

PRODUÇÃO DE DERIVADOS DE CELULOSE POR EXTRUSÃO

Mariana Denise Ferreira Ramos (PIBIC/CNPq/FA/Uem), Kamila de Cássia Spacki, Mônica Regina da Silva Scapim (Orientador), e-mail: ra90278@uem.br.

Universidade Estadual de Maringá/Centro de Ciências Agrárias/Maringá, PR.
Ciências Agrárias/Engenharia de Alimentos

Palavras-chave: Reaproveitamento, nanocelulose, biodegradável

Resumo

A celulose, por ser um recurso facilmente encontrado na natureza, biodegradável e de baixo custo vem sendo estudada e aplicada em diversos setores, entre eles, na indústria de embalagens, que por sua vez utiliza esse recurso e seus derivados como matéria-prima. Sendo assim, este trabalho teve como objetivo a obtenção de derivados de celulose a partir do aproveitamento da palha de milho verde. Os processos testados foram: método (I) hidrólise com persulfato de amônio 1 mol.L^{-1} e o método (II) extrusão reativa com peróxido de hidrogênio (adição de 5 e 10%). Estes métodos foram avaliados com base no rendimento do processo. Os resultados obtidos demonstraram que o método de extração de nanocelulose derivados de celulose mais eficiente foi a extrusão reativa com adição de 5 e 10% de peróxido de hidrogênio, que apresentaram um rendimento igual a 36,10 e 33,09%, respectivamente. As fibras tratadas e não tratadas foram caracterizadas de acordo com as análises de: espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier e por fim, foi realizada a microscopia eletrônica de varredura.

Introdução

A celulose comercial é um recurso renovável que é encontrada abundantemente na natureza, tem baixo custo, é biodegradável e apresenta potenciais de aplicação em várias áreas. Um dos produtos obtidos a partir da celulose por meio de processos mecânicos, químicos, físicos e/ou biológicos é a nanocelulose, que apresenta potencial para reforço e desenvolvimento de novos produtos, pois possui capacidade de formar maior quantidade de ligações de hidrogênio, além de ter baixo peso, elevada resistência e rigidez, quando comparado a celulose. Considerada um resíduo agrícola, a palha de milho verde (PM) possui uma quantidade significativa de celulose, hemicelulose e lignina, tornando-se uma fonte lignocelulósica adequada à produção de derivados celulósicos, já que essas substâncias possuem elevado potencial reacional químico. Este resíduo pode ser aplicado na produção de filmes biodegradáveis, que auxiliam no desenvolvimento de embalagens degradáveis (GONZÁLEZ et al., 2014; IOELOVICH, 2008).

Diante deste contexto, este trabalho tem como objetivo a obtenção de derivados de celulose a partir do aproveitamento da palha de milho verde por dois diferentes processos e análise das fibras obtidas através dos métodos de FTIR e MEV.

Materiais e métodos

Preparo das amostras e Branqueamento

As palhas foram lavadas para retirar as sujidades e higienizadas em Hipoclorito 100ppm por 15min. Em seguida, foram secas em estufa de circulação à 105 °C até peso constante. Para a obtenção de derivados de celulose a moagem do material foi realizada em moinho de facas com peneira de 1 mm de diâmetro. O branqueamento foi adaptado segundo os estudos de Teixeira et al. (2011) e Fahma et al. (2011).

Hidrólise com persulfato de amônio 1 mol.L⁻¹

Realizada conforme a metodologia de Leung et al. (2011), O rendimento da extração dos (CNC-APS) foi calculado de acordo com a equação (1):

$$\% \text{ Rendimento}_{\text{CNC-APS}} = \frac{M_{\text{CNC-APS}}}{M_{\text{PC}}} \times 100 \quad \text{Eq. (1)}$$

$\% \text{ Rendimento}_{\text{CNC-APS}}$ = rendimento da obtenção dos nanocristais de celulose extraídos pelo método de hidrólise com persulfato de amônio; $M_{\text{CNC-APS}}$ = massa dos nanocristais de celulose extraídos pelo método de hidrólise com persulfato de amônio (g); M_{PC} = massa da polpa de celulose (g).

