

Resistência mecânica de fios produzidos com microfibrilas de celulose do bagaço de cana-de-açúcar tratadas com enzimas

Flávio Rodrigues Lima¹, Emanuel Bizareli de Moraes¹, Luciana Ferreira Zortea¹, Michel Picanço Oliveira¹, Jordão Cabral Moulin¹

¹ Departamento de Ciências Florestais e da Madeira, Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), Jerônimo Monteiro/ES, Brasil – jordao.moulin@ufes.br

Resumo: A utilização da cana de açúcar tem grande geração de resíduos, conhecido como bagaço da cana-de-açúcar. Neste trabalho, estes resíduos foram tratados quimicamente e com enzimas para produzir microfibrilas de celulose (MFC), para serem usados na produção de fios, o objetivo do trabalho foi analisar a resistência desses fios. O bagaço de cana-de-açúcar passou pelo processo de deslignificação e branqueamento. Em seguida houve o tratamento enzimático para posteriormente ser realizada a produção das MFC em processo mecânico. Os fios foram produzidos com adição de alginato de sódio pelo método de fiação úmida, o solvente para coagulação foi o cloreto de cálcio. Foi realizado o ensaio mecânico dos fios com MFC com e sem tratamento enzimático. A hidrólise enzimática contribuiu para gerar fios com maior resistência mecânica, sendo a tensão de 64,56 MPa, módulo de elasticidade de 504,60 MPa, tenacidade de 10,42 MJ/m³ e deformação de 23%.

Palavras-chave: Resíduo; Nanocelulose; Filamento.

Mechanical resistance of yarns produced with cellulose microfibrils from sugarcane bagasse treated with enzymes

Abstract: The use of sugar cane produces a large amount of waste called bagasse. In this work, these residues were treated chemically and with enzymes to produce cellulose microfibrils (MFC) to be used for the production of threads. The aim of the work was to analyze the resistance of these threads. The sugar cane bagasse underwent the delignification and bleaching process. This was followed by enzymatic treatment in order to later produce the MFC in a mechanical process. The yarns were produced in a wet spinning process with the addition of sodium alginate; the solvent for coagulation was calcium chloride. Mechanical testing of the yarns with MFC was carried out with and without enzymatic treatment. The enzymatic hydrolysis helped to produce yarns with a higher mechanical resistance, with a tension of 64.56 MPa, a modulus of elasticity of 504.60 MPa, a strength of 10.42 MJ/m³ and a deformation of 23%.

Keywords: Cellulose; Filament; Nanocellulose.

1. INTRODUÇÃO

A celulose é o biopolímero mais abundante do planeta com características biodegradáveis, biocompatíveis e renováveis, com um potencial promissor na inovação de produtos (Blanco *et al.*, 2018). A crescente demanda por fontes renováveis, em substituição ao petróleo, visando reduzir o impacto ambiental, a cana-de-açúcar se destaca como um recurso para promover um desenvolvimento sustentável, principalmente, ao reaproveitamento do bagaço da cana-de-açúcar.

Um dos principais interesses nos estudos dos resíduos da cana-de-açúcar gerados pelas indústrias reside na concentração de celulose contida no bagaço. O Brasil é o maior produtor de cana-de-açúcar do mundo, levando a um elevado volume de resíduos dessa planta. Grande parte desses resíduos é utilizada na produção de etanol e açúcar, movimentando anualmente cerca de 12 bilhões de dólares (Instituto De Desenvolvimento Educacional e Industrial do Espírito Santo – IDEIES, 2020). O Espírito Santo desempenha um papel significativo na produção de açúcar, com uma colheita de 138 mil toneladas de cana-de-açúcar em 2019. Vale ressaltar que a cana destinada aos alambiques não foi contabilizada e que o ES é o terceiro maior produtor de cachaça do país (Zandonadi; Fidelis, 2021).

