

Influência do Branqueamento na Produção de Nanomateriais de Celulose

Bacteriana: Estudo de Processamento e Alvura

Walter Paixão de Sousa Filho¹ ; Elisandra da Silva Pena da Fonseca² ; Liana da Silva Fernandes², Luiz Fernando Rodrigues Junior²; Daniel Assumpção Bertuol²; Michele Rorato Sagrillo³

RESUMO

À medida que a sociedade abraça cada vez mais a tecnologia, a atenção às questões ambientais se torna de importância crescente. As modernas tecnologias, que englobam desde a tecnologia da informação até a biotecnologia e nanotecnologia, desempenham um papel fundamental no avanço de diversos setores da sociedade. No contexto deste estudo, voltado para a celulose bacteriana, material de significativa relevância econômica e ambiental, o objetivo foi estabelecer um processo padronizado de branqueamento. Após análises, determinou-se que a utilização de NaOH a 1,5% durante 1-2 horas é o método mais adequado para o branqueamento, e a aplicação de um processador ultrassônico permitiu um relaxamento ainda mais eficiente das fibras, especialmente a 20% de amplitude durante 20 minutos, sem danos visíveis à estrutura das fibras. Esse trabalho contribui para a obtenção de celulose bacteriana de alta qualidade de forma ambientalmente consciente, considerando sua relevância econômica e ambiental.

Palavras-chave: Branqueamento, Celulose bacteriana, Sonicação.

ABSTRACT

As society progresses towards a deeply technology-rooted culture, addressing environmental issues becomes increasingly vital. The influence of modern technologies, ranging from information technology to biotechnology and nanotechnology, holds significant relevance in the advancement of our society across multiple domains. Given the environmental and economic importance of residual material, this study aims to standardize the bleaching process of bacterial cellulose through a sequence of physicochemical treatments of the cellulose pulp. It was identified that NaOH 1.5% for 1-2 hours is the most suitable for bleaching, and with the assistance of an ultrasonic processor, it was possible to further enhance fiber relaxation at low amplitudes of 20% for 20 minutes without causing visible damage to the fibers.

Keywords: Bacterial cellulose, Bleaching, Sonication.

Eixo Temático: Tecnologia, Inovação e Desenvolvimento Sustentável (TIDS)

¹Walter Paixão de Sousa Filho - Universidade Franciscana - UFN, walter.paixao@ufn.edu.br

² Elisandra Da Silva Pena - UFN, elisandrapena@ufn.edu.br, Liana da Silva Fernandes, UFN, liana@ufn.edu.br, Luiz Fernando Rodrigues Junior, UFN, luiz.fernando@ufn.edu. Daniel Assumpção Bertuol, Universidade Federal de Santa Maria - UFSM, dbertuol@gmail.com.

³Michele Rorato Sagrillo, UFN, sagrillomr@ufn.edu.br

1. INTRODUÇÃO

As celulosas oriundas da simbiose entre microrganismos fermentadores e bactérias, são biopolímeros formados por um entrelaçado de microfibrilas de celulose de tamanho e comprimento indeterminado, distribuídos em direções aleatórias, de aspecto gelatinoso e translúcido (Fatima *et al.*, 2023). São produzidos extracelularmente por culturas de bactérias gram-negativas, como *Gluconacetobacter*, *Acetobacter*, *Agrobacterium*, *Achrombacter*, *Aerobacter*, *Azobacter*, *Rhizobium*, *Pseudomonas*, *Salmonella* e *Alcaligenes* (Sharma *et al.*, 2023). Dentre essas bactérias, o gênero *Gluconacetobacter* é o mais eficiente e conhecido por produzir a celulose.

A celulose é um dos polímeros mais amplamente utilizados e sustentáveis disponíveis atualmente. Embora seja frequentemente associada a fontes vegetais, pesquisas recentes têm explorado técnicas de fermentação que mostraram resultados promissores na produção de celulose a partir de gêneros bacterianos (Betlej *et al.*, 2021).

