

## OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE DERIVADOS DA FIBRA DE BAMBU

MARIANE WEIRICH BOSENBECKER<sup>1</sup>, GABRIEL MONTEIRO CHOLANT<sup>2</sup>,  
JULIANO MARINI<sup>3</sup>, AMANDA DANTAS DE OLIVEIRA<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM/UFPEL -  
*marianebosenbecker@hotmail.com*

<sup>2</sup> Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - Engenharia de Materiais –  
PPGCEM/UFPEL - *gabriel.scholant@hotmail.com*,

<sup>3</sup> Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP –  
*juliano.marini@gmail.com*

<sup>4</sup> Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM/UFPEL –  
*amandaoliveira82@gmail.com*

### 1. INTRODUÇÃO

Recursos naturais e renováveis alternativos têm sido amplamente desenvolvidos devido ao esgotamento dos recursos petrolíferos. A celulose é o polímero natural mais abundante, derivado de plantas (madeira, bambu, algodão, etc.) ou biosintetizado por microrganismos. Devido à biodegradabilidade, baixa densidade e propriedades mecânicas superiores, o bambu é amplamente utilizado como reforço de polímeros ou na confecção de moldes para compósitos funcionais (LIN, Q; HUANG, Y; YU, W, 2021).

O bambu atraiu a atenção mundial por ser uma planta renovável e de crescimento mais rápido, com ciclo de maturação de cerca de 3-4 anos. Suas fibras possuem excelentes propriedades mecânicas, como baixo alongamento na ruptura, alta resistência à tração, alta rigidez e resistência específica. É composto por celulose, hemicelulose e lignina, na qual corresponde a aproximadamente 95% da massa total do bambu. A celulose contém estrutura cristalina e amorfica, onde a região amorfica é removida para obter celulose altamente cristalina. (KHALIL, H.P.S.A et al., 2012).

Embora a celulose natural tenha várias vantagens sobre outros materiais, ela possui algumas limitações, como alta absorção de água, baixa resistência e estabilidade térmica. Isso limita seu uso em certas aplicações, mas se estes materiais forem convertidos em nanopartículas, é possível melhorar o desempenho e expandir suas aplicações. Devido à presença de grandes quantidades de fontes vegetais de celulose em todo o mundo, sua facilidade de disponibilidade, inesgotável e econômica viabilidade, leva a um custo de produção comparativamente baixo dos nanocristais de celulose (CNC). O desenvolvimento de CNCs a partir de fontes de celulose é vantajoso, pois estão prontamente disponíveis e são biodegradáveis em comparação com outros agentes de reforço inorgânicos que têm aplicações limitadas. (KARIMI, S et al., 2014).

Numerosas técnicas têm sido empregadas para extrair nanocristais altamente cristalinos de materiais celulósicos, incluindo os tratamentos químicos. A hidrólise com ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) é geralmente a técnica preferida para preparar CNCs, pois permite a desintegração de regiões amorfas pela introdução de cargas negativas nas superfícies das nanopartículas. De acordo com a literatura, os CNCs podem ser extraídos de vários resíduos agrícolas, no entanto, ainda é um desafio isolar a celulose pura do bambu devido à estrutura complexa das fibrilas de celulose circundadas pela

matriz de lignina e hemicelulose. (LIN, Q; HUANG, Y; YU, W., 2021; WULANDARI, W.T ARCANA, I. M.). Por isso, este trabalho tem como objetivo extrair CNC da fibra de bambu por meio de hidrólise ácida, devido ao seu alto teor de celulose e grande disponibilidade.

## 2. METODOLOGIA

### Obtenção da Celulose a partir da Fibra de Bambu

A celulose foi obtida pelas seguintes etapas: tratamento alcalino e branqueamento. Para o tratamento alcalino, partículas em forma de pó foram colocadas em uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) a 10% (p/v), a 80°C durante 1 h. No término da reação, o material sólido foi filtrado e lavado várias vezes com água destilada até se atingir o pH neutro. Após tratamento alcalino, o processo de branqueamento foi realizado com adição da celulose tratada em uma solução de 20% (p/v) hipoclorito de sódio (NaClO) durante 2h. A mistura foi filtrada usando excesso de água destilada, até a neutralização do pH. Em seguida, a celulose foi seca em estufa por 24 horas a 50°C.

