

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DO AEROGEL NANOCELULOSE/AMIDO¹

Julia I. B. Larroza²

RESUMO

Aerogéis celulósicos ultraleves, ecológicos e renováveis são um dos materiais mais acentuados no campo de pesquisa de polímeros devido à sua matéria-prima altamente abundante e barata, biocompatibilidade, alta área de superfície específica e outras propriedades viáveis. Os aerogéis, devido suas propriedades químicas e possibilidades para ser funcionalizados, têm sido explorados para aplicações em diversas áreas tecnológicas. Esses materiais possuem propriedades únicas úteis para melhorar o desempenho dessas aplicações. O objetivo do trabalho foi preparar e caracterizar a morfologia e microestrutura de um aerogel preparado a partir nanocelulose (NCB) e amido termoplástico (AT). O cultivo bacteriano foi utilizado para produzir o hidrogel nanocelulose bacteriana/amido termoplástico (NCB/AT). O aerogel foi obtido pela técnica de liofilização. A morfologia e microestrutura das amostras foram analisadas por microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os resultados mostram que o aerogel apresenta potencial para várias aplicações tecnológicas.

Palavras-chave: Aerogel. Nanocelulose bacteriana. Amido termoplástico. Microestrutura e morfologia.

ABSTRACT

Ultralight cellulosic aerogels, Eco friendly and Renewable are one of the most accentuated materials in the polymers research field due to its highly abundant and low-cost raw material, biocompatibility, high specific surface area among other viable properties. They have been added to several technological applications due to their chemical properties and possibilities to be functionalized. Those materials have unique properties that can improve the performance of those applications.

¹ Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como requisito parcial para titulação no Bacharelado em Ciências e Tecnologia, Centro Tecnológico de Joinville (CTJ), Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), sob orientação da Professora Dra. Derce O. S. Recouvreux

² Graduanda como Bacharel em Ciência e Tecnologia E-mail juliolanda.larroza@gmail.com

The objective of this paper was to prepare and characterize the morphology of the microstructure of an aerogel formed by thermoplastic starch and bacterial cellulose. The bacterial nanocellulose/ thermoplastic starch hydrogel was made on a bacterial culture and the aerogel was made by the freeze-drying process. The morphology of the sample's microstructure was analyzed by a scanning electron microscope. The results show that the aerogel has potential for several technological applications.

Keywords: Aerogel. Bacterial nanocellulose. Thermoplastic Starch. Microstructure and morphology.

1. INTRODUÇÃO

É crescente nos dias atuais o interesse por materiais baseados em recursos renováveis e biodegradáveis, devido à sua sustentabilidade e aos benefícios ao meio ambiente. Novos materiais a partir de biopolímeros e fibras naturais apresentam-se como uma alternativa aos materiais provenientes de recursos fósseis.

Biopolímeros, como o amido e a celulose, em comparação aos polímeros obtidos a partir de recursos fósseis, têm um papel importantíssimo na atualidade, pois têm sua fonte em recursos renováveis, além de serem biodegradáveis (BRITO et al., 2011). Aerogéis oriundos do amido são uma classe de biomateriais avançados com muitas aplicações em potencial devido as suas excelentes propriedades (ZHU, 2019).

O presente trabalho explora então o processo de obtenção do aerogel e suas propriedades. Para garantir um melhor entendimento da estrutura do aerogel de amido e celulose.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

O objetivo principal do trabalho foi produzir o aerogel constituído de NCB e AT, através do processo de liofilização e caracterizar a sua morfologia e microestrutura.

1.1.2 Objetivos específicos

- a) Produzir um hidrogel composto de NCB/AT, utilizando a bactéria *Komagataeibacter hansenii* e glicerol como fonte de carbono;
- b) Preparar um aerogel a partir do hidrogel produzido, através do método de liofilização;
- c) Caracterizar a morfologia e microestrutura do aerogel obtido, utilizando MEV.

2. DESENVOLVIMENTO

2.1 Aerogel

Aerogéis são materiais muito leves (com densidade inferior a $0,2 \text{ g cm}^{-3}$) e porosos (com diâmetro dos poros inferior a 50 nm). Devido a essas propriedades esses materiais possuem características muito importantes, sendo excelentes isolantes térmicos e acústicos, altamente absorventes, entre outras propriedades de grande interesse tecnológico (DRUEL et al., 2017).

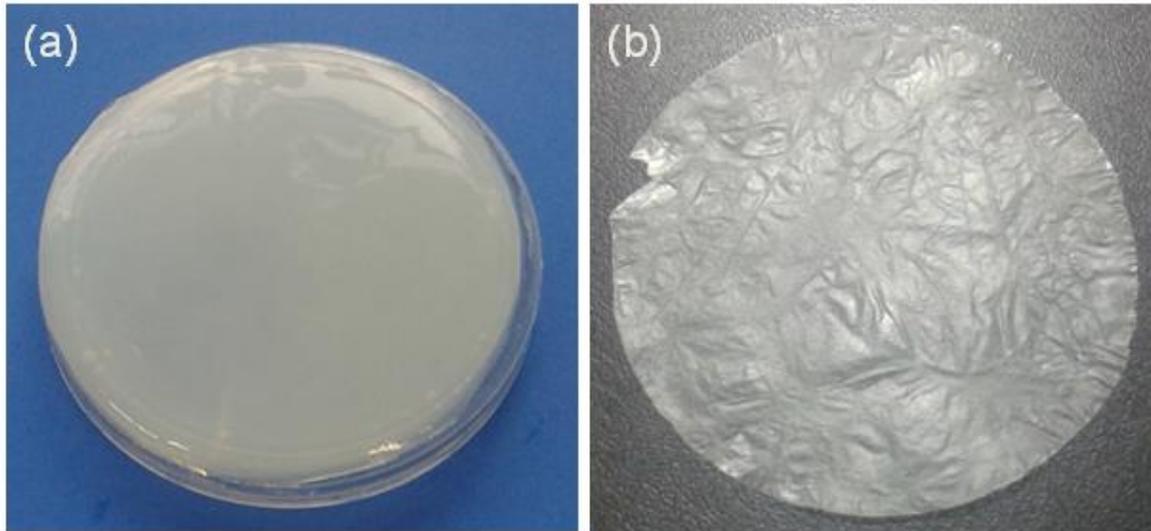
Os primeiros aerogéis foram criados por Steven Kistler (1931) a partir de géis de sílica. Kistler substituiu o líquido por gás utilizando uma técnica de secagem supercrítica, onde o gel é aquecido em autoclave à pressão e temperatura que excedam a temperatura crítica do líquido acumulado nos poros do gel. Esse aquecimento possibilita retirar o líquido na forma de vapor e evita a modificação ou encolhimento do gel no processo, resultando no “esqueleto sólido” seco, com uma estrutura bastante porosa similar à estrutura em seu estado em gel (quando possuía líquidos que mantinham sua forma por meio da tensão superficial). Considera-se aerogel este gel em sua fase seca (AEGERTER; LEVENTIS; KOEBEL, 2011).

A fabricação de aerogel de amido pode ser feita em duas etapas: formação do hidrogel de amido e secagem. A gelificação do amido inicia com o aumento da temperatura que destrói sua estrutura granular, seguida pelo processo de resfriamento. Durante o processo de resfriamento e recombinação estrutural o amido não consegue voltar a sua forma original, formando um hidrogel (ISMAIL; IRANI; AHMAD, 2013; MEHLING et al., 2009; CHANG; CHEN; JIAO, 2010).

