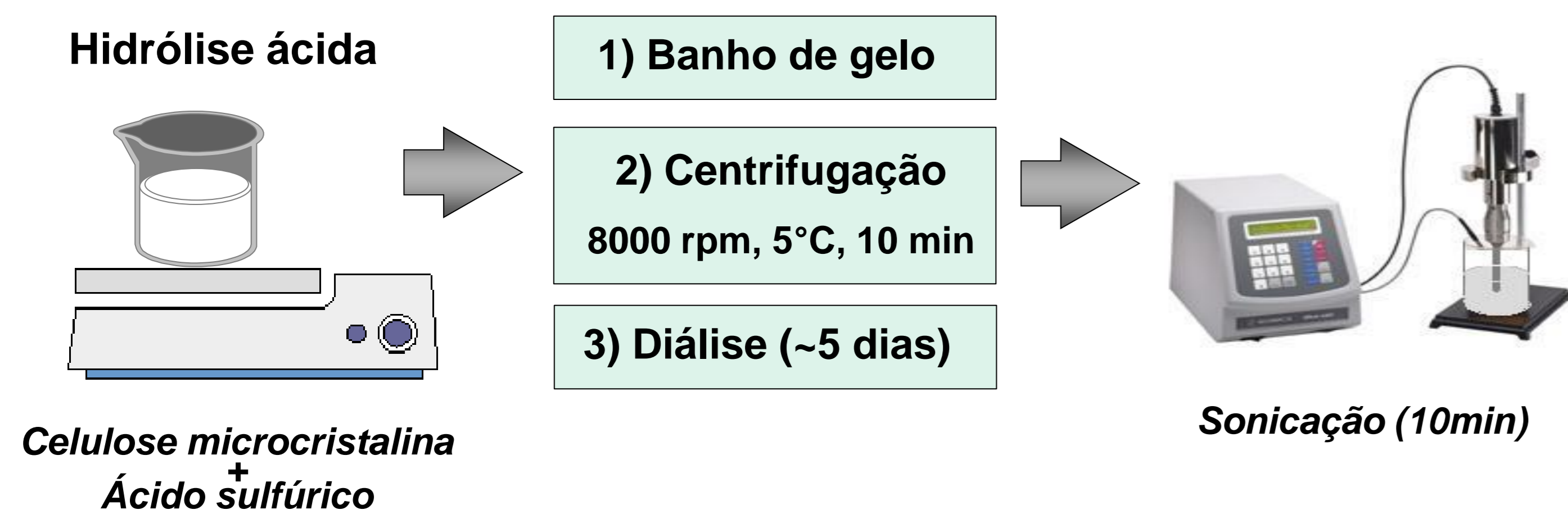


## Introdução

- Celulose - polímero biodegradável e de baixo custo.
- Nanocristais de celulose (NC) - boas propriedades mecânicas, alta razão de aspecto e área superficial.
- Possibilidade de aplicação dos NC como agente de reforço na produção de nanocompósitos nos mais diversos setores, como nas indústrias automotivas, aeroespaciais e embalagens.
- As variáveis envolvidas na reação de hidrólise (concentração de ácido sulfúrico, tempo e temperatura de hidrólise) influenciam diretamente no tamanho dos NC obtidos. Essas variáveis foram otimizadas num planejamento fatorial de  $2^3$ , com dois níveis cada, como mostra a Tabela 1.

## Metodologia



## Caracterização

- Espectroscopia de Correlação de Fótons (PCS)
- Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)
- Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM)

