

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE BELAS ARTES
CURSO DE CONSERVAÇÃO E RESTAURAÇÃO DE BENS CULTURAIS MÓVEIS

Juliana Carvalho Leite

**NANOPARTÍCULAS DE METAIS ALCALINOS TERROSOS ANCORADAS EM
NANOCELULOSE PARA A SIMULTÂNEA DESACIDIFICAÇÃO E
CONSOLIDAÇÃO DE BENS CULTURAIS EM PAPEL**

Belo Horizonte – MG

2025

Juliana Carvalho Leite

**NANOPARTÍCULAS DE METAIS ALCALINOS TERROSOS ANCORADAS EM
NANOCELULOSE PARA A SIMULTÂNEA DESACIDIFICAÇÃO E
CONSOLIDAÇÃO DE BENS CULTURAIS EM PAPEL**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como parte dos requisitos para obtenção do título de bacharel em Conservação e Restauração de Bens Culturais Móveis, do Curso de Conservação e Restauração de Bens Culturais Móveis da Escola de Belas Artes da Universidade Federal de Minas Gerais.

Orientadora: Profa. Dra. Camilla Henriques Maia de Camargos

Belo Horizonte – MG

2025

Ficha de identificação da obra

A ficha de identificação é elaborada pela Biblioteca.



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE BELAS ARTES
COLEGIADO DO CURSO DE GRADUAÇÃO EM
CONSERVAÇÃO E RESTAURAÇÃO DE BENS CULTURAIS MÓVEIS

FOLHA DE APROVAÇÃO

**"Nanopartículas de metais alcalinos terrosos ancoradas em nanocelulose para a simultânea
desacidificação e consolidação de bens culturais em papel"**

(Título do Trabalho de Conclusão de Curso - TCC)

Juliana Carvalho Leite

(Discente)

Trabalho de Conclusão de Curso submetido à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Curso de Graduação em Conservação e Restauração de Bens Culturais Móveis, como requisito para obtenção do título de Bacharel em Conservação e Restauração de Bens Culturais Móveis, aprovado em 01/07/2027 pela banca constituída pelos membros:

Orientador(a): Samilla Henriques Maia de Camargo

Examinador(a): [Assinatura]

Examinador(a): [Assinatura]

Belo Horizonte, 01 de julho de 2026.

Este trabalho é dedicado aos meus pais, Ana Cristina e Eduardo.

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Profa. Dra. Camilla Camargos, sua presença dedicada, carinhosa e compreensiva e sua paixão pela profissão foram essenciais para minha formação e para a elaboração deste trabalho.

Ao Laboratório de Ciência da Conservação, pela disponibilização do equipamento de ATR-FTIR.

Às minhas colegas de graduação, e agora de profissão, por estarem ao meu lado, compartilhando conquistas, crises e risadas. Em especial, Iasmim, Natália, Thais e Vitória.

Ao Arquivo Público da Cidade de Belo Horizonte (APCBH) onde vivi uma etapa importantíssima da minha formação. Sou grata, principalmente, a Demilson que foi um pilar em minha formação profissional. Obrigada pelo acolhimento, pela paciência, pela confiança, pelas conversas e por todos os ensinamentos compartilhados com tanta generosidade.

Ao Tribunal de Justiça de Minas Gerais (TJMG), agradeço a todos os colegas e supervisores, em especial a Denise e Rafaela, pela empatia, compreensão e pela oportunidade de estágio, que foi uma experiência enriquecedora, ainda que curta.

Aos meus tios de coração, Ivan e Zely, que cederam sua casa e tornaram possível a minha formação, minha mais profunda gratidão.

Ao meu amor, Gustavo, que esteve comigo transmitindo calma em todos os momentos de ansiedade durante a produção deste trabalho. Eu te amo profundamente, obrigada por todo carinho e por sempre acreditar na minha capacidade.

E finalmente, à minha família, principalmente aos meus pais Eduardo e Ana Cristina. Hoje, ao ver tudo o que conquistei, não posso deixar de pensar em todos os sacrifícios e desafios enfrentados para que eu chegasse até aqui.

Vocês foram meu alicerce, minha força e minha inspiração. Obrigado por cada “capricha”, cada colo, incentivo e puxão de orelha e por estarem sempre comigo.

Eu os amo imensamente, e essa conquista é nossa.

“We are the caretakers of the artwork for one short moment in its history, a history that began before us, passes through us, and continues into an unforeseeable future.”

“Somos os guardiões da obra por um breve momento de sua história, uma história que começou antes de nós, passa por nós e continua em um futuro imprevisível.”

(BRÜCKLE, 2001)

RESUMO

A acidez e a fragilização mecânica de bens culturais em papel constituem desafios recorrentes para a conservação-restauração, especialmente quando os tratamentos aquosos tradicionais oferecem riscos ao suporte e as alternativas comerciais não aquosas apresentam custo elevado. Este trabalho de conclusão de curso teve como objetivo desenvolver uma abordagem segura, acessível e eficiente para a desacidificação e consolidação de bens culturais em papel, utilizando dispersões de nanomateriais híbridos, baseados em nanopartículas de metais alcalinos terrosos, isto é, hidróxido de magnésio, $Mg(OH)_2$, para a simultânea desacidificação e consolidação de bens culturais sobre papel. A pesquisa partiu da necessidade de desenvolver alternativas aos tratamentos aquosos tradicionais, reconhecendo os riscos e limitações associados, e o alto custo das alternativas não-aquosas, como o Bookkeeper®.

Palavras-chave: Nanopartículas. Patrimônio cultural. Desacidificação. Consolidação. Documentos gráficos. Nanocelulose.

ABSTRACT

Acidity and mechanical weakening of paper-based cultural heritage are recurring challenges in conservation-restoration, particularly because traditional aqueous treatments may pose risks to the paper substrate, while commercial non-aqueous alternatives are often expensive. This thesis aimed to develop a safe, accessible, and effective approach for the simultaneous deacidification and consolidation of paper-based cultural heritage using hybrid nanomaterial dispersions based on alkaline earth metal nanoparticles, specifically magnesium hydroxide ($\text{Mg}(\text{OH})_2$). The study was motivated by the need to develop alternatives to conventional aqueous treatments, considering their associated limitations and risks, as well as the high cost of commercially available non-aqueous products, such as Bookkeeper®.

Keywords: Nanoparticles. Cultural heritage. Deacidification. Consolidation. Graphic documents. Nanocellulose.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Suporte ácido.	13
Figura 2: Representação da área superficial de um material em diferentes escalas.	15
Figura 3: Morfologia e tamanhos médios de CNF extraídas de resíduo agro-industrial.	18
Figura 4: Materiais utilizados para o preparo das nanopartículas de Ca(OH)_2 ancoradas em CNFs.	19
Figura 5: teste para verificar presença de cloreto.	20
Figura 6: Efeito Tyndall.	21
Figura 7: Preparo da suspensão de CNF/ Mg(OH)_2 .	22
Figura 8: A) Protótipo A - papel de trapo; B) Protótipo B - papel de madeira.	23
Figura 9: Aplicação das nanopartículas nas áreas demarcadas	23
Figura 10: Amostras enviadas ao centro de microscopia da UFMG.	25
Figura 11: Preparo da amostra de CNF/ Mg(OH)_2 para a realização de MEV.	25
Figura 12: Esquematização das amostras de protótipos tratados com o nanomaterial híbrido. Fonte: Elaboração própria.	26
Figura 13: espectrofotômetro Bruker ALPHA, equipado com acessório ATR de cristal de diamante.	26
Figura 14: medidas de parâmetros colorimétricos.	27
Figura 15: modelo de cor CIELAB.	27
Figura 16: sistema adaptado para realização do ensaio mecânico de tração.	29
Figura 17: corpos de prova utilizados para exame de dobrabilidade.	30
Figura 18: Área esbranquiçada após aplicação da dispersão em álcool isopropílico.	32
Figura 19: Grumos macroscópicos decantados.	32
Figura 20: Comparação da suspensão de (1) CNF/ Mg(OH)_2 ; (2) CNF/ Ca(OH)_2 após o processo de filtração.	33
Figura 21: Imagens de MEV de CNF/ Mg(OH)_2 .	34
Figura 22: Espectros de ATR-FTIR para amostras de CNF e CNF/ Mg(OH)_2	35
Figura 23: Gráfico da variação do pH nos protótipos.	37
Figura 24: Gráfico da variação nos parâmetros colorimétricos.	38
Figura 25: Imagens de MEV comparando protótipos sem e com nanomaterial híbrido na superfície.	39
Figura 26: Gráfico da média da força-peso mensurada no ensaio mecânico de tração adaptado.	40
Figura 25: Gráfico da variação da dobrabilidade relativa dos protótipos.	41

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CNF: nanofibrilas de celulose

CaCl₂: Cloreto de cálcio

Ca(OH)₂: Hidróxido de cálcio

ATR-FTIR: Espectroscopia de Absorção no Infravermelho em Modo de Reflectância Total Atenuada

GP: Grau de Polimerização

LaGrafi: Laboratório de Conservação-Restauração de Documentos Gráficos e Fílmicos

LaQuiMoBio: Laboratório de Química e Morfologia da Biomassa, Instituto de Química da UNICAMP

MEV: Microscopia Eletrônica de Varredura

MgCl₂: Cloreto de magnésio

Mg(OH)₂: Hidróxido de magnésio

NaOH: Hidróxido de sódio

TEMPO: 2,2,6,6-tetrametilpiperidina-1-oxil

SUMÁRIO

RESUMO.....	6
ABSTRACT.....	7
LISTA DE FIGURAS.....	8
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	9
INTRODUÇÃO.....	11
1. REVISÃO TEÓRICO-METODOLÓGICA.....	13
1.1. Desacidificação de bens culturais sobre papel.....	13
1.2. Nanotecnologia - conceitos básicos.....	15
1.3. Nanotecnologias aplicadas à conservação de bens culturais.....	16
2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.....	19
2.1. Preparo das nanopartículas de metais alcalinos terrosos ancoradas em CNF.....	19
2.2. Aplicação do nanomaterial híbrido desenvolvido em protótipos de papel.....	22
2.3. Caracterização do nanomaterial híbrido desenvolvido e avaliação de sua aplicação nos protótipos.....	24
2.3.1. Determinação do pH.....	24
2.3.2. Microscopia eletrônica de varredura.....	24
2.3.3. Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier.....	26
2.3.4. Medidas de parâmetros colorimétricos.....	27
2.3.5. Ensaio mecânico de tração qualitativo (adaptado).....	28
2.3.6. Ensaio de dobrabilidade (adaptado).....	29
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	31
3.1. Caracterização dos nanomateriais híbridos preparados.....	31
3.2. Avaliação da aplicação de CNF/Mg(OH) ₂ em protótipos.....	36
CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	42
REFERÊNCIAS.....	44

INTRODUÇÃO

A hidrólise ácida da celulose é um dos mecanismos de degradação mais comuns em bens culturais sobre papel. Como pontuado por Figueiredo Júnior (2012), esta causa a cisão das cadeias celulósicas e, conseqüentemente, a perda de resistência mecânica que pode resultar na deterioração e perda total desses objetos. A desacidificação é um tratamento de conservação-restauração que tem por objetivo principal elevar o pH do papel e inserir uma reserva alcalina para evitar deteriorações futuras. Os métodos mais convencionais empregados consistem no uso de soluções aquosas de agentes alcalinos, como o hidróxido de cálcio, Ca(OH)_2 . Contudo, existem problemáticas envolvidas com a forma tradicional com que esses procedimentos são realizados. Por se tratar de um tratamento aquoso, existe a possibilidade da alteração das características físicas do papel, como alterações em sua dimensão, textura, relevo e brilho; além da possibilidade da solubilização da encolagem interna e elementos sustentados, como tintas, presentes no suporte que deve passar pelo procedimento. Rasgos também podem acontecer durante a manipulação desses bens, uma vez que, quando umedecidos, eles perdem parte de sua resistência mecânica à tração e ao manuseio.

