

ANÁLISE DO GRAU DE INTUMESCIMENTO DE XANTANAS MODIFICADAS QUIMICAMENTE POR DESACETILAÇÃO E RETICULAÇÃO, ARMAZENADAS SOB DUAS CONDIÇÕES DE TEMPERATURA

BIANCA MOLON¹; BRUNA MOLON²; ADRIEL MUNHOZ³; GABRIELA LUZ⁴; PATRÍCIA DIAZ⁵

¹Universidade Federal de Pelotas – bbmolon@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – bbruna_molon@hotmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – adrielmunhoz@hotmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – ql.gabi@gmail.com

⁵Universidade Federal de Pelotas – bilicadiaz@yahoo.com.br

1. INTRODUÇÃO

A goma xantana é um polissacarídeo extracelular produzido por espécies de bactérias fitopatogênicas do gênero *Xanthomonas* (BECKER et al., 1998). O patovar pruni é o causador da mancha bacteriana em espécies do gênero *Prunus* (CIVEROLO; HATTINGH, 1993), como o pessegueiro e a ameixeira. A xantana comercial é produzida por cepas das bactérias *Xanthomonas campestris* pv. *campestris* (SUTHERLAND, 1993).

A composição química da goma é formada por estrutura primária contendo unidades de pentasacarídeos repetidas, sendo formadas por duas unidades de D-glicose, duas unidades de D-manose e uma unidade de ácido D-glicurônico, sendo a estrutura química da cadeia principal idêntica à da celulose (GARCIA-OCHOA et al., 2000) possuindo proporções variáveis de resíduos de acetil e piruvato.

Diversas modificações pós-fermentativas podem ser realizadas na goma xantana, entre elas, a desacetilação termoquímica, que consiste na remoção dos grupos acetil, normalmente por processo térmico em base diluída, causando mudança na viscosidade das soluções aquosas de xantana e aumentando as forças de interações da goma xantana com outras gomas, tornando a molécula mais flexível (JEANES; SLONEKER, 1961; JIN et al., 2015; KOOL et al., 2014; PINTO et al., 2011; TAKO; NAKAMURA, 1985)

Outra modificação química possível de ser realizada é a reticulação ou crosslinking, que é a interligação ou entrecruzamento de cadeias poliméricas, o qual proporciona alterações na capacidade de intumescimento do polissacarídeo e possibilita a formação de hidrogéis químicos, que podem alterar a solubilidade da goma (BUENO et al., 2013; CURY et al., 2009; HAMCERENCU et al., 2007; JEONG et al., 2018).

Este trabalho tem como objetivo analisar o grau de intumescimento das xantanas naturais e modificadas quimicamente por desacetilação e reticulação, armazenadas sob duas condições de temperatura ao longo do período de estocagem, com o intuito de verificar fatores que possam afetar diretamente a solubilidade do biopolímero.

2. METODOLOGIA

2.1 Produção da xantana

Para produção da xantana pruni foi utilizada a cepa 106 de *Xanthomonas arboricola* pv pruni e realizada em 7 L de meio de cultivo MPII contendo (gL⁻¹):

50,0 sacarose; 1,5 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$; 2,5 K_2HPO_4 ; 5,0 KH_2PO_4 ; 2,0 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$; 0,3 MgSO_4 (CADMUS et al., 1978) em biorreator de bancada (Biostat B - New Brunswick) a 28 °C, 400 rpm, 1 vvm de aeração, 66 h com pH controlado em 7,0.

A recuperação foi realizada por precipitação com etanol 96% (razão etanol:caldo de 4:1 (v v^{-1})), após a esterilização dos caldos fermentados a 121 °C por 15 min. A xantana recuperada foi seca a 56 °C, em estufa até peso constante e trituradas à granulometria de 60 – 150 mesh.