A secagem do aerogel é a etapa mais crítica de seu preparo e sua morfologia depende fortemente do método de secagem utilizado. Quando seco de forma natural a flexão que ocorre entre o sólido e a superfície líquida quebra a estrutura porosa do gel, perdendo assim toda a sua forma porosa original (BUCHTOVÁ et al., 2016). Como pode ser visto na Figura 1, onde pode-se comparar o hidrogel antes da secagem,

Figura 1 (a) e o filme obtido após a secagem do hidrogel em estufa, onde a estrutura do hidrogel colapsou gerando assim um filme, Figura 1 (b).

Figura 1 – (a) Hidrogel de amido e celulose bacteriana. (b) Aerogel de amido e celulose após secagem em estufa.



Fonte: Autora (2020).

Para que o aerogel seja obtido precisamos manter a estrutura porosa do hidrogel enquanto se elimina a parte líquida, evitando, assim, que ocorra o colapso dos poros durante todo este processo de secagem (GARCÍA-GONZÁLEZ et al., 2012).

Entre os métodos de secagem mais utilizados estão a secagem por ar, por liofilização e o método de secagem supercrítica. O processo de secagem por ar é feito em temperatura ambiente e a pressão atmosférica, ou em um forno sendo um processo demorado que necessita mais de 48 horas para efetuar a remoção do solvente do gel (UBEYITOGULLARI et al., 2018; BAKIERSKA et al., 2017; DE SOUZA et al., 2014).

Na secagem supercrítica a tensão entre as superfícies líquida e gasosa é zero. Na temperatura crítica as densidades do líquido e gás são iguais, desaparecendo o menisco que indica a separação entre as fases. Acima da temperatura crítica não mais a fase líquida, só resta a fase única, um fluido, denominado de fluido supercrítico. O CO₂ supercrítico é um fluido muito utilizado para este método, pois alinha um ponto crítico bastante adequado (304 K, 7,4 MPa), baixo custo e por ser um fluido seguro (BUCHTOVÁ et al., 2016).

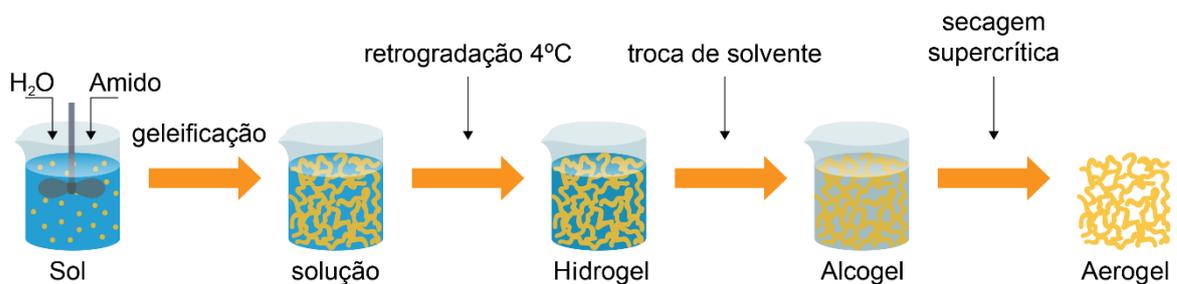
A água, presente em hidrogel de celulose, possui uma tensão superficial alta, o que causa danos à estrutura porosa e frágil durante o processo de secagem

(LIEBNER et al., 2010). Aerogel de celulose tem sido obtido através da troca de solvente utilizando etanol e assim evitar danos a estrutura natural da celulose essa (WANG et al., 2017).

O processo de troca de solventes é um processo bastante lento, levando geralmente dois ou três dias para ser completo e precisa ser feito com cautela, pois a tensão superficial de diferentes solventes, movimentação ou agitação pode também danificar a estrutura do hidrogel da celulose (INNERLOHINGER et al., 2006).

Após a troca de solvente ocorre a secagem supercrítica, onde ocorre uma ou mais troca de massa, agora de CO₂ supercrítico. Este processo é muito influenciado pela concentração de CO₂ supercrítico nos poros do aerogel, pois à medida que esta concentração aumenta, o excesso de líquido vai sendo eliminado da rede de celulose. Gradualmente com o passar do tempo, a quantidade de CO₂ supercrítico chega a uma condição onde não existe mais fluido em sua fase líquida nos poros. Neste ponto verifica-se a ausência de tensão superficial, o que evita o colapso da estrutura, permitindo a eliminação do solvente sem alterações a nível macroscópico (GARCÍA-GONZÁLEZ et al., 2011). Na Figura 2 são ilustrados de forma resumida os passos do processo do aerogel pelo método de secagem supercrítica de CO₂.

Figura 2 – Produção do aerogel por secagem supercrítica.



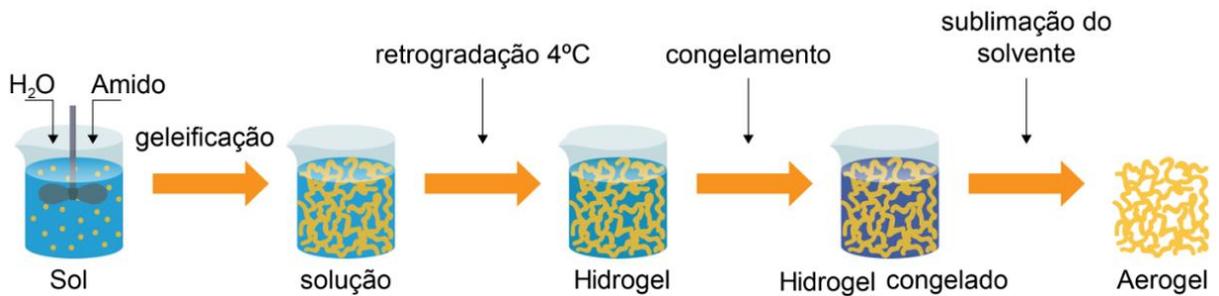
Fonte: Adaptado de ZHU (2019), com permissão.

O método de liofilização é um método simples e com menos impactos ambientais de se fazer o aerogel (WANG et al., 2017) e foi a técnica utilizada neste trabalho. A liofilização consiste em congelar o hidrogel a temperaturas abaixo da temperatura de congelamento do solvente (que geralmente é água) para após eliminar o líquido por sublimação onde ele passa para um estado gasoso no vácuo, desidratando o hidrogel sem comprometer sua estrutura, pois não existe a formação de meniscos, assim conseguimos prevenir a estrutura no colapso e limitar o encolhimento. A cristalização do fluido e seu comportamento de expansão influenciam na manutenção da estrutura dos poros (WANG et al., 2018; QUIGNARD et al., 2008; GARCÍA-GONZÁLEZ et al., 2012; MIAO et al., 2008).

Uma forma de garantir uma estrutura mais homogênea e regular é o congelamento com o uso de nitrogênio líquido, que acelera a taxa de congelamento tendo assim menos impacto no processo (ZHANG et al., 2015).

Na Figura 3 o processo de produção do aerogel pelo método de liofilização está descrito.

Figura 3 – processo de obtenção do aerogel por liofilização.



Fonte: Adaptado de ZHU (2019), com permissão.