### Preparação dos CNCs

Após os tratamentos químicos realizados para obtenção da celulose, a mesma foi submetida a hidrólise ácida para obtenção dos CNCs. O processo de hidrólise ácida foi realizado usando uma concentração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (35 % em peso) a 45°C por 1 h. A relação de volume/massa de bambu e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> foi de 1:20 (1g de celulose para 20 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Após a conclusão do processo de hidrólise, um excesso de água destilada a frio foi adicionada à mistura para parar o processo de hidrólise. O excesso de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> foi removido por centrifugação (3600 rpm por 10 min) usando uma centrífuga. O sobrenadante foi descartado e o precipitado foi novamente lavado com água destilada e centrifugado. O material foi dializado com água destilada por 6 dias até atingir o pH neutro (membrana de celulose regenerada). Posteriormente, os CNCs foram liofilizados para caracterizá-los.

### Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

Esta técnica consistiu em identificar os diversos grupos químicos presentes nas diferentes etapas de tratamentos químicos efetuados. Para a realização desta análise foi utilizado um espectrofotômetro da marca Shimadzu, modelo Prestige-21 equipado com ATR-8200 HA. Cada espectro obtido, entre 400 e 4000 cm<sup>-1</sup>, corresponde à média de 10 varreduras, a uma resolução de 4 cm<sup>-1</sup>.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 1 apresenta os espectros da fibra de bambu natural, assim como da fibra tratada obtida após o tratamento alcalino, branqueamento (celulose) e hidrólise ácida (nanocelulose).

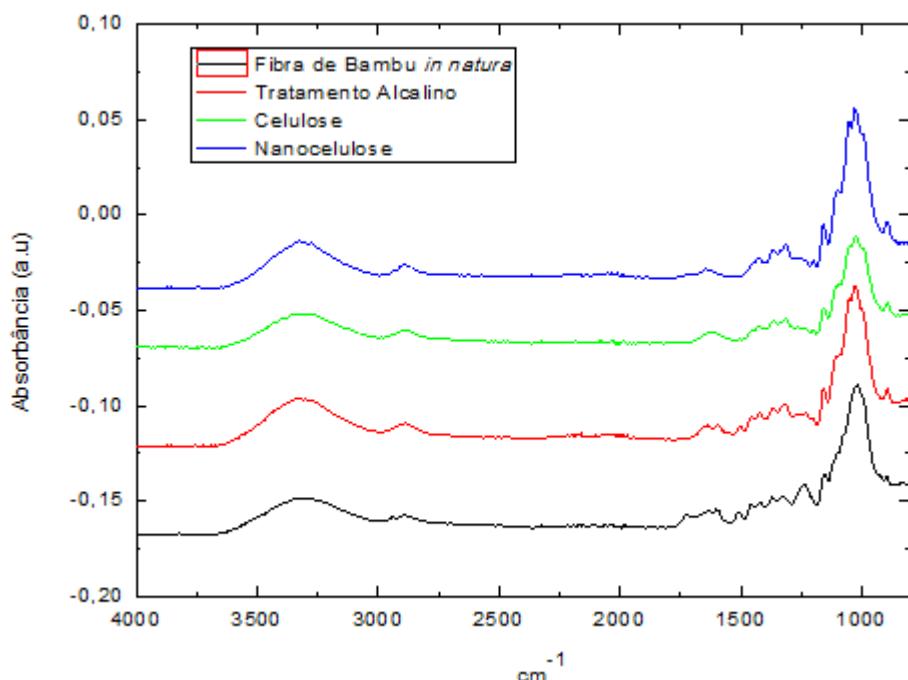


Figura 1 – Espectros de FTIR após sucessivos tratamentos químicos.

