

Tema: Nanotecnologia

PROSPECÇÃO TECNOLÓGICA DOS PROCESSOS DE OBTENÇÃO DA NANOCELULOSE A PARTIR DE INDICADORES TECNOLÓGICOS*

Douglas Henrique Milanez¹
 Lucas Faccioni Chanchetti²
 Roniberto Morato do Amaral³
 Leandro Innocentini Lopes de Faria⁴
 Tomaz Toshimi Ishikawa⁵
 José Angelo Rodrigues Gregolin⁶

Resumo

A nanocelulose possui grande potencial de inovação e apelo sustentável, podendo ser obtida a partir de três vias principais: processo mecânico, hidrólise ácida e biossíntese bacteriana. Poucos estudos verificaram os avanços tecnológicos, bem como as principais organizações que dominam tecnologias envolvidas nas três vias principais de obtenção. Este estudo objetivou mapear as principais organizações e caracterizá-las conforme o processo de obtenção, mediante indicadores elaborados a partir de registros bibliográficos de documentos de patente indexados na base de dados mundial Derwent Innovations Index. Foi efetuada a mineração de dados para analisar a evolução do patenteamento, os principais titulares e os subdomínios tecnológicos no período de 2002 a 2011. Também foi realizada a mineração do texto contido nos títulos e resumos dos registros bibliográficos para mapear os processos de obtenção de nanocelulose e suas relações com os titulares. Os resultados indicaram o envolvimento de diversas instituições, sobretudo da China, dos EUA, do Japão e da Finlândia, além da característica emergente dos desenvolvimentos tecnológicos de cada processo. Não foram identificados titulares do Brasil, conforme os critérios e as fontes adotadas no estudo. A metodologia empregada mostrou-se útil para a obtenção dos resultados pretendidos e abre espaço para o seu aprimoramento mediante novas pesquisas.

Palavras-chave: Prospecção tecnológica; Indicadores; Bibliometria; Nanomateriais; Processos de fabricação; Patente.

TECHNOLOGICAL FORECASTING OF NANOCELLULOSE MANUFACTURING PROCESSES USING TECHNOLOGICAL INDICATORS

Abstract

Nanocellulose has a great potential of innovation and sustainable appeal. It can be obtained from three main routes: mechanical process, acid hydrolysis, and bacterial biosynthesis. Few studies have verified the technological advances and major organizations which dominate those routes. This study aimed at mapping the main organizations and characterizing them according to their manufacturing processes using technological indicators compiled from bibliographic records of patent documents indexed at worldwide database Derwent Innovations Index. Data mining technique was performed to analyze the patenting evolution, the main assignee and technological subdomains from 2002 to 2011. Text mining technique was applied to the titles and abstracts in order to map the nanocellulose manufacturing processes and their relation to the patent owners. The results indicated the involvement of institutions mainly from China, the USA, Japan and Finland, and the emerging stage of the processes could be stated. No Brazilian patentee were identified through the criteria and sources adopted in this study. The methodology proved to be useful for obtaining the desired results and there is room to improve it upon new research.

Keywords: Technological forecasting; Indicators; Bibliometrics; Nanomaterials; Manufacturing processes; Patents.

¹ Eng. de Materiais, Mestre em Ciência e Eng. de Materiais, Doutorando e Pesquisador, Núcleo de Informação Tecnológica em Materiais, Depto. de Engenharia de Materiais (NIT/Materiais), Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos, SP, Brasil.

² Eng. de Materiais, Mestrando e Pesquisador, NIT/Materiais, PPGCEM, UFSCar, São Carlos, SP, Brasil.

³ Bibliotecário e Cientista da Informação, Doutor em Eng. de Produção, Pesquisador do NIT/Materiais, Professor do Depto. de Ciência da Informação, UFSCar, São Carlos, SP, Brasil.

⁴ Eng. de Materiais, Doutor em Ciência e Eng. de Materiais, Coordenador do NIT/Materiais, Professor do Depto. de Ciência da Informação, UFSCar, São Carlos, SP, Brasil.

⁵ Eng. de Materiais, Dr. em Ciência de Materiais, Prof., Depto. de Eng. de Materiais, UFSCar, São Carlos, SP, Brasil.

⁶ Eng. de Materiais, Doutor em Ciência e Eng. de Materiais, Pesquisador do NIT/Materiais, Professor do Depto. de Engenharia de Materiais, UFSCar, São Carlos, SP, Brasil.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

A nanocelulose é um nanomaterial que tem se destacado recentemente por apresentar propriedades e comportamentos potencialmente superiores às das fibras convencionais de celulose, além de estar frequentemente associada à sustentabilidade, já que é possível obtê-la de fontes renováveis [1–8]. As aplicações da nanocelulose são variadas e inclui agente de reforço em materiais compósitos, devido à altíssima razão de aspecto, baixa densidade da celulose (1,5 g/cm³) e elevado módulo elástico que os nanocristais de celulose podem atingir (138 GPa) [2,4]. Há ainda a indicação de boas propriedades mesomórficas (cristal líquido), de suspensões de nanocristais de celulose [1] e outras propriedades atraentes, como biocompatibilidade e biodegradabilidade, barreira para gás, absorção de água, propriedades reológicas e propriedades óticas. Outras aplicações são embalagens, papéis óticamente transparentes para dispositivos eletrônicos, agente texturizante, curativos e implantes bioartificiais [1–4]. Estudos apontam um mercado promissor para este nanomaterial, sendo que está previsto, para o mercado norte-americano, por exemplo, um total de US\$ 250 milhões já em 2020 [9].

