



## **XXVIII SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UEFS SEMANA NACIONAL DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - 2024**

### **EFEITO DE NANOCRISTAIOS DE CELULOSE EXTRAÍDOS DO RESÍDUO AGROINDUSTRIAL DE ACEROLA NAS PROPRIEDADES DE FILMES DE CARBOXIMETILCELULOSE.**

**Éric de Jesus Miranda<sup>1</sup> ; Geany Peruch Camilloto<sup>2</sup>**

1. Bolsista PIBIC/FAPESB, Graduando em Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Feira de Santana,  
email:[ericdejesus26@gmail.com](mailto:ericdejesus26@gmail.com)
2. Orientador, Departamento de Tecnologia, Universidade Estadual de Feira de Santana, e-mail:  
[geanyperuch@uefs.br](mailto:geanyperuch@uefs.br)

**PALAVRAS-CHAVE:** Biopolímeros; nanoreforço; nanotecnologia.

### **INTRODUÇÃO**

A utilização de polímeros biodegradáveis provenientes de fones renováveis para produção de embalagens apresenta alguns desafios, uma vez que suas propriedades possuem desvantagens em relação ao uso de polímeros provenientes do petróleo, como baixa propriedades de barreira e mecânicas (Siqueira *et al.*, 2021).

Uma alternativa para melhorar as propriedades mecânicas dos polímeros biodegradáveis, é através da adição de nanocristais de celulose devido à sua elevada resistência ao térmica, fortalecimento das propriedades mecânicas e sua biodegradabilidade (Nascimento, 2018; Pereira *et al.*, 2014).

Os nanocristais de celulose podem ser isolados da parece celular de plantas são considerados um desejável material de reforço na produção de nanocompósitos poliméricos, devido suas superiores propriedades mecânicas (Siqueira *et al.*, 2010).

Deste modo, o presente trabalho teve como objetivo avaliar o efeito de nanocristais de celulose, provenientes do resíduo agroindustrial de acerola, como reforço em filme de carboximetilcelulose (CMC).

### **METODOLOGIA**

**Extração de celulose do resíduo agroindustrial:** O resíduo agroindustrial (RDA) foi lavado cinco vezes por imersão em água destilada por 20 minutos. Logo após, o resíduo foi seco em estufa a 50 °C e em seguida foi triturado. O resíduo triturado (5 g) passou por um processo de branqueamento para deslignificação, utilizando 50 mL de solução de clorito de sódio NaClO<sub>2</sub> 1,7% (m/v) e 50 mL de solução tampão (NaOH / Ácido acético). A mistura ficou sob aquecimento (80 °C) e agitação mecânica constante durante uma hora. O procedimento foi repetido cinco vezes, para garantir que o resíduo ficasse totalmente branco. A mistura foi filtrada e lavada com água destilada. Feito o branqueamento, o resíduo passou por duas etapas de tratamento alcalino. Na primeira etapa, o resíduo foi submerso em uma solução de NaOH 2% (m/v) numa proporção de 1

g para 20 mL de solução por duas horas, sob agitação mecânica constante e aquecimento (90 °C). A mistura foi filtrada e lavada com água destilada para a retirada do excesso de alcalinidade. Na segunda etapa, o resíduo foi submerso em uma solução de NaOH 5% (m/v), nas mesmas condições de proporção, temperatura, tempo e agitação da primeira etapa. A celulose quimicamente purificada (CQP) resultante do RDA foi filtrada e lavada até atingir pH neutro. A CQP foi, então, submetida ao processo de secagem em uma estufa a 40°C durante 48 horas.

**Obtenção dos nanocristais de celulose:** a extração dos NCC foi realizada por hidrólise ácida. Uma solução de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) 64% (m/m) foi adicionada à CQP, na proporção de 1 g de CQP para 12 mL de solução. A mistura foi mantida a 45 °C por 60 minutos, sob agitação mecânica constante. A hidrólise foi interrompida adicionando-se 100 mL de água destilada resfriada. Submeteu-se a suspensão resultante à cinco ciclos de centrifugação (1500xg por dez minutos), para a remoção do excesso de ácido e fragmentos solúveis em água. O sobrenadante turvo foi recolhido e submetido à para diálise em água destilada. Quando as suspensões atingiram pH neutro, elas foram ultrasonificadas por uma hora e armazenadas sob refrigeração. A análise do diâmetro hidrodinâmico e índice de polidispersividade das suspensões de NCC foi realizada utilizando-se um analisador de tamanho de partícula Zetasizer Nano ZS - Malvern.

