



REVISÃO SISTEMÁTICA: Desenvolvimento de um compósito de quitosana reticulada e fibra da casca da banana-maçã para remoção de Lauril Éter Sulfato de Sódio em meio aquoso.

Julia Resende Natividade¹
Sibelle Cristine Alves Prates Silva¹
Yasmim Corrêa de Araujo¹
Orientador: Prof. Dr. Klauss Engelmann¹
Coorientadora: Prof.^a Thais Taciano dos Santos¹

RESUMO

O demasiado uso de Lauril Éter Sulfato de Sódio (LESS) em diversos setores industriais, eleva o descarte deste poluente em efluentes, sendo altamente prejudicial a biota aquática. A bioadsorção é um tratamento viável para sanar este problema ambiental, visto que possui baixo custo. Desta forma, uma maneira eficaz para remoção de LESS é um bioadsorvente formado pela quitosana, com seu alto potencial quelante, e pela fibra da casca da banana-maçã, com seu potencial para adsorção de substâncias aniônicas. A presente revisão sistemática tem por objetivo aferir a possibilidade da utilização do compósito quitosana reticulada e fibra da casca de banana-maçã para solucionar este problema. A revisão foi realizada a partir da literatura encontrada nos sites Google Scholar e SciELO, entre os anos de 2010 e 2020. Dentre os resultados de busca foram analisados artigos, que indicam que o compósito será eficiente.

Palavras-chave: Lauril, Tensoativos, Quitosana, compósito, bioadsorção, surfactante.

ABSTRACT

The excessive use of Sodium Lauryl Ether Sulfate (SLES) in several industrial sectors, increases the disposal of this pollutant in effluents, being highly harmful to aquatic biota. Bioadsorption is a viable treatment to decrease this environmental problem, since it has a low cost. So, an effective way to remove Lauril, is a bio-adsorbent formed by chitosan, with its high chelating potential, and by the fiber of the banana peel, with its potential for adsorption of anionic substances. This systematic review aims to evaluate the possibility of using the composite of cross-linked chitosan and apple banana peel fiber to solve this problem. The review was based on the literature found on the Google Scholar and SciELO sites, between 2010 and 2020. Among the research results, 13 articles were chosen, indicating that the compound will be efficient.

Keywords: Lauryl 1. Surfactant 2. Chitosan 3. Bioadsorption 4. Composite 5.

¹ Curso Técnico em Química – ETEC Irmã Agostina
Av. Feliciano Correa s/n – Jardim Satélite - CEP 04815-240 - São Paulo – Brasil
* tccchemistry5@gmail.com

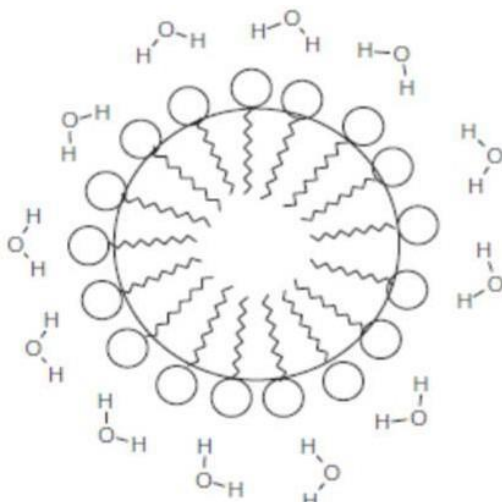
Recebido em: 15/06/2021

Apresentado à banca em: 22/06/2021

1 INTRODUÇÃO

Os produtos de higiene em maior parte possuem em sua constituição substâncias tensoativas (ou surfactantes), assim chamadas devido a sua capacidade de diminuir a tensão entre dois líquidos, causando assim a formação de emulsões. As substâncias tensoativas podem ser produzidas a partir de diferentes sais de diversas substâncias, podendo ser formados por ânions moleculares ou cátions moleculares. Em ambos os casos, apresentam em sua estrutura molecular uma parte hidrofóbica, em geral representada por uma longa cadeia carbônica, e uma extremidade hidrofílica. A redução de tensão acontece através das micelas, que são agregados de ânions moleculares, cercados por cátions. Na parte interna da micela contém cadeias apolares dos ânions, conforme a Figura 1, na qual se dissolvem somente materiais oleosos. As extremidades polares interagem com as moléculas de água e, conseqüentemente, são dissolvidas na água, tornando assim a remoção de sujeiras apolares (SOARES, 2017).

Figura 1: Micela rodeada por moléculas de água



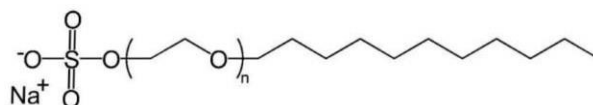
Fonte: SOARES (2017).

Os tensoativos estão entre os produtos mais versáteis da indústria química e, devido a suas propriedades, possuem uma grande diversidade em aplicações industriais. Podem ser classificados como tensoativos aniônicos, catiônicos ou não iônicos. A Figura 2 representa a estrutura molecular do Lauril Éter Sulfato de Sódio, representando a parte hidrofóbica e hidrofílica do mesmo. (SOARES, 2017).

O Lauril Éter Sulfato de Sódio (LESS) é um dos tensoativos aniônicos mais utilizados industrialmente e está presente em diversos produtos do dia a dia, como na pasta de dente, no detergente e entre outros. (SOARES, 2017). A formação da espuma causada pela

emulsão desse tensoativo com a água dificulta a oxigenação e a entrada de luz em leitos d'água, fatores essenciais para a fotossíntese dos organismos subaquáticos. Além de que, em concentrações acima de 1 mg. L^{-1} causa efeitos tóxicos que reprimem a total biodegradação de efluentes, e interfere no desenvolvimento de estágios juvenis de alguns invertebrados. (DALZELL et al., 2002).