2.2 Modificação termoquímica - Desacetilação

A desacetilação das xantanas pruni e comercial foi realizada de acordo com Klaic et al., (2016). As amostras das xantanas foram hidratadas em solução de água ultra pura na concentração de 0,5% (p v^{-1}) e submetidas a agitação em incubador orbital a 25 °C, 250 rpm por 24 horas. Após, foi adicionado 150 mL de NaOH (0,02 M), e novamente incubados a temperatura de 45 °C, a 250 rpm por 3 horas. Transcorrido o período de reação, neutralizou-se as soluções com HCl 2 mol L^{-1} . Logo após, as xantanas desacetiladas foram recuperadas de acordo com a metodologia descrita no item 2.1.

2.3 Modificação química por reticulação

A reticulação das xantanas foi realizada partindo das amostras desacetiladas, seguindo a metodologia descrita por Klaic et al. (2016). As amostras das xantanas foram hidratadas em solução de água ultra pura na concentração de 0,5% (p v^{-1}) e submetidas a agitação em incubador orbital a 25 °C, 250 rpm por 24 horas. Após, foi adicionado o agente reticulante glutaraldeído 50% (Vetec®) o qual foi solubilizado em água ultra pura na concentração de 1% da solução preparada (v/v). As reações foram conduzidas em agitador incubador orbital a 45 °C, 200 rpm, por 2 horas. Logo após, as xantanas reticuladas foram recuperadas de acordo com a metodologia descrita no item 2.1.

2.4 Grau de intumescimento (GI)

A determinação do grau de intumescimento foi realizada para avaliar a capacidade de hidratação dos polímeros naturais, desacetilados, reticulados e armazenados nas diferentes temperaturas e tempos.

Foram preparadas pequenas esferas de xantana, com 0,1 g de pó umedecidas com gotículas de água destilada para moldar as esferas. Em seguida, as esferas foram secas em estufa a 56 °C até peso constante, logo após foi utilizado uma balança analítica (Denver Instrument APX-200) para verificar o peso inicial das esferas. Para a montagem experimental foram separados béqueres contendo 40 mL de água ultrapura a temperatura ambiente e as esferas foram imersas na água, conforme ilustra a Figura 2.



Figura 2. Fotografia do modelo experimental realizado para analisar o teor de intumescimento das amostras de xantana.

Fonte: A autora.

As esferas permanecem na água durante o período de intumescimento (inchamento), até o peso constante. Amostras foram retiradas a cada 30 minutos para as xantanas naturais e desacetiladas e a cada 15 minutos para as xantanas reticuladas, as quais foram secas em estufa a 56 °C até peso constante. A capacidade de absorção de água ou grau de intumescimento (GI) das amostras de xantana foi calculado através da equação 1,

$$GI (\%) = ((mXi - mXs) / mXi) * 100\% \quad (1)$$

onde mXi é a massa do polímero intumescido e mXs é a massa do polímero intumescido seco (GUO et al., 2014; SUKRITI et al., 2017).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A determinação do grau de intumescimento (GI) foi realizada para avaliar a capacidade de retenção de água das xantanas pruni e comercial, naturais e modificadas, armazenadas nas temperaturas de 25 °C e 45 °C.

A xantana pruni natural e desacetilada, e a xantana comercial natural, desacetilada e reticulada, em ambas temperaturas (25 °C e 45 °C) apresentaram um aumento no grau de intumescimento com o passar do tempo de análise. A xantana pruni reticulada (25 °C e 45 °C) apresentaram um decréscimo no grau de inchamento. Comprovando que a reticulação da xantana com glutaraldeído afeta diretamente na solubilidade.

4. CONCLUSÕES

Por fim, foi possível realizar as modificações termoquímicas das xantanas pruni e comercial e analisar o comportamento de intumescimento de cada xantana ao longo do período de armazenamento nas diferentes temperatura de estocagem.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BECKER, A.; KATZEN, F.; PÜHLER, A.; IELPI, L. Xanthan gum biosynthesis and application: a biochemical/genetic perspective. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 50, p. 145-152, 1998.

