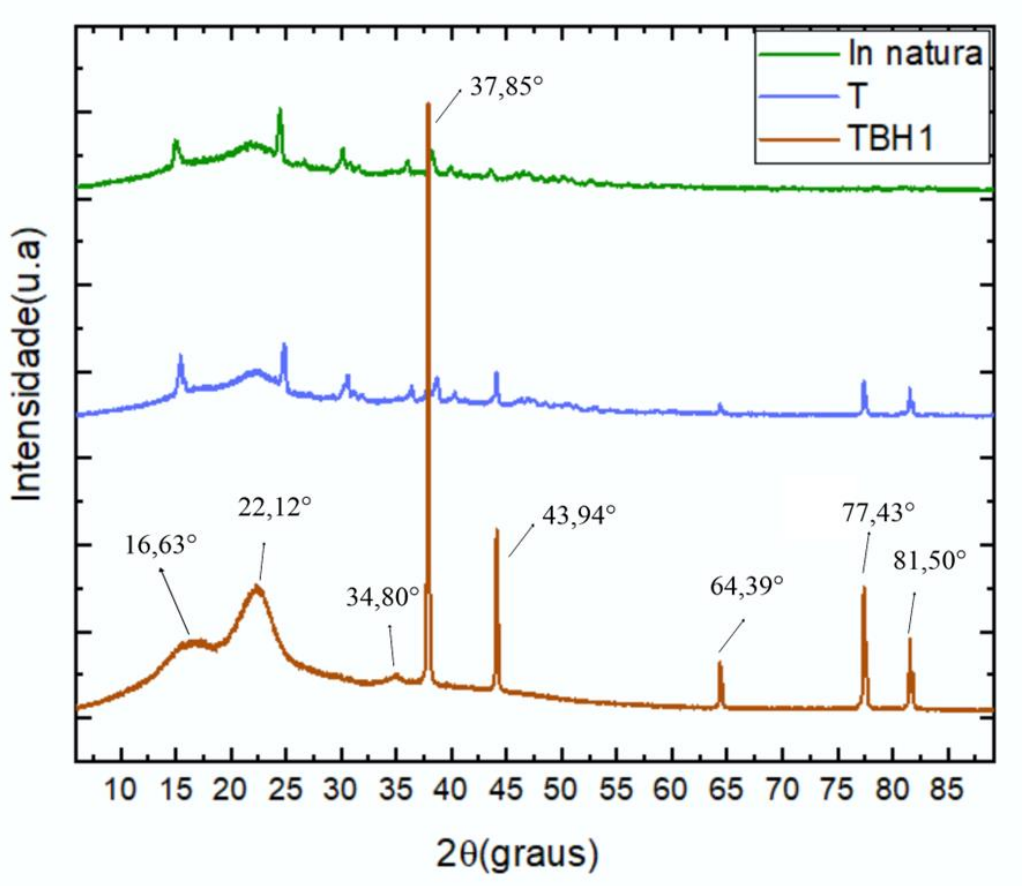
Diferente do que ocorre com os matérias cristalinos, que demonstram picos intensos e estreitos, os polímeros, de maneira geral, apresentam reflexões de *Bragg*, com efeito mais alargado e sobreposto, denominado de padrão difuso ou halo amorfo; evidenciando a concomitância de regiões ordenadas e desordenadas em um mesmo material (CANDINHO 2020).

Nos difratograma relacionado a amostra TBH1 (Figura 18), é perceptível que os picos estão mais estreitos e definidos, o que indica que os processos de hidrólise ácida promoveram uma remoção dos constituintes amorfos, em especial a lignina e as regiões desordenadas da celulose, aumentando o grau de cristalinidade. Deve-se levar em conta, também que, a lignina e a hemicelulose são estruturas amorfas, o que indica que as amostras de nanocelulose presentes, demonstraram baixa concentração desses componentes. (BARROS, 2020 ; SEIXAS, 2019; VIEIRA, 2015).

Os valores das intensidades do difratograma TBH1 foram iguais a aproximadamente $2\theta = 16°$ (plano 10-1), $2\theta = 22{,}5°$ (plano 011). Tais valores indicam a presença da celulose I (BARROS, 2020; CORREIA, 2015 ; LIMA, 2020; MONDRAGON et al., 2014).

