



CARACTERIZAÇÃO DE QUITOSANA: MÉTODOS EMPREGADOS NA AVALIAÇÃO DE SUA PUREZA

Emanuel Vitor Ribeiro Alves 1, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, RN
Marina Rodrigues Bezerra 2, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, RN
Guymmann Clay da Silva 3, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, RN

GT 2 – CIÊNCIAS DA NATUREZA E TECNOLOGIAS

RESUMO: A aplicação de polímeros naturais em diversas áreas tem desempenhado um papel essencial nos avanços científicos, oferecendo várias vantagens. A quitosana, por exemplo, é um polímero obtido através da desacetilação da quitina, abundante no exoesqueleto de crustáceos. Devido às suas propriedades físicas, a quitosana é considerada um material altamente promissor. O fato de que esse polímero é amplamente utilizado como matéria-prima em inúmeros estudos, é de suma importância conduzir uma caracterização minuciosa. Garantindo que a quitosana atenda plenamente aos requisitos dos processos e produtos em que será empregada. Para tanto, foi realizada a caracterização da quitosana por meio dos ensaios de purificação, determinação do teor de sólidos, da massa molar média e do grau de desacetilação. Os ensaios de caracterização da quitosana exibiram que o teor de sólido foi de 56,82 %, a massa molar média foi $1,27 \times 10^4$ g/mol e o seu grau de desacetilação de 57,06 %.

PALAVRAS-CHAVE: Biopolímero. Indústria têxtil. Grau de desacetilação. Indústria Farmacêutica.

1 INTRODUÇÃO

A utilização de polímeros naturais tem sido de grande importância para avanços científicos. A quitosana, um polímero derivado da quitina presente no exoesqueleto de crustáceos como camarão e caranguejo, é considerada um material promissor devido às suas propriedades físicas (ABREU *et al.*, 2013).

A caracterização minuciosa da quitosana é essencial para garantir que atenda aos requisitos do processo e produto em que será utilizada. Isso assegura a integridade físico-química dos produtos finais, garantindo sua eficácia, segurança e confiabilidade (MARTINS *et al.*, 2013).

2 METODOLOGIA

A primeira etapa experimental envolveu a purificação da quitosana comercial adaptada de Caroni (2009). Inicialmente, uma solução de 20,00 g/L de quitosana em ácido acético 0,5 mol/L foi agitada por 24 horas. Após isso, a mistura foi precipitada com hidróxido de sódio a 50 g/L. Em seguida, o produto foi filtrado, lavado com água destilada até pH 7 e, por fim, lavado com álcool etílico e seco em uma estufa a $50 \pm ^\circ\text{C}$.

Determinação do teor de sólidos da quitosana purificada, a técnica utilizada foi adaptada de Caroni (2009). Foram pesadas três amostras de quitosana (0,5030 g cada) em vidros relógio e aquecidas a $105 \pm 5^\circ\text{C}$ por 60 minutos. Após resfriamento no dessecador, as amostras foram pesadas novamente até atingir massa constante. Isso permitiu obter o teor de sólidos da quitosana purificada com precisão.

A massa molar média da quitosana foi obtida pelo método de viscosimetria capilar adaptado de Signini e Campana Filho (1998). 0,2027 g de quitosana foi dissolvida em uma solução de ácido acético/acetato de sódio, pH = 4,5, com agitação mecânica por 15 horas. Em seguida, foram adicionados 100 mL do tampão, aquecido por 2 min à $80 \pm 2^\circ\text{C}$, num banho maria, e resfriado antes de fazer a medição de viscosidade usando um viscosímetro capilar em um banho termostático a $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$. Cada medida foi repetida seis vezes.

A viscosidade da amostra foi medida através da adição de 5 mL do tampão em incrementos de 1 mL, visando medir a viscosidade intrínseca de uma única molécula polimérica. Os dados obtidos foram posteriormente analisados e processados no software.

A próxima etapa da caracterização da quitosana visou determinar o grau de desacetilação, utilizando o método de titulação condutimétrica adaptado de Caroni (2009). Nesse método, uma solução padrão de hidróxido de sódio 0,1541 mol/L foi utilizada como titulante. A solução de quitosana purificada (0,2019 g) em 40 mL de ácido clorídrico (HCl) com concentração de 0,05 mol/L foi agitada magneticamente por 18 horas. Em seguida, adicionou-se 100 mL de água destilada à amostra e procedeu-se à titulação para obter a condutividade e temperatura. O procedimento foi realizado em duplicata.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1, apresenta os dados obtidos através da determinação do teor de sólidos.

Tabela 1- Resultados da análise de teor de sólidos da quitosana.

