

## PREPARAÇÃO DE MATERIAIS HÍBRIDOS USANDO QUITOSANA COMO MATERIAL FIBROSO

**L. A. Rodrigues, R. E. da Silva, M. E. V. Gouvea, L. J., Maschio, M. L. C. P. da Silva**

Escola de Engenharia de Lorena-USP/Departamento de Engenharia Química, CP-116, Lorena-SP, Brasil, CEP: 12600-000, e-mail: [mlcaetano@dequi.eel.usp.br](mailto:mlcaetano@dequi.eel.usp.br).

**Resumo-** A proposta deste trabalho é a utilização de compostos híbridos baseados em constituintes de origem natural tendo como objetivo a redução da dependência de materiais de fontes não renováveis. Preparou-se materiais híbridos de diferentes proporções a base de quitosana e óxido de nióbio hidratado (quitosana/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.nH<sub>2</sub>O) e caracterizou-se por termogravimetria (TG), bem como por difração de raios-X (DRX). Por DRX, observa-se alteração na cristalinidade da quitosana pela presença do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.nH<sub>2</sub>O em sua superfície. A interação entre a quitosana e o Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.nH<sub>2</sub>O pode ser confirmada por TG e DRX.

**Palavras-chave:** quitosana, óxido de nióbio hidratado, compostos híbridos.

**Área do Conhecimento:** Engenharias

### Introdução

A quitosana é um biopolímero do tipo polissacarídeo, possuindo estrutura molecular similar à da celulose, diferenciando-se apenas nos grupos funcionais. É constituída de β-(1-4)-2-amino-2-deoxi-D-glicopiranosose e β-(1-4)-2-acetamida-2-deoxi-D-glicopiranosose, proveniente da desacetilação da quitina, sendo assim o segundo polissacarídeo mais abundante na natureza, depois da celulose (TONHI e PLEPIS, 2002).

O óxido de nióbio hidratado (Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.nH<sub>2</sub>O) é um material inorgânico de características poliméricas e de fácil preparação que possui estabilidade e seletividade para vários tipos de reação (TAGLIAFERRO *et al.*, 2005).

As mais recentes tecnologias requerem materiais com combinação de propriedades que não são encontradas nos materiais convencionais. Materiais híbridos orgânico-inorgânico são preparados pela combinação de componentes orgânicos e inorgânicos e constituem uma alternativa para produção de novos materiais multifuncionais, com larga faixa de aplicações (JANEGITZ *et al.*, 2007).

O objetivo desse trabalho é a síntese de um material híbrido a partir da deposição de óxido de nióbio (V) hidratado na superfície da quitosana via precipitação convencional (PC).

### Metodologia

O Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.nH<sub>2</sub>O foi preparado pela dissolução de Nb em HNO<sub>3</sub> (65%) e HF (40%) na proporção 1:3 molar. Depois de todo material solubilizado, adicionou-se NH<sub>4</sub>OH (1:3, 10 mL de NH<sub>4</sub>OH e 30 mL de água deionizada), sob agitação constante até precipitação do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.nH<sub>2</sub>O. Em seguida o material foi filtrado, lavado com água deionizada

até pH~6 e seco em estufa a 50°C até peso constante.

O híbrido quitosana/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.nH<sub>2</sub>O nas proporções 1:1, 1:2 ou 1:4, foi preparado pela dissolução de Nb em HNO<sub>3</sub> (65%) e HF (40%) na relação 1:3 molar. Depois de todo material solubilizado, adicionou-se NH<sub>4</sub>OH (1:3, 10 mL de NH<sub>4</sub>OH e 30 mL de água deionizada), sob agitação constante até pH~2. Adicionou-se a quitosana deixando-a em repouso por 30 min sem agitação. Após esse tempo, adicionou-se NH<sub>4</sub>OH (1:3), sob agitação até precipitação do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.nH<sub>2</sub>O (pH~8). A solução ficou em repouso por cerca de 12 h. Após esse período o material foi filtrado, lavado com água deionizada até pH~6 e seco em estufa a 50°C até peso constante.

Os materiais preparados foram caracterizados por difratometria de raios X (DRX) e termogravimetria (TG).

Os difratogramas foram obtidos em um difratômetro de raios-X da marca Shimadzu modelo XRD-6000, com fonte de radiação CuKα, 30 kV, 40 mA, varredura 0,05 ( 2θ/ 5 s) para valores de 2θ entre 10 e 70°.

