

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO  
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E ENGENHARIAS  
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS FLORESTAIS E DA MADEIRA

FERNANDO DA SILVA ALVES

EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE MICROFIBRILA DE  
CELULOSE NA QUALIDADE DOS FIOS BICOMPONENTES

JERÔNIMO MONTEIRO  
ESPÍRITO SANTO  
2023

FERNANDO DA SILVA ALVES

EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE MICROFIBRILA DE  
CELULOSE NA QUALIDADE DOS FIOS BICOMPONENTES

“Monografia apresentada ao Departamento de Ciências Florestais e da Madeira da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do título de Engenheiro Industrial Madeireiro”.

JERÔNIMO MONTEIRO

ESPÍRITO SANTO

2023

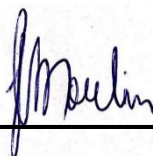
FERNANDO DA SILVA ALVES

EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE MICROFIBRILA DE CELULOSE NA  
QUALIDADE DOS FIOS BICOMPONENTES

Monografia apresentada ao Departamento de Ciências Florestais e da Madeira da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do título de Engenheiro Industrial Madeireiro

Aprovada em 03 de fevereiro de 2023.

COMISSÃO EXAMINADORA



---

**Prof. Dr. Jordão Cabral Moulin**  
Universidade Federal do Espírito Santo  
Orientador



---

**Prof. Dr. Michel Picanço de Oliveira**  
Universidade Federal do Espírito Santo

---

**Dr. Danilo Wisky Silva**  
P&D Klabin S.A.

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus por todas as graças concedidas em minha vida, e por sempre estar ao meu lado nos piores momentos. Sem Deus nenhum sonho seria possível de ser realizado, e em ti encontrei forças e esperança.

A minha mãe Neuri Rita Silva Alves e ao meu pai Evandro Cesar Alves, por todo amor, apoio, dedicação e esforços para que esse sonho fosse realizado. Obrigado por todos os conselhos e ensinamentos, obrigado por acreditarem como eu nesse sonho. Amo vocês meus pais. Estendo os agradecimentos a Maria Aparecida Leite Rodrigues por todos os ensinamentos e cuidados.

Agradeço também ao professor e orientador, Jordão Cabral Moulin pela amizade, paciência e dedicação para transmitir todo o seu conhecimento e experiência na realização deste trabalho, entre outros realizados também. Estendo esses agradecimentos ao professor Michel Picanço de Oliveira pela grande amizade, por toda dedicação e conhecimentos transmitidos durante toda a minha graduação.

Aos professores da UFES Campus de Jerônimo Monteiro, em especial João Gabriel Missia da Silva, Pedro Gutemberg de Alcântara Segundinho, Humberto Fantuzzi Neto e Djeison Cesar Batista.

Agradeço aos meus amigos que contribuíram de alguma forma durante a minha graduação em especial Mateus Henrique Rodrigues, Pedro Ygor Correia da Silva e Silva e Douglas de Oliveira Reboledo Filho, sou eternamente grato por essa amizade. Aos meus amigos da republica CMJ, pelo apoio e contribuição.

Aos colegas de graduação pela amizade, e convivência durante esse período, em especial aos meus amigos Miquéias de Souza Reis e Lucas Braga Mulin, obrigado por tudo.

Por fim, agradeço a Universidade Federal do Espírito Santo pela oportunidade de realizar e concluir o curso de Engenharia Industrial Madeireira e dessa maneira encerro mais um ciclo com muito aprendizado, gratidão e orgulho da caminhada que trilhei. Sucesso para todos nós.

“O importante não é vencer todos os dias, mas lutar sempre” (MARTINS)

## RESUMO

A produção de filamentos a base de recursos renováveis, eficientes, inovadores e ecológicos são de grande interesse do setor industrial, com esses precursores se destacam as microfibrilas de celulose (MFC) que possuem características interessantes para o desenvolvimento de novos produtos e ao mesmo tempo desafiador em função das suas dimensões. Dessa forma, o objetivo do trabalho foi encontrar as diferenças entre as qualidades de fios bicomponentes produzidos com MFC em diferentes graus de fibrilação e concentração. Os fios bicomponentes foram produzidos utilizando agulha coaxial por meio do método *dry-wet-spinning*, a camada externa composta por goma guar (3% m/v) e MFC branqueadas em dois diferentes graus de refinação, denominadas de A (90% de refino) e B (100% de refino) na camada interna, nas concentrações de 4,5%, 3,5% e 2,5% m/v. Os fios foram caracterizados pelas análises de densidade real, resistência à tração, absorção de água, termogravimetria (TG) e de microscopia eletrônica de varredura (MEV). A MFC B apresentou o menor diâmetro médio e conseqüentemente os fios produzidos com essa MFC, a maior resistência mecânica. O fio MFC B 4,5% obteve a maior resistência mecânica ( $51,71 \pm 8,58$  Mpa), fato explicado pela maior concentração de MFC, que apresentaram menores dimensões e conseqüentemente maior área superficial que contribui para mais ligações químicas. A goma guar apresentou característica de ser mais hidrofílica que a celulose, logo, no fio com maior concentração de MFC houve menor absorção de água, além de contribuir com a maior resistência térmica e maior resistência mecânica.

**Palavras-chaves:** Celulose. Fios de microfibrilas. Dry-wet-spinning.



## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	6
1.1	O problema e sua importância.....	7
1.2	Objetivos.....	7
1.2.1	Objetivo geral.....	7
1.2.2	Objetivos específicos.....	7
2	REVISÃO BILIOGRÁFICA.....	8
2.1	Fibras lenhosas.....	8
2.2	Celulose.....	8
2.3	Microfibrilas e nanofibrilas de celulose.....	9
2.4	Fios de microfibrilas de celulose.....	10
3	MATERIAL E MÉTODOS.....	11
3.1	Materiais.....	11
3.2	Dimensões das microfibrilas de celulose.....	12
3.3	Produção dos filamentos.....	12
3.4	Fio bicomponente.....	12
3.5	Largura dos fios.....	13
3.6	Densidade real dos fios.....	13
3.7	Propriedade mecânica dos fios.....	14
3.8	Absorção de água.....	14
3.8.1	Termogravimetria.....	14
3.8.2	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	15
3.8.3	Análise estatística.....	15
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	15
4.1	Diâmetro das microfibrilas de celulose.....	15
4.2	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	16
4.3	Características dos fios.....	19
4.4	Termogravimetria.....	21
5	CONCLUSÃO.....	23
6	REFERÊNCIAS.....	24

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Dimensão dos fios (largura e espessura), densidade real, absorção de água e resistência à tração dos dois tipos filamentos bicomponentes nas três concentrações.....	20
---	----



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura da celulose com as ligações glicosídicas interconectadas $\beta$ - (1 $\rightarrow$ 4) .....	9
Figura 2 - Largura das duas diferentes MFC. A: Distribuição das larguras das MFC A; B: Imagem das MFC A; D: Distribuição das larguras das MFC B; E: Imagem das MFC B.....	16
Figura 3 - Fio da MFC A em concentração de 2,5%. a: seção transversal do fio; b: aproximação da seção transversal para mostrar os feixes de fibrilas no centro do fio.....	17
Figura 4 -. Microestrutura dos filamentos nas diferentes concentrações da MFC A. a, b, c: concentração de 2,5% de MFC; d, e, f: concentração de 3,5% de MFC; g, h, i: concentração de 4,5% de MFC. c, f, e: aproximação de 1000 $\times$ , restando com aproximação de 100 $\times$ .....	18
Figura 5 - . Microestrutura dos filamentos nas diferentes concentrações da MFC B. a, b, c: concentração de 2,5% de MFC; d, e, f: concentração de 3,5% de MFC; g, h, i: concentração de 4,5% de MFC. c, f, e: aproximação de 1000 $\times$ , restando com aproximação de 100 $\times$ .....	19
Figura 6 - Curvas de TGA dos filamentos bicomponetes em diferentes concentrações de MFC.....	21
Figura 7 -. Resistência mecânica dos fios nas diferentes concentrações de tipos de MFC.....	22

# 1 INTRODUÇÃO

A preocupação com a sustentabilidade tem crescido cada vez mais e com isso têm-se intensificado a busca por novas tecnologias e produtos que sejam derivados de fontes renováveis (DEMUNER et al., 2020). Os estudos relacionados às diferentes aplicações da celulose têm ganhado destaque em pesquisas e no setor industrial, com ênfase na aplicação em substituição dos materiais de fontes não renováveis.