Figura 2: Estrutura molecular do LES



Fonte: BESSA (2009)

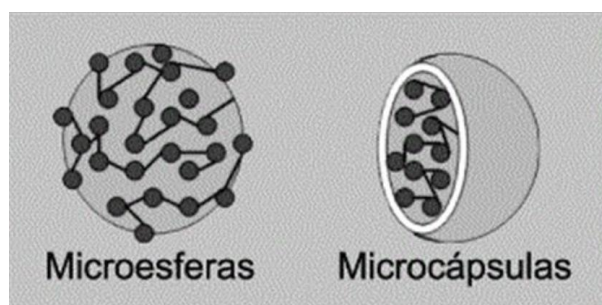
Destaca-se que as concentrações acima do indicado são comumente encontradas em represas, o que acaba por conferir gostos atípicos aos peixes, reduzindo seu valor comercial e prejudicando os pescadores locais. (ROCHA, PEREIRA, PÁDUA, 1985). De acordo com a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), desde 1982 os produtos comercializados devem conter tensoativo biodegradável. Mesmo assim, necessitam de um longo período para ser tratado por oxidação química ou biológica. Logo, é relevante que sejam desenvolvidos processos de adsorção envolvendo por exemplo micropartículas, que possam ser mais rápidos e de baixo custo (GARDINGO, 2010).

As micropartículas poliméricas são frequentemente estudadas pela comunidade científica, por contatar sítios específicos de ação de fármacos e por suas propriedades de liberação sustentada. De acordo com Lourenço (2006), o termo micro ou nanopartículas é utilizado de acordo com o tamanho da partícula em si. Partículas com diâmetro menor que $1 \mu\text{m}$ são classificadas como nanopartículas, já partículas com diâmetro maior ou igual a $1 \mu\text{m}$ são denominadas micropartículas. As partículas também podem ter dois tipos de estruturas diferentes: esferas ou cápsulas.

Os tipos de micropartículas podem ser observados conforme a figura 3. Micro ou nanoesferas são sistemas onde as substâncias se encontram ativas homogeneamente e dispersa no interior da matriz polimérica. Formam o sistema de matrizes sólidas, onde o material polimerizado constitui uma rede tridimensional, na qual a substância ativa pode ser incorporada, adsorvida ou, na superfície da partícula, é ligada covalentemente podendo formar sistemas porosos, dispersão e entre outros. Micro ou nanocápsulas são sistemas reservatórios, sendo possível identificar o núcleo diferenciado, podendo estar em estado sólido ou líquido.

As micropartículas possuem uma substância ativa e um material de revestimento que circunda a região central. O material de revestimento pode ser constituído por polímeros orgânicos, de gordura, de proteínas, de polissacarídeos e etc. Os polímeros, por exemplo, são materiais bastante utilizados em sistema de micropartículas, como o biopolímero quitosana, que vêm sendo utilizada em processos de adsorção. (LOURENÇO, 2006).

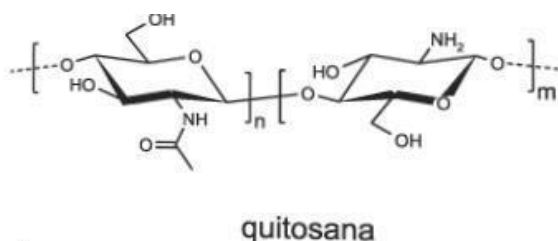
Figura 3: Representação dos tipos de micropartículas.



Fonte: Holken et al. (2015)

A quitosana é um polissacarídeo catiônico atóxico, biodegradável e de baixo custo, sua estrutura está demonstrada conforme a figura 5. Depois da celulose, é o composto orgânico mais importante da natureza, constitui a maior parte dos exoesqueletos dos insetos, crustáceos e parede celular de fungo, e é produzida pela desacetilação da quitina (N -acetilglucosamina). O seu potencial quelante torna-a efetiva como bioadsorvente (AZEVEDO et al., 2007).

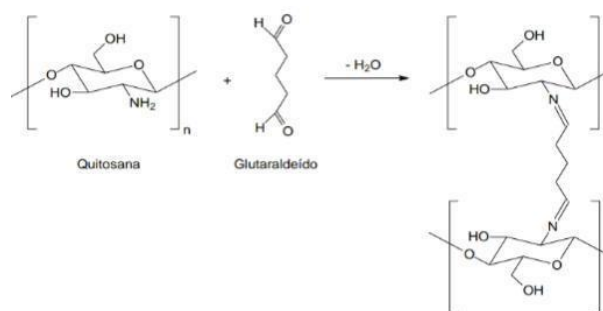
Figura 4: Estrutura molecular da Quitosana



Fonte: SILVA, SANTOS e FERREIRA (2006).

Segundo Abreu et.al (2011), a quitosana possui uma cadeia formada por diferentes grupos funcionais, que apresentam diferentes sítios reativos que são versáteis para modificações químicas como a reticulação. A reticulação consiste em unir as cadeias poliméricas, sendo comum a utilização do agente pentano-1,5-dial (glutaraldeído), neste processo os grupos aldeídos do glutaraldeído formam iminas com os grupos amino da quitosana conforme a figura 6. O objetivo final é aumentar sua resistência mecânica, seu potencial quelante e reduzir sua solubilidade em meio ácido, melhorando seus resultados em adsorção.

Figura 5: Quitosana Reticulada com Glutaraldeído



Fonte: WEBER (2016).

O processo físico-químico de superfície que ocorre devido às interações químicas entre o adsorvato e o adsorvente, conforme Figura 3, é chamado de adsorção. A bioadsorção é um processo alternativo aos métodos convencionais e sua principal vantagem é o seu baixo custo. Esse processo baseia-se no fato do adsorvato ser um sólido que concentra em sua superfície determinadas substâncias existentes, nesse caso, em um fluido líquido, o adsorvente (LIMA et al., 2020).

Figura 6: Adsorvato e adsorvente

Fonte: ALMEIDA (2016).

Segundo Neto e Pardini (2016), dois ou mais materiais combinados em quantidades significativas superior a 5% podem formar um compósito, um terceiro produto de maior qualidade. É possível dividir um compósito em sua matriz, podendo ser metálica, cerâmica ou polimérica, e em sua fase dispersa, que geralmente englobam partículas ou fibras. O compósito formado por uma fibra e um polímero é comumente utilizado e as fibras podem se apresentar de forma contínua, picada e na forma de partículas. A fibra é considerada efetiva pois apresentam menor número de defeitos em sua forma. Em 1920, Griffith demonstrou esse fato, considerando que, conforme os materiais ficam mais finos, tendem a apresentar menos defeitos, aumentando a resistência do material.