A análise térmica foi realizada em uma termobalança da marca Shimadzu modelo TG-50, com razão de aquecimento 20 °C min<sup>-1</sup> em fluxo de nitrogênio, no intervalo de temperatura de 25 a 900 °C.

### Resultados

Os difratogramas de raios X dos materiais preparados e da quitosana são mostrados na Figura 1.

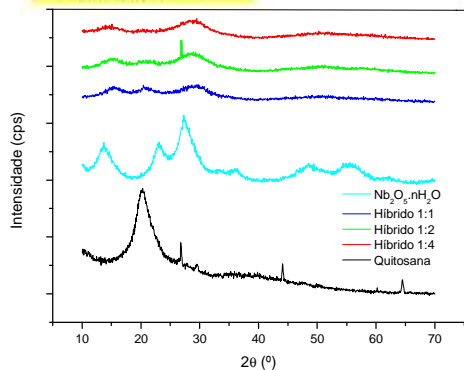


Figura 1- Difratoograma de raios X do híbrido 1:1.

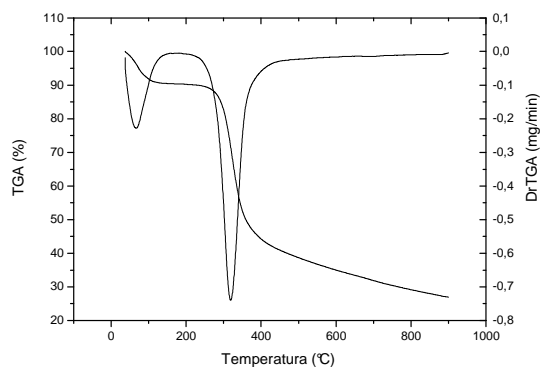


Figura 5- Curva TG da quitosana.

As curvas TG dos materiais híbridos e da quitosana são apresentadas nas Figuras de 2 a 6.

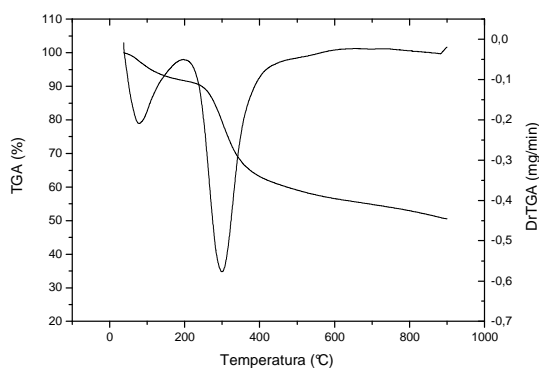


Figura 2- Curva TG do material híbrido 1:1.

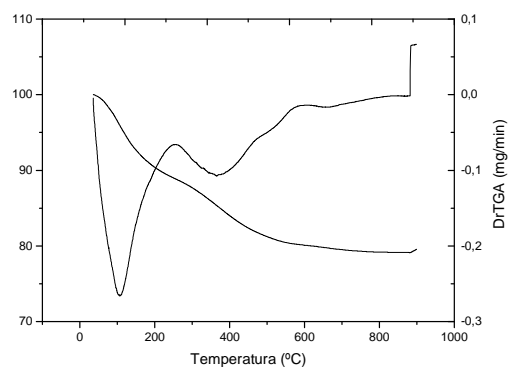


Figura 6- Curva TG do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.nH<sub>2</sub>O.

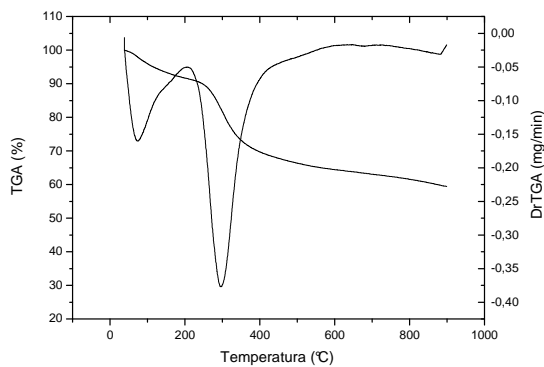


Figura 3- Curva TG do material híbrido 1:2.

