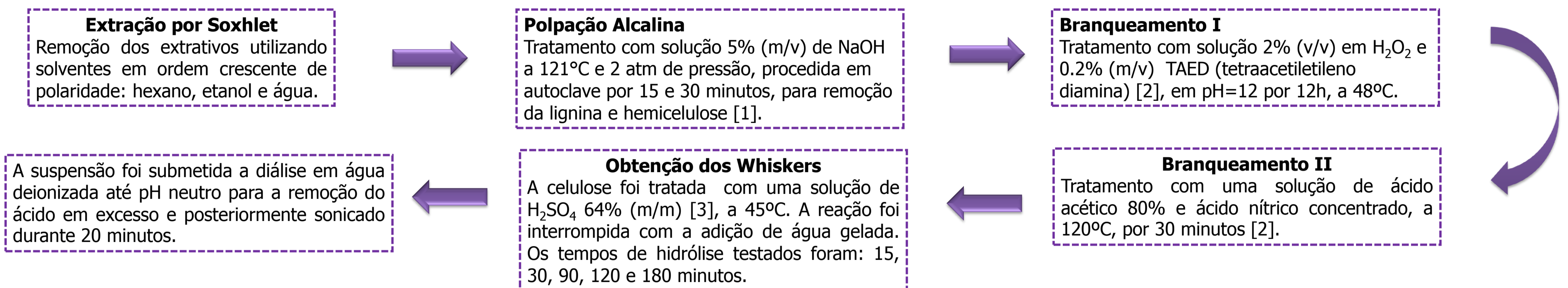


Andressa T. Seefeldt, Simone M. L. Rosa, Noor Rehman, Clara I. D. Bica\*  
Instituto de Química – UFRGS, Av. Bento Gonçalves, 9500, CEP 91501-970/Porto Alegre-RS  
\*claraism@iq.ufrgs.br

A casca de soja é formada por 40 a 60% de celulose, além de lignina e hemicelulose, sendo um rejeito agroindustrial pouco aproveitado. A celulose é um polímero linear que encontra-se tanto na forma amorfa como na forma cristalina. A porção cristalina pode ser isolada através de uma hidrólise ácida controlada dando origem a fibrilas de celulose de dimensões nanométricas, i.e. nanocristais conhecidos como "whiskers". Através da técnica de Espalhamento de Luz Dinâmico podemos obter os coeficientes de difusão translacional e rotacional, com os quais foi possível determinar as dimensões dos nanocristais.

## OBTENÇÃO



## CARACTERIZAÇÃO

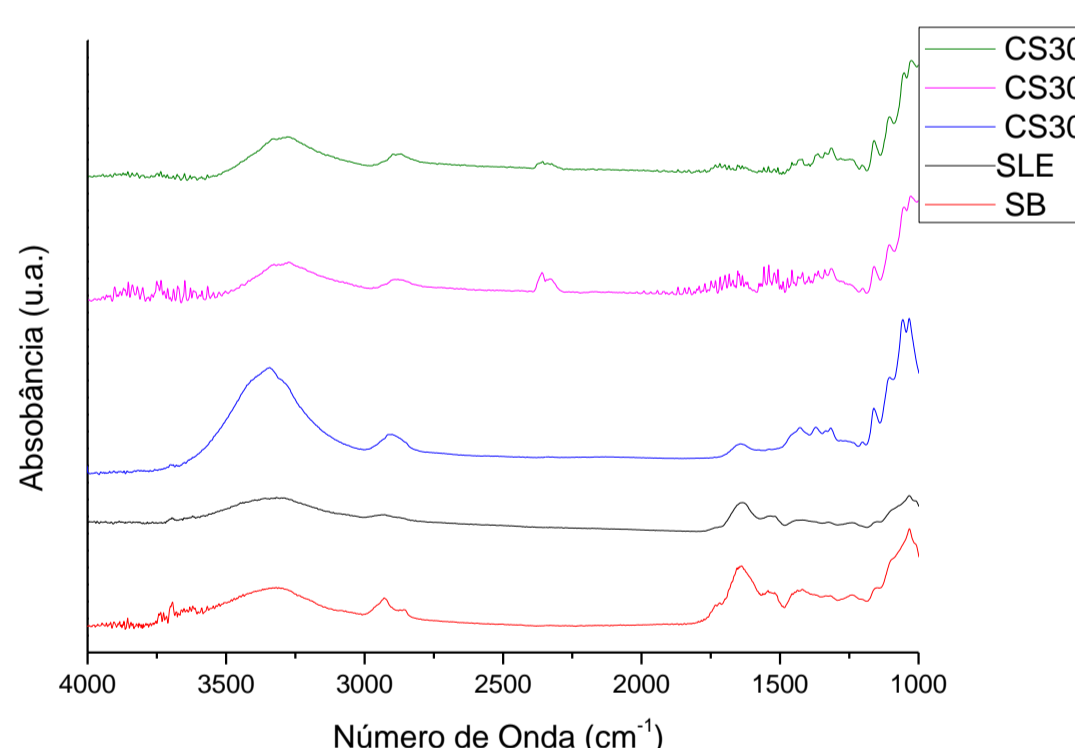
**Tabela 1.** Abreviações das amostras de casca de soja e celulose