Devido as suas propriedades o aerogel pode ter diversas aplicações técnicas e também científicas, e está cada vez mais sendo estudado para que suas aplicações comerciais possam ser desenvolvidas. Como por exemplo, em virtude de sua característica de excelente isolante térmico, alinhado com sua baixa massa e resistência a altas temperaturas tem aplicações em produtos refrigeradores, coolers, veículos espaciais, e grandes edifícios que por sua altura necessitam dispor de excelente isolação térmica sem grande peso (HRUBESH, L.W.,1998).

Considerando a característica mecânica de elasticidade e massa reduzida, o hidrogel funciona bem para efetuar absorção de energia, utilizado como armadilha para partículas em hipervelocidade (HRUBESH, L.W.,1998).

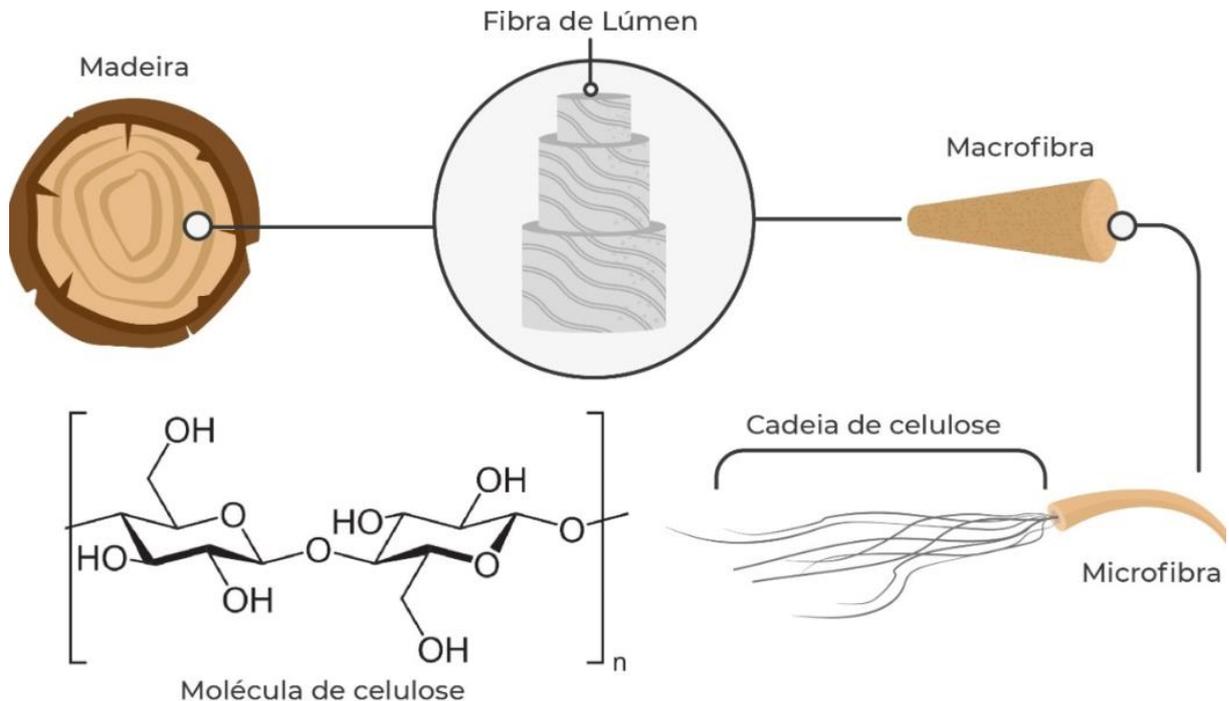
Os aerogéis possuem uma baixa constante dielétrica acompanhada de alta resistência dielétrica e área de superfície, o que permite aplicações em circuitos integrados, espaçadores para eletrodos de capacitores, entre outros (HRUBESH, L.W.,1998).

2.2 Celulose

A celulose (C₆H₁₀O₅) é o polissacarídeo mais abundante da Terra, sintetizada por plantas e por outros organismos vivos, tais como animais marinhos (tunicados), algas e bactérias (KLEMM et al, 2005). Em plantas a celulose está localizada na

parede das células, com uma estrutura bem organizada, atuando como elemento estrutural (Figura 4).

Figura 4 - Esquema da estrutura hierárquica das fibras de celulose.

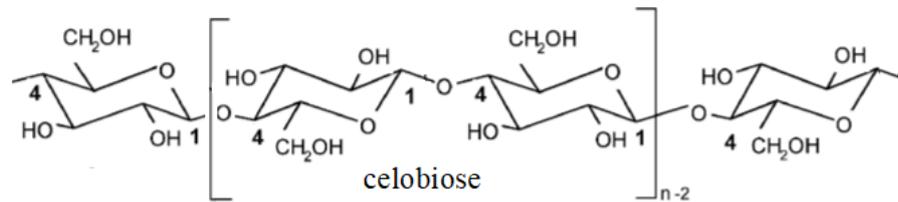


Fonte: Autora (2020).

2.2.1 Estrutura Molecular da Celulose

A celulose é um homopolissacarídeo formado por cadeias lineares não ramificadas de unidades de β-D-glicopiranosose unidas por ligações glicosídicas β(1→4), em que as unidades monoméricas estão dispostas de maneira que uma molécula de glicose esteja rotacionada 180° em relação a outra, sendo a unidade estrutural de repetição o dímero denominado de celobiose (ROY et al., 2009). A Figura 5 mostra a estrutura molecular da celulose (cadeia β-D-glicopiranosose).

Figura 5 - Estrutura molecular da celulose (cadeia β -D-glicopirranose).

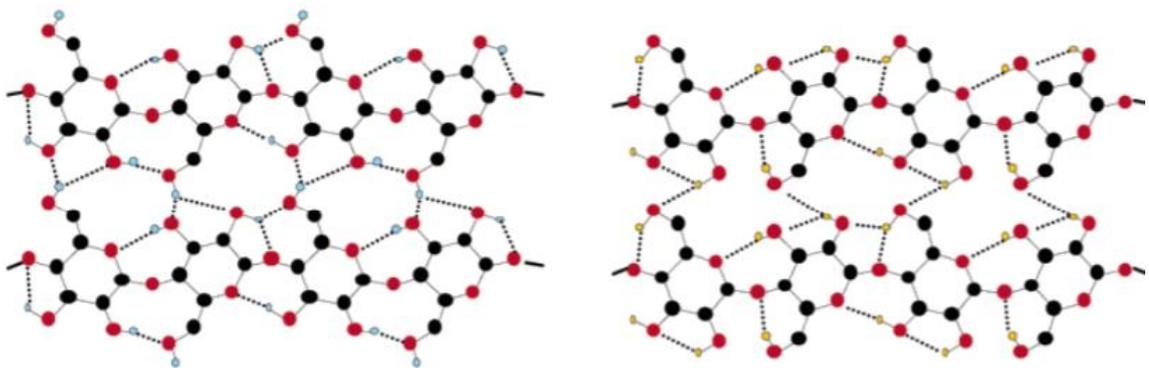


Fonte: Autora (2020).

Na natureza, as cadeias de celulose têm um grau de polimerização de cerca de 10.000 unidades de glicopirranose em celulose de madeira e 15.000 unidades em celulose de algodão nativo (KLEMM et al., 2005).

