

Obtenção de celulose a partir de biomassa vegetal de resíduos industriais e posterior conversão em nanocelulose

Cellulose obtained from plant biomass from industrial waste and subsequent conversion to nanocellulose

RESUMO

Alexsandra Beatriz Boza
Bia_boza@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Toledo, Paraná, Brasil

Kelen M. F. de Aguiar
kelenaguiar@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Toledo, Paraná, Brasil

Este trabalho tem por objetivo isolar fibras de celulose, a partir de biomassa vegetal, de azevém perene, além de caracterizar química e morfológicamente, seguido da conversão da celulose em nanocelulose. Para a extração da celulose, processos de hidrólise básica e ácida e branqueamento foram empregados. Os produtos obtidos, como a celulose e nanocelulose, foram avaliados e caracterizados por espectroscopia na região do infravermelho (FTIR), difração de raios- X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). No espectro de infravermelho da celulose observou-se bandas características de celulose: 3400 a 3300 cm^{-1} (grupos O-H), e uma banda específica na região de 800-1100 cm^{-1} corresponde as ligações glicosídicas (C-O-C) da ligação β -1,4. Na imagem de (MET) da nanocelulose purificada uma morfologia na forma de agulhas é observada, com espessura na ordem de 10 a 20 nm. Os resultados de DRX apresentaram padrões de difração característicos da celulose, com picos bem definidos por volta de 16 e 22° em 2 θ , confirmando assim os outros resultados obtidos.

PALAVRAS CHAVE: Nanotecnologia. Azevém. Hidrólise.

Recebido: 19 ago. 2019.

Aprovado: 01 out. 2019.

Direito autoral: Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



ABSTRACT

the objective of this work is to isolate cellulose fibers from plant biomass to perennial ryegrass, in addition to characterizing chemistry and morphology, following the conversion of cellulose to nanocellulose. for cellulose extraction, basic and acid hydrolysis and bleaching processes were employed. the obtained products, such as cellulose and nanocellulose, were evaluated and characterized by infrared spectroscopy (ftir), x-ray diffraction (xrd) and transmission electron microscopy (met). in the cellulose radiation spectrum cellulose characteristic bands were observed: 3400 to 3300 cm^{-1} (oh groups), and an origin band in the region of 800-1100 cm^{-1} corresponds to the β -bond glycosidic bonds (coc). 1 4 in the (met) image of the purified nanocellulose a needle-shaped morphology is observed with an order of 10 to 20 nm. the demo results are characteristic of cellulose, with well-defined peaks around 16 and 22 ° at 2 θ , thus confirming the results of the other products.

KEYWORDS: Nanotechnology. Ryegrass. Hydrolysis.

INTRODUÇÃO

Nos últimos anos a biomassa vegetal vem sendo fortemente estudada e utilizada como fonte de biorrefinamento, e conseqüentemente tomando grandes proporções no quesito inovação tecnológica. Um de seus usos está na extração de materiais lignocelulósicos para aplicações em sistemas mais sustentáveis, como por exemplo na produção de compósitos e novos polímeros (DAMASCENO, 2016). A celulose e suas modificações têm sido amplamente utilizadas em vários setores da indústria, como o de alimentos, o farmacêutico, de materiais e nanotecnologia.

A possibilidade de produzir novos materiais a partir de biomassa resultante de resíduos agroindustriais tem despertado atenção de muitos pesquisadores e indústrias de pequeno e grande porte. Esses resíduos são matérias-primas renováveis de baixo custo e sua reutilização contribui para a diminuição do impacto ambiental (DAMASCENO, 2016; BRUM, 2012).

Dentre as pesquisas voltadas para novos usos de materiais lignocelulósicos, destaca-se o aproveitamento de fibras vegetais para a obtenção de nanocelulose. As regiões cristalinas das fibras celulósicas podem ser isoladas através da hidrólise ácida, e estas são conhecidas como nanocristais de celulose e denominado também na literatura como nanofibras, ou cristais de celulose. Isso se deve às suas características físicas como a rigidez, a espessura ou comprimento nanométricos e na forma de agulhas. Os nanocristais de celulose são regiões que crescem sob condições controladas, o que permite a formação de cristais individuais de alta pureza e sua estrutura ordenada pode conferir resistência mecânica em alguns materiais (SONESSO, 2011).

Tendo em vista o considerável aumento na pesquisa, inovação tecnológica e desenvolvimento de produtos na última década em todo o mundo, este trabalho visa a extração, caracterização e modificação de celulose, reutilizando resíduos industriais e biomassa vegetal de baixo custo como fonte deste polímero natural tão importante e que apresenta uma infinidade de aplicações, como por exemplo, revestimentos, filmes, membranas, materiais de construção, produtos farmacêuticos e alimentos (SILVA, 2009). Além de que, o estudo sobre materiais inovadores a base de celulose se torna cada vez mais atraente aos olhos da nanotecnologia.

MATERIAIS E MÉTODOS

Como fonte de celulose, foram utilizadas as seguintes matérias-primas: azevém perene (*Lolium perenne*). As amostras foram moídas e peneiradas em tela de 1,0 mm e 5,0 mm, para testes em diferentes granulometrias.