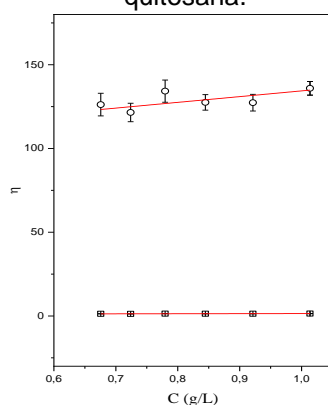
$m_{c,U}$ (g)	$m_{c,S}$ (g)	w_S (%)
0,5030±0,0019	0,2858±0,0008	64,2175±14,3037

Fonte: Autoria própria (2022).

O teor de sólidos obtido no presente estudo difere do valor encontrado na literatura (89% por Caroni, 2009), indicando uma porcentagem inferior. Isso pode ser atribuído à possibilidade de absorção de umidade pela quitosana no recipiente ou à não concretização adequada da etapa de secagem, que exerceu influência significativa no resultado.

A viscosidade inerente (η_{iner}) e reduzida (η_{red}), obtidas com base na relação das viscosidades em função da concentração de quitosana. Como mostra a Figura 1.

Figura 1 - Relação das viscosidades reduzida (quadros) e inerente (círculos) em função da concentração de quitosana.



Fonte: Autoria própria (2022).

Através da extrapolação das retas da viscosidade reduzida (η_{red}) e da viscosidade inerente (η_{iner}), utilizando a equação de Huggins (1942), determinou-se a viscosidade intrínseca (η). O resultado obtido foi $[\eta] = 100,14405 \pm 13,99584$ mL/g.

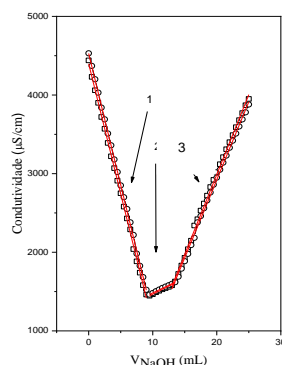
Utilizando o valor da viscosidade intrínseca e a equação de Mark-Houwink, determinou-se a massa molar média da quitosana. Com a constante k para a quitosana ($k = 0,076$) e a constante α ($\alpha = 0,76$), o resultado obtido foi $M_v = 1,27 \times 10^4$ g/mol.

O resultado obtido para a massa molar média da quitosana está de acordo com a faixa recomendada na literatura (entre 10^4 e 10^6 g/mol) para que o material seja considerado um polímero.

Com relação a determinação do grau de desacetilação utilizando o método de titulação condutimétrica, pôde-se analisar graficamente a relação da condutividade em função do volume de hidróxido de sódio que foi utilizado, como exemplifica a Figura 2.

Através da extrapolação das retas na Figura 2, usando um software, determinou-se o grau de desacetilação (X_D) da quitosana, obtendo-se (X_D) = 57,0605 %. Segundo Fernandes (2004), com esse valor acima de 50%, o material é considerado quitosana.

Figura 2 – Curva da titulação condutimétrica.



Fonte: Autoria própria (2022).

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A caracterização da quitosana não foi tão satisfatória devido à baixa qualidade do material comercial. Para trabalhos futuros é recomendado buscar fornecedores confiáveis e utilizar métodos de análise mais sensíveis.

REFERÊNCIAS

ABREU, Flávia O.M. da S.; CASTRO, Aldiana M.; SILVA, Pollyana V.; CAVALCANTE, Leonardo G.; NASCIMENTO, Adriana P. do; MATOS, José Everardo X. de. Propriedades e Características da Quitosana Obtida a Partir do Exoesqueleto de Caranguejo-Uçá Utilizando Radiação de Micro-Ondas. *Polímeros Ciência e Tecnologia*, [S.L.], v. 23, n. 5, p. 630-635, 2013. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.4322/polimeros.2013.042>.

CARONI, Ana Luiza Porpino Fernandes. **Estudos de adsorção de tetraciclina em partículas de quitosana**. 2009. 143 f. Tese (Doutorado) - Curso de Programa de Pós-Graduação em Química, Centro de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal - RN, 2009.

FERNANDES, A. L. P. **Obtenção e caracterização de nanopartículas de quitosana para fins farmacêuticos**. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2004.

MARTINS, Talita; OLIVEIRA, Fernanda de Magalhães; FERNANDES, Nayara Gontijo; SILVA, Lívio Bruno Jacques da; COSTA JÚNIOR, Ezequiel de Souza. CARACTERIZAÇÃO DO POLÍMERO QUITOSANA ATRAVÉS DO SEU GRAU DE DESACETILAÇÃO, DAS CARACTERÍSTICAS TÉRMICAS E DA SUA COMPOSIÇÃO E ESTRUTURA QUÍMICA. **12º Congresso Brasileiro de Polímeros (12ºCBPol)**. Minas Gerais: 12º Congresso Brasileiro de Polímeros (12ºCbpol), 2013. p. 1-4.

SIGNINI, Roberta; CAMPANA FILHO, Sérgio P.. Purificação e caracterização de quitosana comercial. **Polímeros**, [S.L.], v. 8, n. 4, p. 63-68, dez. 1998. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0104-14281998000400009>.