



SÍNTSE E CARACTERIZAÇÃO DA QUITOSANA OBTIDA A PARTIR DE REJEITOS DE CAMARÃO

ADRIANE RÖEDEL HIRDES (PG)¹; GABRIELA XAVIER GIACOMINI (PG)²;
ALINE JOANA R. WOHLMUTH A. DOS SANTOS (PQ)³

¹*Universidade Federal de Pelotas – UFPel. Programa de Pós-Graduação em Química, Campus Universitário Capão do Leão – RS. – adrianerhirdes@gmail.com*

²*Universidade Federal de Pelotas – UFPel. Programa de Pós-Graduação em Química, Campus Universitário Capão do Leão – RS. – gabrielaxgiacomin@gmail.com*

³*Universidade Federal de Pelotas – UFPel. Programa de Pós-Graduação em Química, Campus Universitário Capão do Leão – RS. – alinejoana@gmail.com*

1. INTRODUÇÃO

A quitina é um polissacarídeo mais abundante na natureza, depois da celulose, podendo ser facilmente encontrado nas carapaças de alguns crustáceos (caranguejos, lagostas e siris). A quitina é insolúvel em água, mas seu derivado parcialmente desacetilado, a quitosana se torna solúvel em soluções aquosas abaixo de pH 7. Este biopolímero natural é muito similar à celulose, diferenciando-se apenas nos grupos funcionais, possui alto peso molecular além de ser abundante e de baixo custo, é biodegradável e não causa toxicidade (RINAUDO, 2006). Sua solubilidade depende principalmente do grau de desacetilação (GD), isto é, da quantidade e distribuição dos grupos acetil remanescentes ao longo da cadeia polimérica, bem como do peso molecular do polímero (BUMGARDNER; JENNING, 2016).

As principais propriedades químicas da quitosana revelam sua versatilidade de aplicações, dentre elas, (1) a quitosana é um polímero linear; (2) possui grupos amino reativos (-NH₂), (3) Possui grupo hidroxila reativos (-OH); (4) possui habilidade quelante de íons metálicos (KUMAR DUTTA; DUTTA; TRIPATHI, 2004). As aplicações para a quitosana vêm se destacando em diversos segmentos, como em alimentos, biotecnologia, ciência dos materiais, produtos farmacêuticos e medicinais e em terapia genética (AZEVEDO et al., 2007; CZECHOWSKA-BISKUP et al., 2012).

O presente trabalho tem por objetivo sintetizar e caracterizar a quitosana obtida de rejeitos de camarão, mais precisamente de cascas de camarão, oriundas da Colônia Z3, da região de Pelotas/RS. A quitosana sintetizada foi caracterizada comparativamente com a quitosana da marca Aldrich através de determinação de umidade, cinzas, nitrogênio total, espectroscopia na região do infravermelho (IV) e análise termogravimétrica (DTG/TGA).

2. METODOLOGIA

As atividades experimentais foram realizadas no Laboratório de Sólidos Inorgânicos (LASIR) da UFPel. O processo de síntese da quitosana passa pelo pré-tratamento das cascas de camarão, desmineralização e desproteinização da quitina e, por fim síntese da quitosana.

A síntese da quitosana foi realizada a partir da desacetilação de 35 g de quitina, em solução aquosa de hidróxido de sódio 42,3 %, sob agitação de 7 rpm, à temperatura de 120 °C durante 6 horas, acoplado à um sistema de refluxo. Ao final o produto foi lavado com água destilada até pH 7 e, em seguida, seco em estufa por 24hs à 40 °C. O rendimento foi de 36% a partir da quitina desproteinizada.

A amostra de quitosana sintetizada foi caracterizada de acordo com a tabela 1, sempre comparativamente com a quitosana da marca Aldrich. A determinação de nitrogênio total foi realizada em parceria com a UNIPAMPA, Campus Bagé, fazendo uso de equipamentos disponíveis nos laboratórios do Curso de Licenciatura em Química. As demais análises e caracterizações foram realizadas no LASIR e na Central Analítica da UFPel.

Tabela 1 – Descrição das análises e caracterizações realizadas para a quitosana

Análises/Caracterizações	AOAC (1995)	Equipamentos	Referências Bibliográficas
Umidade	Método nº 935.29	Estufa Solab SL 100/150	(AZEVEDO et al., 2007)
Cinzas	Método nº 923.03	Forno Mufla Jung Mod.2310	(COCOLETZI et al., 2009)
Nitrogênio Total (Kjeldahl)	Método nº 920.87	Bloco Digestor Solab SL 25 Destilador Solab SL 74	(COCOLETZI et al., 2009)
Espectroscopia de Infravermelho (FTIR/KBr)	-----	Shimadzu – IRAffinity-1	(BRUGNEROTTO et al., 2001)
Termogravimetria de DTG/TGA (fluxo de N ₂ ; 50mL/min)	-----	Shimadzu - TA-60WS	(CZECHOWSKA-BISKUP et al., 2012)

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A tabela 2 evidencia os resultados obtidos para as análises e caracterizações da quitosana sintetizada (desacetylada) e quitosana comercial. A título de comparação, a mesma tabela também evidencia informações sobre a casca de camarão, quitina desmineralizada e quitina desproteinizada.

