AVALIAÇÃO MORFOLÓGICA DE NANO-CRISTAIS DE CELULOSE PARA POSTERIOR INCORPORAÇÃO EM HIDROGÉIS PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS

Lara Soares Dias dos Santos, UFVJM, lara.soares@ufvjm.edu.br, 0000-0003-4694-2557
Nathália da Cunha Silva, UFVJM, nathalia.cunha@ufvjm.edu.br, 0000-0003-2779-0535
Jordane S. Rodrigues, UFVJM, jordane.rodrigues@ufvjm.edu.br, 0000-0001-8848-8597
Jhonatan F. B. Vasquez, AMBER/School of Chemistry, Trinity College Dublin, baezj@tcd.ie, 0000-0002-7267-6590
Aislan E. Paiva, AMBER/School of Chemistry, Trinity College Dublin, esmerala@tcd.ie, 0000-0003-2231-0360
Fernanda G. L. M. Borsagli, UFVJM, fernanda.borsagli@ufvjm.edu.br, 0000-0002-0202-2452

RESUMO

Os hidrogéis são materiais que têm a capacidade de adsorver grandes quantidades de água, devido a presença de grupos hidrofílicos em sua composição. Desse modo, a incorporação de nano-cristais de celulose é uma alternativa interessante, visto que os nano-cristais possuem características interessantes como atividade antimicrobiana. Assim, as fibras naturais são uma alternativa viável para se extrair esses nano-cristais, uma vez que as fibras são abundantes e sustentáveis, pois irão agredir menos o meio ambiente. Neste trabalho em específico, utilizou-se a fibra da *Ceiba speciosa*, conhecida como Paneira rosa, abundante em boa parte do território brasileiro, no cerrado. Essa fibra apresenta características de ser unicelular, de morfologia não torcida, e formato liso e cilíndrico. Além disso, é uma fibra inutilizada, pois ela tem como papel espalhar a semente da paneira. Neste trabalho foi realizada a produção de nano-cristais de celulose a partir da fibra da *Ceiba speciosa* para aplicações biomédicas, inicialmente foi feito o pré-tratamento com duas rotas químicas distintas, com ácido sulfúrico e ácido clorídrico em diferentes proporções, para posterior extração, após realizou-se a caracterização dos nano-cristais de celulose por MEV. Os resultados apresentaram a formação de nano-cristais aciculares de tamanho de 30 nm, sugerindo ser uma nova fonte de matéria-prima de celulose para a produção de nano-cristais para aplicações biomédicas.

Palavras-chave: Hidrogéis. Nanocristais de celulose. Calotropis procera

1 Introdução

A evolução dos materiais sempre foi algo primordial na vida dos seres humanos, visto que são úteis na melhoria da qualidade de vida, principalmente aqueles relacionados a área da saúde. Nesse sentido, pode-se perceber o desenvolvimento de curativos, implantes, medicamentos, próteses, dentre outros.

Na área da saúde, há o interesse em materiais com propriedades relevantes tais como a engenharia de tecidos. Esses materiais são chamados de biomateriais, os quais podem ser naturais ou sintéticos e, quando está em contato com o sistema biológico é capaz de reparar ou substituir tecido, órgão ou função no organismo.

Dentro da variedade dos biomateriais, encontram-se os hidrogéis. Os hidrogéis são redes poliméricas tridimensionais com capacidade para adsorver grande quantidade de água, além de fluidos biológicos. A capacidade de adsorção se deve a presença de grupos químicos como -OH, -CONH, -$CONH_2$ e -SO_3H na estrutura formada pelo polímero, em alguns casos, essa adsorção pode chegar até 90 % (m/m) (BUENO, 2010). Dessa forma, o

que compromete a adsorção de água são a hidrofilicidade das cadeias poliméricas e a densidade do agente reticulante (CASSOL, FANTINEL e SILVA, 2020)

Os hidrogéis podem ser obtidos a partir de fontes naturais ou sintéticas. Um exemplo de hidrogels natural são as gelatinas, já os sintéticos para a produção de hidrogéis, são a quitosana, o poli (óxido de etileno), poli (álcool vinílico) e a polivinilpirrolidona (PVP) (ROSIAK, 2002). Devido a variedade de tipos de hidrogéis, é possível obter múltiplas aplicações. Os hidrogéis têm aplicação em regeneração epitelial, lentes de contato, odontologia, implantes, liberação de fármacos e oftalmologia, dentre outros.

