

## DESENVOLVIMENTO DE MICROESFERAS MAGNÉTICAS RECOBERTAS COM PECTINA COM POTENCIAL APLICAÇÃO NA REMOÇÃO DE CORANTES

CAMILA DAS NEVES KLUMB<sup>1</sup>, GABRIELA TEIXEIRA DA SILVA<sup>2</sup>, ANDRÉ RICARDO FAJARDO<sup>3</sup>

<sup>1</sup>*Universidade Federal de Pelotas – camilaneves.lr@hotmail.com*

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

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

### 1. INTRODUÇÃO

Atualmente, a contaminação de rios por metais potencialmente tóxicos vem ocorrendo em grande escala devido à ausência de controle do despejo de efluentes urbanos e industriais. Alguns metais são considerados tóxicos para a saúde humana e de animais devido às suas propriedades químicas, como resistência e pontos de fusão e ebulição altos; a incineração de lixo urbano também produz fumaças ricas em metais, principalmente mercúrio, chumbo e cádmio (FELTRE, 1999). Todos os metais resultantes destes processos podem ser solubilizados pela água. Estes metais também podem ser provenientes de atividades como a mineração, resíduos industriais e de despejo de efluentes domésticos pela própria população (ORTIZ, 2000). Grandes investimentos têm sido realizados para preservar o meio-ambiente, principalmente com relação à poluição de rios e vertentes (CAJUSTE, 1991).

Neste intuito, o presente trabalho trata do desenvolvimento de microesferas magnéticas recobertas com o polissacarídeo pectina (Pec) para que estas atuem como potencial adsorvente de íons metálicos dispersos em meio aquoso. As microesferas foram formuladas a partir da mistura do polissacarídeo quitosana (QT) com magnetita (Mag). Posteriormente estas microesferas foram recobertas com Pec. A QT é um biopolímero obtido a partir da desacetilação total ou parcial da quitina (PERGHER, 2005). O grupamento amino presente em sua estrutura é responsável pelas propriedades adsorventes que esta apresenta para diferentes íons metálicos (TORRES, 2005). Neste trabalho, QT foi reticulada fisicamente com tripolifosfato de sódio (TPP) e no interior da microesfera foram aprisionadas nanopartículas de Mag. A Mag é um óxido de ferro magnético natural que apresenta em sua estrutura os íons ferro e oxigênio tendo como fórmula química  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . O caráter magnético da magnetita facilita, por exemplo, a rápida recuperação e/ou separação das micropartículas do meio de adsorção (FELTRE, 1999). A Pec é um polissacarídeo ramificado capaz de atrair e aprisionar moléculas de água, o que pode aumentar a capacidade de adsorção do material e facilitar sua interação com o meio, uma vez que a QT tem certa limitação quando a sua interação com a água em condições de pH próximas a neutralidade (REVISTA FOOD INGREDIENTS, 2014). Dessa forma, o presente trabalho tem por objetivo desenvolver microesferas magnéticas a partir de biopolímeros que apresentam um relativo baixo-custo para atuar na remediação de águas contaminadas por metais potencialmente tóxicos.

### 2. METODOLOGIA

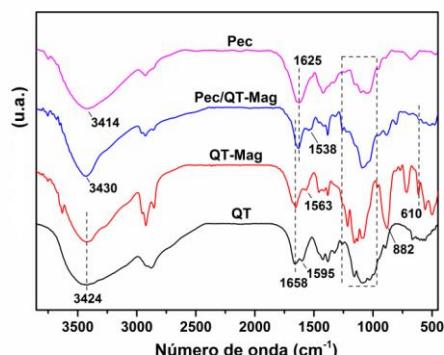
#### *Preparo das microesferas*

Primeiramente, foi preparada uma solução de QT (1,5% m/m) em solução de ácido acético (1,5% v/v), a qual foi mantida sob agitação magnética a 50 °C; que após sua completa dissolução da QT a solução resultante foi filtrada. Após,

Mag (1% em relação à massa de QT) foi adicionada à solução de QT e o sistema foi agitado por 5 min para homogeneização. A solução QT-Mag foi gotejada em uma solução de TPP (10% m/m) para reticulação da QT. As microesferas eram formadas imediatamente após o contato com a solução de TPP. Após o gotejamento, as microesferas formadas foram mantidas na solução de TPP por 24 h para a maturação das mesmas. Posteriormente, recolheram-se as microesferas, lavando-as com água destilada, ao fim estas foram secas em estufa a 35 °C por 24 h. Para o recobrimento das microesferas, preparou-se uma solução de Pec (2% m/m) que foi mantida sob agitação magnética a 50 °C até sua completa dissolução. Após, a mesma foi filtrada e seu pH foi ajustado para um valor em torno de 5-6. As microesferas de QT-Mag foram primeiramente imersas em uma solução de ácido acético (2% v/v) por 30 min, recolhidas e imersas na solução de Pec.. O sistema foi mantido a temperatura ambiente por 2 h. Ao fim, as microesferas foram recolhidas e lavadas com água destilada e secas em estufa a 35 °C. As microesferas preparadas segundo esta metodologia foram caracterizadas por espectroscopia na região do infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), difração de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