Existem alternativas para a realização da desacidificação que não envolvem tratamentos aquosos, como a utilização de Bookkeeper® que, embora seja amplamente utilizado em laboratórios de restauração, apresenta algumas desvantagens que valem ser destacadas, como a produção de precipitados esbranquiçados, a baixa penetração e o elevado custo.

Diante dos riscos associados aos tratamentos aquosos, das limitações apresentadas por produtos comerciais e da necessidade de preservar a integridade das mídias e dos suportes, este trabalho propõe uma alternativa para a desacidificação e simultânea consolidação de substratos celulósicos. Nanofibrilas de celulose (CNFs) com diâmetros inferiores a 5 nm e comprimentos na ordem de micrômetros foram produzidas por meio da oxidação mediada por radical TEMPO (2,2,6,6-tetrametilpiperidina-1-oxil) de fibras de celulose extraídas do bagaço de cana-de-açúcar, um resíduo agroindustrial abundante e subutilizado no Brasil. Essas nanoestruturas de alta flexibilidade e resistência mecânica à tração foram utilizadas

como plataforma para a ancoragem, nucleação e formação de nanopartículas de hidróxido de magnésio, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, através de um processo de nanoprecipitação simples e rápido, utilizando agitação magnética, hidróxido de sódio, NaOH , e cloreto de magnésio, MgCl_2 .

Este trabalho está organizado da seguinte forma: o primeiro capítulo apresenta a revisão teórico-metodológica da pesquisa, abordando conceitos fundamentais para a compreensão deste trabalho, como a desacidificação do papel e as limitações nos métodos tradicionais, a nanotecnologia e as propriedades dos nanomateriais e a utilização da nanocelulose e de sistemas híbridos baseados em nanopartículas para a preservação de bens culturais em papel; já no segundo capítulo são apresentados os materiais e métodos utilizados no preparo das nanopartículas de metais alcalinos terrosos ancoradas em CNF e sua aplicação em protótipos; por fim, no terceiro capítulo, são apresentados e discutidos os resultados relativos à caracterização dos nanomateriais híbridos preparados por espectroscopia de absorção no infravermelho por Transformada de Fourier em modo de refletância total atenuada (ATR-FTIR), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e medidas de pH. Ademais, são reportados os resultados obtidos quando da aplicação do nanomaterial de $\text{CNF}/\text{Mg}(\text{OH})_2$ nos protótipos de papel, sendo avaliados por medidas de pH, MEV e ensaios mecânicos qualitativos, incluindo dobrabilidade e resistência à tração (adaptado). A seguir, são apresentadas as considerações finais e perspectivas do trabalho.

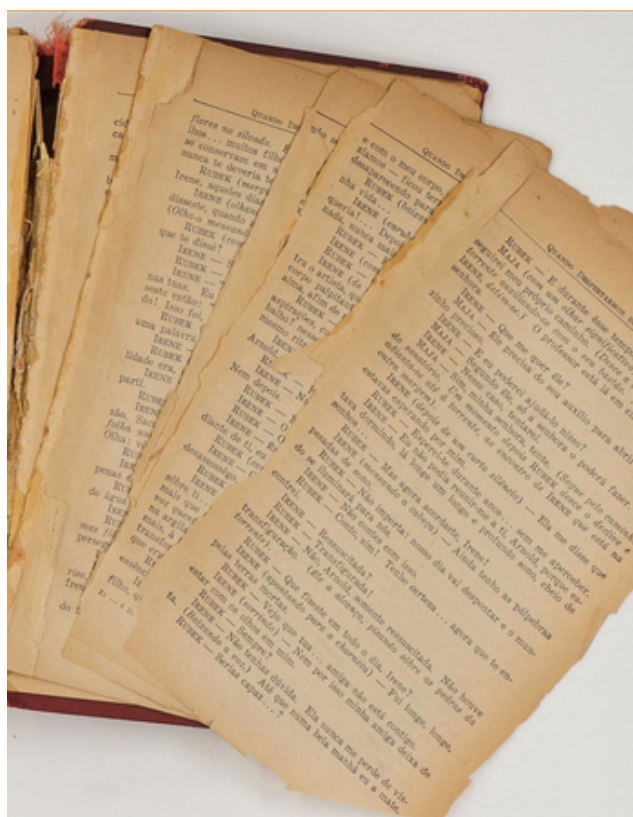
1. REVISÃO TEÓRICO-METODOLÓGICA

1.1. Desacidificação de bens culturais sobre papel

A hidrólise ácida da celulose é um dos mecanismos de degradação mais prejudiciais para a permanência de bens culturais sobre papel. Esse processo lento e contínuo é causado pela quebra das ligações glicosídicas entre as unidades de anidroglicose, que formam as cadeias da celulose, reduzindo o seu grau de polimerização (GP) e comprometendo as propriedades mecânicas e físico-químicas do papel.

As implicações da presença de espécies ácidas, assim, incluem a perda de resistência mecânica à tração e ao manuseio, a fragilidade e, até mesmo, a perda total da integridade do suporte celulósico, que se torna quebradiço, como mostrado na Figura 1 (Bojanoski; Almada, 2021). Diante disso, a desacidificação se torna uma intervenção fundamental na conservação de documentos gráficos.

Figura 1: Suporte ácido.



Fonte: Bojanoski. Almada, 2021.

Esse tratamento tem por objetivo principal neutralizar espécies ácidas, elevando o pH do papel e, idealmente, inserindo uma reserva alcalina para evitar deteriorações futuras. Os métodos mais convencionais consistem no uso de soluções aquosas de compostos alcalinos, como o hidróxido de cálcio, Ca(OH)_2 , e o hidróxido de magnésio, Mg(OH)_2 . Contudo, a forma tradicional com que esses procedimentos são realizados envolve algumas limitações. Tratamentos aquosos, que possuem caráter irreversível, podem acarretar alterações nas características físicas do papel, incluindo mudanças dimensionais e modificações de textura, relevo e brilho. Além disso, há o risco de sensibilização e até mesmo de solubilização da encolagem interna, essencial para a proteção das fibras, e de elementos sustentados presentes no suporte, como tintas e outras mídias sensíveis à água.

Como alternativa para acervos que não podem ser submetidos a tratamentos aquosos, destaca-se o Bookkeeper®, spray de desacidificação baseado em partículas micro e submicrométricas de óxido de magnésio dispersas em veículo fluorado não aquoso. Amplamente utilizado em laboratórios de restauração, o Bookkeeper® é especialmente indicado para acervos sensíveis, encadernados e para tratamento de grandes volumes. No entanto, apesar de suas vantagens, ele apresenta algumas limitações. Pode-se destacar: a quantidade significativa de óxido de magnésio que é depositada nos documentos tratados, que acaba por trazer danos estéticos por acarretar em precipitados brancos (Teixeira, 2025); a baixa e desigual penetração em diferentes papéis e em diferentes áreas de um mesmo papel; ademais, as pesquisas em torno desse produto ainda não demonstraram de maneira assertiva o que acontece com esses compostos de magnésio que permanecem no papel, nem quais os possíveis efeitos colaterais que a presença do surfactante que compõe a mistura pode ter na estabilidade e nas propriedades do mesmo (Bischoff; Brückle; Stauderman, 1996). Assim, abordagens alternativas para tratamentos não-aquosos passaram a ser investigadas e introduzidas nas últimas décadas.

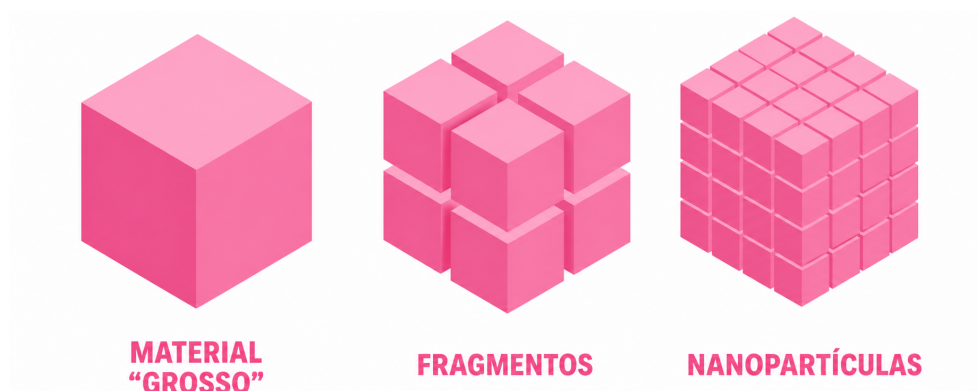
Uma abordagem multidisciplinar para questões de conservação é a chave para uma intervenção bem-sucedida, e a cooperação entre cientistas, conservadores, historiadores da arte, etc., é fundamental

para o aprimoramento dos materiais e técnicas de restauração (BAGLIONI et al. 2015).

1.2. Nanotecnologia - conceitos básicos

A nanotecnologia tem sido um alvo recorrente de pesquisas e discussões em múltiplas áreas científicas. Trata-se do estudo de manipulação da matéria na nanoescala, já a nanociência se dedica ao estudo das propriedades e das possíveis aplicações dos nanomateriais¹. Esses, possuem propriedades físico-químicas ímpares em comparação a um material “grosso” (*bulk material*), pois, ainda que menores, a área superficial desses materiais é cada vez maior (Fig. 2).

Figura 2: Representação da área superficial de um material em diferentes escalas.



Fonte: Elaboração própria com auxílio de OpenAI, 2026.

Nanomateriais tendem a ser mais eficientes, acessíveis, compatíveis e potencialmente menos tóxicos, isso se deve às propriedades únicas dos nanomateriais. A alta área superficial e as dimensões na nanoescala, influenciam características ópticas, reatividade, resistência mecânica e ação protetiva contra radiação UV e microrganismos. Essas propriedades potencializadas permitem o uso de menores quantidades de material, reduzindo custos e a geração de resíduos; por conta disso, nanopartículas têm sido utilizadas por diversas indústrias, como a de cosméticos, química e até na saúde.

¹ Partículas com tamanhos na faixa de 1 a 100 nm.

1.3. Nanotecnologias aplicadas à conservação de bens culturais

O uso de nanopartículas no campo da conservação-restauração teve seu início ainda na década de 1990 e, a partir dos anos 2000, os avanços recentes na área têm ampliado as possibilidades no desenvolvimento de produtos para conservação. Para aplicação em bens culturais, busca-se a produção de nanomateriais mais cristalinos, homogêneos, puros e estáveis, garantindo melhor desempenho e segurança na conservação.

A ciência de coloides e dos materiais forneceu, nas últimas décadas, um conjunto de ferramentas para a limpeza, consolidação e controle de pH de suportes artísticos e históricos. Materiais nanoestruturados, como microemulsões, soluções micelares, dispersões de nanopartículas alcalinas e géis químicos, podem ser utilizados para combater eficazmente os processos de degradação sem alterar as propriedades físico-químicas das obras tratadas, além de minimizar ou até evitar completamente efeitos indesejáveis² (Baglionl; Chelazzi; Giorgi, 2014, p. 1).

Como observado previamente em outras pesquisas (El Bakkari; Bindiganavile; Boluk, 2019), a utilização de nanopartículas de metais alcalinos terrosos, em dispersão alcóolica para o tratamento de documentos gráficos seria uma forma de solucionar as problemáticas envolvendo os bens em papel que não podem passar por tratamentos aquosos, além de não ser necessária a utilização de Bookkeeper®.