Uma alternativa nesses hidrogéis, é a incorporação de nano-cristais de celulose. Sendo considerado um material inovador, os nano-cristais de celulose são encontrados nas fibras dos domínios cristalinos, possui de 5 a 20 nm de largura e 100 a 500 nm de comprimento (NANOTECNOLOGIA, 2020).

Nesse contexto, utilizar fibras naturais vem se tornando promissor devido aos benefícios como serem de fonte renovável, disponibilidade, boa abrasividade e biodegradável. A Paneira rosa, espécie de planta pertencente à família da *Malvaceae*, encontrada em boa parte do território brasileiro, especialmente na Região Sudeste, é uma planta com potencial para se extrair tal material inovador. Sua fibra conhecida como *Ceiba speciosa*, possui formato cilíndrico, oco com um lúmen, distinguindo-se de outras fibras por apresentar leveza por apresentar cerca de 80 % de porosidade (LEAL *et al.*, 2021; JESUS *et al.*, 2019).

Nesse enfoque, o presente trabalho teve como objetivo sintetizar nano-cristais de celulose a partir da fibra da *Ceiba speciosa*, avaliando seu potencial para incorporação com o hidrogel.

2 Materiais e métodos

Os materiais e reagentes utilizados foram ácido acético (37 %), hidróxido de sódio (98,83 %), peróxido de hidrogênio (98,5 %). A fibra da *Ceiba speciosa* foi utilizada para extração, em todas as soluções foi utilizada água deionizada a temperatura ambiente. As amostras da fibra foram obtidas no cerrado da região Norte de Minas Gerais, na cidade de Janaúba e armazenadas em um recipiente plástico para posterior utilização. Para a etapa de pré-tratamento utilizou-se 1 g da fibra, a fibra foi lavada várias vezes com água deionizada e seca em estufa à 40 ºC. Após, as fibras foram imersas em solução de NaOH (2 % em peso) e deixadas sob agitação durante 3 horas em temperatura ambiente. Depois, acrescentou-se à fibra 46,5 mL de ácido acético com 150 µL de ácido clorídrico em 3,5 mL de água deionizada sob agitação por 3 horas em temperatura ambiente. A extração dos nano-cristais de celulose foi obtida através de dois métodos adaptados propostos por Lin *et al*. (2012) e Vasconcelos *et al.* (2017). No primeiro, as fibras foram acrescidas de uma solução de ácido sulfúrico 63 % em peso sob agitação por 1 hora. Após, a solução foi acrescida 300 mL de água gelada e a solução foi centrifugada várias vezes, retirando-se o sobrenadante. Então a solução foi dialisada e guardada em geladeira para posterior uso e caraterização. Na segunda metodologia, as fibras pré-tratadas foram imersas em uma solução de 20,4 mL de ácido sulfúrico, acrescido de 14,4 mL de ácido clorídrico e 25,2 mL de água deionizada sob agitação por 1 hora. Após, 300 mL de água deionizada gelada foi adicionado ao processo para finalizar a hidrólise. Por fim, a solução foi centrifugada várias vezes, retirando-se o sobrenadante. Então a solução foi dialisada e guardadas em geladeira para posterior uso e caracterização.

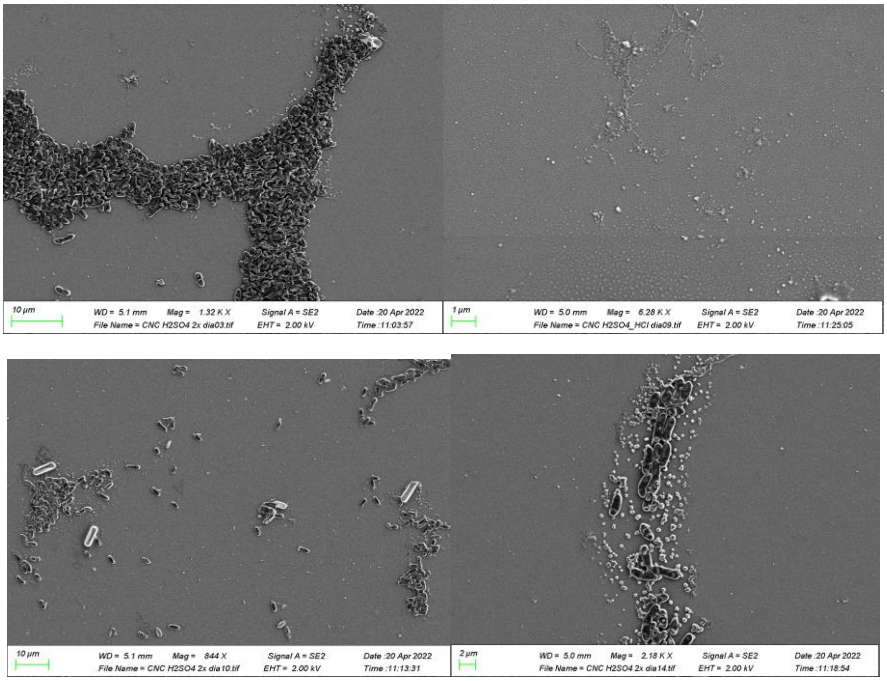
A caracterização morfológica dos nano-cristais foram realizadas utilizando-se a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), em equipamento (SEM, FEI-FEG-FIB-QUANTA 3D) acoplado com espectroscópio de dispersão de energia (EDX, EDAX