As moléculas de celulose combinam-se para formar microfibrilas, cada uma consistindo de várias cadeias de celulose, que por sua vez se encontram orientadas paralelamente, e cuja conformação e posicionamento permite a formação de ligações de hidrogênio intermolecular (entre unidades de glicose de moléculas de celulose adjacentes) e intramolecular (entre unidades de glicose da mesma molécula de celulose) (MOHITE; PATIL, 2014; ZHOU; WU, 2012). A Figura 6 mostra a estrutura da cadeia β -D-glicopirranose de celulose e as ligações de hidrogênio intramolecular e intermolecular.

Figura 6 - Ligações intermolecular e intramolecular nas cadeias de celulose.



Fonte: Šturcová (2004), com permissão.

2.2.2 Nanocelulose

A nanocelulose é um material muito atraente porque é obtida de recursos abundantes, renováveis e sustentáveis. A nanocelulose preserva importantes

propriedades da celulose, como hidrofiliçidade e excelentes propriedades mecânica e químicas, com características específicas de materiais em nanoescala. Isso se deve principalmente devido à grande área superficial desses materiais (KLEMM et al., 2009; MOON et al., 2011). A nanocelulose é extremamente versáteis, com aplicações potenciais abrangendo os revestimentos, biomédicas, energia, construção, separações e especialidades químicas (KLEMM et al., 2006). A nanocelulose é classificada em três categorias principais: nanofibras de celulose (NFC), nanocristais de celulose (CNC) e nanocelulose bacteriana (NCB) (DE FRANCE et al., 2017).

As propriedades físico/química da nanocelulose permitiram seu uso em uma ampla variedade de materiais compósitos constituídos tanto por matrizes hidrofílicas quanto hidrofóbicas e materiais híbridos, incluindo hidrogéis e aerogéis (LI et al., 2015). Além disso, sua alta proporção de área de superfície/volume permite maior interação e ligação a polímeros, a outras nanopartículas, e a pequenas moléculas (DE FRANCE et al., 2017).

2.2.3 Nanocelulose bacteriana

A NCB é produzida por várias espécies de bactérias. As mais importantes são as bactérias acéticas, gram-negativas, estritamente aeróbias e não patogênicas do gênero *Komagataeibacter*. Elas produzem celulose pura, na forma de um hidrogel, depositada na superfície do meio de cultura, quando cultivadas em culturas estáticas a partir de diversas fontes de carbono (KLEMM et al., 2006; RECOUVREUX et al. 2011).

A celulose produzida por micro-organismos possui propriedades físico-químicas únicas, como pureza química, cristalinidade e elevadas propriedades mecânicas, que permitem a sua aplicação em áreas tão diversas como alimentícia, farmacológica, médica, engenharia de tecidos, eletrônica, ótica, entre outras (KLEMM et al., 2009).

A NCB possui a mesma estrutura química da celulose vegetal. Embora a celulose vegetal seja um polímero amplamente utilizado industrialmente, possui a desvantagem de estar associada a compostos como lignina, hemicelulose e pectina que necessitam de tratamentos altamente poluentes para sua remoção. Já a NCB é produzida livre destes compostos, o que demonstra o grande potencial econômico deste biopolímero (KESHK et al., 2014).

A NCB é um material constituído por nanofibras com alto grau de cristalinidade. Os domínios cristalinos de celulose, quando isolados, permitem a obtenção de estruturas nanométricas, os nanocristais de celulose, que apresentam excelentes

propriedades mecânicas, ópticas, térmicas e elevada área superficial (KLEMM et al., 2009; BRANDES et al., 2019).

2.3 Amido

O amido é um polissacarídeo abundante, comestível, de baixa toxicidade. O amido é encontrado nas folhas, sementes e tubérculos de muitos vegetais (por exemplo, batata, milho, ervilha, trigo, tapioca) na forma de grânulos, com grande versatilidade e preço bastante reduzido (CHANG et al., 2011). A boa biodegradabilidade e estabilidade do amido e sua versatilidade em processamento o tornam um promissor para aplicações farmacêuticas, biomédicas, agrícolas e alimentares (CHANG et al., 2011).

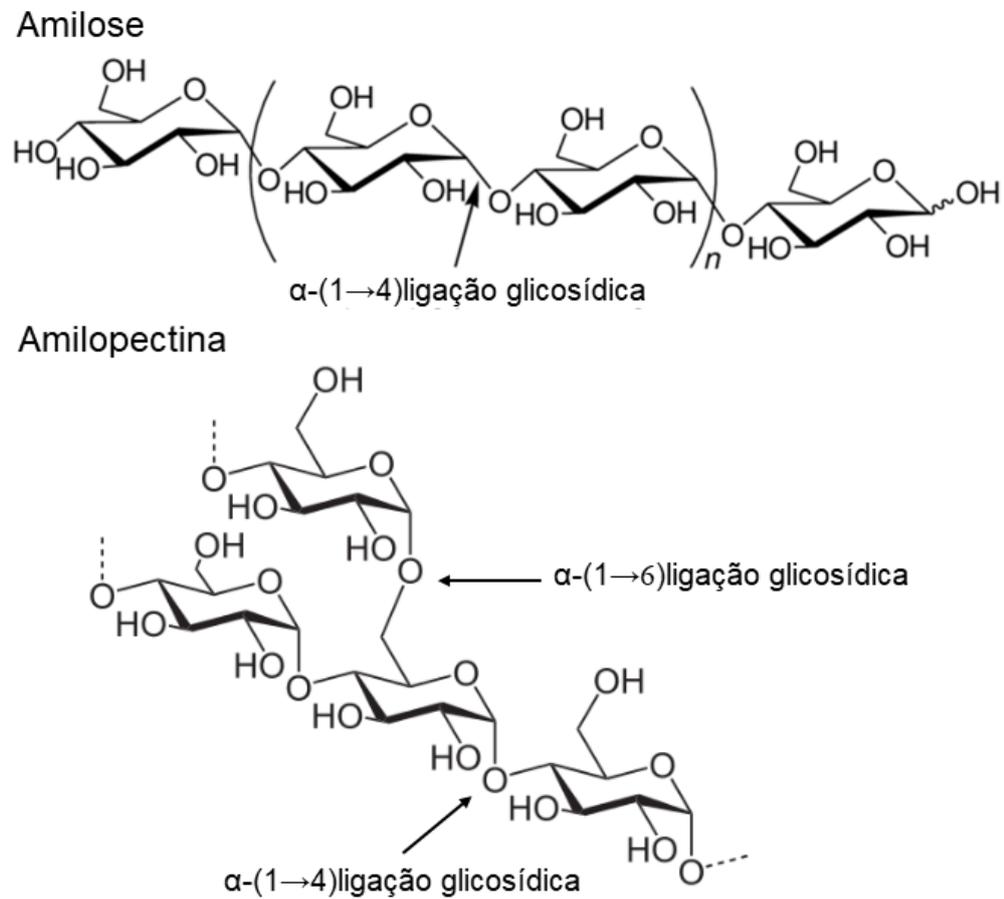
Estruturalmente, o amido é um homopolissacarídeo composto por cadeias de amilose e amilopectina. A Figura 7 apresenta a estrutura molecular da amilose e amilopectina que compõe o amido. Amilose é uma molécula formada por resíduos de glicose, um polímero linear de moléculas de D-glicopiranoose, ligadas por ligações glicosídicas $\alpha(1\rightarrow4)$, assumindo um arranjo helicoidal (DENARDIN E SILVA, 2009). A amilopectina é a molécula mais abundante nos diferentes tipos de amido, formada também moléculas de D-glicopiranoose unidas por ligações glicosídicas $\alpha(1\rightarrow4)$, fortemente ramificada, com 4% a 6% de ligações $\alpha(1\rightarrow6)$ (DENARDIN E SILVA, 2009).

