



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE FEIRA DE SANTANA

Autorizada pelo Decreto Federal nº 77.496 de 27/04/76
Recredenciamento pelo Decreto nº 17.228 de 25/11/2016



PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
COORDENAÇÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

XXVII SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UEFS **SEMANA NACIONAL DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - 2023**

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE DA PARTIR DE RESÍDUO AGROINDUSTRIAL

Victória Yasmine Santos da Silva¹; Geany Peruch Camilloto²

1. Bolsista FAPESB, Graduanda em Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Feira de Santana, e-mail: vtysv@gmail.com
2. Orientadora, Departamento de Tecnologia, Universidade Estadual de Feira de Santana, e-mail: geanyperuch@uefs.com.br

PALAVRAS-CHAVE: nanotecnologia; reforço; resíduo agroindustrial.

INTRODUÇÃO

As tendências mais recentes na indústria de embalagens têm demonstrado bastante avanço devido as influências dos consumidores e preferências globais. O foco desse progresso é a melhoria da qualidade e segurança do alimento. Apesar dos desafios envolvidos, a nanotecnologia emerge como uma solução capaz de atender a esses requisitos (Idumah; Hassan; Ihuoma, 2019). Nas últimas duas décadas, o interesse em aplicações de nanocompósitos em embalagens de produtos alimentícios cresceu consideravelmente (Sarfaz, 2020). Um exemplo de nanocompósito é a Nanocelulose (NC), preparada a partir da hidrólise de fibras de celulose (Ahankari, 2021).

Nanoestruturas derivadas de fontes vegetais de celulose são geralmente classificadas como Nanofibras de Celulose (NFC) e Nanocristais de Celulose (NCC). As NFC são um conjunto de fibrilas ou microfibrilas que alternam entre regiões cristalinas e amorfas. Já os NCC são as regiões cristalinas de microfibrilas de celulose resultantes da extração de componentes amorfos (como lignina e hemicelulose) sob parâmetros controlados durante a hidrólise ácida (Yadav *et al.*, 2021).

A obtenção de celulose através de fontes vegetais distintas, como resíduos agrícolas, pode se mostrar como uma boa maneira de aproveitamento do resíduo, tendo em vista que seu descarte pode acarretar em contaminação ambiental. A quantidade de resíduos produzidos no processamento industrial da acerola, por exemplo, pode corresponder a até 40% do volume processado (Silva *et al.*, 2020). Neste contexto, o presente trabalho tem como finalidade o estudo da obtenção de nanocristais de celulose a partir de uma fonte vegetal alternativa: o resíduo de acerola (RDA).

MATERIAL E MÉTODOS

Seleção do resíduo agroindustrial

O resíduo de acerola foi escolhido de acordo com pesquisas na literatura em relação a sua composição e aproveitamento.

Extração de celulose do resíduo agroindustrial

O RDA foi lavado cinco vezes por imersão em água destilada por 20 minutos. Logo após, o resíduo foi seco em estufa a 50 °C e em seguida foi triturado em um moinho. O resíduo triturado (5 g) passou por um processo de branqueamento para deslignificação, utilizando 50 mL de solução de clorito de sódio ($NaClO_2$) 1,7% (m/v) e 50 mL de solução tampão (NaOH / Ácido acético). A mistura ficou sob aquecimento (80 °C) e agitação mecânica constante durante uma hora. O procedimento foi repetido cinco vezes, para garantir que o resíduo ficasse totalmente branco. A mistura foi filtrada e lavada com água destilada até atingir pH neutro.

Feito o branqueamento, o resíduo passou por duas etapas de tratamento alcalino. Na primeira etapa, o resíduo branqueado foi submerso em uma solução de NaOH 2% (m/v) numa proporção de 1 g para 20 mL de solução por duas horas, sob agitação mecânica constante e aquecimento (90 °C). A mistura foi filtrada e lavada com água destilada para a retirada do excesso de alcalinidade. Na segunda etapa, o resíduo foi submerso em uma solução de NaOH 5% (m/v), nas mesmas condições de proporção, temperatura, tempo e agitação da primeira etapa. A celulose quimicamente purificada (CQP) resultante do RDA foi filtrada e lavada até atingir pH neutro. A CQP foi, então, submetida ao processo de secagem em uma estufa a 40°C durante 48 horas.