As propriedades da banana vêm sendo frequentemente estudadas na área das ciências de adsorção, pois ela minimiza o impacto ambiental. A casca da banana possui material orgânico-mineral, contendo 35% de amido, 31% de açúcares totais, 65% de umidade, 13% de cinzas, 10% de lipídios e 8,80% de proteínas, material rico em grupos funcionais orgânicos capazes de interagir com íons metálicos (SILVA, 2014).

O Brasil é o terceiro maior produtor de banana do mundo. Representando cerca de 50% de seu peso, a casca da banana não possui aplicações industriais. Na casca da banana estão presentes fibras, a parte comestível de plantas ou carboidratos análogos resistentes à digestão e absorção no intestino delgado, a quantidade de fibras totais em 100g na casca da banana é de 22,64 %. (LION, YANAZE. 2018.)

A fibra da casca da banana possui carga negativa, por isto é uma sugestão para reforçar a quitosana que possui carga positiva, sabendo que a atração entre cargas opostas facilita a adesão entre elas, formando então o compósito, podendo

ser uma opção para a adsorção de surfactantes. (MATTHEUS,1994).

Atualmente, o método mais utilizado para determinar a concentração de surfactantes aniônicos em meios aquosos é a quantificação por meio do reagente azul de metileno. Este é um método espectrofotométrico considerável, pois o azul de metileno é um pigmento catiônico que bem interage com surfactantes aniônicos. Por essa razão, a intensidade de seu pigmento torna visível a detecção espectrofotométrica dos surfactantes aniônicos. Esse método de quantificação é aplicado em amostras de água, oferecendo resultados técnicos confiáveis (CUNHA, 2017).

Conforme os fatos apresentados anteriormente em relação a um processo alternativo aos métodos convencionais de adsorção do LESS, o seguinte artigo trata-se de uma revisão sistemática sobre o tema abordado e a possível melhora das propriedades da quitosana reticulada através da fibra da casca da banana, sendo um bioadsorvente a fim de remover o LESS em meio aquoso.

2 MÉTODO

Com o objetivo de estudo da revisão sistemática da literatura, foram consultadas as bases de dados Google Scholar, Periódicos CAPES e SciELO e selecionamos artigos científicos e teses nos idiomas Inglês e Português, visando aqueles publicados entre 2010 e 2020.

As expressões de busca utilizadas foram: quitosana e fibra, Lauril Éter Sulfato de Sódio e quitosana e suas respectivas expressões na língua inglesa. A busca realizada resultou em 22.695 documentos, os 14 artigos utilizados estão descritos na tabela 1, foram selecionados de acordo com o objetivo deste estudo.

Para a seleção dos documentos a serem lidos, primeiramente foi feita a análise do título e posteriormente do resumo.

Tabela 1: Informações do Método

Artigos Escolhidos	Base de dados	Idioma	Palavras chaves
ANDRADE, 2019	Google Scholar	PT	Quitosana; Remoção; corantes.
CARVALHO, 2018	Google Scholar	PT	Fibra da casca da banana-maçã; pH.
CASTRO, 2015	Google Scholar	PT	Fibra casca da banana-maçã;

			Adsorção; Metais.
COELHO, 2015	Google Scholar	PT	Fibra casca de banana; Adsorção; Metais.
CUNHA, 2017	Google Scholar	PT	Determinar Tensoativos com azul de metileno.
DOTTO, 2010	Google Scholar	PT	Quitosana; Adsorção; corantes.
JUNIOR, 2012	Google Scholar	PT	Quitosana; adsorção; Metais.
MOTA, 2012	Google Scholar	PT	Quitosana;
TO, 2019		PT	Quitosana; Adsorção.
NEIS, 2015	Google Scholar	PT	Compósito; Fibra casca da banana; Polímero; adsorção.
SILVA, 2014	Google Scholar	PT	Fibra casca da banana; Adsorção
VINAUD, 2018	Google Scholar	PT	Fibra casca da banana; Adsorção a
WATASHI, 2011	Google Scholar	PT	Compósito; Fibra casca da banana; Polímero.
WEBER, 2016	Google Scholar	PT	Quitosana Reticulada
ZHANG, WEN e SHI, 2019.	Google Scholar	EN	Adsorção; quitosana; tensoativo.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1. Microesferas de quitosana reticulada

Segundo estudo realizado por Weber (2016), a reticulação da quitosana com o agente glutaraldeído consiste em solubilizada as microesferas no glutaraldeído, em concentrações

específicas e deixar o sistema em agitação durante determinado período, realizando o procedimento duas vezes. Após isso, as micropartículas são lavadas e secas em temperatura ambiente. Em relação ao preparo das micropartículas de quitosana reticulada, o processo se mostrou efetivo e viável.

Os estudos já vêm demonstrando que o polímero quitosana é eficiente como adsorvente de íons metálicos e corantes, por conta do seu alto potencial quelante. De acordo com o trabalho de Andrade (2019), a quitosana é eficiente como adsorvente na remoção dos corantes Amarelo 03, Verde 20 e azul marinho 16, após o tratamento com 600 mg.L⁻¹ de quitosana sobre 200 mg.L⁻¹ de corantes, apresentou-se um índice de descoloração de 93,75% a 95,82%. Em outro trabalho, utilizando o modelo de Langmuir, modelo este que assume que um adsorvente possui sítios específicos, homogêneos e energeticamente idênticos de adsorção, e prevê quando uma molécula atinge determinado sítio nenhuma adsorção adicional pode ocorrer, para representar as isotermas de adsorção, que tem como objetivo descrever como os poluentes interagem com o material adsorvente, as capacidades máximas de adsorção da quitosana foram de 1134 mg g⁻¹, 1684 mg g⁻¹ e 1977 mg g⁻¹ para os corantes azul brilhante, amarelo tartrazina e amarelo crepúsculo respectivamente, obtendo-se 85% da capacidade máxima de adsorção em 40 minutos. (DOTTO, 2010). E no trabalho de Junior, 2012 a quitosana cujo grau de desacetilação era de 95%, alcançou 97% mg/g de efetividade na remoção de cromo (VI) comprovando sua capacidade de remoção de íons.

