Universidade de Brasília - Un R

Universidade de Brasília - UnB Faculdade UnB Gama - FGA Curso de Engenharia de Energia

NITROCELULOSE A PARTIR DO BAGAÇO DE CANA

Autor: Murilo de Souza Barcelos Orientadora: Maria Del Pilar Hidalgo Falla

> Brasília, DF 2024



Murilo de Souza Barcelos

NITROCELULOSE A PARTIR DO BAGAÇO DE CANA

Monografia submetida ao curso de graduação em Engenharia de Energia da Universidade de Brasília, como requisito parcial para obtenção do Título de Bacharel em Engenharia de Energia.

Orientador: Prof.^a. Dra. Maria Del Pilar Hidalgo Falla

CIP – Catalogação Internacional da Publicação*

Barcelos, Murilo.

Nitrocelulose a partir do bagaço-de-cana / Murilo de Souza Barcelos. Brasília: UnB, 2024. 53 p. : il. ; 29,5 cm.

Monografia (Graduação) – Universidade de Brasília Faculdade do Gama, Brasília, 2024. Orientação: Maria Del Pilar.

 Nitrocelulose. 2. Biorrefinaria. 3. Celulose. Del Pilar, Maria. II. Título.

CDU Classificação



REGULAMENTO E NORMA PARA REDAÇÃO DE RELATÓRIOS DE PROJETOS DE GRADUAÇÃO FACULDADE DO GAMA – FGA

Murilo de Souza Barcelos

Monografia submetida como requisito parcial para obtenção do Título de Bacharel em Engenharia de Energia da Faculdade UnB Gama - FGA, da Universidade de Brasília, em 14/12/2023 apresentada e aprovada pela banca examinadora abaixo assinada:

Prof.^a Dr.^a Maria Del Pilar Hidalgo Falla, UnB/ FGA
Orientador

Prof. Dr.: Marcelo Bento da Silva, UnB/ FGA
Membro Convidado

Msc. Lays Furtado de Medeiros Souza Kataoka, UnB/ FGA

Membro Convidado

Brasília, DF 2024

AGRADECIMENTOS

Primeiro, quero agradecer à minha família por me incentivar nos melhores e piores momentos ao longo da minha trajetória antes e durante o meu período na faculdade, pelo total suporte que me foi dado para eu poder me esforçar ao máximo ao longo do curso e absorver os conteúdos ministrados.

À minha orientadora, Prof.^a. Maria Pilar, por lecionar a matéria de Biorrefinarias que me ajudou a definir a minha área de atuação profissional e por me proporcionar os melhores conselhos e referências.

Também não posso deixar de citar, especificamente, a minha mãe, Monica de Souza Barcelos, por me ajudar nas minhas horas de maior necessidade e por nunca desacreditar de mim, mesmo quando eu mesmo não acreditava.

À Faculdade do Gama, por me proporcionar a oportunidade de fazer um curso que, no começo, não fazia ideia de como seria e acabei me apaixonando.

Por último, quero agradecer a Deus por me manter firme nesta caminhada repleta de desafios, diversos desvios e muitos momentos em que a insegurança quase me venceu. Graças a Ele, pude superar todos eles.

RESUMO

Este trabalho possui o objetivo de produzir nitrocelulose a partir da celulose extraída do bagaço de cana-de-açúcar. A nitrocelulose, ou nitrato de celulose, é um dos derivados mais antigos da celulose e amplamente empregada em diversos setores industriais, como têxtil, vernizes e explosivos. Neste estudo, a nitrocelulose foi sintetizada utilizando processos de biorrefinaria. O processo de extração da celulose consistiu em aplicar o método de polpação com solução básica de hidróxido de sódio e branqueamento com hipoclorito de sódio e peróxido de hidrogênio, em seguida, submeteu-se à solução sulfonítrica para a obtenção da nitrocelulose. A hidrólise básica foi realizada com hidróxido de sódio em solução de concentração 5,16 mol/L em autoclave de temperatura de 120°C por 30min e o branqueamento feio com 3mL de ácido acético, 3g de hipoclorito de sódio e 20mL de peróxido de hidrogênio, enquanto, a nitração da celulose utilizou-se da solução sulfonítrica com ácido sulfúrico, nítrico e água na proporção, respectivamente, de 63%, 21% e 16%. Ao longo do estudo, foram utilizadas a técnica de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e a análise térmica (TG) para a caracterização e identificação do bagaço, da celulose e do nitrato de celulose. Os resultados obtidos com a FTIR e a TG auxiliaram na confirmação e obtenção do produto. O processo global demonstrou ser eficaz tanto na extração da celulose quanto na nitração e a síntese da nitrocelulose.

Palavras-chave: Celulose, Bagaço de Cana, Nitração, Biorrefinaria e Nitrato de celulose.

ABSTRACT

This work aims to produce nitrocellulose from cellulose extracted from sugarcane bagasse. Nitrocellulose, or cellulose nitrate, is one of the oldest cellulose derivatives and is widely used in various industrial sectors, such as textiles, varnishes, and explosives. Nitrocellulose was synthesized using biorefinery processes. The cellulose extraction process involved pulping with a sodium hydroxide solution and bleaching with sodium hypochlorite and hydrogen peroxide, followed by treatment with a sulfonitric solution to obtain nitrocellulose. The basic hydrolysis was carried out with sodium hydroxide in a 5.16 mol/L solution in an autoclave at 120°C for 30 minutes, and the bleaching was done with 3mL of acetic acid, 3g of sodium hypochlorite, and 20 mL of hydrogen peroxide, meanwhile, the nitration of celulose was caried out using sulfonitric solution with sulfuric acid, nitric acid and water in te proportions of 63%, 21% and 16%, respectively. The Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and thermogravimetric analysis (TGA) were used to characterize and identify the bagasse, cellulose, and nitrocellulose. The results obtained from FTIR and TGA confirm and validate the product. The overall process proved effective in both cellulose extraction and the nitration and synthesis of nitrocellulose.

Keywords: Cellulose, Sugarcane Bagasse, Nitration, Biorefinery, Cellulose Nitrate.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Amostra antes e depois do pré-tratamento	15
Figura 2 Estrutura da celulose	16
Figura 3 Estrutura da hemicelulose	17
Figura 4 Estrutura da lignina	17
Figura 5 Estrutura do Nitrato de Celulose.	18
Figura 6 Etapas da síntese da Nitrato de Celulose	20
Figura 7 Diagrama de equipamento para análises TGA	21
Figura 8 Diagrama de um biorrefino do bagaço à celulose	22
Figura 9 Diagrama da celulose ao nitrato de celulose	23
Figura 10 Autoclave	25
Figura 11 Polpa sendo filtrada à vácuo	26
Figura 12 Solução de NaOH 0,1 mol/L sob agitação magnética	27
Figura 13 Polpa lavada com água destilada e H ₂ O ₂	28
Figura 14 Polpa branqueada e seca	28
Figura 15 Fluxograma da nitração da celulose	29
Figura 16 Celulose sob ação da MSN	30
Figura 17 (A) Thermo Scientific Nicolet ISTM10 FT-IR Spectrometer. (B) Ace	ssório de
Refletância Difusa do Infravermelho com Transformada de Fourier (DRIF)	31
Figura 18 (A) Analisador Termogravimétrico Simultâneo SDT-600. (B) A	nalisador
aberto com os cadinhos	31
Figura 19 Amostra do BCA	32
Figura 20 Polpa após tratamento com NaOH	33
Figura 21 Polpa branqueada	34
Figura 22 Nitrocelulose	34
Figura 23 FTIR do bagaço	36
Figura 24 FTIR da polpa branqueada	38
Figura 25 FTIR da nitrocelulose	40
Figura 26 Análise TG-DSC do bagaço-de-cana	42
Figura 27 TGA-DSC da nitrocelulose	44
Figura 28 Curva TGA/DTG da nitrocelulose	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Processos de pré-tratamento da biomassa	15
Tabela 2 Tipos de Nitrato de Celulose	19
Tabela 3 Principais fatores que podem afetar as medidas de TGA	22
Tabela 4 Reagentes	23
Tabela 5 Equipamentos utilizados	24
Tabela 6 Teor de Umidade. Fonte: Autor, 2024	32
Tabela 8 Resultados da análise FTIR do bagaço da cana de açúcar	37
Tabela 9 Resultados da análise FTIR do branqueamento	39
Tabela 10 Resultado FTIR nitrocelulose	41

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 Nitração da Celulose	19
Equação 2 Cálculo do Teor de Umidade	.24
Equação 3 Nitração da Celulose	.29