Os resíduos da cana-de-açúcar são geralmente queimados em caldeiras para a geração de energia, o que causa poluição através da fumaça e da fuligem (Bonassa *et al.*, 2015), destacando a importância e a oportunidade de buscar alternativas mais sustentáveis para seu aproveitamento. A celulose proveniente do bagaço da cana-de-açúcar pode ser convertida em microfibrilas de celulose (MFC) e posterior ser usada como reforço ou até na fabricação de novos produtos.

A composição química estrutural da MFC é de celulose, hemiceluloses e lignina, sendo a quantidade dessas materiais variáveis, em função da natureza da biomassa. A lignina acaba atuando como, o que pode influenciar em algumas das aplicações da MFC, tratamentos com enzimas para atuar na lignina podem ser oportunos para a maior exposição da celulose e melhorar as ligações de hidrogênio entre si ou com outros componentes químicos (Andrade *et al.*, 2011).

Desde tempos antigos, as fibras vegetais têm sido utilizadas na fabricação de uma variedade de produtos. A fiação de suspensões celulósicas de nanomateriais apresentam potencial para produção de fios para a confecção de compósitos e estruturas têxteis, assim como a possibilidade de otimizar e aproveitar sua força

inerente (Ghasemi *et al.*, 2017). O objetivo deste estudo foi produzir e analisar a resistência mecânica dos fios de MFC com e sem tratamento enzimático das fibras do bagaço de cana-de-açúcar.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Obtenção dos materiais

O bagaço de cana-de-açúcar foi obtido da Usina Paineiras S.A. localizada em Itapemirim, Espírito Santo, Brasil. Foi seco em estufa pelo período de 48 hrs na temperatura de 50 °C. Em seguida passada por dois tratamentos de deslignificação e um de branqueamento para estar em condições de produzir as MFC.

2.2 Tratamento de deslignificação e branqueamento

O tratamento de deslignificação de branqueamento seguiu o método descrito por Zortea *et al.* (2024). Em um béquer de vidro foram adicionados 50g de bagaço de cana-de-açúcar seco e inserido na proporção de 1:10 (m/v), solução de ácido sulfúrico (H₂SO₄) a 9,6%. Posteriormente levado à autoclave vertical por 10 min a pressão de 1 bar e temperatura de 120 °C. O bagaço de cana-de-açúcar foi lavado em água destilada até atingir pH neutro.

O material obtido após o tratamento de ácido diluído foi transferido a outro béquer e foi adicionado solução de 1% de NaOH em proporção de 1:10 (m/v). O sistema foi levado novamente a autoclave por 10 min a 1 bar em temperatura de 120 °C. O bagaço foi lavado com água destilada até atingir pH neutro. O bagaço de cana-de-açúcar seco após a primeira deslignificação foi submetido à moagem em um moinho de facas e peneirado em uma peneira de mesh 80. Em um béquer foram adicionadas 100g de bagaço e foi adicionada na proporção de 1:10 (m/v) a solução de 4% de NaOH. O sistema foi levado ao banho ultra termostático por 60 min a 70 °C sob agitação constante. O processo de branqueamento foi realizado logo após a segunda deslignificação, foram utilizadas 20g do bagaço de cana-de-açúcar deslignificado, 500 mL de solução de NaOH a 4% e 500 mL de solução de H₂O₂ a 24%. O sistema foi submetido à aquecimento a 50 °C e agitação constante por 60 min. O material branqueado foi lavado com água destilada até que o filtrado se apresente translúcido.

2.3 Tratamento enzimático

Após o pré-tratamento e branqueamento, foram selecionadas enzimas específicas, principalmente celulasas, que são capazes de quebrar as ligações de glicose na cadeia de celulose, e foi misturado com o bagaço-de-cana em condições controladas de temperatura, pH e tempo de reação. A hidrólise enzimática ocorre ao longo do tempo, com as enzimas agindo para quebrar a celulose em cadeias menores de celobiose e glicose.

