OBTENÇÃO DE CARGA NANOESTRUTURADA A PARTIR DE CELULOSE BACTERIANA

Letícia Moerschbacher (Engenharia de Materiais - UEPG), Luís Antonio Pinheiro (Orientador), e-mail: lapinheiro@uepg.com.br

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

Engenharia de Materiais – Polímeros

Palavras-chave: Celulose Bacteriana; Nanocristais; Hidrólise Ácida

Resumo

A celulose bacteriana produzida pela *Acetobacter xylinum* foi usada para produzir celulose nanocristalina através de hidrólise ácida. A hidrólise ácida foi realizada com ácido sulfúrico a uma concentração de 62% em diferentes condições de trabalho, partindo de razões fibra/ácido de 1:10; 1:15 e 1:20, temperaturas de 40, 45 e 50ºC e tempos de 60, 90 e 120 minutos. Testes iniciais de Difratometria de raios-X (DRX) mostraram que a celulose utilizada possui elevado nível de cristalinidade (95,8%) e que possui picos característicos da celulose tipo I, celulose essa considerada a mais promissora para desenvolvimento de novos produtos. Resultados de tamanho de partícula e potencial zeta mostraram-se dentro do esperado para fibras provenientes de matérias primas naturais; com resultados de 666,05 nm e 24,1 mV respectivamente. O rendimento atingido para esse processo ainda é considerado baixo que deverá ser melhorado.

Introdução

O biopolímero mais abundante da terra é a celulose ($C_6H_{10}O_5$), cuja unidade estrutural de repetição é a celobiose, composta por duas moléculas de glicose unidas através de ligações glicosídicas; a Figura 1, a seguir, apresenta a estrutura química da celulose (GODINHO, J.F.; 2014).

Os grupos hidroxilas formam ligações de hidrogênio intra e intermoleculares que são então responsáveis pela estabilidade química, rigidez da cadeia e formação de fibrilas estáveis o que faz com que a celulose seja insolúvel em água e em alguns outros solventes orgânicos (GODINHO, J.F.; 2014). A celulose possui grande importância comercial e econômica através do crescente interesse no desenvolvimento de filmes biodegradáveis para aplicação nos setores agrícola e alimentício (LIMA, L.R; et. All. 2015) (ALMEIDA, D.M; et. All. 2013). Dentre os polissacarídeos a celulose bacteriana (CB) têm sido motivo de estudos recentes pois possui propriedades que podem ser alteradas para se adequarem ás diferentes aplicações. A CB é proveniente da excreção natural de bactérias do gênero *Gluconacetobacter* em forma de nanofibras que juntas formam uma rede fibrosa e resistente. Tal morfologia, combinada com características hidrofílicas, elevado grau de pureza e cristalinidade, biocompatibilidade, boas propriedades mecânicas fazem desse material, em elevado potencial, no desenvolvimento de dispositivos e produtos para aplicações tecnológicas (GODINHO, J.F.; 2014). A celulose produzida

pela espécie de bactéria *Acetobacter xylinum* possui a mesma estrutura química da celulose produzida pelas plantas, porém é livre de lignina e hemicelulose, subprodutos esses que compõe a celulose, dessa forma a utilização desse material reduz custos durantes o processo de obtenção de carga nanoestrutura pois não se faz necessário o uso de pré-tratamentos, como a acetilação, para retirada desses resíduos (ALMEIDA, D.M; et. All. 2013).

A hidrólise ácida consiste na destruição das regiões amorfas entre as microfibrilas de celulose, enquanto que a região cristalina permanece intacta, pois a cinética da hidrólise na região amorfa é mais rápida. Após esse processo forma-se uma suspensão coloidal utilizada como agente de reforço em outros materiais (SANTOS, D.B; et. All. 2011). Varia-se durante a hidrólise ácida períodos de tempo, temperatura e razão fibra/ácido seguindo a metodologia de Taguchi, a qual utiliza métodos estatísticos objetivando melhorar a qualidade do trabalho. O principal objetivo do presente trabalho é otimizar a produção de nanocristais de celulose bacteriana por meio de hidrólise ácida para posterior associação da CB com outros polímeros visando reforço e melhora de propriedades mecânicas.

Materiais e Métodos

Materiais

Celulose Bacteriana produzida por *Acetobacter xylinum* ATCC 23769 oriunda da Fundação André Tosello (Campinas – SP, Brasil), ácido sulfúrico (62%) e água deionizada.

Produção da celulose bacteriana

O processo fermentativo é realizado em 200 mL de meio de cultura, caldo ALABAN, previamente esterilizado em autoclave a 121ºC por 15 minutos; inoculado com 5% (v/v) do microrganismo em ambiente asséptico, em estufa bacteriológica a 30ºC ± 2ºC e mantido em cultivo estático por 168 horas.

Processamento de celulose bacteriana

A CB produzida na superfície do meio de cultivo, foi retira com auxílio de pinças e aquecida até a fervura por 10 minutos para destruição do microrganismo. As películas foras submetidas a sucessivas lavagens com água deionizada, com posterior tratamento com NaOH 0,1 mol.L^{-1} a 90ºC por 30 minutos, e novamente lavadas com água deionizada.