Sumário

AGRA	ADECIMENTOS	5
RESU		
	TRACT	
	A DE FIGURAS	
	A DE TABELAS	
	A DE EQUAÇÕES	
1.	Introdução	
1.1	Objetivo	
1.2	Objetivos Específicos	
2.	Revisão da Literatura	14
2.1.	Definição de Biorrefinaria	
2.2.	Pré-Tratamento da BCA	
2.3.	Celulose	
2.4.	Hemicelulose e Lignina	
2.5.	Nitrato de Celulose	
2.6.	Obtenção do Nitrato de Celulose	
2.7.	Espectroscopia com infravermelho	
2.8.	Análise Termogravimétrica	
3.	Metodologia	
3.1.	Diagrama de Trabalho	
3.2.	Reagentes e método	
3.3.	Equipamentos	24
3.4.	Pré-tratamento físico da amostra	
3.5.	Teor de Umidade	
3.6.	Pré-tratamento químico da amostra	
3.7.	Branqueamento	
3.8. 3.9.	Síntese do Nitrato de Celulose	
3.10.	Espectroscopia FTIR	
4.	Resultados e Discussões	
٠. 4.1.	Pré-tratamento físico da amostra	
4.2.	Teor de Umidade	
4.3.	Pré-tratamento químico da amostra	
4.4.	Branqueamento	
4.5.	Nitração da celulose	
4.6.	Espectroscopia do Bagaço	
4.7.	Espectroscopia da celulose branqueada	
4.8.	Espectroscopia da nitrocelulose	
4.9.	Análise Térmica do Bagaço-de-cana	42
4.10	. Análise Térmica do Nitrato de Celulose	44
5.	Conclusão	46
	RÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	
— ! —		

1. Introdução

Após a crise do petróleo na década de 70, a comunidade internacional se viu obrigada a procurar outros meios para substituir a dependência tanto energética quanto industrial com relação aos combustíveis fósseis, especialmente o petróleo. Dessa forma, houve maiores investimentos na pesquisa de fontes alternativas, principalmente renovável, para que se suprisse esta carência. No Brasil, houve a criação do Proálcool, em 1975, que iniciou um dos maiores incentivos aos biocombustíveis no mundo, como consequência, houve o desenvolvimento das biorrefinarias. Estas que são um complexo industrial que possui capacidade de transformar biomassa, como a cana-de-açúcar, milho, soja etc., em outros produtos para os mais variados fins, seja comercial, farmacêutico, combustível ou alimentício.

Além disso, o complexo agroindustrial canavieiro representa a atividade econômica mais antiga do Brasil. A cana-de-açúcar, de suma importância para a economia brasileira, é cultivada em todo o território nacional. Contudo, os principais polos de produção encontram-se nas regiões Sudeste, Nordeste e Sul (LIMA, 2007).

Segundo o Balanço Energético Nacional (BEN) 2023, a biomassa corresponde cerca de 8,9% da matriz elétrica brasileira, com a principal fonte de biomassa o bagaço de cana. Enquanto, segundo o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE), em 2022 o Brasil produziu mais de 724 toneladas de cana-de-açúcar em 2022.

Contudo, o bagaço de cana-de-açúcar pode ser muito mais aproveitado para além de servir como fonte de energia ou combustível, por exemplo, utilizando processos de biorrefino pode se obter diversos produtos com diferentes usos e aplicações tanto na indústria quanto na área da agropecuária. Neste trabalho, o produto derivado da celulose abordado será o Nitrato de Celulose ou Nitrocelulose.

A obtenção da celulose envolve uma série de processos químicos destinados a isolar as fibras celulósicas, desmembrando a associação de hemicelulose, lignina e celulose presentes na biomassa. Isso é realizado por meio de métodos de prétratamento, os quais buscam superar as barreiras estruturais que prejudicam o rendimento do processo. Diversos tipos de pré-tratamento foram concebidos e testados com esse propósito. Entre as técnicas mais utilizadas e descritas na literatura, destacam-se os processos de polpação, como soda/antraquinona, sulfito, Kraft, organossolv e soda (SÁNCHEZ; CARDONA, 2008).

O processo de produção de Nitrato de Celulose consiste na reação de celulose de línter de algodão, com alto grau de pureza, com uma mistura de ácido nítrico e ácido sulfúrico, onde as hidroxilas da celulose são substituídas pelos grupos nitratos presentes no ácido nítrico. A partir daí são feitos processos de separação, purificação e classificação até chegar à Nitrato de Celulose, que posteriormente tem como destino a aplicação desejada (GARCIA, 2009).

Segundo Garcia (2009), a Nitrato de Celulose desempenhou um papel significativo na história mundial, sendo utilizada em uma variedade de aplicações, incluindo vernizes, tintas para automóveis, explosivos, propelentes e outros.

Em 2013, o mercado global de nitrocelulose atingiu aproximadamente 220 mil toneladas, correspondendo a cerca de 780 milhões de dólares. No Brasil, o consumo aparente foi de aproximadamente 14 mil toneladas, representando um mercado de cerca de 50 milhões de dólares. A produção nacional era liderada pela Empresa Nitro Química Brasileira, com uma capacidade produtiva de 38 mil toneladas por ano, sendo a segunda maior planta do mundo com uma participação de 17% na capacidade global. (Bain & Company, 2013).

As tintas à base de Nitrato de Celulose têm por características rápida absorção, rápida secagem e boa formação de filme, podendo assim ser utilizada não apenas pela indústria automobilística, mas também na formulação de tintas para impressão e esmaltes, além de vernizes para utilização em madeiras (SHREVE; BRINK, 1980).

1.1 Objetivo

Este trabalho tem como objetivo obter Nitrato de Celulose (NC), a partir do bagaço de cana-de-açúcar (BCA), utilizando a solução básica.

1.2 Objetivos Específicos

- Obter a celulose do BCA através do processo de polpação para remoção da lignina e a hemicelulose da estrutura da biomassa;
- Branqueamento da celulose;
- Caracterizar a celulose obtida;
- Sintetizar e caracterizar o NC;
- Avaliar o rendimento do processo.

2. Revisão da Literatura

2.1. Definição de Biorrefinaria

Biorrefinaria é um conceito com diversas formas, dependendo da literatura utilizada. Segundo Nali, Ribeiro e Hora (2016), biorrefinaria é um termo que, de maneira geral, descreve uma planta industrial de processamento que utiliza biomassa como matéria-prima. Apresenta processos e equipamentos altamente integrados e são capazes de produzir uma variedade de produtos de maior valor agregado, tais como combustíveis, energia e produtos químicos. Em certos aspectos, o conceito de biorrefinaria é análogo ao das refinarias petroquímicas, que fabricam ampla gama de produtos a partir do petróleo bruto.

Adicionalmente, biorrefinaria é uma instalação que integra uma variedade de processos de conversão de biomassa em biocombustíveis, insumos químicos, materiais, alimentos, rações e energia. Seu objetivo principal é otimizar o uso de recursos e minimizar os efluentes, buscando maximizar os benefícios e lucros. Estas instalações incorporam diferentes rotas de conversão, que podem ser bioquímicas, microbianas, químicas e termoquímicas, visando o melhor aproveitamento possível da biomassa e da energia que ela contém (EMBRAPA, 2012)

É importante destacar que o conceito de biorrefinaria é dinâmico e ainda está em desenvolvimento, não havendo modelos ou padrões consolidados até o momento. No entanto, existem exemplos práticos de biorrefinarias em funcionamento, como as usinas que produzem açúcar, etanol e eletricidade a partir da cana-de-açúcar, além das fábricas que processam soja para produzir óleo, rações, biodiesel e uma variedade de outros derivados.

2.2. Pré-Tratamento da BCA

O pré-tratamento é um processo pelo qual a matéria-prima passa para ocasionar o rompimento das estruturas cristalinas presentes na lignina e aumentar a área de superfície interna. Existem vários processos de pré-tratamento, que podem ser físicos e/ou químicos. Os químicos têm recebido maior atenção já que têm se demonstrado mais eficientes.

O pré-tratamento químico remove a lignina, sem degradar a celulose, e como consequência, tende a degradar parcialmente a hemicelulose (Bevilaqua, 2010). A Figura 1 demonstra como isso ocorre.

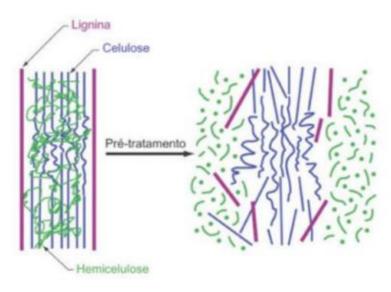


Figura 1 Amostra antes e depois do pré-tratamento. Fonte: SANTOS et al., 2012

O processo pode ser realizado por meio de diversas transformações, abrangendo processos físicos, como a moagem; processos físico-químicos, exemplificados pela explosão a vapor; abordagens químicas, tais como a hidrólise ácida sob condições suaves, a ozonólise ou deslignificação oxidativa; e, por fim, métodos biológicos, como os processos microbianos ou enzimáticos (PEREIRA JR., 2008) (HORTA NOGUEIRA, SEABRA, *et al.*, 2008). A Tabela 2 apresenta alguns dos pré-tratamentos mais utilizados.