Os demais picos $2\theta = 37{,}85°$, $2\theta = 43{,}94°$, $2\theta = 64{,}39°$, $2\theta = 77{,}43°$, $2\theta = 81{,}50°$, podem indicar algum grau de contaminação durante o processo de realização dos procedimentos realizados para obtenção das amostas, o que deve ser investigado. A título de exemplo, foi observado que no trabalho de SILVA, (2018), foram obtidos picos divergentes dos comumente encontrados na caracterização da celulose, sendo eles $2\theta = 32°$, $2\theta = 36°$, $2\theta = 48°$, que foram obtidos devido a presença de carbeto de tungstênio nas amostras advindas da moagem durante a preparação da amostra virgem.

Figura 18 - Difratograma referentes as fibras *in natura*, com tratamento alcalino (T) e submetidas a hidrólise ácida (TBH1).



Fonte.: A Autora (2022)

5 CONCLUSÃO

Os resultados obtidos a partir das técnicas realizadas no presente trabalho, foram indicativos da presença da nanocelulose. As análises de Microscopia Eletrônica de Varredura, demonstraram a presença da mesma nas amostras TBH1 e TBH2. Nas análises de Difração de Raios X, houveram algumas características que puderam indicar contaminação. Já nas análises de FTIR houve a identificação de grupos funcionais indicativos da presença da celulose tipo I. No entanto, faz-se necessário, uma repetição das análises de DRX e FTIR para uma indicação mais específica da extração da nanocelulose. Além disso, a utilização de novas técnicas como análise termogravimétrica pode ser interessante para complementar o estudo. Novos trabalhos nessa área são necessários para validar a técnica de extração da nanocelulose das cascas do caule do juazeiro, a fim de reduzir possíveis interferências e contaminações.

REFERÊNCIAS

ABITBOL, T. *et al*. Nanocellulose, a tiny fiber with huge applications. **Current Opinion in Biotechnology**, vol. 39, no. I, p. 76–88, 2016. DOI10.1016/j.copbio.2016.01.002. Disponível em:http://dx.doi.org/10.1016/j.copbio.2016.01.002.

AKIN, D. E. *et al.* What Are Natural Fibres? **Industrial Applications of Natural Fibres: Structure, Properties and Technical Applications**. Chichester, UK. John Wiley & Sons, Ltd: 2010. p. 11–48. https://doi.org/10.1002/9780470660324.ch2.

ANDRADE, J. C.*et al.* Control of bacterial and fungal biofilms by natural products of Ziziphus joazeiro Mart. (Rhamnaceae). **Comparative Immunology, Microbiology and Infectious Diseases**, vol. 65, p. 226–233, 1 Aug. 2019. DOI 10.1016/j.cimid.2019.06.006.

APPEZZATO-DA-GLÓRIA, B.; CARMELLO-GUERREIRO, S.M. **Anatomia Vegetal.** 2 ed. Viçosa: Editora da Universidade Federal de Viçosa, UFV. 2003.

BACHA, E. G. Response Surface Methodology Modeling, Experimental Validation, and Optimization of Acid Hydrolysis Process Parameters for Nanocellulose Extraction. **South African Journal of Chemical Engineering**, vol. 40, n. Março, p. 176–185, 2022. DOI 10.1016/j.sajce.2022.03.003. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.sajce.2022.03.003.

BARBOSA, B. F. S. **Fotografias do aparelho de Difração de Raiox - X, Microscópio eletrônico de varredura**. Instituo de pesquisa de Ciências dos Materias - IPCM (UNIVASF), 2022

BARBOSA, B. F. S. **Fotografias do aparelho de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier**. CAFMA (UNIVASF), 2022

BARROS, S. S. **SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCELULOSE A PARTIR DA FOLHA DE ABACAXI (Ananás comosus (L) Merril) CV. VITÓRIA**.Orientador: Lizandro Manzato. 2020. 70 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Amazonas. Manaus. 2020.

BASTOS, L. P. **Desenvolvimento e Caracterização acústica de painéis multicamadas unifibra, multifibras e mesclados, fabricados a partir de fibras vegetais.** Orientador: Gustavo da Silva Vieira de Melo. 2009.157 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Pós Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Pará, Belém, 2009.

BRAGA, R. **PLANTAS DO NORDESTE, ESPECIALMENTE DO CEARÁ**.5 ed. Mossoró, RN: Fundação Guimarães Duque: Fundação Vingt-Un Rosado, 2001, 496 p., 21 cm. Mossoroense. Série C; v. 1204.

BRAZ, W. F. **Síntese, funcionalização e caracterização de nanocelulose e estudo da sua aplicação na adsorção de cátions metálicos.** Orientador: Rogério Navarro Correia de Siqueira.2020. 95 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Engenharia Química, de Materiais e Processos Ambientais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2020.

