



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO
PRÓ-REITORIA DE GRADUAÇÃO
CAMPUS CARAÚBAS
BACHARELADO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA

KENNEDY VINICIUS QUEIROZ FERREIRA

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA QUITOSANA OBTIDA A PARTIR DA
CARAPAÇA DE CAMARÃO.**

CARAÚBAS - RN

2019

KENNEDY VINICIUS QUEIROZ FERREIRA

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA QUITOSANA OBTIDA A PARTIR DA
CARAPAÇA DE CAMARÃO.**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Ciência e Tecnologia da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (UFERSA), Campus Caraúbas, como parte dos requisitos para obtenção do Título de Bacharel em Ciência e Tecnologia.

Orientadora: Profa. Dra. Guymmann Clay da Silva - UFERSA

CARAÚBAS - RN

2019

© Todos os direitos estão reservados a Universidade Federal Rural do Semi-Árido. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do (a) autor (a), sendo o mesmo, passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei nº 9.279/1996 e Direitos Autorais: Lei nº 9.610/1998. O conteúdo desta obra tomar-se-á de domínio público após a data de defesa e homologação da sua respectiva ata. A mesma poderá servir de base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu (a) respectivo (a) autor (a) sejam devidamente citados e mencionados os seus créditos bibliográficos.

F383o Ferreira, Kennedy Vinicius Queiroz.
OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA QUITOSANA OBTIDA
A PARTIR DA CARAPAÇA DE CAMARÃO. / Kennedy
Vinicius Queiroz Ferreira. - 2019.
41 f. : il.

Orientadora: Guymmann Clay da Silva.
Monografia (graduação) - Universidade Federal
Rural do Semi-árido, Curso de Ciência e
Tecnologia, 2019.

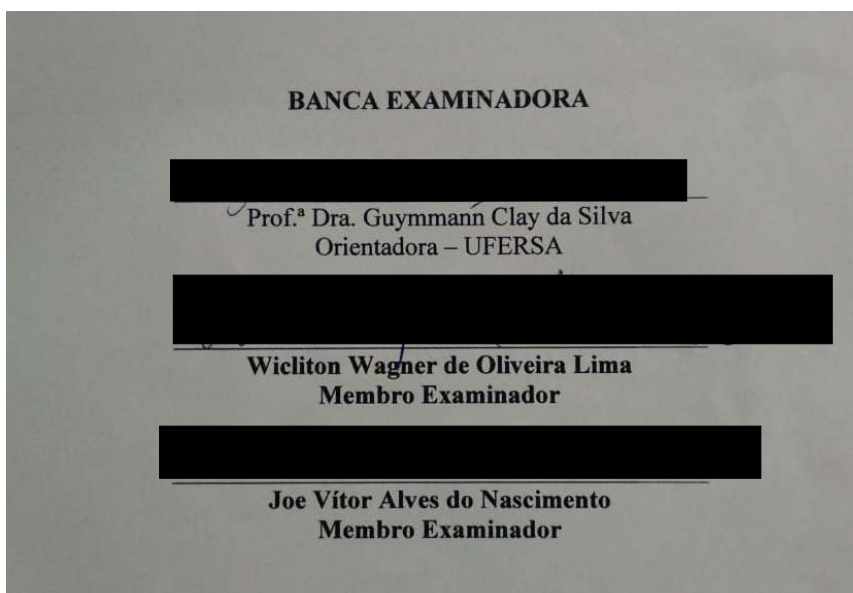
1. Biopolímero. 2. Quitina. 3. Desacetilação. 4.
Quitosana. 5. Caracterização. I. Silva, Guymmann
Clay da, orient. II. Título.

O serviço de Geração Automática de Ficha Catalográfica para Trabalhos de Conclusão de Curso (TCC's) foi desenvolvido pelo Instituto de Ciências Matemáticas e de Computação da Universidade de São Paulo (USP) e gentilmente cedido para o Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (SISBI-UFERSA), sendo customizado pela Superintendência de Tecnologia da Informação e Comunicação (SUTIC) sob orientação dos bibliotecários da instituição para ser adaptado às necessidades dos alunos dos Cursos de Graduação e Programas de Pós-Graduação da Universidade.

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA QUITOSANA OBTIDA A PARTIR DA CARAPAÇA DE CAMARÃO.

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Universidade Federal Rural do Semi-Árido
como requisito para obtenção do título de
Bacharel em Ciência e Tecnologia.

AVALIADA EM: 14 / 08 / 2019.



CARAÚBAS - RN

2019

AGRADECIMENTOS

Este trabalho é consequência de uma longa jornada de trabalho, palavras são poucas para expressar esse momento, existe um mix de sentimento dentro de mim, o maior deles é a gratidão, gratidão a Deus e a todas essas pessoas que passaram e ajudaram a percorrer essa jornada, nada seria possível sem ajuda de vocês.

A toda minha família por todo o apoio, em especial a meus pais: Rita de Cassia e Geraldo Ferreira, vocês sem dúvidas são os responsáveis por minha motivação diária. Minha irmã Gennnef Vitoria e meu irmão Kaio Lucas por também serem minha motivação. Amo muito vocês. Sou grato a todos, meus tios e tias, meus avôs e avós, sem dúvidas, mas não poderia deixar de citar o nome dos que sempre estão presentes, minha vizinha Fatima, meu vô “Vela” as minhas tias Katia e Betânia e ao meu tio Expedito Junior.

Meus amigos da “Green House”, Felipe Dácio, Thiago Ruan, Matheus Amaral e Kennedy Dias por serem esses caras que estão comigo em todos os momentos da minha vida. Sou fã de vocês meus irmãos. Não poderia falar em amizade sem falar em algumas pessoas como todos que compõem o “Pink Ap”: Larissa Martins, Rafaela Marinho, Gessica Moura e Thalia Alves, a minha empresa junior a Engrenagem Jr bem como o GOU Renovados em Cristo e todos que fazem parte dessas equipes.

A minha orientadora que como costumo dizer é professora, amiga e psicóloga Guymmann Clay essa conquista é sua também, não sei nem como agradecer todo o esforço que a senhora fez para que esse sonho se concretizasse. Obrigado do fundo do meu coração por tudo, sem dúvida nenhuma eu posso dizer que eu te amo.

Aos meus colegas da UFERSA que viraram amigos para toda as horas, Joyce Almeida, Luana Ferreira, Diego Aquino, Rosemary Kennida e Sara Alves.

Aos técnicos de laboratório de química Wicliton Wagner e Joe Vitor por todo o auxílio, estes que também compõem a banca examinadora.

“Não importa o que aconteça, continue a nadar”

(WALTERS, GRAHAM; PROCURANDO NEMO, 2003).

RESUMO

O Brasil é um país possuidor de um grande e vasto litoral além de conter inúmeras bacias hidrográficas, e isso o proporciona um enorme potencial pesqueiro. Uma das preocupações hoje em dia se diz respeito ao descarte adequado dos resíduos provenientes desta atividade para que esses não venham a causar grandes impactos no meio ambiente. Sendo os crustáceos como siri e camarão responsáveis por boa parte desses resíduos e que tais são compostos por uma série de proteínas, pigmentos, lipídios, materiais orgânicos além de uma grande quantidade de quitina, existe um grande interesse no reaproveitamento dessas fontes. Com uma grande semelhança funcional e estrutural com a celulose a quitina é uma fibra natural precursora da quitosana. Sendo assim, o trabalho a seguir teve como objetivo produzir e caracterizar quitosana obtida a partir da carapaça de camarão. Com uma metodologia simples, consistindo basicamente na desacetilação da quitina em quitosana em meio básico, enquanto a caracterização dela é dada pelos procedimentos de grau de desacetilação, massa molar média e teor de sólidos. Esse trabalho se mostrou satisfatório uma vez que os resultados obtidos de massa molar média, grau de desacetilação e teor de sólidos se mostraram condizentes com a literatura. Sendo seus valores: $8,4 \times 10^4 \text{ g.mol}^{-1}$, 78,75 % e 84,54 % respectivamente, mostrando-se que pode ser utilizada em várias áreas da indústria.

Palavras-chave: Biopolímero. Quitina. Desacetilação. Quitosana. Caracterização.

ABSTRACT

Brazil is a country that has a large and vast coastline and contains countless watersheds, and this gives it a huge fishing potential. One of the concerns today concerns the proper disposal of waste from this activity so that it will not cause major impacts on the environment. Since crustaceans such as crab and shrimp are responsible for much of these residues and they are composed of a series of proteins, pigments, lipids, organic materials and a large amount of chitin, there is a great interest in the reuse of these sources. With a great functional and structural similarity to cellulose, chitin is a natural precursor fiber of chitosan. Thus, the following work aimed to produce and characterize chitosan obtained from shrimp carapace. With a simple methodology, consisting basically in the deacetylation of chitosan in chitosan in basic medium, while its characterization is given by the procedures of deacetylation degree, average molar mass and solids content. This work was satisfactory since the results obtained of average molar mass, deacetylation degree and solids content were consistent with the literature. Its values are: $8,4 \times 10^4 \text{ g.mol}^{-1}$, 78,75% and 84,54% respectively, showing that it can be used in various areas of industry.