As vantagens do uso de nanossuspensões para a desacidificação de papel são várias: quanto menores as partículas, maior é a sua reatividade. Portanto, os processos de neutralização e carbonatação, decisivos para uma preservação a longo prazo, ocorrem mais rapidamente. Além disso, o tratamento oferece uma melhor penetração no papel, cuja porosidade é muitas vezes diminuída pela presença de tinta ou colagem, e é possível obter uma distribuição

² Colloid and materials science have provided over the last decades a palette of tools for the cleaning, consolidation and pH control of artistic and historical substrates. Nanostructured materials such as microemulsions, micellar solutions, dispersions of alkaline nanoparticles and chemical gels, can be used to effectively counteract the degradation processes without altering the physico-chemical properties of the treated works of art, and to minimize or completely avoid drawbacks (texto no idioma original; tradução de Juliana Carvalho Leite).

homogênea de partículas dentro do papel (Baglioni et al, 2011, p.265).³

A ideia de desacidificar e consolidar simultaneamente obras em papel já foi explorada anteriormente. Xu et al. (2020), por exemplo, funcionalizaram nanocristais de celulose (CNC) com ácido oleico para conseguir dispersá-los em etanol e isopropanol, junto a nanopartículas de hidróxido de cálcio. Outros autores também investigaram a interação entre hidróxido de cálcio e nanocelulose. El Bakkari et al. (2019) desenvolveram nanopartículas de Ca(OH)_2 sintetizadas na presença de nanofibrilas de celulose oxidadas por TEMPO, explorando sua aplicação em conservação. Eles demonstraram que as CNFs favorecem a nucleação heterogênea, resultando em partículas de hidróxido de cálcio com menos de 50 nm, que se depositam eficientemente sobre as fibras. Assim, a literatura já tem evidenciado o potencial de sistemas híbridos baseados em nanocelulose para tratamentos combinados de consolidação e desacidificação de papel.

Na última década, a nanocelulose vem sendo investigada em diversas aplicações para a conservação-restauração de bens culturais em papel, incluindo procedimentos de consolidação de papel com celulose bacteriana e CNF (Völkel et al., 2017), preenchimento de lacunas com nanocompósitos de CNC (Camargos; Figueiredo Junior; Pereira, 2017), remendos em papel translúcido com filmes de CNF (Dreyfuss-Deseigne, 2017) e revestimentos protetivos baseados em CNF, CNC e nanopartículas de lignina (Camargos et al., 2022).

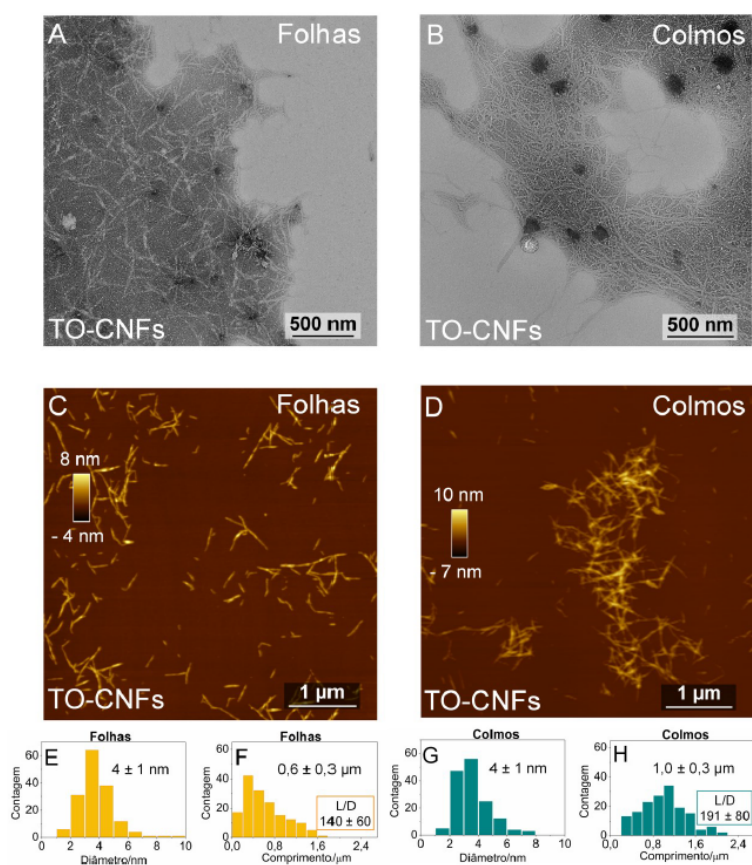
O papel da nanocelulose é definido principalmente por suas propriedades morfológicas e físico-químicas. Os nanocristais de celulose (CNC) e as nanofibrilas de celulose (CNF), extraídos de biomassas lignocelulósicas, são alternativas promissoras devido à sua flexibilidade, durabilidade, uniformidade e excelente desempenho mecânico (Camargos; Rezende, 2021). Essas propriedades aprimoradas estão intrinsecamente relacionadas à parede celular e às diferentes

³ *The advantages of the use of nanosuspensions for the deacidification of paper are several: the smaller the particles, higher is their reactivity. Therefore, the neutralization and carbonation processes that are decisive for a long-term preservation proceed faster. Moreover, the treatment offers a better penetration into the paper, the porosity of which is often diminished by the presence of ink or sizing, and a homogeneous distribution of particles within the paper is achievable.* (POGGI; BAGLIONI; GIORGI, 2011, p. 265. Texto no idioma original; tradução de Juliana Carvalho Leite).

abordagens de produção, influenciando, conseqüentemente, as características das nanoceluloses produzidas e seu desempenho em diferentes aplicações.

As CNF são nanoestruturas flexíveis, contendo domínios amorfos e cristalinos; sua morfologia consiste em fibrilas alongadas, com comprimento médio entre 500 nm e 2 µm, como evidenciado nas imagens de microscopia eletrônica de transmissão e microscopia de força atômica na Figura 3. Essas nanopartículas apresentam superfície rica em grupos carboxilados, ou seja, carregados negativamente. Por isso, são favoráveis à atração de íons de cálcio (Ca^{2+}) ou de magnésio (Mg^{2+}) durante o processo de síntese de nanopartículas de hidróxidos desses metais alcalinos terrosos.

Figura 3: Morfologia e tamanhos médios de CNF extraídas de resíduo agro-industrial.



Legenda: (A-D) morfologia de CNF produzidas a partir de folhas e colmos de capim elefante e (E-H) histogramas de distribuição de tamanhos de diâmetros e comprimentos das CNF. Fonte: Camargos, 2021.

2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

2.1. Preparo das nanopartículas de metais alcalinos terrosos ancoradas em CNF

Neste trabalho, foram utilizadas CNF previamente produzidas por meio da oxidação mediada por TEMPO de fibras de celulose extraídas do bagaço de cana-de-açúcar. Este processo foi realizado no Laboratório de Química e Morfologia da Biomassa do Instituto de Química da Universidade Estadual de Campinas, de acordo com métodos consolidados pelo grupo de pesquisa LaQuiMoBio (Camargos; Rezende, 2021; Scopel; Pinto; Rezende, 2025).

Os nanomateriais híbridos, por sua vez, foram produzidos no Laboratório de Conservação e Restauração de Documentos Gráficos e Fílmicos (LaGrafi) da Escola de Belas Artes da Universidade Federal de Minas Gerais, seguindo a metodologia proposta por El Bakkari et al (2019). Inicialmente, foram preparados 50 mL de CaCl_2 0,4 mol/L e 50 mL de NaOH 0,4 mol/L (Fig. 4). Em seguida, adicionaram-se 20 mL de CNF à solução de CaCl_2 , mantendo sob agitação magnética constante por 10 min. Posteriormente, 50 mL da solução de NaOH foram adicionados gota a gota à suspensão de CNF em CaCl_2 . Monitorou-se sempre a temperatura, para que estivesse em torno de 35 °C.

Figura 4: Materiais utilizados para o preparo das nanopartículas de Ca(OH)_2 ancoradas em CNFs.



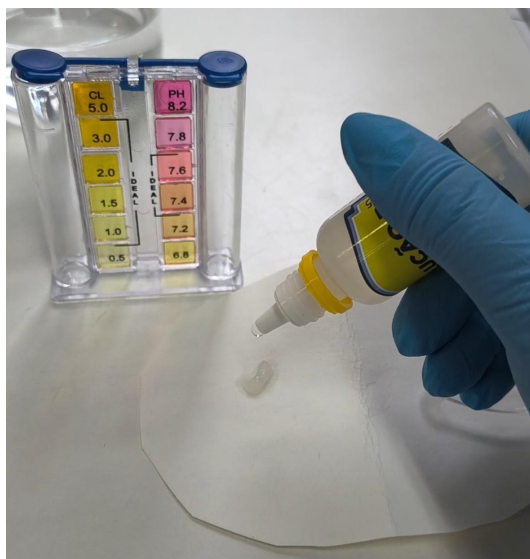
Fonte: Juliana Leite, 2026.

Inicialmente, a suspensão obtida a partir da reação entre CNF, CaCl_2 e NaOH foi submetida à separação do sobrenadante com auxílio de pipeta Pasteur. Em seguida, a fração concentrada contendo o material híbrido de nanocelulose e hidróxido de cálcio foi transferida para outro recipiente, com o objetivo de ser purificada posteriormente.

Ao retomar os experimentos, o sobrenadante foi novamente removido com auxílio de pipeta Pasteur e iniciou-se o processo de filtração para purificação do material. Foram realizadas três etapas de filtração: a primeira e a segunda com auxílio de funil plástico e tela de nylon, e a terceira utilizando funil e papel de filtro.

Após essa etapa, adicionou-se álcool isopropílico (isopropanol) ao material híbrido, seguido de nova filtração utilizando o mesmo sistema. A presença de íons cloreto foi verificada por meio do medidor de cloro do Kit Teste Medidor pH Cloro da Aquality®, comumente utilizado para medir as condições da água de piscina (Fig. 5).

Figura 5: teste para verificar presença de cloreto.

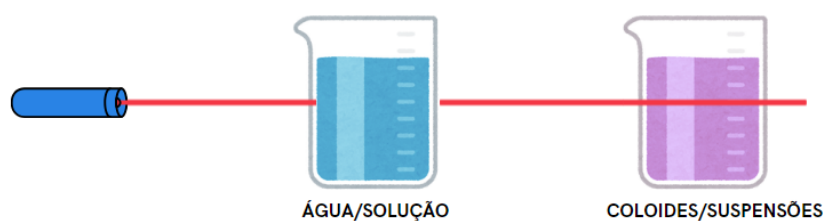


Fonte: Juliana Leite, 2026.

Também foi realizada uma aplicação preliminar da dispersão em álcool isopropílico com um pincel sobre um papel de madeira acidificado, com pH previamente medido, disponível no LaGrafi, a fim de observar o comportamento do material sobre o suporte celulósico.

Em uma nova etapa experimental, com o objetivo de controlar a formação das partículas, foram adicionadas duas gotas de TRITON™ X-100, um surfactante não iônico, ao sistema. O pH da suspensão foi acompanhado com fita indicadora de pH da marca Merck e, posteriormente, realizou-se o teste do Efeito Tyndall (espalhamento de laser), utilizado como indicação preliminar da presença de partículas coloidais no meio (Fig. 6).

Figura 6: Efeito Tyndall.



Fonte: Elaboração própria.

Após as primeiras tentativas com cloreto de cálcio, foram preparadas novas suspensões utilizando quantidades reduzidas de CaCl_2 e NaOH . Em uma das formulações, empregou-se metade da quantidade inicial desses reagentes e nanocristais de celulose em substituição às CNF. Em outra formulação, utilizou-se um quarto da quantidade inicial de CaCl_2 e NaOH , mantendo-se o objetivo de controlar a formação e o crescimento das partículas.

Posteriormente, optou-se pela utilização de cloreto de magnésio como precursor. Para isso, foram utilizados 12,5 mL de solução 0,4 mol/L de MgCl_2 e 12,5 mL de solução 0,4 mol/L de NaOH , correspondentes a um quarto da formulação inicialmente utilizada. À solução de MgCl_2 0,4 mol/L foram adicionados 20 mL de suspensão de CNF, mantendo-se o sistema sob agitação por 10 minutos. Em seguida, adicionaram-se 12,5 mL de solução 0,4 mol/L de NaOH gota a gota à suspensão de CNF em MgCl_2 , com monitoramento da temperatura ao longo do processo, mantida em torno de 35 °C (Fig. 7).

Figura 7: Preparo da suspensão de CNF/Mg(OH)₂.