BRITO, S. M. O.*et al.* Analysis of bioactivities and chemical composition of *Ziziphus joazeiro* Mart. using HPLC–DAD. **Food Chemistry**, vol. 186, p. 185–191, 1 Nov. 2015. DOI 10.1016/j.foodchem.2014.10.031.

CANDINHO, C. C. **Obtenção de celulose extraída de resíduos lignocelulósicos provenientes do estróbilo feminino da *Araucaria angustifolia* via hidrólise ácida.** Orientador: Claudio Michel Poffo. 2020. 77 f. TCC (Graduação) – Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Blumenau, 2020.

CARTAXO, S. L.; SOUZA, M. M. A.; ALBUQUERQUE, U. P. Medicinal plants with bioprospecting potential used in semi-arid northeastern Brazil. **Journal of Ethnopharmacology**, vol. 131, no. 2, p. 326–342, Sep. 2010. https://doi.org/10.1016/j.jep.2010.07.003.

CARVALHO, P. E. R. Juazeiro (*Ziziphus joazeiro*). **Circular Técnica - Empresa Brasleira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA)**, n. 139, p. 8, 2007.

CORREIA, C. A. **OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PLA REFORÇADO COM NANOCELULOSE**. Orientadora: Ticiane Sanches Valera. 2015. 117 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Pós Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015.

DHALI, K.*et al.* A review of nanocellulose as a new material towards environmental sustainability. **Science of the Total Environment**, vol. 775, p. 145871, 2021. DOI 10.1016/j.scitotenv.2021.145871.

DINGER, D. Medidas de pontos isoelétricos sem o uso de analisador de Potencial Zeta. **Cerâmica Industrial**, South Carolina, USA, vol. 11, n. 3, p. 23–24, 2006.

NASCIMENTO, A. M.*et al*. *Ziziphus joazeiro*, a Saponin-Rich Brazilian Medicinal Plant: Pharmacognostic Characterization of Bark and Leaves. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, vol. 30, n. 6, p. 756–764, 5 Dec. 2020. DOI 10.1007/s43450-020-00109-2.

DUFRESNE, A. Nanocellulose: a new ageless bionanomaterial. **Materials Today**, vol. 16, n. 6, p. 220–227, Jun. 2013. DOI 10.1016/j.mattod.2013.06.004.

FERREIRA, I. L. **Preparação e caracterização de biomateriais poliméricos para avaliação da viabilidade de uso como phantom biológico**. Orientadora: Andrea Antunes Pereira. 2016. 165 f. Tese (Doutorado) - Curso de Pós Graduação em Física, Universidade federal de Uberlândia, Uberlândia, 2016.

HESSEL, R. *et al*. Determinação do módulo de Young em sólidos a partir da medida da velocidade do som pelo método do tempo de voo. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, vol. 38, n. 2, 2016. https://doi.org/10.1590/1806-9126-rbef-2015-0014.

SILVA, J. V. **Extração e caracterização de nanocelulose a partir do pseudocaule de bananeira.** Orientadora: Ticiane Sanches Valera. 2018. 63 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

KARGARZADEH, H. *et al* . Methods for Extraction of Nanocellulose from Various Sources. **Handbook of Nanocellulose and Cellulose Nanocomposites**. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2017. p. 1–49. DOI 10.1002/9783527689972.ch1.

KRETSCHMANN, D. Velcro mechanics in wood. **Nature Materials**, vol. 2, no. 12, p. 775–776, Dec. 2003. DOI 10.1038/nmat1025.

LAVORATTI, A. **DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS POLIÉSTER/NANOCELULOSE**. Orientador: Ademir José

Zattera.2015. 79 f. Dissertação (Mestrado), Curso de Pós Graduação em Engenharia de Processos, Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2015.

LEANDRO, G. R.; *et al*. Quality and safety of the Coalho cheese using a new edible coating based on the Ziziphus joazeiro fruit pulp. **Future Foods**, vol. 4, no. Julho, p. 100089, Dez. 2021. https://doi.org/10.1016/j.fufo.2021.100089.

LENGOWSKI, E. C.; JÚNIOR, E. A. B. NANOCELULOSE: APLICAÇÕES NA INDÚSTRIA DE BASE FLORESTAL. **Sustentabilidade de Recursos Florestais 2**. Atena Editora, 2019. p. 155–164. DOI 10.22533/at.ed.98619240718.