Tabela 1 Processos de pré-tratamento da biomassa

Processo	Descrição	
Explosão de vapor	A biomassa triturada é tratada com vapor (saturado, 160°-260° C) seguido de uma rápida descompressão	
Hidrólise ácida	Por meio do uso de ácidos sulfúrico, clorídrico, ou nítrico, concentrados ou diluídos	
Hidrólise alcalina	Pelo uso de bases, como hidróxidos de sódio ou cálcio	
Organosolv	Uma mistura de um solvente orgânico (metanol, bioetanol e acetona, por exemplo) com um catalisador ácido (H ₂ SO ₄ , HCl) é usada para quebrar as ligações internas da lignina e da hemicelulose	
Explosão de vapor catalisada	Adição de H ₂ SO ₄ (ou SO ₄) ou CO ₂ na explosão de vapor pode aumentar a eficiência da hidrólise enzimática, diminuir a produção de compostos inibidores e promover uma remoção mais completa da hemicelulose	

Fonte: Adaptado de Horta Nogueira, SEABRA, et al., 2008

2.3. Celulose

A celulose é a substância que compõe a estrutura "esquelética" das plantas, responsável pela rigidez e firmeza destas. É um polímero formado por unidades de glicose unidas por átomos de oxigênio através de ligações químicas do tipo $\mbox{\ensuremath{\mathbb{G}}}$ 1 \rightarrow 4, conforme mostra a Figura 2.

Figura 2 Estrutura da celulose. Fonte: BEVILAQUA, 2010

Na composição da polpa de madeira, a celulose representa de 40 a 50% da massa, acompanhada pela lignina, que varia de 15 a 35%, e pela hemicelulose, presente em aproximadamente 25 a 40%. Devido à sua integração com outros componentes, é necessário realizar uma separação e purificação da celulose. Esse processo envolve uma etapa de tratamento químico intenso, denominado deslignificação, que ocorre sob condições controladas de temperatura e pressão. Em seguida, é realizado o branqueamento para alcançar os níveis de pureza e brancura desejados (AZEVEDO, 2011).

2.4. Hemicelulose e Lignina

Hemicelulose e Lignina são componentes importantes encontrados nos materiais lignocelulósicos. As hemiceluloses são heteropolissacarídeos que conferem elasticidade, flexibilidade e rigidez à parede celular, estando associadas tanto às microfibras de celulose quanto à lignina. Sua composição química e unidades de açúcares podem variar com base em vários fatores, incluindo a planta, tecido e condições de crescimento. Por outro lado, a lignina é um polímero amorfo que confere rigidez e resistência à parede celular, sendo a segunda macromolécula mais abundante nas biomassas lignocelulósicas. Sua estrutura heterogênea e organização

variável entre as espécies podem dificultar o processo de hidrólise enzimática, pois a lignina atua como uma barreira física para as enzimas, afetando a quantidade necessária para a hidrólise e dificultando a recuperação das enzimas após o processo.

Tanto a estrutura da hemicelulose quanto da lignina pode ser observada conforme as Figuras 3 e 4.

Figura 3 Estrutura da hemicelulose. Fonte: De Souza, 2012

Figura 4 Estrutura da lignina. Fonte: BEVILAQUA, 2010

2.5. Nitrato de Celulose

O Nitrato de Celulose, ou Nitrocelulose, é um éster de celulose com ácido nítrico, com ligações β (1 \rightarrow 4) entre os monômeros. A fórmula básica de nitrocelulose é $[C_6H_7O_2(OH)_{3-x}(ON2O)_x]_n$ onde "x" é número de grupos de hidroxilas a serem substituídas pelo grupo nitrato. (TABACOF, 2014).

Ela é produzida pela reação da celulose de algodão com ácido nítrico presente em uma mistura ácida. Essa mistura consiste em diferentes proporções de ácido sulfúrico e ácido nítrico dissolvidos em água (HERMANN; LUDWIGMETZ, 1959). Sua estrutura pode ser observada na Figura 5.

Figura 5 Estrutura do Nitrato de Celulose. Fonte: Canadas, 2022.

A nitrocelulose é amplamente utilizada em explosivos devido à alta energia gerada na sua decomposição e à grande liberação de gases. Por isso, é alvo de muitos estudos. (OSSA, *et al.* 2012).

Segundo Barcza (2021), a NC é considerada uma das resinas sintéticas mais antigas, sendo utilizada na fabricação de tintas e vernizes de alta performance. Sua produção teve início há mais de 160 anos, porém foi após a Primeira Guerra Mundial que ela passou a ser amplamente empregada na indústria de tintas.

O Nitrato de Celulose representou um avanço significativo no desenvolvimento da indústria mundial de tintas, popularizando as lacas automotivas e industriais. Essa resina proporciona acabamentos de fácil aplicação, secagem rápida e alto desempenho.

2.6. Obtenção do Nitrato de Celulose

Após a obtenção da celulose, as fibras irão reagir com uma mistura sulfonítrica composta por ácido nítrico, ácido sulfúrico e água. Essa reação de nitração da celulose ocorre conforme a Equação 1.

$$\begin{array}{c} C_6H_{10}O_5OH + HNO_3 \ \leftrightarrow \ C_6H_{10}O_5(ONO_2) + H_2O \\ \\ \text{Equação 1 Nitração da Celulose} \end{array}$$

A mistura entre ácido sulfúrico e ácido nítrico é resfriada à temperatura entre 15º e 40ºC e a pressão atmosférica, onde nessas condições, ocorre a nitração com duração aproximada de 25 minutos.

Segundo Faria (1994), o nitrato de celulose pode ser classificado quanto ao teor de nitrogênio, conforme demonstra a Tabela 2 abaixo:

Tabela 2 Tipos de Nitrato de Celulose

Nitrocelulose (% de Nitrogênio)	Uso
12,3 - 13,5	Pólvora sem fumaça
11,8 – 12,2	Filmes, vernizes e adesivos
11,20 – 11,7	Filmes e vernizes
10,6 – 11,2	Plástico e vernizes

Fonte: Adaptado de Faria, 1994

O processo de síntese do NC comercial pode ser mais bem observado conforme o esquema da Figura 6.

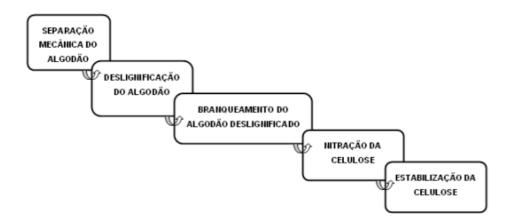


Figura 6 Etapas da síntese da Nitrato de Celulose. Fonte: Garcia, 2009.

Segundo Sales, (2013), nas reações para obtenção da nitrocelulose, também ocorrem reações de sulfonação que resultam na formação de produtos indesejados que precisam ser removidos. Entre esses produtos indesejados estão a hidrocelulose e a oxicelulose, que aumentam a instabilidade do produto. Para eliminar esses produtos, o NC é enviado para autoclaves, onde é garantida sua estabilidade. A autoclave opera em altas temperaturas, aproximadamente 140°C, e com pressão acima da pressão atmosférica. No processo final, ocorre a hidrólise do NC para reduzir sua viscosidade e peso molecular.

2.7. Espectroscopia com infravermelho

A radiação de infravermelho refere-se à parte do espectro eletromagnético situada entre as regiões visível e de micro-ondas. A região de maior aplicabilidade prática para moléculas orgânicas está limitada ao intervalo de ondas de 4000 a 500 cm⁻¹. O equipamento de infravermelho registra a absorbância ou transmitância em relação ao número de onda (em cm⁻¹) ou comprimento de onda (em μm) (SILVERSTEIN, 1991).

A técnica de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier é uma das técnicas mais utilizadas para caracterizar compostos orgânicos sintetizados e confirmar a formação dos produtos das reações, por meio das bandas características de certos grupos funcionais. A utilidade da espectroscopia no infravermelho reside no fato de que diferentes estruturas químicas (moléculas) produzem espectros distintos (THERMOFISHER, 2021).

2.8. Análise Termogravimétrica

A análise TGA é uma técnica utilizada para monitorar a mudança de massa de uma substância em função da temperatura (Leiva, *et al.*, 2006). Já a Termogravimetria Derivada (DTG) é simplesmente um arranjo matemático, onde a derivada da variação de massa em relação ao tempo (dm/dt) é registrada em função da temperatura ou do tempo. Em outras palavras, a DTG é a primeira derivada da TGA. (Denari e Cavalheiro, 2012).