Os reagentes utilizados para a extração da celulose foram: clorofórmio (CHCl_3 , 100%, Dinâmica), etanol (EtOH , 99,5%, Vetec), solução 3g/L de ácido etilenodiamino tetra-acético (EDTA, P.A, Synth), solução 0,5 M de hidróxido de sódio (NaOH , 98%, Dinâmica), hipoclorito de sódio (NaOCl , 2%, Comercial), solução 2 M de ácido clorídrico (HCl , 37%, Vetec) e água destilada.

A celulose extraída na etapa inicial foi convertida em nanocelulose com a utilização dos seguintes reagentes: solução 60% v/v de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4 , 95-98%, Synth).

O protocolo inicial terá como base a metodologia adaptada de Lyons et. al. para a extração de celulose (LYONS, 2013). As seguintes etapas serão realizadas:

Delignificação das amostras em autoclave: Uma quantidade estipulada de matéria-prima foi adicionada em um erlenmeyer, juntamente com 500 ml de solução de hidróxido de sódio. Após 1h as amostras foram filtradas e lavadas com água destilada até a neutralização da amostra.

Branqueamento: as amostras foram transferidas para um béquer com 500ml de solução de NaOCl e aquecidas a 90°C por 1h (em pH 5).

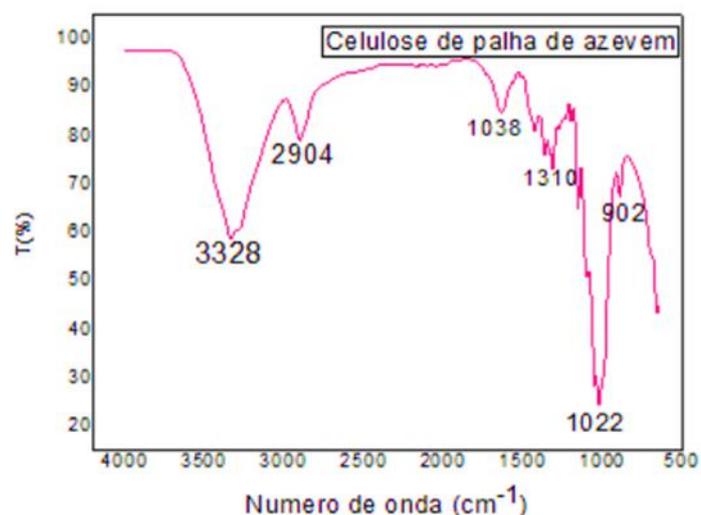
Remoção de minerais: as amostras foram aquecidas a 90°C em 500 ml de solução de ácido clorídrico 2 M por 1h.

A extração dos nanocristais de celulose (CNC) foi baseada na hidrólise ácida proposta por Orts et.al. (2005). Para isso, 5 g de celulose foi adicionada à 100 mL de solução de ácido sulfúrico (60% v/v) sob agitação vigorosa e constante por 90 min em banho de óleo de silicone a 45 °C. Após o tempo estimado, 500 mL de água deionizada gelada foi adicionada à suspensão a fim de interromper a reação e a suspensão resultante será centrifugada (10 min a 4000 rpm). O sobrenadante ácido foi lavado com água destilada até a remoção total de ácido e ajuste de pH para 6. Após a neutralização, a suspensão foi ultrassonicada por imersão de ponteira em sonicador (Ultronique) por 3 minutos a 50 % de amplitude, congelada e liofilizada no liofilizador (Liobras).

RESULTADOS E DISCUSSÕES

A celulose obtida foi avaliada por FTIR e os resultados comparados com a literatura. O produto celulósico apresentou bandas características: 3400 a 3300 cm^{-1} (grupos O-H), 2904 cm^{-1} (estiramento C-H de grupos metil ou metileno). Uma banda específica na região de 100-1200 cm^{-1} corresponde as ligações glicosídicas (C-O-C) da ligação β -1,4, conforme espectro da Figura 1.

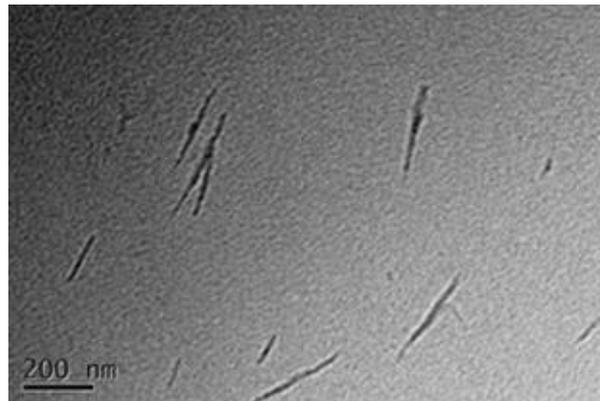
Figura 1. Espectro de infravermelho da celulose obtida a partir do azevém.



Fonte: próprio autor.

