

# **Isolamento e reticulação química da goma do cajueiro com Ácido Acrílico e N, N'-Metilenobisacrilamida para a produção de hidrogéis superabsorventes**

## ***Chemical isolation and crosslinking of cashew gum with Acrylic Acid and N, N'-Methylenedacrylamide for the production of superabsorbent hydrogels***

**José Hermes da Silva Soares**

Universidade Estadual do Ceará, <https://orcid.org/0000-0003-0787-6497>,

[jose.hermeson@aluno.uece.br](mailto:jose.hermeson@aluno.uece.br)

### **Resumo**

A goma do cajueiro é caracterizada como um heteropolissacarídeo obtido por exsudado ou incisões em troncos da árvore. Sua composição é predominantemente de galactose, glicose e ácido glucurônico, e apresenta como característica principal, alta solubilidade em fluidos aquosos. Diversos trabalhos na literatura visam dar aplicabilidade a mesma, e compreendem áreas principais como agricultura, medicina e farmácia. Este trabalho teve como propósito, isolar e modificar a goma através da reticulação química com Ácido Acrílico e N, N'-Metilenobisacrilamida. O material obtido foi estudado por FTIR e gravimetria que constatarem a eficácia da reticulação. O intumescimento do hidrogel foi estudado com e sem neutralização com NaOH 3,0 mol/L, sendo os valores máximos de absorção, de 100.4 e 158.2 g.H<sub>2</sub>O/gel, o que não caracteriza o material como superabsorvente, mas sim convencional.

Palavras-chaves: Goma do cajueiro; Reticulação; Hidrogel; Intumescimento; Superabsorvente.

### **Abstract**

Cashew gum is characterized as a heteropolysaccharide obtained by exudate or incisions in tree trunks. Its composition is predominantly galactose, glucose and glucuronic acid, and its main characteristic is high solubility in aqueous fluids. Several works in the literature aim to give it applicability, and comprise major areas such as agriculture, medicine and pharmacy. This work aimed to isolate and modify the gum through chemical crosslinking with Acrylic Acid and N,N'-Methylenediacrylamide. The material obtained was studied by FTIR and gravimetry which verified the effectiveness of crosslinking. The hydrogel swelling was studied with and without neutralization with 3.0 mol/L NaOH, with the maximum absorption values being 100 and 156 g.H<sub>2</sub>O/gel, which does not characterize the material as superabsorbent, but rather conventional.

Keywords: Cashew gum; Crosslinking; Hydrogel; Swelling; Super absorbent.

## **1 Introdução**

A goma do cajueiro caracteriza-se como um heteropolissacarídeo complexo obtido do exsudado natural ou por incisões periódicas na planta do cajueiro, é constituída em sua maior parte em galactose (73%), glicose (11%), arabinose (5%) e ácido glucurônico (6%)<sup>1</sup>.

Trabalhos de modificação química vem sendo desenvolvidos com a goma do cajueiro ao torná-la insolúvel em fluidos aquosos, permitindo sua aplicabilidade como sistemas de liberação controlada de substâncias na agricultura, medicina e farmácia. Uma das principais aplicações está na síntese de hidrogéis superabsorventes, estes destacam-se por apresentarem vantagens econômicas, biocompatibilidade e possibilidades de serem funcionalizados para os mais diversos fins<sup>2</sup>.

O presente trabalho teve por objetivo, sintetizar hidrogéis superabsorventes a partir do isolamento e modificação química da goma do cajueiro para ser aplicada como sistema de liberação controlada de água, podendo ser útil, principalmente, na agricultura desenvolvida em regiões do semiárido nordestino.

## 2 Metodologia

### 2.1 Isolamento da Goma do Cajueiro (GC) e síntese dos Hidrogéis (HGs)

Uma massa conhecida do exsudado da GC foi dissolvida em água deionizada (Milli-Q®), obtendo-se uma solução com concentração na ordem de 10% (m/v). Após completa dissolução, a solução foi filtrada em funil de placa sinterizada com abertura zero para remoção de impurezas insolúveis como restos de cascas, areia, etc. Para o isolamento da goma do cajueiro, foi empregado o método Rinauldo Milas<sup>3</sup>.