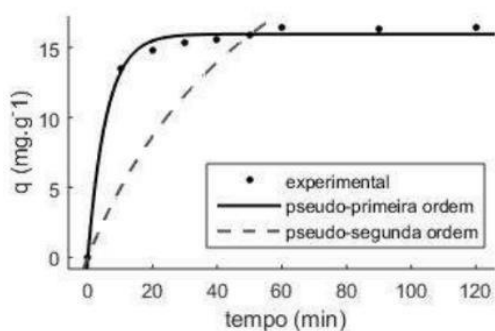
No trabalho de Mota (2012), foi observado que as esferas de quitosana removeram 70,2% de um composto químico 2,6-diclorofenol indofenol (DFI) que é utilizado como corante, de uma solução aquosa. Ainda neste mesmo trabalho, houve a confirmação de que as esferas de quitosana (reticuladas) são eficientes na remoção do tensoativo Dodecil benzenossulfonato de Sódio (SDBS), com eficiência de 67,8%. O SDBS possui características semelhantes ao LESS, visto que ambos são tensoativos aniônicos.

Ademais, no estudo realizado por Zhang et al. (2017), foi confirmado fortes habilidades de adsorção dos tensoativos aniônicos com capacidade de adsorção de 1220 mg.g⁻¹ para Dodecil Benzeno Sulfonato de Sódio (SDBS), 888 mg.g⁻¹ para Lauril Sulfato de Sódio (SLS) e 825 mg.g⁻¹ para Dodecil Sulfato de Sódio (SDS).

3.2. Fibra da casca da banana maçã

As pesquisas encontradas na literatura demonstram que as propriedades da fibra da casca da banana sozinha também têm sido estudadas com adsorvente. O projeto de Vinaud (2018), constatou que a fibra de banana removeu 62,54% de íons cálcio. O trabalho de Abaide et al, 2017, teve como objetivo avaliar o uso da casca de banana para adsorção de corante azul de metileno (AM) para isso, foram realizados ensaios em massas de casca de banana (0,2, 0,4 e 0,6 g) em 20 mg. L⁻¹ de corante para a construção das cinéticas de adsorção, conforme a figura 7. foi observado que o tempo de equilíbrio para todas as massas testadas foi de 90 min, sendo obtida uma capacidade de adsorção máxima de 17,17 mg. g⁻¹, removendo 87,3% do poluente.

Figura 7: Cinética com modelos ajustados do processo de adsorção de AM com 0,2 g de casca de banana.



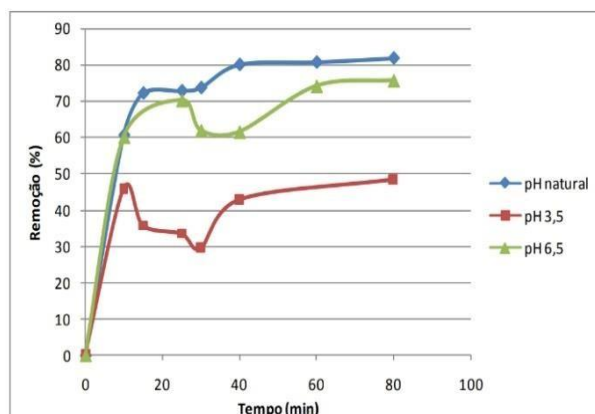
Fonte: ABAIDE et al, 2017.

A casca de banana também é eficiente na remoção de nitrato de chumbo, tendo sua capacidade máxima de adsorção sendo cerca de 99,6%. (COELHO et al. 2015). Segundo Castro et.al (2015), a fibra da casca da banana-maçã apresentou resultados de cerca de 80% de remoção de metais pesados (cromo e manganês) se sobressaindo aos demais tipos de banana que foram estudados.

Ainda segundo Silva (2014), o pH interfere diretamente na adsorção da casca de banana abaixo de 6,95, indica que o adsorvente apresenta uma carga superficial positiva, o que favorece a adsorção de ânions, fato que foi comprovado através do teste de adsorção de chumbo (II) com cascas de bananas de pH 3,5, 5,6 (natural) e 6,5, tendo obtido resultados de adsorção de 80,17%, 75,60% e 48,40% respectivamente (figura 8). As fibras da casca da banana do tipo maçã apresentam o menor pH dentre os outros tipos, quando madura, o que favorecem processos de adsorção de LESS. Todos os materiais apresentaram saturação rápida, com cerca de 20 minutos. (CARVALHO et al. 2018.)

Figura 8: Gráfico do percentual de

remoção de chumbo (II) através da casca de banana com pH 3,5, 5,6(natural) e 6,5.



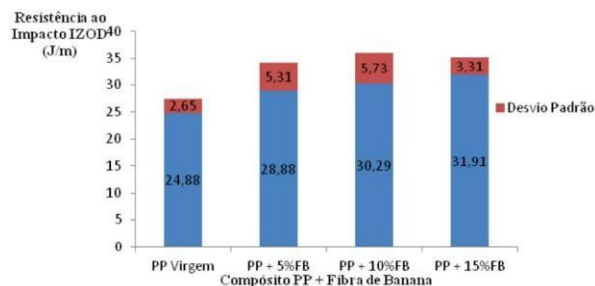
Fonte: SILVA (2014).

3.3. Compósito fibra da casca da banana maçã quitosana

Conforme citado no item 3.1., as micropartículas de quitosana já vêm sendo utilizada como adsorvente (AZEVEDO et al., 2007), porém nem todas as suas propriedades são adequadas o suficiente para que ela seja capaz de competir com os polímeros sintéticos quando o assunto é tratamento d'água, por isso sua associação em um compósito com a fibra extraída da casca da banana, que já vem sendo utilizada no reforço de alguns compósitos poliméricos, como polipropileno e polietileno, fazendo com ela seja uma alternativa viável para aprimoração das propriedades adsorptivas, como rigidez e resistência ao impacto, da quitosana reticulada.

No trabalho de Neis (2015), foi realizado um estudo sobre as propriedades e a interação do compósito de polipropileno (PP) com a fibra da casca da banana, analisando os materiais em proporções de fibra diferentes, sendo em 5%, 10% e 15%. Conforme a figura 9., o ensaio referente a resistência ao impacto, a amostra contendo o polímero e 15% de fibra resultou em um aumento de 26% na resistência ao impacto, mostrando eficiência maior em comparação com as outras concentrações de fibra e com a amostra contendo somente o PP puro, como podemos observar no gráfico abaixo. Isso demonstra a capacidade do compósito de absorver e distribuir energia do impacto recebido.