2.4 Produção da MFC

O bagaço de cana-de-açúcar branqueado foi inserido em água destilada para chegar na concentração de 2% (m/m) e durante 6 dias essa suspensão foi mantida. Em seguida o material foi processado pela fibrilação mecânica utilizando o moinho ultrafino Super MassColloider, com parâmetro de processo de acordo com Martins *et al.* (2021).

2.5 Preparo da mistura de MFC com alginato de sódio

A MFC do bagaço de cana-de-açúcar foi ajustada a concentração para 4,5% (m/m), e posteriormente foi misturado com alginato de sódio (4% m/m) em agitador mecânico pelo período de 1 hora e 2000 rpm até consistência homogênea.

2.6 Produção dos fios

Os fios foram produzidos em duas configurações, a primeira usando a MFC sem tratamento enzimático e a segunda com a MFC com tratamento enzimático. Para a realização do processo de fiação, foi utilizado equipamento para processo de fiação úmida, que consiste em um tubo de 3 m de comprimento para deposição dos fios em meio ao cloreto de cálcio em corrente contínua. A injeção do fio foi feita por meio de um motor acionado por um inversor de frequência com controle de velocidade e sentido de rotação. Após a injeção dos materiais ocorre a coagulação do fio quando

entra contato com o cloreto de cálcio. Em seguida os fios foram retirados e conduzidos para secagem em estufa a 60°C durante o período de 4 horas.

2.7 Largura dos filamentos

As larguras dos foram medidas utilizando microscópio óptico com aproximação de 50x. Foram analisadas a medida do centro e das duas extremidades do fio com comprimento de 30 cm, sendo obtidos valores referentes a espessura e largura do fio. Os mesmos fios medidos foram usados no ensaio mecânico, as dimensões foram usadas para o cálculo da resistência mecânica, uma vez que a área da seção transversal foi assumida ser circular.

2.8 Ensaio mecânico

As propriedades mecânicas dos fios foram caracterizadas conforme a norma Standard Test Method (ASTM) D 2256 – 02 (2015), por meio do testador de tração aplicando uma célula de carga de 5 N na taxa de 0,3 N/min. O comprimento dos filamentos utilizados foi de 30 cm e utilizaram-se 12 fios de cada configuração, a seção tracionada foi de 30 mm.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

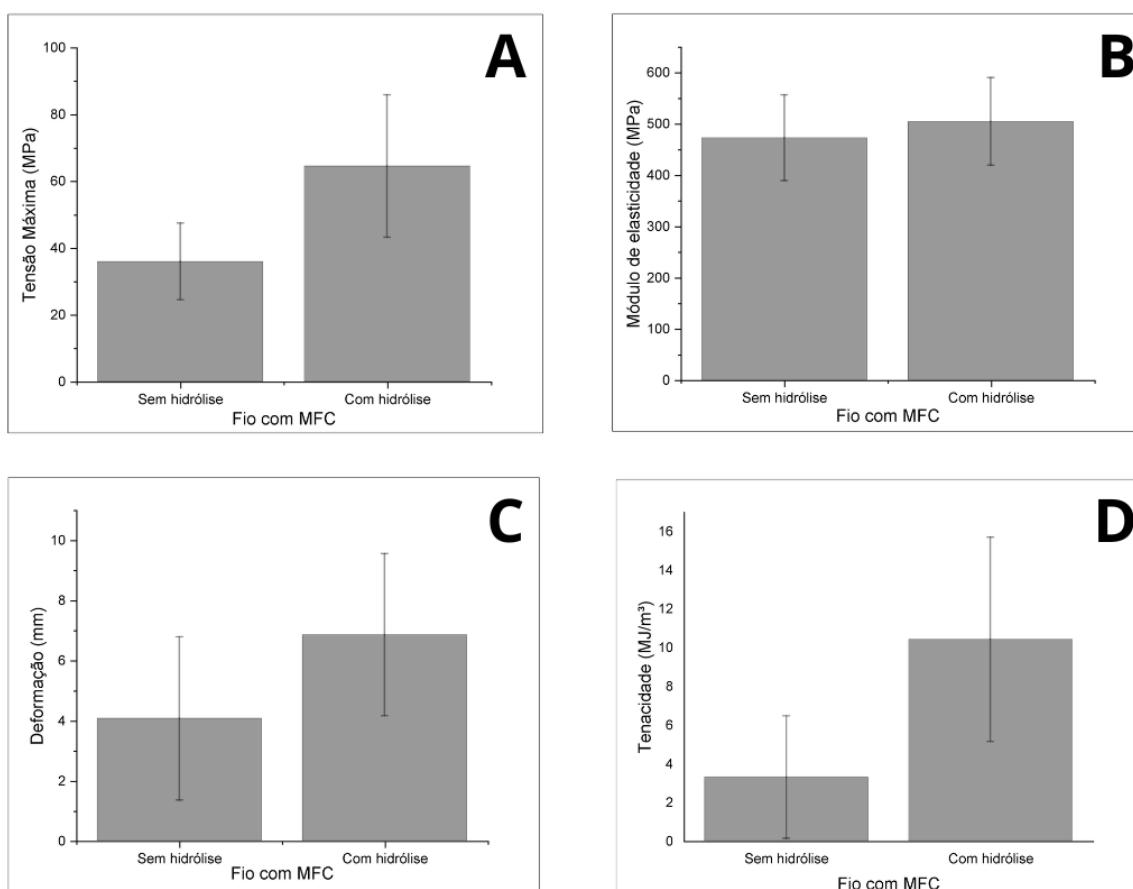
3.1 Propriedades mecânicas dos filamentos

