

PROPRIEDADES COMPRESSIVAS DE ESPUMAS À BASE DE AMIDO PELA INCORPORAÇÃO DE MICROFIBRAS E NANOCRISTAIS DE CELULOSE

FERNANDA LANGONE¹; MARLON BENDER BUENO RODRIGUES²; ; RAFAEL DE ÁVILA DELUCIS³; ANDRÉ LUIZ MISSIO⁴; AMANDA DANTAS DE OLIVEIRA⁵

¹Universidade Federal de Pelotas – ferlangone@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – marlonbueno50@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – rafael.delucis@ufpel.edu.br

⁴Universidade Federal de Pelotas – andre.missio@ufpel.edu.br

⁵Universidade Federal de Pelotas – adoliveira@ufpel.edu.br

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, houve uma mudança significativa em direção ao desenvolvimento de materiais ecológicos como alternativas aos produtos à base de petróleo. Materiais sustentáveis oferecem uma solução promissora para mitigar o impacto das flutuações nos preços do petróleo nas economias e indústrias, ao mesmo tempo em que abordam as questões ambientais urgentes causadas pela dependência excessiva de combustíveis fósseis. Entre os diversos biopolímeros que estão sendo pesquisados, o amido se destacou como um candidato promissor devido à sua biodegradabilidade, abundância e custo-benefício (HAN *et al.*, 2024).

O amido é um polissacarídeo composto por amilase e amilopectina, que pode ser extraído de várias fontes, como milho, batata, trigo e arroz. Sua ampla disponibilidade e biodegradabilidade o tornam um material atraente para o desenvolvimento de espumas sustentáveis. Espumas de amido apresentam propriedades comparáveis às das espumas tradicionais, incluindo baixa densidade e isolamento térmico (RODRIGUES *et al.*, 2020).

Um dos principais desafios associados às espumas à base de amido é sua fragilidade e a relativamente baixa resistência mecânica em comparação com os equivalentes sintéticos. Para superar esses desafios, os pesquisadores têm explorado várias estratégias, incluindo a incorporação de plastificantes, a mistura de amido com outros biopolímeros e o reforço com aditivos, como nanomateriais. Entre essas abordagens, a incorporação de reforços à base de celulose mostrou uma promessa significativa em melhorar as propriedades mecânicas de espumas à base de amido.

A celulose é um dos polímeros naturais mais abundante na terra, e pode ser obtido a partir de fontes renováveis, como madeira, algodão e resíduos agrícolas, e é biodegradável e biocompatível, tornando-se um agente de reforço ideal para espumas à base de amido. A celulose pode ser incorporada em espumas de várias formas, incluindo microfibras e nanocristais, cada um contribuindo de maneira única para as propriedades da espuma (CHEN *et al.*, 2023).

Microfibras de celulose, ou gel de celulose, são derivadas de fibras naturais e servem como materiais de reforço eficazes devido a sua elevada razão de aspecto e resistência. Quando incorporadas em espumas à base de amido, as microfibras de celulose podem melhorar as propriedades mecânicas da espuma, fornecendo uma rede de reforço dentro da matriz de amido. A interação entre as fibras de celulose e a matriz de amido pode melhorar significativamente a resistência e a rigidez tanto em tração quanto em compressão, tornando as

espumas mais adequadas para aplicações que exigem maior desempenho mecânico (PESCAROLO *et al.*, 2022).

Por outro lado, os nanocristais de celulose são nanopartículas em forma de bastão obtidas por meio da hidrólise ácida de fibras de celulose. Os CNCs possuem propriedades únicas, como alta cristalinidade, grande área de superfície específica e excepcional resistência mecânica, o que pode torná-los agentes nucleantes eficazes na produção de espumas. O papel das CNCs como agentes nucleantes em espumas à base de amido é crucial para otimizar as propriedades de compressão da espuma. Ao promover a formação de células menores e mais uniformemente distribuídas, os CNCs ajudam por exemplo a aumentar a capacidade de carga da espuma (SONG; OTHMAN, 2022).