Figura 9: Resistência ao impacto em cada amostra e seus respectivos desvio padrão



Fonte: NEIS (2015).

Em contrapartida, no ensaio de tração, os compósitos contendo 5% e 10% de fibra, apresentaram melhores resultados, comparando com a concentração de 15% de fibra e de PP puro. Além disso, nas análises termogravimétricas dinâmica, que compara quantitativamente a variação da massa da amostra em relação a elevação de temperatura (gradativa), a composição contendo o polímero e 5% de fibra obteve um maior aumento da estabilidade térmica do material. Analisando os fatos apresentados, foi possível considerar que a fibra da casca da banana é uma boa alternativa o aperfeiçoamento para o polímero, visto que é favorável em relação a resistência ao impacto da partícula.

Já o estudo realizado por Watashi (2011), o qual descreve o estudo do compósito formado pela casca da banana e do polímero polietileno de alta densidade (PEAD). As fibras da casca da banana foram tratadas com água destilada para remover o material amorfo presente na celulose, o que melhorou sua estabilidade térmica e na cristalinidade. Em relação a resistência à tração e a elasticidade da partícula, o compósito contendo 5% de fibra se mostrou eficiente em comparação a concentração de 10% e ao polímero puro. Além disso, nas análises de massa da substância em função do tempo (termogravimetria), a composição contendo o polímero e 5% de fibra obteve um maior aumento da estabilidade térmica do material. Analisando os fatos apresentados, foi possível considerar que a fibra da casca da banana é uma boa alternativa como aperfeiçoamento para o polímero quitosana, visto que é favorável em relação a resistência ao impacto da partícula.

3.4. Avaliação do perfil adsorptivo das partículas

Todas as substâncias que possuem um grupo aniônico forte e outro hidrofóbico, são capazes de formar um composto com substâncias catiônicas, como o azul de metileno, extraível em solvente. Além disso, o sulfato presente no LESS causa uma interferência

positiva. No trabalho de Cunha (2017), os dados obtidos experimentalmente para a elaboração da curva de calibração para determinar a concentração de Dodecilbenzenossulfonato de Sódio (DBS) no azul de metileno mostraram-se satisfatórios, obtendo um coeficiente de determinação (R^2) igual a 0,99, que indica uma boa relação linear entre a concentração de DBS e a absorvância.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A partir das problemáticas apresentadas, faz-se relevante a produção de um adsorvente que não agrida o meio ambiente e faça a remoção de LESS, visto que ele tem efeitos tóxicos e prejudica a biota aquática. A aplicação do biossorvente micropartícula de quitosana e fibra da casca da banana pode ser uma boa opção é uma boa opção, devido a sua facilidade operacional e o seu baixo custo, além dos indícios de um resultado final eficiente.

Nota-se que a quitosana sozinha já foi capaz de fazer a remoção de um tensoativo aniônico, e a sua junção com a fibra da casca da banana é para aprimorar sua capacidade de adsorção para com o LESS, sua aplicação em represas, rios e demais leitos d'água contaminados fara total diferença, podendo ainda ser utilizado para remoção de outros tensoativos similares.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos a Etec Irmã Agostina.

Á todos os professores do curso técnico em química por todo conhecimento passado a nós, e todo auxílio oferecido remotamente em meio a pandemia.

Ao nosso orientador Prof. Dr. Klaus Engelmann por todo apoio e auxílio que foi prestado no desenvolvimento do trabalho.

Aos nossos familiares, amigos por todo incentivo.

ANEXOS

Os anexos do seguinte trabalho estão localizados após as referências.

Anexo 1: Instrução de Trabalho (IT): Desenvolvimento de uma micropartícula polimérica de quitosana reticulada para remoção de surfactante Lauril Éter Sulfato de Sódio.

REFERÊNCIAS

ABAIDE E. R.; CHIQUIM M. S.; NUNES I. S.; SALLET K. T. 2017. **Utilização de casca de banana para adsorção do corante azul de metileno**. In: Congresso Regional de Iniciação Científica e Tecnologia em Engenharia, XXVIII, 2017, Rio Grande do Sul, Artigo Científico. Rio Grande do Sul, UNIJUÍ P. 1-4.

ABREU et al. 2011. **Diferentes estratégias para a reticulação de quitosana**. - Universidade Federal do Vale do São Francisco, Petrolina, Pernambuco. 2011.

ALMEIDA, T. S. **Remoção de azul de metileno utilizando um compósito magnético**. 2016. Dissertação (Mestrado)- Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2016.

ANDRADE P. J. 2019. **Desenvolvimento de um sistema de filtração para tratamento de soluções de corantes têxteis a base de quitosana**. Dissertação (Mestrado)- Universidade Federal de Campina Grande, 2019.

AZEVEDO et al. **Quitina e Quitosana: aplicações como biomateriais**. 2007. Levantamento bibliográfico — Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais, Universidade Federal De Campina Grande Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2007.

BESSA, E. **Ciência à Bessa: Adenda aos produtos de limpeza**. **Science Blogs**, 2009. Disponível em: Ciência à Bessa - Página 67 de 73- Só mais um site Blogs Científicos - UNICAMP sitesCiência à Bessa . Acesso em: 16/06/2021.

CARVALHO et al. **Avaliação físico- química de casca de banana (Musa.spp) in natura e desidratada em diferentes estádios de maturação**. **Ciência E Sustentabilidade**, Juazeiro do Norte, v.4.n.1, 2018

CASTRO M. M. et al. 2015. **Estudo das cascas de banana das variedades prata, caturra e maçã na bioissorção de metais pesados gerados pelos efluentes dos laboratórios do centro universitário de Belo Horizonte**. Belo Horizonte: Editora UNIBH 2015, Revista Exacta, Belo Horizonte, v. 8, n. 1, p. 99-115. 2015.

COELHO et al., 2015. **Reaproveitamento de resíduos agroindustriais de casca de banana para tratamento de efluentes**. Campina Grande: Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável, Pombal, Pernambuco. V. 10, n1 p.96-102, 2015.