A celulose bacteriana é constituída pela repetição de unidades de *D-glicose*, formando um homopolímero linear de cadeia rígida altamente funcionalizada. Suas características notáveis incluem hidrofiliabilidade, quiralidade, biodegradabilidade e uma ampla capacidade de modificação química. Além disso, destaca-se pela versatilidade na formação de várias morfologias de fibras semicristalinas (Mishra *et al.*, 2022).

Conforme nossa sociedade avança em direção a uma cultura profundamente enraizada na tecnologia, torna-se cada vez mais crucial abordar questões ambientais. As tecnologias modernas, abrangendo desde a tecnologia da informação até a biotecnologia e nanotecnologia, desempenham um papel fundamental no desenvolvimento de nossa sociedade em diversas áreas (Malik, Muhammad e Waheed, 2023).

Entretanto, agregar a tecnologia ao conhecimento e aplicabilidade priorizando a sustentabilidade, é uma responsabilidade com as questões ecológicas no meio em que vivemos. Observa-se os relatos da existência de tecnologias sustentáveis promissoras para incinerar resíduos e transformá-los em energia (Wienchol, Szlęk e Ditaranto, 2020). A partir do lixo, é gerado vapor, água quente e eletricidade. Ou seja, o uso de materiais que possam ser usufruídos sem causar impacto ambiental ainda

diminui os custos econômicos (Wang *et al.*, 2019).

Neste sentido, a celulose é o resíduo de descarte mais comum entre os polímeros orgânicos, representando aproximadamente 1,5 trilhão de toneladas da produção anual total de biomassa. Isso a torna uma fonte praticamente inesgotável de matéria-prima para atender à crescente demanda por produtos ambientalmente amigáveis e biocompatíveis (Thakur; Thakur, 2014).

Assim, a nanocelulose destaca-se por ser um material inovador que está ganhando crescente reconhecimento nos campos da nanotecnologia e da ciência dos materiais. Sua versatilidade é ainda mais evidente quando as cadeias de celulose se organizam em domínios altamente ordenados, que podem ser isolados como nanopartículas, referidas como nanomateriais de celulose (Abdelhamid; Mathew, 2022).

Essa etapa de pré-tratamento é de extrema importância na produção de nanomateriais de celulose, pois desempenha um papel multifacetado e crítico na produção desses materiais, garantindo a pureza e controle das propriedades e melhorando a eficácia dos processos de produção (Bolat *et al.*, 2023).

Diante da importância ambiental e econômica do material residual aqui referido, o presente trabalho tem como objetivo, padronizar o processo de branqueamento de celulose do tipo bacteriana, através de uma sequência de tratamentos físico-químicos da polpa celulósica, direcionados à otimização de propriedades ópticas como a remoção de lignina residual e seus derivados, obtenção de um maior grau de alvura e qualidade final da polpa, levando as fibras celulósicas à coloração branca original, características estas, fundamentais de um produto final com alta qualidade.

2. METODOLOGIA

Para atingir os objetivos propostos, a metodologia foi dividida em duas etapas distintas: branqueamento (2.1) e processamento da celulose (2.2).

2.1 Branqueamento:

Nesta fase, a celulose bacteriana passou por um processo de alvura, que é o processo de branqueamento utilizando hidróxido de sódio (NaOH). O branqueamento foi conduzido em diferentes concentrações de NaOH, a saber: 1%, 1,5% e 2,5%. Durante o processo, a agitação magnética foi mantida por um período de 1 a 2 horas

para avaliar os efeitos iniciais do branqueamento. Posteriormente, as amostras foram submetidas a um tempo adicional de branqueamento de 24 e 72 horas para verificar os efeitos contínuos desse processo. Após cada intervalo de tempo durante o branqueamento, a celulose foi lavada com solução de ácido clorídrico (HCl) a 1% para neutralizar o NaOH, seguida de armazenamento em água Mili-Q.

2.2 Processamento da Celulose:

Na segunda fase do experimento, a celulose passou por um processo de relaxamento de suas fibras. Para realizar essa etapa, empregamos um processador ultrassônico (modelo VCX 750).