O amido é considerado uma matéria-prima promissora para o desenvolvimento de novos materiais devido à possibilidade de ser convertido em um material termoplástico (NEELAM et al., 2012).

O amido termoplástico é um material semicristalino obtido a partir de um agente plastificante introduzido nas moléculas do amido. As vantagens deste material vêm da facilidade de manipulação e processamento, possuindo vantagens ambientais, que tornam os filmes de amido ainda mais atrativos (DENARDIN E SILVA, 2009; JENSEN et al., 2009). Porém, algumas características do filme de amido puro são pouco atrativas ao mercado consumidor, sendo necessário o acréscimo de materiais diversos ao filme para garantir qualidades mecânicas apropriadas (NEELAM et al., 2012).

A combinação do amido com fibras de celulose é uma maneira de melhorar o desempenho mecânico de materiais à base de amido. Em particular, nanocelulose como o NCB, ganharam atenção crescente na última década por causa de suas propriedades mecânicas únicas (TOMÉ et al., 2013).

Figura 7 - Estrutura molecular do amido (amilose e amilopectina).



Fonte: Autora (2020).

A formação de aerogéis poliméricos através da técnica de liofilização é um processo rápido, econômico e eficaz. Durante o congelamento, o amido dissolvido e as nanofibras de celulose se concentram em regiões ao redor dos cristais de gelo formados. Com a secagem, os cristais de gelo são sublimados mantendo então os poros, nos espaços ocupados pelo cristal de gelo. O principal objetivo da liofilização é evitar o colapso da estrutura porosa (SVAGAN; HEDENQVIST; BERGLUND, 2010).

2.5 MATERIAIS E MÉTODOS

2.5.1 Micro-organismo e Inóculo

A bactéria *K. hansenii*, ATCC 23769, utilizada neste estudo, foi obtida da Coleção de Culturas Tropicais (CCT) - Fundação André Tosello.

O inóculo foi preparado utilizando-se 5% (v/v) de inóculo obtido de uma cultura estoque, em meio de cultivo contendo 3 g L⁻¹ de peptona, 5 g L⁻¹ de extrato de levedura e 25 g L⁻¹ de manitol.

2.5.2 Produção do nanocompósito NCB/AT

Para a produção do nanocompósito hidrogel NCB/AT foi utilizado 3% de amido de mandioca comercial (Yoki, Brasil) gelificado em água destilada, a 90 °C, sob agitação, utilizando glicerol (Nuclear-PA) e 0,30 g g⁻¹ de amido seco como agente plastificante. Na sequência foram adicionados ao amido gelificado os componentes para meio de cultivo bacteriano, como segue: 3 g L⁻¹ de peptona, 5 g L⁻¹ de extrato de levedura e 20 g L⁻¹ de glicerol. A suspensão obtida foi autoclavada a 121 °C por 20 minutos.

O cultivo foi realizado em frascos Erlenmeyer de 125 ml contendo 30 ml de meio de cultivo e 20% (v/v) de inóculo. Os frascos foram mantidos à 30 °C, em incubadora DBO, por 10 dias. Após este período, o material gelatinoso foi coletado, lavado em água e submetido à purificação em uma solução de NaOH 0,1 M, à 60 °C por 24 h, para eliminar resíduos de células e contaminantes do meio de cultivo. Na sequência, as amostras, na forma de hidrogel, foram lavadas com água até atingirem o pH neutro e armazenadas em água destilada, no refrigerador, para serem utilizadas no preparo do aerogel.

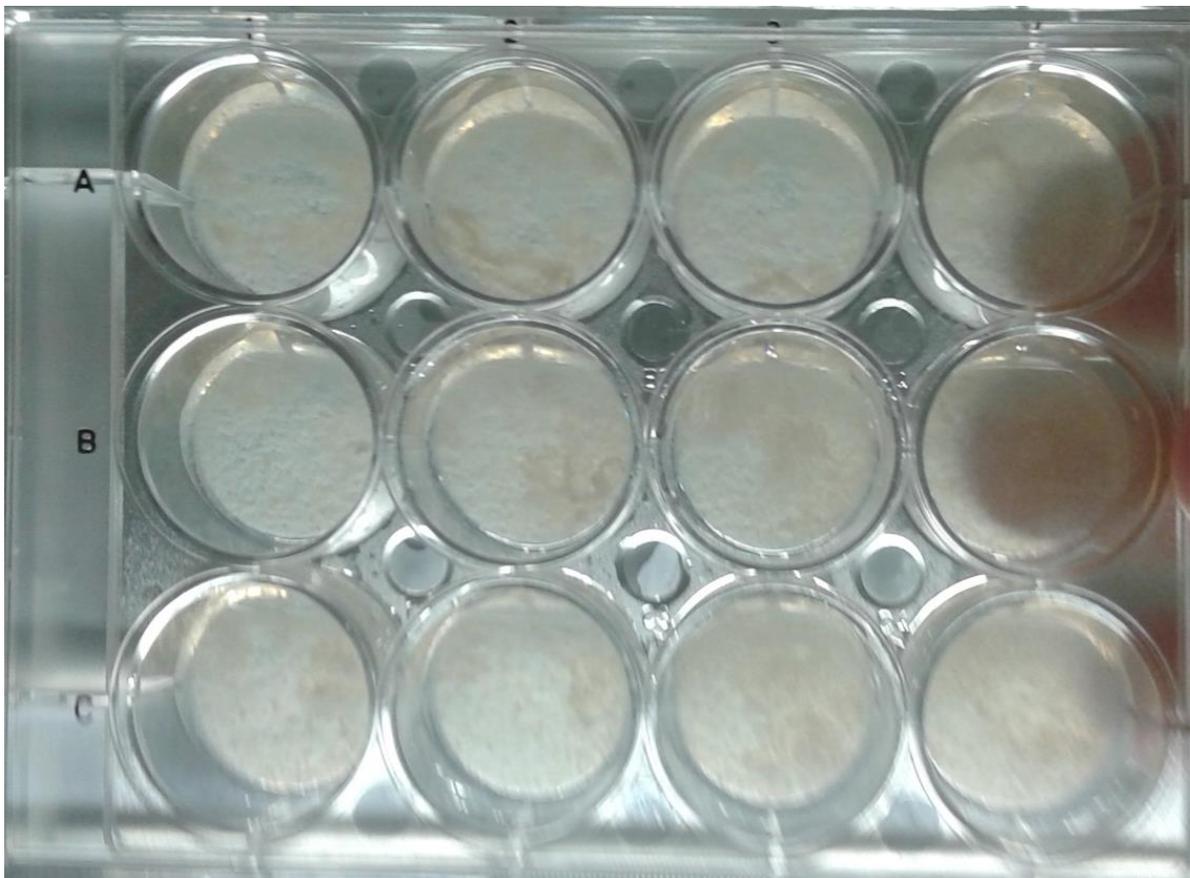
2.5.3 Preparação do aerogel

O aerogel foi obtido a partir do hidrogel NCB/AT. Primeiramente o hidrogel preparado anteriormente foi triturado e 2 ml foram colocados em poços de uma placa poliestireno para cultura de células de 12 poços (Figura 8). Adicionou-se em cada poço da placa 1 mL de uma solução de meio de cultivo estéril, preparado conforme descrito anteriormente para a produção do inóculo, contendo 20% de inóculo retirado a partir de uma cultura estoque. Manteve-se a placa à 30 °C, em incubadora DBO, por

seis dias. Este segundo passo do cultivo serviu para unir o hidrogel com amido previamente triturado e transforma-lo em um bloco único novamente.