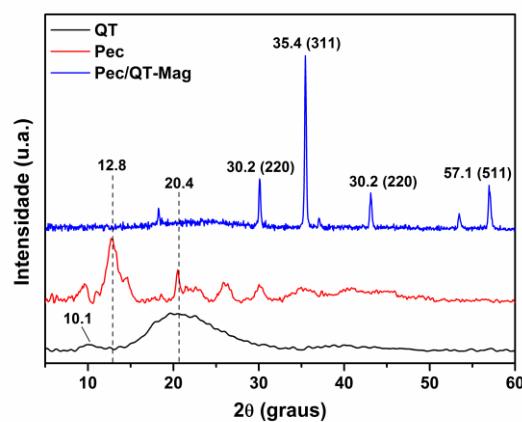
### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A **Figura 1** apresenta os espectros de FTIR obtidos para os polissacarídeos QT e Pec e para as microesferas de QT-Mag e de Pec/QT-Mag. O espectro da QT apresentou as bandas características desse polissacarídeo não sendo observada nenhuma discrepância deste espectro com outros previamente reportados na literatura (CANELLA, 2001). O espectro da microesfera QT-Mag apresentou as bandas provenientes da QT, porém, algumas alterações são evidenciadas. Nota-se que o deslocamento da banda referente à ligação amida de 1595 cm<sup>-1</sup> para 1563 cm<sup>-1</sup> devido à interação dos grupos negativamente também o aparecimento de duas bandas; a primeira em 610 cm<sup>-1</sup> característica do estiramento Fe-O da Mag. Logo, confirma-se a reticulação física da QT com TPP e o aprisionamento da Mag no interior dessa microesfera. Após o recobrimento das microesferas com Pec, observa-se no espectro Pec/QT-Mag o deslocamento das bandas relativas ao estiramento –OH para 3430 cm<sup>-1</sup> e da ligação amida I para 1538 cm<sup>-1</sup> provavelmente devido à formação de ligações de hidrogênio entre a QT e a Pec e interações eletrostáticas entre os grupos amino protonados da QT e os grupos carboxílicos da Pec. Dessa forma, pode ser confirmado o recobrimento das microesferas com Pec.



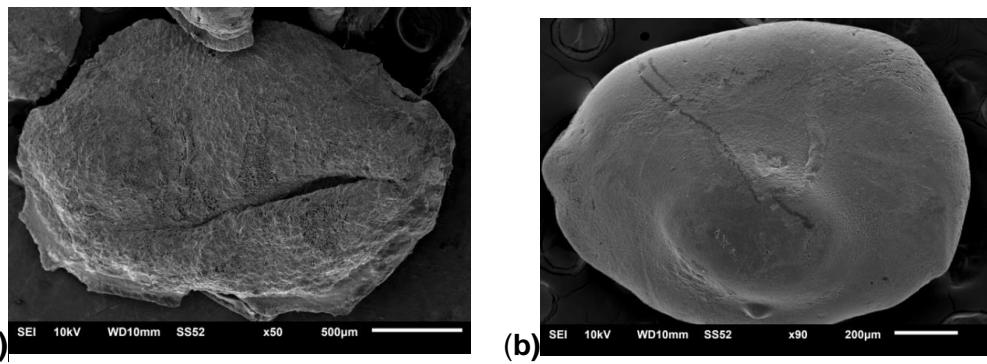
**Figura 1.** Espectros de FTIR obtidos para QT e Pec e para as microesferas de QT-Mag e Pec/QT-Mag.