Conforme as orientações do equipamento, a celulose foi imersa em um volume mínimo de 200 mL de água Mili-Q. O procedimento foi iniciado com a variação da amplitude, incluindo uma amplitude baixa de 20% e uma amplitude média de 40%, com uma duração total de 15 minutos. Em seguida, para avaliar a influência do tempo de processamento, foram realizados testes variando entre 5, 10, 15 e 20 minutos, mantendo a amplitude constante em 20%. Essa abordagem metódica permitiu uma análise minuciosa dos efeitos da amplitude e do tempo de processamento nas propriedades da celulose bacteriana.

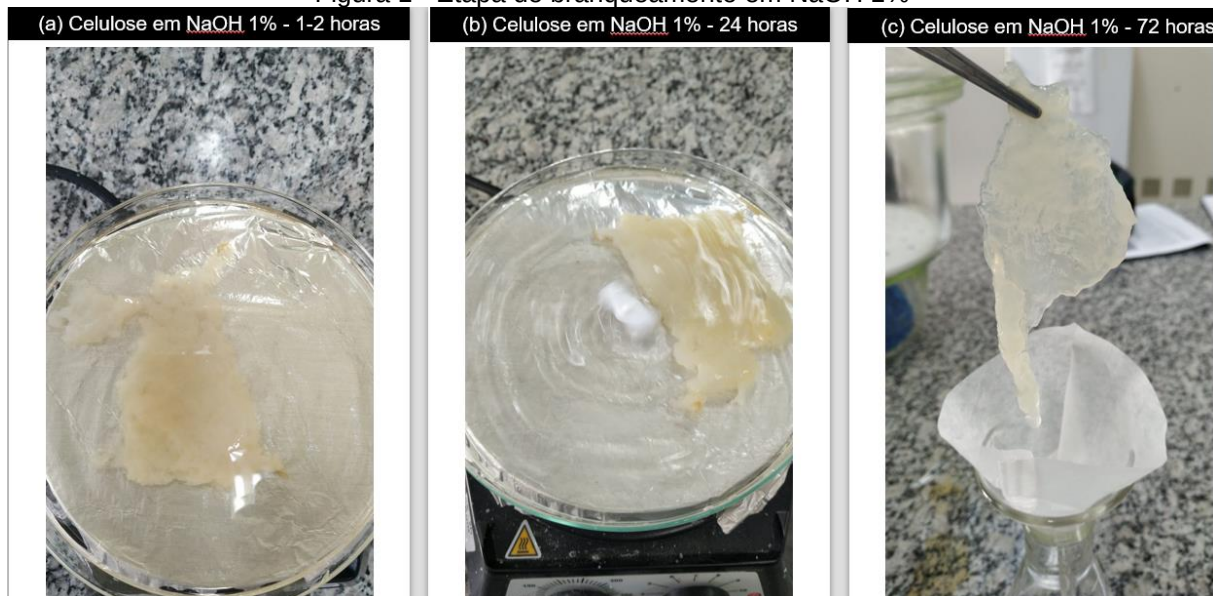
Essa etapa visou relaxar as fibras de celulose, preparando-as para as próximas fases do experimento. A escolha dos parâmetros de amplitude e tempo permitiu avaliar a melhor configuração para atingir o objetivo de alvura da celulose bacteriana.

Durante todo o experimento, foram preparadas lâminas de amostra com o propósito de viabilizar a avaliação da qualidade da alvura por meio de um microscópio óptico equipado com uma objetiva de 10x. Essa abordagem possibilitou uma análise aprofundada das modificações na estrutura da celulose que surgiram como resultado das etapas de branqueamento e processamento. Essa análise detalhada contribuiu significativamente para a compreensão dos impactos desses procedimentos na celulose bacteriana e fornecerá *insights* valiosos para futuras investigações e aplicações desse material inovador.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na etapa (2.1) de branqueamento, foram observadas macroscopicamente alterações na aparência da celulose bacteriana à medida que o tempo de submersão no processo aumentava (Figura 1).

Figura 1 - Etapa de branqueamento em NaOH 1%



Fonte: construção do autor.

Na primeira amostra (a), submetida a 1-2 horas de tratamento em NaOH a 1%, foi possível notar os primeiros indícios de remoção dos elementos não desejados. Nessa fase inicial, identificamos a presença de fragmentos de bactérias, resíduos do meio de cultivo e subprodutos metabólicos ainda aderidos à celulose.