## Resultados e Discussão

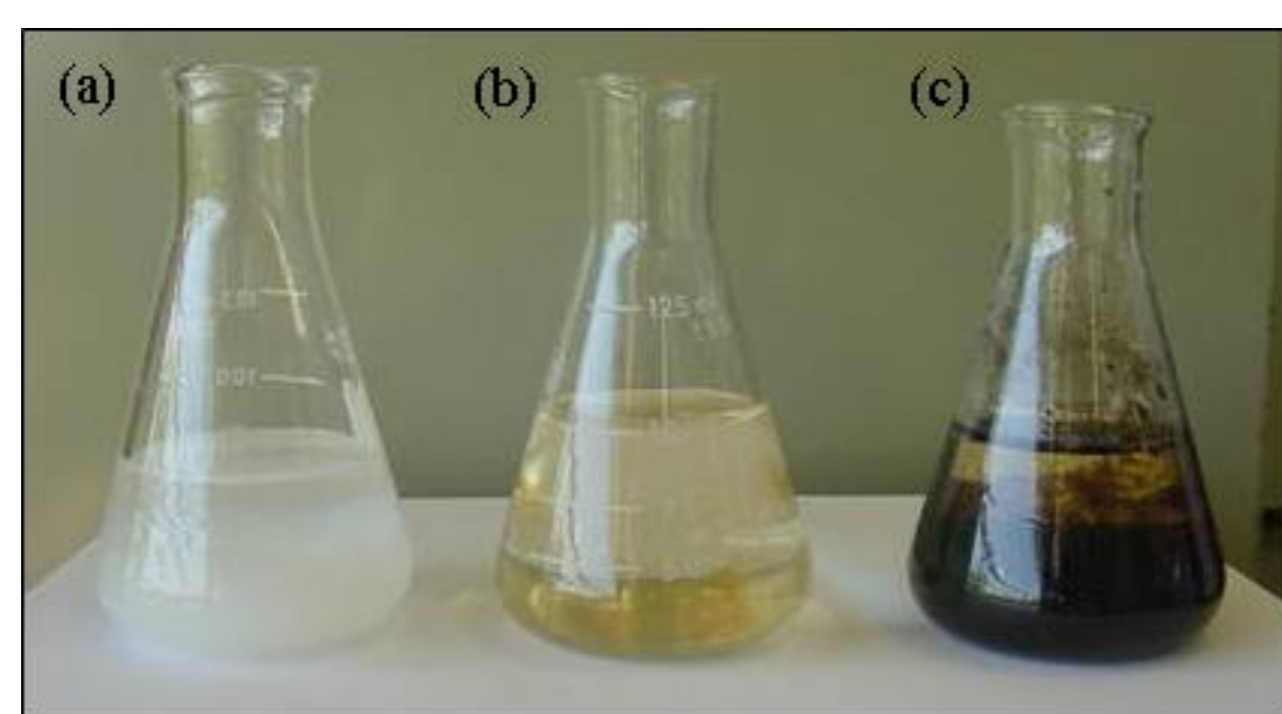


Figura 1: Soluções do exp. 8 (a); exp. 4 (b) e exp. 2 (c), após reação de hidrólise.

**Hidrólise** → formação de ppt branco gelatinoso, correspondente a cristais ainda agregados antes da etapa da sonicação

**Desidratação, Carbonização** → escurecimento da amostra

Tamanho de partícula (Tam. P.) e Polidispersão (PDI) → a partir da amostra 5 ocorre um crescente aumento nos tamanhos dos NC e na sua polidispersão (Tabela 1).

➤ Tabela 1: Condições de hidrólise e resultados obtidos por PCS

Exp	[H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ] (% m/m)	t (min)	T (°C)	Solução resultante	Tam. P.(nm)	PDI	P. Zeta (mV)
A*	64	45	45	ppt branco gelatinoso	397,6	0,253	-25,8
1	64	135	80	preta c/ ppt de mesma cor	---	---	---
2	64	90	80	preta c/ ppt de mesma cor	---	---	---
3	64	135	60	preta c/ ppt de mesma cor	---	---	---
4	64	90	60	marrom-escura c/ partículas	---	---	---
5	55	135	80	ppt branco gelatinoso	136,0	0,420	-31,1
6	55	90	80	ppt marrom na forma de pó	694,7	0,723	-70,1
7	55	135	60	ppt amarelo claro gelatinoso	1.109,0	0,789	-63,8
8	55	90	60	ppt branco gelatinoso	1.115,0	0,801	-26,6

\*O exp. A é antecessor ao planejamento estatístico.

Potencial zeta (P. Zeta) → a carga negativa das amostras evidencia a esterificação dos grupos -OH pelos íons sulfatos, quanto maior os níveis de [H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>], tempo e temperatura, menor será a carga da amostra