A celulose ganha grande destaque no setor industrial, por ser o polímero mais abundante na natureza (KAFY et al., 2017), encontrada em diferentes formas de vida, como bactérias e algas (ZANINI, 2016), também sendo um dos principais constituintes das paredes celulares das plantas, juntamente com a lignina, hemiceluloses e pectina. A fonte natural e renovável de celulose mais explorada comercialmente é a madeira, devido sua grande disponibilidade e uso para atender as fábricas de papel e celulose (LIMA et al., 2015).

Nas fibras da madeira a celulose é encontrada compondo a parede celular, sendo que na camada S2 da parede secundária tem a maior espessura de parede e caracteriza-se por possuir maior quantidade de estruturas microfibrilares com orientação mais próxima do eixo da fibra (CHINGA-CARRASCO, 2011; NUNES, 2014). As ligações intramoleculares são as responsáveis por gerar rigidez da cadeia de celulose (RABIDEAU; AGARWAL; ISMAIL, 2013). As ligações intermoleculares, por sua vez, formam estruturas microscópica conhecidas como microfibrilas.

Os feixes de fibrilas que são encontradas na parede celular são compostas de macrofibrilas de celulose, que por sua vez, são constituídas de microfibrilas (KRAMER, 2019). Com isso, da parede celular das fibras celulósicas é possível obter materiais que são divididos nas categorias: (i) nanocristais de celulose (CNC) e (ii) nanofibrilas de celulose (NFC) e microfibrilas de celulose (MFC) (KRAMER, 2019).

As paredes celulares das fibras de celulose apresentam uma espessura de aproximadamente 4  $\mu\text{m}$ , e as microfibrilas possuem diâmetros de 15 nm (CLARO, 2017). A diferença entre microfibrilas e as nanofibrilas de celulose está nas dimensões das suas estruturas, sendo que as nanofibrilas é um termo

tecnológico para descrever estruturas secundárias com o diâmetro inferior a 100 nm (CHINGA-CARRASCO, 2011). As MFC são arranjos de cadeias de celulose em que as dimensões estão acima de 100 nm (TAIPINA, 2012) e já vem sendo utilizadas em alguns setores industriais, tais como: fármacos, cosméticos, eletrônicos, tintas, filmes, embalagens, fibrocimento e biomedicina (ARANTES et al., 2017).

As MFC possuem características de alta resistência mecânica, e área superficial elevada (AZOUZ, 2012; UIEDA, 2014). Devido essas características, são aplicadas em compósitos, materiais antibacterianos e embalagens de alimentos (MISHRA et al., 2019; Yi et al., 2020). Estudos estão sendo realizados na produção de fios contendo microfibrilas de celulose, a exemplos de alguns autores como Ghasemi et al., (2018) e Lundahl et al., (2018).

### **1.1 O problema e sua importância**

Apesar da utilização da MFC em diversos setores, ainda existe ampla possibilidade de novas aplicações desses materiais principalmente para substituir produtos de fontes não renováveis, podendo citar os fios, nesse sentido, muitas variáveis ainda precisam ser exploradas para melhor compreender as características desse produto, como as características de MFC e a influência das suas concentrações.

### **1.2 Objetivos**

#### **1.2.1 Objetivo geral**

A pesquisa possui o objetivo de encontrar as diferenças entre as qualidades de fios bicomponentes produzidos com diferentes características de MFC.

#### **1.2.2 Objetivos específicos**

- Efeito do diâmetro da MFC nas características dos fios bicomponentes produzidos com goma guar;

- Influência das concentrações de MFC na qualidade dos fios bicomponentes.

## **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 Fibras lenhosas**

As fibras fazem parte da constituição anatômica da madeira, responsável pela sustentação mecânica das árvores (RIBEIRO; MORI; MENDES, 2011). As fibras compreendem cerca de 20 – 80% do lenho nas espécies lenhosas (BRAGATTO, 2007).

Segundo Miranda e Castelo (2012), as dimensões das fibras lenhosas variam em média de 0,8 a 1,5 mm no comprimento, de 20 a 50  $\mu\text{m}$  de largura e de 3 a 5  $\mu\text{m}$  na espessura da parede celular. Em sua constituição, as fibras possuem microfibrilas de celulose, uma matriz de lignina e hemiceluloses (BRAGATTO, 2007). A fibra de celulose é composta pela parede primária que possui uma fina espessura e uma rede de microfibrilas de celulose sem orientação, e a parede secundária com as camadas S1, S2 e S3, sendo a maior quantidade de microfibrilas de celulose encontrada na camada S2 da parede secundária (SILVA et al., 2009)

A utilização das fibras vegetais para o desenvolvimento de biocompósitos vem recebendo destaque em diversas áreas, devido a facilidade de obtenção, ao seu grande potencial de biodegradação e a sua abundância (MOHAMMED et al., 2015; CONTIERI, 2021).

### **2.2 Celulose**

A celulose ( $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$ )<sub>n</sub> é o polímero mais abundante na natureza, por ser encontrada em diferentes formas de vida, como as bactérias e algas (ZANINI, 2016), sendo um dos principais constituintes das paredes celulares das plantas, em menores quantidades a lignina, hemicelulose e pectina (BARBOSA, 2011).

A celulose é um carboidrato polissacarídeo formado por monômeros de glicose, (LAVORATTI, 2015; COELHO; FELIPPE; SABLÓN, 2021), que fazem ligações glicosídicas interconectadas do tipo  $\beta$ -(1 $\rightarrow$ 4) (PANIAGUA, 2021), conforme apresentado na Figura 1. As cadeias de celulose são lineares, possuindo regiões ordenadas que são caracterizadas cristalinas e regiões menos ordenadas que são caracterizadas amorfas que fazem interação por ligações de hidrogênio, formando as fibras celulósicas (BARBOSA, 2011).

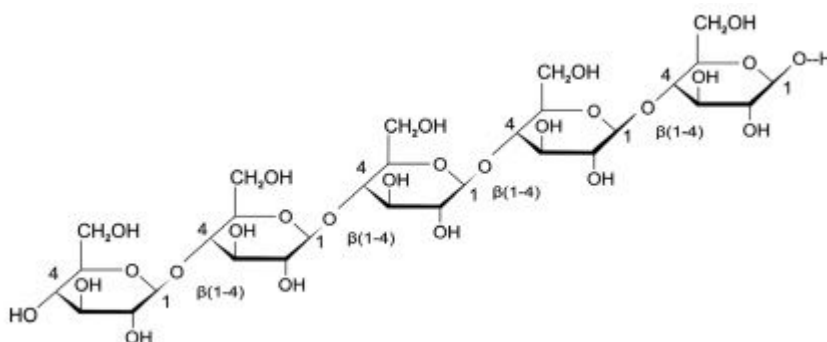


Figura 1 – Estrutura da celulose com as ligações glicosídicas interconectadas  $\beta$ -(1 $\rightarrow$ 4).

Fonte: Souza et al., (2021).

A celulose apresenta várias aplicações devido a sua abundância, biodegradabilidade e baixo custo. Além do uso nas indústrias de papel e celulose, elas estão na formulação de vários outros produtos, como os hidrogéis, microcápsulas, filmes e reforço em compósitos na forma de fibras (SOUZA; CARVALHO; VALADARES, 2015).