Assim, esse estudo tem como objetivo otimizar e analisar as propriedades de compressão de espumas à base de amido, incorporando gel de celulose e diferentes concentrações de nanocristais de celulose.

2. METODOLOGIA

Amido solúvel P.A. (Synth Produtos Químicos) e um gel de celulose (teor de 1% de sólidos) foram homogeneizados em béqueres com quantidades fixas de amido e variações na concentração de gel (proporções de 5%, 10% e 15% em relação ao peso de amido). Logo após, foram acrescentados CNCs (CelluRods™ 100P), em formato de pó, nas concentrações de 1%, 3% e 5% — também em relação ao peso de amido. Em seguida, os géis produzidos foram homogeneizados a 5000 rpm por 10 minutos em um mixer ultraturrax (IKA T 25) e direcionados a moldes de silicone, sendo subsequentemente congelados. Após congelados, os géis foram submetidos por 72 horas a liofilização (LIOTOP-L202), gerando espumas de amido e diferentes concentrações de celulose e CNCs ao término do processo.

A resistência mecânica das espumas foi avaliada por meio de testes de compressão utilizando um texturômetro TX-700 Texture Analyser (Lamy Rheology Instruments), com o mínimo de 5 repetições por composição investigada. As medidas foram realizadas a uma taxa de compressão de 0,10 mm/s, até 50% da espessura das amostras e dentro de um ambiente condicionado (23 °C e 50% de umidade relativa). Os dados obtidos foram analisados quanto à sua normalidade pelo teste Shapiro-Wilk, com prévia identificação de outliers em um nível de confiança de 95%. Posteriormente, análise de variância multifatorial (ANOVA) foi utilizada para a identificação de possíveis fatores significativos (teores de celulose e CNCs) na resistência à compressão das espumas. Em caso positivo, o desmembramento fatorial foi realizado em formato de tabela. Todos ensaios estatísticos foram conduzidos em significância de 5% no software Statgraphics 19.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 apresenta os resultados acerca da análise de variância realizada para a resistência à compressão. Tendo como fatores o teor de celulose e o teor de CNCs, o p-Valor é responsável por identificar a significância do fator para a propriedade analisada. Nesse sentido, pode-se afirmar que o fator mais impactante para a resistência à compressão foi o teor de celulose (A) de p-Valor igual a 0, embora o teor de CNCs (B), de p-Valor igual a 0,0324, também tenha sido identificado como significativo.

Tabela 1: Análise de variância multifatorial (ANOVA) para a resistência à compressão das espumas em função dos fatores celulose (A) e CNC (B).

Resistência à compressão					
	SQ	GL	QM	Razão-F	p-Valor
Fatores					
Celulose (A)	0,0308	2	0,0154	46,01	0,0000
CNC (B)	0,0026	2	0,0013	3,83	0,0324
Interações					
AB	0,0106	4	0,0027	7,93	0,0001
Residuais	0,0107	32	0,0003		

Legenda: SQ: soma dos quadrados; GL: graus de liberdade; QM: quadrado médio; F: estatística F.

A Tabela 2 apresenta o desmembramento fatorial da resistência à compressão em função dos fatores identificados como significativos para a propriedade analisada. As maiores resistências à compressão encontradas foram para as espumas com menor concentração de celulose (5%), variando entre 0,11 MPa e 0,12 MPa, o que pode sugerir uma contribuição negativa da presença de celulose para a microestrutura das espumas à base de amido produzidas.