Como pode ser observado na Figura 1, os espectros da fibra de bambu *in natura* e CNCs são semelhantes, no qual indica que os CNCs preservaram a estrutura de celulose. No entanto, a intensidade de absorção e localização dos espectros CNC são diferentes, revelando que a estrutura dos CNCs sofreu algumas pequenas mudanças durante o tratamento com ácido. As primeiras bandas de absorção da fibra de bambu *in natura* e os CNCs apareceram em números de onda de  $3405\text{ cm}^{-1}$  e  $3357\text{ cm}^{-1}$ , que pode ser atribuídos as bandas estiradas de O-H, causada pelas ligações de hidrogênio intramolecular para a celulose tipo I e também pelas vibrações de estiramento C-H em  $2900\text{ cm}^{-1}$ . A banda de  $1637\text{ cm}^{-1}$  pode ser atribuída ao OH da banda absorvida (ZHANG, Y et al., 2015).

Os picos em  $1463\text{ cm}^{-1}$  e  $1512\text{ cm}^{-1}$  foram atribuídos à deformação do grupo metil e alongamento CC do anel aromático na lignina, respectivamente. A ausência dos dois picos acima foi observada após a extração, indicando a remoção completa da lignina. O pico em  $1736\text{ cm}^{-1}$  foi atribuído ao alongamento de CO na hemicelulose, enquanto que desapareceu totalmente nas outras amostras. (XU, Y; XU, Y; YUE, X., 2017).

Foram observados picos característicos de celulose entre 850 e 1500 cm<sup>-1</sup>. Segundo a literatura, o pico de absorção em 1058 cm<sup>-1</sup> correspondia ao C-O na posição C-3 da celulose e o pico a 1126 cm<sup>-1</sup> foi o sinal do anel no plano de celulose. O pico de 1169 cm<sup>-1</sup> foi o sinal de C – O – C na ligação  $\beta$ -glicosídica, e o intervalo de 1200 a 1236 cm<sup>-1</sup> foi o sinal de C – OH no plano em C-6 (LIU, C et al., 2019). Os picos em 1061 e 897 cm<sup>-1</sup> estão associados com os estiramentos C-O e C-H da celulose, estes picos apareceram em todos os espectros. As diferenças nos espectros sugerem que as amostras possuem um teor de celulose muito alto. Além disso, a presença da banda próxima à 897 cm<sup>-1</sup> nos espectros das nanoceluloses pode indicar que não houve perda de material celulósico durante a hidrólise ácida. (NANG AN, V et al., 2020).

#### 4. CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos neste trabalho, foi possível concluir que o processo de obtenção de CNCs demonstrou ser satisfatório, pois após sucessivos tratamento químicos foi observado uma redução de lignina e hemicelulose que são grupos característicos da fibra de bambu *in natura*.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- KARIMI, S et al. Kenaf bast cellulosic fibers hierarchy: a comprehensive approach from micro to nano. **Carbohydrate polymers**, v. 101, p. 878-885, 2014.
- KHALIL, H.P.S.A et al. Bamboo fibre reinforced biocomposites: A review. **Materials & Design**, v. 42, p. 353-368, 2012.
- LIN, Q; HUANG, Y; YU, W. Effects of extraction methods on morphology, structure and properties of bamboo cellulose. **Industrial Crops & Products**, v. 169, 2021.
- LIU, C et al. Preparation and Characterization of Moso Bamboo-based Cellulose Nanowhiskers under Various Acid Hydrolysis Conditions. **BioResources**, v. 14, n. 1, p. 1077-1090, 2019.
- NANG AN, V et al. Extraction of High Crystalline Nanocellulose from Biorenewable Sources of Vietnamese Agricultural Wastes. **Journal of Polymers & the Environment**, v. 28, n. 5, 2020.
- WULANDARI, W. T.; ROCHLIADI, A.; ARCANA, I. M. Nanocellulose prepared by acid hydrolysis of isolated cellulose from sugarcane bagasse. In: **IOP conference series: materials science and engineering**. IOP Publishing, p. 1-7, v. 107, 2016.
- XU, Y; XU, Y; YUE, X. Changes of hydrogen bonding and aggregation structure of cellulose fiber due to microwave-assisted alkali treatment and its impacts on the application as fluff pulp. **Cellulose**, v. 24, n. 2, p. 967-976, 2017.
- ZHANG, Y et al. A green and efficient technology for the degradation of cellulosic materials: structure changes and enhanced enzymatic hydrolysis of natural cellulose pretreated by synergistic interaction of mechanical activation and metal salt. **Bioresource Technology**, v. 177, p. 176-181, 2015.