**Produção dos filmes:** Os filmes foram obtidos por processo *casting* contendo diferentes concentrações de nanocristais de celulose (0, 1 e 2%). Para produção dos filmes à base CMC foram preparadas suspensões aquosas de CMC, glicerol e nanocristais de celulose (NCC), agitados a 1500 rpm por 1 hora. Em seguida, a soluções foram espalhados em placas de vidro e secas em estufa com circulação e renovação de ar a 40 °C por 15 horas.

**Determinação da permeabilidade ao vapor de água(PVA):** foi determinada por meio do método dessecante, segundo a metodologia ASTM E 96-00 (ASTM, 2000), com algumas modificações. Foram utilizadas cápsulas circulares, com paredes impermeáveis, contendo 12 g de cloreto de cálcio anidro. Os filmes foram vedados na junção filme/cápsula e após a montagem das cápsulas, estas foram acondicionadas em câmara contendo solução saturada de cloreto de sódio em seu interior.

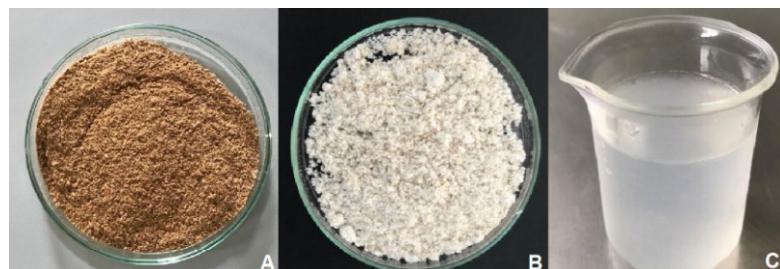
**Avaliação das propriedades mecânicas dos nanocompósitos:** foram determinadas utilizando-se o Texturômetro TA.XT Plus, com célula de carga de 500 N, velocidade e distância de separação entre as garras de 5 mm.min<sup>-1</sup> e 50 mm, respectivamente. Para cada filme, foram analisadas dez amostras com dimensões de 25 mm x 100 mm (ASTM, 2009).

**Avaliação da transparência dos filmes:** foi determinada conforme Chou *et al.* (2023). Os filmes foram cortados e aderidos a parede de uma cubeta de quartzo. A leitura da absorbância foi feita em espectrofotômetro UV-Vis com varredura de 200 a 800 nm.

## RESULTADOS E DICUSSÃO

O processo de extração de celulose a partir do resíduo agroindustrial de acerola foi bem-sucedido, com um rendimento médio de 23,14%. Após os tratamentos alcalinos e de branqueamento, obteve-se um material de coloração branca, resultado da remoção de compostos responsáveis pela cor da fibra (Costa *et al.*, 2016). A hidrólise da celulose por meio da utilização de ácido sulfúrico gerou uma suspensão de nanocristais de celulose estável. Os resultados de tamanho médio e índice de Polidispersão (PDI) dos

NCC foram de  $346,3 \pm 19,5$  nm e  $0,453 \pm 0,117$ , respectivamente. A Figura 1 ilustra o processo de obtenção da suspensão de nanocelulose obtida a partir do resíduo agroindustrial de acerola.



**Figura 1-** Resíduo de acerola seco até ser convertido em suspensão de nanocelulose.

A – Resíduo de acerola seco e triturado; B – Celulose quimicamente purificada obtida do resíduo;  
C – Suspensão de nanocelulose quimicamente purificada obtida do resíduo.

Os filmes de CMC obtidos apresentaram-se homogêneos, contínuos, sem presença de bolhas, transparentes e de fácil manuseio. A incorporação dos NCC não influenciou significativamente ( $p > 0,05$ ) a transparência e a PVA dos filmes, sendo os valores médios de  $0,92 \pm 0,08$  mm $^{-1}$  e  $10,10 \pm 0,64$  g.mm/m $^2$ .dia.kPa.

Esse resultado pode ser explicado pela dispersão inadequada dos NCCs ou baixa concentração destes na matriz polimérica, o que não alterou significativamente as propriedades de barreira. Tal comportamento diverge do observado por Sanchez-Garcia *et al.* (2010), em que a adição de NCCs à matriz de ácido polilático (PLA) reduziu a permeabilidade à água em aproximadamente 80%.

Em relação a transparência, os resultados encontrados divergem dos observados por Yadav *et al.* (2020), que notaram que os valores de opacidade maiores devido a alta concentração de NCC, confirmando que os NCCs podem impedir a passagem de luz através do filme. Provavelmente, a menor concentração de NCC utilizada no presente estudo não foi suficiente para alterar a opacidade dos filmes.