Nanocelulose é um termo genérico para um conjunto de materiais à base de celulose em escala nanométrica, no qual estão incluídas as nanofibrilas de celulose e os nanocristais de celulose. As nanofibrilas de celulose caracterizam-se por seu perfil longo e flexível, formada por regiões alternadas de cadeias de celulose amorfas e cristalinas, enquanto que os nanocristais de celulose caracterizam-se pela elevada cristalinidade em relação às nanofibrilas e pelo formato de agulhas (whiskers) [1]. Recentemente observou-se aumento na quantidade de sinônimos associados à nanocelulose [1,2,8].

Tabela 1 exemplifica a diversidade de fontes existentes para obtenção de nanocelulose, além de seus processos e suas dimensões típicas, que são obtidas. Os processos de obtenção típicos da nanocelulose podem ser classificados em top-down, nos quais as nanoestruturas são alcançadas, por exemplo, por processos mecânicos (que resultam nas nanofibrilas) ou por meio da hidrólise ácida (para nanocristais de celulose). Em geral, as fontes dos processos top-down incluem madeira e fibras naturais, polpa de celulose, plantas e resíduos florestais e agrícolas. Há também a biossíntese bacteriana, processo classificado como bottom-up, em que as nanoestruturas são organizadas pela ação de bactérias em meios contendo açúcares e álcoois, que resultam nas chamadas celuloses bacteriais ou bacterianas, isto é, nanocristais de celulose com elevada pureza e cristalinidade, com destaque para a alta resistência mecânica, durabilidade e biocompatibilidade, ressaltando nas aplicações médicas do nanomaterial [1–5].

Os três processos mencionados possuem gargalos ligados principalmente à escala de produção, com algumas poucas iniciativas em escala piloto, além do custo energético e viabilidade técnica de produção. Há notícias da abertura de empresas para produção deste nanomaterial, ainda que em escala piloto, no Canadá, Finlândia e EUA [8] e há estimativas que apontam para a produção mundial de nanocelulose em 780 toneladas já no ano de 2017 [9]. Com relação ao custo energético e viabilidade técnica, estudos têm sido conduzidos visando pré-tratamentos químicos ou enzimáticos das fontes de nanocelulose [6,7].

As atividades de pesquisa e desenvolvimento em nanocelulose está aumentando consideravelmente nos últimos anos em todo mundo, e os avanços tecnológicos podem ser acompanhados por meio de indicadores tecnológicos elaborados com

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

base em documentos de patente [8,10-12]. Com formato universal e de acesso público, os documentos de patentes descrevem informações de natureza técnica, legal e de negócio, em grande parte, indisponíveis em outras fontes. Esses documentos englobam pedidos de patente depositados no mundo todo e em cada país especificamente, sendo intensamente utilizados no monitoramento tecnológico e em outros tipos de análise estratégica [11,12]. Dentre os instrumentos importantes de análise para o monitoramento tecnológico, figuram os indicadores baseados em bibliometria e mineração de dados (data mining) e de textos (text mining), que abrangem um conjunto de técnicas estatísticas para medições e inferências relativas à comunicação técnico-científica. Essas técnicas são constantemente aplicadas em publicações científicas, documentos de patente e outras fontes, desenvolvendo estatísticas a partir da informação contida em dados bibliográficos de campos, estruturados ou em textos livres de campos não estruturados [13-15].

Tabela 1. Processos empregados na obtenção de nanocelulose e as estruturas típicas do nanomaterial.

Classificação	Processos típicos de obtenção de nanocelulose Processos de obtenção / Fontes típicas	Tipo de nanocelulose obtida / Tamanho típico
<i>Top-down</i>	Métodos mecânicos com possibilidade de pré-tratamento químico ou enzimático / Madeira, bagaço de cana de açúcar, beterraba, tubérculo de batata, cânhamo e linho	Nanofibrilas de cellulose / Diâmetro: 5-60 nm Comprimento: até vários micrômetros
	Hidrólise ácida em meio aquoso / Madeira, algodão, cânhamo, linho, palha de trigo, casca de amoreira, bagaço de cana de açúcar	Nanocristais de cellulose / Diâmetro: 5-70 nm. Comprimento: 100-250 nm
<i>Bottom-up</i>	Biossíntese bacteriana em meio agitado ou estático (bactérias do gênero <i>Gluconacetobacter</i>) / Açúcares e álcoois de baixo peso molecular	Celulose bacteriana (cristalina) / Diâmetro: 20-100 nm; Configuração: diferentes tipos de rede de nanofibras.

Fontes: Adaptação de [1,4].