Abreviação	Amostra
CS30B2	Celulose após o segundo branqueamento
CS30B1	Celulose após o primeiro branqueamento
CS30	Casca de soja após 30 minutos de autoclave
SLE	Casca de soja livre de extrativos
SB	Casca de soja bruta

### FTIR-ATR

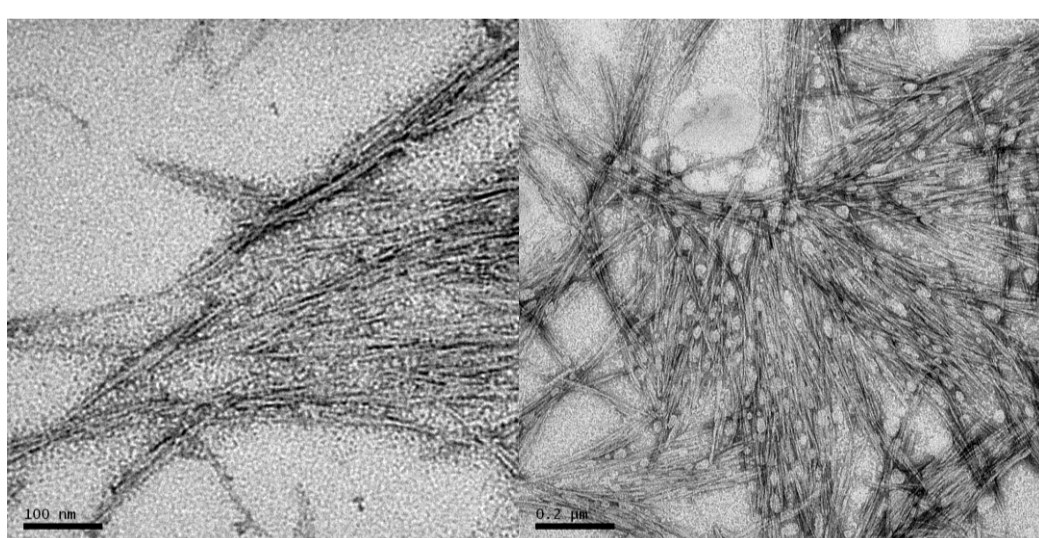
**Tabela 2.** Designação das bandas de absorção no infravermelho

Número de onda (cm <sup>-1</sup> )	Designação
1730	Ligação C=O da hemicelulose
1604	Estiramento C=C da vibração do anel aromático da lignina
1514	Estiramento C=C da vibração do anel aromático da lignina
1244	Estiramento C-O-C de ligação de éter da lignina



