



Caracterização por DRX e AFM de quitosana sintetizada com uso de radiação de micro-ondas e ultrassom

Adriane Röedel Hirdes, discente de Pós-graduação, Universidade Federal de Pelotas

Aline Joana R. Wohlmuth A. dos Santos, docente, Universidade Federal de Pelotas

Alexandre Ferreira Galio, docente, Universidade Federal do Pampa

André Gündel, docente, Universidade Federal do Pampa

Wladimir Hernandez Flores, docente, Universidade Federal do Pampa

adrianehirdes@unipampa.edu.br

A reação de desacetilação de quitina na síntese de quitosana necessita de álcalis altamente concentrados, alta temperatura e longo tempo. Nesse sentido, muitas tecnologias são aplicadas na tentativa de inovar a reação convencional, para obter maior eficiência, reduzir custos e tempo de reação e melhor qualidade do produto. O objetivo desse estudo foi sintetizar quitosana a partir da reação de desacetilação (DS) com uso de radiação de micro-ondas e ultrassom, determinar seu grau médio de desacetilação ($\%GD$) e sua massa molar média viscosimétrica (\overline{M}_V) e caracterizá-las por difração de raios X em pó (DRX) e microscopia de força atômica (AFM). A extração de quitosana ocorreu em solução básica, partindo-se de 2 g de quitina extraída no LASIR-UFPel a partir de cascas de camarão. As reações foram realizadas em forno micro-ondas doméstico, potência média e em ultrassom SONIC VCX 130, com a sonda submersa em 2/3 da suspensão, com alta amplitude. O $\%GD$ das amostras foi determinado por titulação potenciométrica e a \overline{M}_V por viscosidade capilar. Para o DRX foi utilizado um difratômetro da marca Rigaku (ULTIMA IV) com radiação da linha $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,54 \text{ \AA}$) e varredura em 2θ na caracterização estrutural e para a morfológica foi realizada com um AFM (Agilent Technologies modelo 5500), no modo contato e área de varredura de $100 \mu\text{m}^2$. Todas as caracterizações foram realizadas na Unipampa, campus Bagé. Uma amostra de quitosana comercial da Sigma Aldrich[®] foi avaliada para fins de comparação. As amostras de quitosana obtidas $\text{DS}_{(\text{Micro})}$ e $\text{DS}_{(\text{Ultra})}$ apresentaram $\%GD$ e \overline{M}_V (kDa) de 82,69 e 193,5; 80,60 e 404,15, respectivamente, sendo compatíveis os valores obtidos para a amostra comercial de 83,52% e 187,65. A reação $\text{DS}_{(\text{convencional})}$, partindo de 2 g de quitina, tem duração média de 9 h, em sistema de refluxo e 120°C , sendo que esse tempo foi reduzido a 0,5 h para $\text{DS}_{(\text{Micro})}$ e 1 h pra $\text{DS}_{(\text{Ultra})}$. Ambas amostras obtidas mostraram-se adequadas, no entanto a $\text{DS}_{(\text{Micro})}$ apresentou o menor tempo de reação. O uso de radiação de micro-ondas permite a interação de todas as moléculas, levando a um rápido aumento da temperatura, já o uso de ultrassom promove a compressão e rarefação dos reagentes por meio da sonicação aumentando o choque entre as moléculas e elevando a temperatura. Os difratogramas das amostras apresentaram picos de difração

característicos e compatíveis com quitosana que apresentam dois picos característicos em 2θ igual a 10° (020) e 20° (110). As imagens topográficas em 3D demonstraram que a DS_(Micro) apresentou a maior rugosidade e maior altura máxima. A DS_(Micro) e DS_(Ultra) apresentaram qualidade e caracterizações por DRX e AFM similares à amostra comercial. A metodologia fazendo uso de radiação de micro-ondas foi de fácil implementação e reprodutibilidade e reduziu o tempo da reação obtendo menor custo energético, além de ter sido realizada em equipamento de baixo custo. Portanto essa metodologia passou a ser adotada na produção de quitosana no LASIR-UFPeI.

Agradecimentos: UNIPAMPA, UFPeI e CAPES.

Palavras-chave: Quitosana; Micro-ondas; Ultrassom; Raios X; AFM