Poucos estudos, no entanto, têm verificado os avanços tecnológicos e as principais organizações que dominam os processos de obtenção da nanocelulose. O objetivo do presente estudo é mapear as principais organizações dos pedidos de patentes em nanocelulose e caracterizá-las conforme os principais processos de obtenção envolvidos nesse patenteamento, mediante indicadores elaborados a partir de mineração de dados e de textos aplicados aos documentos de patentes depositados mundialmente.

2 MATERIAIS E MÉTODO

2.1 Procedimento para elaboração dos indicadores

Foram elaborados indicadores baseados na mineração de dados e de texto dos registros bibliográficos de documentos de patente indexados na base Derwent Innovations Index (DII) e recuperados por meio da expressão de busca:

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

("bacterialcellulos*") OR ("cellulos* crystal*") OR ("cellulos* nanocrystal*") OR ("cellulos* whisker*") OR ("cellulos* microcrystal*") OR ("cellulos* nanowhisker*") OR ("nanocrystal* cellulos*") OR ("cellulos* nano-whisker*") OR ("cellulos* nano-crystal*") OR ("nano-crystalcellulos*") OR ("cellulos* micro-crystal*") OR ("cellulos* microfibril*") OR ("microfibril* cellulos*") OR ("cellulos* nanofibril*") OR ("nanofibril* cellulos*") OR ("micro-fibril* cellulos*") OR ("nano-fibril* cellulos*") OR ("cellulos* micro-fibril*") OR ("cellulos* nano-fibril*") OR ("cellulos* nanofiber*") OR ("nanocellulos*") OR ("cellulos* nanoparticle*") OR ("nano-cellulos*") OR ("nanoparticl* cellulos*") OR ("nanosiz* cellulos*") OR ("cellulos* nanofill*") OR ("nano-siz* cellulos*") OR ("cellulos* nano-fiber*") OR ("cellulos* nanoparticle*") OR ("cellulos* nano-fill*") OR ("nano-particil* cellulos*").

A busca foi realizada no campo Tópico da base DII, procurando pelas palavras nos títulos e resumos dos registros bibliográficos. Após a coleta, os registros foram tratados, utilizando-se o *software* Earliest Priority Selector [16], de modo a se obter o ano do primeiro depósito da patente, conforme recomendações práticas no processo de elaboração de indicadores [11,15]. No presente estudo, foram analisados 1.503 registros bibliográficos de documentos de patente depositados no período de 2002 a 2011. Os registros bibliográficos foram importados no software de mineração de dados e de texto VantagePoint® (versão 5.0) e os seguintes indicadores foram elaborados:

- Número de documentos de patentes em função do tempo;
- Número de documentos de patentes para os processos de obtenção de nanocelulose (biossíntese, processo mecânico e hidrólise ácida);
- Número de documentos de patentes para os titulares com pelo menos dez documentos de patente no período;
- Número de documentos de patente do principal subdomínio do patenteamento dos principais titulares;
- Número de documentos de patente que os principais titulares possuem em cada processo de obtenção de nanocelulose;
- Número de documentos de patente que os principais titulares depositaram em conjunto no período.

A representação dos indicadores contou com auxílio do software MS Excel® (versão 2010). Os processamentos dos dados e textos foram executados conforme os procedimentos apresentados no tópico a seguir.

2.2 Processamento de dados e mineração de texto

Os documentos de patentes foram agrupados em três períodos distintos (2002-2004, 2005-2007 e 2008-2011) para auxiliar na análise temporal, enquanto os principais depositantes foram obtidos por meio da codificação de padronização da base de dados utilizada neste estudo (assignee codes). A codificação divide-se em a) Padronizado: códigos designados a organizações com grande portfólio de patentes e que regularmente fazem depósitos; b) Não padronizado: destinadas a organizações que não têm regularidade de patenteamento, sendo possível diferentes organizações receberem a mesma codificação, o que justifica a necessidade de averiguar-se particularmente cada caso; e c) Individual, para pessoas físicas. Documentos de patente pertencente apenas a titulares codificados como pessoas físicas foram desconsideradas da análise deste estudo.

A análise também foi limitada aos titulares com no mínimo 10 documentos de patente. Os códigos da Classificação Internacional de Patentes (CIP)¹ foram

¹A CIP foi criada para auxiliar a recuperação de informação e gestão dos documentos nos escritórios nacionais de propriedade industrial, sendo dividida em seções (o nível menos detalhado), classes,

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

agrupados em subdomínios tecnológicos, conforme categorização proposta pelo Observatoire des Sciences et des Techniques [17], a fim de facilitar a visualização das áreas tecnológicas relacionadas ao patenteamento. Foi caracterizado o subdomínio tecnológico com maior número de patentes associado para cada titular. Os processos de obtenção da nanocelulose (biossíntese, processo mecânico e hidrólise ácida) deram-se a partir de termos extraídos dos títulos e resumos dos registros bibliográficos, seguindo procedimentos de mineração de texto. Após a importação dos dados no Vantage Point, foi aplicado o processamento de linguagem natural (*natural language process*) [13,14], uma ferramenta do software que extrai palavras substantivadas de qualquer texto escrito em língua inglesa. Como resultado, obtiveram-se palavras simples ou compostas, que doravante serão tratadas como termos. Em seguida, palavras vazias (*stopwords*) e números foram removidos utilizando-se uma lista fornecida pelo próprio software e outra elaborada pelos autores do estudo, resultando em uma lista final composta por 31.983 termos.