## ➤ Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

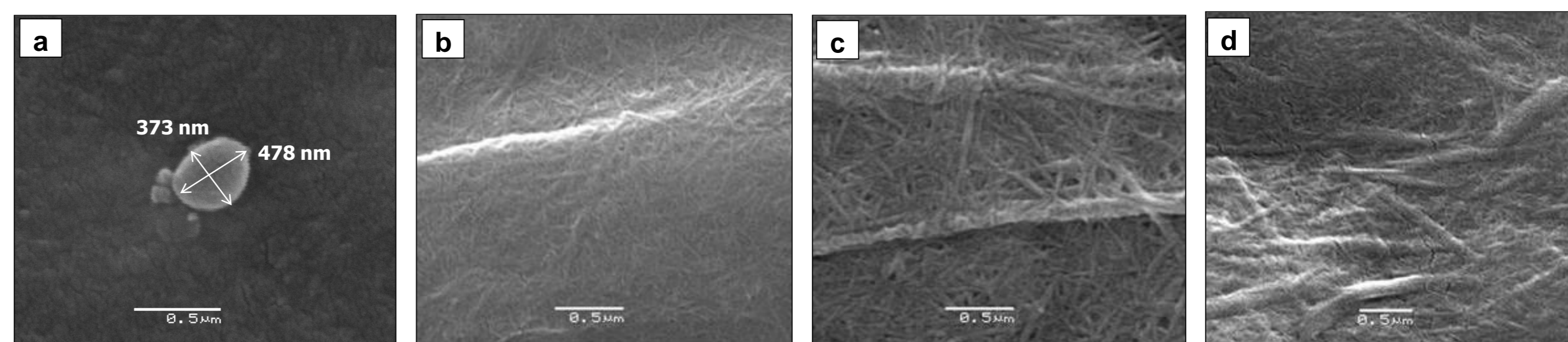
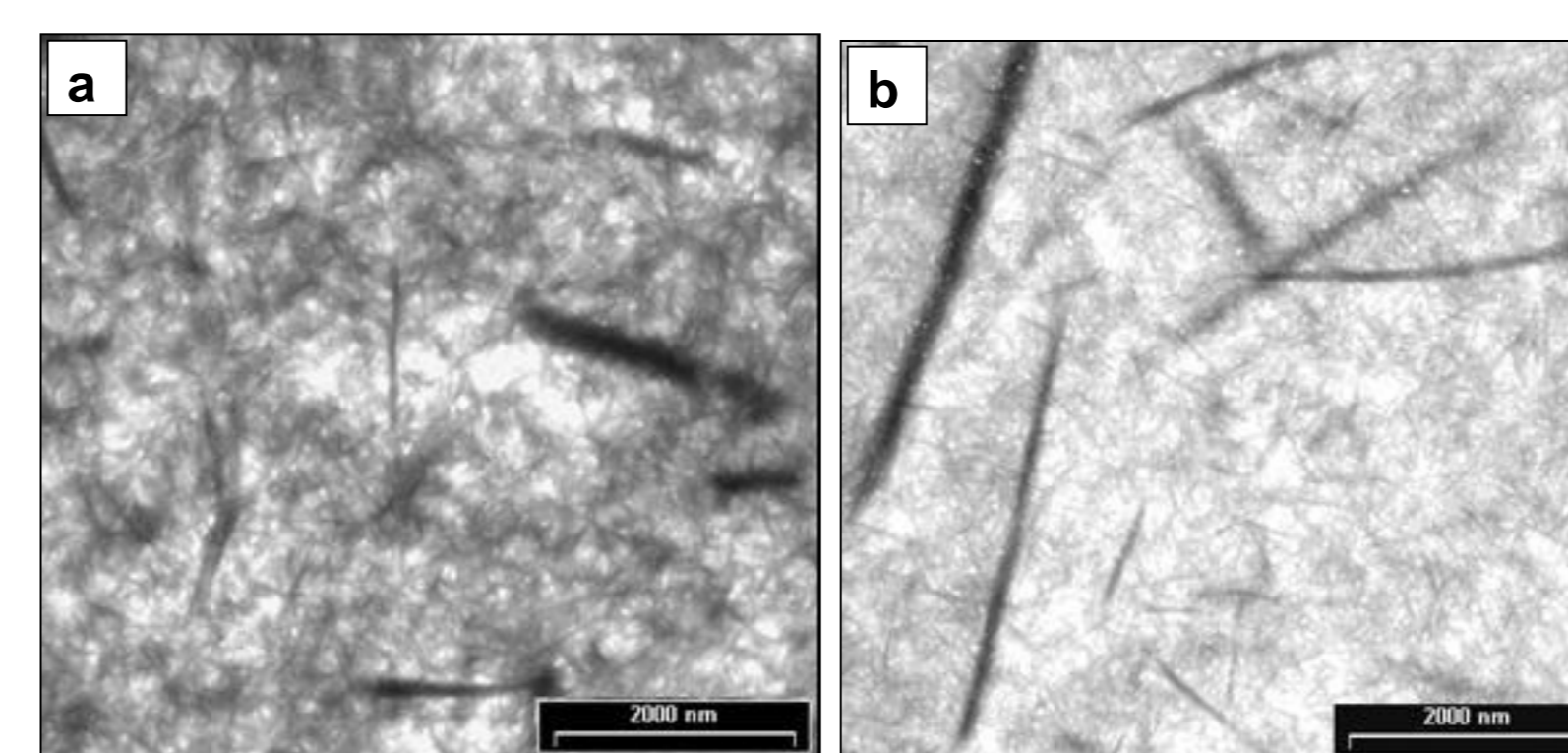


Figura 2: Imagens de MEV dos NC obtidos no exp. A (a); exp. 5 (b) exp.6 (c) e exp. 8 (d).

As análises por MEV mostraram que o exp A resultou em NC de formato esférico [1], enquanto os demais experimentos resultaram nos chamados “nanowiskers” (cristais únicos de tamanho nanométrico) [2].

## ➤ Microscopia Eletrônica de Transmissão



Rede de fibras nanométricas com algumas fibras dispersas de dimensões maiores em ambas as amostras.

Figura 3: Imagens de TEM dos NC obtidos no exp. 5 (a) e exp. 8 (b).

Maior quantidade de nanocristais de celulose de menores dimensões para o exp. 5, o que concorda com os resultados obtidos por MEV e PCS.

## Conclusão

O tamanho dos nanocristais de celulose obtidos nesse estudo mostraram-se altamente dependentes das condições de hidrólise ácida analisadas, sendo que a temperatura representa maior influência no resultado final do que o tempo de hidrólise. O estudo estatístico possibilitou ainda à chegada das condições ideais, que correspondem à amostra 5, quando têm-se [H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] = 55% m/m; t<sub>hidrólise</sub> = 135 min e T = 80°C.