Extrusão

Para cada tratamento, pesou-se 200 g de fibras, em seguida as amostras foram condicionadas a 32% de umidade em pH 11,5, (ajustado com solução de NaOH). As amostras foram mantidas sob refrigeração (7-10 °C) por 24 horas. Após a extrusão, as amostras foram secas à 60 °C para atingir um teor de umidade próximo a 13%. O cálculo para o rendimento de nanocristais de celulose por extrusão reativa (CNC-EXT) é determinado por (Eq. 2):

$$\% \text{ Rendimento}_{\text{CNC-EXT}} = \frac{M_{\text{CNC-EXT}}}{M_a} \times 100 \quad \text{Eq. (2)}$$

$\% \text{ Rendimento}_{\text{CNC-EXT}}$ = rendimento da obtenção dos nanocristais de celulose extraídos pelo método de extrusão reativa; $M_{\text{CNC-EXT}}$ = massa dos nanocristais de celulose extraídos pelo método de hidrólise extrusão reativa (g); M_a = massa da amostra inicial (g).

Após a extração as amostras foram reservadas para posterior análise de FTIR. O experimento foi realizado em aparelho de FTIR (Vertex 70v FTIR Spectrometers) com resolução de 4 cm⁻¹ e escala de 4000 a 400 cm⁻¹. No MEV, a análise foi realizada usando um microscópio eletrônico de varredura (FEI Quanta 200, EUA).

Resultados e Discussão

A extração dos derivados de celulose por extrusão reativa com 5 e 10% de peróxido de hidrogênio, foram muito mais eficientes que o método de hidrólise com persulfato de amônio 1 mol.L⁻¹ (II), respectivamente (Tabela 1).

Tabela 1. Rendimento dos métodos de extração aplicados.

Métodos	Rendimento (%)
Hidrólise com persulfato de amônio 1mol.L ⁻¹ (II)	4,26 ± 2,37

Extrusão reativa com 5% peróxido de hidrogênio (III) $36,10 \pm 0,00$

Extrusão reativa com 10% peróxido de hidrogênio (III) $33,09 \pm 0,00$

* Os valores de rendimento referem-se à média de duas repetições.

O método de extrusão é considerado promissor pois além de ser um processo contínuo, de curta ou larga escala e rápido (aproximadamente 20 minutos por amostra), este, causa um baixo impacto ambiental. Como os componentes principais do resíduo estudado são celulose, hemicelulose e lignina, os espectros apresentados na Figura 1 são atribuídos a estes componentes para as amostras antes e após o tratamento via extrusão reativa, com e sem adição de peróxido de hidrogênio (H_2O_2).

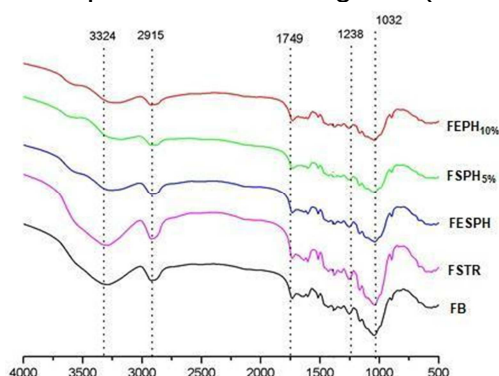


Figura 1. Espectrometria de infravermelho das fibras antes e após extrusão reativa com e sem adição de peróxido de hidrogênio (H_2O_2). FB: fibra bruta; FSTR: fibra s/ tratamento; FESPH: fibra c/ extrusão e s/ adição de H_2O_2 ; FEPH_{5%}: fibra tratada c/ extrusão e 5% de H_2O_2 ; FEPH_{10%}: fibra tratada c/ extrusão e 10% de H_2O_2 . O autor.