Também segundo Denari e Cavalheiro, a técnica de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) monitora as variações de entalpia da amostra em comparação a um material de referência termicamente inerte, enquanto ambos são submetidos a uma programação de temperatura controlada.

Essas análises são empregadas para estudar a decomposição da nitrocelulose, permitindo determinar a energia de ativação da substância e a dosagem ideal para a adição de estabilizantes (TABACOF, 2014).

Para Denari e Cavalheiro (2012), pode-se afirmar que o aparelho de análise termogravimétrica é constituído por essência e por uma termobalança. O equipamento pode variar de configuração conforme o fabricante, mas os princípios de funcionamento são idênticos em todos os casos. A termobalança é um dispositivo que possibilita a pesagem contínua de uma amostra em relação à temperatura, ou seja, à medida que a amostra é aquecida ou resfriada.

A Figura 7 demonstra um diagrama genérico de um equipamento termogravimétrico.

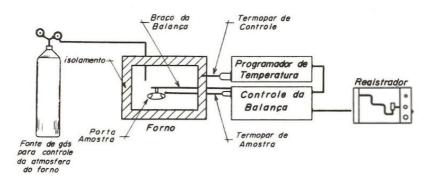


Figura 7 Diagrama de equipamento para análises TGA. Fonte: Denari e Cavalheiro (2012).

Geralmente, a taxa de aquecimento pode variar de 1°C por minuto até 100°C por minuto, dependendo do fabricante. A temperatura máxima depende do forno, podendo atingir até 2000°C. A sensibilidade é da ordem de 0,1 µg, normalmente com uma capacidade de até 1 g.

Os fatores mais comuns que podem afetar as medidas de TGA/DTG estão representados na Tabela 5.

Fatores Instrumentais	Fatores da Amostra	
Razão de aquecimento do forno	Quantidade de amostra	
Velocidade de registro (papel)	Solubilidade dos gases evolvidos	
Atmosfera do forno	Tamanho das partículas e calor de reação	
Geometria do suporte de amostra	a Empacotamento da amostra	

Tabela 3 Principais fatores que podem afetar as medidas de TGA

Fonte: Denari e Cavalheiro, 2012.

3. Metodologia

3.1. Diagrama de Trabalho

Os diagramas da Figuras 8 e 9 demonstram de forma ilustrativa os processos seguidos ao longo deste trabalho para nitração da celulose, a partir do bagaço de cana-de-açúcar.

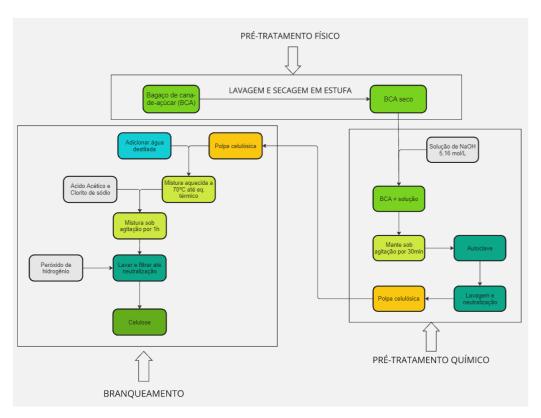


Figura 8 Diagrama de um biorrefino do bagaço à celulose. Fonte: Autor, 2024.

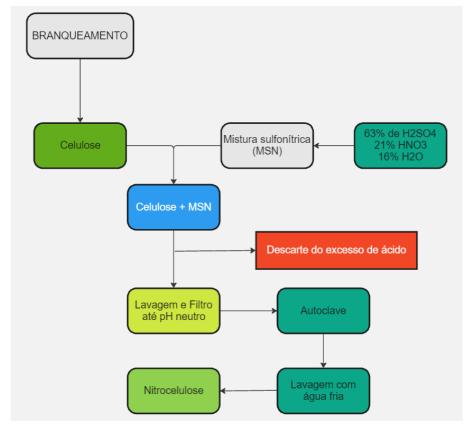


Figura 9 Diagrama da celulose ao nitrato de celulose. Fonte: Autor, 2024.

Todas as fases do processo foram descritas ao longo deste trabalho de forma mais detalhada e com os parâmetros utilizados durante a experimentação.

3.2. Reagentes e método

Para a realizar o experimento, foram utilizados água destilada e os reagentes apresentados na Tabela 3 abaixo.

Tabela 4 Reagentes

Reagentes	Fórmulas	Pureza
Hidróxido de Sódio	NaOH	98,5%
Clorito de Sódio	NaClO ₂	80%
Peróxido de Hidrogênio	H ₂ O ₂	50%
Ácido Acético	CH₃COOH	99,7%
Ácido Sulfúrico	H ₂ SO ₄	99%
Ácido Nítrico	HNO ₃	97%

Fonte: Autor, 2024.

3.3. Equipamentos

Os equipamentos utilizados na realização deste experimento estão disponíveis na Tabela 4.

Tabela 5 Equipamentos utilizados

Equipamento	Marca
Balança Analítica	Ohaus
Estufa	Solidsteed
Agitador Magnético	Biovera
Bomba à Vácuo	Vacuunbrand
Multiprocessador	Mondial
Autoclave	Stermax
Espectro Infravermelho	Thermo Scientific

Fonte: Autor, 2024.

3.4. Pré-tratamento físico da amostra

Para este trabalho, será utilizado o BCA coletado na pastelaria Viçosa da rodoviária do Plano Piloto, foi aplicado o método de extração de celulose a partir do bagaço fundamentado na metodologia (SILVA, 2014).

Primeiro, o BCA obtido foi exposto ao sol por 72h, triturado no multiprocessador e peneirado para melhor separação granulométrica.

3.5. Teor de Umidade

O teor de umidade foi determinado em duplicata. Inicialmente, a massa dos béqueres de 100 ml foi medida após estarem secos (M1). Em seguida, 16 g de bagaço foram pesados nos béqueres (M2) e colocados em uma estufa a 100°C por quatro horas, até atingir massa constante. Após esse período, as amostras foram pesadas novamente (M3). O cálculo para a obtenção do teor de umidade pode ser determinado a partir da Equação 2.

% Teor de Umidade =
$$\frac{(M2 - M3)}{(M2 - M1)} x100\%$$

Equação 2 Cálculo do Teor de Umidade

Onde:

M1= massa do béquer vazio (g)

M2= massa do BCA + M1 (g)

M3= massa do BCA seco +M1 (g)

3.6. Pré-tratamento químico da amostra

Utilizando um processo adaptado de Gonçalves (2021), foi preparada uma solução de NaOH com concentração de 5,16 mol/L. Após a preparo, 20g do BCA seco foram adicionados a 200 ml da solução concentrada de NaOH. A mistura foi então colocada em agitação magnética e manual, e aquecida a 60°C, com agitação por 30 minutos para garantir a homogeneização.

Em seguida, a amostra foi inserida em uma autoclave, como ilustrado na Figura 10, por aproximadamente 30 minutos, resultando na formação da mistura licor/fibra.



Figura 10 Autoclave. Fonte: Autor, 2024

Posteriormente, a amostra foi mantida em uma estufa a 160°C por 1 hora e depois resfriada à temperatura ambiente. Para separar a polpa do licor negro, a amostra foi filtrada a vácuo e lavada duas vezes com uma solução de NaOH a 1% para auxiliar na remoção da lignina, conforme mostrado na Figura 11. Em seguida, o material foi lavado com água destilada até alcançar um pH neutro (pH = 7).



Figura 11 Polpa sendo filtrada à vácuo. Fonte: Autor, 2024

3.7. Branqueamento

Segundo Gonçalves, 2021, para o processo de branqueamento deve-se adicionar 150 ml de água destilada e aquecer a 70º até atingir o equilíbrio térmico. Depois, adicionar 3 ml de ácido acético e 3g de hipoclorito de sódio (NaClO₂).

De forma adaptada, neste trabalho foi adicionado 200 ml de água destilada à polpa recém filtrada e submetida a agitação magnética a uma temperatura da 70°C, até atingir o equilíbrio térmico. Depois, adicionou-se uma solução de 3ml de ácido acético e 3g de NaClO₂. A mistura permaneceu em agitação por aproximadamente 1h e resfriada em banho de gelo. Após isso, a polpa foi lavada e filtrada à vácuo com água destilada até atingir o pH neutro.

Para a extração alcalina, preparou-se uma solução com 150ml de NaOH a 0,1mol/L, onde se adicionou a polpa sob agitação a temperatura ambiente por 90 minutos, conforme mostra a Figura 12.