### 2.3 Microfibrilas e nanofibrilas de celulose

As microfibrilas de celulose são materiais naturais e renováveis (HENTZE, 2010; SILVA et al., 2020). Os métodos mais utilizados para a obtenção são por hidrólise ácida, hidrólise enzimática (TAIPINA, 2012) e através da fibrilação mecânica, com a redução das dimensões das fibras de celulose, gerando um aumento no grau de fibrilação e na capacidade de interação entre as fibras (POTULSKI, 2012). Segundo Arantes et al. (2017) a desfibrilação mecânica é um processo físico onde as fibras de celulose passam

por um moinho que reduz suas dimensões por atrito e não requer produtos químicos no isolamento.

A obtenção da microfibrila exige tratamentos mecânicos intensivos, como a utilização de moedores, refinadores e homogeneizadores à alta pressão (TAIPINA, 2012). As nanofibrilas são materiais que pelo menos uma de suas dimensões (comprimento ou largura) é inferior a 100 nm (MISHRA; SABU; TIWARI, 2018). As microfibrilas são arranjos de cadeias de celulose em que as dimensões estão acima de 100 nm (TAIPINA, 2012).

Os usos de nanoestruturas dos materiais lignocelulósicas, apresentam benefícios ecológicos e ambientais, por apresentarem excelentes propriedades mecânicas e vantagens econômicas (EL NASCHIE, 2006; MAGALHÃES et al., 2017). Segundo Orelma et al. (2018), o material lignocelulósico é uma matéria-prima flexível devido à sua fácil processabilidade física e química, permitindo a fabricação de uma ampla gama de aplicações, como estruturas poliméricas regeneradas, filmes baseados em nanofibrilas de celulose (NFC), papéis, placas e materiais de madeira.

Micro/nanofibrilas de celulose (MFC) possuem propriedades mecânicas com alta resistência a tração e elevada rigidez, o que torna atrativo o desenvolvimento de novos materiais e ao mesmo tempo desafiador em função das suas dimensões. Ainda cabe ressaltar que as MFC são anisotrópicas podendo variar mais de 85% em relação algumas de suas propriedades mecânicas em direções longitudinais e transversais (KAFY et al., 2017). As MFC possuem grande área superficial, com isso possuem várias atribuições para aplicações de alta tecnologia, incluindo filmes sólidos, aerogéis e filamentos (KLEMM et al. 2011; ORELMA et al., 2018).

## **2.4 Fios de microfibrilas de celulose**

Com o objetivo de prospectar novos mercados e conseguir aproveitar as propriedades intrínsecas das MFC, pesquisas estão buscando utilizar estes materiais para produzir fibras longas de celulose com alta resistência e rigidez, de baixo peso e alta área superficial, pois com essas propriedades um vasto campo de aplicações se abre (KAFY et al., 2017; LUNDAHL et al., 2017). Contudo os estudos ainda estão em fases preliminares, e os melhores

resultados foram encontrados utilizando as microfibrilas fabricadas utilizando o reagente TEMPO (KAFY et al., 2017; YAO et al., 2017; KIM et al., 2019).

A produção de fibras por fiação é um processo utilizado comercialmente para produzir fibras sintéticas (CLARKSON; YOUNGBLOOD, 2018) e naturais (PEREIRA, 2009). O processo *dry-spinning* é um método de fiação a seco para produção de fibras poliméricas, onde se utiliza um dispositivo de fiação para que a solução de polímero seja alimentada por um fluxo de ar aquecido com uma taxa constante e controlável através de bicos de jato em duto de fiação (WIELAND et al., 2019). Às fibras fiadas através do dispositivo são secas pelo fluxo de ar aquecido e pela evaporação do solvente contidos nas fibras, levando a solidificação e afinamento das fibras (WIELAND et al., 2019).

O *wet-spinning* é um processo de fiação úmida, onde a solução de polímero é extrudada a passar pelo dispositivo de fiação em um banho de solvente miscível e a solidificação ocorre por difusão do solvente da fibra no solvente do banho (CLARKSON; YOUNGBLOOD, 2018). Segundo Ota et al., (2021) a formação da fibra ocorre principalmente no bico e no banho de coagulação.

O processo *dry-wet-spinning* é basicamente um método que consiste na injeção da solução de polímero fora do coagulante, mas em seguida entram em contato com o solvente, sofrendo o processo de coagulação (LUNDAHL et al., 2016).

A produção de fios bicomponentes é a combinação de dois polímeros quimicamente ou fisicamente diferentes em um mesmo filamento (GLAUß et al., 2013). As características dos fios formados dependem da natureza e das propriedades dos materiais que foram utilizados em sua composição, da disposição, proporção utilizada e espessura dos filamentos (LIU; JIAO; WANG, 2012; SOUSSI et al., 2020).

A produção de fios a base de recursos renováveis, eficientes, inovadores e ecológicos são de grande interesse da indústria têxtil (SOUSSI et al., 2020), de embalagens, fármacos, cosméticos, eletrônicos, tintas, filmes, fibrocimento e biomedicina (ARANTES et al., 2017).

### **3 MATERIAL E MÉTODOS**

### **3.1 Materiais**

Os materiais para as produções dos fios foram goma guar (Synth) em concentração de 3% (m/v) e duas microfibrilas de celulose Kraft de *Eucalyptus* spp. branqueadas (A com 90% de refino e B com 100%), provenientes de processamento mecânico e doadas por uma indústria de celulose e papel, foram utilizadas nas concentrações de 4,5%, 3,5% e 2,5% (m/v).

### **3.2 Dimensões das microfibrilas de celulose**

As diferenças entre as duas microfibrilas de celulose denominadas como A e B são as suas dimensões (informação fornecida pela indústria), essas características foram analisadas. Na confecção das lâminas foram feitas suspensões em concentração de 0,001%, estas foram posicionadas sobre uma fita carbono de dupla face aderida a um porta amostras de alumínio (stubs), por meio de gotejamento. Estas foram deixadas durante a noite em recipiente com sílica gel para secagem, sendo posteriormente metalizados com ouro em aparelho de pulverização (Balzers SCD 050). As observações foram realizadas utilizando microscópio eletrônico de varredura FEG de ultra alta resolução (UHR) (Tescan-Clara, Czech Republic), nas condições de 10 KeV, 90 pA, com distância de trabalho de 10 mm. A medição dos diâmetros das MFC, foram realizadas com 100 medições por tipo de MFC utilizada com o software ImageJ.

### **3.3 Produção dos filamentos**

Os filamentos produzidos foram do tipo bicomponente e em 6 diferentes configurações, devido aos dois tipos de MFC (A e B) e às suas 3 concentrações (4,5%, 3,5% e 2,5% (m/v)) utilizadas.

O processo *dry-wet-spinning* foi usado para a produção dos filamentos, onde as microfibrilas de celulose e goma guar foram injetadas a uma velocidade de 0,5 ml/s em meio ao solvente álcool PA, com velocidade de 0,54 ml/s, o tempo de coagulação dos filamentos foi de 2 min, após este período os



fios foram dispostos em mesa de acrílico para a secagem por *casting* durante 24 horas.

### **3.4 Fio bicomponente**

A formação do fio bicomponente ocorreu por meio da utilização de uma agulha coaxial com o comprimento de 10,5 cm, tendo como diâmetro a ser preenchido pela MFC na camada interna de 1,06 mm e espessura da agulha de 0,08 mm (diâmetro da agulha interna com a espessura da parede foi 1,22 mm). A camada externa foi preenchida por goma guar, com diâmetro de 1,90 mm, com a espessura da parede da agulha o diâmetro será de 1,94 mm. Desse modo, a camada externa corresponde a 65,35% da área total do filamento e a camada interna a 34,65%.

### **3.5 Largura dos fios**

As larguras dos fios foram medidas por um microscópio óptico da marca Zeiss, modelo Axio Scope A1, com aproximação de 500x. Nessa análise foram utilizados 10 fios de cada configuração de MFC, com três medidas ao longo do comprimento do fio, sendo que para cada posição foram analisados os valores referentes a espessura e largura.