Keywords: Biopolymer. Chitin. Deacetylation. Chitosan. Description.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Comparação das estruturas moleculares da quitina e da quitosana.....	19
Figura 2: Gráfico da titulação condutimétrica em função da condutividade com a variação de volume de NaOH.....	23
Figura 3: Cascas de camarão lavadas prontas para a trituração.....	26
Figura 4: Sistema de refluxo para desacetilação da quitina.....	28
Figura 5: Quitosana dissolvida em ácido acético.....	29
Figura 6: Quitosana precipitada após ser purificada.....	29
Figura 7: Esquema de execução da técnica de viscosimetria capilar.....	30
Figura 8: Sistema de análise de titulação condutimétrica.....	31
Figura 9: Placas de petri com amostras de quitosana para determinação do teor de sólidos ...	32
Figura 10: Gráfico da viscosidade relativa em relação a concentração de quitosana	34
Figura 11: Viscosidade reduzida e inerente em função da concentração de quitosana. (○ é a viscosidade inerente, ● é a viscosidade inerente)	35
Figura 12: Condutividade da solução de quitosana em meio ácido em função da solução de NaOH.....	36

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Equações dos diversos tipos de viscosidade.....	21
Tabela 2: Equipamentos utilizados na execução da metodologia.....	25
Tabela 3: Reagentes utilizados.....	26
Tabela 4: Viscosidades determinadas a partir da viscosimetria capilar. Viscosidade relativa (η_r), viscosidade específica (η_{sp}), viscosidade reduzida (η_{red}) e viscosidade inerente (η_{iner}).....	33

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2.	OBJETIVOS	16
2.1.	Objetivo Geral.....	16
2.2.	Objetivos Específicos	16
3.	REFERENCIAL TEÓRICO	17
3.1.	Biomateriais	17
3.2.	Biopolímeros.....	17
3.3.	Quitina	18
3.4.	Quitosana	18
3.5.	Caracterização da Quitosana.....	20
3.5.1.	Obtenção da massa molecular média através da viscosimetria capilar.	20
3.5.2.	Grau de desacetilação via titulação condutimétrica.	22
3.5.3.	Ensaio de Teor de sólidos.....	24
4.	METODOLOGIA	25
4.1.	Materiais	25
4.2.	Obtenção da quitosana a partir da Quitina	26
4.2.1.	Desmineralização	26
4.2.2.	Desproteínização	27
4.2.3.	Despigmentação.....	27
4.2.4.	Desacetilação	27
4.3.	Purificação da Quitosana	28
4.4.	Caracterização da Quitosana.....	29
4.4.1.	Determinação da massa molar média	29
4.4.2.	Determinação do grau médio de desacetilação.....	31
4.4.3.	Determinação do Teor de Sólidos.	32

5. RESULTADOS.....	33
5.1. Caracterização da quitosana.....	33
5.1.1. Determinação da Massa Molar Média.....	33
5.1.2. Determinação do Grau de Desacetilação.....	36
5.1.3. Teor de Sólidos.....	38
6. CONCLUSÕES.....	39

1 INTRODUÇÃO

Há muitos anos, o homem vem retirando da natureza substâncias primordiais a sua existência como também vários outros produtos que por sua vez são utilizados para o seu conforto bem como para a elevação da sua qualidade de vida. Ao passar desses anos a natureza foi minuciosamente explorada e isso levou o homem a perceber que na natureza são encontrados uma imensa variedade de matérias-primas e que vários produtos podem ser sintetizados a partir de seus insumos naturais (SILVA, 2017).

Os biomateriais se enquadram nesses produtos que hoje são sintetizados pelo homem, estes segundo Salazar (2015) se caracterizam por qualquer substancia ou combinação dessas, de origem natural ou sintética, idealizada para ser implantada ou incorporada por qualquer período de tempo, como parte ou até mesmo o todo de um sistema que por sua vez aumenta, trata ou substitui qualquer função, tecido ou órgão. Neste campo, dos biomateriais, os polímeros são de grandes aplicações para as áreas biomédicas, no entanto na escolha do polímero para certa aplicação é essencial que o polímero possua determinadas propriedades. Entre os parâmetros que são necessários no estudo de um material para aplicações como um possível biomaterial estão as propriedades mecânicas, a pureza, metodologia de fabricação, a tolerabilidade do organismo ao material, a caracterização físico-química, entre outras (SALAZAR, 2015).

A quitosana e seus produtos desacetilados por exemplo, atraíram muita atenção para esta área (BATISTA, 2015). Ao apresentar propriedades farmacológicas que contribuem para a regeneração de tecidos danificados, a quitosana vem sendo aplicada em tratamentos de ferimentos e queimaduras na forma de membranas ou filmes de recobrimento (FERNANDES, 2009).

A quitosana é obtida através do processo de desacetilação da quitina (GIACOMINI, 2015). Este depois da celulose, é o biopolímero mais abundante encontrado na natureza. Pode ser encontrada no exoesqueleto de crustáceos, na parede celular de fungos e em outros materiais biológicos, entretanto as principais fontes comerciais da quitina são resíduos de camarão, siri e lagosta (DALLAN, 2005).

O Brasil é possuidor um grande potencial pesqueiro, consequência de um vasto litoral e inúmeras bacias hidrográficas bem como uma diversidade de fauna aquática. A produção, no país em termos de capturas desembarcadas pela pesca extrativa, continental e aquicultura

marinha, tem atingido anualmente números próximos a um milhão de toneladas (MOURA *et al.*, 2006).

Uma preocupação da indústria pesqueira é o descarte adequado de seus resíduos de modo a reduzir as agressões ao meio ambiente, pois a geração de resíduos de camarão e siri chegam a atingir números alarmantes. Estes por sua vez são constituídos por proteínas, quitina, pigmentos e carbonato de cálcio, deste modo provoca interesse no seu reaproveitamento, buscando o desenvolvimento de produtos com certo valor agregado (MOURA *et al.*, 2006).

A geração de resíduos está diretamente relacionada com a humanidade, desde que o homem deixou de ser nômade para se fixar em algum lugar, passando deste modo a conviver com seus próprios resíduos. O consumismo exagerado de bens e serviços o aumento da população nas últimas décadas bem como outros inúmeros fatores contribuem para um aumento na produção de resíduos sólidos em todo os municípios brasileiros, saber gerenciar todo esse resíduo de forma adequada são os maiores desafios que a sociedade moderna encontra, de modo que ao serem manuseados de forma incorreta contribuem para o aumento dos impactos ambientais (SILVA, 2016).

Em todo o Brasil as indústrias pesqueiras, contribuem para o aumento do problema da contaminação ambiental, sendo conhecido que a geração de resíduos é iniciada ainda no barco pela captura de espécies de baixo valor comercial e pelo acondicionamento inadequado do pescado a bordo (DAMASCENO; ANDRADE; STANFORD, 2009).

De acordo com o IBGE a produção de camarão em todo o país no ano de 2017 foi de 41,0 mil toneladas. Sendo o Nordeste a região que é a maior responsável por toda a produção, chegando a números próximos a 98,8%, o estado do Rio Grande do Norte neste ano ocupava o primeiro lugar com 37,7% da produção nacional (IBGE, 2019).

De acordo com Nair e Laurencin (2007), a tendência para os próximos anos é que cada vez mais os materiais bioestáveis sejam substituídos pelos biodegradáveis, para possíveis aplicações na área biomédica.

Os biomateriais apresentam a propriedade de biocompatibilidade, de modo que induz no paciente uma resposta positiva a uma aplicação específica, sem sofrer rejeição ou provocar reações adversas no corpo do indivíduo (FERNANDES, 2009). Pois, de acordo com Franco (2014) esse material tem a finalidade de tratar, aumentar ou até mesmo substituir função, órgão ou tecido do corpo.

Pelo fato da quitosana apresentar propriedades farmacológicas que contribuem para a regeneração de tecidos danificados, esta vem sendo utilizada no tratamento de ferimentos e

queimaduras, tanto na forma de filmes de recobrimentos como também na forma de membranas (FERNANDES, 2009).

Desde a década de 70, os estudos mostram resultados satisfatórios a respeito da sua ação farmacológica, os quais apontam a quitosana como um agente acelerador de cicatrização, devido a sua capacidade de induzir a formação de fibras de colágeno (TAVARES, 2011), justificando a realização deste trabalho.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Obter e caracterizar quitosana oriunda da carapaça de camarão.