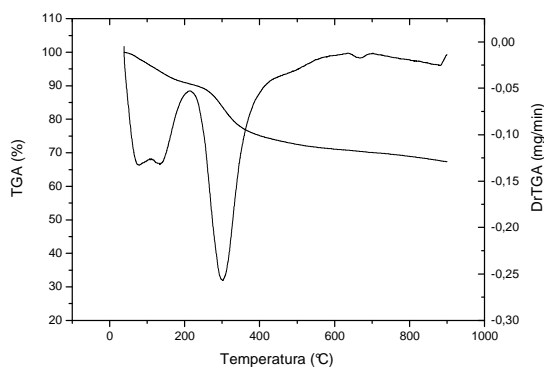


Figura 4- Curva TG do material híbrido 1:4.

A Tabela 1 mostra a porcentagem de perda de massa ocorrida nos híbridos.

**Tabela 1-** Resultados obtidos por meio das curvas TG para os materiais preparados, com perda de massa (Mp), intervalo de temperatura (ΔT), temperatura de maior velocidade de perda de massa obtida pela curva diferencial (dM).

Híbrido	dM (°C)	ΔT (°C)	Mp (%)
(1:1)	80,0	25-200	8,4
	304,0	200-900	38,7
			Σ=47,1
(1:2)	77,0	25-200	8,5
	299,0	200-900	30,1
			Σ=38,6
(1:4)	70,00	25-200	9,5
	303,00	200-900	21,7
			Σ=31,2
quitosana	68,00	25-200	9,6
	323,00	200-900	63,4
			Σ=73,0
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .nH <sub>2</sub> O	107	25-250	9,0
	367	250-800	11,6
			Σ=20,6

### Discussão

Os difratogramas de raios X dos materiais preparados (Figura 1) não apresentam picos definidos, revelando seu caráter amorfo. Pode-se

observar que a interação do  $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  e da quitosana gerou materiais menos cristalinos que os materiais origem (Figura 1).

Através da Tabela 1 observa-se uma redução na quantidade de massa perdida com o aumento da proporção de óxido de nióbio hidratado no híbrido, evidenciando a interação quitosana/ $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ . As curvas TG dos materiais preparados e da quitosana (Figuras de 2 a 6) apresentam perda de massa ocorrendo em duas etapas distintas. Na primeira etapa a perda de massa é decorrente da eliminação de águas quimicamente ligadas à matriz e na segunda devido à degradação da matéria orgânica (TONHI e PLEPIS, 2002), com exceção do óxido de nióbio hidratado, no qual a perda de massa na segunda etapa é decorrente da condensação dos grupos  $\text{OH}^-$  (TAGLIAFERRO *et al.*, 2005). Observa-se pela Figura 4 um desdobramento do pico DTG no intervalo de 25-200°C, proveniente da presença do  $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  em maior quantidade. A água quimicamente ligada ao óxido decompõe-se em temperatura mais elevada (107°C), que a água quimicamente ligada à quitosana (68°C), Tabela 1. Pode-se observar no segundo intervalo (200-900°C) uma diminuição na temperatura de decomposição para os materiais híbridos, decorrente da interação quitosana/ $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ .

### Conclusão

Variando-se a razão quitosana/ $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  pode-se gerar materiais híbridos com propriedades diferenciadas. A interação entre a quitosana e o  $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  pode ser confirmada pelas análises TG e DRX.

### Referências

-AZEVEDO, V. V. C.; CHAVES, S. A.; BEZERRA, D. C.; FOOK, M. V. L.; COSTA, A. C. F. M. Quitina e quitosana: aplicações como biomateriais. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos** V.2.3, p.27-34, 2007.

- JANEGITZ, B. C.; MARCOLINO JUNIOR, L. H.; FATIBELLO-FILHO, O. Anodic stripping voltammetric determination of copper (II) in wastewaters using a carbon paste electrode modified with chitosan. **Quim. Nova** V.30, n.7, p.1673-1676, 2007.

- TAGLIAFERRO, G. V.; SILVA, G. L. J. P.; SILVA, M.L. C. P. Influência do agente precipitante na preparação do óxido de nióbio (v) hidratado pelo método da precipitação em solução homogênea. **Quim. Nova**, V.28, p.250-254, 2005.

- TONHI, E.; PLEPIS, A. M. G. Obtenção e caracterização de blendas colágeno-quitosana. **Quim. Nova** V.25, n.6, p.943-948, 2002.