É fator digno de menção a maior resistência experienciada pelas espumas com adição de 15% de celulose quando o teor de CNCs foi máximo. Usualmente, embora fibras e partículas possam melhorar a resistência à compressão de espumas, partículas podem ser preferíveis para lograr tal objetivo (Karthikeyan *et al.*, 2001). Isso porque reforços particulados irão aumentar a resistência por meio de mecanismos de obstrução da deformação das células da espuma durante a solicitação mecânica, reforçando a estrutura de maneira mais isotrópica (mais homogeneamente ao longo de todas as direções), enquanto reforços de fibra podem ter sua contribuição limitada devido a variações em sua morfologia e distribuição não-ideal na estrutura da espuma (Cao *et al.*, 2023).

Tabela 2: Desmembramento fatorial da resistência à compressão em função dos fatores celulose e CNC.

Resistência à compressão (MPa)		Celulose (%)		
		5	10	15
CNC (%)	1	0,111 aA	0,055 aB	0,025 aC
	3	0,095 aA	0,067 aB	0,030 aC
	5	0,122 aA	0,036 bB	0,083 bC

Letras maiúsculas denotam grupos homogêneos no sentido da linha, enquanto letras minúsculas denotam grupos homogêneos no sentido da coluna.

Outros resultados reportados na literatura apontaram tendências semelhantes às encontradas no presente estudo. Carr *et al.* (2006) investigaram o impacto da concentração de fibras lignocelulósicas na compressão de espumas de amido e encontraram que a adição de mais de 1% de fibras de mandioca e trigo diminuíam a resistência do material.

4. CONCLUSÕES

A resistência à compressão das espumas à base de amido produzidas por liofilização foi fortemente impactada pela variação dos fatores teor de celulose e CNCs. De maneira geral, o aumento da concentração de celulose levou à redução da tensão de compressão suportada pelos materiais, embora na máxima concentração de celulose os CNCs tenham conseguido aumentar tal propriedade. Próximos estudos envolvem a investigação do impacto da alternância desses fatores em outros aspectos das espumas, como densidade e porosidade, para estabelecimento de uma compreensão mais aprofundada acerca de espumas reforçadas por materiais celulósicos.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CAO, Shunze *et al.* Fabrication, mechanical properties, and multifunctionalities of particle reinforced foams: A review. **Thin-Walled Structures**, [s. l.], v. 186, p. 110678, 2023. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0263823123001568>.
- CARR, Laura G. *et al.* Influence of Fibers on the Mechanical Properties of Cassava Starch Foams. **Journal of Polymers and the Environment**, [s. l.], v. 14, n. 2, p. 179–183, 2006. Disponível em: <http://link.springer.com/10.1007/s10924-006-0008-5>.
- CHEN, Zhen *et al.* Advances and Applications of Cellulose Bio-Composites in Biodegradable Materials. **Journal of Polymers and the Environment**, [s. l.], v. 31, n. 6, p. 2273–2284, 2023.
- HAN, Chenfeng *et al.* Effects of carboxymethyl cellulose concentration on mechanical, viscoelastic properties, and thermal properties of starch/plant fiber foaming tableware materials with foam structure. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], v. 215, n. May, p. 118586, 2024.
- KARTHIKEYAN, C. S. *et al.* Processing and compressive strengths of syntactic foams with and without fibrous reinforcements. **Journal of Applied Polymer Science**, [s. l.], v. 81, n. 2, p. 405–411, 2001. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/app.1452>.
- PESCAROLO, Aline *et al.* A influência de microfibras de celulose no estado fresco de argamassas. **Ambiente Construído**, [s. l.], v. 22, n. 1, p. 179–190, 2022.
- RODRIGUES, Nathalie Hamine Panzarini *et al.* Starch-based foam packaging developed from a by-product of potato industrialization (*Solanum tuberosum* L.). **Applied Sciences (Switzerland)**, [s. l.], v. 10, n. 7, 2020.
- SONG, Cai-li; OTHMAN, Jofry B. Synthesis and Characterization of Lignin-Incorporated Carboxymethyl Cellulose (CMC) Films from Oil Palm Lignocellulosic Waste. **Processes**, [s. l.], v. 10, n. 11, p. 2205, 2022.