**Figura 1.** Comparação entre os espectros das amostras listadas na tabela 1.

### MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO



**Figura 2.** Imagem dos whiskers de celulose obtidos com 90 minutos de hidrólise ácida

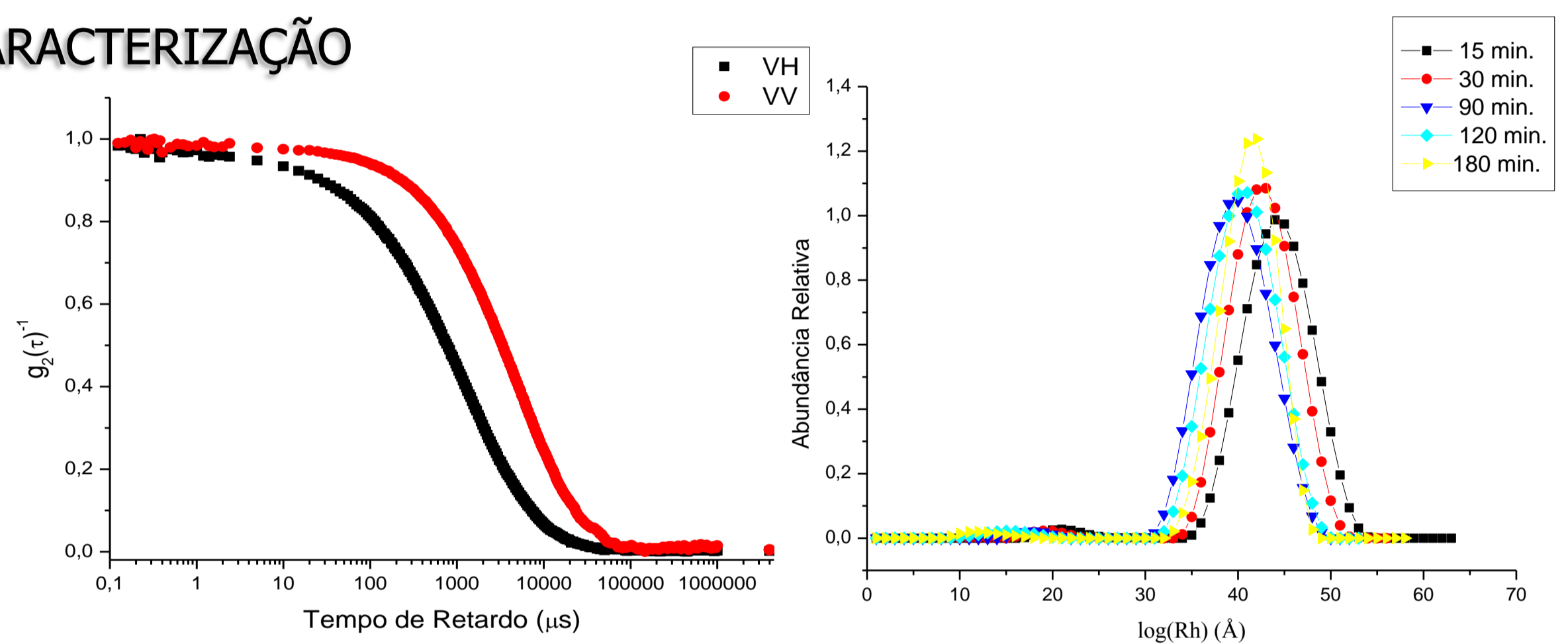
### ESPA LHAMENTO DE LUZ (LS)

