



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102019015031-9 A2



(22) Data do Depósito: 22/07/2019

(43) Data da Publicação Nacional: 02/02/2021

(54) **Título:** UTILIZAÇÃO DE FIBRAS DE JACITARA (*Desmoncus Polyacanthos Mart.*) COMO FONTE LIGNOCELULÓSICA ALTERNATIVA PARA A OBTENÇÃO DE NANOCELULOSE PARA MÚLTIPLOS USOS

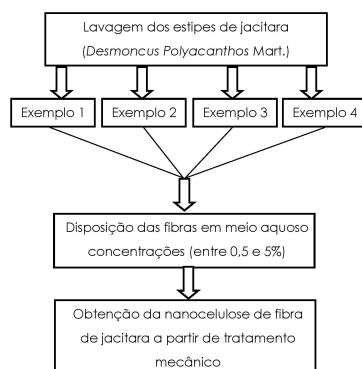
(51) **Int. Cl.:** D21C 9/00; D21C 9/10; D21H 11/18; D21C 5/00; B82Y 40/00.

(52) **CPC:** D21C 9/001; D21C 9/007; D21C 9/10; D21H 11/18; D21C 5/00; (...).

(71) **Depositante(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANA; UNIVERSIDAD DE GUADALAJARA.

(72) **Inventor(es):** JAQUELINE MARA SILVA; THAIS HELENA SYDENSTRICKER FLORES-SAHAGUN; TALITA SZLAPAK FRANCO; ROSA MARÍA JIMÉNEZ AMEZCUA; SALVADOR GARCÍA ENRIQUEZ; GRACIELA INES BOLZON DE MUNIZ.

(57) **Resumo:** UTILIZAÇÃO DE FIBRAS DE JACITARA (*Desmoncus Polyacanthos Mart.*) COMO FONTE LIGNOCELULÓSICA ALTERNATIVA PARA A OBTENÇÃO DE NANOCELULOSE PARA MÚLTIPLOS USOS. A presente invenção compreende em métodos e processos de obtenção de nanofibras de jacitara (*Desmoncus Polyacanthos Mart.*), em que o aperfeiçoamento consiste no ataque químico seguido de tratamento mecânico. São objetos adicionais da presente invenção os múltiplos usos do produto obtido, a nanocelulose, que pode ser aplicada como reforço de materiais compósitos, embalagens plásticas, papel ou dispositivos médicos. Constitui-se de um pedido de patente sobre o processo de obtenção de géis de celulose nanofibrilada a partir da polpa de jacitara utilizando produtos químicos como álcalis, óxidos e sais e, por fim, por meio de desfibrilação mecânica, com aumento da cristalinidade do material obtém-se o produto, preservando as propriedades físico-químicas do material.



**"UTILIZAÇÃO DE FIBRAS DE JACITARA (*Desmoncus Polyacanthos* Mart.)
COMO FONTE LIGNOCELULÓSICA ALTERNATIVA PARA A OBTENÇÃO DE
NANOCELULOSE PARA MÚLTIPLOS USOS "**

[001]. A presente invenção trata de um processo de obtenção de géis de celulose nanofibrilada a partir da utilização de fibras de jacitara (*Desmoncus Polyacanthos* Mart.). A jacitara modificada através de ataque químico seguido de tratamento mecânico para a obtenção de gel de celulose nanofibrilada, pode ser destinada para múltiplos usos, como reforço de materiais compósitos, embalagens plásticas, papel ou dispositivos médicos.

[002]. Desde surgimento da nanotecnologia, têm sido desenvolvidos materiais e produtos de características únicas visando diversas aplicações industriais e, desta forma, a busca por nanomateriais verdes como biopolímeros de alta tecnologia tem motivado ainda mais o interesse para aplicações tecnológicas devido à biodiversidade. Um dos biopolímeros que tem sido frequentemente estudado é a nanocelulose, uma das inovações trazidas pela nanotecnologia. As potenciais fontes de nanocelulose são as fibras vegetais por serem renováveis e biodegradáveis, o que lhes permite competir com produtos fósseis e industrializados. Os tipos conhecidos de nanoceluloses e principais fontes estudadas são: microfibrilada (cana-de-açúcar, madeira, cânhamo, linho), a nanocristalina (algodão, rami, madeira, palha de trigo) e a bacteriana (açúcares de baixo peso molecular e álcoois).

[003]. Embora fibras lenhosas sejam a principal fonte de celulose nanofibrilada, qualquer fonte de celulose poderia ser utilizada; podendo especificamente mencionar os subprodutos agrícolas como potenciais matérias-primas alternativas para a extração de celulose. Uma grande quantidade de subprodutos agrícolas não utilizados, como

palha de trigo, palha de arroz, são geradas a cada ano e apenas uma pequena porcentagem é aplicada na produção de compósitos, polpas ou geração de energia. Os resíduos agrícolas têm ciclos de crescimento mais curtos e menores teores de lignina em comparação com espécies lenhosas, levando assim a processos de deslignificação mais simples. Além disso, são um recurso renovável, sustentável e abundante.