A morfologia da celulose e nanocelulose obtida foi avaliada em um microscópio eletrônico de transmissão (MET) localizado no centro brasileiro de pesquisas físicas (CBPF, Rio de Janeiro). Na imagem de (MET) da nanocelulose purificada, uma morfologia na forma de agulhas é observada, com espessura na ordem de 10 a 20 nm, conforme mostra a figura 2.

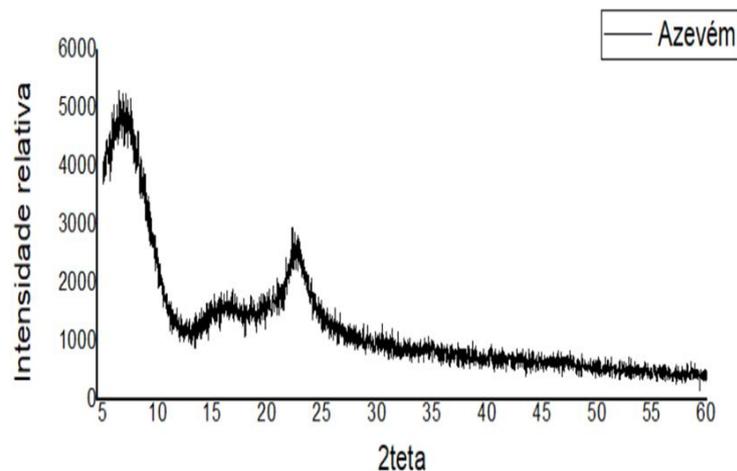
Figura 2. Micrografia da nanocelulose obtida a partir do azevém.



Fonte: próprio autor.

A análise de difração de Raios-X (DRX) foi utilizada para avaliar a cristalinidade da celulose. As amostras foram avaliadas no centro brasileiro de pesquisas físicas (CBPF, Rio de Janeiro). Os resultados apresentaram padrões de difração característicos da celulose, com picos bem definidos por volta de 16 e 22° em 2θ, compatível com a literatura, confirmando assim os resultados obtidos no infravermelho, conforme mostra a figura 3.

Figura 3. Difratoograma da celulose obtida a partir do azevém.



Fonte: próprio autor.

CONCLUSÃO

Com o estudo pode-se observar que houve um grande avanço nas pesquisas para produção de compósitos utilizando fibras vegetais. O setor de nano materiais

está em expansão incentivada pela busca da sustentabilidade. Esse crescimento pode ser estimulado através de uma melhor divulgação dos benefícios da utilização das fibras lignocelulósicas, juntamente com a formação de parcerias entre universidades e empresas. Neste sentido, se faz necessário maior empenho voltado ao desenvolvimento que viabilizem novos produtos, a partir de biomassa, agregando valor ao produto e que contribuam na preservação ambiental. Os resultados deste estudo mostraram que a extração da nanocelulose a partir de biomassa é factível, de fácil execução e reprodutibilidade, baixo custo e com apelo ambiental.

AGRADECIMENTOS

Agradecimento a UTFPR pela Bolsa de iniciação científica e incentivo a pesquisa, a professora e orientadora Dr^a. Kelen M. F. de Aguiar, pela orientação, por todo apoio, compreensão e confiança. Ao centro brasileiro de pesquisas físicas (CBPF, Rio de Janeiro) pelas imagens de TEM e dados de DRX.

REFERÊNCIAS

- BRUM, Sarah S. et al. **Síntese de acetato de celulose a partir da palha de feijão utilizando N-bromossuccinimida (NBS) como catalisador**. Polímeros, São Carlos, v. 22, n. 5, p. 447-452, 2012. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0104-14282012000500009&lng=en&nrm=iso. Acesso em: 21 de Ago de 2018. Epub Oct 11, 2012.
- DAMACENO, Airton Juliano. **Caracterização da lignina extraída de bagaço de variedades de cana-de-açúcar e desenvolvimento de eletrodo modificado**. 2016. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/140277>. Acesso em: 21 de Ago. de 2018.
- LYONS, Gary A. et al. **Rapid analysis of purified cellulose extracted from perennial ryegrass (Lolium perenne) by instrumental analysis**. Bioresource technology, v. 146, p. 184-191, 2013. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852413011395>. Acesso em: 22 de Mai. de 2018.
- ORTS, William J. et al. **Application of cellulose microfibrils in polymer nanocomposites**. Journal of Polymers and the Environment, v. 13, n. 4, p. 301-306, 2005. Disponível em: <https://link.springer.com/content//10.1007%2Fs10924-005-5514-3.pdf>. Acesso em: 11 de Set. de 2018.
- SILVA, Rafael et al. **Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos**. Quím. Nova, São Paulo, v. 32, n. 3, p. 661-671, 2009. Disponível em:

http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S010040422009000300010&lng=en&nrm=iso. Acesso em: 22 de Ago. de 2018.

SONESSO, Maria Fernanda Carvalho et al. **Obtenção e caracterização de nanocristais de celulose a partir de algodão cru e polpa kraft**. 2011. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/95543>. Acesso em: 11 de Set. de 2018.