Na figura 1 é possível notar que na região próxima ao pico (3324cm⁻¹) fora característico nas amostras não tratadas, indicando uma maior quantidade de celulose amorfa. Quanto aos resultados apresentados no MEV, as micrografias permitiram avaliar as características das fibras bruta (FB e FSTR) e modificadas (FESPH, FEPH5% e FEPH10%) quanto à morfologia e o efeito do tratamento com peróxido de hidrogênio (H_2O_2) em diferentes concentrações via extrusão reativa (Figura 2).

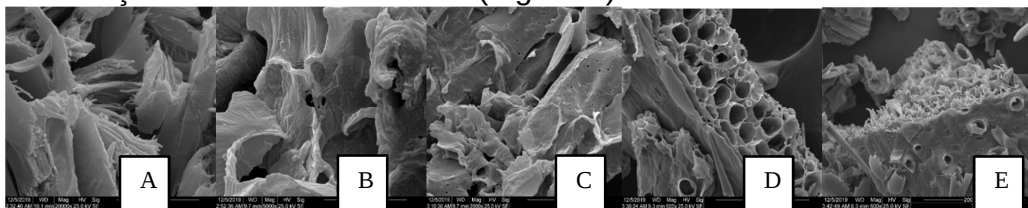


Figura 2. (A) FB: fibra bruta; (B) FSTR: fibra s/ tratamento; (C) FESPH: fibra c/ extrusão e s/ adição de H_2O_2 ; (D) FEPH_{5%}: fibra tratada c/ extrusão e 5% de H_2O_2 ; (E) FEPH_{10%}: fibra tratada c/ extrusão e 10% de H_2O_2 .

Na Figura 2 (A,B), é possível observar que a fibra sem tratamento químico se apresenta com uma camada lisa superficial. Nota-se na Figura 2 (C), um aspecto de rugosidade. As micrografias das Figuras 2 (D,E) mostram a parte externa e interna da fibra nitidamente exposta, sendo possível visualizar as

células vegetais, que neste caso as fibras celulósicas são identificadas pelo formato cilíndrico e achatado. Esse fato se deve ao tratamento aplicado com peróxido de hidrogênio (H_2O_2) seguido da extrusão reativa. Nota-se que o efeito foi maior na amostra modificada com a concentração mais elevada de peróxido de hidrogênio (Figura 2E).

Conclusões

Foi possível notar que o método de extrusão reativa fora mais eficiente que o método de extração com uma base, no caso o Persulfato de Amônio. Em análises posteriores foi ainda possível notar a maior exposição do interior das fibras através deste método. Dessa forma, seria um bom método verde para obter derivados de celulose.

Agradecimentos

Agradeço a Deus pelo dom da vida. Também a minha querida orientadora Mônica Scapim por toda dedicação durante o projeto. Aos departamentos envolvidos por ceder espaço no laboratório, ao grupo EMBALATEC e a CNPq pelo apoio financeiro.

Referências

FAHMA, F.; SHINICHIRO, I.; NARUHITO, H.; TADAHISA, I. Effect of pre-acid-hydrolysis treatment on morphology and properties of cellulose nanowhiskers from coconut husk. **Cellulose**, v. 18, n. 2, p. 443–450, 2011.
GONZÁLEZ, I.; ALCALA, M.; CHINGA-CARRASCO, G.; VILASECA, F.; BOUFI, S.; MUTJÉ, P.; From paper to nanopaper: evolution of mechanical and physical properties. **Cellulose**, n. 21, p. 2599–2609, 2014.

IOELOVICH, M. Cellulose as a nanostructured polymer: a short review “Nanostructured cellulose: Review”. **BioResources**, v. 3, n. 4, p. 1403-1418, 2008.

TEIXEIRA, E. DE M.; BONDANCIA, T. J.; TEODORO, K. B. R.; CORRÊA, C.; MARCONCINI, J. M.; MATTOSO, L. H. C. Sugarcane bagasse whiskers: Extraction and characterizations. **Industrial Crops and Products**, v. 33, n. 1, p. 63–66, 2011