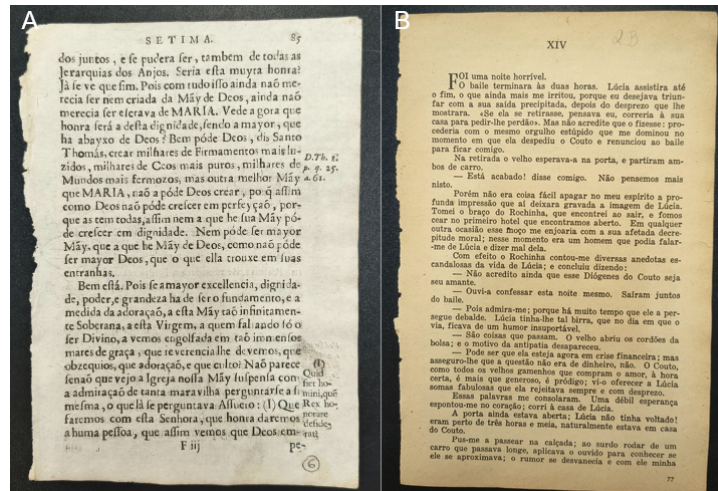
Fonte: Juliana Leite, 2026.

Após o preparo, uma alíquota do material obtido foi armazenada em tubo Falcon para posterior caracterização. O restante da suspensão foi submetido ao processo de filtração para remoção dos subprodutos solúveis presentes no sobrenadante, utilizando funil plástico e tela de nylon. O pH foi acompanhado após a filtração, e a presença de íons cloreto foi novamente verificada por meio do kit medidor de cloro. Por fim, a suspensão obtida foi armazenada sob refrigeração, juntamente com a alíquota previamente separada.

2.2. Aplicação do nanomaterial híbrido desenvolvido em protótipos de papel

Para a aplicação da dispersão de nanopartículas de Mg(OH)₂ ancoradas em CNF, foram utilizados dois tipos de protótipos principais: uma folha de papel de trapo e uma folha de papel de polpa de madeira (Fig. 8). Ambos os suportes encontravam-se naturalmente envelhecidos e, por esse motivo, não foram submetidos a envelhecimento hidrotérmico prévio.

Figura 8: A) Protótipo A - papel de trapo; B) Protótipo B - papel de madeira.



Fonte: Juliana Leite, 2026.

Antes da aplicação, os protótipos tiveram o pH inicial aferido com fitas indicadoras da marca Merck. Em seguida, foram delimitadas, com grafite, dez áreas de aplicação em cada protótipo, de modo a permitir a comparação entre regiões tratadas e não tratadas.

Inicialmente, foi separada uma alíquota de 1 g da dispersão de nanopartículas de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ancoradas em CNF, posteriormente dispersa em 1 g de álcool isopropílico, em uma proporção 1:1. A dispersão obtida foi aplicada com pincel em uma das áreas previamente demarcadas dos protótipos (Fig. 9).

Figura 9: Aplicação das nanopartículas nas áreas demarcadas



Fonte: Juliana Leite, 2026.

Em uma segunda etapa, foi preparada uma dispersão mais diluída, na proporção 1:4, utilizando 1 g de CNF/Mg(OH)₂ e 4 g de álcool isopropílico. Essa dispersão também foi aplicada com pincel nas áreas demarcadas dos protótipos. As aplicações foram realizadas de forma controlada, buscando manter a distribuição o mais homogênea possível sobre a superfície dos papéis.

2.3. Caracterização do nanomaterial híbrido desenvolvido e avaliação de sua aplicação nos protótipos

2.3.1. Determinação do pH

A aferição do pH foi realizada com fitas indicadoras da marca Merck, tanto nas dispersões aquosas/alcoólicas, quanto nos substratos tratados. Para a medição nos protótipos, foram depositados poucos mililitros de água deionizada, previamente com pH mensurado, sobre a região a ser analisada. Em seguida, a fita indicadora foi pressionada sobre a área umedecida por aproximadamente 15 segundos, permitindo a leitura do pH por comparação com a escala fornecida pelo fabricante.

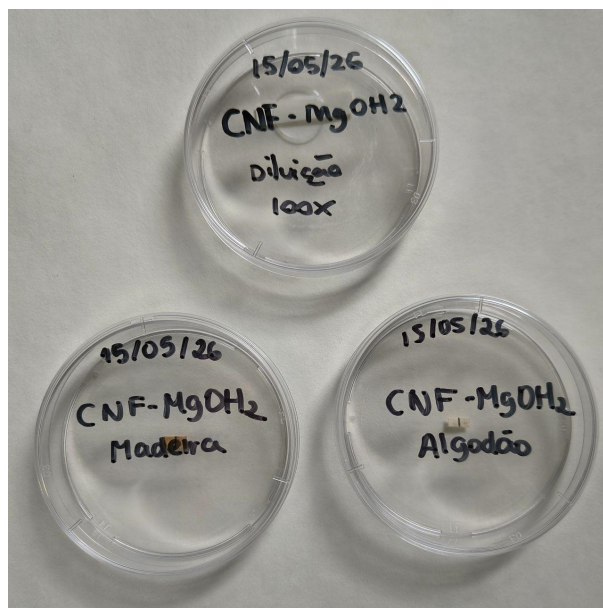
As medidas foram realizadas antes e após a aplicação das dispersões de CNF/Mg(OH)₂ em álcool isopropílico, com o objetivo de avaliar a alteração do pH superficial dos suportes celulósicos após o tratamento.

2.3.2. Microscopia eletrônica de varredura

As análises por MEV foram realizadas no Centro de Microscopia da UFMG, utilizando microscópio FEI Quanta 200 FEG, operado a 15 kV. Foram consideradas, principalmente, imagens de elétrons secundários.

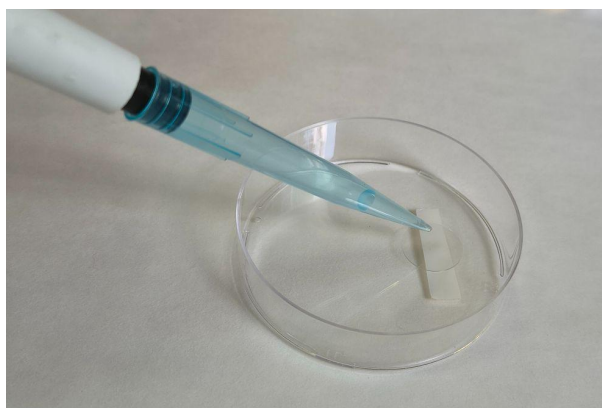
Foram preparadas três amostras para análise (Fig. 10). Na primeira, a dispersão de CNF/Mg(OH)₂ foi diluída em água deionizada na proporção de 0,1 mL para 10 mL (1:100), utilizando uma micropipeta. Em seguida, uma alíquota da dispersão diluída foi depositada com auxílio de micropipeta sobre uma lamínula de vidro fixada em placa de Petri (Fig. 11).

Figura 10: Amostras enviadas ao centro de microscopia da UFMG.



Fonte: Juliana Leite, 2026.

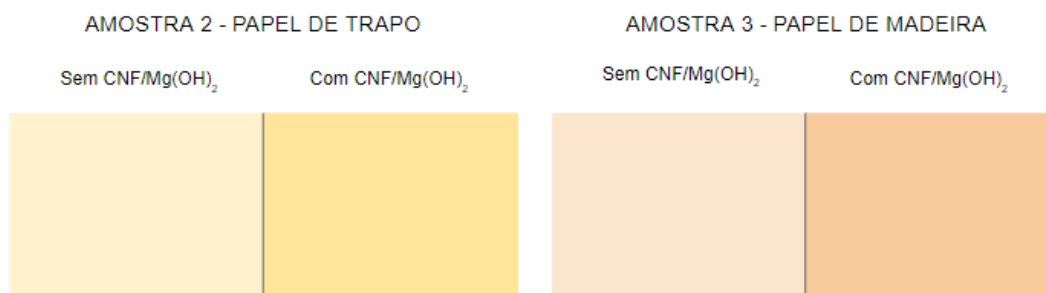
Figura 11: Preparo da amostra de CNF/Mg(OH)₂ para a realização de MEV.



Fonte: Juliana Leite, 2026.

As outras duas amostras a serem analisadas foram retiradas dos protótipos de papel de trapo e de papel de madeira com auxílio de bisturi (Fig.. Cada amostra foi preparada de modo a conter uma região correspondente ao suporte original e uma região submetida à aplicação da dispersão de CNF/Mg(OH)₂, permitindo a comparação entre as áreas tratadas e não tratadas (Fig. 12).

Figura 12: Esquemática das amostras de protótipos tratados com o nanomaterial híbrido.



Fonte: Elaboração própria.

2.3.3. Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier

Os espectros de infravermelho foram obtidos por espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier em modo de refletância total atenuada (ATR-FTIR), utilizando espectrofotômetro Bruker ALPHA II, equipado com acessório ATR de cristal de diamante (Fig. 13).

Figura 13: espectrofotômetro Bruker ALPHA, equipado com acessório ATR de cristal de diamante.



Fonte: Juliana Leite, 2026.

Foram analisadas amostras de nanocelulose seca, nanocelulose úmida e da dispersão de CNF/Mg(OH)₂. Os espectros foram coletados na faixa de 4000 a 500 cm⁻¹, com resolução de 4 cm⁻¹ e pelo menos 48 varreduras por amostra.

2.3.4. Medidas de parâmetros colorimétricos

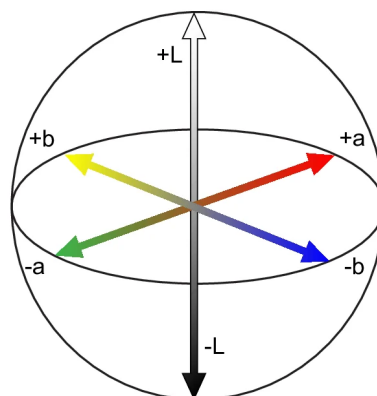
As medidas de parâmetros colorimétricos foram aferidas com o colorímetro digital portátil ColorMeter (Fig. 14) seguindo o espaço $CIEL^*a^*b^*$ (Fig. 15); nele, cada cor é descrita por três componentes: L^* , que representa a luminosidade, em que 0 corresponde ao preto e 100 representa a máxima intensidade luminosa visível sem causar danos aos olhos; a^* , que representa a variação de cor no eixo verde-vermelho (-128 a +127); e b^* , que representa a variação de cor no eixo azul-amarelo (-128 a +127). No ponto central ($a^* = 0$ e $b^* = 0$), existem apenas tons de cinza (MOKRZYCKI; TATOL, 2011).

Figura 14: medidas de parâmetros colorimétricos.



Fonte: Juliana Leite, 2026.

Figura 15: modelo de cor CIELAB.



Fonte: Paul C. Nascimbene

Em ambos protótipos, foram realizadas duas aferições por quadrante (Fig. 20) antes e depois da aplicação da dispersão alcoólica de CNF/Mg(OH)_2 para analisar se haveria uma mudança significativa nos padrões colorimétricos. Posteriormente os valores de ΔE , que quantifica as diferenças de cor, foram calculados e avaliados considerando os seguintes limites de tolerância :

- $\Delta E \geq 5$ representa diferenças de cor facilmente perceptíveis;
- $5 \geq \Delta E \geq 3,5$ indica diferenças moderadamente perceptíveis;
- $\Delta E \leq 2$ indica que não há diferença de cor perceptível.

2.3.5. Ensaio mecânico de tração qualitativo (adaptado)

Para o ensaio mecânico de tração adaptado, foram preparados corpos de prova de papel de trapo e de papel de madeira, contemplando amostras tratadas e não tratadas com a dispersão alcoólica de CNF/Mg(OH)_2 . O ensaio foi realizado em triplicata para cada condição avaliada. Os corpos de prova foram cortados com dimensões padronizadas de 2 x 10 cm. A dispersão alcoólica das nanopartículas de Mg(OH)_2 ancoradas em CNF foi aplicada em parte dos corpos de prova, mantendo-se amostras sem aplicação como controle.