Os resultados das propriedades mecânicas dos fios são apresentados na Figura 1, com valores de resistência mecânica, módulo de elasticidade, deformação e tenacidade. Os fios de MFC com tratamento enzimático apresentaram maior tensão, este tratamento contribui com a redução das regiões enfraquecidas da celulose, sendo as regiões amorfas (Ling *et al.* 2017) e também, contribui com melhorias na exposição da celulose ocasionado pelo aumento da área superficial devido quebras de ligações entre celulose (Budenkova *et al.*, 2021) e isto pode aumentar as ligações entre MFC e com alginato de sódio.

A tensão máxima média do fio de MFC com hidrólise enzimática foi de 64,56 MPa, em outros trabalhos com produção de filamentos, como em fios bicomponentes compostos por NFC e goma guar por meio de fiação úmida contínua, Lundahl *et al.* (2018) encontraram resultados de tensão de 70 MPa e Menini (2022) apresentou

resultados de fios de MFC com goma xantana e goma guar variando de 6,62 a 28,69 MPa, respectivamente.

Figura 2. Propriedades mecânicas dos fios de MFC com e sem tratamento enzimático, Tensão máxima (A); B: módulo de elasticidade (B), deformação (C) e tenacidade (D).



Fonte: Autor.

Ao comparar os módulos de elasticidade dos dois tipos de filamentos, destaca-se o filamento de bagaço-de-cana com hidrólise, atingindo 504,90 MPa. Segundo Lopes (2011), quanto maior esse módulo, menor será a deformação elástica resultante da aplicação de uma determinada tensão, ou seja, apresenta maior rigidez. Syukri *et al.* (2021) desenvolveram pesquisas com suturas de filamentos de náilon e obtiveram módulo de elasticidade de 24,20 MPa. Nesse estudo os resultados de

deformação os filamentos variaram de 14 a 104%. Sendo que a deformação dos fios consiste no alongamento em milímetros em que o corpo de prova está sofrendo durante a análise (LIU *et al.*, 2021).

Os resultados de tenacidade nesse estudo foram de 3,3 MJ/m³ para os fios sem hidrólise e 10,4 MJ/m³ para os fios com hidrólise. Outro estudo envolvendo filamentos em diferentes concentrações de microfibrilas de celulose e nanocristais de celulose com alginato de Mulin (2024) variaram de 7 a 100 MJ/m³.