2.2. Objetivos Específicos

- Obter quitosana a partir das carapaças de camarão;
- Caracterizar a quitosana via teor de sólidos
- Caracterizar a quitosana via massa molar média
- Caracterizar a quitosana via grau de desacetilação;

3. REFERENCIAL TEÓRICO

3.1. Biomateriais

Os biomateriais segundo Salazar (2015) se caracterizam por qualquer substância ou combinação dessas, de origem natural ou sintética, idealizada para ser implantada ou incorporada por qualquer período de tempo, como parte ou até mesmo o todo de um sistema que por sua vez aumenta, trata ou substitui qualquer função, tecido ou órgão.

Durante séculos, na medida que um tecido sofria uma enfermidade ou doença de maior gravidade, médicos e cirurgiões dispunham de muitas poucas alternativas e frequentemente encontravam-se com a necessidade de amputação de um membro ou a extirpação do tecido ou órgão afetado. O desenvolvimento dos biomateriais no século XX vem como solução a necessidade de oferecer tratamento paliativos a uma numerosa parte de acidentes que aconteceram ao longo das grandes guerras mundiais, em especial a segunda (BORELLI, 2011).

Hoje os biomateriais são de bastante valia para a área biomédica. Nesse campo o material necessita apresentar eficácia na aplicação clínica final, que nada mais é que a biofuncionalidade, assim como garantir que o biomaterial não cause nenhuma reação adversa no organismo, ou seja, apresente a sua biocompatibilidade comprovada. Diferentes classes de materiais têm sido utilizadas como por exemplo metais, cerâmicas e polímeros para inúmeras aplicações, cada propriedade e caracterização biológica, físico-química e mecânica de um material é essencial para o seu uso como biomaterial (BORELLI, 2011).

3.2. Biopolímeros

Os biopolímeros são materiais poliméricos produzidos a partir de fontes renováveis, estruturalmente classificados como poliamidas, polissacarídeos ou poliésteres. A sua principal matéria-prima para manufatura é uma fonte de carbono renovável (BRITO, 2011).

Vários biopolímero tem sido objeto de estudo na utilização na engenharia de tecidos, podemos citar como exemplo os polímeros naturais, sendo estes semelhantes biologicamente e quimicamente aos tecidos naturais. Deste modo polissacarídeos como a quitina e a quitosana, vem sendo propostos como biomateriais (FERNANDES, 2009).

3.3. Quitina

Quitina é um polímero atóxico, biodegradável, biocompatível e antibactericida, cujas propriedades vêm sendo exploradas em aplicações industriais e tecnológicas há mais de setenta anos (ALMEIDA, 2015).

A quitina é largamente distribuída na natureza é uma das fibras naturais mais abundantes perdendo apenas para celulose, sendo a fibra da quitina semelhante a ela. Encontrada no exoesqueleto de crustáceos, na parede celular de fungos como também em outros materiais biológicos. Esse biopolímero pode ser utilizado em várias aplicações em sua composição original, mas também pode ser utilizado para produção de quitosana. Sendo a quitosana possuidora de um maior valor comercial e com propriedades com maior relevância para a indústria e para pesquisa, torna-se está uma alternativa de utilização para quitina (MOURA *et al.*, 2006).

A quitina presente no exoesqueleto de crustáceos é associada a uma serie de proteínas, pigmentos, lipídios e materiais orgânicos e para a remoção destes e a obtenção da “quitina pura” é necessário uma série de procedimentos, tais como, a despigmentação, desmineralização e desproteinização (ANTONINO, 2007).

Sendo o segundo polímero mais abundante na natureza, é um polissacarídeo constituído por uma sequência linear de açúcares monoméricos do tipo β -(1-4)-2-acetamido-2-deoxi-D-glicose (N-acetilglicosamina) possuindo, assim, estrutura semelhante à das fibras de celulose. A diferença estrutural entre estas duas fibras é consequência dos grupos hidroxila, localizados na posição dois, que são substituídos na quitina por grupos acetamino. A principal fonte natural de obtenção da quitina é a carapaça de crustáceos (caranguejos, camarões, lagostas e siris), podendo também ser encontrada em insetos, moluscos e na parede celular de fungos. A quitina apresenta grande variedade de usos, principalmente na indústria têxtil, alimentícia e de cosméticos. Entretanto, sua maior aplicação encontra-se na produção de quitosana, que pode ser utilizada em diversas aplicações (DALLAN, 2005).

3.4. Quitosana

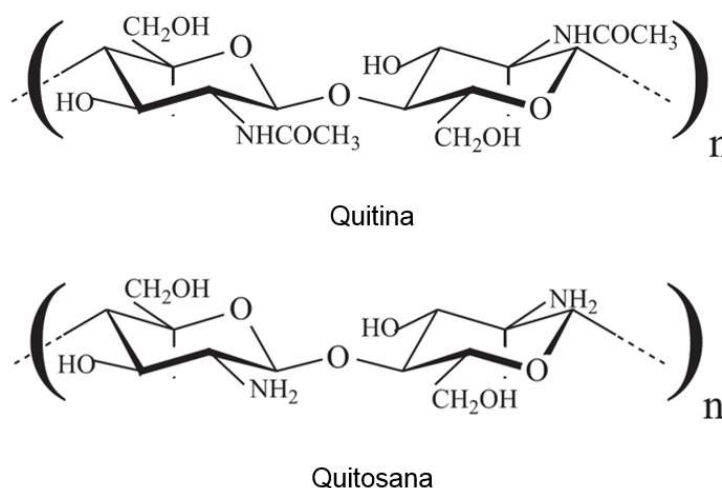
A quitosana é um polímero que tem como característica a insolubilidade em água e meio básico, sendo solúvel apenas em soluções ácidas (BATISTA, 2015). A quitosana é exatamente o produto da desacetilação da quitina, sendo quimicamente conhecida como seu derivado N-desacetilado, o correto grau de desacetilação que os diferencia a quitina da quitosana não é

definido. Entretanto alguns autores como Moura (2006) dizem que esse termo, quitosana, se refere ao grupo de polímeros com grau de desacetilação acima de 60 %.

Foi isolada em 1859 pelo aquecimento da quitina em solução concentrada de hidróxido de potássio, resultando na sua desacetilação e devido a biocompatibilidade, a quitosana vem sendo empregada em sistema de liberação controlada de fármacos, tais como albumina, melatonina, prednisolona, entre outras inúmeras aplicações (DAMIAN et al., 2005).

Quanto à sua estrutura química a quitosana pode ser definida como um copolímero de 2-amino-2-desoxi-D-glicopirranose e 2-acetamida-2-desoxi-D-glicopirranose, respectivamente, D-glicosamina e N-acetil-D-glicosamina, de composição variável em função do grau residual de acetilação, cujas unidades também são unidas por ligações glicosídicas β - (1,4) (CARONI, 2009).

Figura 1: Comparação das estruturas moleculares da quitina e da quitosana.



Fonte: Adaptado de CAMPANA-FILHO et al., 2007

Embora apresentem algumas semelhanças estruturais, a diferença no grau de desacetilação altera as suas propriedades físico-químicas, biológicas e biomédicas. Uma modificação facilmente observada é na solubilidade de ambas, uma vez que a quitina é insolúvel em água, bem como na maioria dos solventes orgânicos, enquanto que a quitosana apresenta alta solubilidade em ácidos fracos (TAVARES, p. 14, 2011).

Segundo Airoidi (2008), a quitosana é muito mais atrativa quando comparada com a quitina, devido à sua estrutura, pois por conter um grupo amino, isso possibilita a modificação química da estrutura polimérica original e, conseqüentemente, amplia as suas propriedades funcionais.

3.5. Caracterização da Quitosana

Durante o processo de obtenção da quitosana sabe-se que altas temperaturas, bem como altas concentrações de reagentes podem causar danos que são irreparáveis e dizem respeito a qualidade do polímero, modificando propriedades como o grau de desacetilação, massa molecular, viscosidade, etc. A caracterização da quitosana pode ser realizada se levando em consideração as propriedades físicas, químicas e biológicas (BEZERRA, 2011).

Dentre as propriedades químicas podemos destacar: distribuição de massa molar média, pH, grau de desacetilação, índice de cristalinidade, valor de retenção de água, níveis de metais pesados e proteínas. As físicas são propriedades como tamanho das partículas, densidade, solubilidade, viscosidade e descrição de suas apresentações. E por último listamos as características biológicas, essas são: aperogenicidade, citotoxicidade e biocompatibilidade (BEZERRA, 2011).

A caracterização da quitosana é de fundamental importância para o conhecimento de fato das suas propriedades físico-químicas e biológicas. Segundo Bezerra (2011) tais propriedades variam de acordo com a metodologia empregada na obtenção da quitosana, pois durante tal processo, diversos fatores influenciam na qualidade em sua forma polimérica, modificando grau de desacetilação, massa molecular, viscosidade e outros parâmetros de caracterização (apud BRANCO, p. 23, 2011).