### **3.6 Densidade real dos fios**

A densidade real foi obtida pela Equação 1, utilizando filamentos que foram transformados em partículas com dimensões de aproximadamente 1 mm. Para a realização dos procedimentos, foi necessário que os filamentos particulados fossem secos em estufa com temperatura média de 60°C durante 24 horas. Posteriormente a etapa de secagem, e com auxílio de uma balança analítica de precisão (0,001 g), foram pesados 0,2 g de fios ( $M_a$ ), o picnômetro estando seco e vazio ( $M_1$ ) e o picnômetro com éter de petróleo ( $M_2$ ). Adicionando partículas (fios cortados) dentro picnômetro juntamente com o éter de petróleo, pesou-se todo o conjunto ( $M_3$ ). Foram realizadas três repetições para cada configuração de filamento.

$$\rho_{real} = \frac{M_a}{((M_2 + M_1 + M_a) - (M_1 + M_3))} \times \rho_{E.P} \quad \text{Eq. (1)}$$

Onde:  $\rho_{real}$  representa a densidade real do filamento ( $\text{g/cm}^3$ ),  $M_a$  representa a massa do filamento em (g),  $M_1$  representa a massa do picnômetro vazio e seco (g),  $M_2$  representa a massa do picnômetro contendo o éter de petróleo (g),  $M_3$  representa a massa do picnômetro contendo os fios e o éter de petróleo (g) e  $\rho_{E.P}$  representa a densidade do éter de petróleo, sendo utilizado  $0,625 \text{ g/cm}^3$ .

### 3.7 Propriedade mecânica dos fios

A norma Standard Test Method (ASTM) D 2256-02 (2015) foi utilizada para a determinação das propriedades mecânicas dos filamentos, por meio de um testador (Modelo AME – 2kN) de tração contendo uma célula de carga de 5 N, aplicando uma carga de 0,3 N/min. Foram analisados 10 fios com comprimentos tracionados em 30 mm.

### 3.8 Absorção de água

Para determinar a absorção de água foi utilizado o método *tea-bag* (ZOHURIAAN-MEHR et al., 2006), onde as amostras dos filamentos com massa de 0,2g foram colocadas em saquinhos de gaze acrílica/poliéster com malhas finas e foram mergulhados em água ou solução salina em excesso por uma hora até estarem totalmente saturados. Logo, foram retirados da solução e ficaram em suspensão por 10 min para remoção do excesso (LUNDAHL et al., 2018). Por fim, foram pesados e a capacidade de expansão é determinado pela Equação 2.

$$A_b = \frac{W_1 - W_0}{W_0} \quad \text{Eq. (2)}$$

Onde:  $A_b$  representa a absorção de água,  $W_1$  é a massa do material úmido e  $W_0$  a massa do material seco.

### **3.8.1 Termogravimetria**

Para análise dos filamentos foram utilizadas as técnicas de termogravimétricas – TG e DTG. As leituras foram realizadas pelo Analisador Termogravimétrico LabSvs com as temperaturas variando de 23°C a 700°C com taxa de aquecimento de 10°C/min sob atmosfera inerte ( $N_2$ ). A partir da curva de TG será obtido a temperatura crítica da perda de massa (Tonset).

### **3.8.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

Para análise da microestrutura, as superfícies dos filamentos foram recobertas com ouro e as imagens com microscopia eletrônica de varredura foram realizadas no Departamento de Ciências Florestais e da Madeira do CCAE, em um MEV JEOL JSM-IT200.

### **3.8.3 Análise estatística**

Os resultados de densidade real, absorção de água e resistência mecânica, foram avaliados em delineamento inteiramente casualizado, e submetidos a análise de variância e teste de Tukey, ambos, a 5% de significância.

## **4 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

### **4.1 Diâmetro das microfibrilas de celulose**

As distribuições dos diâmetros das duas MFC podem ser visualizadas na Figura 2. As dimensões das MFC influenciam na qualidade do filamento a ser produzido (LUNDAHL et al., 2016), os filmes produzidos com MFC em menores dimensões apresentaram maior resistência mecânica, explicado pela maior área superficial e conseqüentemente maiores ligações de hidrogênio entre a

celulose (JACOB et al., 2022). Diferentes larguras foram encontradas para as duas MFC do presente trabalho, a média do diâmetro da MFC B foi inferior ao da MFC A, em que a maior quantidade das MFC apresentou variação de diâmetro de 40 a 100 nm, já a MFC A apresentou grande quantidade de MFC com diâmetro acima de 100 nm. Com isso, espera-se que os fios com MFC B apresentem maior resistência mecânica.

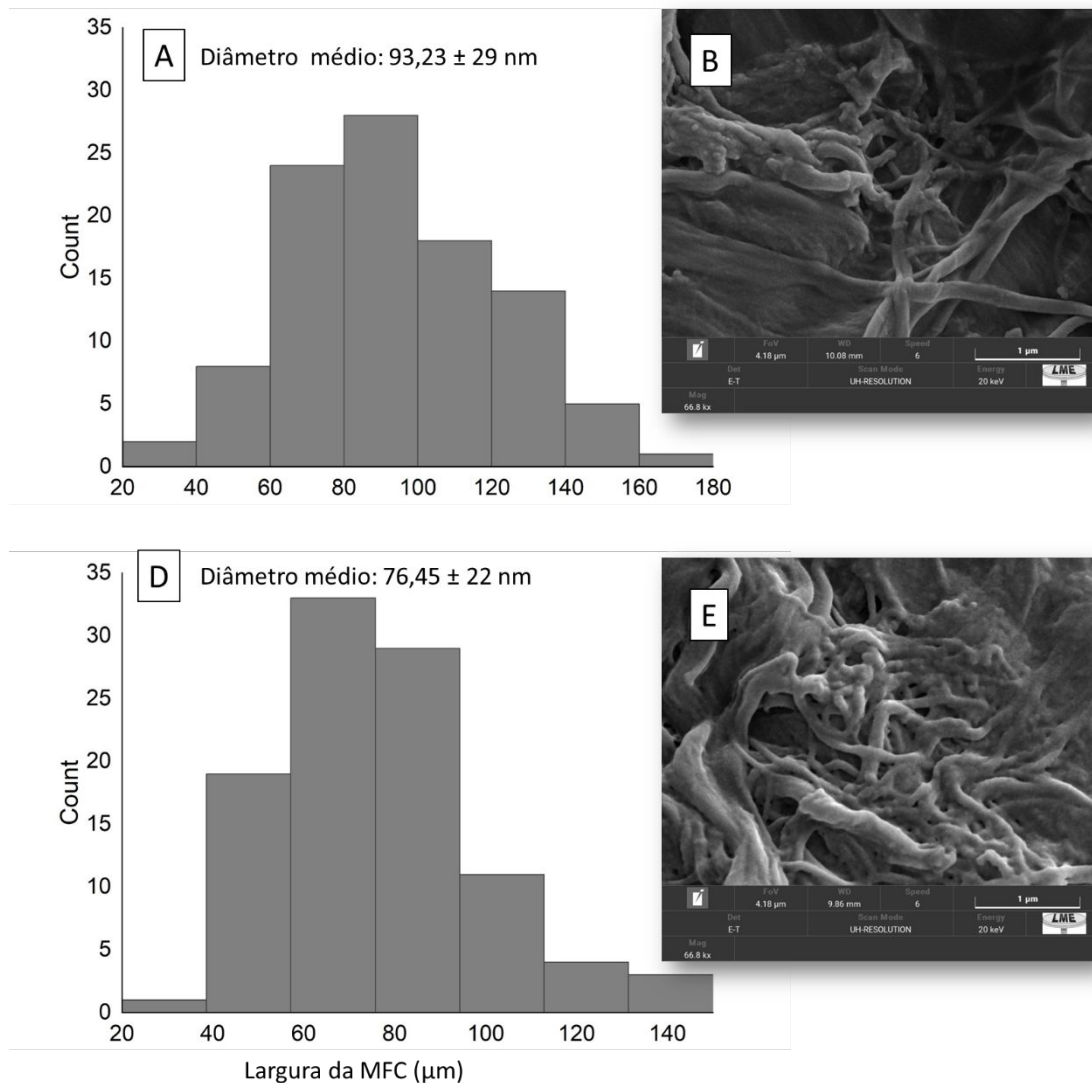


Figura 2. Largura das duas MFC. A: Distribuição das larguras das MFC A; B: Imagem das MFC A; D: Distribuição das larguras das MFC B; E: Imagem das MFC B.