Tabela 2. Lista de termos associados aos três processos de obtenção de nanocelulose.

Processo de obtenção	Lista de termos associados ao processo	
Hidrólise ácida (nanocristais)	nanocrystalline cellulose NCC cellulose nanocrystals acid hydrolysis acid hydrolysis reaction hydrolyzing pulp acid hydrolysis process hydrochloricacidhydrolysis	hydrolyzation hydrolyzing cellulose mild acid hydrolysis NCC comprising acid hydrolysis sulfuric acid hydrolysis acid hydrolyzed cellulose microfibrils acid hydrolyzed food residue fiber acidhydrolyzingprocess
Proc. mecânico (nanofibrilas)	microfibrillated cellulose microfibril cellulose cellulose microfibrils cellulose nanofibrils nanofibrillar cellulose nanofibrillated cellulose MFC fibrillating fibrillating cellulose fibers fibrillation cellulose fibrillation process defibrillating defibrillating suspension defibrillating treated pulp defibrillation	extensional homogenizer fibrillating pulp fibrillating raw material fibrillating step fibrillation stage fibrillation step high pressure homogenization high pressure homogenizer treatment high shear homogenizers making nanofibrillated cellulose NFC manufacturing hydrophobic microfibrillated cellulose mechanical homogenization microfibrillating ultra-high pressure homogenizer
Biossíntese (c. bacteriana)	bacterial cellulose bacterial cellulose fiber bacterial cellulose material dried bacterial cellulose fermenting	continuous fermenting continuous fermenting process controlled fermentation process direct biosynthesis dynamic fermentation

subclasses, grupos, subgrupos e classificação completa (o nível mais detalhado). A classificação é fornecida por um especialista no assunto e, por ser utilizada mundialmente, é empregada na elaboração de indicadores tecnológicos [11,15].

* *Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.*



fermentation	dynamic fermentation procedure
fermentation culture medium	fermentation method
biosynthesis	fermentation organism method
biosynthetic cellulose	fermentation residue
fermentation processes	fermented coconut water
fermenting culture medium	fermenting bacterial cellulose
microbial fermentation	nanofibers
static fermentation	fermenting culture
subsequent fermentation	fermenting method
bacterial cellulose fermentation	fermenting process
bacterial cellulose fermenting	microbial fermentation process
cultivation procedure	microbial fermentation synthesis
biosynthesizing	microbial fermentation synthesis
biosynthesizing bacterial cellulose	process
biosynthetic cellulose BC fibers	nano cellulose fermented liquor
biosyntheticnano-cellulose	new fermentation medium
fermentingbacterialcellulose	new type bacterial cellulose
continuousfermentation	fermenting reactor
	performingfermentation
	situbiosynthesis

Fonte: elaborado a partir de documentos de patentes da base de dados DII.

A próxima etapa caracterizou-se pela busca de termos que indicassem o processo de obtenção de nanocelulose envolvido, mostrando-se uma tarefa desafiadora, devido ao total de termos encontrados. No presente estudo, adotou-se uma abordagem direta e outra indireta para se recuperar os termos em cada processo, considerando definições e conceitos estabelecidos na literatura em nanocelulose. Na abordagem direta, os termos que caracterizavam claramente os processos de obtenção específicos, como “acid hydrolysis”, “hydrolization”, “defibrillating”, “fermentation”, dentre outros, foram simplesmente recuperados e agrupados. Na abordagem indireta, tomaram-se os tipos de nanocelulose como critério para se definir o processo de obtenção. Por exemplo, o termo “bacterial cellulose” indica que o nanomaterial foi obtido por meio da biossíntese, enquanto que “nanocrystalline cellulose” foi associada à hidrólise ácida.

Em alguns casos, para minimizar erros, os resultados foram confrontados com os títulos completos das patentes para validação do processo de obtenção do nanomaterial. “Fermentation”, por exemplo, poderia referir-se a tecnologias de produção de etanol de segunda geração (tendo como subproduto a nanocelulose), porém, ao confrontar com os títulos das patentes que possuíam esta palavra, verificou-se que se tratava do processo de biossíntese bacteriana. A adoção destes procedimentos e cuidados possibilitaram a identificação dos processos de obtenção e os conjuntos de termos correspondentes mostrados na Tabela 2. No total, foram encontrados 214 documentos de patente associados a biossíntese, 109 a processo mecânico e 56 a hidrólise ácida.