BUENO, V.B., BENTINI, R., CATALANI, L. H. & PETRI, D. F. S. Synthesis and swelling behavior of xanthan-based hydrogels. **Carbohydrate Polymers**. 92. p. 1091-1099, 2013.

CADMUS, M. C.; KNUTSON, C. A.; LAGODA, A. A.; PITTSLEY, J. E.; BURTON, K. A. Synthetic media for production of quality xanthan gum in 20 liter fermentors. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 20, n. 7, p. 1003 -1014, 1978.

CIVEROLO, E. L; HATTINGH, M.J. Xanthomonas campestris pv pruni: Cause of Prunus Bacterial Spot. In: SWINGS, J. G; CIVEROLO, E. L. Xanthomonas. London: Chapman & Hall, p.60-64, 1993.

CURY, B.S.F., CASTRO, A.D., KLEIN, S.I. & EVANGELISTA, R.C. Modeling asystem of phosphated cross-linked high amylose for controlled drug release. Part 2: Physical parameters, cross-linking degrees and drug delivery relationships. **International Journal of Pharmaceutics**. 371(1-2). p. 8-15, 2009.

GARCÍA-OCHOA, F.; SANTOS, V.E.; CASAS, J. A.; GÓMEZ, E. Xanthan gum: production, recovery and properties. **Biotechnology Advances**, New York, v. 18, n. 7, p. 549-579, nov. 2000.

GUO, J., GE, L., LI, X., UM, C. & LI, D. Periodate oxidation of xanthan gum and its crosslinking effects on gelatin-based edible films. **Food Hydrocolloids**. 39. p. 243-250, 2014.

HAMCERENCU, M., DESBRIERES, J., POPA, M., KHOUKH, A. & RIESS, G. New unsaturated derivatives of xanthan gum: synthesis and characterization. **Polymer**. 48. p. 1921-1929, 2007.

JEANES, A.R. & SLONEKER, J.H. UNITED STATES, SECRETARY OF AGRICULTURE. Method of producing an atypically salt-responsive alkalideacetylated polysaccharide. U. S., Patente n. 3 000 790, 19 set, 1961.

JEONG, G.Y., BAK, J.H., & YOO, B. Physical and rheological properties of xanthan gum agglomerated in fluidized bed: Effect of HPMC as a binder. **International Journal of Biological Macromolecules**, 2018.

JIN, W., SONG, R., XU, W., WANG, Y., LI, J., SHAH, B.R., LI, Y. & LI, B. Analysis of deacetylated konjac glucomannan and xanthan gum phase separation by film forming. **Food Hydrocolloids**. 48. p. 320-326, 2015.

KLAIC, M. A. **Parâmetros reológicos e resistência térmica de xantana de *Xanthomonas arboricola* pv pruni: potencialização por desacetilação, reticulação e troca**. 2016. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel da Universidade Federal de Pelotas.

KOOL, M.M., GRUPPEN, H., SWORN, G., & SCHOLS, H.A. The influence of the six constituent xanthan repeating units on the order–disorder transition of xanthan. **Carbohydrate Polymers**. 104. p. 94-100, 2014.

PINTO, E.P., FURLAN L. & VENDRUSCOLO, C.T. Chemical Deacetylation Natural Xanthan (Jungbunzlauer®). **Polímeros**. 21(1). p. 47-52, 2011.

SUKRITI., KAITH, B.S., JINDAL, R., KUMARI, M. & KAUR, M. Biodegradable-stimuli sensitive xanthan gum based hydrogel: Evaluation of antibacterial activity and controlled agro-chemical release. **Reactive and Functional Polymers**. 120. p. 1-13, 2017.

SUTHERLAND, I. W. - “**Xanthan**”, in: Xanthomonas, SWINGS, J. G. & CIVEROLO, E. L. (eds.), Chapman & Hall, London (1993).

TAKO, M. & NAKAMURA, S. Synergistic interaction between xanthan and guar gum. **Carbohydrate Research**. 138(2). p. 207-213, 1985.