Obtenção dos nanocristais de celulose

A extração dos NCC foi realizada por hidrólise ácida. Uma solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 64% (m/m) foi adicionada à CQP, na proporção de 1 g de CQP para 10 mL de solução. A mistura foi mantida a 45 °C durante uma hora, sob agitação mecânica constante. A hidrólise foi interrompida adicionando-se 100 mL de água destilada resfriada. Submeteu-se a suspensão resultante à cinco ciclos de centrifugação (1500xg por dez minutos). O sobrenadante turvo foi recolhido e submetido à diálise em água destilada. Quando as suspensões atingiram pH neutro, elas foram ultrasonificadas por uma hora e armazenadas sob refrigeração. O procedimento foi realizado em triplicata.

Diâmetro hidrodinâmico dos nanocristais de celulose

A análise de tamanho (diâmetro hidrodinâmico) das suspensões de NCC foi realizada utilizando-se um equipamento Malvern Zetasizer NanoZS.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 representa o resíduo de acerola após ser seco e triturado (A), a celulose quimicamente purificada (B) e a suspensão de nanocristais de celulose (C).

O processo de tratamento químico (branqueamento e tratamento alcalino) foi realizado com êxito, sendo obtida fibra de celulose completamente branca. A etapa de branqueamento remove a maior parte da lignina, enquanto o tratamento alcalino remove a fração de hemicelulose e lignina residual (Abe; Yano, 2009). A moagem do resíduo contribuiu para o resultado obtido, uma vez que este processo aumenta a porosidade e, como consequência, melhora a ação do agente hidrolítico sobre a hemicelulose e lignina que envolvem as fibrilas de celulose, proporcionando uma maior purificação da matriz celulósica (Pereira; Anjos; Magnago, 2019). O rendimento médio do processo de extração de CQP foi de aproximadamente 22%.

A hidrólise ácida tem como função a destruição dos domínios amorfos da celulose, evitando a degradação da parte cristalina. A hidrólise depende das condições reacionais. O tipo de ácido também é um fator a ser considerado, devido a sua influência

na característica de dispersão dos NCC no sistema aquoso. O ácido sulfúrico deixa a superfície com cargas negativas devido a incorporação de grupos sulfatos na superfície da celulose, facilitando a dispersão. Essas cargas negativas afetam o PZ, um parâmetro importante para análise da estabilidade das suspensões em meio aquoso (Cruz, 2017), o que foi observado no resultado. Suspensões de NCC cujo valores absolutos de PZ são superiores a 25 mV são consideradas estáveis o suficiente para a aplicação como material de reforço em bionanocompósitos (Miri, 2015). Portanto, é possível afirmar que as suspensões de NC extraídas são estáveis para essa aplicação.

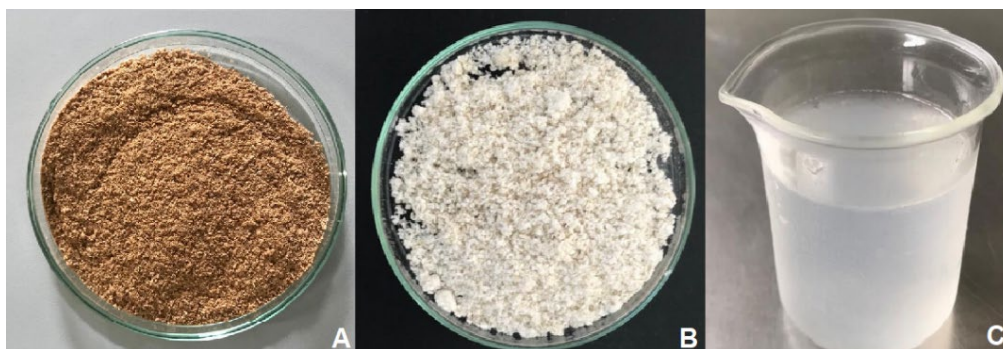


Figura 1. Resíduo de acerola seco e triturado até ser convertido em suspensão de nanocelulose. **A** – Resíduo de acerola seco e triturado; **B** – Celulose quimicamente purificada obtida do resíduo; **C** – Suspensão de nanocelulose obtida da CQP.

Os resultados de tamanho médio, Potencial Zeta (PZ) e Índice de Polidispersão (IP) estão expressos na Tabela 1.

Tabela 1. Resultados da determinação do diâmetro hidrodinâmico, índice de polidispersão e potencial Zeta dos nanocristais de celulose obtidos do resíduo agroindustrial de acerola.

