
OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOCELULOSE DO PSEUDOCAULE DA BANANEIRA POR HIDRÓLISE ÁCIDA

N. F. Vasconcelos¹, J. A. Pinheiro², A. I. S. Brígida³, M. S. M. Souza Filho², M. F. Rosa²

¹Universidade Federal do Ceará – niedja@hotmail.com ²Embrapa Agroindústria Tropical – morsyleide.rosa@embrapa.br ³Embrapa Agroindústria de Alimentos – ana.iraiddy@embrapa.br

Projeto Componente: PC4 **Plano de Ação:** PA2

Resumo

O presente trabalho teve por objetivo otimizar o processo de hidrólise ácida para obtenção de nanocelulose de pseudocaule da bananeira utilizando a metodologia de superfície de resposta. Os efeitos da concentração de ácido sulfúrico, tempo de reação e razão líquido:sólido na hidrólise foram avaliados utilizando distribuição do tamanho de partícula e potencial zeta como variáveis respostas. As condições de hidrólise otimizadas, com alto rendimento de nanocelulose, foram ácido sulfúrico a 62% (m/m) e razão líquido:sólido de 12,5:1 após 70 minutos de reação.

Palavras-chave: pseudocaule da bananeira, hidrólise, nanocelulose, Prata-Anã, planejamento experimental

Publicações relacionadas VASCONCELOS, N.F.; PINHEIRO, J.A.; BRÍGIDA, A.I.S.; SOUZA FILHO, M.S.M.; ROSA, M.F. Optimization of acid hydrolysis process to obtain banana pseudostem nanocellulose. In: International Conference on Natural Fiber. 2013.

Introdução

Atualmente, Brasil é um dos maiores produtores de banana. Esta cultura possui um ciclo de vida bastante curto, e produz uma grande quantidade de resíduos. Para uma tonelada de banana, são produzidos, aproximadamente, 4 toneladas de resíduo, sendo o pseudocaule um dos mais significantes, em peso, representando cerca de 75% do peso total de resíduos gerados neste tipo de cultura (Fernandes *et al.*, 2011). O pseudocaule de bananeira é um material lignocelulósico e seu reuso tem direcionado diversas pesquisas como produção de biogás, papel e polímeros reforçados.

Recentemente, tem-se estudado o uso de fibra de pseudocaule na produção de nanocristais de celulose. Este material possui propriedades únicas, de forma que tem sido investigado sua aplicação em materiais para embalagens de alta resistência, compósitos multifuncionais e materiais estruturais (Moon, 2012). Os nanocristais de celulose são extraídos da celulose principalmente por hidrólise ácida. Os ácidos mais utilizados para este fim são ácido sulfúrico, ácido clorídrico e ácido ortofosfórico, sendo o primeiro o mais empregado.

Dentre as variáveis de processo da hidrólise para a obtenção de nanocristais, as mais importantes

a serem controladas são temperatura, razão líquido:sólido, agitação, concentração do ácido e tempo de reação. Elas podem variar com a fonte e/ou pré-tratamento utilizado no material lignocelulósico, o que torna necessário estudos de otimização das variáveis do processo para sistema em uso.

Materiais e métodos

Obtenção da fibra de pseudocaule da bananeira

O pseudocaule da bananeira tipo Prata anã, retirado de bananeira que deram cachos, foi coletado no Campo Experimental do Curu (CEC) da Embrapa Agroindústria Tropical, localizado no município de Paraipaba – Ceará. Após a coleta, realizou-se o processamento do pseudocaule que se iniciou com o corte. Em seguida, ele foi triturado em triturador de facas 5,5HP e prensado duas vezes em uma prensa de 3 rolos. No final desse processo é obtido separadamente a matriz fibrosa e o líquido. Posteriormente, a matriz fibrosa foi colocada em estufa de recirculação de ar regulada a 50°C durante 2 dias. Após a secagem, a fibra foi processada em moinho de facas tipo Willye Star FT 80 e finalmente, realizada uma análise granulométrica no classificador de marca Telastem, modelo Produtest, obtendo-se a fração desejada de 500 a 250µm.