CUNHA, A. C. J. **Utilização de um corante pericrômico na determinação de alquilbenzenossulfonatos em detergentes comerciais**. 2017. Trabalho de Conclusão de Curso (Estágio Supervisionado II) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. 2017.

DALZELL, D. J. B. et al. **A comparison of fiverapid direct toxicity assessment methods todetermine toxicity of polloutants to activatedsludge**. *Chemosphere*, v.47, p. 535- 545.2002. 2002. Disponível em: www.elsevier.com/locate/chemosphere

DOTTO, G. L. **Adsorção de corantes alimentícios pelo biopolímero quitosana**. 2010. Dissertação (Mestrado)- Universidade Federal do Rio Grande, Rio Grande- RS, 2010.

GARDINGO, M. F. **Tratamentos de águas e efluentes contendo surfactante através do sistema peróxido de hidrogênio/hipoclorito**. 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Engenharia de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, PUC, Rio de Janeiro, 2010.

HOLKEN A. T. et al. **Microencapsulação de probióticos por gelificação iônica interna**. *Ciência e Natura*, Santa Maria v. 37. Ed. Especial - Nano e Microencapsulação de compostos bioativos e probióticos em alimentos. p. 125-132. Revista do Centro de Ciências Naturais e Exatas, UFSM. 2015.

JUNIOR, T. R. S. C. **Adsorção de cromo (VI) utilizando quitosana com diferentes graus de desacetilação**. 2012. Dissertação (Mestrado)- Universidade Federal do Rio Grande, Rio Grande- RS, 2012.

LIMA et al. **Adsorção: aspectos teóricos e aplicações ambientais.** E- book. 2. ed. Imprensa Universitária. Fortaleza.309. 2020. (Estudos de pós-graduação).

LION, A. V. S.; YANAZE, R. Y. **Obtenção e caracterização de farinha de cascas de bananas verdes e maduras.** Trabalho de Conclusão de curso (Graduação). 36 f. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina. 2018.

LOURENÇO, V. A. **Desenvolvimento e avaliação de micropartículas de quitosana para a veiculação de dimetilaminoetanol (DMAE) na pele.** 2006. Dissertação (Pós- Graduação em Ciências Farmacêuticas) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto- SP, 2006.

MATTHEUS, F. L.; RAWLINGS, R. D. **Composite Materials:** Engineering na Science. CRC press, 1999.

MOTA, J. A. A. **Interação Quitosana com Surfactante e Fenol em Meio Aquoso- Cinética, Equilíbrio e Calorimetria.** 2012. Tese (Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, SE, 2012.

NEIS, M. **Estudo das propriedades mecânicas e térmicas de compósitos de polipropileno com Casca de banana.** 2015. Dissertação (Revista de Iniciação Científica da Ulbra N°13, p.232-241- Curso de Engenharia Química, Universidade Luterana do Brasil (ULBRA), São José, Canoas-RS, 2015.

NETO, F. L.; PARDINI, L. C. **Compósitos estruturais.** 2 ed. São Paulo: Editora Edgar Blucher, 2016.

ROCHA, A. A.; PEREIRA, D.N; PÁDUA, H. B. **Produtos de pesca e contaminantes químicos na água da Represa Billings, São**

Paulo (Brasil): Revista de Saúde Pública, São Paulo, 1985.

SOARES, A. S. L. **Estudo dos parâmetros e controle de qualidade no processo produtivo de detergente líquido domissanitário.** Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado) - Engenharia Química, Universidade Federal de Paraíba, João Pessoa, 2017.

SILVA, N. C. R. S. **Utilização da casca de banana como bioissorvente para adsorção de chumbo (II) em solução aquosa.** 42 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão, 2014.


SILVA, H. S. R.; SANTOS, K. S. C. R.; FERREIRA, E. I. **Quitosana: derivados hidrossolúveis, aplicações farmacêuticas e avanços.** Química Nova 29 (4), 776-785. 2006.

VINAUD, Laura Ursino Pereira. **Remoção de íons cálcio e magnésio do rejeito da mineração de rocha fosfática, empregando cascas de banana, batata e fibra da casca de coco como materiais bioissorventes.** 79 f. Dissertação (Mestrado em Inovação Tecnológica) - Programa de Mestrado Profissional em Inovação Tecnológica, Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Uberaba, 2018.

WATASHI, C. Y. **Preparação e caracterização da casca de banana prata particulada para aplicação com reforço em compósito e matrix de PEAD.** 2011. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) - Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

WEBER, D. **Suportes Poliméricos à base de quitosana: preparação, caracterização e aplicações biocatalíticas na síntese de ésteres terpênicos.** Trabalho de Conclusão de Curso (Estágio Supervisionado II). 2016.

ZHANG et al. Adsorption of anionic surfactants from aqueous Solution by high content of primary amino crosslinked chitosan microspheres. *International Journal of Biological Macromolecules*. Shanghai, China, Volume 97 635-641, 2017.

	INSTRUÇÃO DE TRABALHO			
	DESENVOLVIMENTO DE UMA MICROPARTÍCULA POLIMÉRICA DE QUITOSANA RETICULADA PARA REMOÇÃO DE SURFACTANTE LAURIL ÉTER SULFATO DE SÓDIO.			
Código DTCCQ-ANO-2021	Área/Curso Técnico em Química	Data de Emissão 06.04.2021	Última Revisão	Versão N° 01

OBJETIVOS

1.1. Objetivo Geral

Desenvolver uma micropartícula efetiva e de baixo custo a partir de compósito polimérico de partículas de quitosana e de fibra da casca de banana, para a remoção de Lauril Éter Sulfato de Sódio (LESS).

1.2. Objetivos específicos

- Estabelecer a metodologia analítica para determinação de LESS em meio aquoso;
- Preparo das micropartículas de quitosana reticuladas com glutaraldeído;
- Teste de adsorção com as micropartículas reticuladas em solução padrão de LESS;
- Quantificar a eficiência de adsorção em razão do tempo de contato.

CAMPO DE APLICAÇÃO

Esta IT se aplica unicamente ao Laboratório de Análises Físico-Químicas, Quantitativas e Qualitativas (LAFQ), Laboratório de Análises Instrumentais (LAI) e Laboratório de Análises Microbiológicas e Alimentos (LMA).

