VALIDAÇÃO DE UM MÉTODO SIMPLIFICADO DE DETERMINAÇÃO DAS FRAÇÕES LIGNOCELULÓSICAS DE PINUS

Leonardo Ostrowicz Arantes Soares (PROVIC), Jonhata Henrique Rodrigues, Luís Antônio Pinheiro (Orientador), e-mail: lapinheiro7@gmail.com

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Engenharia de Materiais.

Polímeros, Aplicações

Palavras-chave: TAPPI, lignina, celulose, caracterização.

Resumo

O presente trabalho apresentou metodologias para a determinação do teor de biomassas lignocelulósicas que compõe o pó de madeira proveniente da espécie *Pinus elliotii.* A caracterização dos compostos baseou-se fundamentalmente nas normas TAPPI, no sentido de aperfeiçoar métodos de obtenção de nanocelulose. Após a análise dos resultados encontra-se que os procedimentos adotados, mesmo que simples e baratos, apresentaram dados com confiabilidade aceitável. Os principais componentes de interesse em métodos de obtenção de nanocelulose como, por exemplo, a lignina, apresentou dados satisfatórios para esse propósito. Contatou-se que a metodologia inovadora e de relativa facilidade, pode ser aplicada em ampla escala.

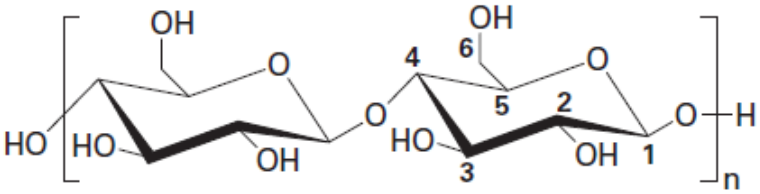
Introdução

A madeira é um complexo de polímeros naturais aos quais cabe citar: hemicelulose, lignina, e celulose (1), além de outros componentes em quantidades reduzidas como componentes inôrganicos e extrativos.

A lignina é um componente essencial para os vegetais, sua composição pode variar de 10% a 30% dependendo da espécie analisada. A estrutura química da lignina é complexa, constituindo-se de uma rede polimérica tridimensional de unidades de fenilpropano ligados a diferentes monômeros resultando em uma estrutura amorfa.(2). A celulose é outro componente essencial para a estrutura da parede celular dos vegetais, consistindo em uma longa cadeira polimérica de β-D-Glucose na forma de piranose ligadas por ligações glicosídicas do tipo 1-4, formando assim a unidade de repetição da celulose, a celubiose ilustrada pela figura 1(3). A celulose é alvo de diversos estudos pautados em suas excelentes propriedades quando em forma de nanocristais, tais como seu módulo elástico comparável ao do aço, baixa densidade, e alta superfície reativa. Tem-se que a celulose comercializada provém principalmente da parede celular das plantas como principal componente a providenciar rigidez mecânica a essa estrutura (4).

ISSN 1676-0093

Figura 1 – Unidade básica da celulose



Fonte: FRESNE, Alain du. Nanocellulose: From Nature to High Performance Tailored Materials. Berlin: Walter de Gruyter GmbH, 2012. p 4.

Juntamente da celulose, a hemicelulose ou poliose pertence ao grupo dos polissacarídeos provenientes da madeira. Estão associadas as celuloses na parede celular da planta, sendo composta por açúcares. As hexoses : glucoses, manose e galactose; e as pentoses : xilose e arabinose, são os principais constituintes das hemiceluloses(5).

Os extrativos são componentes adicionais á parede celular vegetal, que podem ser removidos através da solubilização em soluções aquosas ou de solventes orgânicos. As principais categorias de extrativos incluem óleos voláteis, terpenos (terebintinas, ácidos resínicos, esteróis), ácidos graxos e seus ésteres, ceras, álcoois poli-hídricos, mono e polissacarídeos, alcalóides e compostos aromáticos (ácidos, aldeídos, álcoois, dímeros de fenilpropano, estilbenos, flavonóides, taninos e quinonas).(2)

A fração de componentes inorgânicos é geralmente baixa em amostras de madeira seca, raramente excedendo 1% da massa (a qual é determinada na forma de cinzas). Os cátions inorgânicos presentes em maiores quantidades são cátions de cálcio, potássio e magnésio, presentes principalmente na forma de carbonatos, silicatos, fosfatos e oxalatos (predominantemente na casca), ou ligado aos grupos ácidos na madeira. No caso de metais de transição como ferro, manganês , cobalto e cobre são encontrados apenas traços destes elementos.(3)

Material e Métodos

Materiais

Para as determinações foram foi usado pó de madeira da espécia *Pinus elliot*, fornecida pela empresa PinhoPó (Ponta Grossa, Brasil). Foram usados também soluções de acetona 70% (v/v) e ácido sulfúrico 72% (v/v).