Branqueamento da fibra O procedimento de branqueamento foi adaptado de Pereira (2010), na qual a fibra bruta seca, moída e classificada foi pesada e para cada 5 gramas foram utilizados 100 ml de Hidróxido de Sódio 10% (m/v), ou seja, uma proporção de 1:20 fibra/solução. No processo, a solução de NaOH foi aquecida até atingir uma temperatura de 80°C e, sob agitação, foi adicionada a massa pesada de fibra. Após 5 minutos de reação foram acrescentados ao sistema 40 ml de peróxido de hidrogênio P.A sob a mesma temperatura e agitação vigorosa durante um tempo de 55 minutos.

Depois de 1 hora do início da reação foi adicionado novamente mais 10 ml de Peróxido de Hidrogênio P.A, na qual reagiu por mais 30 minutos. Decorrido um tempo total de 90 minutos de reação, a fibra foi lavada com água destilada até o pH se ajustar a 7. A polpa branqueada foi submetida à filtração à vácuo de forma a obter um concentrado fibroso com o aspecto massento e teor de umidade médio de 86%. Este material foi armazenado em frasco de vidro e sob refrigeração para posterior uso nos testes de hidrólise.

Planejamento Experimental da Hidrólise O processo selecionado para obtenção de nanocelulose foi a hidrólise com ácido sulfúrico da fibra do pseudocaule de bananeira branqueada. Objetivando avaliar a influência da concentração de ácido, do tempo de reação e da proporção líquido:sólido na produção de nanocelulose foi realizado um delineamento composto central rotacional 2³. Os níveis das variáveis independentes adotados encontram-se na Tab. 1. Os experimentos foram realizados de forma aleatória. Para estimativa da variância, três experimentos foram realizados no ponto central. Os resultados foram analisados através dos cálculos do efeito estimado, do erro padrão e da distribuição de t-Student de cada variável controle sobre as variáveis respostas. Os dados foram tratados no programa Statistica versão 6.0, considerando o intervalo de confiança de 95% (p>0,05).

Tab. 1 – Níveis das variáveis independentes estudadas no planejamento fatorial 2³.

Variáveis Independentes	-1,68	-1	0	+1	+1,68
Conc. de H ₂ SO ₄ (% m/m)	40	48,9	62	75,1	84
Tempo (minutos)	20	40	70	100	120
Proporção (ácido/fibra)	5	8	12,5	17	20

Cada experimento foi realizado a 45°C, sob agitação, utilizando volume reacional de 50 mL. Para cada experimento, foram realizadas análises da amostra hidrolisada com a finalidade de quantificar o percentual de nanocelulose produzida por distribuição percentual de tamanho de partículas e identificar a estabilidade das partículas, por potencial zeta. Assim, o valor do potencial Zeta e o percentual total de partículas com tamanho menor ou igual a 110,1 nm foram as variáveis resposta utilizadas no delineamento composto central rotacional.

Resultados e discussão

Os valores das variáveis respostas obtidas para cada ensaio do planejamento 2³ podem ser observados na Tab. 2. Nas condições estudadas, o percentual de partículas na escala nano variou de 14,93% a 66,82% de nanopartículas, para os 17 experimentos. A diferença entre os pontos de mínimo e máximo (51,89), sendo maior do que a variação da distribuição de partículas para as condições do ponto central ($\Delta = 6,87$), foi suficiente para promover efeito significativo de qualquer variável independente. A maior quantidade de nanopartículas (66,82%) foi observada no ponto central, onde a hidrólise ocorreu a 62% (m/m) de ácido sulfúrico, 12,5:1 de razão líquido:sólido e tempo de reação de 70 minutos.