EMISSÃO, REVISÃO E APROVAÇÃO.

- ✓ Esta IT foi:
- ✓ Emitida por: Julia Resende Natividade; Sibelle Cristine Alves Prates Silva; Yasmim Correa de Araujo.
- ✓ Revisada por: Prof. Dr. Klauss Engelmann - Orientador do trabalho.
- ✓ Aprovada por: Prof^a. Thais Taciano dos Santos – Coordenadora do Curso Técnico em Química.

HISTÓRICO DE ALTERAÇÕES

Versão	Data	Alteração(ões) efetuada(s)
01	06/04/21	Emissão do documento

INTRODUÇÃO

O processo físico-químico de superfície que ocorre devido às interações químicas entre o adsorvato e o adsorvente é chamado de absorção. A bioadsorção é um processo alternativo aos métodos convencionais e sua principal vantagem é o seu baixo custo. Esse processo baseia-se no fato do adsorvato ser um sólido que concentra em sua superfície determinadas substâncias existentes, nesse caso, em um fluido líquido, o adsorvente (LIMA et al., 2014).

O adsorvato Lauril Éter Sulfato de Sódio (LESS) é um surfactante aniônico muito utilizado em produtos de limpeza e outras aplicações. Devido ao fator aniônico do Lauril, este vai se associar ao cátion intensamente colorido do azul de metileno, o qual vai formar um complexo extraível pelo método simples na substância de clorofórmio. Logo, iremos simular um efluente contaminado com o surfactante (SOARES, 2017).

A quitosana é um polissacarídeo catiônico atóxico, biodegradável e de baixo custo, produzida pela desacetilação da quitina, e seu potencial quelante a torna efetiva como bioadsorvente (AZEVEDO et al., 2007). Sua cadeia é formada por diversos grupos funcionais, os quais possuem diferentes sítios reativos versáteis para modificações químicas, como a reticulação que vamos executar (GONSALVES et al., 2011). O reagente que vamos utilizar será o glutaraldeído, o qual possui funções que interagem com grupos amino e hidroxila presentes na quitosana, submetendo o sistema a uma filtração simples e obtendo as micropartículas poliméricas.

A espectrofotometria é uma técnica utilizada para quantificar as propriedades reflexivas e transmissivas de determinado material. Para quantificar o potencial de adsorção do surfactante, iremos utilizar a técnica de espectroscopia de absorção no ultravioleta e visível da radiação de determinado comprimento de onda.

Cuidados a se tomar nesse experimento

O uso de EPIs (jaleco, óculos de proteção e luva nitrílicas) e do EPC (máscara) são obrigatórios.

A atenção durante a realização dos procedimentos é essencial.

Os vapores da substância de clorofórmio são tóxicos. Logo, é necessário manusear na capela. Ácido sulfúrico, ácido acético e ácido cítrico também devem ser manuseados na capela.

DESCRIÇÃO DO PROCEDIMENTO

Materiais e Reagentes

Os materiais e reagentes necessários para o experimento estão descritos conforme Tabela 1 e 2 e correspondem à necessidade de 1 grupo.

Tabela 1: Reagentes necessários para o experimento.

Quantidades/Unidades	Descrição do Reagente
25 mL	Azul de Metileno (C ₁₆ H ₁₈ ClN ₃ S)
50 mL	Clorofórmio (CHCl ₃)
q.s.p.	Lauril Éter Sulfato de Sódio (CH ₃ (CH ₂) ₁₀ CH ₂ (OCH ₂ CH ₂) _n OSO ₃ Na)
q.s.p.	Quitosana (C ₆ H ₁₁ O ₄ N) _n

Tabela 2: Materiais necessários para o experimento.

Unidades/Quantidades	Descrição do Material
1	Agitador
1	Balão Volumétrico 100 mL
5	Béquer 50 mL
1	Béquer 150 mL
3	Béquer 200 mL
1	Borrifador
1	Erlenmeyer 100 mL
1	Espectrofotômetro
5	Flaconete de Vidro
3	Filtro de Papel
2	Funil de Separação
1	Lã de Vidro
1	Pipeta Pasteur

Procedimento

Parte 01 – Preparo de soluções

1. Em um béquer, solubilizar a quitosana em ácido cítrico (2-hidroxi-1,2,3-propanotricarboxílico) em concentração de 5% (m/v) na proporção de 2,5% (m/v).
2. Preparar solução de glutaraldeído (1,5- pentanodial)3,5% (v/v)
3. Em um béquer de 150 mL preparar 100 mL de solução com concentração de LESS.
4. Preparar uma solução de hidróxido de sódio 1 mol.L⁻¹
5. Para o preparo da solução lavagem adicionar 6,8 mL de ácido sulfúrico concentrado p.a. (H₂SO₄) a 500 mL de água destilada. Adicionar 50 g de Fosfato diácido de sódio monoidratado p.a.(NaH₂PO₄.H₂O), agitar até completa dissolução e diluir a 1000 mL com água destilada.
6. Solução NaOH 1%

Parte 02- Preparo das fibras das cascas de bananas maçãs

1. As cascas das bananas serão secas em estufa com as prateleiras forradas com papel Kraft, por cerca de 72 h a 50 °, para retirar toda a umidade presente.
2. Com a fibra seca, deve ser feita uma moagem primária, com o uso do liquidificador doméstico.

3. Após moído o material será imerso na solução de NaOH 1%, em temperatura ambiente e será colocado no agitador por 2h.
4. Lavar e colocar as fibras em formas de alumínio, para secar novamente por 72 h em 50°, na estufa.
5. Triturar no liquidificador mais uma vez
6. Peneirar as fibras
7. Determinar o pH das fibras utilizando um pHmetro

Parte 03-

1. Transfira 120 ml da solução de quitosana já preparada para o interior de um borrifador.
2. Pulverize em um béquer contendo solução de hidróxido de sódio 2 mol. L⁻¹.
3. Leve ao agitador, e deixe em agitação por 24 h.