Fonte: Autor (2022).

## 4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

O fio bicomponente caracteriza-se pela presença de duas camadas com dois diferentes materiais, na Figura 3 é possível observar a presença das MFC na região central e nas extremidades verifica-se uma região mais lisa, caracterizada pela goma guar.

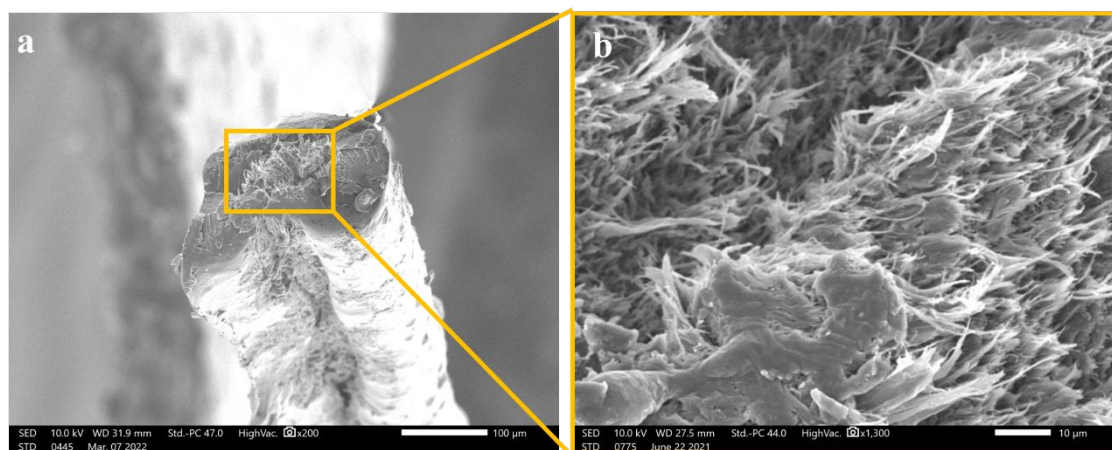


Figura 3. Fio da MFC A em concentração de 2,5%. a: seção transversal do fio; b: aproximação da seção transversal para mostrar os feixes de fibrilas no centro do fio.

Nas Figuras 4 e 5 visualizam-se os fios das MFC A e B respectivamente nas três diferentes concentrações. Nas imagens 4a, 4d, 4g, verificam-se as seções transversais dos fios nas concentrações de 2,5%, 3,5% e 4,5%, em que o fio que apresentou a pior formação em relação a composição preenchida e circular foi o da MFC A em concentração de 3,5%. Nos fios da MFC B das concentrações 2,5% e 4,5% apresentaram abas (apresentadas em seta vermelha na Figura 5a, 5b e 5h) que foram formadas durante a secagem do fio por meio do seu contato com a mesa em que estavam alocados, essa mesma superfície achatada também foi observada por Lundahl et al. (2018). No fio da MFC B com concentração de 2,5%, essa intensidade de aba foi maior ao ponto de deixar expostas as fibrilas de celulose que deveria estar no centro do fio, vale ressaltar a sua orientação causada pela força de arraste do fluxo solvente durante o processo de produção (KAFY et al., 2017).

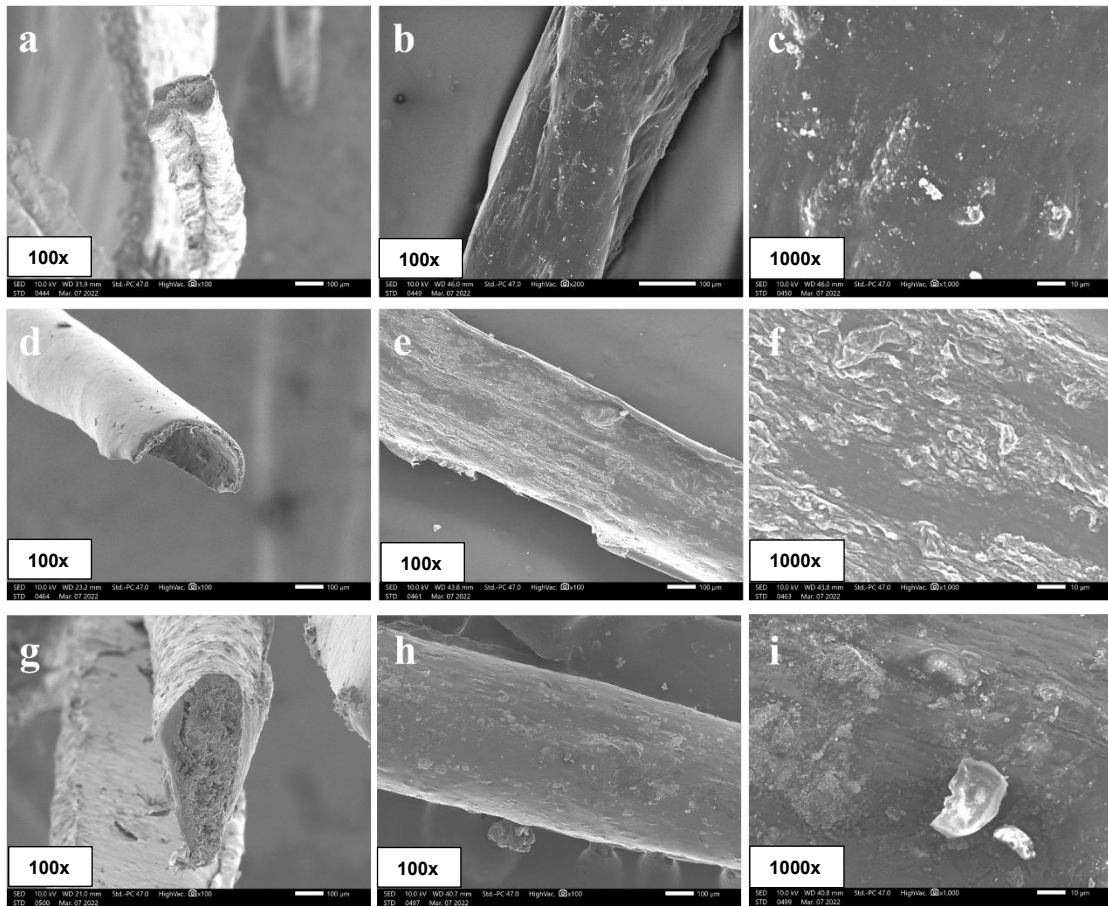


Figura 4. Microestrutura dos filamentos nas diferentes concentrações da MFC  
 A. a, b, c: concentração de 2,5% de MFC; d, e, f: concentração de 3,5% de MFC; g, h, i: concentração de 4,5% de MFC.

