



EFEITOS DA SECAGEM POR EVAPORAÇÃO E LIOFILIZAÇÃO NA REDISPERSÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE

PRATES, B. G.¹, NETO, H. R.¹ e SILVA, D. J.¹

¹ Universidade Federal de Viçosa, UFV

E-mail para contato do autor apresentador: barbara.prates@ufv.br

RESUMO EXPANDIDO

Nanocristais de celulose (NCC) são domínios cristalinos altamente ordenados dos materiais lignocelulósicos, normalmente obtidos por isolamento com ácidos fortes. Um dos pontos críticos da sua obtenção na forma individualizada e desidratada é a etapa de secagem, pois, durante essa etapa são formados aglomerados entre as nanopartículas, favorecidos pelas ligações de hidrogênio entre as superfícies dos NCC, promovendo baixa recuperação após sua reidratação e perda da dimensão nanométrica (BECK *et al.*, 2012). Para prevenir a formação de aglomerados, estudou-se a influência da realização, ou não, da etapa de diálise nas suspensões de NCC de fibra de algodão, 1% m/v, e os efeitos da secagem por evaporação e liofilização. Nenhuma diferença significativa no nível de significância de 5% foi detectada, no entanto, na avaliação qualitativa dos dados houve uma tendência de melhores resultados de recuperação dos NCC em escala nanométrica para as amostras dialisadas em relação às sem diálise para os dois métodos de secagem (Figura 1). Considerando o efeito da secagem, a liofilização apresentou melhores resultados de recuperação quando comparada a secagem por evaporação, independente se as suspensões foram dialisadas ou não. Menores resultados de recuperação para as suspensões não dialisadas podem ser explicados pela presença de fragmentos de cadeias de celulose da região amorfa, normalmente removidas durante a etapa de diálise, potencializando a formação de ligações de hidrogênio, promovendo assim a formação de aglomerados de NCC com maior dificuldade de serem redispersos. A respeito das técnicas de secagem, a de liofilização apresentou recuperação superior à evaporação em 31,80% e 61,32%, para o ensaio dialisado e não dialisado, respectivamente, mostrando a importância desta técnica de secagem quando a etapa de diálise não for realizada. Este resultado pode ser explicado devido às suspensões serem sublimadas sob vácuo, após congelamento das mesmas fazendo com que reduza a interação entre as partículas quando comparada à técnica de evaporação.

A técnica de espalhamento dinâmico de luz (DLS) foi utilizada para determinar o tamanho médio das partículas (nm) e a medida de potencial zeta para avaliar a carga superficial (Zetasizer Nano Series). Os diâmetros médios equivalentes de NCC, com ou sem secagem, apresentaram valores conforme o relatado na literatura (SOUZA LIMA e BORSALI, 2004) (Figura 2, A). Em geral, houve uma tendência de menor tamanho para os NCC redispersos em relação às suspensões que não sofreram secagem. Para a carga de superfície, as suspensões apresentaram valores dentro da faixa de estabilidade para coloides, maior que 25 mV, em módulo, (Figura 2, B), como reportado na literatura (SANTANA *et al.*, 2019).

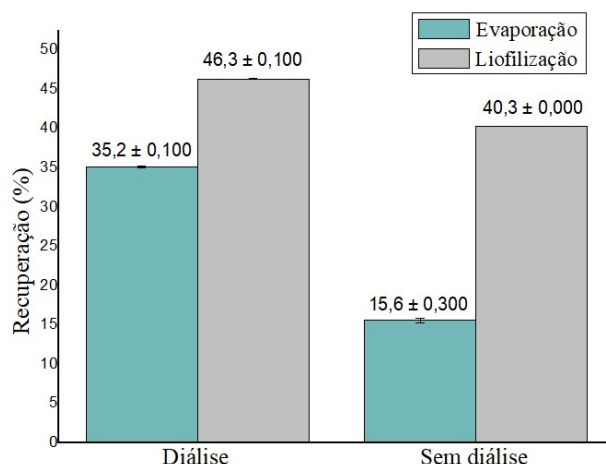


Figura 1 – Gráfico qualitativo de tendência de recuperação para tratamentos com secagem por liofilização e evaporação, e com diálise e sem diálise.

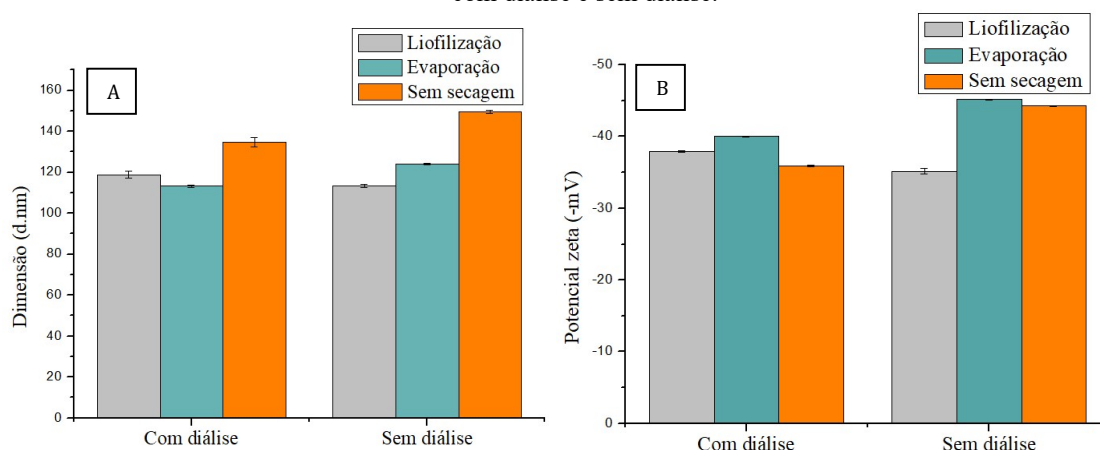


Figura 2 – Efeito do método de secagem (evaporação e liofilização) de suspensões com e sem diálise nas (A) dimensões dos NCC e nos (B) valores de carga superficial medidos pelo potencial zeta.

De acordo com os resultados alcançados neste estudo, concluiu-se que a etapa de diálise foi mais favorável à recuperação de NCC após a secagem, para ambos os métodos (evaporação e liofilização), em relação as amostras sem diálise. As secagens resultaram em valores consideravelmente baixos de eficiência de recuperação, porém, para as frações recuperadas, os resultados de dimensões e de carga superficial se apresentaram conforme esperados e com pouca diferença entre os testes. Novos estudos estão sendo conduzidos com o objetivo de encontrar outras alternativas para viabilizar tecnicamente a redispersão dos NCC após a etapa de secagem.

PALAVRAS-CHAVE: Nanocristais de celulose, secagem por evaporação, liofilização.

REFERÊNCIAS

- BECK, S.; BOUCHARD, J.; BERRY, R. Dispersibility in water of dried nanocrystalline cellulose. *Biomacromolecules*, v. 12, p. 1486-1494, 2012.
- SANTANA, M. F.; SOUSA, M. M.; YAMASHITA, F. M.; MOREIRA, B. C.; ALMEIDA, J. M.; TEIXEIRA, A. V. N.; SILVA, D. J. Cellulose nanocrystal production focusing on cellulosic material pre-treatment and acid hydrolysis time. *O Papel*. São Paulo, v. 80, p. 59-66, 2019.
- SOUZA LIMA, M. M.; BORSALI, R. Rodlike Cellulose Microcrystals: Structure, Properties, and Applications. *Macromolecules*. Rapid Commun. v. 25, p. 771-787, 2004.