Parte 04-

1. Submeta a solução, a uma filtração simples, transferindo a solução estoque armazenada em um béquer, para um Erlenmeyer, deixando as micropartículas retidas no filtro de papel.
2. Lavar as micropartículas e secar em estufa a 60°C.
3. Pesas as micropartículas e anotar.
4. Adicionar 1,5 ml de glutaraldeído (1,5- pentanodial)3,5% (v/v) para cada 1g de micropartícula deixando o sistema em repouso por 24 h.

Parte 05-

1. Submeta as micropartículas à filtração simples, utilizando água deionizada para lavagem das partículas.
2. Levar para estufa a 60°C.
3. Armazenar em flaconetes de vidro.

Parte 06- compósito

1. Acrescentar 3 g de fibra na solução de quitosana
2. Repetir os processos 3,4 e 5 já descritos

Parte 07 -

1. Em quatro béqueres de 50 mL, pesar exatamente 0,5 g da micropartícula em cada um.
2. Adicionar, sob agitação 30 mL da solução padrão de LESS.
3. Levar ao agitador, e manter sob agitação por 1 hora.
4. Utilizando uma pipeta automática P1000, retirar alíquotas de 1,0 ml nos intervalos de 5, 10, 20, 30, 40, 50 e 60 minutos de cada béquer.
5. Após os 60 minutos, interromper a agitação e aguardar a decantação das partículas
6. Logo após, fazer uma filtração e armazenar as soluções em béqueres de 50 ml.

Parte 08-

1. Colocar a solução de LESS no funil de separação.
2. Adicionar gota a gota uma solução de hidróxido de sódio 1 mol.L^{-1} ajustando o pH da solução para 7.
3. Adicionar 10 mL de clorofórmio.
4. Adicionar 25 mL de azul de metileno.
5. Agitar o funil por 30s.
6. Transferir a camada de clorofórmio para outro funil de separação.
7. Enxaguar a haste do primeiro funil de separação com pequenas quantidades de clorofórmio.
8. Repetir a extração mais duas vezes usando 10 mL de clorofórmio.
9. Junte os extratos de clorofórmio no segundo funil de separação.
10. Adicionar 50 mL da solução de lavagem e agitar fortemente por 30s.
11. Após separação das duas camadas, deslocar as gotículas aderidas na parede do funil de separação.
12. Filtrar a fase de clorofórmio através de lã de vidro para um balão volumétrico de 100 mL.
13. Extrair a solução de lavagem mais duas vezes com 10 mL de clorofórmio por vez e adicionar ao balão.
14. Enxaguar a lã de vidro e o funil com clorofórmio.
15. Coletar as lavagens no balão, diluir à marca com clorofórmio e misturar bem.
16. Efetuar uma prova em branco com água destilada, e ler a absorvância a 652 nm no espectrofotômetro.
17. Utilizar o branco como referência e preparar as soluções padrões na faixa de $10 \mu\text{g}$ a $200 \mu\text{g}$ (consultar tabela 3), através da diluição da solução padrão e fazer a leitura na absorvância conforme foi efetuado com a prova em branco.
18. Construir a curva de absorvância x μg LESS.

Acondicionamento/Tratamento de Resíduos

Ao final do experimento, os resíduos dos ácidos clorídrico, cítrico e sulfúrico e o hidróxido de sódio deverão ser neutralizados entre si, para então serem descartados no sistema de esgoto.

Os resíduos de materiais pesados deverão ser devidamente armazenados e identificados para uma futura incineração. Por fim, a quitosana poderá ser descartada no lixo orgânico, pois será um resíduo sólido e se trata de um material orgânico e biodegradável.

Registro de dados

Solução de quitosana = _____ mL

Massa das micropartículas = _____ g

Massa das fibras = _____ g

PH da fibra da casca da banana = _____

Massa do compósito = _____ g

Volume do leite d'água = _____ mL

Concentração LESS no leite d'água = _____ mg.L⁻¹**Tabela 3:** Padrões do LESS na faixa de 10 μg a 200 μg

Padrões	Concentração de LESS (μg)	Volume de solução (mL)
1	0 (branco)	0
2	10	1,0
3	30	3,0
4	50	5,0
5	70	7,0
6	90	9,0
7	110	11,0
8	130	13,0
9	150	15,0
10	200	20,0

Tabela 4: valores da absorvância determinados em 652 nm em função da concentração de LESS em cada padrão.

Padrões	Concentração de LESS (μg)	Absorvância medida, A
1	0 (branco)	
2	10	
3	30	
4	50	
5	70	
6	90	
7	110	
8	130	
9	150	
10	200	

Cálculos

Fazer a leitura na curva de calibração das μg de LESS correspondentes às absorvâncias medidas em cada padrão.

$$LESS (mg.L^{-1}) = \frac{\mu\text{g LESS aparente}}{mL amostra original}$$

O resultado vai ser expresso em termos de substâncias ativas, nesse caso ao azul de metileno, o LESS aparente.

Rascunho do Procedimento (utilizem o verso se necessário)

REFERÊNCIA

- ABNT. NBR 10738: **Água - Determinação de surfactantes pelo método espectrofotométrico do azul-de-metileno**. Rio de Janeiro: ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas, 1989. p. 7.
- ARAÚJO, C. R. M. et al. **Diferentes estratégias para a reticulação da quitosana**. Dissertação. Química Nova. 2011.
- AZEVEDO et al. **Quitina e Quitosana: aplicações como biomateriais**- Universidade Federal de Campina Grande. 2007.
- GARDINGO, M.F. **Tratamentos de águas e efluentes contendo surfactantes através do sistema peróxido de hidrogênio/hipoclorito**. -Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro - PUC-Rio. 2010.
- LIMA, A. C. A. et al. **Adsorção: aspectos teóricos e aplicações ambientais**. 2014. Dissertação (Pós-graduação)- Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2014.
- MOTA, J. A. **Interação Quitosana com Surfactante e Fenol em Meio Aquoso- Cinética, Equilíbrio e Calorimetria**. Universidade Federal de Sergipe
- SOARES, A. S. L. **Estudo dos parâmetros e controle de qualidade no processo produtivo de detergente líquido domissanitário**. 2017. Universidade Federal de Paraíba
- WEBER, D. **Suportes Poliméricos à base de quitosana: preparação, caracterização e aplicações biocatalíticas na síntese de ésteres terpênicos**. Universidade Federal de Santa Catarina. 2016.