LIM, H. J.*et al.* Oil palm-based nanocellulose for a sustainable future: Where are we now? **Journal of Environmental Chemical Engineering**, vol. 10, no. 2, p. 107271, Apr. 2022. DOI 10.1016/j.jece.2022.107271.

LIMA, V. H. **Obtenção de nanocelulose via hidrólise ácida a partir do resíduo de bagaço de malte da produção de cerveja**.Orientador: Aparecido Junior de Menezes. 2016. 109 f. Dissertação (Mestrado), Curso de Pós Graduação em Ciências dos Materiais, Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba- SP, 2016.

LIMA, M. H. A. **Obtenção de nanocelulose a partir da funcionalização de celulose por oxipropilição**. Orientador: Aparecido Junior de Menezes. 2020. 92 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Ciências dos Materiais Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba- SP, 2020.

LIMA, S. X. **EXTRATRÇÃO DA CELULOSE DA CASCA DA BANANA PRATA (M.spp) POR UM MÉTODO VERDE E AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DE ÁGUA NA ESTRUTURA MOLECULAR DA CELULOSE**.Orientador: Edgar Aparecido Sanches, 2018, 89 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação Ciências e Engenharia dos Materiais, Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2018.

LINO, A. G. **Composição Química a Estrutural da Lignina e Lipídios do Bagaço e Palha da Cana-De-Açúcar**. Orientador: Claudio Ferreira Lima. 2015. 108 f. Tese (Doutorado) – Curso de Pós Graduação em Agroquímica, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa- MG, 2015.

LU, Q. *et al*. Application and challenge of nanocellulose in the food industry. **Food Bioscience**, vol. 43, p. 101285, Oct. 2021. DOI 10.1016/j.fbio.2021.101285.
LUIZ, L.C. *et al.* Utilizando Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) para Comparação de Medicamentos Genéricos e Similar com o seu Referência. **Revista Brasileira de Ciências da Saúde**, vol. 19, no. 3, p. 179–186, 2015. DOI 10.4034/RBCS.2015.19.03.02.

MARINHO, J. P. N. **Produção e caracterização de nanocristais de celulose para reforço em nanobiocompósitos**.Orientador: Danielle Marra de Freitas Silva Azevedo. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais Centro Federal de Edudação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2017.

MEFTAHI, A. *et al*. Nanocelluloses as skin biocompatible materials for skincare, cosmetics, and healthcare: Formulations, regulations, and emerging applications. **Carbohydrate Polymers**, vol. 278, p. 118956, Feb. 2022. DOI 10.1016/j.carbpol.2021.118956.

MONDRAGON, G. *et al*. A common strategy to extracting cellulose nanoentities from different plants. **Industrial Crops and Products**, vol. 55, p. 140–148, 2014. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.02.014.

MOON, R. J. *et al*. Cellulose nanomaterials review: Structure, properties and nanocomposites. **Chemical Society Reviews**, vol. 40, no. 7, p. 3941–3994, 20 Jun. 2011. https://doi.org/10.1039/c0cs00108b.

NASCIMENTO, A. M. *et al*. *Ziziphus joazeiro,* a Saponin-Rich Brazilian Medicinal Plant: Pharmacognostic Characterization of Bark and Leaves. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, vol. 30, no. 6, p. 756–764, 5 Dec. 2020. DOI 10.1007/s43450-020-00109-2.

NASIR, M.; HASHIM, R.; SULAIMAN, O.; ASIM, M. Nanocellulose. **11 - Cellulose-Reinforced Nanofibre Composites**. 1 ed. Elsevier, 2017. p. 261–276. DOI 10.1016/B978-0-08-100957-4.00011-5.

NOREMYLIA, M.B.; HASSAN, M. Z.; ISMAIL, Z. Recent advancement in isolation, processing, characterization and applications of emerging nanocellulose: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, vol. 206, p. 954–976, May 2022. DOI 10.1016/j.ijbiomac.2022.03.064.

OLIVEIRA, M. S. **Desenvolvimento E Caracterização De Telhas Cimentícias Reforçadas Com Tecido De Fibras Vegetais Da Amazônia**.Orientador: João de Almeida Melo Filho. 2017. 118 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2017.

PAULA, P. G. **Formulação e caracterização de compósitos com fibras vegetais e matriz termoplástica**. Orientador: Rubén J. Sánchez Rodríguez. 2011. 102 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes – RJ, 2011.

PEREIRA, A. L. S. *et al.* Improvement of polyvinyl alcohol properties by adding nanocrystalline cellulose isolated from banana pseudostems. **Carbohydrate Polymers**, vol. 112, p. 165–172, Nov. 2014. DOI 10.1016/j.carbpol.2014.05.090.