4. CONCLUSÃO

Os maiores resultados de resistência mecânica dos fios foram aqueles que a MFC passou por hidrólise enzimática, mostrando que esse pré-tratamento em fibras de celulose a partir do bagaço de cana-de-açúcar promove uma eficiência na utilização de recursos naturais e impulsiona a inovação no desenvolvimento de materiais com melhores propriedades mecânicas.

5. REFERÊNCIAS

ANDRADE, T.C.C.; BITENCOURT, W.C.; SILVA, F.V. *et al.* Hidrólise enzimática de celulose para obtenção de glicose utilizando líquido iônico como meio solvente. **Revista Virtual de Química**, v. 11, n. 1, p. 310-325, 2019.

ASTM COMMITTEE. Standard Test Method for Tensile Properties of Yarns by the Single-Strand Method. **ASTM Designation: D2256-02**, ASTM Standard on Textile Materials, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, USA, 2004.

BLANCO, Angeles; MONTE, Concepcion; CAMPANO, Cristina. *et al.* Nanocellulose for industrial use: cellulose nanofibers (CNF), cellulose nanocrystals (CNC), and bacterial cellulose (BC). **Handbook of nanomaterials for industrial applications**. Elsevier, 2018. p. 74-126.

BONASSA, G., SCHNEIDER, L. T., FRIGO, K. D. A. *et al.* Subprodutos Gerados na Produção de Bioetanol: Bagaço, Torta de Filtro, água de Lavagem e Palhagem. **Revista Brasileira de Energias Renováveis**, v.4, p. 144- 166, 2015.

BUDENKOVA, E.; SUKHIKH, S.; IVANOVA, S. *et al.* Improvement of Enzymatic Saccharification of Cellulose-Containing Raw Materials Using *Aspergillus niger*.

GHASEMI, S., TAJVIDI, M., BOUSFIELD, D. W. *et al.* Dry-spun neat cellulose nanofibril filaments: Influence of drying temperature and nanofibril structure on filament properties. **Polymers**, v. 9, n. 9, p. 1–13, 2017.

INSTITUTO DE DESENVOLVIMENTO EDUCACIONAL E INDUSTRIAL DO ESPÍRITO SANTO. **Análise de competitividade do setor de Açúcar do Estado do Espírito Santo, 2020.** Disponível em: https://sedes.es.gov.br/Media/Sedes/Compete/Análise_Compete_Açúcar_2020-1.pdf

LING, Z.; CHEN, S.; ZHANG, X. *et al.* Exploring crystalline-structural variations of cellulose during alkaline pretreatment for enhanced enzymatic hydrolysis. *Bioresource Technology*, v. 224, p. 611-617, 2017.

MARTINS, C. C. N.; DIAS, M. C.; MENDONÇA, M. C. *et al.* Optimizing cellulose microfibrillation with NaOH pretreatments for unbleached Eucalyptus pulp. *Cellulose*. v. 28, p. 11519-11531, 2021.

MENINI, Poliana Dariva. **Desenvolvimento de filamentos de celulose microfibrilada com gomas.** 2022. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Espírito Santo, Alegre, ES.

MULIN, Lucas Braga. **Desenvolvimento de fios de microfibrilas de celulose em matriz de alginato para confecção de placas balísticas.** 2024. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Ciências florestais) – Universidade Federal do Espírito Santo, Alegre, ES

ZANDONADI, F., FIDELIS, L. Espírito Santo é o terceiro Estado do país com mais produtores de cachaça. **Conexão Safra**, 2021. Disponível em: <https://conexaosafra.com/anuario-2020/espírito-santo-o-terceiro-estado-pais-com-mais-produtores-cachaca/>

ZORTEA, L. F.; PINHEIRO, I. R.; MULIN, L. M. *et al.* Improved non-woven surgical masks with nanostructured cellulosic reinforcement from sugarcane bagasse waste. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 30, p. 580-588, 2024.