Métodos

Para a determinação da umidade utilizou-se um método analítico ao qual determinou-se a massa total da amostra juntamente de umidade, seguida da secagem da amostra e determinação de sua massa seca, com a diferença de massa determinou-se a porcentagem de umidade presente, posteriormente queimou-se a amostra durante três horas á 600°C, sendo a análise do teor de cinzas com base na diferença de massa da amostra seca e da amostra calcinada.

A determinação do teor de extrativos baseou-se na pesagem da amostra com extrativos, e pesagem posterior a extração através de um sistema soxhlet utilizando-se do solvente acetona 70%(m/v), quantificou-se a porcentagem do teor de extrativos através da diferença entre a massa inicial e a massa pós-extração.

ISSN 1676-0093

Após a quantificação dos demais componentes supracitados, determinou-se o teor de lignina de Klason através da digestão da amostra de pó de madeira em uma solução de ácido sulfúrico 72% (m/m), com posterior diluição da solução para 4%(m/m) seguida de extração através de um sistema balão-destilador durante quatro horas. A quantificação se deu pela relação entre a massa inicial da amostra e a massa após a extração de lignina.

Resultados e Discussão

A tabela 1 apresenta os dados gerais do pó de madeira *Pinus elliotii*, coletados durante os procedimentos.

Tabela 1 – Dados gerais do pó de madeira *Pinus elliotii.*

UMIDADE		CINZAS		EXTRATIVOS		LIGNINA	
Amostra	Teor de umidade (TU%)	Amostra	Teor de cinzas (TC%)	Amostra	Teor de extrativos (TE%)	Amostra	Teor de lignina (TLI%)
1	9,9611	1	1,0738	1	8,2943	1	29,1820
2	10,8713	2	1,1064	2	4,6610	2	30,9250
3	10,8632	3	1,0974	3	6,5521	3	
4	10,6950	4	1,2445	4	7,0465	4	
5	10,4632	5		5		5	

Fonte: O autor.

O valor para a umidade das amostras foi de 10,5707±0,38%.Observa-se pelo desvio padrão que o método apresentou relativa precisão. A adsorção de água pela madeira acontece através dos sítios higroscópicos de sua parede celular, através de interações intermoleculares do tipo ligação de hidrogênio, a quantidade de água adsorvida pela madeira depende da superfície exposta a umidade e da composição química da amostra.

Nota-se através dos dados da tabela 1 que o teor de cinzas apresentou valores em torno de 1,1305 ± 0,08%, sendo consistente com os valores analisados em literatura para a espécie *Pinus elliot* (LEWIN, GOLDSTEIN, 1991, p.114). Assim os dados obtidos são congruentes com o fato de que os elementos inorgânicos presentes no pó de madeira eram previstos em menores quantidades, assim como observado. Através da extração de extrativos, o teor determinado para os extrativos foi de 6,6385± 1,5084%; o valor de desvio padrão indica que os valores obtidos apresentaram dispersão, justificado pelo extravasamento do material do recipiente durante a extração pelo sistema soxhlet. Ainda assim tem-se que a utilização de acetona para a remoção dos extrativos se deu de maneira eficiente porém pelos dados obtidos evidencia-se a utilização de recipientes adequados para sistemas soxhlet.

O teor de lignina apresentou um valor médio de 30,0535 ± 1,23%. Segundo Alén e Sjöström(1999, p.3.), os valores do teor de lignina para coníferas variam de 25% a 33%, logo o valor determinado é válido para a espécie analisada sendo assim um método eficaz para a determinação do teor de lignina. A variação dos valores pode ser justificada pela possível degradação de outros componentes da parede celular resultando em perdas adicionais de massa em relação à massa inicial.

Conclusões

Com base nos dados obtidos e analisados, conclui-se que o método empregado para análise dos componentes da espécie *Pinus elliot* foi eficiente, simples e de baixo custo Os teores determinados em sua maioria encontraram-se congruentes com valores encontrados em literatura, e dentro dos limites de detecção aceitos

Agradecimentos

Ao meu orientador Prof. Dr. Luis Antonio Pinheiro, por sua confiança e fundamental ajuda no desenvolvimento do projeto.

Ao Dr. Jean Carlos Hoepfner, por seu auxílio para elaboração deste relatório.

Ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) pela oportunidade e apoio na evolução deste projeto.

À minha mãe, Virginia Ostrowicz, e a minha irmã, Fernanda Ostrowicz Arantes Soares, pelo apoio emocional e financeiro, o que mostrou-se fundamental neste período.

Referências

1. GREEN,D.W.; KRETSCHMANN,D.E. **Wood Handbook – Wood as a engineering material.** Madison: Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory, 1999.

2. MENACHEM, L.; GOLDSTEIN, I. **Wood structure and composition.** New York: Marcel Dekker, 1991.

3. TIMMEL,T.E.; WIMMER, R. **Wood structure and environment.** Berlin: Springer, 2007.

4. DUFRESNE, A. **Nanocellulose: From Nature to High Performance Tailored Materials**. Berlin: Walter de Gruyter GmbH, 2012.

5. KLOCK, U.; ANDRADE, A.S. de. **Química da madeira.** 4.ed. rev. Curitiba: 2013.