Comercialmente o termo quitosana abrange o conjunto de copolímeros que contém no mínimo 50 a 60% de unidades 2-amino-2-desoxi-Dglicopiranos e diferenciam através de sua massa molar média que varia de 50 kDa à 2000 kDa, (TAN et al, 1998).

Desse modo, ambas características são de suma importância para a caracterização das propriedades físico-químicas e biológicas da quitosana (WANG et al, 2006). A massa molar média pode ser obtida via viscosimetria capilar (KASAAI et al, 2000), e o grau médio de desacetilação pode ser determinado utilizando a técnica de titulação condutimétrica (WANG et al, 2006).

3.5.1. Obtenção da massa molecular média através da viscosimetria capilar.

A viscosimetria é uma técnica que permite caracterizar polímeros por meio de soluções diluídas, na qual pode se extrair informações a respeito da massa molecular, de acordo com a viscosidade intrínseca $[\eta]$. A viscosidade intrínseca é obtida através de medidas de escoamento

do solvente e das concentrações poliméricas diluídas, utilizando um viscosímetro capilar de Cannon-Fenske Kulicke; Clasen (2006).

A viscosidade intrínseca deve ser obtida em sistemas de diluição, no qual as concentrações poliméricas sejam mínimas, ou seja, em condições que minimize as interações entre as macromoléculas, permitindo apenas interações entre o polímero e o solvente. Os principais parâmetros que afetam os valores de $[\eta]$, são fatores como a concentração, massa molar, temperatura, taxa de cisalhamento e estruturas poliméricas. No caso de polieletrólitos, o grau de dissociação dos grupos iônicos também é um fator importante e deve-se considerar (ALVES, 2008).

A viscosidade intrínseca é determinada em função da viscosidade relativa (η_r), da viscosidade específica (η_{sp}), da viscosidade reduzida (η_{red}) e da viscosidade inerente (η_{iner}), as quais variam de acordo com a concentração da solução. As mesmas são calculadas pelas equações apresentadas a seguir (LUCAS, p. 129, 2001).

Tabela 1: Equações dos diversos tipos de viscosidade.

Nome	Equação que define	Unidade
Viscosidade relativa	$\eta_r = \frac{t}{t_0}$ (1)	Adimensional
Viscosidade específica	$\eta_{sp} = \eta_r - 1$ (2)	Adimensional
Viscosidade reduzida	$\eta_{red} = \frac{1}{C} \left(\frac{t}{t_0} - 1 \right) = \frac{\eta_{sp}}{C}$ (3)	dL/g
Viscosidade inerente	$\eta_{iner} = \frac{\ln(\eta_r)}{C}$ (4)	dL/g

Fonte: (Adaptado de LUCAS, 2001)

Em que t é o tempo de escoamento da solução, t_0 é o tempo de escoamento do solvente e C é a concentração da solução de quitosana.

A viscosidade intrínseca $[\eta]$ é calculada através da Equação (5), de Huggins (1942):

$$\eta_{red} = [\eta] + k[\eta]^2 C \quad (5)$$

Onde: n_{red} – Viscosidade reduzida

$[n]$ – Viscosidade intrínseca (coeficiente linear)

$[n]^2$ – Viscosidade intrínseca (coeficiente angular)

k – Constante de Huggins

De posse dos dados de viscosidade intrínseca da solução de quitosana é possível determinar a massa molecular viscosimétrica pela Equação (6), de Mark-Houwink.

$$[n] = k \cdot M_v^\alpha \quad (6)$$

Onde: M_v – Massa molar média do polímero

$[n]$ – Viscosidade intrínseca (coeficiente linear)

$k = 0,076$ (constante característica do polímero)

$\alpha = 0,76$ (constante característica da geometria da molécula do polímero)

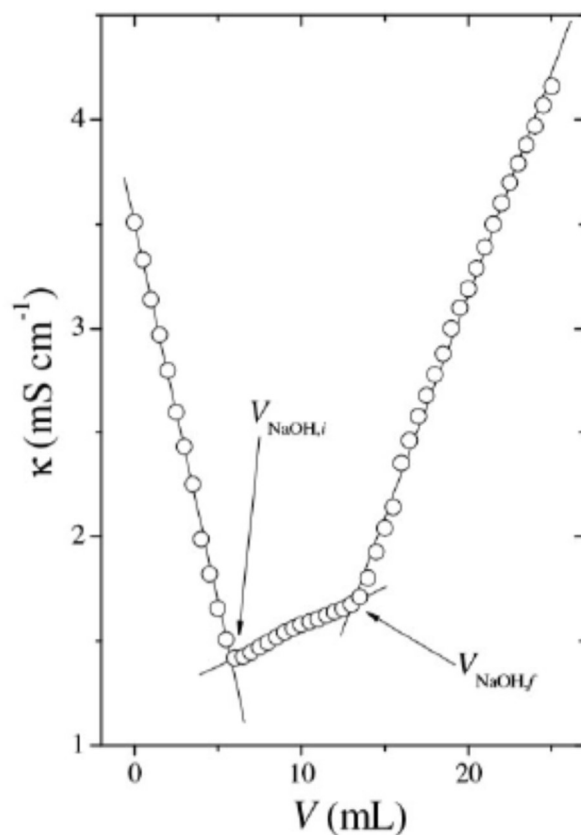
Obs.: Os valores de k e de α são para a quitosana em solução tampão de ácido acético/ acetato de sódio.

3.5.2. Grau de desacetilação via titulação condutimétrica.

A titulação condutimétrica é empregada na caracterização da quitosana, pois a partir da mesma é possível determinar o grau de desacetilação (%GD) do polímero. Esta técnica consiste na análise da variação da condutividade, consequente da substituição de íons, por meio da titulação de hidróxido de sódio na amostra de quitosana em solução de ácido clorídrico. À medida que a solução vai sendo titulada, os íons vão sendo substituídos e isso é observado através da variação da condutividade da amostra (ANTONINO, 2007).

Através da extrapolação das retas utilizando os dados de condutividade em função do volume consumido de hidróxido de sódio, obtêm-se um gráfico com três regiões bem definidas que pode ser observada na Figura 2. De modo que a primeira região remete ao volume de hidróxido de sódio consumido pelos íons H^+ livres na amostra de solução ácida, necessário para neutralizá-la. A segunda indica o volume consumido da base pelos grupos aminos protonados (NH_3^+) e a terceira está associada ao excesso dos íons Na^+ e OH^- presentes na solução (BRANCO, p. 33 e 34, 2014).

Figura 2: Gráfico da titulação condutimétrica em função da condutividade com a variação de volume de NaOH.



Fonte: (CARONI, 2009)

A partir da extrapolação das retas, obtêm-se os dados de volumes necessário para calcular o grau de desacetilação através da Equação (7):

$$\%GD = 100 \cdot M_A \cdot \frac{\Delta V \cdot C_{NaOH}}{\Delta V \cdot C_{NaOH} \cdot \Delta M + m_c} \quad (7)$$

Onde: %GD – Grau médio de desacetilação da quitosana;

M_A – Massa molar da unidade acetilada;

Δv – Volume de solução de hidróxido de sódio necessário para a protonação dos grupos amino da quitosana;

C_{NaOH} – Concentração molar da solução de hidróxido de sódio;

ΔM - Diferença entre a massa molar da unidade acetilada e massa molar da unidade desacetilada;

m_c - Massa da amostra de quitosana.

3.5.3. Ensaio de Teor de sólidos

O teor de sólidos é possível de determinar através da pesagem da massa inicial da quitosana (m_0). Em seguida, a mesma deve ser levada a estufa a uma temperatura de 110°C até alcançar a massa constante (m_s). O teor de sólidos (T_s) foi obtido a partir da equação (8) (BRANCO, 2014):

$$\%T_s = \frac{m_s}{m_0} \cdot 100 \quad (8)$$

Onde: T_s – Teor de sólidos

m_0 – Massa inicial da quitosana

m_s – Massa constante após a secagem

A análise de teor de sólidos como uma ferramenta de caracterização, possibilita a determinação do valor real da massa de determinado material, através da razão entre as massas antes e depois do procedimento de pesagem e secagem. O valor do teor de sólidos para a quitosana pode ser calculado através da Equação 8 (BRANCO, 2014).

4. METODOLOGIA

4.1. Materiais

A pesquisa foi executada nos laboratórios de Química Geral e Química Aplicada À Engenharia da Universidade Federal Rural Do Semi-Árido (UFERSA) – Campus Caraúbas, sendo grande parte dos materiais utilizados disponibilizados pela própria instituição e outra parte doada pela orientadora deste presente trabalho. Os equipamentos utilizados para execução do trabalho estão listados na Tabela 2.