Os whiskers obtidos foram caracterizados através da técnica de espalhamento de luz. O espalhamento de luz estático foi utilizado para determinar a razão de despolarização ( $\rho_v$ ) dos whiskers, que se mostram coerentes com os valores da literatura, determinados para whiskers de algodão [5] e de milho [6], indicando que  $\rho_v$  não depende da origem da celulose. A razão de despolarização é dada pela razão entre as intensidades espalhadas despolarizada ( $I_{vh}$ ) e polarizada ( $I_{vv}$ ), como mostrado na equação a seguir

$$\rho_v = \frac{I_{vh}}{I_{vv}}$$

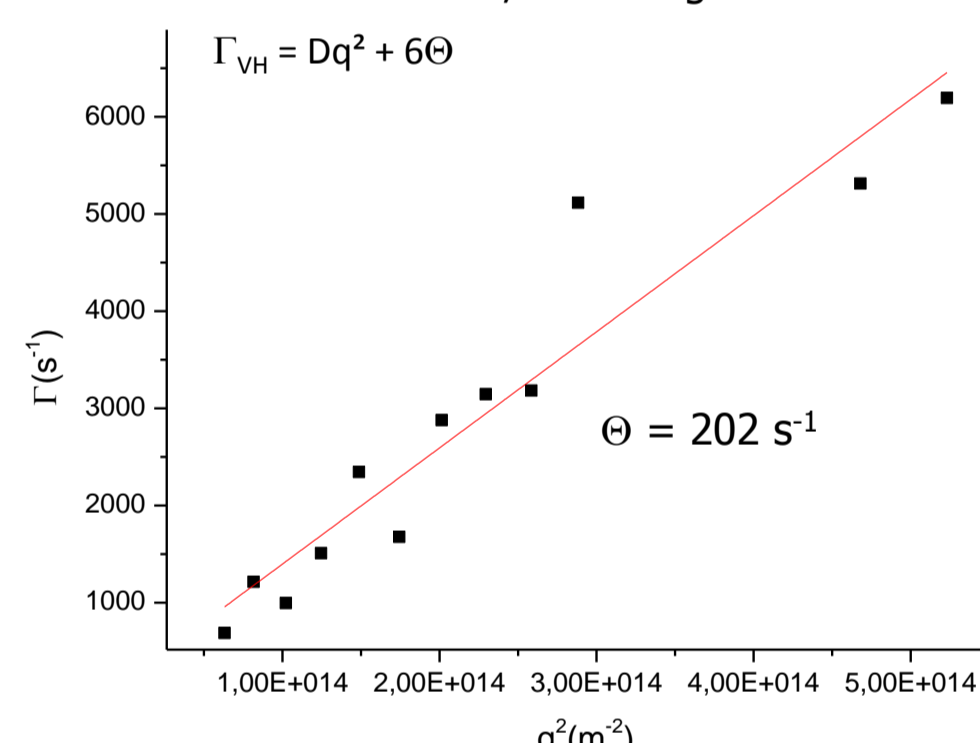
O valor de  $\rho_v$  obtido para os whiskers da casa de soja foi de 0,022;

Os dados coletados através do Espalhamento de Luz Dinâmico foram tratados com o objetivo de determinar os coeficientes de difusão translacional e rotacional, para a aplicação do método de Broersma.