Após o período de incubação, o material gelatinoso foi coletado, lavado em água e novamente submetido à purificação em uma solução de NaOH 0,1 M, à 60 °C por 12 horas, para eliminar resíduos de células e contaminantes do meio de cultivo. Na sequência, as amostras foram lavadas com água até atingirem o pH neutro e foram submetidas ao processo de liofilização para obtenção do aerogel (congeladas e secas sob vácuo (liofilizada a -55 °C) durante 24 horas.

Figura 8 - Placa poliestireno para cultura de células contendo o hidrogel NCB/AT triturado e inoculado com bactérias para a agregação.



Fonte: Autora (2020).

2.5.4 Análise da morfologia e microestrutura do aerogel

A morfologia e microestrutura das amostras foram caracterizadas por MEV. Para as observações no MEV o aerogel obtido por liofilização (congelamento e vácuo) foi colocado sobre um suporte de alumínio e a superfície foi recoberta com uma

camada de ouro de 30 nm, utilizando um metalizador Leica EM SCD 500. As observações foram realizadas em um microscópio da marca JEOL modelo JSM-6390 LV. Os elétrons foram acelerados com uma tensão de 10 kV.

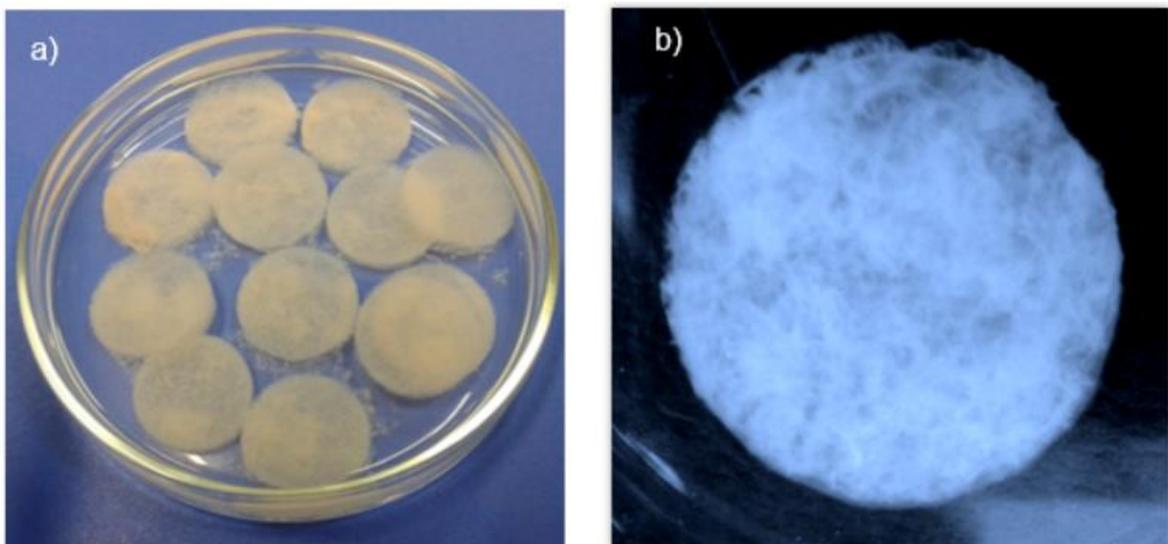
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O hidrogel NCB/AT foi preparado a partir do cultivo da bactéria *K. hansenii* em meio nutriente contendo amido gelatinizado. Utilizou-se glicerol como fonte carbônica para o crescimento microbiano por ser um resíduo da produção de biodiesel. Assim, foi possível adicionar valor agregado ao material obtido. O glicerol mostrou-se eficiente para o desenvolvimento das bactérias nas condições de cultivo adotadas.

O aerogel foi obtido a partir do hidrogel NCB/AT produzido, que foi triturado para facilitar a homogeneização e moldagem do material hidrogel em poços da placa de poliestireno. Nos poços contendo o hidrogel triturado foram inoculados com as bactérias produtoras de nanocelulose, para que o material triturado fosse novamente aglutinado como um hidrogel no formato de interesse. O hidrogel que se formou nos poços da placa foi purificado e submetido então ao processo de liofilização para obter o aerogel.

Na Figura 9 são apresentadas imagens dos hidrogéis e aerogel obtidos.

Figura 9 – (a) Hidrogel NCB-AT. (b) Aerogel NCB-amido, após a liofilização.



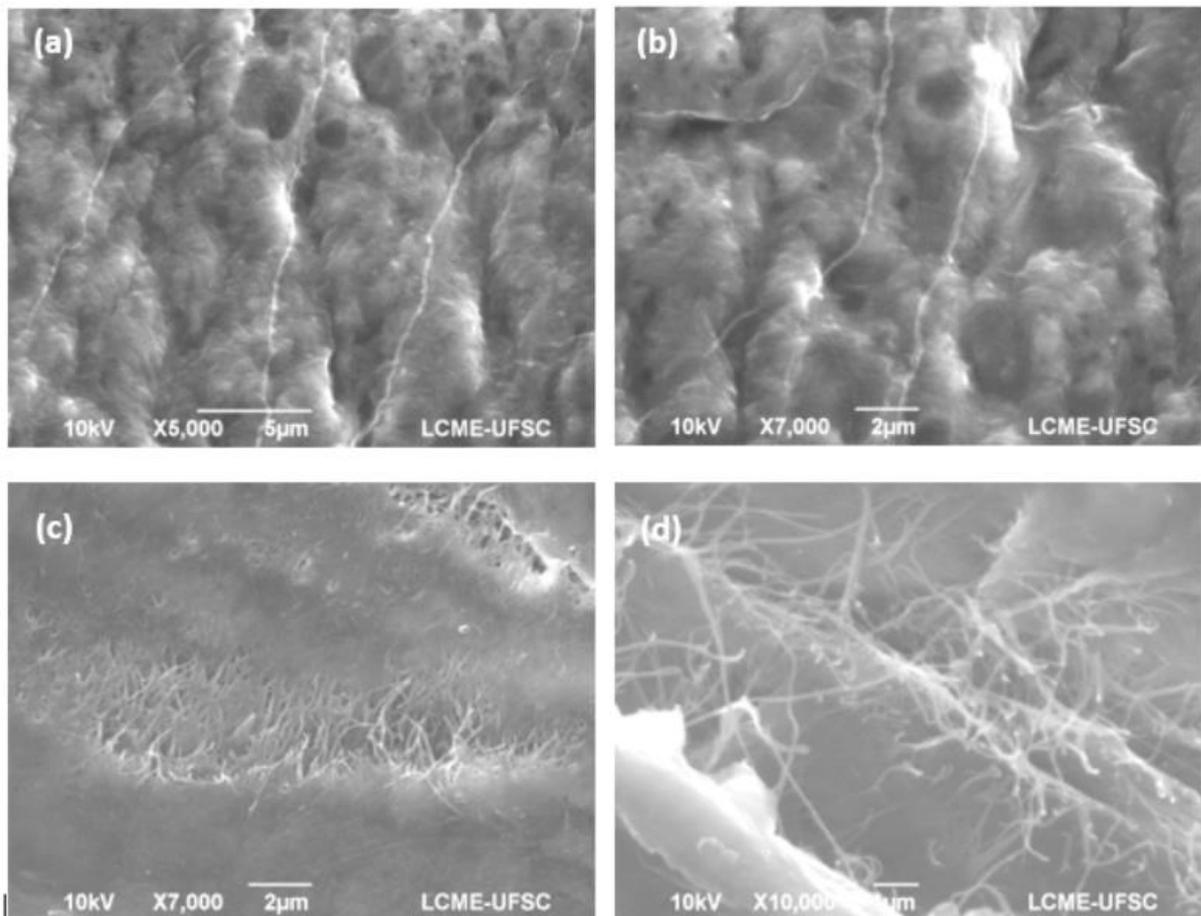
Fonte: Autora (2020).