O ensaio foi realizado utilizando um aparato adaptado (Fig. 16), no qual uma das extremidades do corpo de prova foi fixada a um suporte, enquanto a outra foi conectada a um sistema de carga. Pesos foram adicionados progressivamente ao sistema, de modo a tracionar o corpo de prova longitudinalmente até sua falha ou rompimento.

Figura 16: sistema adaptado para realização do ensaio mecânico de tração.



Fonte: Juliana Leite, 2026.

Após o rompimento, a massa necessária para a falha foi determinada com auxílio de balança com capacidade máxima de 10 kg. Posteriormente, a força peso correspondente foi calculada pela multiplicação da massa aferida pela aceleração da gravidade, adotando-se $g = 9,81 \text{ m/s}^2$. Os valores obtidos foram utilizados para comparação entre os corpos de prova tratados e não tratados.

2.3.6. Ensaio de dobrabilidade (adaptado)

Para o ensaio de dobrabilidade, foram preparados corpos de prova de papel de trapo e de papel de madeira, contemplando amostras tratadas e não tratadas com a dispersão alcoólica de CNF/Mg(OH)_2 . O ensaio foi realizado em doze amostras para cada condição. As amostras foram dobradas repetidas vezes no mesmo ponto, alternando-se a dobra para um lado e para o outro, até o rompimento do suporte. As dobras foram realizadas com auxílio de espátula de teflon (Fig. 17), buscando manter uma força o mais constante possível ao longo do procedimento. O número

de dobras necessárias para o rompimento de cada corpo de prova foi registrado e, posteriormente, foram calculadas as médias e os desvios padrão para comparação entre as amostras tratadas e não tratadas.

Figura 17: corpos de prova utilizados para exame de dobrabilidade.



Fonte: Juliana Leite, 2026.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

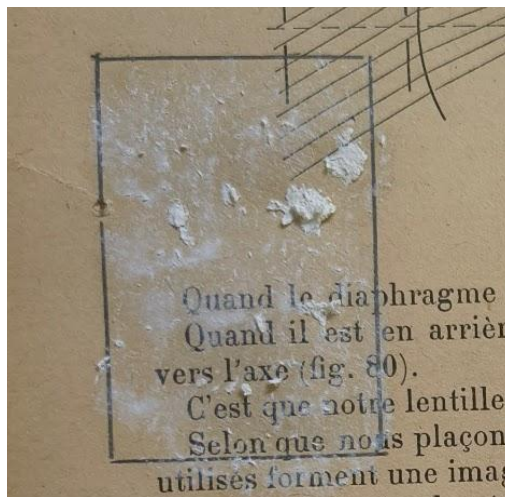
3.1. Caracterização dos nanomateriais híbridos preparados

A preparação dos materiais híbridos a partir de hidróxido de cálcio apresentou limitações importantes quanto à estabilidade da dispersão e à homogeneidade do material obtido. Durante os primeiros ensaios, a suspensão adquiriu aspecto leitoso e observou-se a perda de estabilidade coloidal das CNF, com formação de material sedimentado no fundo do béquer. O pH da suspensão permaneceu fortemente alcalino, em torno de 13, condição que pode favorecer a rápida precipitação da nanocelulose e a formação de agregados macroscópicos.

Ao retomar os experimentos, verificou-se que a suspensão de CNF/Ca(OH)₂ havia sofrido carbonatação, provavelmente associada à exposição do sistema ao dióxido de carbono atmosférico. Esse comportamento é esperado em sistemas contendo hidróxido de cálcio, uma vez que o Ca(OH)₂ pode reagir com CO₂, formando carbonato de cálcio. Embora a carbonatação possa ser desejável para a formação de reserva alcalina após a neutralização de espécies ácidas no papel, neste caso ela ocorreu de maneira pouco controlada, antes da aplicação, comprometendo a estabilidade e a aplicabilidade da dispersão.

Mesmo após as etapas de purificação e redispersão em álcool isopropílico, o material híbrido CNF/Ca(OH)₂ manteve aspecto esbranquiçado, viscoso e heterogêneo, com agregados visíveis. A aplicação preliminar em papel de madeira acidificado evidenciou essa limitação: após uma semana, as áreas tratadas apresentaram esbranquiçamento intenso e presença de grumos macroscópicos na superfície do papel (Fig. 18). Esse resultado indica que as partículas formadas apresentaram tamanho e/ou grau de agregação incompatíveis com uma aplicação homogênea em suportes celulósicos, especialmente quando se considera a necessidade de evitar alterações visuais em bens culturais.

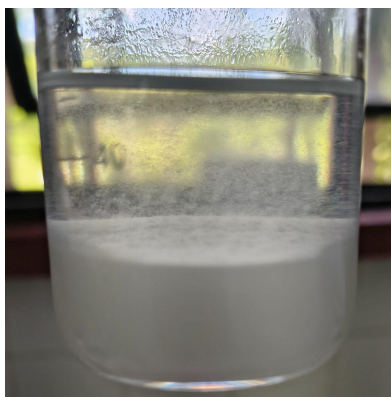
Figura 18: Área esbranquiçada após aplicação da dispersão em álcool isopropílico.



Fonte: Juliana Leite, 2026.

As tentativas de controlar o crescimento das partículas por meio da adição de TRITON™ X-100, da redução das quantidades de CaCl_2 e NaOH e da substituição das nanofibrilas (CNF) por nanocristais de celulose (CNC) também não produziram resultados satisfatórios. O teste do Efeito Tyndall indicou a presença insuficiente de partículas coloidais estáveis no meio, e as dispersões continuaram apresentando tendência à agregação e à formação de grumos macroscópicos, visíveis (Figura 19). Esses resultados sugerem que, nas condições avaliadas, o sistema baseado em $\text{Ca}(\text{OH})_2$ apresentou baixa estabilidade coloidal e baixa compatibilidade com a aplicação pretendida.

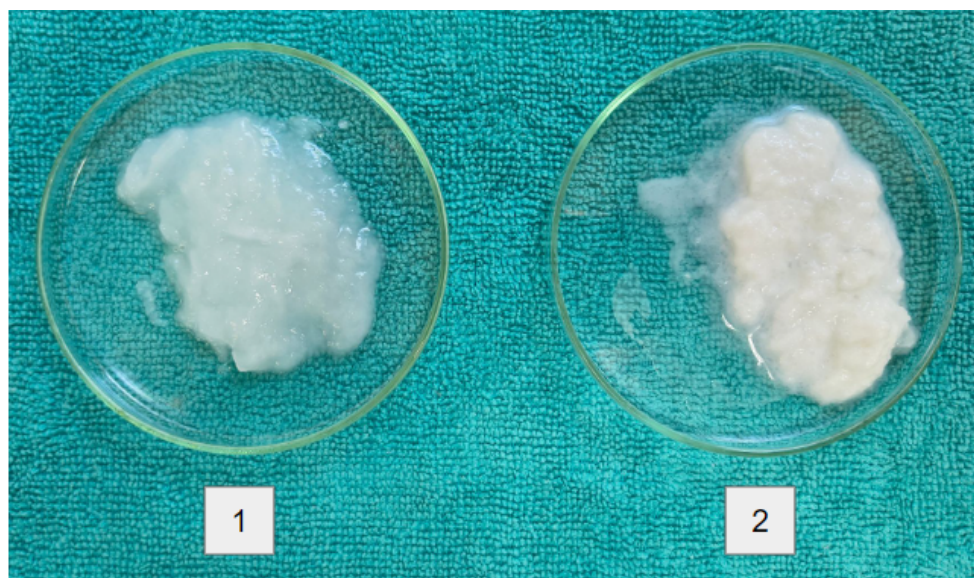
Figura 19: Grumos macroscópicos decantados.



Fonte: Juliana Leite, 2026.

Diante dessas limitações, a substituição do precursor de cálcio por cloreto de magnésio resultou em melhora significativa no comportamento da dispersão. O material híbrido CNF/Mg(OH)₂ apresentou pH alcalino, em torno de 10, aspecto translúcido e textura semelhante à de um gel, diferentemente da dispersão CNF/Ca(OH)₂, que permaneceu mais esbranquiçada, viscosa e heterogênea (Figura 10). O teste realizado com o kit colorimétrico para detecção de cloreto não indicou presença de cloro residual detectável na mistura, embora seja importante considerar que esse tipo de ensaio não substitui uma análise específica para quantificação de íons cloreto.

Figura 20: Comparação da suspensão de (1) CNF/Mg(OH)₂; (2) CNF/Ca(OH)₂ após o processo de filtração.

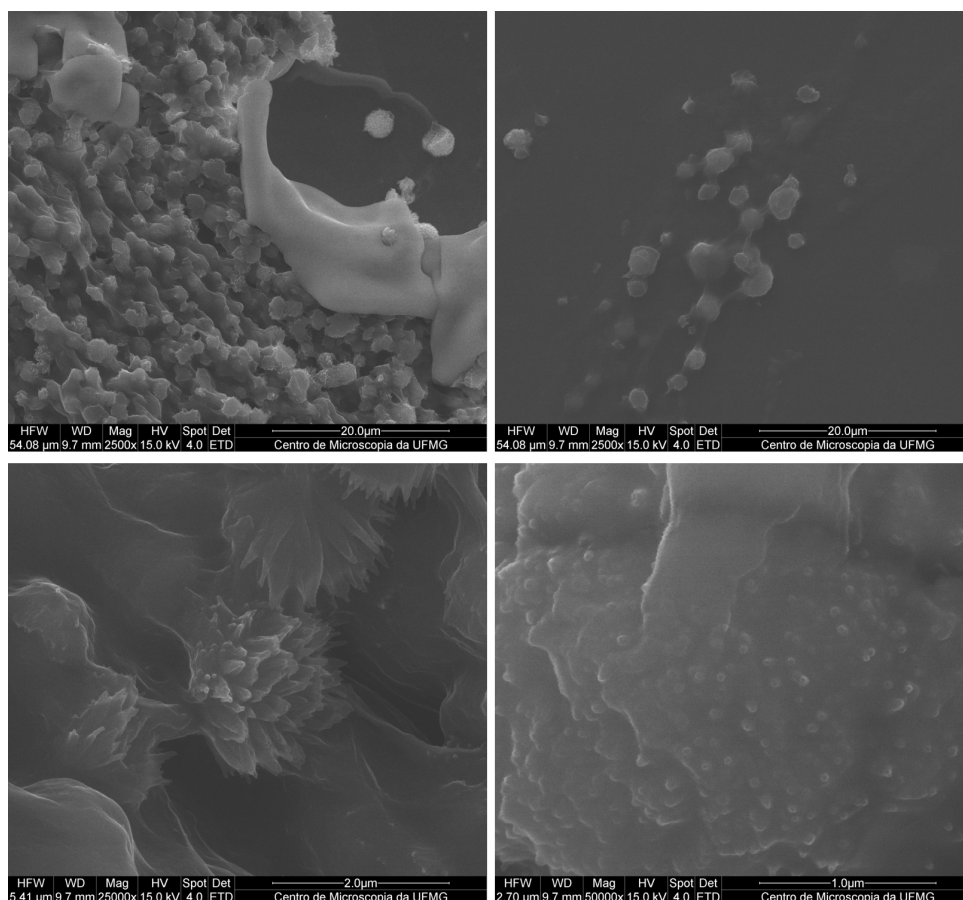


Fonte: Juliana Leite, 2026.

A maior estabilidade visual da dispersão CNF/Mg(OH)₂ pode estar relacionada ao pH menos extremo do sistema e à formação de partículas menores, mais compatíveis com a matriz de nanofibrilas de celulose. Além disso, a textura de gel sugere uma interação favorável entre o hidróxido de magnésio e a rede fibrilar da CNF, o que pode contribuir para a manutenção das partículas dispersas e para uma aplicação mais uniforme sobre os suportes. Esses resultados indicaram que o sistema alcoólico CNF/Mg(OH)₂ apresenta maior potencial para aplicação em protótipos de papel, sendo, portanto, selecionado para as etapas seguintes de avaliação.