Fonte: Autor

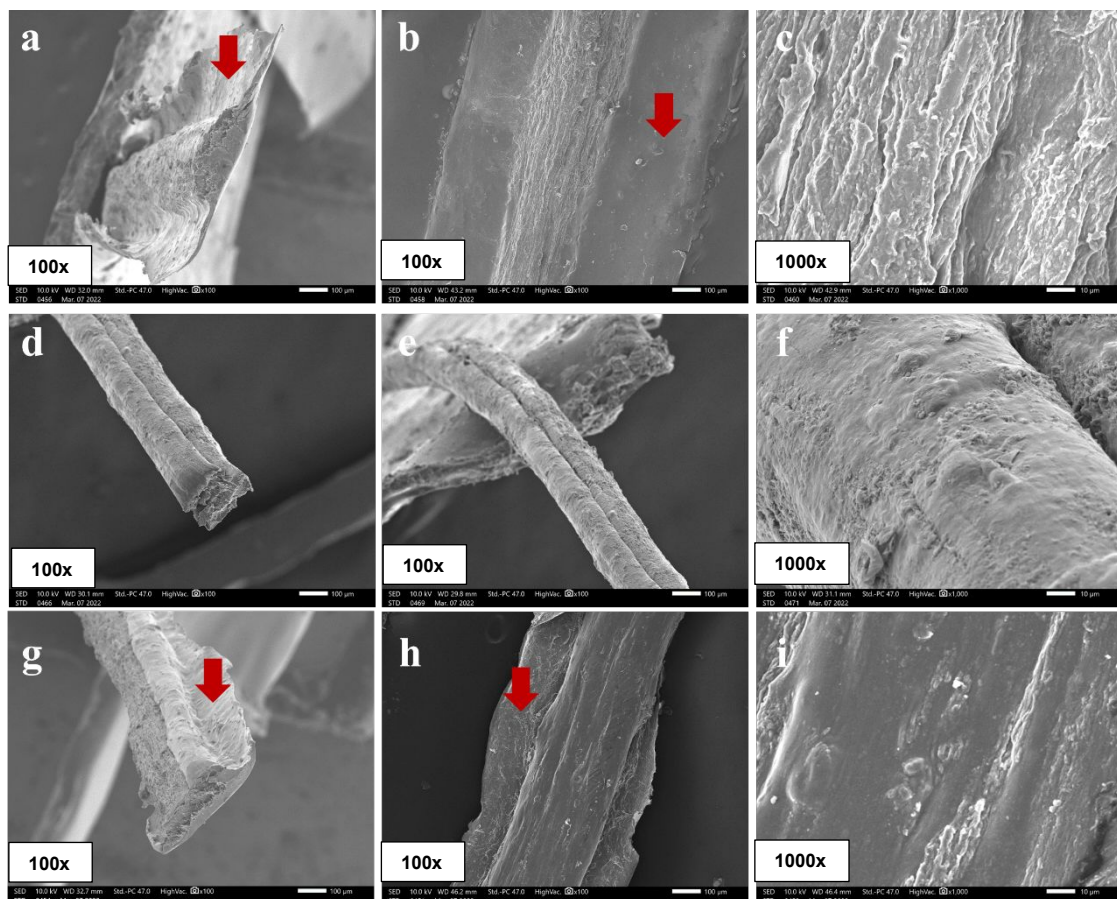


Figura 5. Microestrutura dos filamentos nas diferentes concentrações da MFC B. a, b, c: concentração de 2,5% de MFC; d, e, f: concentração de 3,5% de MFC; g, h, i: concentração de 4,5% de MFC.

Fonte: Autor

### 4.3 Características dos fios

As dimensões dos fios, densidade real e a absorção de água são apresentados na Tabela 1. Discrepantes resultados são observados entre a largura e espessura do fio, fato ocorrido devido ao achatamento do fio durante o processo de secagem, o que demonstra que o agente coagulador goma guar apresenta baixo endurecimento após a formação do fio e isso acarreta na má formação circular. Essa mesma variação de medidas também foi encontrada por Lundahl et al. (2018) ao utilizar goma guar 1% (m/v) e NFC 1,5% (m/v), em meio ao solvente acetona.

Tabela 1 – Dimensão dos fios (largura e espessura), densidade real, absorção de água e resistência à tração dos dois tipos filamentos bicomponentes nas três concentrações.

Fio com MFC	Concentração de MFC	Dimensão do fio		Densidade real (g.cm <sup>-3</sup> )	Absorção de água (%)	Resistência à tração (MPa)
		Largura (mm)	Espessura (mm)			
MFC A	2,5%	1,289 ± 0,299	0,367 ± 0,111	1,82 <sup>a</sup> ± 0,14	14,63 <sup>a</sup> ± 1,00	9,21 <sup>c</sup> ± 1,17
	3,5%	1,343 ± 0,147	0,743 ± 0,159	2,08 <sup>a</sup> ± 0,08	12,44 <sup>b</sup> ± 0,55	7,03 <sup>c</sup> ± 2,78
	4,5%	0,852 ± 0,218	0,307 ± 0,028	1,27 <sup>a</sup> ± 0,38	11,00 <sup>c</sup> ± 0,44	24,50 <sup>b</sup> ± 13,62
MFC B	2,5%	1,398 ± 0,244	0,514 ± 0,137	2,11 <sup>a</sup> ± 0,88	12,65 <sup>b</sup> ± 0,36	12,97 <sup>c</sup> ± 1,98
	3,5%	1,452 ± 0,292	0,933 ± 0,240	2,11 <sup>a</sup> ± 0,85	11,95 <sup>b</sup> ± 1,69	7,02 <sup>c</sup> ± 1,00
	4,5%	1,698 ± 0,090	0,492 ± 0,041	1,79 <sup>a</sup> ± 0,24	9,27 <sup>d</sup> ± 0,78	51,71 <sup>a</sup> ± 8,58

Médias seguidas pela mesma letra não diferem entre si estatisticamente em nível de 5% de significância

A MFC com menores dimensões ocasiona aumento da sua área superficial e conseqüentemente haverá aumento no número de ligações de hidrogênio entre a celulose durante o processo de secagem (PARK et al., 2020). Park et al. (2017) produziram papel com nanofibrila lignocelulósica, nanofibrila de holocelulose e nanofibrila de celulose, a dimensão da nanofibrila lignocelulósica foi superior que as demais e isso ocasionou na redução da densidade. Fios produzidos por Park et al. (2020) também apresentaram as maiores densidades para os fios confeccionados com nanofibrilas de menores dimensões. Embora a MFC B tenha apresentado menores dimensões, isso não afetou a densidade do fio.

Ambos os materiais de celulose e goma guar (DAI et al. 2020) possuem grupos de hidroxilas em suas estruturas e ocasionalmente os tornam hidrofílicos, os fios com o maior teor de MFC apresentaram menor absorção de água, verificando então que a goma guar possui maior capacidade de retenção de água, isso também foi constatado por Saini et al. (2021) no ensaio de taxa de transmissão de vapor de água em filmes com goma guar em comparação com filme de goma guar com celulose nanocristalina.



#### 4.4 Termogravimetria

Na Figura 6 é apresentada a termogravimetria dos fios bicomponentes com as duas MFC e diferentes concentrações. A primeira perda de massa até os 150°C é decorrente da perda de umidade dos materiais, a segunda e maior fase de perda de massa ocorre na faixa de temperatura de 220-400°C, pois nesse intervalo tem a degradação térmica da holocelulose (Wang et al., 2021) e da goma guar 220-400°C (SOARES et al., 2005). A terceira faixa de degradação térmica ocorre dos 400-800°C com residuais materiais, e constata-se que o fio MFC A 4,5% apresentou a maior resistência térmica e a estabilidade térmica da goma guar ocasionou o fio MFC B 2,5% com característica de menor resistência térmica.

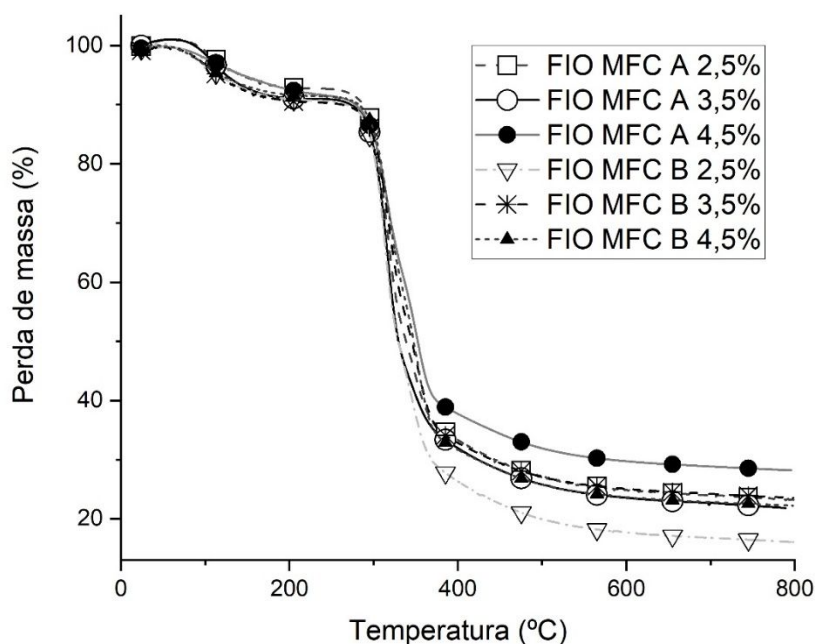


Figura 6 – Curvas de TGA dos filamentos bicomponentes em diferentes concentrações de MFC.