Figura 12 Solução de NaOH 0,1 mol/L sob agitação magnética. Fonte: Autor, 2024

Após a extração, a polpa foi filtrada e submetida a lavagem adicional com 20 ml de H_2O_2 (50% v/v) para branquear a polpa. Em seguida, a amostra foi novamente filtrada e lavada com água destilada até atingir o pH neutro, Figuras 13 e 14. Por fim, a polpa branqueada resultante foi colocada em uma estufa a 60°C até atingir massa constante.



Figura 13 Polpa lavada com água destilada e H_2O_2 . Fonte: Autor, 2024.



Figura 14 Polpa branqueada e seca. Fonte: Autor, 2024

3.8. Síntese do Nitrato de Celulose

Para síntese do NC, este trabalho seguiu o modelo, adaptado, do Barcza que pode ser melhor observador conforme o fluxograma demonstrado na Figura 15.

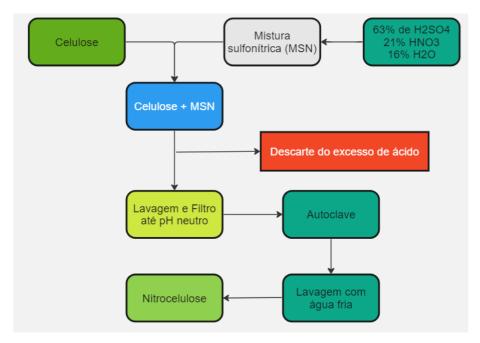


Figura 15 Fluxograma da nitração da celulose. Fonte: Autor, 2024

Inicialmente preparou-se mistura sulfonítrica (MSN), que consiste em uma solução aquosa de H₂SO₄ e HNO₃ na proporção 3:1 com adição de H₂O. Neste trabalho, utilizou-se 150mL de MSN, sendo na proporção de 63% de H₂SO₃, 21% de HNO₃ e 16% de H₂O. A MSN promove a esterificação dos grupos hidroxilas da celulose e a conversão no grupo nitro, conforme mostra a Equação 3.

$$C_6H_7O_2(OH)_3 + 3HNO_3 + H_2SO_4 \rightarrow C_6H_7(ONO_2)_3 + 3H_2O + H_2SO_4$$
 Equação 3 Nitração da Celulose

Como a MSN é uma reação extremamente exotérmica e volátil, para que a nitração ocorra é necessário que a solução seja submetida a um banho de gelo, com o objetivo de diminuir a temperatura para próximo dos 30°C. Após isso, se adiciona celulose à MSN para a nitração, mantendo-se o sistema sob agitação durante cerca de 25 minutos, neste processo foi utilizado um balão de fundo chato e 1g de material celulósico, conforme mostra a Figura 16.

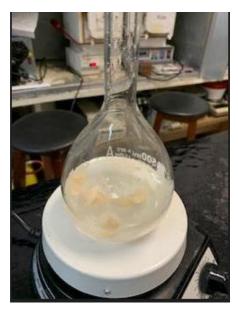


Figura 16 Celulose sob ação da MSN. Fonte: Autor, 2024

Na segunda etapa do processo, a solução de MSN e celulose foi adicionada à um béquer com 300mL de H₂O para diminuir a acidez da solução e submetê-la a filtragem e lavagem até atingir pH neutro.

Após isso, adicionou-se 100mL de H₂O a nitrato de celulose e manteve-se a temperatura de 98°C por 25 minutos. Este processo acontece para retirar o excesso de ácido nítrico presente nas fibras. Terminado o processo, levou-se a solução para a autoclave, com objetivo de estabilizar a nitrocelulose e eliminar subprodutos sulfonados oclusos na fibra. Por fim, o NC foi submetido a lavagem com água fria e filtrado a vácuo e seco a temperatura ambiente.

3.9. Espectroscopia FTIR

O equipamento utilizado foi o Espectrômetro FT-IR Thermo Scientific Nicolet ISTM10, conforme mostrado na Figura 15 (A), disponibilizado pelo Laboratório de Nanotecnologia (N-Tec) da Universidade de Brasília - Campus Gama. Para a análise de amostras sólidas, foi utilizado o acessório de Refletância Difusa de Infravermelho com Transformada de Fourier (DRIFT), como ilustrado na Figura 17 (B). Primeiramente, foi realizado o background com um disco de ouro. O acessório do porta amostras foi limpo com álcool e haste de algodão para remover qualquer impureza e, em seguida, uma pequena amostra do material foi colocada no

compartimento. Posteriormente, o acessório foi inserido no equipamento e o espectro foi adquirido (MARTIS, 2020).



Figura 17 (A) Thermo Scientific Nicolet ISTM10 FT-IR Spectrometer. (B) Acessório de Refletância Difusa do Infravermelho com Transformada de Fourier (DRIF). Fonte: Caetano Gonçalves, 2021.

3.10. Análise Termogravimétrica (TGA)

Neste trabalho, foi utilizado as técnicas de análise térmicas TGA, DTG e DSC com o equipamento SDT-Q600 (Analisador Termogravimétrico Simultâneo), conforme mostra na Figura 18.



Figura 18 (A) Analisador Termogravimétrico Simultâneo SDT-600. (B) Analisador aberto com os cadinhos. Fonte: Autor, 2024.

A taxa de aquecimento, para o estudo das amostras, foi estabelecida na razão de 10°C por minuto e manteve-se sob aquecimento até a estabilização da degradação das amostras. Ambas as análises estabilizaram na região de 600°C, com o tempo de aproximadamente 60min.

4. Resultados e Discussões

4.1. Pré-tratamento físico da amostra

A amostra foi submetida ao processo de secagem ao sol e trituração e apresentou a morfologia com diversas formas de tamanhos das fibras, conforme mostra a Figura 19.



Figura 19 Amostra do BCA. Fonte: Autor, 2024.

4.2. Teor de Umidade

O teor de umidade determinado conforme o item 3.4 foi realizado em duplicata, obtendo os resultados na Tabela 6 abaixo, assim como o resultado encontrado na literatura.

Amostra	Teor de umidade (%)	Referências
1	9,05%	Este trabalho
2	10,02%	Este trabalho
Valor médio	9,53%	Este trabalho
Literatura	9.96%	SILVA 2014

Tabela 6 Teor de Umidade. Fonte: Autor, 2024

Verifica-se que o teor de umidade resultante é menor do que o encontrado na literatura e vários fatores podem influenciar no resultado, como: clima, condições de armazenamento, coleta e moagem da cana. No entanto, o teor de umidade está dentro dos resultados esperados.

4.3. Pré-tratamento químico da amostra

No processo de pré-tratamento do BCA com NaOH 5,16 mol/L foi observado a separação da celulose (polpa) da lignina e a hemicelulose (licor negro), este licor pode ser observado na Figura 8. Abaixo, na Figura 20, observa-se que o material obtido após a polpação tem um aspecto amarelado, devido a frações de lignina residual que continuam ligadas fortemente à celulose. Por essa razão, é fundamental complementar esse método com o branqueamento.



Figura 20 Polpa após tratamento com NaOH. Fonte: Caetano Gonçalves, 2021.

4.4. Branqueamento

O uso do clorito de sódio e do H_2O_2 se mostrou eficiente na remoção do restante de lignina presente nas fibras da polpa celulósica e expôs totalmente a celulose. O resultado pode ser observado conforme mostra a Figura 21.



Figura 21 Polpa branqueada. Fonte: Autor, 2024

A quantidade de bagaço seco antes do pré-tratamento químico era de 22,379g e teve como resultado 15,744g. Dessa forma, o rendimento global da extração da lignina e hemicelulose foi de 70,35%.

4.5. Nitração da celulose

A nitração da celulose foi realizada utilizando 1g de celulose, seguindo o procedimento do item 3.7, descrito anteriormente, onde ocorreu conforme o esperado. O nitrato de celulose obtida pode ser observado pela Figura 22.



Figura 22 Nitrocelulose. Fonte: Autor, 2024.

Após o procedimento, o nitrato de celulose foi pesado e constatou-se a massa de 0,9314g. Dessa forma, o processo de nitração teve um rendimento de 93,14% e obteve um teor de nitrogênio de 10,9%.

Em aspectos físicos, o nitrato de celulose possui cor levemente amarelada e textura semelhante à celulose, porém mais áspera, conforme a literatura. Posteriormente foi realizado a caracterização com FTIR e análise TGA para confirmação da síntese da nitrocelulose.

4.6. Espectroscopia do Bagaço

A Figura 23 mostra o espectro FTIR obtido do BCA após a trituração, portanto, in natura.

