

Produção de Géis Termorreversíveis de Celulose Nanofibrilada, Glicerol e Glicóis

Elisa Xavier do Prado Monteiro

Prof. Dr. Antonio José Felix de Carvalho

Escola de Engenharia de São Carlos/Universidade de São Paulo

elisa.xmonteiro@usp.br

Objetivos

Este projeto visa preparar nanofibrilas de celulose a partir do bagaço de cana-de-açúcar, explorando seu potencial para criar materiais sustentáveis. O foco é desenvolver géis termorreversíveis substituindo o meio aquoso por glicerol e comparar suas propriedades com géis produzidos a partir de nanofibrilas de celulose de eucalipto. Além disso, serão avaliados géis com dietilenoglicol e trietilenoglicol para identificar condições ideais e expandir as aplicações desses materiais em contextos industriais.

Métodos e Procedimentos

Extração da Nanocelulose Fibrilada (NFC): A extração da NFC iniciou-se com a remoção de lipídios e impurezas do bagaço de cana-de-açúcar moído, utilizando um sistema Soxhlet com solução de tolueno/etanol. Posteriormente, o bagaço foi branqueado com clorito de sódio para remoção de lignina e tratado com hidróxido de potássio para eliminar a hemicelulose. Após oxidação com o sistema TEMPO, o qual converte grupos hidroxila em grupos carboxilato a fim de melhorar a dispersão das fibras, a NFC resultante foi submetida à ultrassonificação, obtendo-se um gel aquoso com concentração de 0,9%.

Preparação dos Géis: Géis de NFC foram preparados com glicerol ajustando-se as

concentrações de NFC de cana de açúcar para 1%, 2% e 3%. O processo de rotaevaporação foi utilizado para remover água residual e substituir o meio aquoso para o meio polihídrico, porém observou-se massa superior ao esperado, sugerindo a presença de água remanescente. Para comparação e otimização de produção, géis de NFC de eucalipto foram produzidos em meios de glicerol, dietilenoglicol (DEG) e trietilenoglicol (TEG) em concentrações análogas às iniciais utilizando o mesmo procedimento.



Figura 1: Gel final com 3% de NFC de eucalipto.

Caracterização dos Materiais: Os materiais foram caracterizados por meio de FTIR, TGA e reologia. Filmes dos géis foram produzidos e secos para análise, e a NFC, juntamente com os géis, foi identificada nas amostras por FTIR. A análise reológica demonstrou maior viscosidade nos géis de DEG e TEG em relação ao glicerol. A análise termogravimétrica se mostrou eficiente quanto à paridade entre as amostras. Além dos géis, as matérias-primas

foram caracterizadas para uma avaliação comparativa dos resultados.

Resultados

Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR): As análises FTIR, realizadas com o espectrômetro PerkinElmer Spectrum 100, identificaram os grupos funcionais nos géis e seus compostos. As bandas características foram observadas em 3300 cm^{-1} (hidroxilas), 2880 cm^{-1} (hidrocarbonetos), 1600 cm^{-1} (carboxilatos) e 1100 cm^{-1} (carbonilas). A presença de carboxilatos confirmou a oxidação eficaz das nanofibras. A similaridade dos espectros entre géis e glicerol puro indica uma alta concentração de glicerol nos géis, com variações sutis devido às diferentes concentrações de NFC.

Análise Termogravimétrica (TGA):

Géis de Glicerol: A análise térmica mostrou que os géis apresentam uma única etapa de perda de massa, com resíduos dependentes da concentração de NFC. A presença de água residual foi maior nos géis de cana-de-açúcar. A temperatura de degradação foi mais baixa para géis com maiores concentrações de NFC.

Géis de Glicóis: Os géis de DEG e TEG exibiram comportamento térmico similar, com degradação em uma etapa única. Notando maiores temperaturas de degradação dos géis com o aumento da concentração de NFC. Os resíduos finais estavam dentro dos valores esperados.

Reologia dos Géis:

Géis de Glicerol: Os géis contendo NFC demonstraram comportamento pseudoplástico, com viscosidade reduzida em função do aumento da taxa de cisalhamento. A presença de água residual foi maior nos géis de cana-de-açúcar, resultando em viscosidade menor comparada aos géis de eucalipto. A viscosidade diminuiu com a concentração de NFC.

Géis de Glicóis: Os géis de DEG e TEG também apresentaram comportamento

pseudoplástico. O aumento da concentração de NFC aumentou a viscosidade, com diferenças entre os tipos de glicóis. A água residual afetou a viscosidade, especialmente em amostras com maiores concentrações de NFC.

Conclusões

A extração de nanocelulose do bagaço de cana-de-açúcar foi eficaz, utilizando branqueamento com NaCl e tratamento com KOH. Os géis preparados mostraram boa consistência, com alguns apresentando água residual, especialmente os de cana. Géis de nanocelulose de cana e eucalipto exibiram propriedades semelhantes, com a viscosidade aumentando com a concentração de NFC e diminuindo pela presença de água residual. Os comportamentos térmicos e reológicos dos géis de glicerol e glicóis foram comparáveis. A ausência de impurezas confirmou a eficácia do processo de extração, destacando a robustez e o potencial da nanocelulose extraída para diversas aplicações.

Referências

Grande, R., Trovatti, E., Pimenta, M.T.B., Carvalho, A.J.F., Microfibrillated Cellulose from Sugarcane Bagasse as a Biorefinery Product for Ethanol Production, *J. Renew. Mater.*, Vol. 6, No. 2, February 2018, DOI: 10.7569/JRM.2018.634109

Saito, T. et al. Cellulose Nanofibers Prepared by TEMPO-Mediated Oxidation of Native Cellulose. *American Chemical Society*. July 13, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/bm0703970>.

Cervantes, V; Altamirano, R; Ferrer, A. Development of a green one-step neutralization process for valorization of crude glycerol obtained from biodiesel. *Environmental Science and Pollution Research*. Dezembro, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11356-019-07287-0>.