Bruker), com resolução de 0,8 nm. A princípio, a amostra foi metalizada com uma fina camada de carbono (30 nm) e as imagens foram obtidas pelo método de elétrons secundários, com ampliações de 350x na área superficial. A distribuição de diâmetro e comprimento do CNC obtido foi analisada usando o *software Image J*.

3 Resultados

Os resultados apresentados pelo MEV são mostrados na Figura 1.

Figura 1: Imagens de MEV com aumento de 350x



Fonte: Autora, 2022.

4. Análise e discussão

A avaliação morfológica dos nano-cristais de celulose, obtidas por MEV, mostrou a variação da fibra ao longo dos dias 3, 9, 10 e 14 (Figura 1). Em que podemos observar que no dia 3, apresentou estrutura mais organizada. Os nano-cristais apresentaram morfologia bastante heterogênea na rota com ácido clorídrico. Já nos nano-cristais na rota apenas com ácido sulfúrico, a morfologia foi mais homogênea e no formato acicular, comumente relatado na literatura. Já em relação à porosidade foi maior nas amostras com ácido clorídrico. Os tamanhos dos nano-cristais ficaram na faixa de 30 nm, independente da rota, embora na rota com ácido sulfúrico houve maior heterogeneidade estatisticamente falando.

5. Conclusões

Os resultados indicaram a formação de nano-cristais com formação acicular de tamanho em torno de 30 nm, indicando que esta biomassa subutilizada pode ser explorada como uma nova fonte de matéria-prima de celulose para a produção de nano-cristais com potencial para múltiplas aplicações.

Agradecimentos

Os autores agradecem o BIOSEM-LESMA/UFVJM e o AMBER/Trinity College Dublin pelas análises e caracterizações químicas realizadas. Assim como a FAPEMIG (APQ-02565-21), CAPES, CNPq e UFVJM pelo suporte financeiro ao projeto.

Referências

BUENO, V. A. B. Produção de hidrogéis micro e nanoestruturados. Tese (Doutorado) - Instituto de Química da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

CASSOL, V.; FANTINEL, L.; SILVA, W. L. Estudo e viabilidade do revestimento de sementes da soja no processo da germinação a partir do uso de polímero hidrogel de amido de milho. **Disciplinarum Scientia | Naturais e Tecnológicas**, v. 21, n. 1, p. 103-115, 2020.

JESUS, L. C. C.; LUZ, S. M.; LEÃO, R. M.; ZATTERA, A. J.; AMICO, S. C. Comportamento térmico de compósitos de poliestireno reciclado reforçado com celulose de bagaço de cana. **Matéria**, v. 24, n. 3, 2019.

LEAL, M. R.; FLORES-SAHAGUN, T. H. S.; FRANCO, T. S.; MUNIZ, G. I. B. Ceiba speciosa St. Hill fruit fiber as a potential source for nanocellulose production and reinforcement of polyvinyl acetate composites. **Polymer Composites**, v. 42, p. 397-411, 2021.

PEPPAS N.A.; MIKOS, A.G. Preparation methods and structure of hydrogels. In: N.A. Peppas, Editor, Hydrogels in Medicine and Pharmacy, Volume 1 - Fundamentals, CRC Press, Boca Raton, FL (1986), pp. 1–26

ROSIAK J. M. Radiation Formation of Hydrogels for Biomedical Applications, Institute of Applied Radiation Chemistry, Technical University of Lodz, Poland, 2002.