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura da dispersão CNF/Mg(OH)₂ evidenciaram a presença de partículas associadas à matriz de nanofibrilas de celulose (Fig. 21). Foi possível observar a formação de agregados mais ou menos esféricos, provavelmente decorrente do processo de secagem da amostra para análise. Durante a evaporação do solvente, as partículas tendem a se aproximar, favorecendo sua deposição em conjuntos maiores e dificultando a visualização da dispersão em seu estado original. As nanopartículas de hidróxido de cálcio apresentam, tipicamente, morfologia placoide ou lamelar, com partículas frequentemente descritas como placas hexagonais (Rodriguez-Navarro; Suzuki; Ruiz-Agudo, 2013). Assim, partículas com aspecto mais esférico podem estar associadas à formação de agregados, à sobreposição de nanoplacas ou à carbonatação parcial do material.

Figura 21: Imagens de MEV de CNF/Mg(OH)₂.

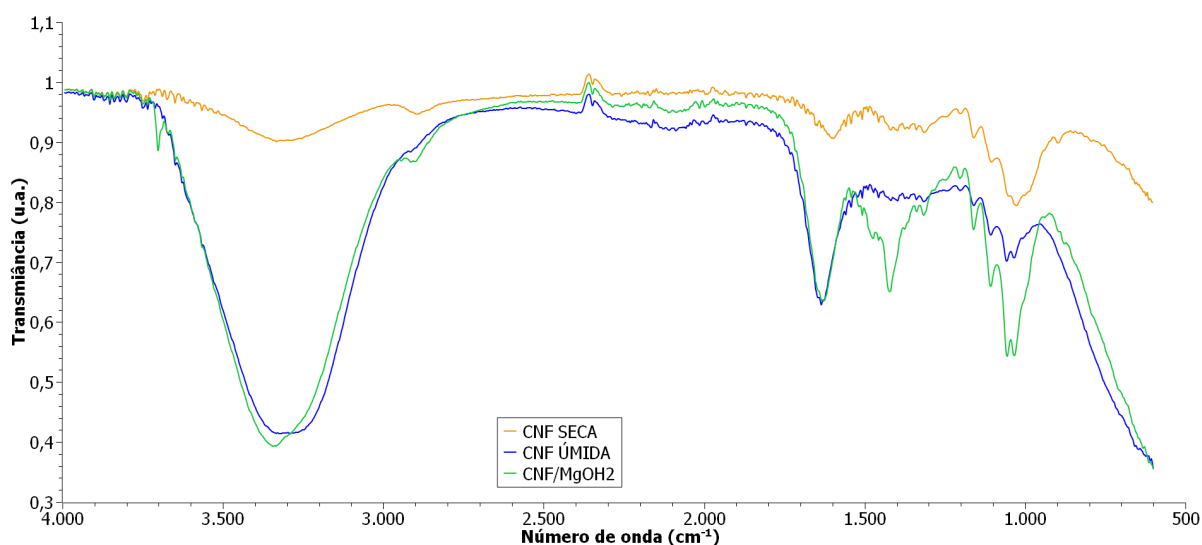


Fonte: Centro de Microscopia da UFMG, 2026.

Apesar dessa limitação na observação das nanopartículas individuais, as micrografias indicaram que o hidróxido de magnésio se encontra distribuído na rede de CNF, sustentando a formação do nanomaterial híbrido. Estratégias como maior diluição, secagem controlada, liofilização ou uso de técnicas complementares poderão contribuir, no futuro, para uma avaliação mais detalhada da morfologia e da distribuição das nanopartículas na matriz/rede de CNF.

Os espectros de absorção no infravermelho (Fig. 22) confirmaram, de modo geral, a incorporação do hidróxido de magnésio à matriz de nanocelulose. As diferenças observadas concentram-se principalmente nas regiões associadas aos grupos hidroxila e às vibrações características do magnésio, sugerindo que o hidróxido encontra-se disperso e interagindo com a rede de ligações de hidrogênio da CNF.

Figura 22: Espectros de ATR-FTIR para amostras de CNF e CNF/Mg(OH)₂



A banda observada entre aproximadamente 3600 e 3200 cm⁻¹ é atribuída ao estiramento dos grupos hidroxila (-OH), provenientes tanto da estrutura da celulose quanto da água adsorvida. Por conta disso, a CNF úmida e a dispersão CNF/Mg(OH)₂ exibem bandas mais intensas e largas, indicando maior quantidade de água e maior extensão das ligações de hidrogênio, enquanto a CNF seca apresenta menor intensidade nesta região.

Na região próxima de 1640 cm⁻¹, observa-se uma banda atribuída à deformação angular da molécula de água adsorvida (δ H-O-H). Essa absorção é mais

pronunciada para a CNF úmida e para a dispersão CNF/Mg(OH)₂, confirmando a maior presença de água nessas amostras.

No caso da dispersão contendo Mg(OH)₂, essa banda também recebe contribuição dos grupos hidroxila do hidróxido de magnésio. A banda localizada em torno de 2900 cm⁻¹ corresponde ao estiramento das ligações C–H dos grupos metileno da celulose, permanecendo praticamente inalterada entre as amostras, indicando que a incorporação do Mg(OH)₂ não modifica significativamente a estrutura química da cadeia celulósica. Assim como as bandas entre 1430 e 1370 cm⁻¹ atribuídas às deformações dos grupos CH₂ e C–H da celulose, enquanto as absorções em torno de 1320 cm⁻¹ estão relacionadas às vibrações dos grupos O–H presentes na estrutura cristalina da celulose.

Na região entre 1160 e 1030 cm⁻¹ aparecem as bandas mais intensas da celulose, atribuídas ao estiramento assimétrico das ligações C–O–C da ponte glicosídica e às vibrações C–O dos álcoois primário e secundário. A manutenção dessas bandas demonstra que não houve degradação química significativa da nanocelulose durante a preparação da dispersão.

Especialmente no caso da amostra CNF/Mg(OH)₂, há também a presença da banda intensa e estreita em cerca de 3700 cm⁻¹, característica das vibrações de estiramento de grupos O–H coordenados aos íons Mg²⁺ (Teixeira, 2025).

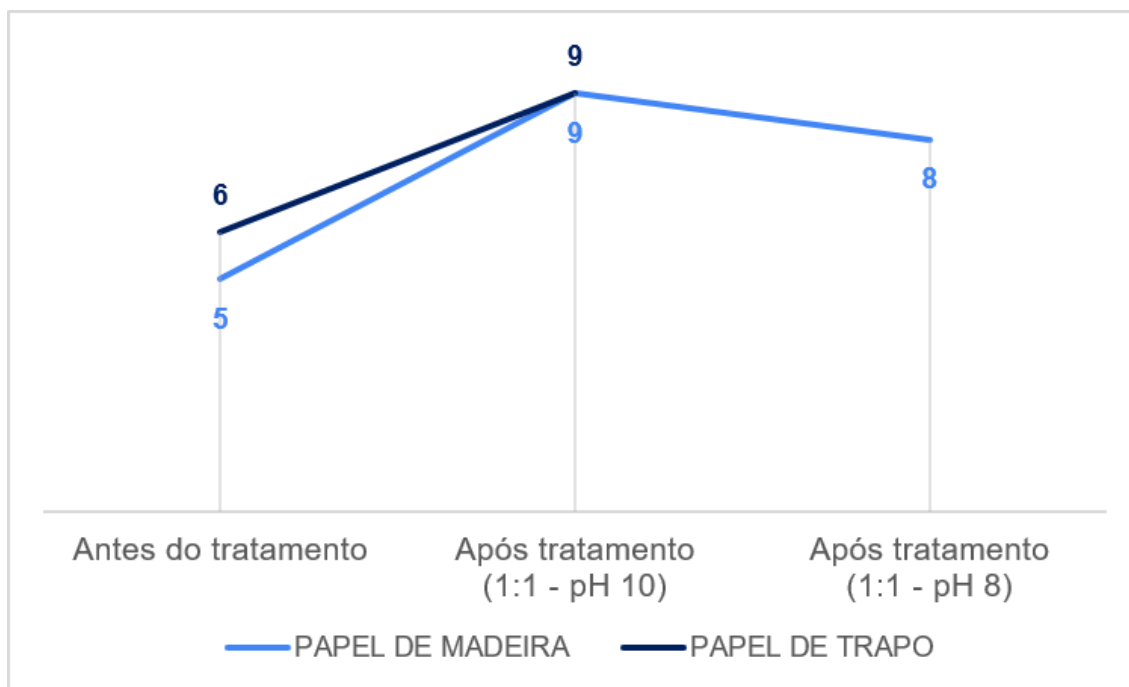
3.2. Avaliação da aplicação de CNF/Mg(OH)₂ em protótipos

A dispersão CNF/Mg(OH)₂ foi aplicada em dois protótipos celulósicos naturalmente envelhecidos: um papel de trapo, com pH inicial 6, e um papel de madeira, com pH inicial 5. A comparação entre esses dois suportes permitiu avaliar o comportamento do tratamento em papéis com composições distintas, especialmente em relação à presença de lignina e à resistência mecânica inicial.

Na primeira aplicação, realizada com a dispersão mais concentrada, de pH 10, observou-se aumento do pH nos dois protótipos (Fig. 23). Entretanto, no papel de madeira, verificou-se alteração cromática perceptível após uma semana. Esse comportamento indicou que, embora a formulação mais alcalina tenha sido eficiente

na elevação do pH, sua aplicação pode ser excessiva para suportes lignificados, mais suscetíveis a alterações de cor em meio alcalino devido à solubilização da lignina.

Figura 23: Gráfico da variação do pH nos protótipos.



Fonte: Juliana Leite, 2026.

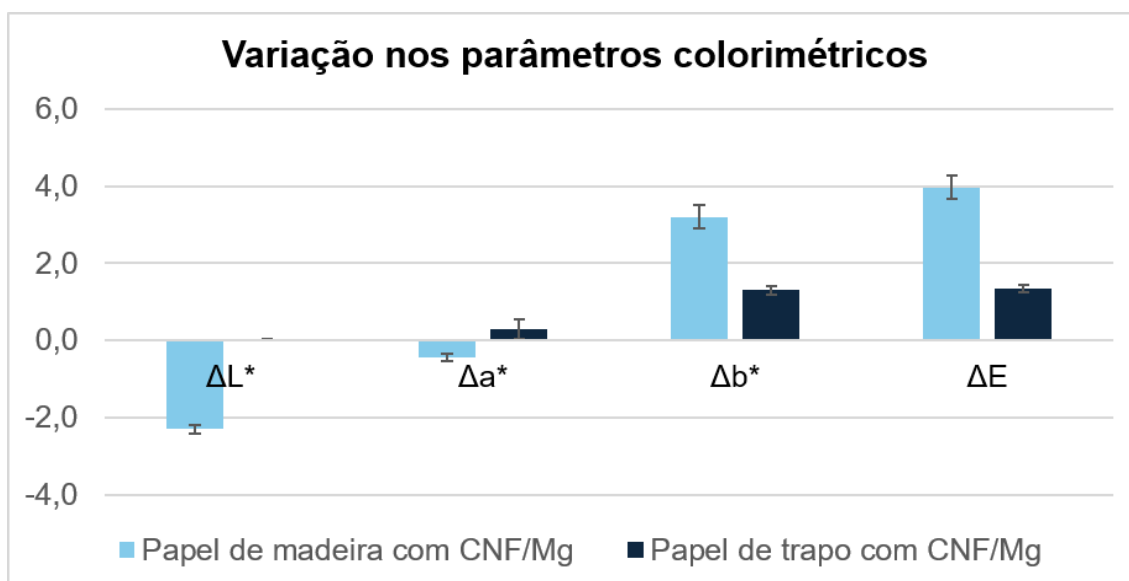
A partir dessa observação, foi preparada uma dispersão mais diluída, com pH 8. Essa formulação apresentou melhor compatibilidade com o papel de madeira, pois manteve a capacidade de alcalinização do suporte, mas com menor risco de alteração visual. Dessa forma, os resultados de aplicação indicaram que a concentração da dispersão e o pH final do sistema são parâmetros fundamentais para equilibrar eficácia da desacidificação, efeito de consolidação (avaliado por técnicas mecânicas) e preservação das características visuais do papel (avaliada pela variação dos parâmetros colorimétricos).