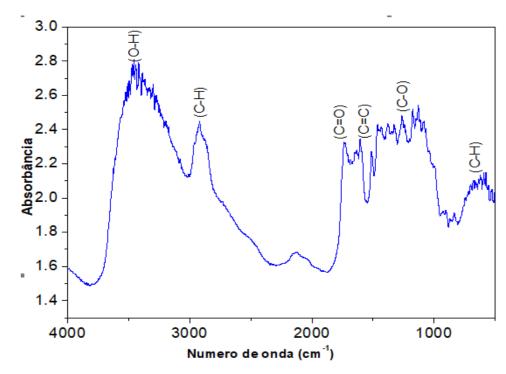


Figura 23 FTIR do bagaço. Fonte: Autor: 2024

Conforme o esperado, foram observadas as bandas características típicas das estruturas lignocelulósicas. Notou-se uma banda intensa e ampla na região de 3485 cm⁻¹ e outra banda de intensidade média em 1640 cm⁻¹, correspondentes às ligações O-H da água e das estruturas químicas dos componentes do BCA. As bandas nas regiões de 2924 cm⁻¹ e 2888 cm⁻¹ correspondem às vibrações de deformação axial do C-H, enquanto as vibrações de deformação angular do C-H foram observadas nas regiões de 1438 cm⁻¹ e 1373 cm⁻¹. A banda em 1745 cm⁻¹, típica da ligação C=O, é atribuída à hemicelulose, e na região de 1606 cm⁻¹ observou-se a banda correspondente à ligação C=C do anel aromático da lignina. Nas regiões de 1257 cm⁻¹, observaram-se bandas características da hemicelulose e celulosa, típicas da ligação C-O-C. Esses resultados, apresentados na Tabela 7, são próximos aos referenciados na literatura (SILVA, 2014).

Tabela 7 Resultados da análise FTIR do bagaço da cana de açúcar.

Frequência (cm ⁻¹)	Grupo Funcional
3443	Vibração de deformação axial O-H (Presente na celulose, lignina e hemicelulose)
2924 e 2888	Vibração de deformação axial CH ₃ , CH ₂ Ambos presentes na lignina e hemicelulose)
1745	Vibração de deformação axial C=O (Atribuído a lignina e hemicelulose)
1606	Vibração de deformação angular C=C do anel benzênico (presente na lignina)
1439 e 1373	Vibração de deformação angular CH ₂ e CH ₃ (Atribuído à celulose)
1257 e 1126	Vibração de deformação angular C-O-C (Característico da Hemicelulose e celulose)
667	Vibração de deformação angular C-H

Fonte: Autor, 2024

4.7. Espectroscopia da celulose branqueada

A celulose obtida no branqueamento foi submetida a espectroscopia seguindo o item 3.8 com o objetivo de analisar a retirada de lignina e hemicelulose da fibra. A Figura 24 mostra o espectro obtido na amostra.

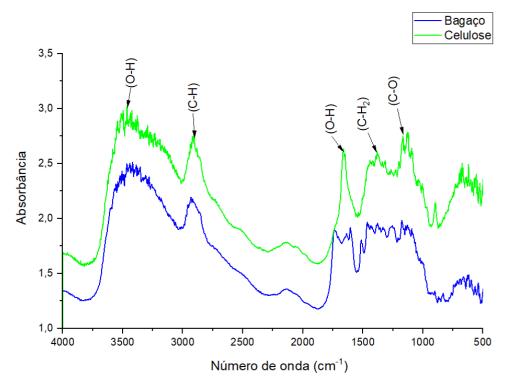


Figura 24 FTIR da polpa branqueada. Fonte: Autor, 2024

Observou-se uma banda intensa e ampla na região de 3456 cm⁻¹ e outra banda de intensidade média em 1651 cm⁻¹, correspondentes às ligações O-H da água e das estruturas químicas dos componentes do BCA. A banda de 2895 cm⁻¹ corresponde às vibrações de deformação axial do C-H, enquanto a vibração de deformação angular do C-H foi observada na região 1359 cm⁻¹. Além disso, a banda na região de 667 cm⁻¹ é atribuída à deformação angular de cadeia C-H da celulose. Na região de 1130 cm⁻¹, observou-se uma banda característica da ligação C-O-C da celulose. A banda em 1155 cm⁻¹ corresponde ao grupo funcional C-O, típico dos álcoois primários da celulose. Não foram observadas bandas correspondentes à hemicelulose (C=O na região de 1734 cm⁻¹) nem à lignina (C=C do anel aromático na região de 1606 cm⁻¹). Esses dados corroboram com a literatura (VASCONCELOS, 2020).

Na Tabela 8, pode se observar os resultados obtidos na FTIR para com a estrutura a celulose e os respectivos grupos funcionais encontrados.

Tabela 8- Resultados da análise FTIR do branqueamento.

Frequência (cm ⁻¹)	Grupo Funcional
3560 e 1651	Vibração de deformação axial O-H
2895	Vibração de deformação axial CH ₂
1359	Vibração deformação axial CH ₂ da celulose
1155	Vibração de deformação angular C-O
1130	Vibração de deformação angular C-O-C (Característico da celulose)
901	Vibração de deformação angular O-H (Característico da celulose)
667	Vibração de deformação angular C-H

Fonte: Autor, 2024

Diante dos resultados, pôde-se afirmar que o processo de obtenção da celulose ocorreu como esperado e foi possível seguir o processo e iniciar a nitração da celulose.

4.8. Espectroscopia da nitrocelulose

Seguindo o procedimento do item 3.8, o nitrato de celulose obtido foi submetido ao FTIR que pode ser observado na Figura 25.

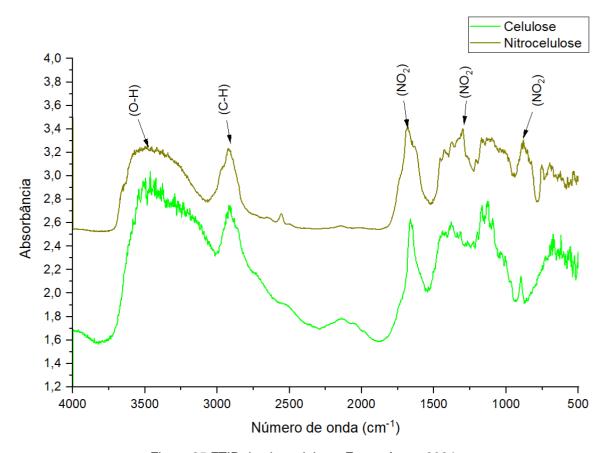


Figura 25 FTIR da nitrocelulose. Fonte: Autor, 2024

Observou-se uma banda intensa na região 3428 cm⁻¹ caracterizando a presença de umidade, que também foi evidenciada na análise térmica. A banda de 2928 cm⁻¹ atribuído a vibração de deformação axial do C-H, enquanto na região de 1478 cm⁻¹ foi observada a deformação angular do C-H. Os três grupos nitratos podem ser observados nas regiões 1679 cm⁻¹, 1285 cm⁻¹ e 883 cm⁻¹, eles são a principal característica da nitrocelulose, substituindo os grupos hidroxilas nos monômeros. Na banda de 1143 cm⁻¹ tem-se à ligação C-O, um éster saturado e a deformação "*rocking*" na região 724 cm⁻¹. A Tabela 9 mostra de forma mais prática o resultado obtido.

Tabela 9 Resultado FTIR nitrocelulose

Frequência (cm ⁻¹)	Grupo Funcional
3428	Vibração de deformação axial do grupo O-H associado à presença de água
2928	Vibração de deformação axial CH ₃ , CH ₂
1679	Vibração deformação axial assimétrica de NO2
1478	Vibração de deformação angular C-H
1285	Vibração deformação axial assimétrica e simétrica de NO ₂
1143	Vibração de deformação angular C-O
883	Vibração deformação axial simétrica de NO ₂
754	Vibração de deformação <i>rocking</i> de C-H

Fonte: Autor, 2024

4.9. Análise Térmica do Bagaço-de-cana

A análise do comportamento térmico do bagaço-de-cana *in natura* foi realizada seguindo os métodos do item 3.9, utilizando 12,2740 mg de bagaço como amostra. O resultado obtido da TGA-DSC pode ser observado na Figura 26.

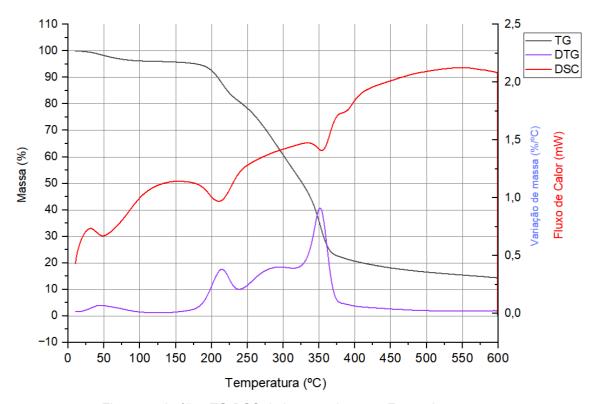


Figura 26 Análise TG-DSC do bagaço-de-cana. Fonte: Autor, 2024

Durante a análise observou-se a degradação da amostra em 4 estágios de perda de massa, relativos à umidade, hemicelulose, celulose e lignina.