Tabela 2 – Resultados experimentais das análises.

Amostra	Umidade (%)	Cinzas (%)	Nitrogênio Total (%)
Quitosana Sintetizada	7,33±0,09	2,63±0,16	6,40±0,07
Quitosana Comercial ⁽¹⁾	4,92±0,2	1,0±0,2	6,50±0,13
Quitosana Comercial ⁽²⁾	< 10,0	< 1,0	-----
Casca de Camarão	9,92±0,17	38,46±0,70	5,60±0,05
Quitina Desmineralizada	8,13±0,42	0,83±0,44	8,65±0,11
Quitina Desproteinizada	6,57±0,16	2,57±0,37	6,01±0,03

(1) Resultado experimental obtido para Quitosana comercial (Sigma-Aldrich®)

(2) Especificações técnicas do fabricante para a Quitosana comercial (Sigma-Aldrich®)

Comparando a quitosana sintetizada com a quitosana comercial⁽¹⁾ podemos perceber resultados bem semelhantes. Além disso, estes resultados estão dentro das especificações fornecidas pelo fabricante para quitosana comercial⁽²⁾.

Os espectros de IV, apresentados na figura 1, comparam a quitosana sintetizada e a comercial, onde é possível observar certas semelhanças entre as amostras. Em 3434 cm⁻¹ e em 3450 cm⁻¹ na quitosana comercial e sintetizada, respectivamente, observa-se o [v(O-H)] sobreposto ao [v(N-H)]. A banda característica do estiramento v(C-H) é evidenciada na região de 2920 cm⁻¹. A banda característica da amida I [v(C=O)] é evidenciada na região de 1656 cm⁻¹, a banda de amida II [δ (N-H)] em 1560 cm⁻¹ é observada na quitosana sintetizada e indica que esta amostra apresenta maior quantidade de grupos acetil que a quitosana comercial, sendo este um indício do seu menor grau de desacetyilação (GD) em comparação com a amostra comercial, o que foi comprovado pela melhor solubilidade da quitosana comercial em solução aquosa de ácido acético 3% em comparação com a sintetizada. Ainda é possível observar a banda larga na região de 1000 cm⁻¹ [v(C-O-C)] referente as ligações glicosídicas (BRUGNEROTTO et al., 2001; SILVERSTEIN et al. 2007).

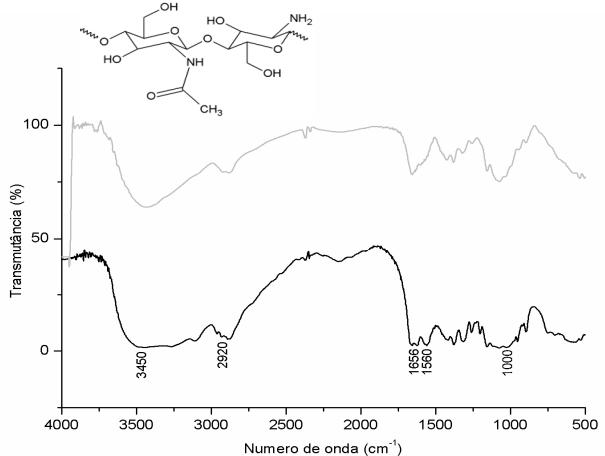
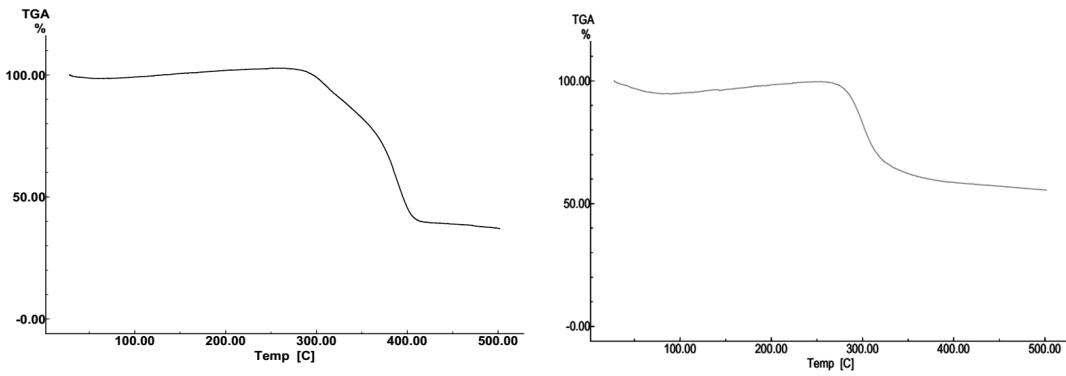


Figura 1. Espectro de IV para as amostras de quitosana comercial (cinza) e quitosana sintetizada (preto).