À medida que o tempo de tratamento se estendeu para 24 horas, como observado na amostra (b), os efeitos positivos do processo de branqueamento tornaram-se evidentes. A celulose apresentou-se consideravelmente mais limpa, com uma notável redução na presença dos elementos não desejáveis.

Entretanto, o efeito mais expressivo ocorreu na amostra (c), submetida a 72 horas de tratamento em NaOH a 1%. Nesse estágio, foi observada uma purificação quase completa da celulose bacteriana, com a remoção efetiva e quase total dos elementos não desejados, resultando em uma celulose substancialmente mais pura.

Adicionalmente, com a análise por microscopia óptica (Figura 2), foi possível notar uma possível liberação das fibras durante o processo de branqueamento. A Figura 2a mostra a celulose sem tratamento *in natura*, onde é possível notar o quão fechadas são suas fibras. Na Figura 2b, observamos a celulose tratada com NaOH a

1% por 24 horas, demonstrando um relaxamento nas fibras das bordas. Na Figura 2c, visualizamos a celulose tratada com NaOH a 1,5% por 1-2 horas, demonstrando um relaxamento nas bordas e as fibras expostas. Por fim, na Figura 2d, temos a celulose tratada com NaOH a 2,5% por 1-2 horas, onde é possível notar o relaxamento das bordas, assim como as fibras se soltando.

Figura 2 - Microscopia Óptica da etapa (1)

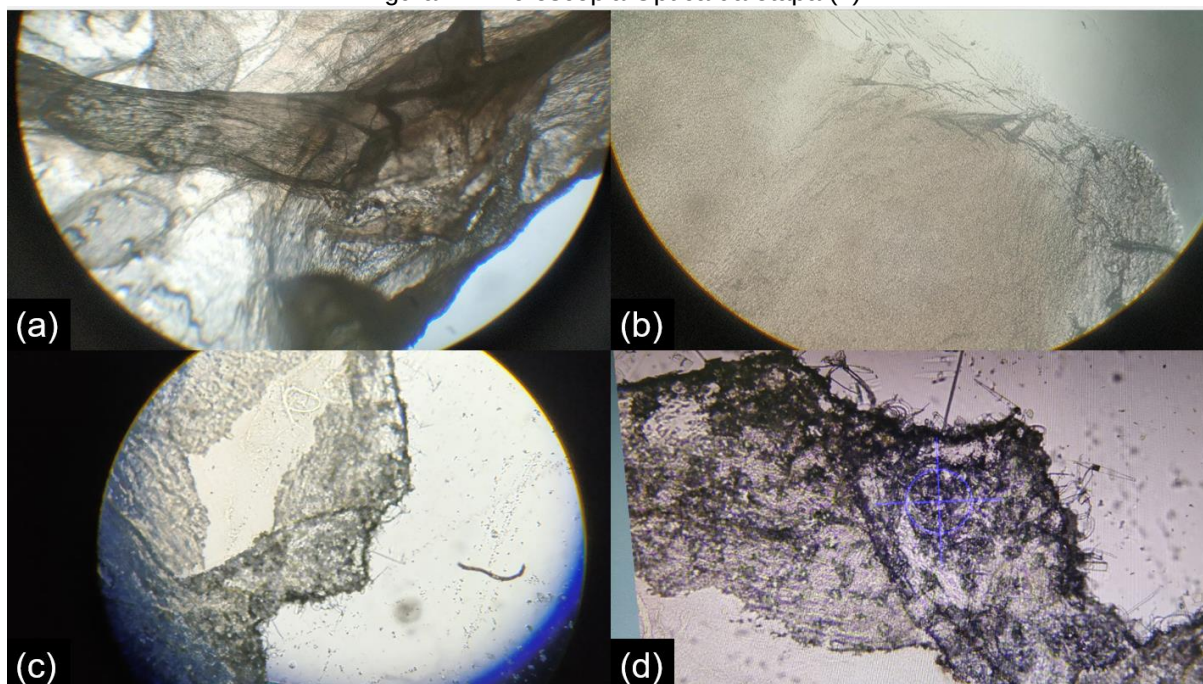


Figura 2.a) Celulose sem tratamento *in natura*, figura 2.b) Celulose tratada com NaOH 1% 24h, Figura 2.c) Celulose tratada com NaOH 1,5% por 1-2 h, figura 2.d) Celulose tratada com NaOH 2,5 por 1-2 h

Fonte: construção do autor.