Segundo Santos (2011), o primeiro estágio, corresponde à evaporação da umidade residual; o segundo estágio corresponde a degradação da hemicelulose e o início da degradação da celulose; o terceiro estágio se refere ao fim da degradação da hemicelulose, predominância da celulose e início da lignina e, por fim, o quarto estágio se refere ao término da celulose e a degradação da lignina.

A degradação térmica da hemicelulose se inicia em temperaturas abaixo de 230º e perdura até entre 260ºC e 290Cº. A partir de 230ºC, a celulose começa a sofrer degradação térmica. A predominância da decomposição da celulose perdura até

320°C e começa a degradação térmica da lignina. Esta torna-se predominante a partir de 390°C e pode se considerar terminada por volta de 460°C (Santos, et al. 2011)

A curva DSC mostra que a degradação térmica do bagaço-de-cana possui caráter endotérmico devido ao grande consumo de energia para a quebra das ligações químicas, o pico endotérmico evidencia a presença de celulose. (Leão, 2016).

Além disso, o comportamento da degradação térmica do bagaço corresponde aos resultados obtidos pela Leão (2016) na qual também evidência o comportamento da TG do bagaço.

4.10. Análise Térmica do Nitrato de Celulose

A análise térmica do nitrato de celulose foi realizada seguindo os métodos do item 3.9, utilizando cerca de 13,3390 mg de nitrocelulose como amostra para o teste. O resultado obtido da TGA-DSC pode ser observado na Figura 27.

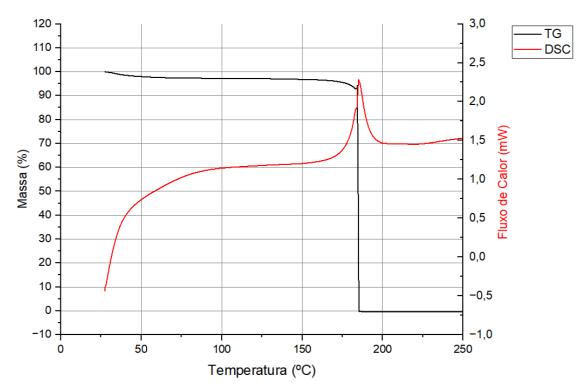


Figura 27 TGA-DSC da nitrocelulose. Fonte: Autor, 2024.

Conforme descrito na FTRI, foi percebida a presença de umidade na nitrocelulose, esta presença pode ser observada no declínio significativo da massa inicial até a região da temperatura 100°C. Dessa forma, cerca de 4% o que confirma a presença de água na amostra, como evidenciado no FTIR. Após a evaporação da umidade, a massa manteve-se com pouca variação até atingir a degradação.

Segundo Tabacof (2014), a degradação da nitrocelulose comercial tende a aparecer na temperatura de 192°C, possui uma queda acentuada da massa enquanto ocorre alta liberação de calor e termina na região de 196°. O resultado da amostra seguiu o mesmo padrão do comportamento térmico, contudo, a amostra começou a se degradar a 184°C e terminou a degradação a 185°C, um desvio de 8°C em relação à literatura. A curva DSC mostra que o fenômeno é exotérmico com grande liberação

de calor, como era esperado. A Figura 28 demonstra o comportamento térmico da nitrocelulose comercial.

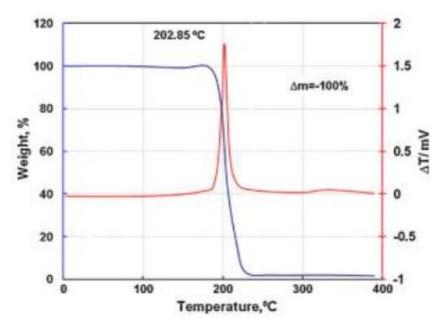


Figura 28 Curva TGA/DTG da nitrocelulose. Fonte: TABACOF, 2014.

Este resultado diverge do padrão da nitrocelulose comercial, contudo, a celulose obtida neste trabalho advém de uma matéria prima diferente da comercial, um do bagaço-de-cana e outro do línter de algodão, o que interfere na estabilidade do produto e, por consequência, no comportamento térmico.

5. Conclusão

Neste trabalho foi apresentado o processo de extração da celulose a partir do bagaço-de-cana, partindo do bagaço *in natura*, tratada com a solução de hidróxido de sódio, até o branqueamento das fibras.

Diante dos resultados obtidos ao longo do trabalho, algumas conclusões puderam ser obtidas:

- O pré-tratamento químico utilizando solução básica de NaOH foi eficiente na separação da polpa celulósica, do licor negro (lignina e hemicelulose).
- O processo de branqueamento da polpa utilizando ácido acético, clorito de sódio e H_2O_2 se mostrou eficiente. As análises químicas e espectros FTIR realizadas na polpa branqueada e na amostra de bagaço apresentaram as bandas esperadas de celulose conforme a literatura. Assim, a polpa obtida é adequada para obtenção da nitrocelulose.
- A técnica de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foi uma ferramenta crucial neste estudo, assim como a análise térmica (TG). Pois, através dos espectros obtidos no FTIR foi possível a observação dos grupos funcionais das estruturas químicas características nas amostras analisadas: bagaço de cana, polpa branqueada e nitrocelulose. Enquanto a técnica de análise TG permitiu observar e analisar o comportamento térmico do bagaço e do Nitrato de Celulose e, assim, confirmar a síntese do derivado da celulose.
- A síntese da nitrocelulose foi eficiente como foi demonstrado no espectro infravermelho, onde há uma mudança significativa de perfil no aparecimento da banda característica entre a regiões de 1679 e 883 cm⁻¹, representativos vibracionais assimétricos do grupo funcional nitro que substituiu as hidroxilas da celulose. Porém, a hidroxila observada no FTIR se deve a umidade, o que foi evidenciado na análise térmica na amostra após a sua síntese.
- A análise térmica da nitrocelulose sintetizada demonstrou o mesmo padrão de comportamento, apesar da degradação estar deslocada a uma temperatura mais baixa. Apesar disso, a nitrocelulose obtida possui teor de nitrogênio em 10,9% sendo adequada para ser utilizada para produção de vernizes e tintas.
- Por fim, com os resultados obtidos conseguimos atingir os objetivos propostos para o trabalho, estes sendo a obtenção da celulose a partir do bagaço e síntese da nitrocelulose, a caracterização de ambos e avaliação de todo o processo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1. EMPRESA DE PESQUISA ENERGÉTICA (EPE). BEN Balanço Energético Nacional: Síntese 2023. Disponível em: https://www.epe.gov.br/sites-pt/publicacoes-dados-abertos/publicacoes/PublicacoesArquivos/publicacao-748/topico-681/BEN_S%C3%ADntese_2023_PT.pdf. Acesso em: 12 de novembro de 2023.
- 2. HORTA NOGUEIRA, L. A. et al. **Bioetanol de cana-de-açúcar: energia para** o desenvolvimento sustentável. 1ª Edição. ed. Rio de Janeiro: coordenação BNDES e CGEE, 2008.
- 3. EMILIA NEVES SANTOS, Victoria. PROPOSTA METODOLÓGICA PARA CRIAÇÃO DE BIORREFINARIA DE BAGAÇO DE CANA PRODUTORA DE BIOPLATAFORMAS QUÍMICAS: UM ENSAIO PRELIMINAR COMO PARTE DE UM DE SISTEMA DE SIMBIOSE INDUSTRIAL EM CAMPOS DOS GOYTACAZES-RJ. Rio de Janeiro, 2013.
- 4. BALCONI BEVILAQUA, DAINANE. PRODUÇÃO DE ÁCIDO LEVULÍNICO POR MEIO DE HIDRÓLISE ÁCIDA DA CASCA ARROZ. 2010. 81p. Dissertação de Mestrado em Química Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS.
- **5.** PEREIRA JR., N. **Biomass of lignocellulosic composition for fuel ethanol production within the context of biorefinery**. 1st. ed. Rio de Janeiro: Escola de Química/UFRJ, v. 2, 2008. ISBN 978-85-903967-3-4.
- 6. SÁNCHEZ, O. J.; CARDONA, C. A. Trends in biotechnological production of fuel ethanol from different feedstocks. Bioresource Technology. vol. 99, p. 5270 5295, 2008.
- 7. PEREIRA JR., N.; BON, E. P. D. S.; FERRARA, M. A. **TECNOLOGIA DE BIOPROCESSOS**. Rio de Janeiro: [s.n.], v. volume 1, 2008. SÉRIES EM BIOTECNOLOGIA.
- 8. CAETANO GONÇALVES, Luiza C. Obtenção da Carboximetilcelulose a Partir do Bagaço de Cana de Açúcar para Aplicação em Fluidos de Perfuração de Petróleo. Monografia de Graduação em Engenharia de Energia Universidade de Brasília, Brasília, DF.