Parâmetro	Resultados
Diâmetro hidrodinâmico (nm)	718,0 ± 135,5
Índice de polidispersão	0,88 ± 0,17
Potencial Zeta (mV)	-25,7 ± 1,2

A análise de tamanho foi realizada pelo método de espalhamento de luz dinâmico (ELD). Na análise, é fundamental que aglomerados não sejam interpretados como partículas individuais. Suspensões bem dispersas tendem a ser mais estáveis e melhoram a reprodutibilidade da análise. O banho de ultrassom foi o método utilizado para desaglomeração das partículas. Devido ao conceito fundamental do ELD ser a teoria de espalhamento Mie, que apresenta uma solução matemática para o espalhamento de luz incidente sobre partículas esféricas, não sendo o caso da nanocelulose, que possui uma forma cilíndrica alongada, o resultado foi um valor superdimensionado (Panini, 2003). Além disso, partículas maiores são mais sensíveis a técnica em relação as menores. O IP é uma variável que oferece informações sobre a distribuição dos tamanhos das partículas. Valores de IP altos (0,3 – 1,0) caracterizam sistemas com baixa homogeneidade de tamanho (Schalch, 2019).

O resultado do IP mostra que a suspensão de NC apresenta-se como um sistema polidisperso, ou seja, um sistema com alta variação de tamanho. Juntando isso ao fato de que o método não é apropriado para partículas cilíndricas como a NC, se faz necessário

o uso de outras técnicas para resultados com maior acurácia, como a Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET), que permite a observação de partículas ultrafinas e não esféricas (Cruz, 2017).

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Após a realização do processo de extração de celulose, a CQP apresentou um bom rendimento. A suspensão de NC apresentou boa estabilidade, o suficiente para a sua aplicação como material de reforço. O Potencial Zeta negativo indica que, de fato, grupos sulfatos se incorporaram na superfície das moléculas de celulose durante a hidrólise. No entanto, técnicas de análise de tamanho mais avançadas se fazem necessárias para uma melhor avaliação das dimensões da NC.

REFERÊNCIAS

- ABE, K.; YANO, H. 2009. Comparison of the characteristics of cellulose microfibril aggregates of wood, rice straw and potato tuber. *Cellulose*, v. 16, p. 1017-1023.
- AHANKARI, S.S. et al. 2021. Nanocellulose in food packaging: A review. *Carbohydrate Polymers*, v. 255, p. 117479.
- CRUZ, L.P.R. 2017 *Obtenção de nanocelulose por hidrólise ácida e enzimática de fibras de algodão de resíduo de tecido tingido com corante índigo*. 2017. 126f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.
- IDUMAH, C.I.; HASSAN, A.; IHUOMA, D.E. 2019. Recently emerging trends in polymer nanocomposites packaging materials. *Polymer-Plastics Technology and Materials*, v. 58, n. 10, p. 1054–1109.
- MIRI, N. et al. 2015. Bio-nanocomposite films reinforced with cellulose nanocrystals: Rheology of film-forming solutions, transparency, water vapor barrier and tensile properties of films. *Carbohydrate Polymers*, v. 129, p. 156–167.
- PAPINI, C.J. 2003. *Estudo Comparativo de Métodos de Determinação do Tamanho de Partícula*. Tese de Mestrado. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares–IPEN, São Paulo, Brasil.
- PEREIRA, N.R.L.; ANJOS, F.E.; MAGNAGO, R.E. 2019. Resíduos lignocelulósicos da bananicultura: uma revisão sobre os processos químicos de extração da celulose. *Revista Virtual de Química*, v. 11, n. 4, p. 1165-1179.
- SARFRAZ, J. et al. 2020. Nanocomposites for Food Packaging Applications: An Overview. *Nanomaterials*, v. 11, n. 1, p. 10.
- SCHALCH, N.O.O. 2019. *Associação de nanocelulose e nanopartícula de quitosana na estabilização de ácido fólico (vitamina B9)*. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.
- SILVA, P.B. et al. 2020. Optimization of ultrasound-assisted extraction of bioactive compounds from acerola waste. *Journal of Food Science and Technology*, v. 57, n. 12, p. 4627–4636.
- YADAV, C. et al. 2021. Plant-based nanocellulose: A review of routine and recent preparation methods with current progress in its applications as rheology modifier and 3D bioprinting. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 166, p. 1586-1616.