Com base nos resultados apresentados na Tabela 1, percebe-se que a adição de NCCs influenciou significativamente ( $p < 0,05$ ) as propriedades mecânicas de filme de carboximetilcelulose. O filme de CMC incorporado com 2% de NCC apresentou maior resistência máxima a tração ( $p < 0,05$ ), enquanto o filme adicionado de 1% de NCC apresentou maior porcentagem de alongamento ( $p < 0,05$ ), quando comparados ao controle. O aumento da resistência dos filmes deve-se a formação de uma rede rígida dos nanocrstais de celulose dentro dos nanocompósitos (Favier *et al.* 1995, *apud* Lee *et al.*, 2014).

Tabela 1- Resistência máxima a tração e porcentagem de alongamentos dos filmes de CMC incorporados com diferentes concentrações de NCC.

Filmes	Resistência máxima (MPa)	Alongamento (%)
0% NCC	$13,03 \pm 0,50$ <sup>b</sup>	$41,30 \pm 4,62$ <sup>b</sup>
1% NCC	$13,38 \pm 1,64$ <sup>b</sup>	$49,78 \pm 1,56$ <sup>a</sup>
2% NCC	$16,15 \pm 0,51$ <sup>a</sup>	$43,17 \pm 2,20$ <sup>a,b</sup>

Médias seguidas pela mesma letra minúscula nas colunas não diferem entre si pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

Diante do exposto, conclui-se que a incorporação de nanocristais de celulose extraídos do resíduo agroindustrial de acerola em filmes à base carboximetilcelulose mostrou resultados promissores em relação ao melhoramento das propriedades mecânicas, no entanto, não alteraram as propriedades de barreira e transparência dos filmes. Sugere-se novos estudos a fim de avaliar o efeito de maiores concentrações de NCC nas propriedades de barreira de filmes de CMC.

## REFERÊNCIAS

- ASTM – AMERICAN SOCIETY STANDARD TESTING AND MATERIALS. Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting. D 882- 09. Philadelphia: ASTM, 2009, 10 p.
- ASTM – AMERICAN SOCIETY STANDARD TESTING AND MATERIALS. Standard test method for water vapor transmission of materials. E 96-00. Philadelphia: ASTM, 2000, 9 p.
- CHOU, Ming-Yu *et al.* Characterization and antibacterial properties of fish skin gelatin/guava leaf extract bio-composites films incorporated with catechin. Lwt, [S.L.], v. 178, p. 114568, mar. 2023.
- COSTA, S. S. *et al.* Prospective Study on the Collection and Incorporation of Cellulose Nanocrystals in Biodegradable Films. Revista Virtual de Química, [S.L.], v. 8, n. 4, p. 1104-1114, jul. 2016. Disponível em: <https://rvq-sub.sqb.org.br/index.php/rvq/article/view/1800/805>. Acesso em: 20 ago. 2024.
- FERREIRA, F.V. *et al.* How do cellulose nanocrystals affect the overall properties of biodegradable polymer nanocomposites: a comprehensive review. European Polymer Journal, [S.L.], v. 108, p. 274-285, nov. 2018.
- LEE, K. Y. *et al.* On the use of nanocellulose as reinforcement in polymer matrix composites. Composites Science And Technology, [S.L.], v. 105, p. 15-27, dez. 2014.
- NASCIMENTO, E. S. do. FILMES NANOCOMPÓSITOS À BASE DE CELULOSE BACTERIANA E NANOCRISTAIOS DE CELULOSE. 2018. 94 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Química, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2018. Disponível em: <https://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/bitstream/doc/1103383/1/2018teseesnascimento.pdf>. Acesso em: 21 jul. 2024.
- PEREIRA, F. V. *et al.* Bio-Based Nanocomposites Obtained By Incorporation Of Cellulose Nanocrystals Into Biodegradable Polymers Through Casting, Layer-By-Layer Or Electrospinning Methods. Química Nova, [S.L.], v. 37, p. 1209-1219, abr. 2014.
- SANCHEZ-GARCIA, M. D. *et al.* On the use of plant cellulose nanowhiskers to enhance the barrier properties of polylactic acid. Cellulose, [S.L.], v. 17, n. 5, p. 987-1004, 8 jul. 2010.
- SIQUEIRA, G. *et al.* Cellulosic Bionanocomposites: A Review of Preparation, Properties and Applications. Polymers, v. 2, p. 728– 765, 2010.
- SIQUEIRA, L. V. *et al.* Starch-based biodegradable plastics: methods of production, challenges and future perspectives. Current Opinion in Food Science, v. 38, p. 122-130, 2021.
- YADAV, M. *et al.* Cellulose Nanocrystal Reinforced Chitosan Based UV Barrier Composite Films for Sustainable Packaging. Polymers, [S.L.], v. 12, n. 1, p. 202, 13 jan. 2020.