Tabela 2: Equipamentos utilizados na execução da metodologia.

Equipamento	Fabricante
Estufa	SOLAB Modelo SL-100
Balança Analítica	Shimadzu Modelo AUY220
Agitador Magnético	Quimis Modelo 0261M23
Banho Maria	Nova Instruments
Condutivímetro	MS TecnoPON® Instrumentação Modelo mCA 150
Viscosímetro Ubbeloude 1C	QUALIVIDROS
Agitador Mecânico	EduTec Modelo EEQ-9034
Filtro de náilon e Peneira metálica	-
Balão fundo redondo com 1 junta	Qualividros
Condensador 300 mm	Diogolab

Fonte: Autoria própria, 2019

Os reagentes necessários para a execução desse trabalho estão descritos na Tabela 3, vale salientar que todos os reagentes utilizados foram de grau PA.

Tabela 3: Reagentes utilizados.

Reagentes	Fabricante
Álcool Etílico (P.A., 99,5%)	Dinâmica Química Contemporânea LTDA
Hidróxido de Sódio (P.A., 99%)	Aphatec Química Fina
Ácido Clorídrico (P.A., 37%)	Proquímicos
Ácido Acético (P.A., 99,7%)	Impex
Hipoclorito de Sódio 1 %	ALPHATEC

Fonte: Autoria própria, 2019

4.2. Obtenção da quitosana a partir da Quitina

Para a realização deste estudo será obtido um pó proveniente das carapaças de camarão limpas e trituradas, posteriormente realizado três procedimentos, aos quais após a finalização de cada um, o pó será lavado com água até que o pH se aproxime de 7 e em seguida será seco numa estufa SOLAB Modelo SL-100 a 40 °C.

Figura 3: Cascas de camarão lavadas prontas para a trituração.



Fonte: Autoria própria, 2019

4.2.1. Desmineralização

Este processo tem por finalidade retirar o carbonato de cálcio presente no exoesqueleto. Para uma quantidade de 2 gramas do pó de quitina pesada se utilizou 40 ml de uma solução de ácido clorídrico 0,25 mol/L. Em seguida foi posto sob agitação constante por 2 horas.

4.2.2. Desproteinização

Com finalidade de desnaturar e retirar proteínas ainda presentes, o pó desminerizado passou por um processo de agitação constante e aquecimento de aproximadamente 50°C, durante um período de tempo de 3 horas em solução de hidróxido de sódio 10 %.

4.2.3. Despigmentação

Em 50 ml de solução de hipoclorito de sódio ALPHATEC 1 % P. A. Foi colocado o pó para que ele pudesse ser tratado por 8 horas em agitação constante, com o objetivo de oxidar compostos orgânicos e pigmentos.

4.2.4. Desacetilação

Após a realização dos procedimentos anteriores, é então necessário a etapa de desacetilação da quitina para obtenção da quitosana.

Esse processo foi feito sob sistema de refluxo, utilizando 2,003 gramas de quitina em 100 mL de uma solução de hidróxido de sódio 50 %. Esse sistema foi mantido sob agitação por 5 horas a uma temperatura de 100 ± 5 °C. No lugar da água foi utilizado o óleo vegetal para manter a temperatura, uma vez que a água evapora a 100 °C. Esse procedimento pode melhor compreendido observando a Figura 4.

Esse procedimento foi repetido até obter aproximadamente 7,43 g de quitosana para garantir toda a caracterização.

Figura 4: Sistema de refluxo para desacetilação da quitina.



Fonte: Autoria própria, 2019.

4.3. Purificação da Quitosana

Foi pesado na balança analítica o total de quitosana obtida após várias repetições dos processos anteriores obtendo assim uma quantidade de 7,43 gramas de quitosana. Ela foi dissolvida em 370 mL de uma solução Ácido acético 0,5 mol/L, sob agitação constante, em um agitador magnético por 24 horas como mostra a Figura 5. Posterior às 24 horas os materiais indesejáveis são retirados após a solução ser filtrada em um filtro de náilon. Para que ocorresse novamente a precipitação (ver Figura 6) da quitosana foi adicionada uma solução 10 g/L de NaOH. Por fim, ela foi lavada com álcool etílico, seca em estufa a 40°C e posteriormente levada a etapa de caracterização.

Figura 5: Quitosana dissolvida em ácido acético



Fonte: Autoria própria, 2019

Figura 6: Quitosana precipitada após ser purificada



Fonte: Autoria própria, 2019

4.4.Caracterização da Quitosana

4.4.1. Determinação da massa molar média

A massa molar média foi determinada por meio da técnica de viscosimetria capilar, descrita e adaptada de Signini e Campana Filho (SIGNINI E FILHO, 1998).

O primeiro teste de viscosidade é realizado com uma solução tampão de acetato de sódio e ácido acético (HA/AcNa) com o pH previamente definido de 4,5. O procedimento consiste em medir o tempo de escoamento da solução no viscosímetro, numa média de 6 vezes.

As medidas de viscosidades foram feitas pesando 0,2003 g da quitosana purificada, em uma balança analítica, dissolvendo-a em 100 ml da solução tampão mencionada anteriormente. A dissolução foi feita no agitador magnético durante um período de 15 horas. Posteriormente a solução foi aquecida a 80 °C em banho maria por 2 minutos. Após atingir a temperatura ambiente, foi adicionado 100 mL do tampão, em seguida foi aquecida a 80 °C novamente por 2 minutos num banho maria. Após atingir a temperatura ambiente, ela foi levada a cabo para posterior medida de viscosidade. A Figura 7 mostra como foram feitas as medidas de viscosidade.

Figura 7: Esquema de execução da técnica de viscosimetria capilar



Fonte: Autoria própria, 2019

Para medir a viscosidade do solvente, nesse caso a solução tampão, a medida é realizada com 10 mL desta no viscosímetro capilar (1). A solução (4) é sugada pelo capilar, onde é medido o tempo de escoamento dela. Após as seis medidas, retira-se o solvente, e adiciona a solução de quitosana no tampão 4,5. A mesma medida é feita para a solução. Após isso adiciona-se 1 mL da solução no viscosímetro, mede-se novamente. Esse procedimento é repetido por 5 vezes, todas realizadas numa média de 6 vezes. Para que a medida de viscosidade seja realizada, é necessário que a temperatura permaneça $25 \pm 0,1$ °C (2) por todo o experimento. Para garantir essa temperatura no banho é utilizado um agitador mecânico (3).

Com a utilização de um *Software* e a Equação (6) obteve-se dados como a viscosidade intrínseca do polímero, consequentemente a massa molar média.

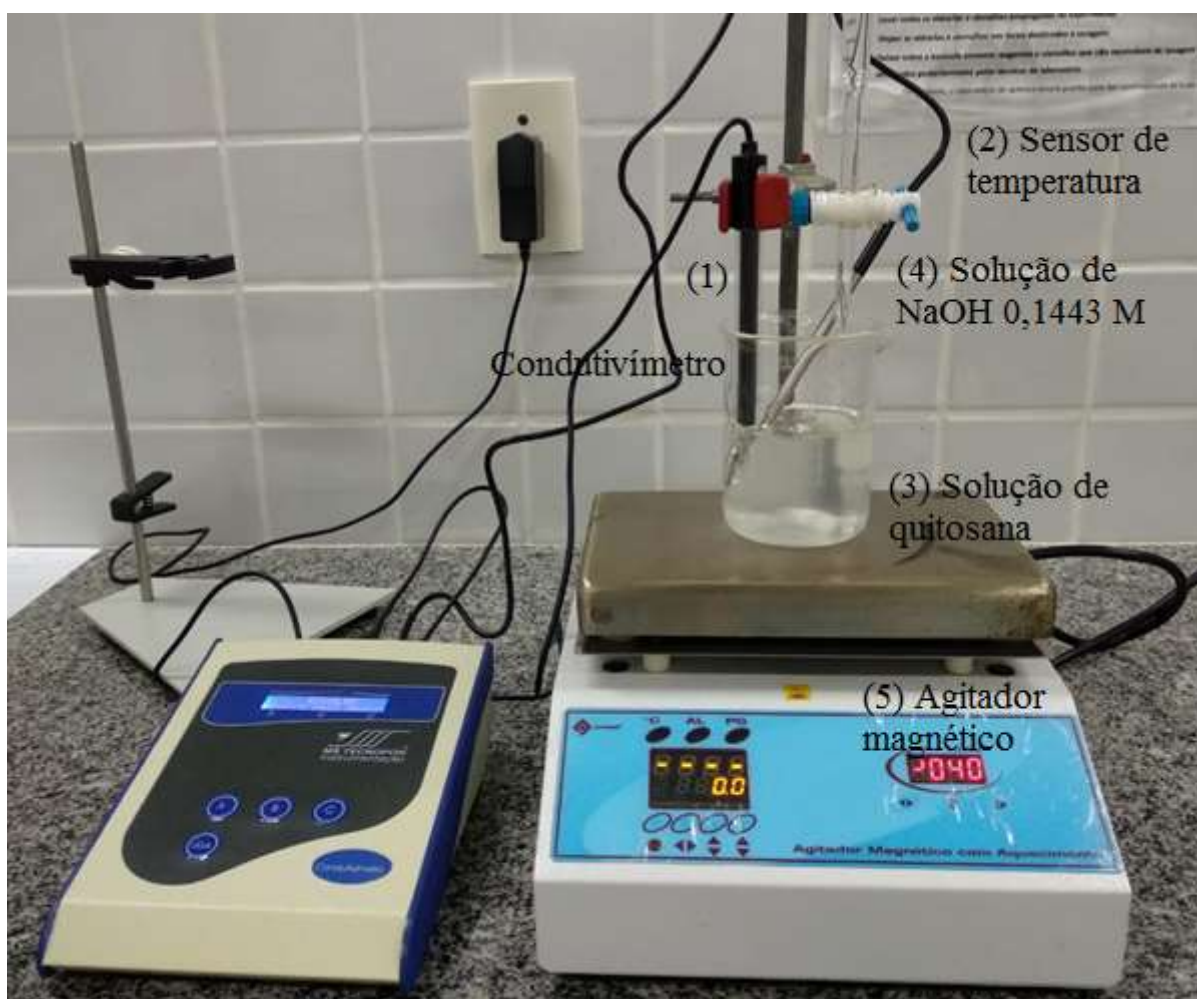
4.4.2. Determinação do grau médio de desacetilação