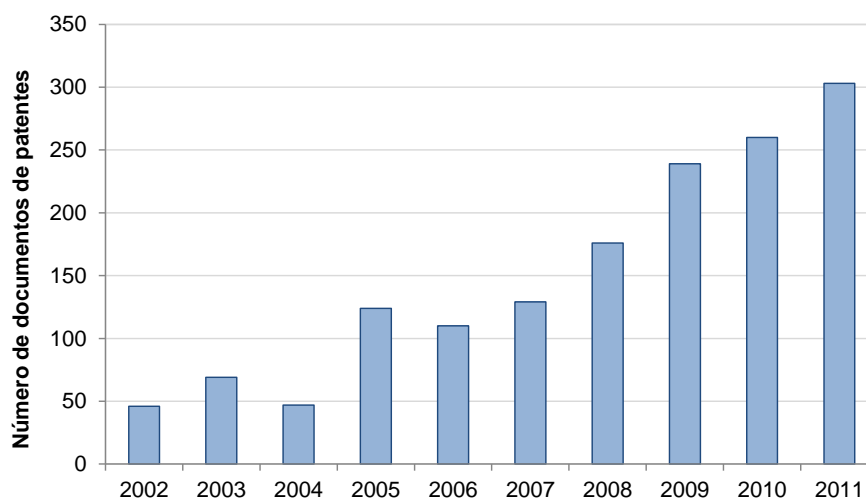
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Evolução do Patenteamento em Nanocelulose e para os Processos de Obtenção do Nanomaterial

O patenteamento em nanocelulose aumentou consideravelmente a partir do ano de 2008, conforme Figura 1, depois de dois momentos em que os números de

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

depósitos permaneceram relativamente estáveis. Entre 2002 e 2004, a média de documentos depositados anualmente foi 55, passando para 120 entre 2005 e 2007. Entre 2008 e 2011, o crescimento anual médio do número de documentos foi de 24,4% e há perspectivas de que o desenvolvimento de tecnologias envolvendo nanocelulose avance nos próximos 25 anos [6]. Pelo menos em parte, esse aumento considerável no número de documentos de patentes é consequência dos incentivos à nanotecnologia [18,19] e, em linhas específicas, à nanocelulose como, por exemplo, em programas europeus [8].



Fonte: Derwent Innovations Index.

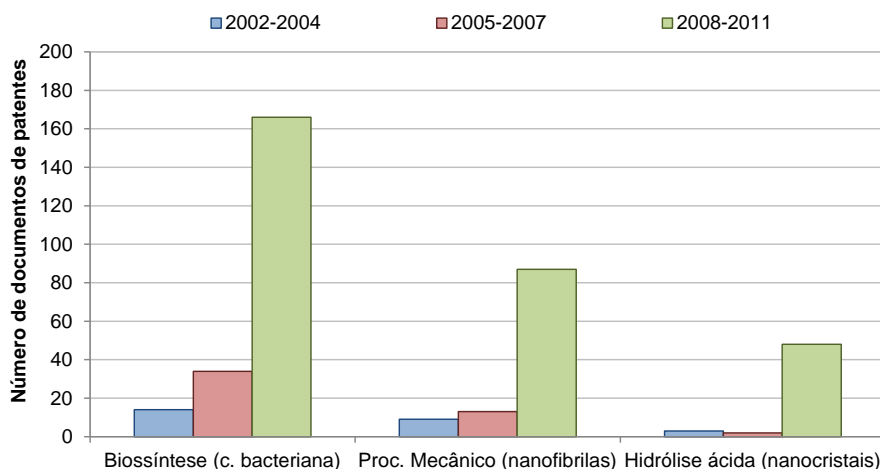
Figura 1. Número anual de documentos de patente para o período de 2002 a 2011.

Houve crescimento significativo no número de documentos de patentes para os três principais processos de obtenção de nanocelulose, conforme Figura 2, o que pode estar associado ao interesse dos depositantes em fortalecer sua posição e explorar o promissor mercado de nanocelulose. Seguindo a tendência observada na Figura 1, há concentração de documentos no período de 2008 a 2011 nos três casos. No entanto, o patenteamento foi maior para o processo de biossíntese, provavelmente devido ao maior período em que estudos científicos têm sido realizados sobre celulose bacteriana [20] e possibilidade do uso do nanomaterial em nichos de mercado mais nobre, como fármacos e utensílios medicinais, visto que a escala de produção via biossíntese é baixa e, conseqüentemente, o preço do nanomaterial tende a ser elevado.

Para as nanofibrilas de celulose, é necessário salientar que a descoberta dos primeiros métodos de obtenção de celulose em escala nanométrica a partir de fontes renováveis datam do final da década de 1970, quando pesquisadores da International Telephone and Telegraph Corporation (ITT) descreveram um método pioneiro de obtenção das microfibrilas de celulose a partir de polpa de celulose, utilizando tratamento mecânico em homogeneizadores de alta pressão [1,2]. Apesar do pionerismo, os avanços tecnológicos aparentemente mais significativos só foram ocorrer no final da década de 2000. Esse atraso está associado aos gargalos científicos e técnicos, por exemplo, com o elevado gasto energético para gargalos técnicos da produção do material pela rota da ITT [1], além de menores incentivos financeiros para o desenvolvimento do nanomaterial antes do período citado. Neste sentido, pré-tratamentos químicos e enzimáticos têm sido utilizados para minimizar o custo energético do processo [6,7]. No caso do processo de hidrólise ácida, o baixo

* Contribuição técnica ao 69^o Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14^o ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

número de documentos nos períodos de 2002 a 2004 e de 2005 a 2007 corrobora o fato desta via ter sido desenvolvida mais recentemente [1–3], como também indicado pelo crescimento do patenteamento na Figura 1.



