

## PREPARO E CARACTERIZAÇÃO DE MICROESFERAS DE PECTINA PARA A REMOÇÃO DE POLUENTES EM AMBIENTES HÍDRICOS

MATHEUS DA SILVA GULARTE<sup>1</sup>; EMMANUEL SOUZA GARCIA<sup>2</sup>; EMANUELE FERREIRA LESSA<sup>2</sup>; ANDRÉ RICARDO FAJARDO<sup>3</sup>

<sup>1</sup>*Universidade Federal de Pelotas – omatheusgularte@gmail.com*

<sup>2</sup>*Universidade Federal de Pelotas – emmanuelsg@hotmail.com*

<sup>2</sup>*Universidade Federal de Pelotas – emanuelef.lessa@gmail.com*

<sup>3</sup>*Universidade Federal de Pelotas – drefajardo@hotmail.com*

### 1. INTRODUÇÃO

Um dos grandes desafios para a ciência está relacionado diretamente à questão da poluição ambiental em rios ou corpos d'água, pois a redução ou a eliminação de contaminantes requer um aperfeiçoamento nos processos atualmente realizados. Dessa forma, a legislação ambiental tem sido alterada no sentido de evitar ações que sejam nocivas ao meio ambiente, permitindo a utilização de diferentes recursos no tratamento destes contaminantes seguindo um modelo de desenvolvimento sustentável.

Segundo GUOHUI et al. (2012), muitos contaminantes como, por exemplo, corantes e metais utilizados nas indústrias, têm sido descartados em áreas urbanas sem preocupação com a preservação ambiental, acarretando em sérios riscos à natureza e também à saúde humana. Nesse contexto, alguns métodos para a eliminação e tratamento de efluentes têm sido investigados, porém ainda existem dificuldades no tratamento da água evitando a formação de novos poluentes. Dentre as estratégias desenvolvidas atualmente destaca-se no cenário ambiental uma nova alternativa sustentável que envolve a adsorção de efluentes industriais. Através do reuso de resíduos agroindustriais que seriam eliminados no ambiente, são preparados materiais que atuarão na remoção de substâncias tóxicas e poluentes. Para JIA et al. (2016), este método é considerado economicamente viável e eficiente por utilizar diversas fontes biológicas e pelos resultados satisfatórios obtidos na eliminação das moléculas do adsorvente sem poluições secundárias. Como afirmam CARPITA, McCANN et al. (2000), o processo envolve o uso de uma biomassa alternativa proveniente de fontes naturais, capaz de ligar-se aos contaminantes por mecanismos físico-químicos. Estudos recentes apontam a utilização de polissacarídeos altamente ramificados e hidrofílicos, como a pectina que é extraída de frutas cítricas e pode ser aplicada como adsorvente em ambientes poluídos. Com base nessas informações o trabalho teve como objetivos utilizar uma metodologia simples para extrair pectina e celulose a partir da casca e polpa de laranja; desenvolver e caracterizar microesferas PB e PB-CF para posterior aplicação como adsorventes de resíduos industriais em águas contaminadas.

### 2. METODOLOGIA

#### 2.1 EXTRAÇÃO DE PECTINA

Primeiramente, foram pesadas cascas de laranja previamente picadas e lavadas com água destilada. Em seguida as mesmas foram agitadas durante 2h à temperatura ambiente em solução ácida de ácido nítrico para extrair a pectina. A pectina foi recuperada através de uma filtração a vácuo, seguida de lavagem com água destilada até pH neutro, posteriormente o material foi seco em estufa a 50°C. A pectina extraída foi tratada com uma solução alcalina de hidróxido de sódio por 6h a 50°C e mantida sob agitação constante, após foi feita a filtração da solução e precipitação em etanol. O precipitado foi recuperado por meio da

filtração a vácuo e lavado com etanol. A pectina foi seca a vácuo em temperatura ambiente durante 48h resultando um pó acastanhado.

## 2.2 EXTRAÇÃO DE MICROFIBRAS DE CELULOSE

A polpa de laranja foi homogeneizada usando um processador de alimentos e lavada com água destilada. O material lavado foi recuperado por filtração e seco em estufa a 50°C durante 24h. Após a secagem, o bagaço foi tratado com uma solução alcalina a 3% (m/v) e deixado sob agitação a 70°C durante 2h. Em seguida, o bagaço foi recuperado e foi feita a etapa de branqueamento utilizando-se uma mistura de peróxido de hidrogênio e solução alcalina de hidróxido de sódio durante 1h a 50°C. O bagaço branqueado foi lavado com água destilada e seco em estufa a 50°C. A extração de microfibras de celulose a partir do bagaço tratado foi feita através da reação de hidrólise ácida, mantida a 70°C durante 3h sob agitação vigorosa. Em seguida, a mistura foi diluída em água fria para cessar a reação. Posteriormente, fez-se a centrifugação para que o resíduo fosse recolhido e disperso em água destilada. Foi realizada a diálise da suspensão turva obtida à temperatura ambiente durante 48h. Finalmente, as microfibras de celulose foram secas em um liofilizador.