Embora a eficácia na remoção de impurezas seja maior na celulose tratada por 72 horas, sua estrutura física demonstra um aspecto gelatinoso, o que poderia interferir em propriedades físicas desejáveis.

Quando comparamos os achados com a literatura em relação à alvura da celulose bacteriana, foi possível destacar o hidróxido de sódio como o principal reagente utilizado, e que concentrações de até 3% foram ideais para uso sem causarem danos à estrutura, tanto externa (macro) quanto internamente (micro/nano). Além disso, observou-se que o tempo de processamento variou de acordo com a concentração utilizada, sendo que 90 minutos se mostraram mais do que suficientes. Essas constatações evidenciam que nossa preocupação em realizar a purificação e preservar a integridade deste material é essencial para aqueles que desejam

manipulá-lo (Han, Shim e Kim, 2019). Portanto, para a etapa 2.2 de processamento da celulose, foi escolhido o tempo de 1 a 2 horas em NaOH a 1,5%.

Na etapa (2) de processamento da celulose, mantivemos a amostra em 200 mL de água Mili-Q e realizamos a sonicação por 15 minutos, utilizando duas amplitudes diferentes: uma amplitude baixa de 20% (Figura 3 a.1) e uma amplitude média de 40% (Figura 3 b.1). Posteriormente, examinamos as amostras sob um microscópio óptico para avaliar o relaxamento e a abertura das fibras de celulose (Figura 3 a.2 e b.2).