Fonte: Derwent Innovations Index.

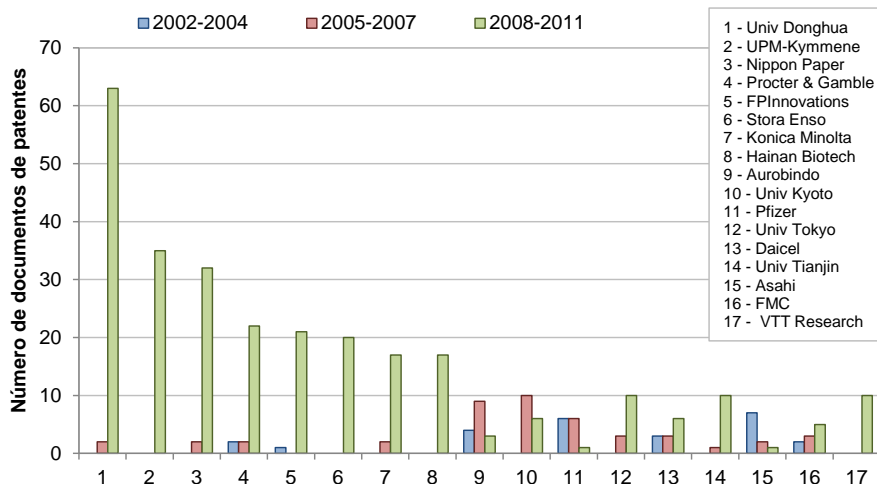
Figura 2. Número de documentos de patente acumulado em diferentes períodos para os processos de obtenção de nanocelulose.

3.2 Principais Titulares o Patenteamento em Nanocelulose e sua Caracterização Quanto Processo de Obtenção

Apenas 17 titulares depositaram ao menos 10 documentos de patente no período de 2002 a 2011, representando 22,8% (343 documentos de patente) do total de registros bibliográficos recuperados na base, conforme Figura 3. Esses titulares compreenderam onze empresas e seis instituições ligadas mais exclusivamente à pesquisa, sendo quatro universidades e dois centros de pesquisa. Em geral, houve aumento repentino no número de documentos de patente destes titulares no último quadriênio estudado, seguindo a tendência observada na Figura 1, exceto para as empresas Aurobindo, Pfizer e FMC, da área de farmacêuticos, Daicel e Asashi, da área químico-materiais, e para a Univ. de Kyoto.

Alguns dos titulares têm origem em países que já possuem plantas-piloto para obtenção de nanocelulose (EUA, Canadá e Finlândia) [8], como indicado na Tabela 2. Em geral, os desenvolvimentos tecnológicos dos titulares foram associados principalmente ao subdomínio de Trabalho com Materiais e Química Macromolecular, o que corrobora a perspectiva de mercado para este nanomaterial [9].

* Contribuição técnica ao 69^o Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14^o ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



Fonte: Derwent Innovations Index.

Figura 3. Número de documentos de patente acumulados em diferentes períodos para os principais titulares do patenteamento em nanocelulose em geral.

É notável a preferência dos titulares de origem chinesa pelo processo de obtenção por biossíntese bacteriana, conforme Tabela 3. A Univ. Donghua, que lidera o patenteamento mundial em nanocelulose, atuou principalmente no subdomínio de Biotecnologia, enquanto a Univ. Tianjin desenvolveu tecnologias associadas à Engenharia Médica. Já a Hainan Biotechnology possui patentes associadas ao subdomínio de Biotecnologia, tendo depositado três patentes em conjunto com a também chinesa Univ. Donghua sobre métodos de preparação: de membrana eletrolítica (CN101736572), de membrana antibacteriana (CN101708341) e de material compósito (CN101736572). Todas as tecnologias adotaram a celulose bacteriana como tipo de nanocelulose.

Os titulares de origem japonesa (duas universidades e quatro empresas) tiveram tecnologias em nanocelulose associadas principalmente ao subdomínio de Trabalho com Materiais (NipponPaper, Konica Minolta, Daicel Chemical Ind., Asahi Chemical Ind., Univ. Kyoto), que inclui processamentos em materiais em geral, não estando restrito a somente processos de obtenção em materiais. As empresas Nippo Paper e Asahi Chemical Ind têm preferência por processos mecânicos para obtenção de nanofibrilas de celulose, como mostrado na Tabela 3. Adicionalmente, verificou-se também que a empresa Nippon Paper e a Univ. Kyoto depositaram em conjunto uma patente sobre método de manufatura de nanofibras de celulose para uso em partes do interior de veículo (JP2011544228).