O termograma de TGA para a quitosana sintetizada e comercial (Figura 2) apresenta um estágio térmico, compreendido entre 250 e 420 °C. Na quitosana comercial (Figura 2b), este estágio refere-se à perda de massa de 40,6 % relacionada à decomposição térmica. Este resultado é semelhante ao obtido por Andrade (2007), que relatou estágios térmicos para quitosana compreendidos entre 300 e 500 °C. A porcentagem residual para a quitosana comercial, em 420 °C é de 59,4 % e a massa inicial utilizada foi de 1,731 mg.



(a) (b)
Figura 2. (a) Quitosana sintetizada. (b) Quitosana comercial.

Já para a quitosana sintetizada (Figura 2a), nesta mesma faixa de temperatura, observa-se, também a decomposição térmica, com perda de massa de 63 %. Este resultado vai ao encontro do obtido por Hong e colaboradores (2007), que sugere apenas um estágio térmico relacionado à degradação térmica da quitosana na temperatura compreendida entre 250 e 450 °C. A porcentagem residual para a quitosana sintetizada, em 420 °C é de 37 % e a massa incial utilizada foi de 1,058 mg. Assim, a análise termogravimétrica sugere que a quitosana sintetizada é menos estável que a quitosana comercial, até 420 °C, o que pode estar relacionado com a presença de um polímero de menor massa molecular, consequentemente menos estável. Além disso, há a presença de um ombro no termograma da quitosana sintetizada, na faixa de 250 e 420 °C, indicando impureza

quando comparada à quitosana comercial ou até mesmo um menor grau de desacetilação (GD), isto é, presença de grupos acetil na estrutura.

4. CONCLUSÕES

A quitosana sintetizada neste estudo apresentou resultados satisfatórios quando comparada à quitosana comercial para as análises de umidade, cinzas e nitrogênio total, além de apresentar semelhanças consideráveis nas caracterizações por espectroscopia de IV e termogravimetria de TGA. Contudo a quitosana sintetizada ainda evidenciou em sua estrutura grupos acetil, o que indica um grau de desacetilação baixo.

Na sequência do desenvolvimento deste trabalho será realizada a caracterização da quitosana sintetizada através da determinação do grau de desacetilação (GD) e da massa molar média viscosimétrica e outras análises como, por exemplo, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). Após, o polímero de quitosana será utilizado como suporte de materiais orgânicos e inorgânicos na síntese de materiais inéditos.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANTONINO, N.A. **Otimização do processo de obtenção de quitina e quitosana de exoesqueletos de camarões oriundos da indústria pesqueira paraibana.** 2007. 89f. Dissertação (Mestrado em Química Inorgânica) – Curso de Pós-graduação em Química, Universidade Federal da Paraíba.
- AZEVEDO, V. V. C. et al. Quitina e Quitosana: aplicações como biomateriais. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 2.3, p. 27–34, 2007.
- BRUGNEROTTO, J. et al. An infrared investigation in relation with chitin and chitosan characterization. **Polymer**, v. 42, n. 8, p. 3569–3580, 2001.
- BUMGARDNER, J. D.; JENNING, J. A. **Chitosan based Biomaterials.** 1 ed. Memphis, EUA: Elsevier Science, 2016.
- COCOLETZI, H. H. et al. Obtención y caracterización de quitosano a partir de exoesqueletos de camarón. v. 22, n. 3, p. 57–60, 2009.
- CZECHOWSKA-BISKUP, R. et al. Determination of Degree of Deacetylation of Chitosan - Comparaison of Methods. **Progress on chemistry and application of chitin and its derivatives**, v. 17, p. 5–20, 2012.
- HONG, P. Z. et al. Termogravimetric Analysis of Chitosan. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 105, p. 547-551, 2007.
- KUMAR DUTTA, P.; DUTTA, J.; TRIPATHI, V. S. Chitin and chitosan: Chemistry, properties and applications. **Journal of Scientific & Industrial Research**, v. 63, n. January, p. 20–31, 2004.
- QUITOSANA. **Ficha Técnica para Quitosana Sigma-Aldrich.** Acessado em 01 out. 2017. Online. Disponível em: <http://www.sigmaaldrich.com/brazil.html>
- RINAUDO, M. Chitin and chitosan: Properties and applications. **Progress in Polymer Science (Oxford)**, v. 31, n. 7, p. 603–632, 2006.
- SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER F. X.; KIEMLE, D. J. **Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos.** 7º. ed. LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., Rio de Janeiro, 2007.