Processamento de hidrólise ácida

Utilizou-se a CB em forma de membranas trituradas, formando uma espécie de pasta (gel). A hidrólise ácida realizada deu-se por meio da matéria úmida visando o maior rendimento da mesma. A suspensão é então centrifugada á 9500 rpm por 5 minutos. Obtém-se um volume final de solução em torno de 500 ml. Após centrifugação a suspensão passa pelo processo de diálise, o qual consiste em estabilizar o pH da suspensão. A suspensão obtida é homogeneizada e filtrada a vácuo e por fim ultrasonificada por 3 minutos.

Tabela 1. Condições aplicadas em cada experimento de acordo com a metodologia de Taguchi

Experimento	Razão (m/m)	Temperatura (ºC)	Tempo (min)
1	1:10	40	60
2	1:10	45	90
3	1:10	50	120
4	1:15	40	90
5	1:15	50	120
6	1:15	45	60
7	1:20	50	120
8	1:20	45	60
9	1:20	40	90

Caracterização da suspensão

Assim que se obtém a suspensão são realizados ensaios de potencial zeta os quais são realizados em uma razão de 1:100, ou seja, utiliza-se 2 ml de suspensão para 98 ml de água deionizada. A caracterização para tamanho de partícula é realizado com a própria suspensão, sem nenhum tipo de diluição adicional. Difratometria de raios-X (DRX) foram realizadas a fim de se verificar o índice de cristalinidade do material.

Resultados e Discussão

O meio de cultura da CB é constituído principalmente por sacarose, ou seja, o microrganismo cresce em um meio de cultura de sacarose e alguns sais, os quais fornecem a energia suficiente para que este se alimente e posteriormente excrete de maneira natural a celulose.

A biomassa de CB seca e triturada foi analisada em DRX. A partir desse ensaio de caracterização é possível verificar a cristalinidade do material, pela análise dos picos cristalinos e amorfos. Verificou-se que a CB pura apresentou índice de cristalinidade (IC%) de 95,8% e a CB tratada com NaOH apresentou IC% de 96,57%; resultados promissores para este material. O análise de DRX apresenta picos maiores para a CB NaOH pois durante o tratamento com o hidróxido degrada-se uma pequena parcela da parte amorfa ainda presente na celulose, dessa forma aumenta-se o IC% e evidencia-se mais os cristais gerando picos de intensidades relativas maiores (u.a.).

Os picos evidenciados mostraram-se semelhantes aos da celulose tipo I, o que demonstra que a matéria prima escolhida para estudo está dentro do desejado. Os testes seguintes foram realizados após o procedimento de hidrólise ácida seguido de diálise da suspensão. A tabela a seguir apresenta os principais resultados obtidos para hidrólise ácida da celulose bacteriana.

Tabela 2. Resultados de potencial zeta (mV) e tamanho de partícula (nm) da suspensão

Experimento	Potencial Zeta (mV)	Tamanho de Partícula (nm)
1	28,8	1169
2	25,2	617,5
3	19,6	649,2
4	17,2	534,6
5	27,3	518,7
6	26,5	508,6
7	24,5	758
8	23	616,6
9	25	622,3

Como os resultados obtidos para potencial zeta e tamanho de partícula foram promissores e dentro do esperado para fibras naturais a otimização do trabalho levou em consideração principalmente o menor tamanho de partícula, mesmo que este não seja o de estabilidade mais expressiva (condição do experimento número 6). O rendimento para este tipo de material mostrou-se mínimo, com concentrações em torno de 0,25 g/L. Resultado esse que pode ser considerado promissor para os primeiros testes realizados, já que se trata de uma matéria prima natural e existem poucos registros na literatura para o mesmo material.

Conclusões

A celulose bacteriana mostrou-se de eficaz produção, pois foi possível produzir grandes quantidades, que geraram material para meses de trabalho e com fácil eliminação dos microrganismos residuais por meio de tratamentos simples com hidróxido de sódio. Dessa maneira para o próximo estágio do trabalho o foco deve buscar melhorar o rendimento do processo e também pode-se realizar ensaio de MET (Microscopia Eletrônica de Transmissão) onde é possível verificar a morfologia das fibras.

Agradecimentos

Agradeço ao Departamento de Engenharia de Materiais pela disponibilidade de laboratórios, a atenção recebida por parte do C-LabMu em todas as análises realizadas e ao CNPq pelo incentivo financeiro.

Referências

1 ALMEIDA, D.M; WOICIECHOWSKI, A.L; WOSIACKI, G; PRESTES, R.A; PINHEIRO, L.A. Propriedades Físicas, Químicas e de Barreira em Filme Formado por Blenda de Celulose Bacteriana e Fécula de Batata. **Polímeros**, vol. 23, no. 4, p. 538-546, 2013.

2 Joanna Ferreira Godinho. **Hidrogéis de Celulose Bacteriana incorporados com frações de *Aloe Vera***. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós Graduação em Engenharia Química. 2014