

## Determinação da cristalinidade da celulose em resíduos de banana usando espectroscopia NIR e análise multivariada.

Cleuson G. Silva (IC)<sup>1\*</sup>, Márcia.M.C.Ferreira (PQ)<sup>2</sup>, Magale K.D.Rambo(PQ)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Curso de Licenciatura em Química / UFT

<sup>2</sup>Instituto de Química/LQTA /UNICAMP

\*cleuson63@hotmail.com

Palavras Chave: biomassa residual, cristalinidade, raios-X, espectroscopia NIR, quimiometria.

### Introdução

A cristalinidade é uma propriedade importante das biomassas lignocelulósicas devido ao seu efeito significativo nas hidrólises ácida/enzimática (Li *et al.*, 2010). Normalmente, análises físico-químicas, como difração de raios-X e ressonância magnética nuclear são utilizados para revelar o conteúdo de cristalinidade. No entanto, estes são métodos caros e trabalhosos. Neste contexto, métodos que predizem rapidamente a cristalinidade são importantes. Assim o objetivo do trabalho consiste em demonstrar o potencial da espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) e a quimiometria na determinação da cristalinidade.

### Resultados e Discussão

As medidas de difração de Raios-X (usadas como método de referência) foram realizadas em um difratômetro, trabalhando com uma diferença de potencial no tubo de 30 kV e uma corrente de 20 mA. A varredura foi feita na faixa de  $5^\circ < 2\theta < 50^\circ$  e a fonte de radiação utilizada foi a Cu K $\alpha$ . O índice de cristalinidade (IC) da celulose foi calculado (Segal *et al.*, 1959) subtraindo a intensidade máxima da difração ( $22^\circ < 2\theta < 23^\circ$ ) que representa o material cristalino (Ic), da intensidade mínima da difração ( $18^\circ < 2\theta < 19^\circ$ ) que representa o material amorfo (Iam) (Figura 1). Espectros NIR das amostras de banana (caule, folhas e engaço) foram adquiridos em um espectrômetro FOSS XDS de feixe único, no modo de reflectância difusa, na faixa de 1100 a 2500 nm. Esses espectros foram pré-tratados utilizando segunda derivada com 31 pontos.

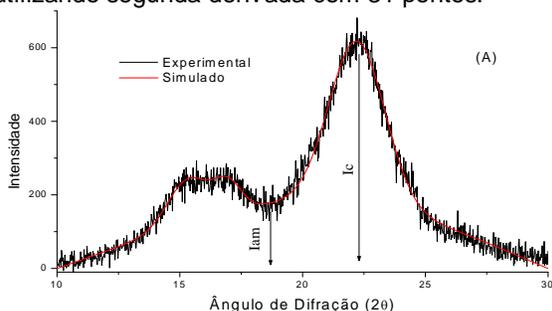


Figura 1. Difratoograma de raios-X ilustrando os picos usados no cálculo da cristalinidade.

Para prever o IC foi utilizado o método de calibração multivariada baseada na regressão por quadrados mínimos parciais (PLS). A validação dos modelos foi realizada utilizando um conjunto externo de amostras (30%). O IC calculado a partir dos difratogramas de raios-X foi associado aos espectros NIR através de modelos multivariados de calibração por PLS (Figura 2). As curvas de calibração e validação externa demonstram as concordâncias entre os valores de referência e os valores previstos, indicando que o modelo é bom, com valores de  $R^2_{cal}$  e  $R^2_{val}$  de 0,89 e 0,86 respectivamente, e baixos erros relativos (<6%).

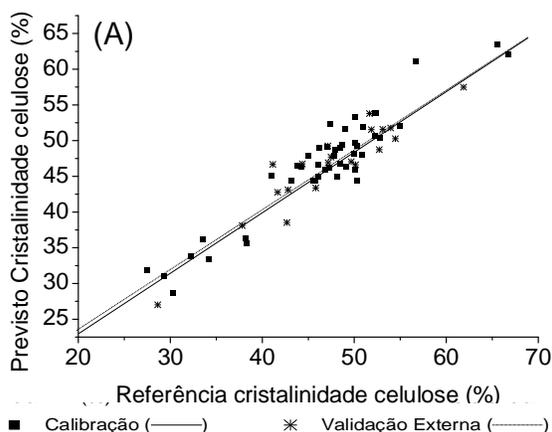


Figura 2. Gráfico de valores de referência versus previstos da calibração e validação externa para o teor de cristalinidade com 7 variáveis latentes.

### Conclusões

Os resultados da calibração e previsão demonstram que a espectroscopia NIR é adequada, e, quando acoplada a quimiometria é uma metodologia rápida, barata, e de potencial para a análise da cristalinidade em biomassas residuais de banana.

### Agradecimentos

FP7/2007-2013; DIBANET.

<sup>1</sup> Zhang, J., Wang, Y., Zhang, L., Zhang, R., Liu, G., Cheng, G. 2014. *Bioresour. Biotechnol.* 151, 402–405.

<sup>2</sup> Segal, L., Creely, J.J., Martin, A.E., Conrad, C.M., 1959. *Text. Res. J.* 29, 786–794.