Figura 3 - Etapa (2) processamento da celulose – Variação da Amplitude

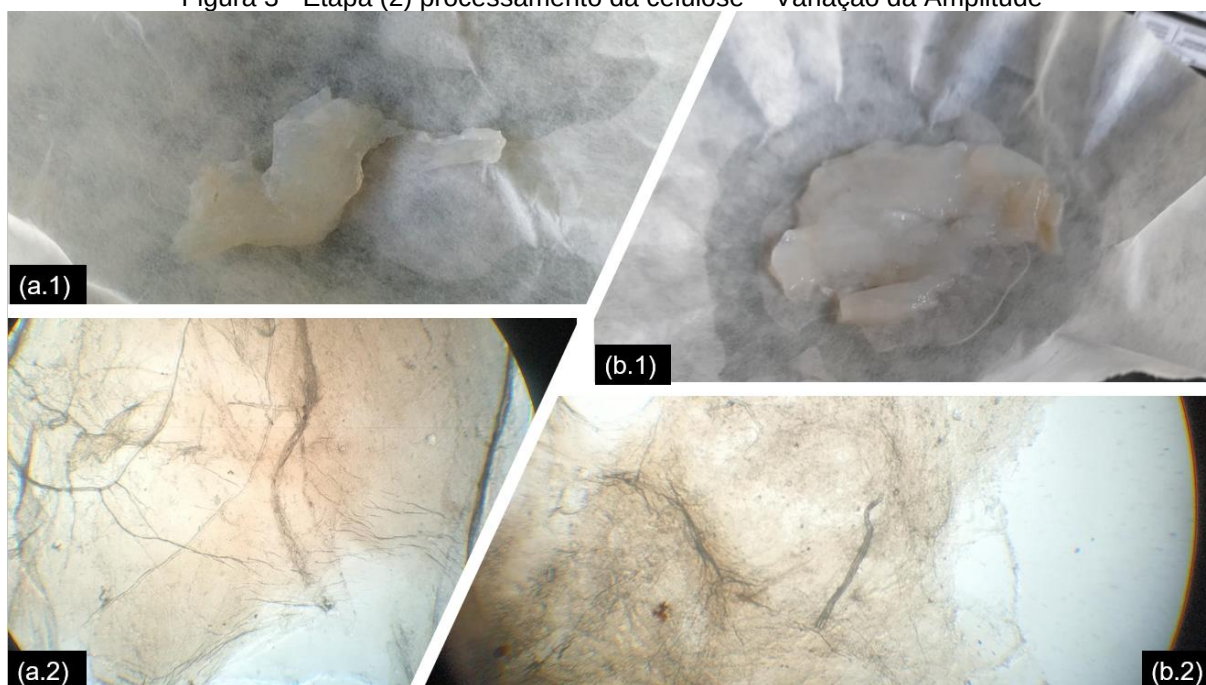


Figura 3.a1) Celulose após sonicação de 20%, figura 3 b.1) Celulose após sonicação de 40%, Figura 3 a.2) Microscopia Óptica 10x da celulose em 20%, figura 3 b.2) Microscopia Óptica 10x da celulose em 40%.

Fonte: construção do autor.

A análise microscópica revelou claramente o efeito das duas amplitudes na alteração da estrutura das fibras de celulose. Entretanto, observamos que, ao examinar as amostras a olho nu, a amostra tratada com a amplitude mais alta (3b.1) apresentou uma textura ligeiramente gelatinosa em comparação com a amostra tratada com a amplitude mais baixa (3a.1). Esse aspecto pode, mais uma vez, assim como no processo de branqueamento, ter influenciado nas propriedades físicas da celulose que desejamos preservar.

Durante a variação de amplitude de 20%, realizamos uma análise da influência do tempo de processamento, explorando períodos de 5, 10, 15 e 20 minutos (Figura 4).

