

Preparação e Caracterização de Nanocristais de Celulose:

Utilização de Água Subcrítica assistida por Dióxido de Carbono

Daniel Yanke Brasilino¹

Prof. Dr. Antonio Aprigio da Silva Curvelo²

Instituto de Química de São Carlos (IQSC)/Universidade de São Paulo

¹ dybrasilino@usp.br; ² aprigio@iqsc.usp.br

Objetivos

A celulose é um homopolímero natural sendo o maior constituinte da parede de celular de plantas, algas e fungos [1]. Este biopolímero apresenta uma estrutura muito bem definida sendo constituídas de domínios amorfos e cristalinos onde por meio da tecnologia de nanomateriais dois produtos são amplamente estudados, a celulose nanofibrilada e os nanocristais de celulose (NCC) [1]. Os NCC são cristais com amplo uso em compósitos poliméricos devido ao seu formato de agulha que favorece o seu uso como agente de reforço, além de serem bastante suscetíveis a mudanças químicas superficiais para a combinação com diversos materiais [4]. O projeto propõe uma nova rota de síntese dos NCC por meio da reação com água em estado supercrítico assistida por dióxido de carbono (CO₂). Para os estudos da morfologia e suas propriedades foram escolhidas análises de difração de raios-X (DRX), microscopia de força atômica (AFM) e análises térmicas.

Métodos e Procedimentos

A nova rota de síntese dos NCC tem como processo uma reação em um sistema fechado utilizando para isso um reator de aço inoxidável de 100 ml acoplado em um sistema de reação STF-250 da Supercrítica Fluid Technologies modificado. Nele foram colocados 70 ml de água destilada e um grama de celulose micro cristalina Avicel PH-105, já o CO₂ foi adicionado ao sistema quando este se encontrava perto da temperatura desejada. O

planejamento experimental foi feito levando como base estudo prévios realizados pelo grupo [2,3], no estudo em questão foram empregados apenas a água em estado supercrítico como reagente.

Assim, para melhor compreensão do sistema reacional foi empregado um planejamento experimental 2³ onde foram as variáveis selecionadas foram pressão (P), temperatura (T) e tempo (t) (Tabela 1). Assim totalizando 9 sínteses, uma triplicata do ponto central seria feita a fim de obter um desvio padrão.

pontos planejados	Variáveis		
	P (MPa)	T (°C)	t (h)
central	130	120	2
maior	100(-1)	80(-1)	1(-1)
menor	160(+1)	160(+1)	3(+1)

Tabela 1- ponto central e níveis codificados maior e menor do planejamento experimental.

O procedimento de extração dos NCC após a síntese consiste em uma filtragem da suspensão em uma membrana de 1 micrometro afim de se retirar produtos secundários e monossacarídeos formados. Após o processo o filtrado é novamente suspenso em água destilada sendo submetido a uma sonda ultrassônica seguido de filtração na mesma membrana. O segundo processo de ultrassom e filtração é então repetido 10 vezes com a fim de separar os NCC do material de partida.

Resultados

Devido à situação pandêmica causada pela COVID 19 as atividades em laboratório não puderam ser concluídas. Entretanto outros membros do grupo de pesquisa puderam gerar resultados acerca do tema sobre as mesmas condições experimentais [4], dessa forma a discussão terá como objeto esses resultados gerados.

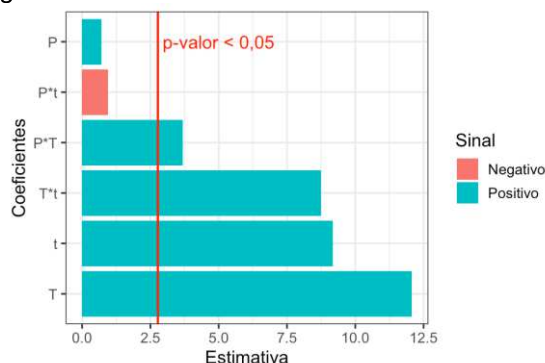


Figura 1- Gráfico de Pareto acerca das variáveis e o rendimento.[4]

Como mostrado na Figura 1 as variáveis que se mostraram mais sensíveis ao rendimento da reação foram a temperatura e o tempo. Entretanto, o impacto de tais mudanças ainda é baixo (Fig. 2), indicando que o estudo não abrangeu condições favoráveis ao sistema. Outro ponto a se destacar é a perda da massa quando feito um balanço final chegando a até mesmo 74,3% [4]. A possível causa dessa perda é a formação de produtos secundários e monossacarídeos formados [2]. Todavia, os novos resultados mostram um avanço visto que nos estudos iniciais cerca de 50% da massa era convertida nesses produtos durante a síntese [2].

Conclusões

A nova rota de síntese se mostrou eficiente, entretanto as condições abordadas no projeto estão distantes do ponto ótimo do sistema. Assim novos estudos acerca da síntese de nanocristais de celulose por meio da reação proposta devem ser feitos afins de estudar a morfologia dos nanocristais de maneira eficiente bem como compreender as melhores condições para que a reação ocorra.

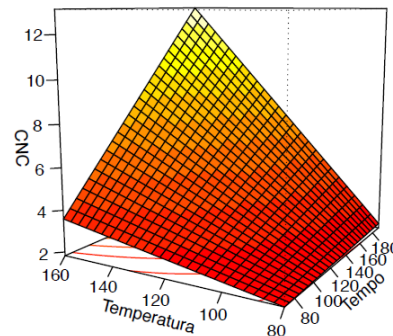


Figura 2- Superfícies de resposta para rendimento de CNC em função da temperatura e tempo com pressão a 12 MPa[4].

Referências Bibliográficas

- [1]Dias, Otavio & Konar, Samir & Leao, Alcides & Yang, Weimin & Tjong, Jimi & Sain, Mohini. **Current State of Applications of Nanocellulose in Flexible Energy and Electronic Devices**. *Frontiers in Chemistry*. (2020)
- [2]LÍSIAS P. NOVO, **Subcritical Water: A Method for Green Production of Cellulose Nanocrystals**. ACS, p. 2839–2846, 2015.
- [3]LÍSIAS P. NOVO. **A study of the production of cellulose nanocrystals through subcriticalwater hydrolysis**. *Industrial Crops and Products*, 2016.
- [4]Marcelo M. Oliveira. **Tratamento da celulose com CO2: Carbonatação e produção de nanocristais de celulose**, São Carlos, 2021.