O grau de desacetilação foi determinado através de dados alcançados a partir da execução da técnica de titulação condutimétrica adaptada de Fernandes (2004).

Foi pesado 0,2004 gramas da quitosana previamente purificada numa balança analítica e dissolvida em 40 mL de solução de ácido clorídrico a 0,05 mol/L (3) sob agitação constante por 18 horas com o auxílio de um agitador magnético. Em seguida foram adicionados 100 mL de água a amostra e titulou-se com uma solução padrão de hidróxido de sódio (NaOH) a 0,1443 mol/L (4).

Durante a análise mediu-se os valores de condutividade (1) e temperatura (2) com um condutivímetro. A mesma pode ser visualizada na Figura 8.

Figura 8: Sistema de análise de titulação condutimétrica.



Fonte: Autoria própria, 2019

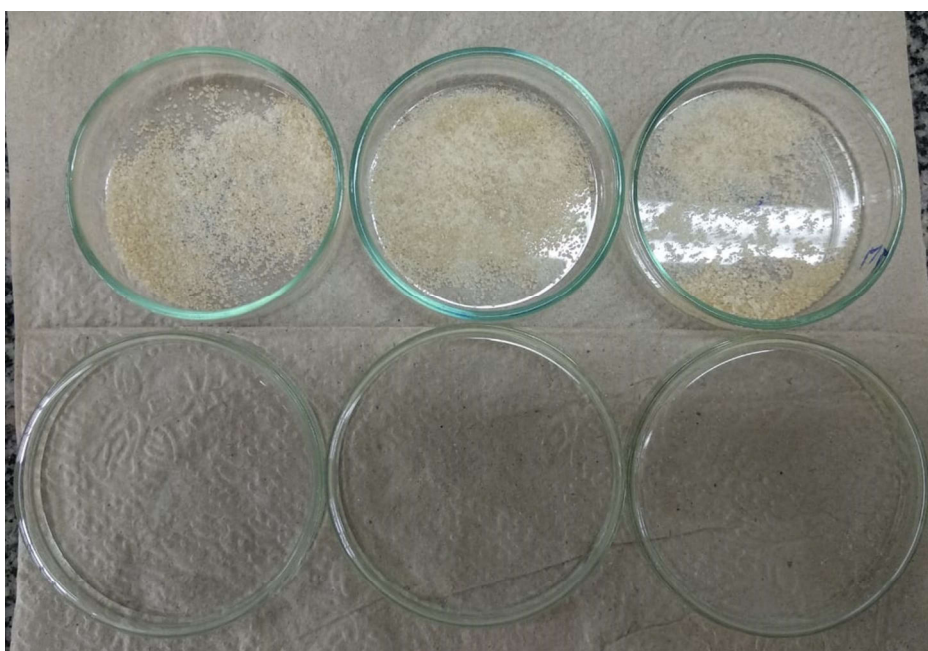
A partir dos dados obtidos foi possível plotar o gráfico que relaciona a condutividade com a variação do volume de hidróxido de sódio utilizado na titulação e a partir dos dados fornecidos pelo gráfico, utilizando um *Software* computacional, determinou-se o grau de desacetilação.

4.4.3. Determinação do Teor de Sólidos.

O teor de sólidos foi determinado pela secagem de uma amostra de quitosana purificada a fim de se obter o valor real de sua massa. Essa técnica foi adaptada de Branco (2014).

O procedimento foi feito em triplicata e a massa utilizada é obtida através da média das mesmas que é equivalente a $0,2002 \pm 7,07 \times 10^{-5}$ gramas de quitosana. Essas amostras ficaram em uma estufa sem circulação de ar a uma temperatura de aproximadamente 110°C até que a massa pesada apresentasse valor constante. Com esse dado obtido pela pesagem o teor de sólidos foi calculado através da Equação (8).

Figura 9: Placas de petri com amostras de quitosana para determinação do teor de sólidos.



Fonte: Autoria própria, 2019

5. RESULTADOS

Antes dos demais resultados é válido comentar que parte dos artigos tidos como base para comparação dos resultados neste trabalho, são de quitosana tida como comercial, já no trabalho em questão a quitosana analisada é natural, oriunda da extração de quitina das carapaças de camarão

5.1. Caracterização da quitosana

5.1.1. Determinação da Massa Molar Média

Da mesma forma como foi descrito na metodologia, tendo posse dos dados da análise foram obtidas todas as viscosidades que são necessárias para determinar a viscosidade inerente e em seguida a massa molar média. As viscosidades foram obtidas de acordo com as equações dispostas na Tabela 1. Com os valores da viscosidade relativa (η_r), foi possível calcular a viscosidade específica (η_{sp}), viscosidade reduzida (η_{red}), e a inerente (η_{iner}).

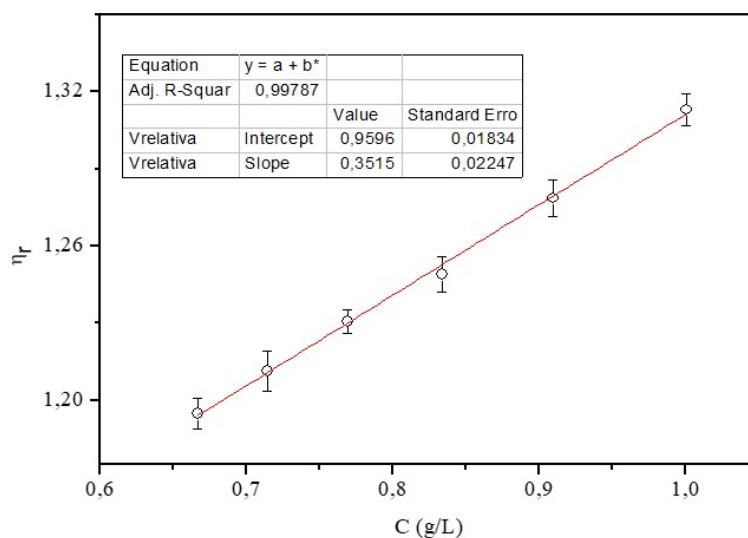
Tabela 4: Viscosidades determinadas a partir da viscosimetria capilar. Viscosidade relativa (η_r), viscosidade específica (η_{sp}), viscosidade reduzida (η_{red}) e viscosidade inerente (η_{iner}).

Concentração (g/L)	η_r	η_{sp}	η_{red} (dL/g)	η_{iner} (dL/g)
1,0005	1,31301	0,31301	0,31285	0,27218
0,9095	1,27845	0,27845	0,30615	0,27009
0,8338	1,24897	0,24897	0,2986	0,26664
0,7692	1,23062	0,23062	0,29981	0,26978
0,7146	1,21136	0,21136	0,29577	0,26832
0,667	1,19472	0,19472	0,29194	0,26674

Fonte: Autoria própria, 2019

A partir desses dados pode-se plotar a viscosidade relativa em função da concentração de quitosana, como mostra a Figura 10.

Figura 10: Gráfico da viscosidade relativa em relação a concentração de quitosana.