[004]. Várias patentes de invenção tratam da obtenção de nanocristais e nanofibras de celulose. A US 8,871,056B2 descreve o processo de obtenção de géis de celulose nanofibrilar com fibras de celulose e no mínimo, uma carga ou pigmento. A US 8,974,634B2 descreve o processo de produção de nanofibras de celulose obtidas através do uso de um amassador tipo parafuso único ou múltiplo, com velocidade circunferencial mínima de 45m/min, a fim de desfibrilar a polpa na presença de água. A FR3,041,353A1 descreve o procedimento de preparação de microfibrilas de celulose, semi-cristais e/ou de nanofibrilas de celulose semi-cristalinas marcadas por partículas metálicas. A WO 2014/085729A1 descreve o processo e aparato para a produção de nanocelulose e composições e produtos obtidos. Para a obtenção da nanocelulose, o tratamento da biomassa incluiu um ácido, um solvente compatível com a lignina, água, tratamento mecânico e fibrilas de celulose e/ou cristais de celulose geram nanocelulose de no mínimo 60% de cristalinidade, com o uso de 1000KW-h/t. A US 2016/0281298A1 trata de um processo que utiliza pouca energia, de conversão de biomassa em nanocelulose altamente cristalina. O processo utiliza dióxido de enxofre ou sulfito, tratamento mecânico, 500 KW-h/t ou menos, gera nanocelulose com cristalinidade igual ou superior a 80% e o material de nanocelulose pode incluir celulose nanofibrilada ou nanocristais de celulose, ou ambos. O material

de nanocelulose pode ser hidrofóbico devido à deposição de lignina na sua superfície. Compósitos renováveis podem ser produzidos pela combinação de nanocelulose e monômeros produzidos através de fermentação de açúcares de celulose e hemicelulose amorfa. A EP3176321A1 trata de um processo para reduzir o consumo de energia durante a produção de dispersão de nanocelulose em no mínimo 50% e de um aparato para realizar o processo. A WO 2015/074120A1 trata de um material de nanocelulose de origem vegetal, mais especificamente, uma planta da Austrália, a *Triodia pungens*, que contém um teor de hemicelulose maior ou igual a 30% p/p. A nanocelulose pode ser preparada em condições brandas (lavagem com água, deslignificação e branqueamento) e a razão de aspecto obtida é maior que 250.

[005]. A jacitara é uma planta que pertence à subfamília Arecoideae, tribo Cocoseae e subtribo Bactridinae. O estipe de jacitara, do tipo calamiforme, elástico-fibroso, é próprio das palmeiras escandentes que apresentam muitas vezes crescimento superior a 10 metros de altura, sendo que os arbustivos crescem cerca de 2 metros, atingindo em todos os casos diâmetro não superior a 2,5 cm. Esta planta pode ser encontrada em regiões como a floresta amazônica, em restingas litorâneas e em formações florestais do complexo atlântico. Mais precisamente, é encontrada nos estados do Amazonas, Pará, Goiás, Espírito Santo, Maranhão, Rio de Janeiro e São Paulo. No estado do Amazonas, os artesãos do município de Novo Airão usam as fibras do estipe de jacitara para fazer detalhes em preto ou vermelho nos produtos confeccionados com cipó. No município de Barcelos, no mesmo estado, os artesãos usam a fibra da Jacitara para fazer tipiti, paneiro, aturá, abano e peneira, mas são artefatos usados somente nas atividades domésticas e produção agrícola.

Características da fibra de jacitara incluem a alta qualidade, apresentar cristalinidade por volta de 40 % mesmo sem ser tratada por algum processo de deslignificação e ainda, ter resistência a altas temperaturas de processamento, o que torna a jacitara uma alternativa de matéria-prima potencial para a produção de nanocelulose. Visando a sustentabilidade e minimização de geração de resíduos, o aproveitamento destes gerados no artesanato seria uma grande vantagem, visto que se trata de uma fibra com potencial propriedade de reforço em compósitos, por exemplo.

[006]. A utilização de fibras de jacitara para obtenção de celulose nanofibrilada ocorre com um processo de desfibrilação mecânica de solução aquosa de fibras de jacitara previamente deslignificadas.

[007]. A obtenção de nanofibrilas de jacitara se inicia com a polpação das hastes, seguida de deslignificação, facilitando assim a formação do gel.

[008]. O tratamento de remoção da lignina das fibras pode ser por ação isolada ou combinada de agentes como hidróxido de sódio, peróxido de hidrogênio ou clorito de sódio, em diferentes concentrações e condições de tempo/temperatura. Geralmente, se inicia com a polpação das hastes para a abertura dos feixes de fibra, com a utilização de hidróxido de sódio e alta pressão de vapor. Para a retirada da lignina residual, segue-se com a oxidação com agentes como o peróxido de hidrogênio e/ou o clorito de sódio.