As três empresas americanas tiveram dedicação em tecnologias pertencentes aos subdomínios de Farmacêuticos-Cosméticos (Pfizer e FMC) e de Química de Base (Procter & Gamble, cujo foco de mercado é voltado para bens de consumo). Para estes titulares, não foram verificados depósitos de patente em conjunto com outras organizações mapeadas e, apenas para a Procter & Gamble, foi possível verificar interesse por processos de obtenção de nanocelulose via biossíntese e processos mecânicos.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

Tabela 3. Caracterização dos titulares mapeados quanto ao país de origem e principal subdomínio tecnológico (SDT) associado a suas patentes.

Titular	País de origem	Total de doc.	Principal SDT	Total de doc. no SDT
UnivDonghua	China	65	Biotecnologia	26
UPM-Kymmene	Finlândia	35	Trabalho com Materiais	25
NipponPaper	Japão	34	Trabalho com Materiais	24
Procter & Gamble	EUA	26	Química de Base	26
FPIInnovations	Canadá	22	Química Macromolecular	16
StoraEnso	Finlândia	20	Trabalho com Materiais	20
Konica Minolta	Japão	19	Trabalho com Materiais	10
Hainan Biotech	China	17	Biotecnologia	8
Aurobindo	Índia	16	Farmacêuticos-Cosméticos	16
Univ Kyoto	Japão	16	Trabalho com Materiais	12
Pfizer	EUA	13	Farmacêuticos-Cosméticos	13
Univ Tokyo	Japão	13	Química Macromolecular	8
Daicel Chemical	Japão	12	Trabalho com Materiais	6
Univ Tianjin	China	11	Engenharia Médica	5
Asahi Chemical	Japão	10	Trabalho com Materiais	6
FMC	EUA	10	Farmacêuticos-Cosméticos	10
VTT Research	Finlândia	10	Química Macromolecular	7

Fonte: DerwentInnovations Index. Elaborado pelos autores.

Tabela 4. Relação entre titulares mapeados e o processo de obtenção de nanocelulose utilizado

Titular	País de origem	Biossíntese C. Bacteriana	Proc. Mecânico Nanofibrilas	Hidrólise ácida Nanocristais
Nippon Paper	Japão	1	6	1
Asahi Chemical	Japão		4	
Ind				
Aurobindo	Índia	1	1	
UPM-Kymmene	Finlândia	3	19	
Stora Enso	Finlândia		12	
VTT Research	Finlândia		3	
Procter & Gamble	EUA	2	1	
Univ Donghua	China	38		
Hainan Biotech	China	13		
Univ Tianjin	China	5		
FPIInnovations	Canadá			16

Fonte: Derwent Innovations Index.

As empresas finlandesas (UPM-Kymmene e Stora Enso) mostraram foco de desenvolvimento em tecnologias voltadas para Trabalho com Materiais e preferência por processos mecânicos para obtenção de nanocelulose, apesar da UPM-Kymmene também ter alguns poucos documentos associado à biossíntese. Ambas depositaram duas patentes em conjunto, envolvendo tecnologia de manufatura de papéis nanoestruturado para uso em impressão gráfica (FI200905634 e FI20121890). Por fim, a canadense FPIInnovations e a finlandesa VTT Research destacaram-se entre os titulares por serem centros de pesquisa com atuação direcionado às indústrias de papel e celulose. O patenteamento de ambas mostrou-se focado principalmente no subdomínio de Química Macromolecular, o que sugere a busca de soluções envolvendo materiais compósitos. É notório o interesse da FPIInnovations em processos de obtenção de nanocristais a partir de hidrólise ácida, enquanto a VTT Research concentrou esforços principalmente em processos

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



mecânicos. Não foi identificado, contudo, patenteamento destes centros em conjunto com alguma empresa no período da análise.

4 CONCLUSÃO

Os indicadores tecnológicos elaborados no presente estudo permitiram delinear a evolução dos pedidos de patente mundialmente e da atuação dos principais titulares nos processos de obtenção em nanocelulose. O patenteamento aumentou consideravelmente a partir do ano de 2008, como provável reflexo dos incentivos à nanotecnologia, geral e especificamente, ao nanomaterial. Entre os titulares, encontram-se empresas, universidades e centros de pesquisa de países que têm investido no desenvolvimento de plantas-piloto e fábricas para produção de nanocelulose, em especial os EUA, Canadá e Finlândia. Os principais titulares mapeados representaram 22,8% do total de patentes da amostra analisada e apresentaram um salto no número de documentos a partir de 2008, exceto para aqueles ligados ao subdomínio Fármacos-Cosméticos. Como também obtiveram um patenteamento incipiente (no caso da indiana Aurobindo) ou nulo (no caso da Pfizer e FMC) sobre processos de obtenção de nanocelulose, é provável que estes atores estejam mais interessados no uso do nanomaterial em suas tecnologias e formulações. Os titulares de origem chinesa tendem a patentear sobre processos de biossíntese, enquanto processos mecânicos foram mais explorados pelos finlandeses, americanos e japoneses. A canadense FPIInnovation mostrou clara opção pela hidrólise ácida, processo de obtenção que mostrou desenvolvimento mais recente em relação aos demais. De maneira global, pode-se afirmar que todos os três ainda estão em estágio de desenvolvimento emergente, provavelmente devido aos gargalos técnico-científicos ainda existentes em cada um. Em termos de classificação das patentes, observou-se a predominância dos subdomínios tecnológicos de Química Macromolecular e de Trabalho com Materiais.