Segundo os difratogramas da QT, Pec e Pec/QT-Mag apresentadas na **Figura 2**, nota-se que a QT apresenta um perfil de difração com o aparecimento de um halo, caracterizando-a como amorfó. Já a Pec apresenta um padrão de difração característico de material semicristalino. Porém com a formação da microesfera de Pec/QT-Mag verifica-se que o padrão de difração mostra-se predominantemente cristalino, o que pode ser atribuído à presença da Mag. Nota-se o aparecimento dos picos de difração em  $30,2^\circ$  (220),  $35,4^\circ$  (311) e  $57,1^\circ$  (511) característicos da estrutura cristalina da magnetita (FURMANSKI, 2014). Observa-se também que após a formação da microesfera, os picos de difração nos ângulos de  $12,8^\circ$  e  $20,4^\circ$ , que anteriormente eram observados nos difratogramas de Pec e da QT estão praticamente ausentes. Este fator pode ser atribuído à reticulação da QT como o TPP e a interação eletrostática da Pec com a QT, o que reduz a organização destes polissacarídeos após a formação das microesferas.



**Figura 2.** Perfis de DRX obtidos para QT, Pec e microesferas de Pec/QT-Mag.

As modificações morfológicas causadas pelo recobrimento das microesferas de QT-Mag com Pec foram investigadas por meio de imagens obtidas por MEV. A **Figuras 3(a, b)** apresenta as imagens de superfície das microesferas de QT-Mag e Pec/QT-Mag, respectivamente. Como observado, nota-se uma maior irregularidade e aspecto rugoso na porção superficial das microesferas quando estas não estão recobertas com Pec. Por outro lado, após o recobrimento das mesmas a superfície da microesfera apresentou maior homogeneidade, maior esfericidade e menor rugosidade. Esta análise prévia sugere que o recobrimento da microesfera foi efetivo e esse altera as propriedades de superfície da microesfera.



**Figura 3.** Imagens de MEV obtidas para as microesferas de (a) QT-Mag e (b) Pec/QT-Mag.

#### 4. CONCLUSÕES

Verificou-se que as microesferas foram obtidas de modo satisfatório, utilizando um método simples e de baixo custo. Neste estudo pode-se observar que as microesferas compostas de Pec/QT-Mag são formadas pelos seus materiais precursores QT, Mag e Pec, confirmadas pelos espectros de FTIR e DRX, e ainda que as micropartículas foram recobertas com Pec pelo aparecimento de bandas e picos cristalográficos característicos. Também avaliou-se que o recobrimento das microesferas com Pec acabou por deixá-las mais homogêneas e esféricas e menor rugosidade, não interferindo em suas propriedades superficiais.

Para melhor caracterizar estas materiais, outros testes vêm sendo realizados, como por exemplo, intumescimento em soluções aquosas contendo corantes, com o objetivo de avaliar a característica de adsorção que estes materiais apresentam. Avaliando se as microesferas de Pec/QT-Mag podem ter potencial aplicação na remoção de corantes em soluções aquosas, como em vertentes ou até em rios.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CANELLA, K. M. N, GARCIA, R. B. Characterization of chitosan by Gel Permeation Chromatography - Influence of preparation method and solvent. **Química Nova**, vol. 24, p. 3-4, 2001.
- CAJUSTE, L. J., CARRILLO, R. G., COTA, E. G., LAIRD, R. J. A distribuição ou metais a partir de águas residuais na VALLEY Maxican DE Mezquital. **Water, Air, and Soil Pollution**, v. 57, p. 763-771, 1991.
- FELTRE, R. **Química Geral 1 - Metais pesados em soluções**. São Paulo: Moderna, 1999.
- FURMANSKI, L. M., BENEDET, K. M., SANTOS, K. G., D E NONI JR, A., ARNT, A. B. C. Análise térmica do sulfato ferroso obtido a partir de carepa. In: **Congresso Brasileiro de Química**, Goiânia, 2014.
- HENRIQUES, A. B. **Caracterização e estudo das propriedades eletrocinéticas dos minerais de ferro: hematita, goethita e magnetita**. 2012. Tese de doutorado – Pós-graduação em engenharia metalúrgica, Universidade Federal de Minas Gerais.
- PERGHER, S. B. C., OLIVEIRA, L. C. A., SMANIOTTO, A., PETKOWICZ, D. I. Materiais magnéticos baseados em diferentes zeólitas para remoção de metais em água. **Química Nova**, São Paulo, v. 28, n. 5, p. 1-10, 2005
- ORTIZ, N. **Estudo da utilização de magnetita como material adsorvedor dos metais Cu<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, e Cd<sup>2+</sup> em solução**. 2000. Tese de doutorado – programa de Ciências e Tecnologia Nuclear, Universidade de São Paulo.
- Revista Food Ingredients, **Centro Universitário de Barra Mansa, São Paulo, Brasil**, n. 29, p. 47, 2014.
- TORRES, M. A., VIEIRA, R. S., BEPPU, M. M., SANTANA, C. C. Polímeros com condutividade iônica; Desafios Fundamentais e potencial tecnológico. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol.15, p.306-312, 2005.