[009]. As fibras após o processo de deslignificação são acrescentadas a um meio aquoso à diferentes concentrações (entre 0,5 e 5%) de onde partirão para o tratamento mecânico para obtenção

da nanocelulose, que pode ser realizada por diferentes processos, sendo um destes o uso do moinho Masuko Sangyo®. Dentre as condições de processo que podem afetar as características do produto final (gel/solução de nanofibrilas), se pode variar o número de passes pelo moinho (05 ou mais passes), a distância entre as pedras que podem variar entre 0,1 a 5 mm, bem como a velocidade de rotação das pedras (de 500 a 3000 rpm).

[010]. O material obtido a partir da desfibrilação mecânica, pode ser chamada nanofibrila de celulose, celulose nanofibrilada ou ainda nanocelulose. Esta solução de nanofibrilas apresenta interessantes propriedades que a fazem ser utilizadas como reforço de polímeros, formando compósitos poliméricos, com grande atuação na melhoria das propriedades físicas, mesmo em baixas concentrações.

Breve Descrição dos Desenhos

[011]. A presente invenção será ilustrada em mais detalhes com exemplos não-limitantes, que ilustram as diferenças proporcionadas pelos diferentes tratamentos químicos e mecânicos das fibras e solução de fibras, aos quais se referem as respectivas figuras:

[012]. FIG.1 Fluxograma de processo de obtenção de géis de celulose nanofibrilada a partir da utilização de fibras de jacitara.

[013]. FIG.2 Microscopia eletrônica de transmissão de nanofibras de jacitara obtidas do exemplo 1.

[014]. FIG.3 Microscopia eletrônica de transmissão de nanofibras de jacitara obtidas do exemplo 2.

[015]. FIG.4 Microscopia eletrônica de transmissão de nanofibras de jacitara obtidas do exemplo 3.

[016]. FIG.5 Microscopia eletrônica de transmissão de nanofibras de jacitara obtidas do exemplo 4.

[017]. FIG.6 Microscopia eletrônica de varredura de nanofibras de jacitara obtidas do exemplo 1.

[018]. FIG.7 Microscopia eletrônica de varredura de nanofibras de jacitara obtidas do exemplo 2.

[019]. FIG.8 Microscopia eletrônica de varredura de nanofibras de jacitara obtidas do exemplo 3.

[020]. FIG.9 Microscopia eletrônica de varredura de nanofibras de jacitara obtidas do exemplo 4.

Descrição dos tratamentos e processos

[021]. Os seguintes exemplos são ilustrações da prática da invenção.

EXEMPLO 1

[022]. Os estipes de jacitara tratadas com hidróxido de sódio (NaOH) e peróxido de hidrogênio (H₂O₂) estão representados na figura 1. São extraídos e lavados em água corrente, secos ao ar livre e transformados em cavacos. As fibras são tratadas com solução de NaOH (10 -15 % m/m), iniciando a temperatura ambiente até atingir a temperatura entre 120°C e 180°C, mantendo nesta condição por, no mínimo, mais 1 hora. As fibras são lavadas com água corrente e

passadas por um Refinador de Discos por 3-15 minutos para redução do comprimento da fibra. Após lavagem e centrifugação, o branqueamento da fibra consiste em adicionar para cada 10 g da polpa (base seca) tratada com álcali, 100 ml de água destilada, 0,1 g de NaOH e 0,9 ml de H₂O₂, na temperatura na faixa 80-90°C, no intervalo de tempo de 1-2 horas. Após lavar e centrifugar a polpa, preparar uma solução na consistência desejada e processá-la em um moinho pedras em 05 passes ou mais.

EXEMPLO 2

[023]. Com procedimento semelhante ao Exemplo 1, a deslignificação da fibra consiste em adicionar para cada 10 g da polpa (base seca) tratada com álcali, 1,5 g de clorito de sódio a 80% (massa), 10 gotas de ácido acético glacial e 160 ml de água destilada, e tratamento térmico entre 80-90°C por 1-2 horas. Visando melhor branqueamento, posteriormente, ocorre o tratamento com peróxido de hidrogênio, como citado no Exemplo 1. preparar uma solução na consistência desejada e processá-la em um moinho pedras em 05 passes ou mais.

EXEMPLO 3

[024]. Consiste na repetição por três vezes do tratamento do Exemplo 1. Preparar uma solução na consistência desejada e processá-la em um moinho pedras em 05 passes ou mais.

EXEMPLO 4

[025]. Este procedimento propõe um tratamento adicional às fibras deslignificadas no Exemplo 1, onde cada 10 g da polpa (base seca) são tratadas com álcali, 100 ml de água destilada, 0,3 g de NaOH

e 1,7 ml de H₂O₂, na temperatura na faixa 80-90°C, no intervalo de tempo de 1-2 horas. Preparar uma solução na consistência desejada e processá-la em um moinho pedras em 05 passes ou mais.