PEREIRA, A. L. S. **Extração de nanocelulose de fibras vegetais**. Orientadores: Morsyleide de Freitas Rosa e Rodrigo Silveira Vieira. 2010. 54 f. Monografia (Graduação) - Curso de Engenharia Química, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2010.

PRADEEP, H.K. *et al*. Role of nanocellulose in industrial and pharmaceutical sectors - A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, vol. 207, p. 1038–1047, May 2022. DOI 10.1016/j.ijbiomac.2022.03.171.

RODRIGUES, A. C. et al. **Análise Química por Espetroscopia de Raio-X por Dispersão Energia (EDS): Adaptação Aplicada à Raízes de Dendezeiro**. In: SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA EMBRAPA AMAZÔNIA ORIENTAL, 21., 2017, Belém, PA. Anais[...] Belém, PA: Embrapa Amazônia Oriental, 2017.

SANTIAGO, N. M.; REIS, E. A. P. NANOCELULOSE : DO ENTENDIMENTO AS APLICAÇÕES . **Etica**, vol. 17, no. 17, p. 10, 2021.

SANTOS, F. C. **Nanocompósito de acetato de celulose com nanocelulose obtida a partir do bagaço de cana-de- açúcar.** Orientador: Djalma Souza Universidade. 2016. 93 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Engenharia e Ciências dos Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes – RJ, 2016.

SANTOS, R. M. **EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE A PARTIR DE FOLHAS DE ABACAXI**. Orientador: Daniel Pasquini. 2013. 80 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2013.

SEIXAS, M. V. S. **Obtenção De Nanocelulose a Partir De Bagaço De Cana-De-Açúcar E Incorporação Em Eva**. Orientador: Hélio Wiebeck.2019. 132 f. Tese (Doutorado) – Curso de Pós graduaão em Ciências, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019.

SILVA, D. J.; D'ALMEIDA, M. L. O. Nanocristais de celulose Cellulose whiskers. **O Papel ,** vol.70, São Paulo, p. 34–52, Jul. 2009.

SILVA, J.V. **Extração e caracterização de nanocelulose nanocelulose a partir do pseudocaule de bananeira.** Orientadora: Ticiane Sanches Valera. 2018. 63 f. TCC (Graduação) – Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Escola politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

SILVA, T.C.L. *et al.* Atividades antioxidante e antimicrobiana de *Ziziphus joazeiro* mart. (Rhamnaceae) avaliação comparativa entre cascas e folhas. **Journal of Basic and Applied Pharmaceutical Sciences**, vol. 32, no. 2, p. 193–199, 2011.

REECE, J. B. *et al* . **Biologia de CAMPBELL**. 10.ed. porto Alegre: Artmed, 2015.

SKOOG. *et al.* **Fundamentos de Química Analítica**, Tradução da 8ª Edição norte-americana, Editora Thomson, São Paulo - SP, 2006.

SURIP, S. N. *et al* . Nanofibers from oil palm trunk (OPT): Preparation & chemical analysis. 9., Sep. 2012. **2012 IEEE Symposium on Business, Engineering and Industrial Applications** : IEEE, Sep. 2012. vol. 9, p. 809–812. DOI 10.1109/ISBEIA.2012.6423003.

TRILOKESH, C.; UPPULURI, K. B. Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from jackfruit peel. **Scientific Reports**, vol. 9, no. 1, p. 1–8, 2019. DOI 10.1038/s41598-019-53412-x.

VIEIRA, D. **Obtenção e caracterização de nanocelulose a partir de fibras de Chorisia Speciosa St. Hil**.Orientadora: Kelly Cristina Coelho de Carvalho Benini. 2015. 62 f. TCC

(Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

VIEIRA, M. E. M.*et al*. Espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) acoplada ao microscópio eletrônico de varredura (MEV): fundamentos e aplicações em produtos lácteos. **Research, Society and Development**, vol. 10, no. 10, p. e262101018622, 10 Aug. 2021. DOI 10.33448/rsd-v10i10.18622.

VIEIRA, S. R. *et al* . PREPARAÇÃO DE NANOPARTICULAS A PARTIR DA POLPA DE CELULOSE E DA CELULOSE MICROCRISTALINA UTILIZANDO LÍQUIDO IÔNICO. **Blucher Engineering Proceedings** . São Paulo: Editora Blucher, Nov. 2019. p. 949–955. DOI 10.5151/siintec2019-119.