O método adotado na presente pesquisa mostrou-se adequado na construção e análise dos indicadores tecnológicos obtidos a partir de documentos de patente. Em especial, a superação das limitações presenciadas sobretudo na análise dos termos extraídos dos títulos e resumos dos documentos representam uma boa oportunidade para futuras pesquisas para o aprimoramento da mineração de texto aplicada a documentos de patente. O método mostrou-se adequado para o monitoramento tecnológico em nanocelulose, podendo ser replicado a outros nanomateriais e processos, resguardando detalhamentos intrínsecos a estes.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP (Projeto no 2012/16573-7), ao CNPq (Projeto no 160087/2011-2) e aos Programas de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais e em Ciência, Tecnologia e Sociedade, ambos da Universidade Federal de São Carlos, pelo apoio ao desenvolvimento do presente trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 Klemm D, Kramer F, Moritz S, Lindström T, Ankerfors M, Gray D, et al. Nanocelluloses: a new family of nature-based materials. *Angew Chem Int.* 2011;50(24):5438-66.
- 2 Siqueira G, Bras J, Dufresne A. Cellulosic Bionanocomposites: A Review of Preparation, Properties and Applications. *Polymers.* 2010;2(4):728-65.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

- 3 Moon RJ, Martini A, Nairn J, Simonsen J, Youngblood J. Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites. *Chem Soc Rev.* 2011;40(7):3941-94.
- 4 Eichhorn SJ et al. Review: current international research into cellulose nanofibres and nanocomposites. *Journal of Materials Science.* 2009;45(1)1-33.
- 5 Azizi Samir MAS, Alloin F, Dufresne A. Review of recent research into cellulosic whiskers, their properties and their application in nanocomposite field. *Biomacromolecules.* 2005;6(2):612–26.
- 6 Isogai A. Wood nanocelluloses: fundamentals and applications as new bio-based nanomaterials. *Journal of Wood Science.* 2013;59(6):449-59.
- 7 Paakko M et al. Enzymatic hydrolysis combined with mechanical shearing and high-pressure homogenization for nanoscale cellulose fibrils and strong gels. *Biomacromolecules.* 2007;8(6):1934-41.
- 8 Milanez DH et al. Assessing nanocellulose developments using science and technology indicators. *Materials Research.* 2013;16(3):635–41.
- 9 Research & Market. The global market for nanocellulose to 2017. 2013 [acesso em 15 fev. 2014]; Disponível em: http://www.researchandmarkets.com/reports/2271936/the_global_market_for_nanocellulose_to_2017.
- 10 Milanez DH et al. Patents in nanotechnology: an analysis using macro-indicators and forecasting curves. *Scientometrics.* 2014 [acesso em 15 fev. 2014]; Disponível em: <http://link.springer.com/10.1007/s11192-014-1244-4>
- 11 Moge ME. *Patents and Technology Intelligence. Keeping abreast of science and technology: technical intelligence for business.* Columbus: Battelle Press; 1997.
- 12 Okubo Y. *Bibliometric Indicators and Analysis of Research Systems: Methods and Examples.* 1997 [acesso em 25 fev. 2014]; Disponível em: http://www.oecd-ilibrary.org/science-and-technology/bibliometric-indicators-and-analysis-of-research-systems_208277770603
- 13 Feldman R, Sanger J. *The text mining handbook: advanced approaches in analyzing unstructured data.* 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press; 2007.
- 14 Leopold E, May M, Paaß G. *Dataming and text mining for science and technology research.* In: Moed HF, Glänzel W, Schmoch U, editores. *Handbook of quantitative science and technology research: the use of publication and patent statistics in studies of S&T systems.* New York: Kluwer Academic Publishers; 2004. p. 187–213.
- 15 OECD. *OECD Patent Statistics Manual.* 2009 [acesso em 15 fev. 2014]; Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1787/9789264056442-en>
- 16 Milanez DH et al. The Earliest Priority Selector for compiling patent indicators. 14th International Society of Scientometrics and Informetrics Conference. Vienna; 2013. p. 1877–80.
- 17 OST. *Science & technologie indicateurs.* Paris: Economica; 2010.
- 18 Roco MC. International Perspective on Government Nanotechnology Funding in 2005. *Journal of Nanoparticle Research.* 2005;7(6):707–12.
- 19 Observatorynano. *Public funding of nanotechnology. Report.* 2012 [acesso em 25 nov. 2013]; Disponível em: http://www.observatorynano.eu/project/filesystem/files/PublicFundingofNanotechnologies_March2012.pdf
- 20 Wikipedia. *Bacterial cellulose.* 2014. [acesso em 15 fev. 2014]; Disponível em: http://en.wikipedia.org/wiki/Bacterial_cellulose#cite_note-3

* *Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.*