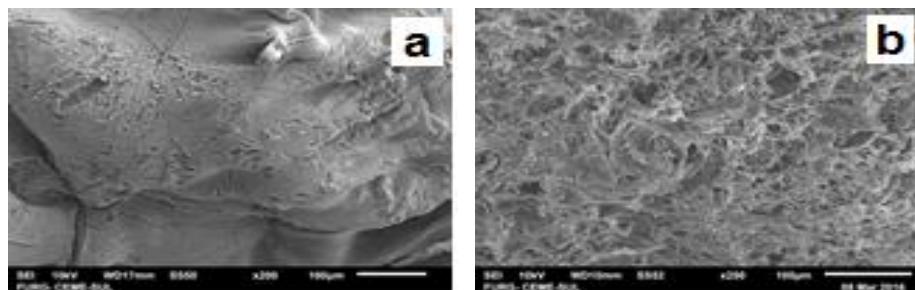
## 2.3 OBTENÇÃO DAS MICROESFERAS DE PECTINA (PB) E PECTINA/CELULOSE (PB-CF)

A pectina foi solubilizada em água destilada, e mantida sob agitação a 50°C de um dia para o outro. A solução resultante foi resfriada até temperatura ambiente e filtrada. Após, a solução foi introduzida em uma seringa de plástico equipada com um agulha de diâmetro interno conhecido e cuidadosamente gotejada em solução de  $\text{CaCl}_2$  com pH 5 para formar as microesferas. A solução reticulante foi mantida sob agitação lenta à temperatura ambiente e, em seguida, a solução de pectina foi gotejada, a uma velocidade de 1mL/min mantendo uma altura de queda de 1cm. A pectina foi reticulada pelos íons divalentes  $\text{Ca}^{2+}$  resultando em pequenas esféricas que foram mantidas na solução reticulante durante 4h. Depois disso, as microesferas foram recuperadas e lavadas muitas vezes em água destilada para remover o excesso de cálcio. As microesferas de pectina preparadas foram secas em estufa a 37°C durante 48h. A síntese das microesferas de pectina com fibras de celulose foi realizada utilizando procedimento similar, no entanto, variaram-se as proporções de microfibras de celulose para 1, 5 e 10 % (m/m) que foram adicionadas à solução de pectina antes do gotejamento. As microesferas sintetizadas foram rotuladas como PB (sem microfibras de celulose), PB-CF1, PB-CF5 e PB-CF10.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

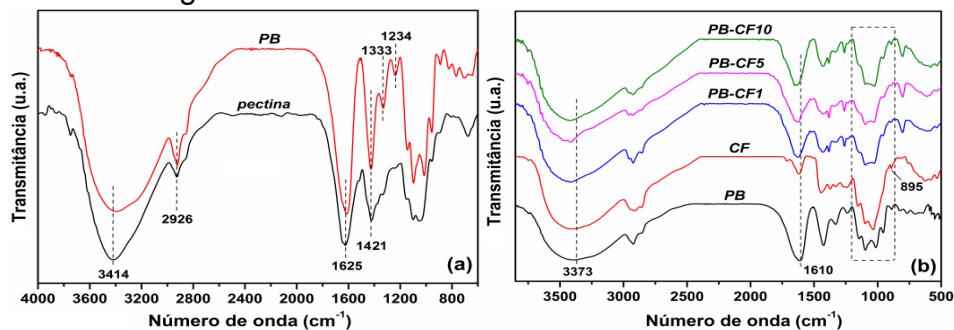
As microesferas obtidas foram caracterizadas por meio de técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) e Difração de Raio-X (DRX). Essas análises foram realizadas para a verificação das propriedades estruturais dos materiais obtidos, bem como a sua morfologia.

Na Figura 1 é possível observar as imagens de MEV das microesferas preparadas, respectivamente PB e PB-CF. A micrografia mostra que CF foi incorporada nas microesferas de pectina, causando alterações na morfologia de superfície do material, aumentando a porosidade, dessa forma, a capacidade de adsorção do material foi ampliada.



**Figura 1.** Imagens de MEV (a) PB (magnificação x200) e (b) PB-CF5 (magnificação x250).

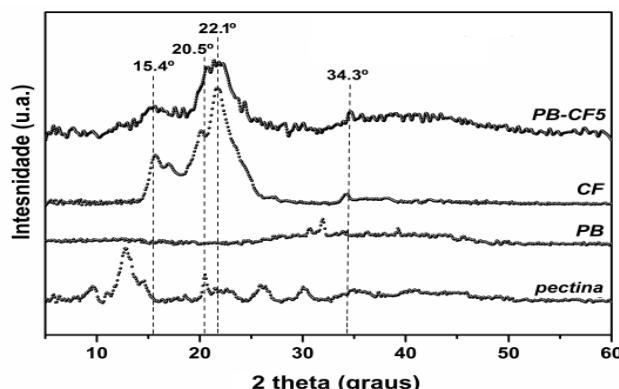
A técnica de FTIR foi utilizada para identificar a natureza química dos materiais adsorventes preparados e dos seus materiais precursores, como pode ser observado na Figura 2.