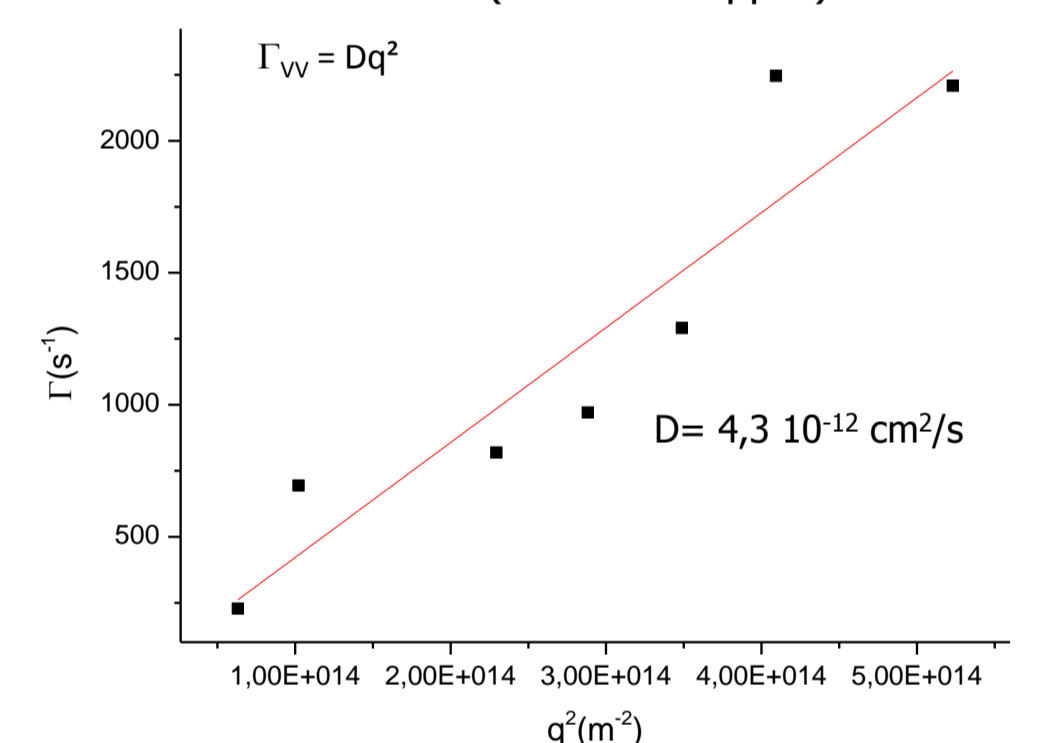


**Figura 3.** Função de correlação de intensidade para whiskers preparados com 90 minutos de hidrólise, a um ângulo 45°.

**Figura 4.** Comparação da distribuição dos raios hidrodinâmicos com a variação do tempo de hidrólise ácida (software Reppes).



**Figura 5.** Determinação do coeficiente de difusão rotacional  $\Theta$  para whiskers de 90 min de hidrólise. Frequência ( $\Gamma_{vh}$ ) vs. Vetor de espalhamento ( $q^2$ )



**Figura 6.** Determinação do coeficiente de difusão translacional D para whiskers de 90 min de hidrólise. Frequência ( $\Gamma_{vv}$ ) vs. Vetor de espalhamento ( $q^2$ )

Modelo de Broersma [4] para calcular o comprimento e diâmetro dos whiskers

$$\delta = \ln(2L/d)$$

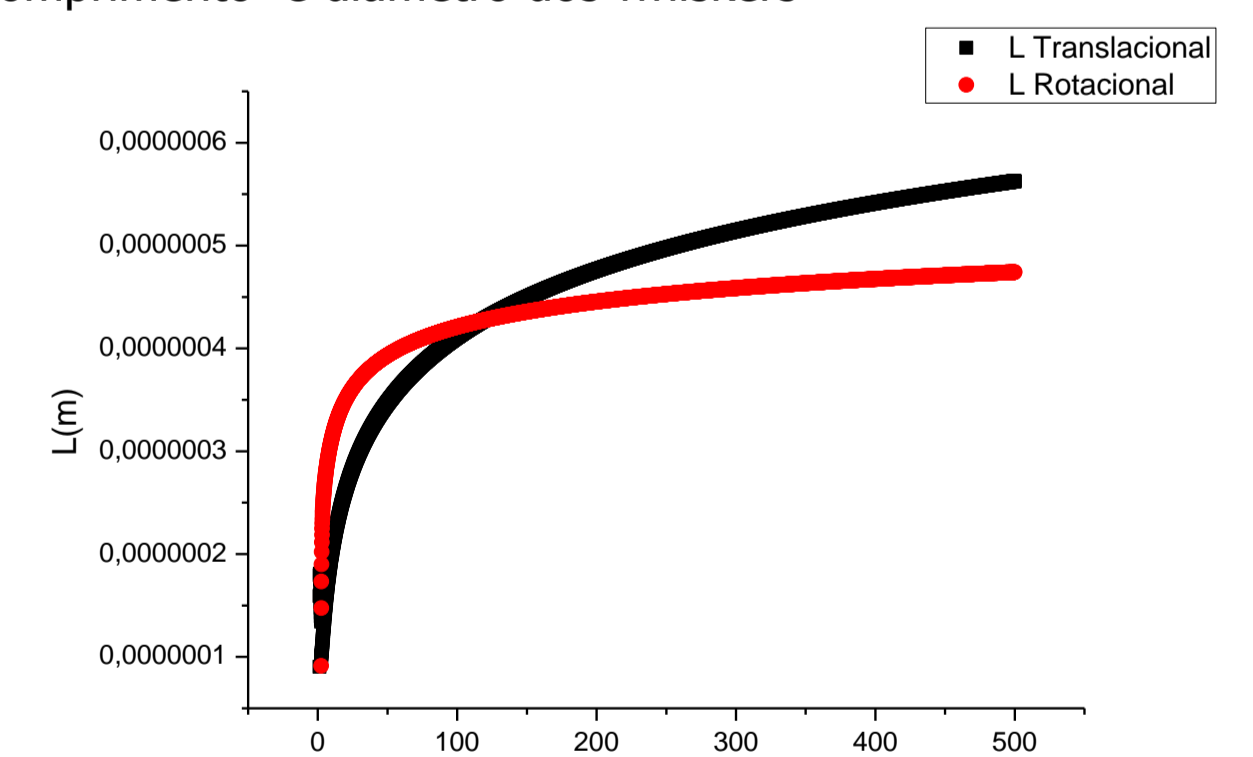
Coeficiente de difusão translacional:

$$D = (K_b T / (3\pi\eta L_{trans})) [\delta - (1/2)(0.614 + 0.3/\delta + 21.6/\delta^2 - 55/\delta^3 + 31/\delta^4)]$$

Coeficiente de difusão rotacional:

$$\Theta = (3K_b T / (\pi\eta L_{rot}^3)) (\delta - 1.14 - 0.2/\delta - 16/\delta^2 + 63/\delta^3 - 62/\delta^4)$$

Os valores encontrados para whiskers de celulose de casca de soja foram de  $L=427$  nm e  $d=3,6$  nm.



**Figura 7.** Determinação do comprimento (L) e diâmetro (d) dos whiskers através da intersecção de L rotacional e L translacional do Modelo de Broersma.

## CONCLUSÕES

- A técnica de infravermelho mostrou a eficácia do processo livre de cloro na remoção de lignina e outros componentes indesejados presentes na casca de soja;
- As técnicas de microscopia eletrônica de transmissão e espalhamento de luz comprovaram a obtenção dos whiskers;
- O valor da razão de despolarização encontrado para os whiskers de casca de soja está de acordo com a literatura [5], mostrando que independe da origem da celulose;
- Através de LS, verificou-se que o aumento do tempo de hidrólise leva a uma menor polidispersão dos whiskers de casca de soja. Conclusão semelhante foi encontrada na literatura para whiskers de madeira [7] através de microscopia.

## AGRADECIMENTOS

-LAMAT (UFRGS)  
-CAPES  
-CNPq/ TWAS



## REFERÊNCIAS

- N. Y. Uesu; E. A. G. Pineda; A. A. W. Hechenleitner *Int. J. Pharm.* 2000, 206, 85
- X. F. Sun; R. C. Sun; Y. Sun; J. X. Sun *J. Agric. Food Chem.* 2004, 52, 839
- X. M. Dong; J-F. Revol; D. G. Gray *Cellulose* 1998, 5, 19
- S. J. Broersma *Chem. Phys.* 1960, 32, 1626; 1960, 32, 1632; 1981, 74, 6989.
- C. I. D. Bica; R. Borsali; C. Rochas; E. Geissler *Macromolecules* 2006, 39, 3622
- D. Pimentel; C. I. D. Bica; XXII Salão de Iniciação Científica – UFRGS 2010
- S.Beck-Candanedo, M. Roman, D. Gray *Biomacromolecules* 2005, 6, 1048