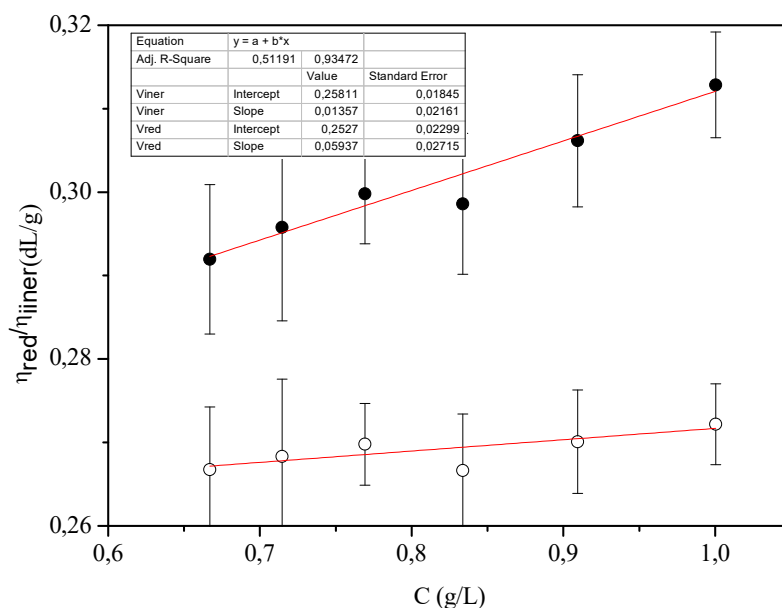


Fonte: Autoria própria, 2019.

Como pode ser visto a viscosidade relativa aumenta com o aumento da concentração de quitosana. A viscosidade de um composto está relacionada com as interações das moléculas, nesse caso, macromoléculas poliméricas e com a resistência ao escoamento. Logo, quanto maior a massa molar de composto e as forças intermoleculares, maior será a viscosidade (BROWN, 2005).

A Figura 11 mostra a relação entre a viscosidade reduzida (η_{red}) e a inerente (η_{iner}) em função da concentração de quitosana.

Figura 11: Viscosidade reduzida e inerente em função da concentração de quitosana. (○ é a viscosidade inerente, ● é a viscosidade reduzida)



Fonte: autoria própria, 2019

Com a equação de Huggins e a extrapolação das retas da η_{red} e η_{iner} , através de um *software* computacional, pode-se calcular a viscosidade intrínseca, $[\eta]$. Como é visto na Equação (5). Os dados também nos fornecem as equações das retas (9) e (10):

$$\eta_{red} = [\eta] + k[\eta]^2 C$$

onde $[\eta]$ é o coeficiente linear, $[\eta]^2$ coeficiente angular, k a constante de Huggins e C a concentração da solução.

$$y = 0,25811 + (k)0,01357^2 \cdot C \quad (9)$$

$$y = 0,2527 + (k)0,05937^2 \cdot C \quad (10)$$

Após a determinação da viscosidade intrínseca da solução foi possível obter a massa molecular viscosimétrica média por meio da equação Mark-Houwink.

$$[\eta] = k \cdot M_v^\alpha$$

onde k , é uma constante característica do polímero, e também depende da temperatura e do solvente, o α é a constante característica da geometria da molécula do polímero e o M_v a massa molar média do polímero. Por meio desta equação foi obtida a massa molar média igual a $M_v = 4,43 \times 10^4 \text{ g.mol}^{-1}$

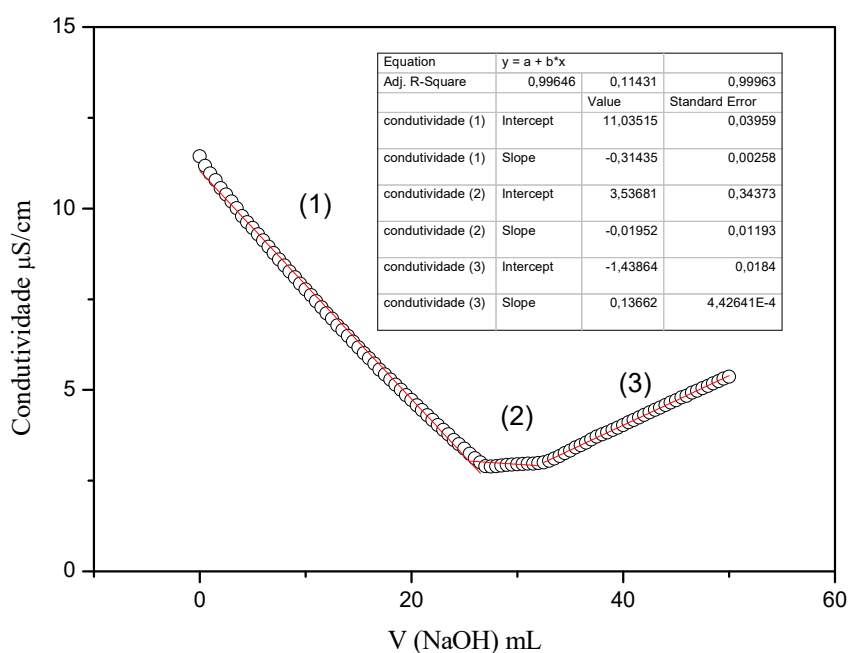
Comparando o resultado encontrado com o de Penha (2017) que foi $8,4 \times 10^4 \text{ g.mol}^{-1}$, nota-se resultados são bastante satisfatórios, pois se aproximam dos de um trabalho realizado com quitosana comercial. E para quitosana obtida temos valores de $5,2162 \times 10^4 \text{ g.mol}^{-1}$ de acordo com Linhares (2019).

Também é notório que o valor de M_v da quitosana foi significativamente alto, com valores em torno de 10^4 o que caracteriza um polímero. Para que uma substância seja caracterizada como um polímero é necessário que a massa desta substância seja de no mínimo 10^3 g.mol^{-1} (PENHA, 2017).

5.1.2. Determinação do Grau de Desacetilação

De acordo com o procedimento descrito na metodologia, foi possível plotar um gráfico que relaciona condutividade com o volume da base que foi utilizada na titulação, como visto na Figura 12.

Figura 12: Condutividade da solução de quitosana em meio ácido em função da solução de NaOH.



Fonte: Autoria própria, 2019

Como pode ser visto na Figura 12, observamos o gráfico repartido em 3 regiões específicas:

1. O primeiro ramo linear representa a neutralização do ácido presente (H^+). Observa-se nessa região uma redução da condutividade ao passo que o volume de hidróxido de sódio aumenta, uma vez que a condutividade está diretamente ligada a mobilidade iônica em solução, e o íon OH^- é maior que o íon H^+ , comprovando assim a diminuição da condutividade da solução;
2. O segundo ramo é referente à neutralização dos grupos amino (NH_3^+) da quitosana, como o íon Na^+ é menor se comparado aos grupos amino, gera um aumento da condutividade da solução;
3. O terceiro conjunto de pontos corresponde ao excesso de base (íons Na^+ e OH^-), como os íons OH^- são menores do que os grupos amino (NH_3^+), isso implica em uma maior mobilidade, demonstrando um aumento mais acentuado da condutividade a solução.

A partir da extrapolação das retas feitas com o auxílio de um *software*, com os dados obtidos, utilizando as equações (11) e (12), é possível determinado o grau de desacetilação (%GD) de acordo com Equação (7),

$$V_i(NaOH) = \frac{AH^+ - ANH_3^+}{BNH_3^+ - BH^+} \quad (11)$$

onde, $V_i(NaOH)$ é o volume inicial; AH^+ , ANH_3^+ são respectivamente os coeficientes lineares das retas (1) e (2) da Figura 12. BNH_3^+ e BH^+ são os coeficientes angulares das retas (2) e (1) da Figura 12.

$$V_f(NaOH) = \frac{ANH_3^+ - AOH^-}{BOH^- - BNH_3^+} \quad (12)$$

onde, $V_f(NaOH)$ é o volume final; ANH_3^+ , AOH^- são respectivamente os coeficientes lineares das retas (2) e (3) da Figura 12. BOH^- e BNH_3^+ são os coeficientes angulares das retas (3) e (2) da Figura 12.

O grau de desacetilação é caracterizado por ser um parâmetro capaz de influenciar as características físicas, químicas e biológicas do polímero, esse valor exerce influência sobre

determinadas propriedades, como, hidrofobia, capacidade de reticulação na presença de dados agentes de solubilidade e viscosidade de suas soluções (SILVEIRA, 2013).

Para alguns autores como Fernandes (2009), para que um polímero possa ser considerado quitosana o seu grau de desacetilação tem que apresentar valores superiores a 50%. Já para Canella e Garcia (2001), pode-se considerar quitosana um polímero que tem grau de desacetilação entre 70% e 95%. Para uma quitosana obtida temos como comparativo os valores de 76,21% obtidos experimentalmente segundo Linhares (2019). O resultado obtido no presente trabalho foi 78,75%, o que consequentemente nos diz que o percentual de quitina da amostra é 21,25%.