Figura 4 - Variação do tempo na amplitude de 20%

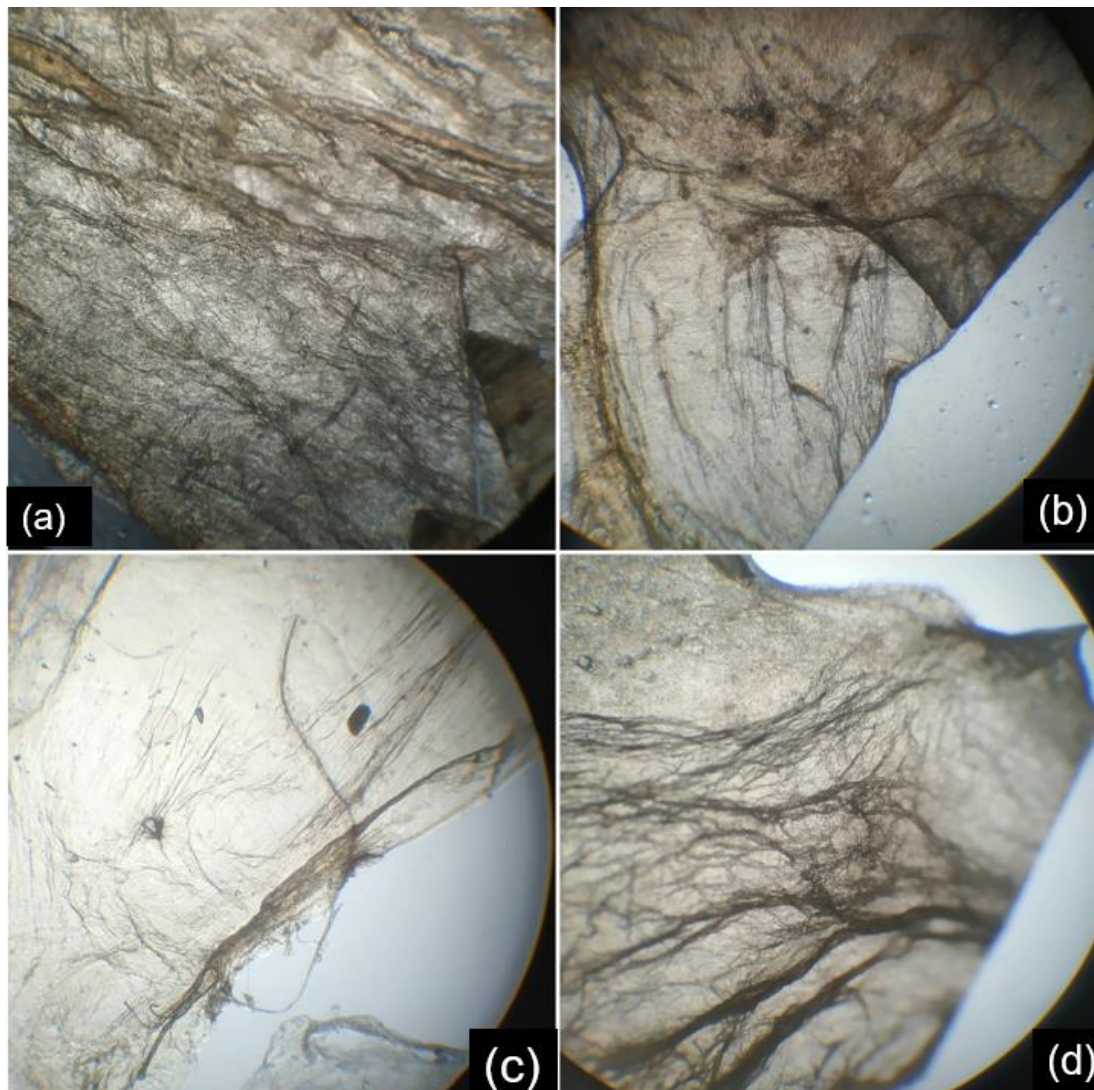


Figura 4) Microscopia Ópticas da celulose após sonicação de 20% por: a) 5 minutos, b) 10 minutos, c) 15 minutos e d) 20 minutos.
Fonte: construção do autor.

A complexa rede de fibras encontrada na celulose bacteriana resulta de um grande número de ligações de hidrogênio intermoleculares e intramoleculares entre as cadeias de glucano adjacentes. Essas ligações estabelecem um arranjo cristalino regular entre as moléculas de glucano (Tischer *et al.*, 2010).

Dada a complexidade das estruturas presentes na celulose, a aplicação de energia ultrassônica, considerada não corrosiva, mas com capacidade de interagir

com as regiões de hidrogênio, desempenhou um papel crucial neste estudo. Foi observado que, à medida que o tempo de sonicação aumentava nas amostras, as fibras mais externas relaxavam e começavam a se distanciar umas das outras. Isso sugere que a aplicação gradual da energia ultrassônica é capaz de relaxar essas fibras, aprimorando os efeitos iniciados pelo NaOH, sem prejudicar a integridade das estruturas das fibras.

4. CONCLUSÃO

O processo de branqueamento e processamento da celulose sob as condições de 1,5% de NaOH por 1-2 horas e sonicação em 20% por 20 minutos revelou-se altamente eficaz, resultando em fibras de celulose notavelmente mais relaxadas e purificadas. Esse relaxamento das fibras foi tão evidente que pôde ser claramente observado, mesmo em análises de microscopia óptica.

A importância do processo de branqueamento na produção de nanomateriais de celulose é indiscutível. Além de garantir a pureza da celulose e a remoção de elementos indesejados, desempenha um papel multifacetado e crítico na obtenção de nanomateriais de celulose com propriedades controladas. A eficácia desse processo não apenas aprimora a qualidade dos nanomateriais, mas também otimiza a eficiência de todo o processo de produção. Portanto, o branqueamento da celulose bacteriana se destaca como uma etapa indispensável para a obtenção de nanomateriais de celulose de alto desempenho e pureza.

Esta pesquisa estabelece uma base sólida e promissora para investigações futuras, visando a produção eficiente e sustentável de nanomateriais de celulose bacteriana de alta qualidade. Os resultados obtidos aqui abrem caminho para o desenvolvimento de aplicações inovadoras e eco-friendly desses nanomateriais em diversas áreas, como biomedicina, indústria de embalagens e materiais avançados.