A análise colorimétrica evidenciou alterações distintas nos dois tipos de papel avaliados. Como pode-se observar na Figura 24, o papel de madeira, apresentou redução do parâmetro L^* , indicando leve escurecimento da superfície, acompanhada de aumento expressivo do parâmetro b^* , o que evidencia tendência ao amarelecimento. Consequentemente, esse substrato apresentou $\Delta E \simeq 4$,

ocasionando uma alteração colorimétrica perceptível. Esse resultado pode ser atribuído ao elevado pH da dispersão, que promoveu a solubilização da lignina, componente presente nos papéis de madeira que possui uma coloração mais amarronzada.

Por outro lado, o papel de trapo apresentou variações menos significativas nos parâmetros L^* , a^* e b^* , resultando em um valor de $\Delta E \approx 1,4$. Esse resultado demonstra que o tratamento ocasionou alterações visuais discretas, preservando as características cromáticas originais do suporte.

Figura 24: Gráfico da variação nos parâmetros colorimétricos.



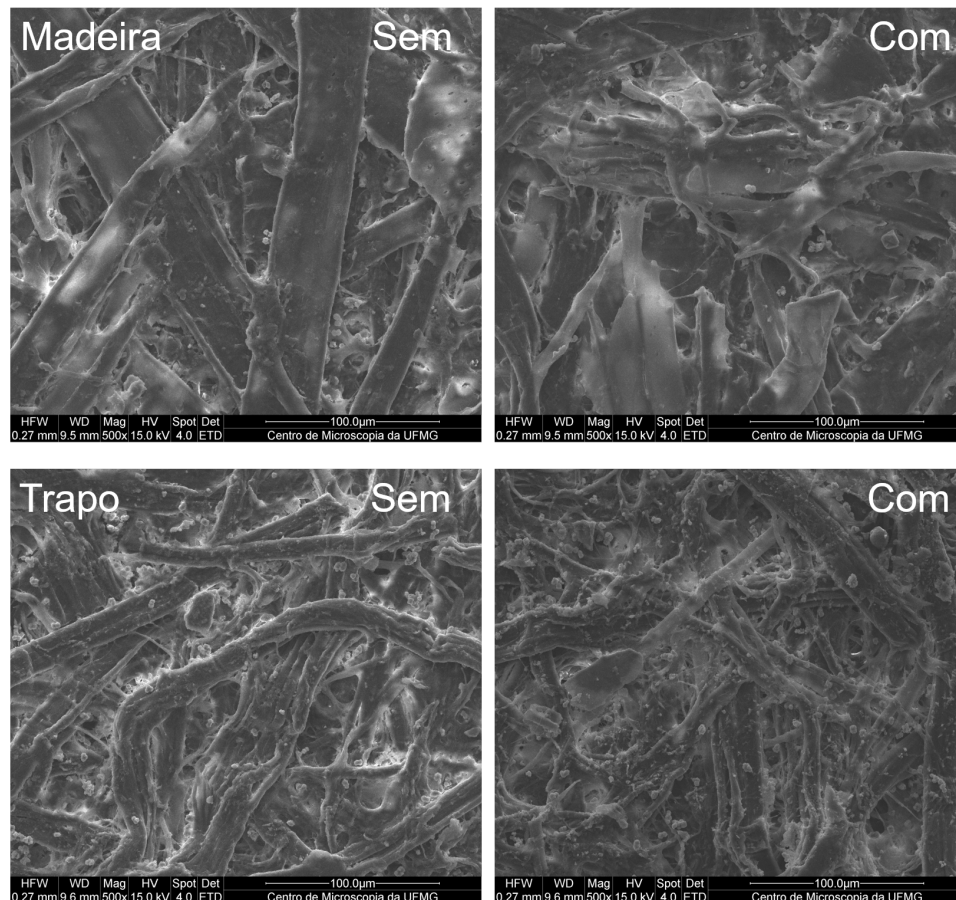
Legenda: Barras de erro são o desvio padrão das medidas.

As imagens de MEV obtidas dos protótipos tratados indicaram a presença do material híbrido sobre a superfície dos papéis (Fig. 25). Foi possível observar a deposição da dispersão CNF/Mg(OH)_2 associada à rede fibrosa dos suportes, sugerindo que o material permaneceu aderido às fibras após a evaporação do solvente.

Esse resultado é relevante porque indica que a CNF pode contribuir para a fixação do hidróxido de magnésio ao papel, formando uma rede de reforço sobre a superfície das fibras. Essa deposição pode estar relacionada ao aumento da

resistência mecânica e da dobrabilidade observado posteriormente nos protótipos tratados.

Figura 25: Imagens de MEV comparando protótipos sem e com nanomaterial híbrido na superfície.



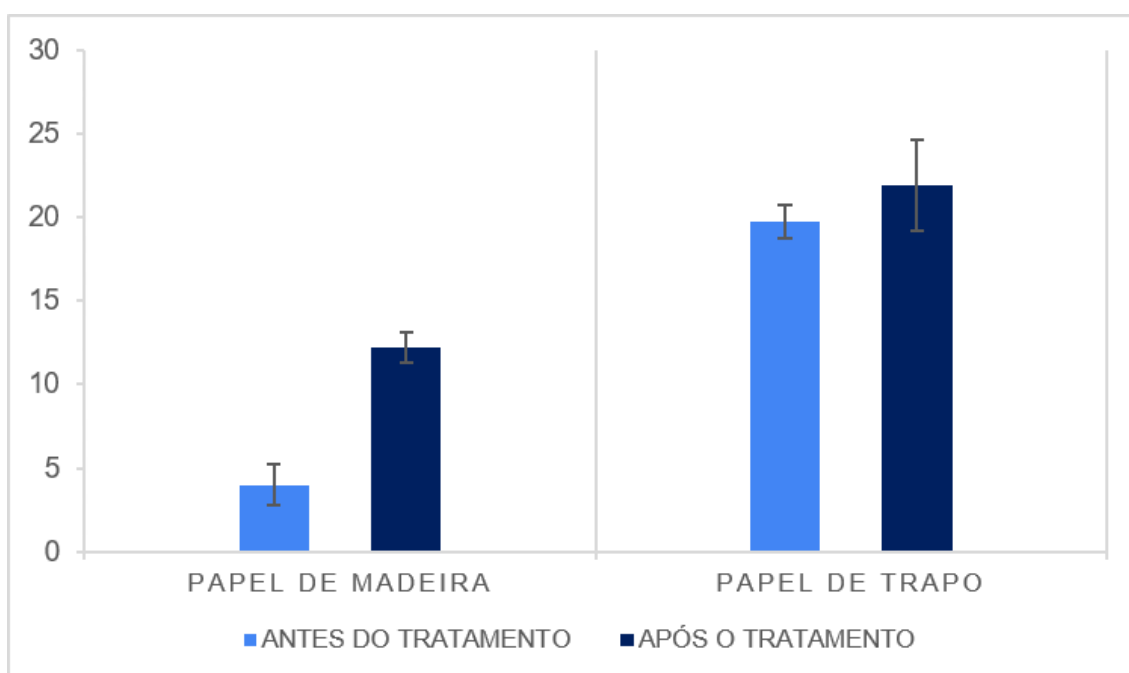
Fonte: Centro de Microscopia da UFMG.

Também foram observados pontos de agregação do nanomaterial, o que pode estar associado tanto ao processo de secagem quanto à concentração local da dispersão durante a aplicação. Desse modo, é preciso controlar a concentração da formulação e a quantidade aplicada sobre o suporte, de modo a evitar acúmulos localizados e possíveis alterações visuais.

Em relação ao comportamento mecânico dos protótipos antes e após os tratamentos, o ensaio mecânico de tração adaptado, em termos qualitativos, evidenciaram a contribuição positiva do nanomaterial híbrido para os papéis tratados. Os resultados presentes na Figura 26 demonstraram que a dispersão atuou como agente consolidante, promovendo um aumento na resistência mecânica

dos papéis avaliados. Para o papel de madeira o efeito foi mais significativo, possivelmente devido à sua menor resistência mecânica inicial, aumentando-a em aproximadamente 246%. Já para o papel de trapo, o ganho foi mais discreto, com um aumento de aproximadamente 12% na resistência mecânica, uma vez que essa amostra já apresentava, desde o início, elevada resistência à tração, possivelmente devido à sua maior estabilidade e constituição por fibras longas de algodão e/ou linho.

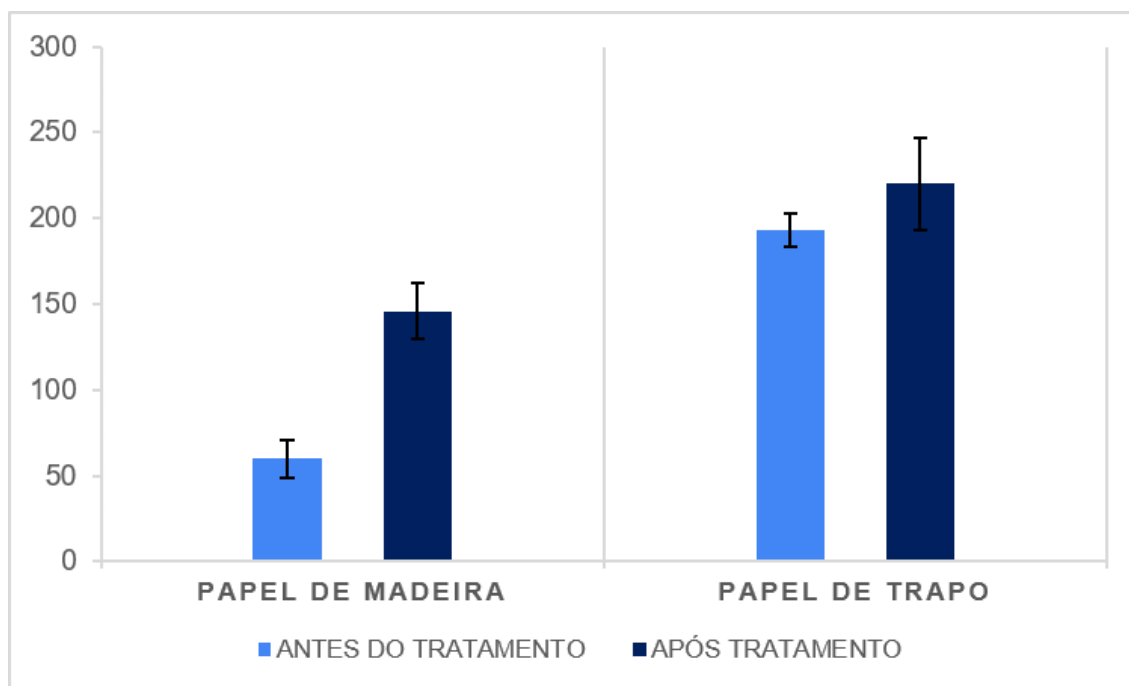
Figura 26: Gráfico da média da força-peso mensurada no ensaio mecânico de tração adaptado.



Legenda: Barras de erro são o desvio padrão. Fonte: Juliana Leite, 2026.

Os resultados do ensaio de dobrabilidade (Fig. 27), por sua vez, demonstraram que a aplicação a dispersão alcoólica das nanopartículas de $Mg(OH)_2$ ancoradas em CNF contribuiu para o aumento da resistência a dobras dos protótipos. Assim como nos ensaios mecânicos de tração, o efeito no papel de madeira foi mais expressivo; o número médio de dobras necessárias para o rompimento aumentou de 60 para 146, o que corresponde a um aumento de aproximadamente 143%. Já para o papel de trapo o ganho foi mais discreto, observou-se aumento de 193 para 220 dobras, representando um ganho de cerca de 14%.

Figura 25: Gráfico da variação da dobrabilidade relativa dos protótipos.