- 9. SANTOS, F.A. Avaliação do pré-tratamento hidrotérmico de palhas de cana de açúcar para produção de etanol de segunda geração. 2013. 94f. Tese (Doutorado) Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2013.
- **10.** SANTOS; QUEIRÓZ; COLODETTE; FERNANDES; GUIMARÃES; REZENDE, **Potencial da palha de cana-de-açúcar para produção de etanol**. Viçosa, Minas Gerais. Universidade Federal de Viçosa. Viçosa/MG, 2012.
- 11. SILVA.L. Aproveitamento sustentável do bagaço de cana de açúcar para obtenção do acetato de celulose. Dissertação de mestrado. UFRN. Natal/RN, 2014.
- **12.** HERMANN, K.; LUDWIGMETZ. **Examen quimico de las materias explosivas**. Madrid. 1959. p. 303-315
- 13. EMBRAPA. Biorrefinaria integrada à indústria de celulose no Brasil: oportunidades e desafios. Disponível em: https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/908142/1/biorrefinariamodifica doweb.pdf. Acesso em: mai 2024.
- **14.** Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE). **Cana-de-Açúcar**. Disponível em: https://www.ibge.gov.br/explica/producao-agropecuaria/cana-de-acucar/br. Acesso em: 25 abr. 2024.
- **15.** Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA). **Séries Históricas.** Disponível em: https://www.embrapa.br/agencia-de-informacao-tecnologica/cultivos/cana/pre-producao/socioeconomia/estatisticas/series-historicas#:~:text=O%20Brasil%20%C3%A9%2C%20atualmente%2C%20o,maior%2 0exportador%20mundial%20de%20a%C3%A7%C3%BAcar. Acesso em: 25 abr. 2024.
- **16.** FARIA, Luís Fernando Figueiredo. **Preparação de nitrato de celulose a partir de bagaço de cana-de-açúcar**. Dissertação de mestrado Engenharia de Materiais. USP. Lorena/SP, 1994.
- 17. NALI, Eduardo Christensen; RIBEIRO, Leonardo Brandão Nader Magliano; HORA, André Barros da. Biorrefinaria integrada à indústria de celulose no Brasil: oportunidade ou necessidade? BNDES, Rio de Janeiro, 2016.
- 18. CLAUDINO, Guilherme William Machado. Processos de Preparação de Celulose para a Obtenção de Nitrato de Celulose. Monografia de Engenharia Química, Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo. Lorena/SP, 2014.

- 19. GARCIA, W. V. Determinação da dinâmica de nitrogênio no solo por coluna de lixiviação resultante do descarte de efluentes provenientes de uma indústria de Nitrato de Celulose da região do Vale do Rio Paraíba do Sul. 2009. 143f. Dissertação (Mestrado Biotecnologia Industrial). Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2009.
- **20.** SHREVE, R. N.; BRINK, J. A. **Indústria dos Processos Químicos**. Rio de janeiro. Editora Ltc, ed. 4ª, United States. 1980.
- **21.** AZEVEDO, M. A. B. **Diferentes processos de branqueamento da celulose e seus efeitos nas propriedades físicas e cristalinidade**. 2011. 181f. Tese (Doutor em Ciências Química). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.
- 22. SANTOS, L. F. Sistema de lodos ativados aplicado no tratamento de efluentes oriundos das etapas de fabricação de Nitrato de Celulose. 2001. 103 f. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia Industrial). Departamento de Biotecnologia, Lorena, 2001.
- 23. SALES, C. A.: Reuso de água e energia em uma planta de Nitrato de Celulose. 2013. 85f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2013.
- **24.** BARCZA, Marcos Villela. **Nitrocelulose, Nitroglicerina, Tetranitrato de pentaeritritol, Nitroparafinas**. São Paulo. Disponível em: Nitrocel Nitroglic NitroPen 2S 2014 (usp.br). Acesso em: 30 abr. 2024.
- **25.** BARCZA, Marcos Villela. **Processos Industriais De Nitração**: Nitrobenzeno, Nitroparafinas, Nitrocelulose Tetranitrato De Pentaeritritol (Nitropenta). São Paulo. Disponível em: Processos Unitários Orgânicos PU191 (usp.br). Acesso em: 02 mai. 2024.
- **26.** SILVERSTEIN R.M. BASSLER, G. M. T. **Spectrometric identification of organic compounds**. United States: John Wiley and Sons, 1991.
- **27.** THERMOFISHER, **Thermo Scientific Nicolet ISTM10 FT-IR Spectrometer**. Disponível em: https://www.thermofisher.com. Acesso em: 07. mai. 2024.
- 28. VASCONCELOS, Grazielly Maria Didier de. et al. **Produção e caracterização** de celulose pela Glucanoacetobacter hansenii em meio contendo glicose ou manitol. Revista Matéria, v. 25, n. 04, 11 dez. 2020.

- 29. LIMA, C. L; COSTA, L. F. Considerações sobre o setor sucroalcooleiro no Brasil e na Bahia. Rev Desenbahia 2007.
- **30.** DE SOUZA, Fúlvio Rafael Bento. **Síntese e Caracterização de Hemiceluloses Catiônicas a partir do reaproveitamento da palha de milho**. 2016. Dissertação (Mestrado em Química), Universidade Federal de Uberlândia, 2012.
- 31. MESQUITA, Marcelo David. Síntese de uma nova tinta condutiva para circuitos de micro-ondas impressos sobre substrato de vidro e fibra de vidro. 2019. Dissertação (Doutorado em Ciências), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2019.
- **32.** TABACOF, Adam. **A ESTABILIDADE TÉRMICA DE MASSA FUMÍGENA AMARELA.** 2014. Dissertação (Mestrado em Ciências), Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2014.
- **33.** LIN, C. P., CHANG, Y. M., GUPTA, J. P., et al., **Comparisons of TGA and DSC Approaches to Evaluate Nitrocellulose Thermal Degradation Energy and Stabilizer Efficiencies.** Process Safety and Environmental Protection, v. 88, pp. 413-419, 2010.
- **34.** OSSA, M., TORRE, M., RUIZ, C., **Nitrocellulose in Propellants: Charactiristics and Thermal Properties**, In: Advances in Material Science Research, v. 7, Nova Science Publishers, Inc., pp. 201-220, 2012.
- 35. LEIVA, Cecilia Rocío Morales, CRNKOVIC, Paula Manoel e DOS SANTOS, Antonio Moreira. O EMPREGO DA TERMOGRAVIMETRIA PARA DETERMINAR A ENERGIA DE ATIVAÇÃO DO PROCESSO DE COMBUSTÃO DE ÓLEOS COMBUSTÍVEIS. Química Nova, Vol. 29, Nº 5, 2006.
- **36.** DENARI, Gabriela Bueno; CAVALHEIRO, Éder Tadeu Gomes. **Princípios e Aplicações de Análise Térmica**. São Carlos: Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, 2012.
- 37. Bain & Company. (2014). 18a Chamada Pública FEP Prospec Setor Químicos e Celulose. Disponível em: https://www.bndes.gov.br/wps/wcm/connect/site/47d34c12-ecb5-40ad-a77f-104d78339820/18_chamada_publica_FEPprospec0311_Quimicos_Relat4_celulose. pdf?MOD=AJPERES&CACHEID=ROOTWORKSPACE.Z18_7QGCHA41LORVA0AH O1SIO51085-47d34c12-ecb5-40ad-a77f-104d78339820-lz-J8j4. Acesso em: 16 de junho de 2024.

- **38.** SANTOS, Moacyr L. dos; LIMA, Omar J. de; NASSAR, Eduardo J.; CIUFFI, Katia J.; CALEFI, Paulo S. **Estudo das condições de estocagem do bagaço de cana-de-açúcar por análise térmica**. *Química Nova*, v. 34, n. 3, p. 507-511, 2011.
- **39.** CANADAS, Luís Filipe Teixeira. **Caracterização Cinética de uma Pólvora Envelhecida Aceleradamente**. 2022. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) Universidade de Coimbra, Coimbra, 2022.
- 40. LEÃO, Miranda. ANÁLISE AMBIENTAL E TÉCNICA PARA A OBTENÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE DE BAGAÇO DA CANA-DEAÇÚCAR APLICADOS EM NANOCOMPÓSITOS. 2016. Dissertação (Doutorado em Ciências Mecânicas) Universidade de Brasília, Brasília, 2016.