

EXTRAÇÃO E APLICAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE EM COMPÓSITOS EPÓXI

Josieli Dagostini Beux, Marcia Margarete Meier

INTRODUÇÃO

A busca por materiais sustentáveis e de alto desempenho tem impulsionado a aplicação de nanocristais de celulose (NCC), devido às suas propriedades mecânicas, elevada área superficial e caráter renovável. A utilização de NCC em matrizes poliméricas tem se mostrado promissora na modificação de propriedades de compósitos. Assim, este trabalho teve como objetivo extrair nanocristais de celulose a partir de fibras de algodão por dois métodos distintos, comparar seus rendimentos, caracterizar as amostras obtidas e preparar nanocompósitos epóxi reforçados com diferentes fontes de NCC, visando a avaliação de suas propriedades físico-químicas e mecânicas.

DESENVOLVIMENTO

Foi realizada a extração de nanocristais de celulose (NCC) a partir do algodão por dois métodos: o tradicional (polpação, branqueamento e hidrólise ácida) e uma variação na etapa de polpação. No método tradicional, o algodão foi inicialmente submetido a ciclos de tratamento alcalino (NaOH 5 % m/v) e secagem – chamada de polpação, seguido do branqueamento com solução oxidante (NaOH 2% m/v e H₂O₂ 4% (v/v)). Estas etapas visam a remoção de lignina, hemicelulose e demais impurezas. Após sucessivas lavagens até atingir pH neutro, o material foi seco em estufa e, em seguida, submetido à hidrólise ácida em uma mistura de H₂SO₄ 60% (m/v) e HCl 37% (m/v) na proporção 2:1, etapa responsável por remover as regiões amorfas da celulose e preservar as regiões cristalinas. A suspensão resultante foi lavada e centrifugada sucessivas vezes, sendo então purificada por meio de diálise em água deionizada até a neutralidade, sendo posteriormente liofilizada para obtenção do NCC em pó e nomeada como CAL3. Na variação do método, a diferença consistiu na ausência da etapa de secagem após cada ciclo de polpação, de modo que a celulose branqueada ainda úmida foi encaminhada diretamente à hidrólise ácida, mantendo-se inalteradas as demais etapas do processo, sendo a amostra nomeada como CALND.

Além desses dois materiais extraídos, também foram utilizadas amostras de NCC comercial (BioNano) e outra funcionalizada com 3-glicidoxipropiltrimetoxi silano (GLYMO, Fig 1a)), compondo o conjunto de amostras destinadas à formulação dos nanocompósitos. Adicionalmente, foram realizadas análises de potencial zeta das amostras comercial (BioNano) e GLYMO dispersas em água, a fim de avaliar a estabilidade coloidal das partículas de NCC nessas condições.

Os nanocompósitos foram preparados contendo 0,5% em massa de NCC dispersos em matriz de Diglicidil Éter de Bisfenol A (DGEBA) e Trietilenotetramina (TETA). Para tanto, seguiu-se um procedimento que envolveu o cisalhamento inicial do NCC no monômero, a homogeneização com alíquotas adicionais de resina e o subsequente degaseamento das misturas. A partir dessas formulações, foram produzidos corpos de prova destinados às análises de microdureza.

RESULTADOS

O método tradicional de extração de nanocristais de celulose apresentou rendimento de aproximadamente 70%, enquanto a variação sem a etapa de secagem na estufa durante a

polpação resultou em apenas 30%, evidenciando a necessidade da secagem entre ciclos de polpação. Espectros de infravermelho sugerem diferença entre as amostras, especialmente nas definições de sinais associados às ligações C-O (Fig.1b). Outros lotes de NCC foram caracterizados por potencial zeta indicando que o NCC comercial apresentou valores médios mais negativos (−10 a −15 mV), indicando maior estabilidade coloidal, enquanto o NCC funcionalizado com GLYMO apresentou valores próximos à neutralidade (0 a −5 mV), sugerindo menor repulsão eletrostática, mas maior potencial de compatibilidade com a matriz epoxídica.

Em relação à microdureza dos compósitos (Fig 1c), observou-se semelhança entre os valores médios, não possibilitando distinguir o efeito da funcionalização da NCC com GLYMO ou efeito da origem da NCC, extraída neste projeto ou comercial.