A Figura 9 (a) apresenta os hidrogéis NCB/AT após o processo moldagem nas placas de cultura, aglutinação pelas bactérias e purificação para eliminar as bactérias e contaminantes do meio de cultivo, prontos para o processo de liofilização. A Figura

9 (b) apresenta o aerogel obtido após o processo de liofilização. É possível observar que os aglomerados foram aglutinados pela NCB produzidas pelas bactérias na segunda etapa do cultivo.

A Figura 10 mostra micrografias obtidas por MEV do aerogel NCB/AT. Pode-se observar uma rede entrelaçada de nanofibras de NCB imersa em uma matriz de amido distribuído de forma homogênea e aleatória. É possível observar ainda que o processo de liofilização possibilita manter da estrutura porosa.

Figura 10 - Micrografias do aerogel NCB/AT. Em (a) e (b) superfície do aerogel, ampliação 5000x, 7000x respectivamente. Em (c) e (d) seção transversal do aerogel com ampliação 7000x e 10000x respectivamente.



Fonte: Autora (2020).

Na Figura 10 (a) e (b) apresenta micrografias obtidas por MEV, que mostra a superfície do aerogel onde se pode observar uma rede de nanofibras recobertas por amido. Já as Figuras 10 (c) e (d) mostram seções transversais do aerogel NCB-amido.

É possível visualizar uma densa rede de nanofibras entrelaçadas, imersas em uma matriz de amido.

A partir do MEV (Figuras 10 (c) e (d)) observa-se o crescimento e entrelaçamento das nanofibras de celulose, as quais possuem alta razão de espectro (comprimento/diâmetro). De acordo com a literatura, a razão de espectro da celulose bacteriana é aproximadamente 50 (KLEMM et al, 2005).

4 CONCLUSÕES

O amido provém de recursos renováveis, tem boa biodegradabilidade, baixa toxicidade e baixo custo, juntamente com sua característica termoplástica torna uma matéria prima promissora para a produção de novos materiais. A celulose bacteriana atua melhorando as propriedades mecânicas do amido, sendo também um material biodegradável, renovável e que, em sua formação, utilizou o glicerol, que é um resíduo na produção do biodiesel e agrega ainda mais valor ao produto.

A obtenção de um aerogel proveniente da combinação destes recursos amplia ainda mais as possibilidades de aplicações, já que é um material extremamente leve e poroso, com baixo impacto ambiental e propriedades muito interessantes para isolamento térmico e acústico.

Os resultados obtidos neste trabalho foram bastante satisfatórios, devido à qualidade do aerogel criado e caracterizado. Estudos futuros poderão ser empregados para detalhar ainda mais as propriedades e possibilidades de aplicações para este material.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Aerogéis possuem características muito distintas e vantajosas e com a crescente preocupação com meios sustentáveis de produção. O amido e a celulose são ótimas matérias primas para sua confecção pois além do baixo custo da matéria prima permitem um melhor uso de nossos recursos naturais.

Existem muitas possibilidades de estudo sobre o tema, tanto para desenvolver o uso comercial do aerogel aproveitando de suas propriedades quanto no desenvolvimento e aprimoramento de sua produção, tornando-a mais eficaz, com menor custo e possível em maior escala.

REFERÊNCIAS

AEGERTER, M.; LEVENTIS, N.; KOEBEL, M. **Aerogels handbook – Advances in sol-gel derived materials and technologies**. Springer. 2011.

BAKIERSKA, M.; CHOJNACKA, A.; SWIETOSLAWSKI, M.; NATKANSKI, P.; GAJEWSKA, M.; RUTKOWSKA, M.; MOLEND, M. Multifunctional carbon aerogels derived by sol-gel process of natural polysaccharides of different botanical origin. **Materials**, v. 10, p. 1336, 2017.

BRANDES, R.; DE SOUZA, L.; CARMINATTI, C.; RECOUVREUX, D. Production with a high yield of bacterial cellulose nanocrystals by enzymatic hydrolysis. **International Journal of Nanoscience**, v. 18, n. 5, p. 1950015-1950023, 2019.

BRITO, G. F.; AGRAWAL, P.; ARAÚJO, E. M.; MÉLO, T. J. A. Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 6, n. 2, p. 127-139, 2011.

BUCHTOVÁ, N.; BUDTOVA, T. Cellulose aero-, cryo- and xerogels: Towards understanding of morphology control. **Cellulose**, v. 23, p. 2585–2595, 2016.

CHANG, X.; CHEN, D.; JIAO, X. Starch-derived carbon aerogels with high-performance for sorption of cationic dyes. **Polymer**, v. 51, p. 3801–3807, 2010.

CHANG, P. R.; YU, J. G.; MA, X. F. Preparation of porous starch and its use as a structure-directing agent for production of porous zinc oxide. **Carbohydrate Polymers**, v. 83, p. 1016-1019, 2011.

DE FRANCE, K. J., HOARE, T., CRANSTON, E. D. Review of hydrogels and aerogels containing Nanocellulose, **Chemistry of Materials**, v. 29, n. 11, p. 4609–4631, 2017.

DE SOUZA, A. C.; DIAS, A. M.; SOUSA, H. C.; TADINI, C. C. Impregnation of cinnamaldehyde into cassava starch biocomposite films using supercritical fluid technology for the development of food active packaging. **Carbohydrate Polymers**, v. 102, p. 830–837, 2014.

DENARDIN, C. C.; SILVA, L. P. Estrutura dos grânulos de amido e sua relação com propriedades físico-químicas. **Ciência Rural**, v. 39, n.3, p. 945-954, 2009.

DRUEL, L.; BARDL, R.; VORWERG, W.; BUDTOVA, T. Starch aerogels: A member of the family of thermal superinsulating Materials. **Biomacromolecules**, v.18, p. 4232–4239, 2017.

GARCÍA-GONZÁLEZ, C.A.; ALNAIEF, M.; SMIRNOVA, I. Polysaccharide-based aerogels—Promising biodegradable carriers for drug delivery systems. **Carbohydr. Polym.**, v. 86, p. 1425–1438, 2011.