O modelo matemático empírico de 2ª ordem não-linear encontrado para o percentual de partículas na escala nano, com o seu respectivo coeficiente estatístico está apresentado na Eq. 1 com o parâmetro estatisticamente significativo (p < 0,05). Este apresentou boa predição com erro residual aceitável (R² = 0,876). Desse modo, pode-se afirmar que o referido modelo apresentou significância estatística e que o mesmo pode ser utilizado para fins preditivos.

$$D.P. (\%) = 58,09 + 5,12X_1 - 5,05X_1^2 + 4,31X_2 - 3,20X_3 - 2,83X_2^2 + 2,44X_3 \quad (\text{Eq. 1})$$

Onde: *D.P.* é a quantidade de partículas na escala nano, em percentual;

X_1 é concentração de ácido;

X_2 é tempo de reação;

X_3 é razão líquido:sólido.

Tab. 2 – Matriz de planejamento fatorial 2^3 com os valores das variáveis respostas para a hidrólise ácida da fibra do pseudocaule da bananeira.

Ens.	Conc. H ₂ SO ₄	Razão Líq:Sól.	T. (min)	Part. nano (%)	Pot. Zeta (eV)
1	48,9	8	40	15,82	-33,36
2	75,1	8	40	39,76	-19,58
3	48,9	8	100	26,32	-31,35
4	75,1	8	100	53,14	-29,28
5	48,9	17	40	14,93	-29,32
6	75,1	17	40	31,1	-31,45
7	48,9	17	100	42,8	-23,66
8	75,1	17	100	66,6	-28,90
9	40	12,5	70	15,57	-30,63
10	84	12,5	70	42,06	-30,56
11	62	12,5	20	34,29	-39,13

De acordo com os resultados de distribuição de partículas, a condição que promoveu maior hidrólise foi utilizando ácido sulfúrico 62% (m/m) e razão líquido:sólido 12,5:1 após 70 min de reação. Nesta condição, o percentual de nanopartículas no hidrolisado é $60 \pm 6,7\%$ e potencial zeta de $-24,5 \pm 5$ eV.

Em paralelo, a análise da variável resposta de Potencial Zeta variou de 19,58 a 39,36 eV, para os 17 experimentos. E embora a diferença entre estes pontos de mínimo e máximo (19,78) tenha sido maior do que a variação do valor de Potencial Zeta

para as condições do ponto central ($\Delta = 5,32$), não observou-se efeito significativamente estatístico das variáveis independentes estudadas sobre esta variável. Logo, o Potencial Zeta não pôde ser considerado um parâmetro determinante na escolha do ponto ótimo para hidrólise.

Conclusões

A condição ótima de hidrólise da fibra do pseudocaule da bananeira a 45°C, onde se obteve uma maior quantidade de partículas na escala menor ou igual a 110 nanômetros, foi a H₂SO₄ a 62 % (m/m) e razão líquido:sólido de 12,5:1 por 70 minutos de reação. A condição resultou na produção média de 59,69 % de nanocelulose. Com relação ao Potencial Zeta, podemos concluir que o mesmo não depende das variáveis estudadas no trabalho, concentração de ácido, proporção líquido:sólido e tempo de reação, logo não influenciou na escolha do ponto ótimo de hidrólise. Finalmente, as fibras do pseudocaule da bananeira apresentam uma composição lignocelulósica bastante atraente para a produção de nanocelulose, sendo uma alternativa para o reaproveitamento desse resíduo agroindustrial evitando seu desperdício.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, Finep, Capes e Projeto MP1 Rede Agronano – Embrapa.

Referências

- FERNANDES, E.R.K.; AFUSO, R.K.S.; SCHMITT, C.C.; SELLIN, N.; SOUZA, O.; MEDEIROS, S.H.W. Avaliação do potencial para reaproveitamento de resíduos da bananicultura por pirólise. *In*: II Simpósio Internacional sobre Gerenciamento de Resíduos Agropecuários e Agroindustriais. 2011, Foz do Iguaçu. Anais: Foz do Iguaçu. 1 CD-ROM.
- MOON, R.; WALKER, C. Research into cellulose nanomaterials spans the globe. Paper 360°, 2012, p. 32-34.
- PEREIRA, A. L. S. Nanocelulose do pseudocaule da bananeira. 2010. Trabalho de Conclusão de Curso. (Graduação em Engenharia Química) - Universidade Federal do Ceará. Orientador: Morsyleide de Freitas Rosa.