Na síntese dos HGs, 1 g da goma isolada foi dissolvida a frio em 10 ml de água deionizada (Milli-Q®). Após completa dissolução, 0,5 g de persulfato de amônio (APS) foi adicionado ao sistema como iniciador reacional. Decorrido 15 min de reação sob temperatura  $t = 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ , uma solução de Ácido Acrílico (AAc) e Metilenobisacrilamida (MBA) 20 mol% foi adicionada. O tempo reacional total correspondeu ao tempo necessário para a formação da fase gel, indicado também, pelo fim da rotação da barra magnética.

### 2.3 Caracterização por infravermelho e ensaios de intumescimento

Para a verificação da eficiência na modificação da GC, foram realizadas análises por infravermelho dos constituintes racionais, visando identificar grupos funcionais, saturações e insaturações que caracterizam a reticulação química. Os espectros foram obtidos a partir de um equipamento da SHIMADZU FTIR 8300, em pastilha de KBr. Os ensaios de intumescimento foram realizados por meio da imersão<sup>4</sup>.

Os resultados foram analisados comparando-se os dados de intumescimento e gravimétricos dos hidrogéis não neutralizados (HG1) com NaOH 3,0 mol/L com os dos HG2 neutralizados por 10 min (HG2-T10). O grau de intumescimento  $G$  foi calculado pela equação 01, onde  $M_t$  e  $M_0$  correspondem a massa do gel intumescido e seco, respectivamente:

$$G = \frac{M_t - M_0}{M_0} \quad \text{Eq 01}$$

### 3 Resultados e Discussão

#### 3.1 Isolamento da Goma do Cajueiro (GC) e síntese dos Hidrogéis (HGs)

A reação do exsudado do cajueiro com etanol para separar o polissacarídeo dos mono e oligossacarídeos, resultou no isolamento da GC bruta, altamente solúvel devido as hidroxilas, transparente em solução, e homogênea, sendo o teor de acidez próximo a 6%, aceitável para o método empregado<sup>3</sup>.

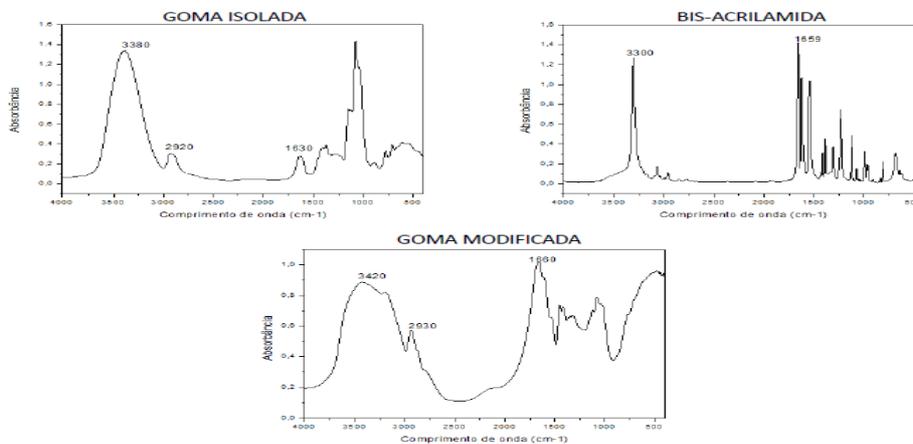
Na síntese dos HGs, o material obtido apresentou uma formação quase que espontânea ao ser adicionado a solução de AAc e MBA. Com aparência relativamente amarelada, borrachento, e em primeiro instante, não solúvel em água, fator desejável para o propósito da pesquisa.

A alta quantidade de iniciador pode ter formado demasiados sítios ativos na GC propícios ao rápido ataque do agente de reticulação. Ainda, se comparado a uma reação a frio, a temperatura de 70 °C pode ter contribuído para a formação radicalar mais rápida e conseqüente polimerização extra do AAc<sup>4</sup>. Por fim, a coloração amarelada, indicou que a goma ficou presa na estrutura polimérica, e que a insolubilidade foi resultado da possível eficácia reacional através da formação de ligações cruzadas.