REIVINDICAÇÕES

1. Utilização das fibras advindas de resíduos lignocelulósicos do corte da jacitara (*Desmoncus Polyacanthos* Mart.) para a produção de nanocelulose **caracterizada pelo** processo de deslignificação das fibras de jacitara de acordo com os exemplos 1, 2, 3 e 4, figura (1).
2. Processo de obtenção das nanofibrilas de celulose **caracterizado por** desfibrilação mecânica em moinho de pedras.
3. Processo de obtenção de nanofibras de celulose, de acordo com a reivindicação 2, **caracterizado por:**
 - a) velocidade de rotação entre 500 e 3000 rpm;
 - b) distância entre as pedras do moinho que entre 0,1 a 5 mm;
 - c) número de passes da solução pelo moinho entre 5 ou mais,
 - d) consistência das fibras (0,5 a 4%).
4. Produto obtido ao final do processo, denominado suspensão/solução/gel de nanofibrilas de celulose de qualquer concentração obtida, dependente das condições aplicadas nas reivindicações 2 e 3, **caracterizado pela** utilização como reforço de polímeros, papéis, dispositivos médicos ou embalagens.

DESENHOS

Figura 1

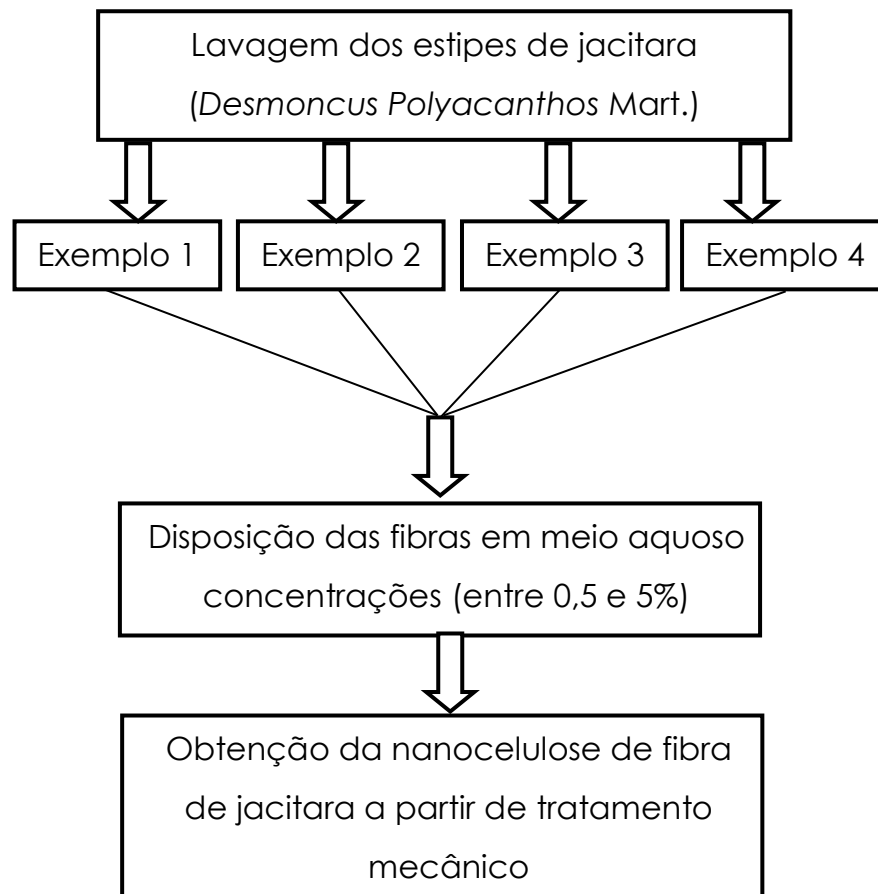


Figura 2

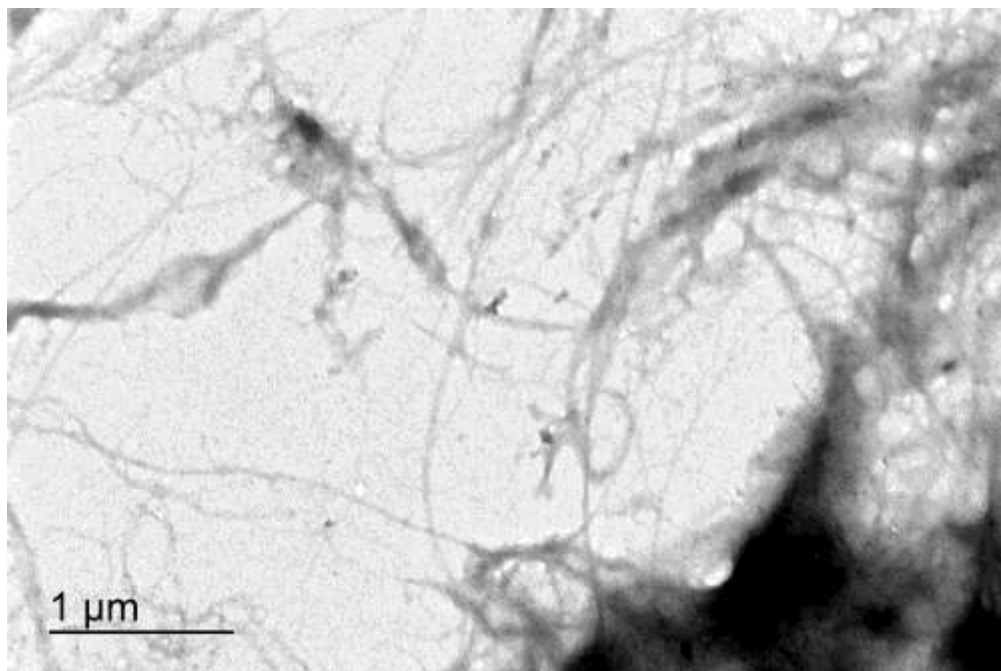


Figura 3

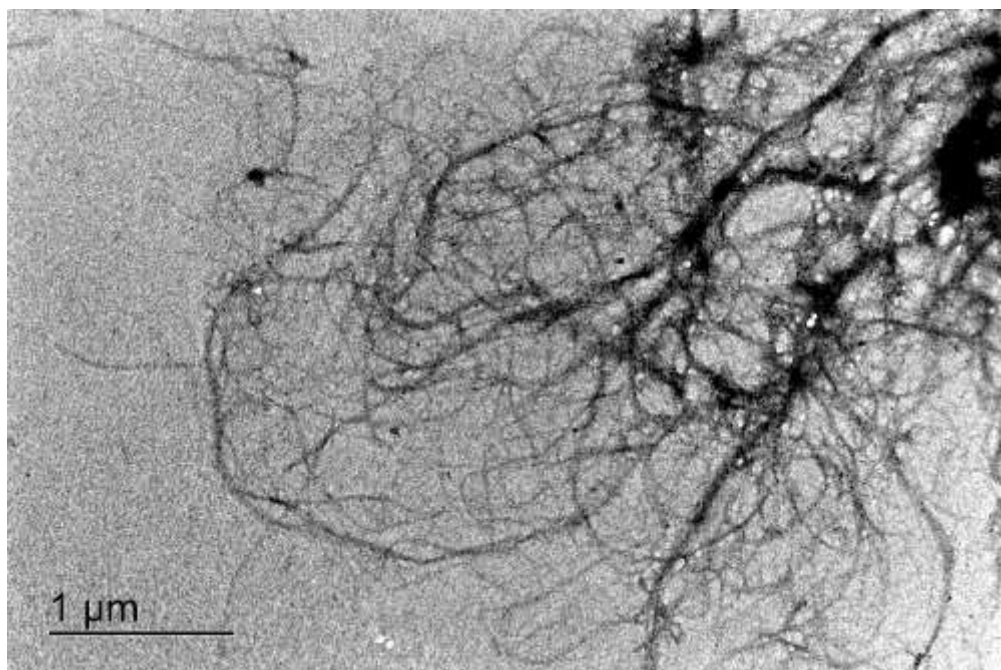


Figura 4

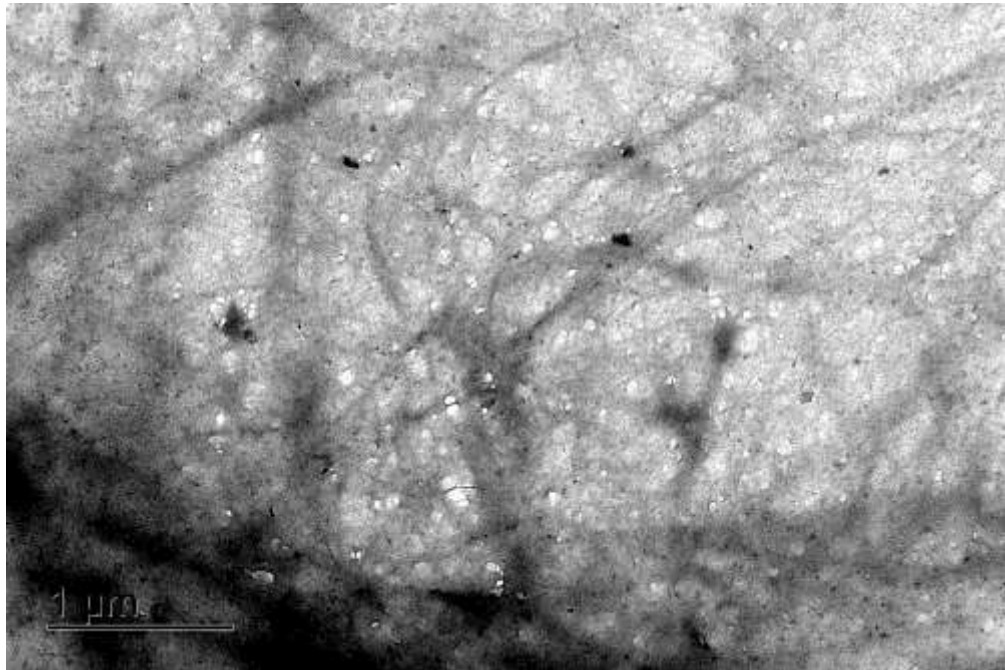


Figura 5

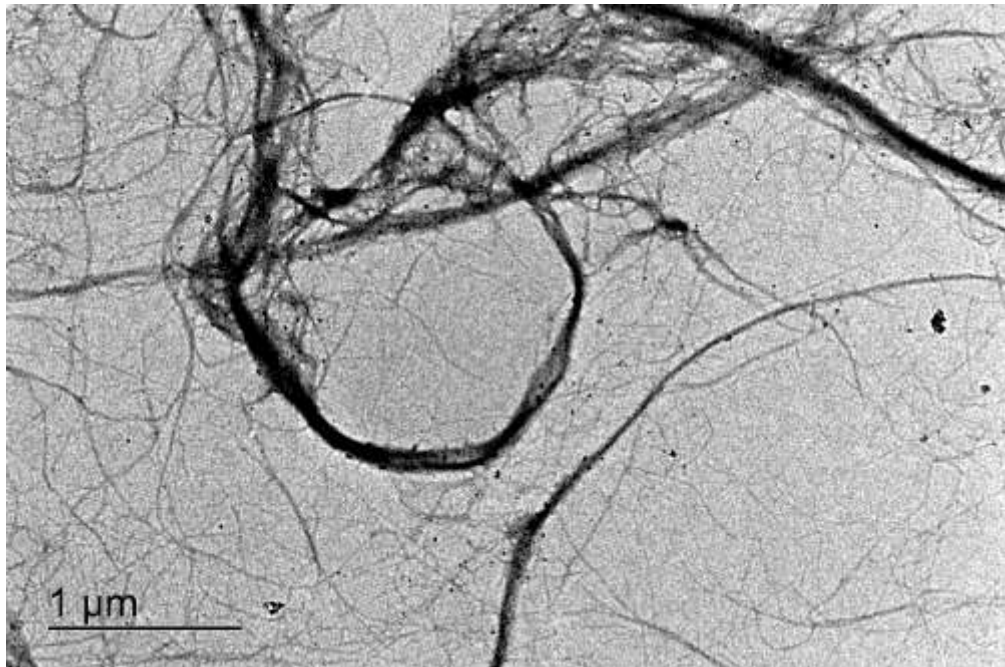


Figura 6

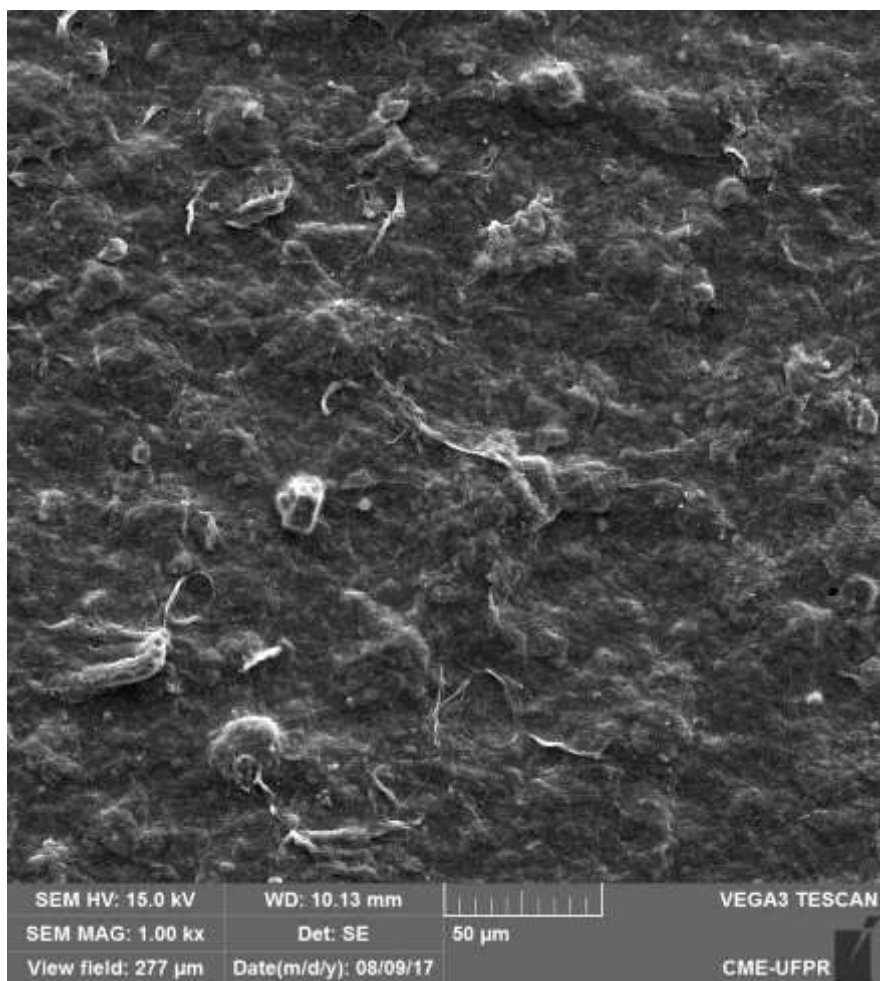


Figura 7

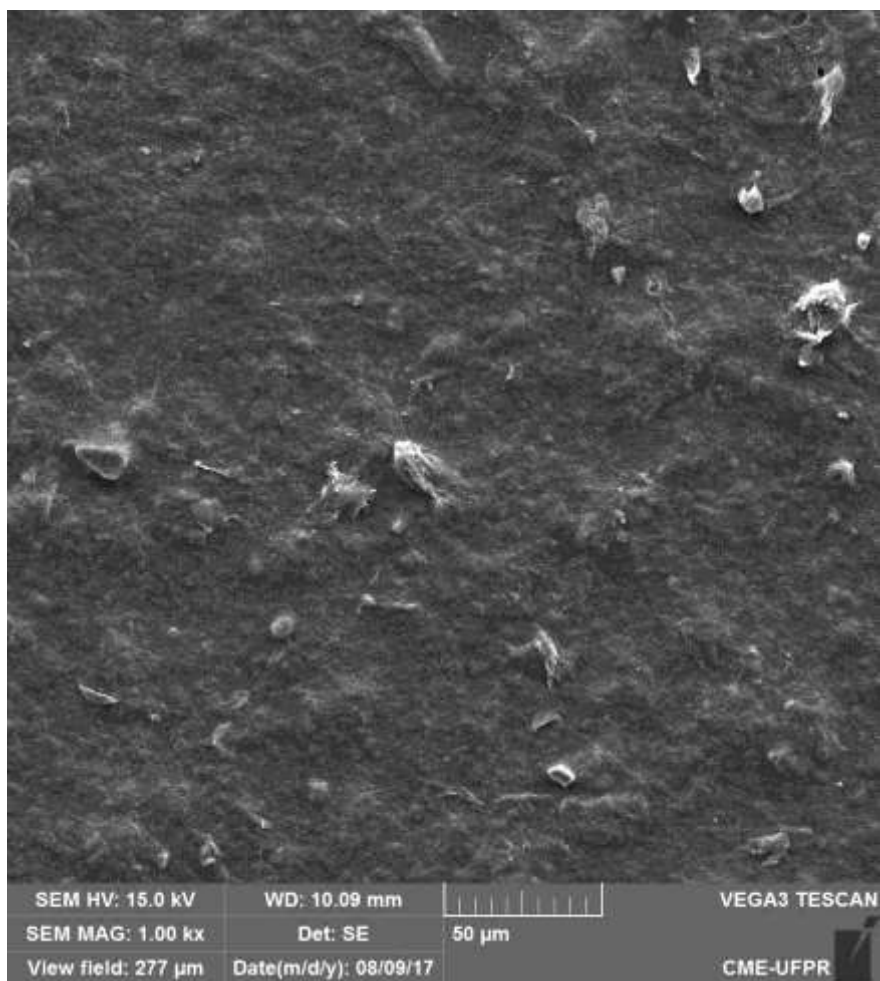


Figura 8

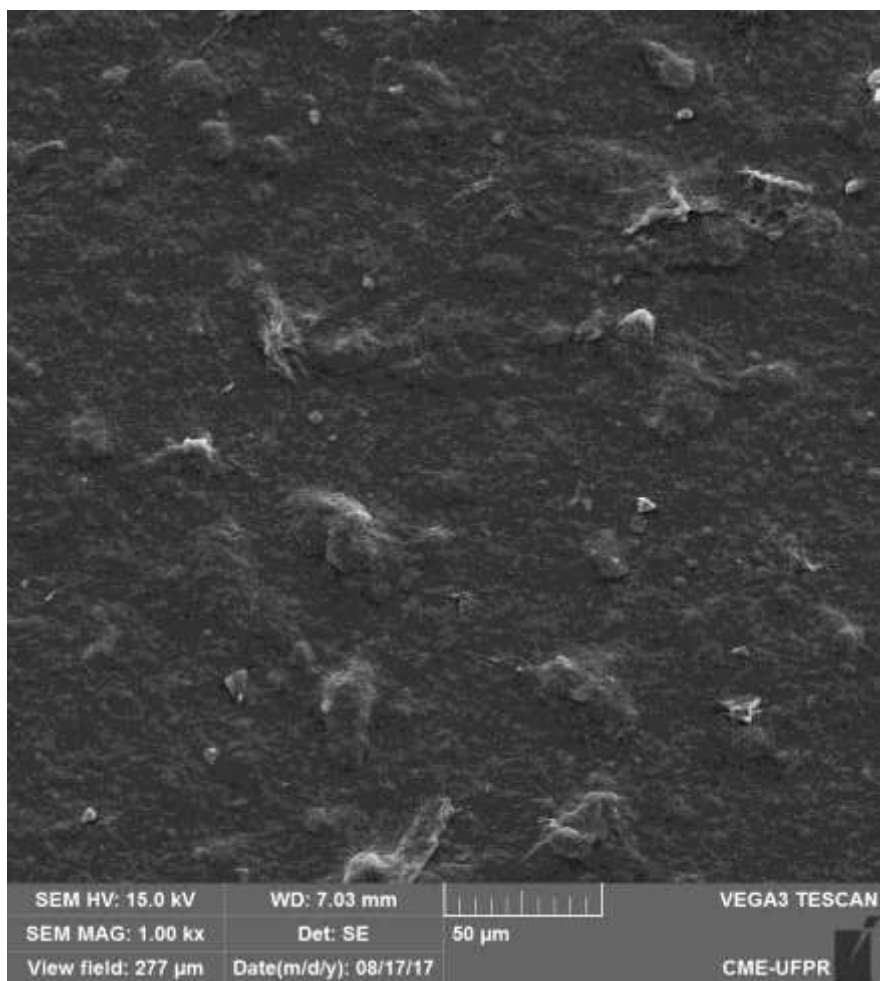