CONSIDERAÇÕES

A eliminação da etapa de secagem durante a extração de NCC reduziu significativamente o rendimento obtido, mas permitiu a obtenção de nanocristais aplicáveis em compósitos. A caracterização confirmou a integridade dos NCC e sua viabilidade como reforço em sistemas epóxi. A integração das análises mecânicas, permitirá determinar a fonte de NCC mais adequada para melhorar o desempenho de nanocompósitos poliméricos, contribuindo para o desenvolvimento de materiais sustentáveis e de alto desempenho.

Palavras-chave: nanocristais de celulose, NCC, GLYMO, nanocompósitos, potencial zeta.

ILUSTRAÇÕES

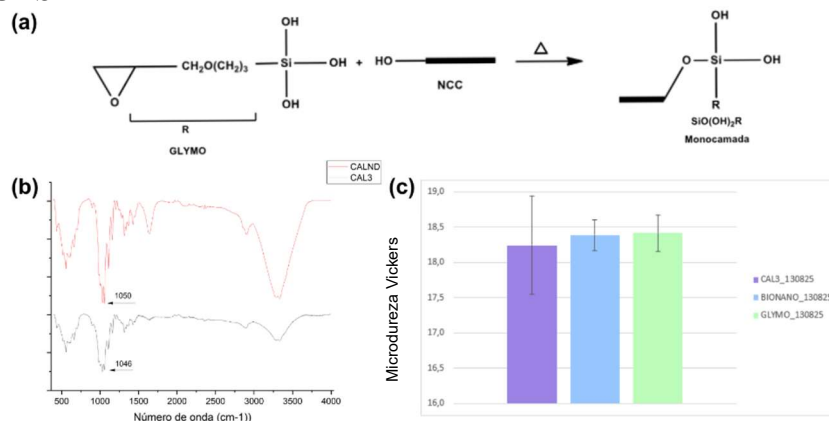


Figura 1. (a) Representação esquemática da reação entre Glymo e celulose; (b) Comparação dos Espectro de FTIR de fibras de celulose purificadas por duas estratégias distintas durante a polpação; (c) Microdureza Vickers dos compósitos de 0,5 % de NCC em resina epoxídica. Comparação de microdureza entre os compósitos com NCC extração tradicional (CAL3_130825), NCC comercial (BIONANO_130825) e funcionalizada com GLYMO (GLYMO_130825).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- FADDEL, V. **Avaliação do efeito da funcionalização de nanocristais de celulose com ácido láctico e 3-glicidoxipropiltrimetóxisilano nas propriedades do poli (ácido láctico)**. 2021. Dissertação de Mestrado (Química Aplicada) - Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2021. Disponível em:
<<https://sistemabu.udesc.br/pergamumweb/vinculos/000087/000087c2.pdf>>. Acesso em: 22 mar. 2025.
- SCURUPA, J. **Nanocristais de celulose da fibra de bananeira: obtenção e aplicação em materiais dentários**. 2021. Dissertação de Mestrado (Química Aplicada) - Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2021. Disponível em:
<<https://sistemabu.udesc.br/pergamumweb/vinculos/000089/0000899a.pdf>>. Acesso em: 22 mar. 2025.
- REIS, N. **Estudo do comportamento de cura, morfologia e propriedades mecânicas de nanocompósitos de resina epóxi com nanocristais de celulose obtidos da celulose microcristalina**. 2020. Tese de Doutorado (Engenharia Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2020. Disponível em:
<<https://repositorio.unicamp.br/Acervo/Detalhe/1237553>>. Acesso em: 22 mar. 2025.
- LITVIN, D. B. **Estudo comparativo da funcionalização de Nanocristais de celulose via química úmida**. 2025. Dissertação de Mestrado (Química Aplicada) - Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2025. Disponível em:
<<https://repositorio.udesc.br/entities/publication/5acafaa1-28e8-41d3-936c-0e76a5156a8d>>

DADOS CADASTRAIS

BOLSISTA: Josieli Dagostini Beux
MODALIDADE DE BOLSA: PROBIC/UDESC
VIGÊNCIA: 09/2024 a 09/2025 – Total: 12 meses
ORIENTADOR(A): Márcia Margarete Meier
CENTRO DE ENSINO: CCT
DEPARTAMENTO: Departamento de Química
ÁREAS DE CONHECIMENTO: Química/Físico-Química
TÍTULO DO PROJETO DE PESQUISA: Compósito biorreabsorvível para regeneração óssea
Nº PROTOCOLO DO PROJETO DE PESQUISA: PVCT128-2024