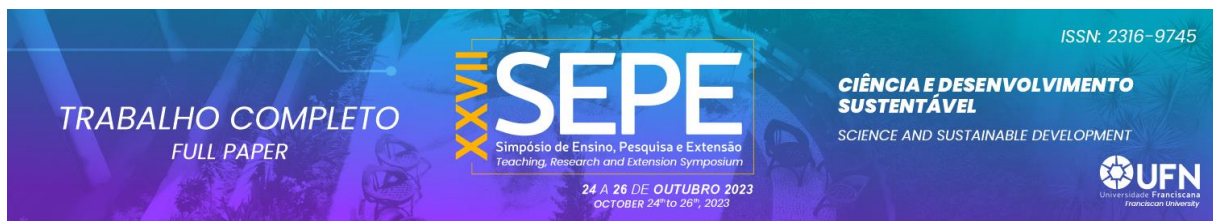
AGRADECIMENTOS

Gostaríamos de expressar nossa sincera gratidão à CAPES (Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pelo generoso apoio e investimento em nossa pesquisa. Através de seu comprometimento com o avanço da educação e da pesquisa no Brasil, a CAPES desempenhou um papel fundamental

em tornar este projeto possível e a empresa Yam! Kombucha pela colaboração e cedências das amostras.

REFERÊNCIAS

- ABDELHAMID, H. N.; MATHEW, A. P. Cellulose-Based Nanomaterials Advance Biomedicine: A Review. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 23, n. 10, p. 5405, 12 maio 2022.
- BETLEJ, I.; KRAJEWSKI, K. J.; BORUSZEWSKI, P.; ZAKARIA, S. Bacterial cellulose-properties and its potential application. **Sains Malaysiana**, v. 50, n. 2, p. 493–505, 28 fev. 2021.
- BOLAT, F.; GHITMAN, J.; NECOLAU, M. I.; VASILE, E.; IOVU, H. A Comparative Study of the Impact of the Bleaching Method on the Production and Characterization of Cotton-Origin Nanocrystalline Cellulose by Acid and Enzymatic Hydrolysis. **Polymers**, v. 15, n. 16, p. 3446, 18 ago. 2023.
- FATIMA, A.; ORTIZ-ALBO, P.; NEVES, L. A.; NASCIMENTO, F. X.; CRESPO, J. G. Biosynthesis and characterization of bacterial cellulose membranes presenting relevant characteristics for air/gas filtration. **Journal of Membrane Science**, v. 674, p. 121509, maio 2023.
- HAN, J.; SHIM, E.; KIM, H. R. Effects of cultivation, washing, and bleaching conditions on bacterial cellulose fabric production. **Textile Research Journal**, v. 89, n. 6, p. 1094–1104, 2019.
- MALIK, S.; MUHAMMAD, K.; WAHEED, Y. Nanotechnology: A Revolution in Modern Industry. **Molecules**, v. 28, n. 2, 2023.
- MISHRA, S.; SINGH, P. K.; PATTNAIK, R.; KUMAR, S.; OJHA, S. K.; SRICHANDAN, H.; PARHI, P. K.; JYOTHI, R. K.; SARANGI, P. K. Biochemistry, Synthesis, and Applications of Bacterial Cellulose: A Review. **Frontiers in Bioengineering and Biotechnology**, v. 10, 8 mar. 2022.
- SHARMA, P.; MITTAL, M.; YADAV, A.; AGGARWAL, N. K. Bacterial cellulose: Nano-biomaterial for biodegradable face masks – A greener approach towards environment. **Environmental Nanotechnology, Monitoring and Management**, v. 19, p. 100759, maio 2023.
- THAKUR, V. K.; THAKUR, M. K. Processing and characterization of natural cellulose



fibers/thermoset polymer composites. **Carbohydrate Polymers**, v. 109, p. 102–117, ago. 2014.

TISCHER, P. C. S. F.; SIERAKOWSKI, M. R.; WESTFAHL, H.; TISCHER, C. A. Nanostructural reorganization of bacterial cellulose by ultrasonic treatment. **Biomacromolecules**, v. 11, n. 5, p. 1217–1224, 2010.

WANG, J.; LIU, X.; JIN, T.; HE, H.; LIU, L. Preparation of nanocellulose and its potential in reinforced composites: A review. **Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition**, v. 30, n. 11, p. 919–946, 24 jul. 2019.

WIENCHOL, P.; SZŁĘK, A.; DITARANTO, M. Waste-to-energy technology integrated with carbon capture – Challenges and opportunities. **Energy**, v. 198, 2020.