GARCÍA-GONZÁLEZ, C. A.; CAMINO-REY, M. C.; ALNAIEF, M., ZETZL, C.; SMIRNOVA, I. Supercritical drying of aerogels using CO₂: Effect of extraction time on the end material textural properties. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 66, p. 297–306, 2012.

HRUBESH, L.W. Aerogel applications. **J. Non-Cryst. Solids**, v. 225, p. 335–342, 1998.

INNERLOHINGER, J.; WEBER, H.K.; KRAFT, G. Aerocellulose: Aerogels and aerogel-like materials made from cellulose. **Macromol. Symp.**, v. 244, p. 126–135, 2006.

ISMAIL, H.; IRANI, M.; AHMAD, Z. Starch-based hydrogels: Present status and applications. **International Journal of Polymeric Materials**, v. 62, p. 411–420, 2013.

JENSEN, S.; GROSSMANN, M.V.E.; MALI, S. Microestrutura e estabilidade de filmes de amido de mandioca adicionados de emulsificantes com diferentes equilíbrios hidrofílico/lipofílico. **Braz J Food Technol.** v. 12, p. 97–105, 2009.

KESHK, S. M. Bacterial Cellulose Production and its Industrial Applications. **Journal of Bioprocessing & Biotechniques**, v. 04, n. 02, p. 1–10, 2014.

KISTLER, S. Coherent Expanded Aerogels and Jellies. **Nature**, v. 127, p. 741, 1931.

KLEMM, D.; HEUBLEIN, B.; FINK, H-P.; BOHM, A. Cellulose: fascinating biopolymer and sustainable raw material. **Angew. Chem.**, v. 44, p. 2–37, 2005.

KLEMM, D.; SCHUMANN, D.; KRAMER, F.; HESSLER, N.; HORNING, M.; SCHMAUDER, H-P.; MARSCH, S. Nanocelluloses as innovative polymers in research and application. **Adv. Polym. Sci.**, v. 205, p. 49–96, 2006.

KLEMM, D.; SCHUMANN, D.; KRAMER, F.; HESLER, N.; KOTH, D.; SULTANOVA, B. Nanocellulose materials – different cellulose, different functionality. **Macromol. Symp.**, v. 280, p. 60–71, 2009.

LI, M-C.; WU, Q.; SONG, K.; LEE, S.; QING, Y.; WU, Y. Cellulose Nanoparticles: Structure-Morphology-rheology relationships. **ACS Sustainable Chem. Eng.**, v. 3, p. 821–832, 2015.

LIEBNER, F.; HAIMER, E.; WENDLAND, M.; NEOUZE, M.A.; SCHLUFTER, K.; MIETHE, P.; HEINZE, T.; POTTHAST, A.; ROSENAU, T. Aerogels from unaltered bacterial cellulose: Application of scCO₂ drying for the preparation of shaped, ultra-lightweight cellulosic aerogels. **Macromol. Biosci.**, v. 10, p. 349–352, 2010.

MEHLING, T. ; SMIRNOVA, I. ; GUENTHER, U. ; NEUBERT, R. H. H. Polysaccharide-based aerogels as drug carriers. **Journal of Non-crystalline Solids**, v. 355, p. 2472–2479, 2009.

MIAO, Z.; DING, K.; WU, T.; LIU, Z. ; HAN, B.; AN, G.; MIAO, S.; YANG, G. Fabrication of 3D networks of native starch and their application to produce porous inorganic oxide networks through a supercritical route. **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 111, n. 3, p. 104–109, 2008.

MOON, R. J.; MARTINI, A.; NAIRN, J.; SIMONSEN, J.; YOUNGBLOOD, J. Cellulose nanomaterials review: Structure, properties and nanocomposites. **Chem. Soc. Rev.**, v. 40, p. 3941–3994, 2011.

MOHITE, B. V.; PATIL, S. V. A novel biomaterial: Bacterial cellulose and its new era applications. **Biotechnology and Applied Biochemistry**, v. 61, n. 2, p. 101–110, 2014.

NEELAM, K.; VIJAY, S.; LALIT, S. Various Techniques for the modification of starch and the applications of its derivatives. **International Research Journal of Pharmacy**, v. 3, p. 25–31, 2012.

QUIGNARD, F., VALENTIN, R., & DI RENZO, F. Aerogel materials from marine polysaccharides. **New Journal of Chemistry**, v. 32, p. 1300–1310, 2008.

RECOUVREUX, D.; RAMBO, C. R.; BERTI, F. V.; CARMINATTI, C. A. Novel three-dimensional cocoon-like hydrogels for soft tissue regeneration, **Materials Science and Engineering C**, v. 31, p. 151–157, 2011.

ROY, D.; SEMSARILAR, M.; GUTHRIE, J. T.; PERRIER, S. Cellulose modification by polymer grafting: a review. **Chem. Soc. Rev.**, v. 38, p. 2046–2064, 2009.

ŠTURCOVÁ, A.; HIS, A. I.; APPERLEY, D. C.; SUGIYAMA, J.; JARVIS, M. C. Structural Details of Crystalline Cellulose from Higher Plants. **Biomacromolecules**, v. 5, p. 1333-1339, 2004.

SVAGAN, A. J.; HEDENQVIST, M.S.; BERGLUND, L. Reduced water vapour sorption in cellulose nanocomposites with starch matrix. **Composites Science and Technology**, v. 69, p. 500–506, 2009.

TOMÉ, L. C.; FERNANDES, S. C. M.; PEREZ, D. S.; SADOCCO, P.; SILVESTRE, C. PASCOAL NETO, A. J. D.; MARRUCHO, I. M.; FREIRE, C, S. R. The role of nanocellulose fibers, starch and chitosan on multipolysaccharide based films. **Cellulose**, v. 20, p. 1807-1818, 2013.

UBEYITOGULLARI, A.; BRAHMA, S.; ROSE, D. J.; CIFTCI, O. N. In vitro digestibility of nanoporous wheat starch aerogels. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 66, p. 9490–9497, 2018.

WANG, X.; ZHANG, Y.; JIANG, H.; SONG, Y.; ZHOU, Z.; ZHAO, H. Tert-butyl alcohol used to fabricate nano-cellulose aerogels via freeze-drying technology. **Mater. Res. Express**, v. 4, 2017.

WANG, Y.; CHEN, X.; KUANG, Y.; XIAO, M.; SU, Y.; JIANG, F. Microstructure and filtration performance of konjac glucomannan-based aerogels strengthened by wheat straw. **International Journal of Low Carbon Technologies**, v. 13, p. 67–75, 2018.

ZHANG, X.; YU, Y.; JIANG, Z.; WANG, H. The effect of freezing speed and hydrogel concentration on the microstructure and compressive performance of bamboo-based cellulose aerogel. **J. Wood Sci.** 2015, 61, 595–601.

ZHOU, C.; WU, Q. Recent development in applications of cellulose nanocrystals for advanced polymer-Based nanocomposites. **IntechOpen**, 2012.

ZHU, F. Starch based aerogels: Production, properties and application. **Trends in Food Science & Technology**, 89, 1-10, 2019.

AGRADECIMENTOS

Agradecimentos: Ao Conselho Nacional de desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes) pelo suporte financeiro. Gostaríamos de agradecer ainda ao LCME-UFSC pelo suporte técnico durante o trabalho de microscopia eletrônica.