Fonte: Autor (2022).

#### 4.5 Resistência mecânica dos fios

Os maiores resultados de módulo de ruptura (MOR) e módulo de elasticidade (MOE) foram provenientes dos fios com maior concentração de

MFC, o que demonstra o importante papel estrutural da celulose na resistência mecânica do fio, somado as maiores ligações químicas com a goma guar devido a maior disponibilidade de hidroxilas livres (LUNDAHL et al., 2018), o que também explica a maior resistência mecânica do fio MFC B 4,5%, onde as microfibrilas apresentaram menores dimensões e conseqüentemente maior área superficial e contribui para mais ligações químicas, isto também teve efeito na formação do fio, onde houve menor quantidade de fendas na formação do fio, como observado no fio MFC A 4,5% (Figura 4g). Vale ressaltar que o fio 3,5% de MFC apresentou os piores resultados, onde no fio MFC A 3,5% apresentou má formação devido a não formação de seção circular (Figura 4d) e no fio MFC B 3,5% são observadas camadas na seção transversal (Figura 5d) decorrente de deformidades.

Em seu trabalho, Lundahl et al. (2018) encontraram valores de  $38,0 \pm 9,9$  MPa de MOR para fios de goma guar e celulose, sendo coagulados em etanol com concentrações menores de MFC. Os resultados apresentados no presente estudo são similares ao encontrado por Neto (2022), que por sua vez obteve resultados de MOR entre 20,09 a 65,47 MPa para fios bicomponentes com MFC (4,5% m/v) e goma guar (3% m/v).

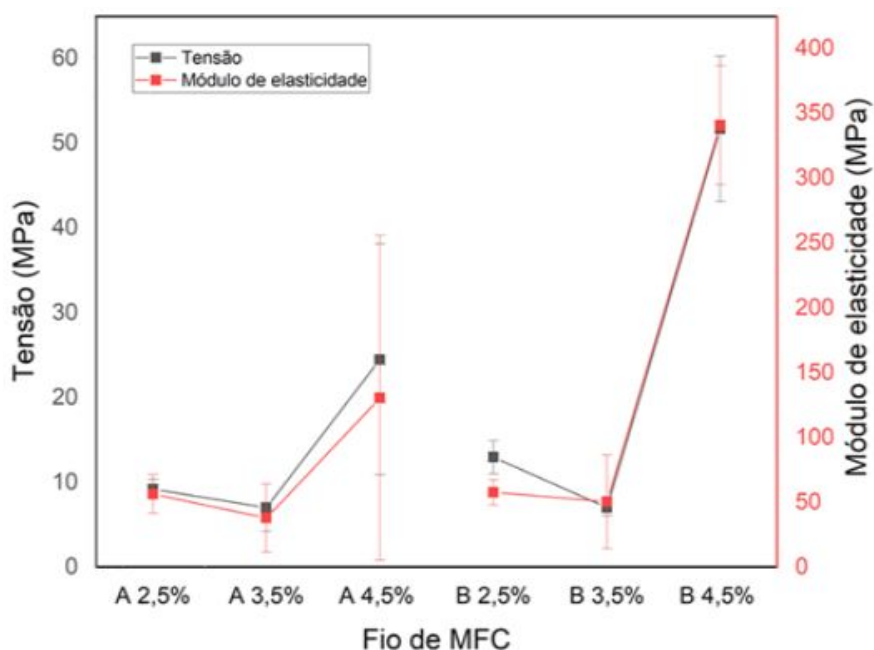


Figura 7. Resistência mecânica dos fios nas diferentes concentrações de tipos de MFC.

## **5 CONCLUSÃO**

A MFC B apresentou diâmetros inferiores as da MFC A, fato que colabora com melhores resultados mecânicos. As maiores resistências térmicas, também estão associadas as menores dimensões de MFC e maiores concentrações. A densidade do fio não foi influenciada pelo tipo de MFC e nem pelas concentrações, a maior absorção de água foi decorrente da alta hidroflicidade da goma guar, fato explicado pela maior absorção de água nos fios com menor concentração de MFC e maior dimensão.

## 6 REFERÊNCIAS

ARANTES, A. C. C.; ALMEIDA, C. G.; DAUZACKER, L. C. L.; BIANCHI, M. L.; WOOD, D. F.; WILLIAMS, T. G.; ORTS, W. J.; TONOLI, G. H. D. **Renewable hybrid nanocatalyst from magnetite and cellulose for treatment of textile effluents.** *Carbohydrate polymers*, v. 163, p. 101–107, 2017.

BARBOSA, A. P. **Características estruturais e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de buriti.** Dissertação (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campos dos Goytacazes, 2011.

BRAGATTO, J. **Avaliação da composição química da parede celular de plantas de tabaco (*Nicotiana tabacum*) que superexpressam o gene *ugdh* de soja, que codifica a enzima UDP-glicose desidrogenase (EC 1.1.1.22).** Dissertação (Mestrado) – Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz. Piracicaba, 2007.

Chinga-Carrasco, G. Fibras de celulose, nanofibrilas e microfibrilas: **A sequência morfológica dos componentes do MFC do ponto de vista da fisiologia vegetal e da tecnologia das fibras.** *Nanoscale Res Lett* **6**, 417 (2011).

CLARKSON, C. M.; YOUNGBLOOD, J. P. **Dry-spinning of cellulose nanocrystal/polylactic acid composite fibers.** *Green Materials* V. 6 issue GMAT 1, 2018.

CLARO, F. C. **Elaboração e caracterização de filmes a partir de nanofibrilas de celulose vegetal.** Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Paraná, Setor de Ciências Exatas, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais. Curitiba, 2017.

COELHO, F. A.; FELIPPE, M. T. S. D.; SABLÓN, V. I. B. Engenharia moderna: soluções para problemas da sociedade e da indústria 2. Ponta Grossa – PR: **Atena Editora**, 2021.

CONTIERI, G. A. **Compósitos à base de quitosana e fibras de celulose como um potencial sistema para liberação controlada de fertilizantes**. Monografia (Conclusão de curso em Licenciatura em Química). Universidade Federal de São Carlos. Araras, 2021.

DAI, L.; CHENG, T.; XI, X.; NIE, S.; KE, H.; LIU, Y.; CHEN, Z.: A versatile TOCN/CGG self-assembling hydrogel for integrated wastewater treatment. **Cellulose**, Vol. 27, p. 915–925, 2020.

DEMUNER, I. F.; COLODETTE, J. L.; GOMES, F. J. B.; OLIVEIRA, R. C. Produção e caracterização de nanofibrilas de celulose para manufatura de painéis de embalagem nanoestruturados. Ponta Grossa, PR: **Atena Editora**, 2020.

GHASEMI, S.; TAJVIDI, M.; GARDNER, D. J.; BOUSFIELD, D. W.; SHALER, S. M. Effect of wettability and surface free energy of collection substrates on the structure and morphology of dry-spun cellulose nanofibril filaments. **Cellulose**. 2018.