**Figura 2.** Espectros de FTIR obtidos para (a) pectina e PB e (b) PB, CF, PB-CF(1,5,10).

Como registrado nos espectros de FTIR da figura 2 a, as bandas características da pectina foram mantidas no espectro referente à PB, foram observadas respectivamente  $3414\text{cm}^{-1}$  corresponde à ligação -OH,  $2926\text{cm}^{-1}$  CH e bandas  $1624$  e  $1421\text{cm}^{-1}$  (C=O), bandas  $1250$  e  $950\text{cm}^{-1}$  são atribuídas às ligações C-C, C-O-C, C-OH confirmando a reticulação da pectina; nos espectros da figura 2B microesferas obtidas apresentam algumas modificações como as bandas da ligação C=O na região entre  $1612$  e  $1.425\text{cm}^{-1}$ , devido à ligação iônica entre íons  $\text{Ca}^{2+}$  e os grupos carboxílicos da pectina. Ainda na figura 2 b, espectros de microesferas onde foram variadas as proporções para PB-CF (1,5 e 10) confirmaram a presença de celulose na pectina reticulada, e algumas mudanças podem ser observadas entre as bandas  $1070$  e  $1040\text{cm}^{-1}$  podem ser atribuídas às ligações C-O-C, C-C e C-O. Além disso, as bandas referentes às ligações -OH nas regiões em torno de  $3373, 1612$  e  $1425\text{cm}^{-1}$  e C=O nas regiões em torno  $3424, 1626$  e  $1428\text{cm}^{-1}$ , respectivamente, ocorrem provavelmente devido à ligação de hidrogênio entre CF e a matriz de PB.

Os padrões de DRX da pectina, PB, CF e PB-CF5 são mostrados na Figura 3.



**Figura 3.** Difratograma de DRX para pectina, PB, CF e PB-CF5.

Através do difratograma da figura 3, observa-se que a pectina mostra vários picos largos de baixa intensidade bem distribuídos, segundo BAGLIOTTI MENEGUIN et al. (2014), caracteriza uma estrutura semi-cristalina, devido às ligações de hidrogênio que favorecem a ordenação das cadeias e ajudam no aparecimento de padrões cristalinos. Por outro lado, no padrão de DRX para microesferas sem celulose (PB) nota-se a ausência de picos, o que caracteriza um material amorfó devido à reticulação física das cadeias de pectina. O DRX para CF mostra os picos em torno de aproximadamente 15,4°; 16,8°; 20,5°; 22,1° e 34,1° todos característicos de celulose. O padrão de DRX da PB-CF5 apresenta picos característicos das fibras de celulose e pectina confirmando a presença da celulose na matriz microesferas de pectina. Fazendo uma comparação entre os difratogramas de PB E PB-CF observa-se que não apareceram novos picos de difração, constatando que a incorporação das microfibras de celulose não afeta significativamente a estrutura das microesferas de pectina.

#### 4. CONCLUSÕES

Neste trabalho foram extraídos componentes bioativos da laranja para que a partir dos mesmos fossem preparados materiais adsorventes, como as microesferas de pectina e microesferas de pectina/microfibras de celulose pelo método de gotejamento em solução reticulante, variando-se as concentrações de microfibras de celulose. Através das análises de caracterização foi possível confirmar que houve a incorporação de seus materiais precursores; os resultados mostraram que a variação de CF aumentou a capacidade de adsorção do material. Outros estudos de adsorção estão sendo realizados a fim de que futuramente as PB e PB-CF sejam aplicadas como material adsorvente na remoção de poluentes em ambientes hídricos contaminados. Dessa forma, conclui-se que o método utilizado é economicamente viável e de fácil reprodução, pois utiliza como matéria-prima resíduos agroindustriais.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

GUOHUI, Y. et al. International Conference on Future Energy, Environment, and Materials Removal of Methyl Orange from Aqueous Solution by Calcium Alginate/Multi-walled Carbon Nanotubes Composite Fibers. **Energy Procedia**, v. 16 (2012), p. 863-868.

JIA, Z. et al. Adsorption performance and mechanism of methylene blue on chemically activated carbon spheres derived from hydrothermally-prepared poly(vinyl alcohol) microspheres. **Journal of Molecular Liquids**, v. 220 (2016), p. 56-62.

CARPITA, N.; McCANN, M. The cell wall. In: BUCHANAN, B.; GRUISSEM, W.; JONES, R. (Eds.). **Biochemistry & molecular biology of plants**, Maryland: The American Society of Plant Biologists, (2000), p.52-108.

BAGLIOTTI MENEGUIN, A.; STRINGHETTI FERREIRA CURY, B.; EVANGELISTA, R. C. Films from resistant starch-pectin dispersions intended for colonic drug delivery. **Carbohydrate Polymers**, v. 99 (2014), p. 140-149.