Legenda: Barras de erro são o desvio padrão. Fonte: Juliana Leite, 2026.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

É indispensável o desenvolvimento de novas abordagens para tratamentos de bens culturais sobre papel que não comprometam a integridade física, química e estética desses suportes; nesse contexto, este trabalho propôs o desenvolvimento de uma dispersão alcoólica de nanopartículas de hidróxido de magnésio ancoradas à nanofibrilas de celulose (CNF), visando promover a simultânea desacidificação e a consolidação de documentos gráficos. Com a análise dos resultados obtidos dos ensaios e exames realizados nos protótipos, verificou-se que a dispersão alcoólica de CNF/Mg(OH)₂ apresentou elevado potencial atendendo aos objetivos propostos pela pesquisa.

A dispersão demonstrou elevada eficiência nos processos de neutralização, elevando o pH dos papéis para a faixa alcalina, bem como na alcalinização, com a formação de uma reserva capaz de postergar futuras degradações.

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura, embora tenham evidenciado a formação de agregados atribuída principalmente ao processo de secagem da dispersão, possibilitou a identificação do nanomaterial híbrido proposto, evidenciando a presença de nanopartículas de hidróxido de magnésio distribuídas na matriz de nanofibrilas de celulose e depositadas sobre a superfície dos protótipo. As análises de ATR-FTIR indicam que a síntese promoveu a formação do Mg(OH)₂ e sua incorporação à nanocelulose sem provocar alterações significativas na estrutura química da celulose enquanto as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura evidenciaram a presença do material híbrido sobre as fibras celulósicas.

Os resultados das análises colorimétricas, indicam que a dispersão apresenta uma maior compatibilidade com papéis de trapo, nos quais as alterações cromáticas são pouco perceptíveis, e que, para papéis de madeira, por conta de sua morfologia, as alterações colorimétricas foram moderadas. Logo, torna-se necessária a otimização da formulação, de modo a minimizar modificações visuais sem comprometer a eficiência do tratamento. Vale ressaltar que em ambos os protótipos as tintas presentes nos documentos permaneceram estáveis, não sendo observados sinais de solubilização ou migração dos pigmentos, preservando a integridade do texto.

Observou-se também um aumento substancial das propriedades mecânicas, especialmente no papel de polpa de madeira, devido à sua menor resistência mecânica inicial, evidenciado pelo aumento da resistência à tração e da dobrabilidade relativa. Esses resultados confirmam que sistemas híbridos baseados em nanocelulose e hidróxido de magnésio atuam não apenas na desacidificação, mas também na consolidação.

Por fim, a ancoragem de nanopartículas de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ à nanocelulose demonstrou-se uma metodologia acessível, não-aquosa e de menor custo em comparação às alternativas comerciais disponíveis. Além disso, a utilização de nanocelulose obtida a partir do bagaço de cana-de-açúcar, é uma alternativa sustentável por ser um resíduo agroindustrial abundante no Brasil. Estudos futuros poderão investigar procedimentos de secagem e preparação de amostras que minimizem a agregação das partículas, de modo a ampliar o desempenho do material desenvolvido.

REFERÊNCIAS

2,2,6,6-tetramethylpiperidine-1-oxyl. Disponível em:
<https://www.liskonchem.com/TEMPO-Chemical-2564-83-2.html>. Acesso 05/05/2026.

Bagaço da cana-de-açúcar: como pode ser utilizado. Disponível em:
<https://www.sergomel.com.br/bagaco-da-cana-de-acucar-como-pode-ser-utilizado>.
Acesso 05/05/2026.

BAGLIONI, Piero; CHELAZZI, David; GIORGI, Rodorico; POGGI, Giovanna. **Colloid and Materials Science for the Conservation of Cultural Heritage: Cleaning, Consolidation, and Deacidification.** Langmuir, v. 29, n. 17, p. 5110–5122, 2013. DOI: <https://doi.org/10.1021/la304456n>

BAGLIONI, Piero; CARRETTI, Emiliano; CHELAZZI, David. **Nanomaterials in art conservation.** *Nature Nanotechnology*, v. 10, n. 4, p. 287–290, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1038/nnano.2015.38>

BAGLIONI, Piero; CHELAZZI, David; GIORGI, Rodorico. **Nanotechnologies in the Conservation of Cultural Heritage: a compendium of materials and techniques.** Dordrecht: Springer, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1007/978-94-017-9303-2>

BIBLIOTECA NACIONAL DE VENEZUELA. **Catálogo de Conservación de Papel del American Institute for Conservation: lavado.** Caracas: Biblioteca Nacional; Centro Nacional de Conservación de Papel, 1998e. [CONSERVAPLAN, 5].

BOJANOSKI, Silvana; ALMADA, Márcia (org.). **Glossário ilustrado de conservação e restauração de obras em papel: danos e tratamentos: português, espanhol, inglês, grego.** 1. ed. Belo Horizonte: Fino Traço Editora, 2021. PDF. Disponível em:
<https://finotracoeditora.wordpress.com/wp-content/uploads/2022/06/glossario-ilustrado-pt.pdf>

BOOKKEEPER - DESACIDIFICANTE DE PAPEL - 150g. Disponível em:
<<https://loja.casadorestaurador.com.br/desacidificante-de-papel-bookkeeper-150g>>.
Acesso: 18/11/2025

BPG Alkalization and Neutralization. Disponível em: <https://www.conservation-wiki.com/wiki/BPG_Alkalization_and_Neutralization>.

Acesso: 21/11/2025

CAMARGOS, Camilla Henriques Maia de. **Nanocompósitos de nanocelulose e nanolignina aplicados como revestimento protetivo em substratos celulósicos.** 2021. 1 recurso online (237 p.) Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Campinas, SP. Disponível em: <https://hdl.handle.net/20.500.12733/1320>. Acesso em: 26 jun. 2026.

CAMARGOS, C. H. M.; FIGUEIREDO JUNIOR, J. C. D.; PEREIRA, F. V. **Cellulose nanocrystal-based composite for restoration of lacunae on damaged documents and artworks on paper.** *Matériaux & Techniques*, v. 105, n. 6, p. 603, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.culher.2016.10.007>

CAMARGOS, C. H. M.; POGGI, G.; CHELAZZI, D.; BAGLIONI, P.; REZENDE, C. A. **Protective Coatings Based on Cellulose Nanofibrils, Cellulose Nanocrystals, and Lignin Nanoparticles for the Conservation of Cellulosic Artifacts.** *ACS Appl. Nano Mater.* 5 (9), 13245– 13259, 2022.

CAMARGOS, C. H. M.; REZENDE, C. A. **Structure–Property Relationships of Cellulose Nanocrystals and Nanofibrils: Implications for the Design and Performance of Nanocomposites and All-Nanocellulose Systems.** *ACS Appl. Nano Mater.* 4 (10), 10505– 10518, 2021.

DATACOLOR. O que é o CIELAB? Disponível em: <<https://www.datacolor.com/pt-br/business-solutions/blog/o-que-e-o-cielab/>>. Acesso em: 20 jun. 2026.

DREYFUSS-DESEIGNE, Remy. **A new mending material: nanocellulose film.** *Journal of Paper Conservation*, v. 18, n. 1, p. 36–37, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1080/18680860.2017.1339401>.

EL BAKKARI, Mounir; BINDIGANAVILE, Vivek; BOLUK, Yaman. **Facile synthesis of calcium hydroxide nanoparticles onto TEMPO-oxidized cellulose nanofibers for heritage conservation.** *ACS Omega*, v. 4, n. 24, p. 20606–20611, 2019.

FIGUEIREDO JÚNIOR, João Cura D'Ars de. **Química Aplicada à Conservação e Restauração de Bens Culturais: Uma introdução**. Belo Horizonte: São Jerônimo, 2012.

HUBBE, M. A.; SMITH, R. D.; ZOU, X.; KATUSCAK, S.; POTTHAST, A.; AHN, K. **Deacidification of acidic books and paper by means of non-aqueous dispersions of alkaline particles: a review focusing on completeness of the reaction**. *BioResources*, v. 12, n. 2, p. 4410–4477, 2017.

Laderquímica. **Triton X-100 500 mL Neon**. Disponível em: <https://www.laderquimica.com.br/triton-x-100-500ml-neon>. Acesso em 05/05/2026.

MALEŠIČ, Jasna; MARINŠEK, Marjan; CIGIČ, Irena Kralj. **Evaluation of Bookkeeper® mass deacidification based on historical book papers**. *Cellulose*, v. 29, n. 12, p. 6889–6905, 2022.

MOKRZYCKI, W. S.; TATOL, M. **Colour difference ΔE : a survey**. *Machinery Graphics and Vision*, v. 20, p. 383-411, 2011.

POGGI, G.; BAGLIONI, P.; GIORGI, R. **Alkaline earth hydroxide nanoparticles for the inhibition of metal gall ink corrosion**. *Restaurator*, v.32, p.247-273, 2011.

RODRÍGUEZ-NAVARRO, Carlos; SUZUKI, Amelia; RUIZ-AGUDO, Encarnación. **Alcohol dispersions of calcium hydroxide nanoparticles for stone conservation**. *Langmuir*, v. 29, n. 36, p. 11457–11470, 2013. DOI: <https://doi.org/10.1021/la4017728>.

SAITO, Tsuguyuki; ISOGAI, Akira. **TEMPO-mediated oxidation of native cellulose: the effect of oxidation conditions on chemical and crystal structures of the water-insoluble fractions**. *Biomacromolecules*, v. 5, n. 5, p. 1983–1989, 2004.

SCOPEL, E.; PINTO, L. O.; REZENDE, C. A. **Single-step bleaching versus organosolv-bleaching of sugarcane bagasse: tuning TEMPO-oxidized nanocellulose morphology via delignification strategy**. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 325, art. 147296, 2025. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.147296>

STAUDERMAN, Sarah D.; BRÜCKLE, Irene; BISCHOFF, Judith J. **Observations on the use of Bookkeeper® deacidification spray for the treatment of individual objects.** The Book & Paper Group Annual, v. 15, p. 127–144, 1996.

Sugarcane cultivation crop management with agri-tech insight. Disponível em: <https://www.cropin.com/blogs/sugarcane-cultivation-crop-management-with-agri-tech-insight/>. Acesso 05/05/2026.

SUZUKI, Takayuki; ITO, Chihiro; KITANO, Karen; YAMAGUCHI, Tomohiro. **CIELAB color space as a field for tracking color-changing chemical reactions of polymeric pH indicators.** ACS Omega, Washington, v. 9, n. 34, p. 36682–36689, 2024.

TAVARES, Elton Fillippe Barreto et al. **Abordagem química na restauração de acervos documentais: um caso prático.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA, 62., 2023, Natal, RN. *Anais [...]* Rio de Janeiro: Associação Brasileira de Química, 2023. Disponível em: <https://www.abq.org.br/cbq/2023/trabalhos/1/25236-30320.html>. Acesso: 26 jun. 2026.

TEIXEIRA, Sofia Nascimento. **Nanopartículas de hidróxido de cálcio para estabilização da tinta ferrogálica em documentos gráficos sobre papel: uma estratégia viável para o tratamento do "Discurso Histórico e Político" pertencente ao Arquivo Público Mineiro?.** Trabalho de Conclusão de Curso de Conservação e Restauração de Bens Culturais Móveis. UFMG. 2025

VIÑAS, Salvador Muñoz. **La restauración del papel.** Madrid: Editorial Tecnos, 2010.

VÖLKEL, L.; AHN, K.; HÄHNER, U.; et al. **Nano meets the sheet: adhesive-free application of nanocellulosic suspensions in paper conservation.** *Heritage Science*, v. 5, art. 23, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1186/s40494-017-0134-5>.

XU, Q.; POGGI, G.; RESTA, C.; BAGLIONI, M.; BAGLIONI, P. **Grafted nanocellulose and alkaline nanoparticles for the strengthening and deacidification of cellulosic artworks.** *Journal of Colloid and Interface Science*, volume 576, 147-157p. 15 September 2020.