5.1.3. Teor de Sólidos

Com a determinação das massas requeridas, inicial (m_o) e final (m_s), foi possível determinar o valor real do teor de sólidos da quitosana, segundo a equação (8).

$$\%T_s = \frac{m_s}{m_o} \cdot 100$$

O valor médio inicial da amostra da massa de quitosana foi de 0,2002 gramas enquanto o valor final da massa ficou 0,1693. O valor do teor de sólidos obtido foi 84,54 %, o que condiz com os valores observados na literatura, levando em consideração as quantidades obtidas por Caroni (2009) e Tavares (2011) e que chegaram aos seguintes valores: 89 % e 86,31 %, respectivamente, com quitosana comercial, já Linhares (2019) obteve 90,65 % em seus estudos sobre a quitosana obtida.

6. CONCLUSÕES

De acordo com todos os dados obtidos foi possível adquirir algumas informações acerca da quitosana obtida a partir da carapaça de camarão:

- É possível obter quitosana a partir da carapaça dos camarões;
- O teor de sólidos mostra uma satisfatória massa real obtida;
- O grau de desacetilação, 78,75%, mostra uma boa conversão de quitina em quitosana;
- Os dados da massa molar viscosimétrica média obtida corroboram com os dados encontrados na literatura, constatando a obtenção de um polímero;
- Através de todos os dados, a quitosana obtida da carapaça de camarão pode ser utilizada para um vasto ramo de aplicações, tais como: indústria farmacêutica, indústria de petróleo, estética, emagrecimento, sistema de liberação de fármacos, dentre outros.

REFERENCIAL BIBLIOGRÁFICO

AIROLDI, Claudio et al. A relevante potencialidade dos centros básicos nitrogenados disponíveis em polímeros inorgânicos e biopolímeros na remoção catiônica. **Química Nova**, 2008.

ALMEIDA, L. P. et al. **Extração de quitina, síntese e caracterização de quitosana obtida através de resíduos de camarão (*macrobrachium amazonicum*)**. In: XI CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 2015, Campinas – SP.

ALVES, K. DOS S. **Alquilação redutiva da quitosana e partir do glutaraldeído e 3-amino-1-propanol**, 2008. UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE.

ANTONINO, N. A. **Otimização do processo de obtenção de quitina e quitosana de exoesqueletos de camarões oriundos da indústria pesqueira paraibana**. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2007.

BATISTA, Jorge Gabriel dos Santos. **Desenvolvimento de matrizes poliméricas biodegradáveis à base de quitosana e possíveis blendas como sistema de liberação controlada de fármacos**. 2015. 109 f. Tese (Mestrado) - Curso de Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2015.

BEZERRA, Adriana Maia. **Síntese e avaliação físico-químicas e biológicas de derivados de quitosana de alta e baixa massa molecular**. 72 f. Dissertação (Mestrado), Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

BORELLI, Vanessa. **Pesquisa e desenvolvimento de biomateriais: estudo das inter-relações científicas, tecnológicas e normativas**. 83 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Tecnologia Nuclear, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2011.

BRANCO, F. A. A. C. **Síntese, caracterização e revestimento da quitosana com Ni metálico**. 2014. 45 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Curso de Bacharel em Ciência e Tecnologia, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2014.

BRITO, G. F. et al. **Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes**. 2011. 139 f., UFCG, Campina Grande – PB, 2011.

BROWN, Theodore et al. **Química a ciência central**. [S. l.]: PEARSON, 2005.

CARONI, A. L. P. F. **Estudos de adsorção de tetraciclina em partículas de quitosana**. 2009. 143 f. Tese (Doutorado), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2009.

DALLAN, Paula Rulf Marreco. **Síntese e caracterização de membranas de quitosana para aplicação na regeneração de pele**. 2005. 211p. Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química, Campinas, SP. Disponível em: <<http://www.repositorio.unicamp.br/handle/REPOSIP/267454>>. Acesso em: 01 de maio de 2019.4

DAMASCENO, Karla Suzanne Florentino da Silva Chaves; ANDRADE, Samara Alvachian Cardoso; STAMFORD, Tânia Lúcia Montenegro. **Aproveitamento do resíduo de camarão**. 12 f. - B.ceppa, Curitiba, 2009.

DAMIAN, C., et al. Quitosana: um amino polissacarídeo com características funcionais. **Alim. Nutr.**, Araraquara, v. 16, n. 2, p. 195-205, abr./jun. 2005.

FERNANDES, L. **Produção e caracterização de membranas de quitosana com sulfato de condroitina para aplicações biomédicas**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Bacharel em Engenharia dos Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

FRANCO, Patrícia Battaglini. **Desenvolvimento e caracterização de membranas de quitosana e casca de banana verde para cicatrização de feridas cutâneas**. 2014. 69 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Alfenas, Poços de Caldas, MG, 2014.

GIACOMINI, Gabriela Xavier. et al. **Síntese e caracterização de quitosana como base estrutural para compostos bioativos**. 2015. 4 f. Universidade Federal de Pelotas (UFPel), Pelotas, 2015.

IBGE (Brasil). **Produção da Pecuária Municipal 2017**. BR nº 0101-4234, 06 fev. 2019. Disponível em https://biblioteca.ibge.gov.br/visualizacao/periodicos/84/ppm_2017_v45_br_informativo.pdf >. Acesso em 02 de maio de 2019.

JAYAKUMAR, R., PRABAHARAN, M., SUDHEESH KUMAR, P. T., Nair, S. V., & Tamura, H (2011). “**Biomaterials based on chitin and chitosan in wound dressing applications**.” *Biotechnology Advances*, 29(3), 322– 337.

KASAAI, M. R. A review of several reported procedures to determine the degree of N-acetylation for chitin and chitosan using infrared spectroscopy. *Carbohydr. Polym.* v. 71, n. 4, p. 497-508, 2000.

LIMA, Felipe Menezes. **Obtenção e caracterização de membranas de quitosana com sulfato de neomicina para tratamentos de lesões cutâneas**. 2018. 66 f. TCC (Graduação), Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Caraúbas - RN.

LINHARES, Rennan de Sousa. **Produção e caracterização de microesferas de quitosana obtidas a partir de carapaça de camarão**. 2019. 54 f. TCC (Graduação) - Curso de Bacharelado em Ciência e Tecnologia, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Caraúbas - RN, 2019.

LIRA, Waleska Silveira; CÂNDIDO, Gesinaldo Ataíde. **Gestão, sustentável dos recursos naturais: uma abordagem participativa**. Campina Grande-pb: Eduerp, 2013. 225 p.
LUCAS, E. F. B. G. S. E. M. **Caracterização de Polímeros: Determinação de Peso Molecular e Análise Térmica**. E-Papers, 2001.

MOURA, C. et al. **Quitina e quitosana produzidas a partir de resíduos de camarão e siri: avaliação do processo em escala piloto.** 37–45 f. VETOR - Revista de Ciências Exatas e Engenharias. 2006.

NAIR, L. S.; LAURENCIN, C. T. Polymers as biomaterials for tissue engineering and controlled drug delivery. **Adv Biochem Engin/Biotechnol.**, v. 102, p. 47-90, out. 2007.

PENHA, V. C. S.. **Produção de microesferas de quitosana para fins farmacêuticos.** 2017. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Ciência e Tecnologia) - Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Caraúbas - RN, 2017.

SALAZAR, Max Jorge Carlos. **Desenvolvimento de nanopartículas de quitosana-gelatina e quitosana-colágeno visando a liberação de fármacos.** 2015. 114 f. Tese (Mestrado) - Curso de Mestre em Ciências – Química Orgânica, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2015.

SIGNINI, R & CAMPANA FILHO, S.P. **Polímeros: Ciênc. Tecnol.**, 4(4), p.63, 1998.

SILVA, Fernando Afonso da; RABELO, Denilson. O Uso Sustentável de Polímeros. **Processos Químicos:** Revista Científica da Faculdade de Tecnologia SENAI Roberto Mange, Goiânia, v. 11, n. 21, p.9-16, 2017.

SILVA, Luiz Henrique Nunes da et al. **Diagnóstico da situação atual dos resíduos sólidos da cidade de Tibau do sul - RN.** In: VII CONGRESSO BRASILEIRO DE GESTÃO AMBIENTAL, 2016, Campina Grande/PB. IBEAS – Instituto Brasileiro de 2 Estudos Ambientais. 5 p.

SILVEIRA, M. M.. **Síntese e caracterização de membranas de quitosana para uso em osmose direta.** 49 f.. 2013

TAVARES, I. S. **Obtenção e caracterização de nanopartículas de quitosana.** 2011. 54 f. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2011.

WANG, Q.Z. et al. **Protonation constants of chitosan with different molecular weight and degree of deacetylation.** Carbohydr. Polym, v. 65, n. 2, p. 194-201, 2006.