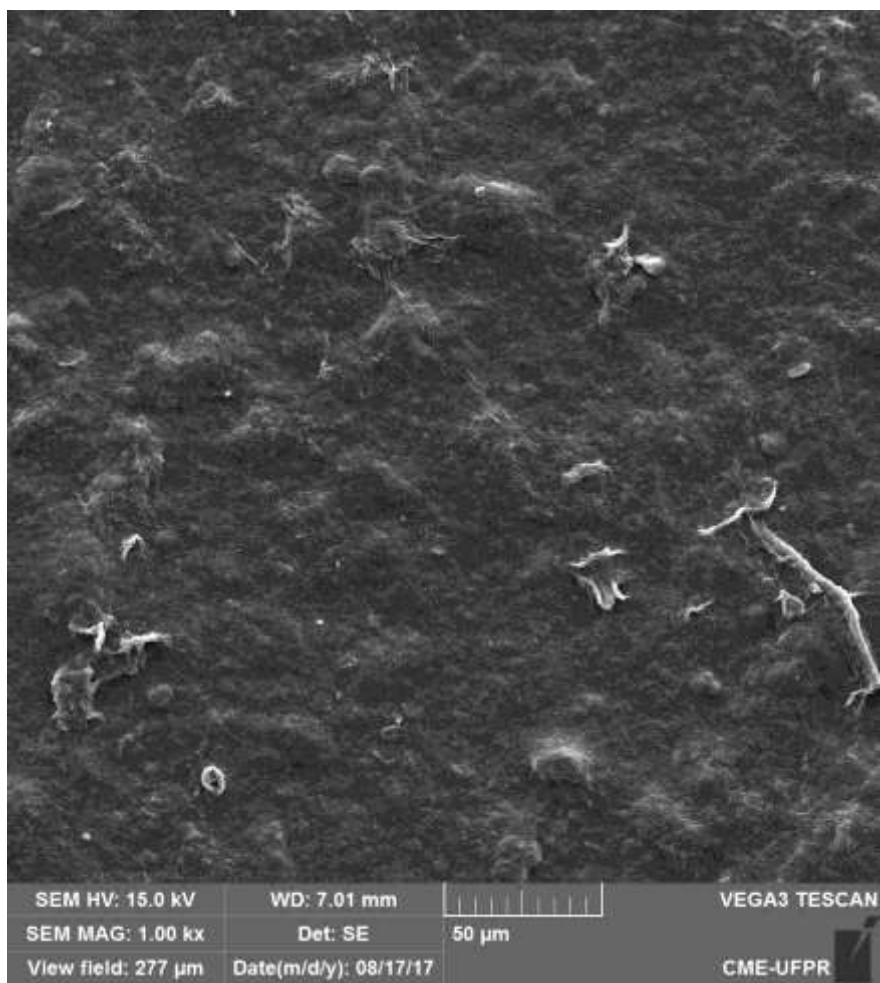


Figura 9



RESUMO**"UTILIZAÇÃO DE FIBRAS DE JACITARA (*Desmoncus Polyacanthos* Mart.) COMO FONTE LIGNOCELULÓSICA ALTERNATIVA PARA A OBTENÇÃO DE NANOCELULOSE PARA MÚLTIPLOS USOS"**

A presente invenção compreende em métodos e processos de obtenção de nanofibras de jacitara (*Desmoncus Polyacanthos* Mart.), em que o aperfeiçoamento consiste no ataque químico seguido de tratamento mecânico. São objetos adicionais da presente invenção os múltiplos usos do produto obtido, a nanocelulose, que pode ser aplicada como reforço de materiais compósitos, embalagens plásticas, papel ou dispositivos médicos. Constitui-se de um pedido de patente sobre o processo de obtenção de géis de celulose nanofibrilada a partir da polpa de jacitara utilizando produtos químicos como álcalis, óxidos e sais e, por fim, por meio de desfibrilação mecânica, com aumento da cristalinidade do material obtém-se o produto, preservando as propriedades físico-químicas do material.