GLAUß, B.; STEINMANN, W.; WALTER, S.; BECKERS, M.; SEIDE, G.; GRIES, T.; ROTH, G. Spinnability and characteristics of polyvinylidene fluoride (PVDF) – based bicomponent fibers with a carbon nano tube (CNT) modified polypropylene core for piezoelectric applications. **Materials** 2013, 6, 2642-2661; doi:10.3390/ma6072642.

JACOB, Sherin et al. Nanocellulose in tissue engineering and bioremediation: mechanism of action. **Bioengineered**, v. 13, n. 5, p. 12823-12833, 2022.

KAFY, A.; KIM, H. C.; ZHAI, L.; KIM, J. W.; HAI, L. V.; KANG, T. J.; KIM, J. Cellulose long fibers fabricated from cellulose nanofibers and its strong and tough characteristics. **Scientific Reports**, v. 7, n. 1, p. 17683, 2017.

KIM, H. C.; KIM, D.; LEE, J. Y.; ZHAI, L.; KIM, J. Effect of wet spinning and stretching to enhance mechanical properties of cellulose nanofiber filament. **International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology**, v, 6, p. 567-575, 2019.

KRAMER, R. K. **Modificação superficial de fibras e microfibrilas de celulose em suspensão aquosa via automontagem com polissacarídeos iônicos e por meio da enxertia de grupos furânicos**. Tese (Doutorado em Ciências). Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo. São Paulo, 2019.

LIMA, L.R.; SANTOS, D. B.; SANTOS, M. V.; BARUD, H. S.; HENRIQUE, M. A.; PASQUINI, D.; PECORARO, E.; RIBEIRO, S. J. L. Nanocristais de celulose a partir de celulose bacteriana. **Quim. Nova**, Vol. 38, No. 9, 1140-1147, 2015.

LUNDAHL, M. J.; CUNHA, A. G.; ROJO, E.; PAPAGEORGIOU, A. C.; RAUTKARI, L.; ARBOLEDA, J. C.; ROJAS, O. J. Strength and water interactions of cellulose I filaments wet-spun from cellulose nanofibril hydrogels. **Scientific Reports**, 2016.

LUNDAHL, M. J.; KLAR, V.; AJDARY, R.; NORBERG, N.; AGO, M.; CUNHA, A. G.; ROJAS, O. J. Absorbent filaments from cellulose nanofibril hydrogels through continuous coaxial wet-spinning. **ACS Applied Materials & Interfaces**, 2018.

LUNDAHL, M. J.; KLAR, V.; WANG, L.; AGO, M.; ROJAS, O. J. Spinning of cellulose nanofibrils into filaments: a review. **ACS Paragon Plus Environment. Ind. Eng. Chem. Res.**, 2016.

MAGALHÃES, W. L. E.; CLARO, F. C.; MATOS, M.; LENGOWSKI, E. C. Produção de nanofibrilas de celulose por desfibrilação mecânica em moinho coloidal. Comunicado técnico,404 ISSN 1980-3982, **Embrapa Florestas**. Colombo, PR, 2017.

MIRANDA, M. C; CASTELO, P. A. R. Avaliações anatômicas das fibras da madeira de *Parkia gigantocarpa* ducke. **Ciência da Madeira (Braz. J. Wood Sci.)**, Pelotas/RS, v. 03, n. 02, novembro de 2012.

MISHRA, R. K.; SABU, A.; TIWARI, S. K. Materials chemistry and the futurist eco-friendly applications of nanocellulose: Status and prospect. **Journal of Saudi Chemical Society** 22, 949-978, 2018.

Nunes., Tiago Filipe G. **Produção, caracterização e aplicação de nanofibras de celulose**. 2014. Dissertação do mestrado integrado em Engenharia Química – Universidade de Coimbra. Coimbra, 2014.

ORELMA, H.; TANAKA, A.; RAUTKOSKI, H.; NURMINEN, I.; KOUKO, J.; KOPONEN, A. Use of mechanically ground lignocellulosic native fines (LF) in the all-cellulosic composite filaments: fines properties and plasticizers. **Cellulose** (2019) 26: 1041-1054.

OTA, A.; BEYER, R.; HAGEROTH, U.; MÜLLER, A.; TOMASIC, P.; HERMANUTZ, F.; BUCHMEISER, M. Chitin/cellulose blend fibers prepared by wet and dry-wet spinning. *Polym Adv Technol*. 2021; 32:335-342.

PANIAGUA, G. E. S. Trabalhos nas áreas de fronteira da química. Ponta Grossa – PR: **Atena Editora**, 2021.

PEREIRA, G. S. **Materiais e processos têxteis**. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia, Campus Araranguá. Santa Catarina, 2009.

POTULSKI, D. C. **Efeito da incorporação de microfibrilas de celulose sobre as propriedades do papel**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Florestal). Curitiba, 2012.

RABIDEAU, B. D.; AGARWAL, A.; ISMAIL, A. E. **Observed mechanism for the breakup of small bundles of cellulose I $\alpha$  and I $\beta$  in ionic liquids from molecular dynamics simulations**. The Journal of Physical Chemistry B, v. 117, n. 13, p. 3469-3479, 2013.

RIBEIRO, A. O; MORI, F. A.; MENDES, L. M. Características das dimensões das fibras e análise do ângulo microfibrilar de *Toona ciliata* cultivada em diferentes localidades. **Floresta**, Curitiba, PR, v. 41, n. 1, p. 47-56, 2011.

SILVA, F. S.; SCHULZ, H. R.; ACOSTA, A. P.; CARDOSO, G. V. Technological performance of paper produced with *Eucalyptus* cellulose nanofibrils addition. Universidade Federal do Paraná. **Biofix Scientific Journal** v. 5 n. 2 p. 174-179, 2020.

SILVA, R.; HARAGUCHI, S. K.; MUNIZ, E. C.; RUBIRA, A. F. Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos. **Quím. Nova**, Vol. 32, No. 3, 661-671, 2009.

SOUISSI, M.; KHIARI, R.; HADDAR, W.; ZAAG, M.; MEKSI, N.; DHAOUADI, H. Dyeing of innovative bicomponent filament fabrics (PET/PPT) by disperse dyestuffs: characterization and optimization process. **Processes**, v. 50, p. 5438 – 5466, 2020.

SOUZA, D. T.; CARVALHO, L. A.; VALADARES, L. F. Celulose: pontos de vista. Brasília, DF: **Embrapa Agroenergia**, 2015.

TAIPINA, M. O. **Nanocristais de celulose: obtenção, caracterização e modificação de superfície**. Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química. Campinas - SP, 2012.



UIEDA, B. **Obtenção de nanofibrilas de celulose de árvores pioneiras amazônicas e processamento de nanobiocompósitos de PHBV / nanofibrilas de celulose de eucalipto no estado fundido**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, 2014.

WANG, J.; MINAMI, E.; ASMADI, M.; KAWAMOTO, H.: Effect of delignification on thermal degradation reactivities of hemicellulose and cellulose in wood cell walls. **Journal of Wood Science**. Vol. 67, p. 19, 2021. <https://doi.org/10.1186/s10086-021-01952-0>.

WIELAND, M.; ARNE, W.; MARHEINEKE, N.; WEGENER, R.; Modeling and simulation of curved fibers in dry spinning scenarios. **Results in Applied Mathematics** 3 (2019) 100013.

YI, T.; ZHAO, H.; MO, Q.; PAN, D.; LIU, Y.; HUANG, L.; XU, H.; HU, B.; SONG, H. From cellulose to cellulose nanofibrils – A comprehensive review of the preparation and modification of cellulose nanofibrils. **Materials** 2020, 13,5062.

ZANINI, M. **Aerogéis hidrofóbicos de nanofibras de celulose**. Dissertação (Mestrado) – Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologia. Caxias do Sul, 2016.

ZOHURIANN-MEHR, M. J.; MATAZEDI, Z.; KABIRI, K.; ERSHAD-LANGROUNDI, A.; ALLAHDADI, I. Gum arabic-acrylic superabsorbing hydrogel hybrids: studies on swelling rate and environmental responsiveness. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 102 p. 5667-5674, 2006.