#### 3.3 Caracterização por infravermelho e ensaios de intumescimento

As análises realizadas por infravermelho estão representadas na figura 1. É possível analisar que o agente de reticulação MBA está presente na constituição da goma.

**Figura 1. Espectros FTIR para goma isolada, MBA e goma modificada**

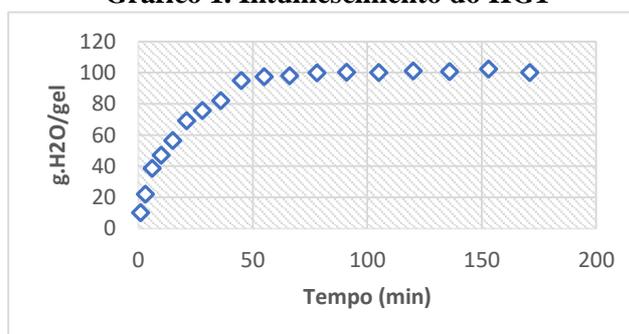


**Fonte: próprio autor**

A goma modificada apresentou bandas de absorção fortes no intervalo 3200 – 3600  $\text{cm}^{-1}$  devido as hidroxilas associadas polimERICAMENTE. A presença da MBA na goma modificada foi comprovada pela absorção em 1660  $\text{cm}^{-1}$  (C=O) referente a amida livre e também em 2930  $\text{cm}^{-1}$  referente aos carbonos primários e secundários formados na conjugação do carbono vinílico. Por fim, a absorção em 1659  $\text{cm}^{-1}$  da MBA (se comparada a GC modificada) é um indicativo de que nem todas as insaturações (C=C) foram rompidas, estando compreendido no intervalo de 1675 – 1645  $\text{cm}^{-1}$ , similar a presença da ligação C=O.

O ensaio de intumescimento para o HG1 (hidrogel não neutralizado por NaOH) está mostrado abaixo. O HG1 apresentou um platô de estabilidade demorado com início em torno de 80 minutos, com grau de intumescimento próximo a 100  $\text{g.H}_2\text{O/gel}$ .

**Gráfico 1. Intumescimento do HG1**



**Fonte: próprio autor**

O intumescimento vagaroso está relacionado a vários fatores, como grau de reticulação, afinidade por água dos grupos constituintes, homogeneidade da rede polimérica, temperatura, entre outros. Para este estudo, é possível atribuir principalmente ao grau de reticulação, uma vez que apresentou-se aparência pouco viscoelástica. Além disso, o excesso de ácido acrílico e sua estequiometria frente ao MBA pode ter formado reticulações extras, gerando defeitos como demasiadas densidades em regiões onde tem-se também a presença de grupos não reticulados<sup>4</sup>.

O alto grau de reticulação pode ser confirmado através dos dados gravimétricos contidos na tabela 1, em que o rendimento da massa total obtida de HG em relação a concentração total dos reagentes foi alto. Ainda, a pequena perda de massa pós-lavagem/seco, mostra que as cadeias do polissacarídeo formaram ligações cruzadas.

**Tabela 1: Dados gravimétricos em grama para o gel de goma e MBA (HG1)**

Massa pós-síntese seco	Massa pós-lavagem <sup>1</sup>	Massa pós-lavagem seco	Rendimento (%) <sup>2</sup>	Perda de massa pós-lavagem (%)	Grau de Intumescimento (g.H <sub>2</sub> O/gel)
0,2391	24,2560	0,2294	81,5%	4,0	100.4

<sup>1</sup>máximo valor de absorção de água; <sup>2</sup>rendimento em relação a massa total dos reagentes,

**Fonte: próprio autor**

A matriz polimérica apresentou característica quebradiça ao sofrer torção e degradação relativamente rápida dentro de 4 dias em água destilada, como consequências da alta reticulação que tornou a matriz polimérica mais tensa.

O inchamento foi melhorado com a neutralização/lavagem do excesso de AAc com NaOH 3,0 mol/L. O aumento da absorção de água foi comprovado pelo dados da tabela 2, em que o grau de intumescimento aumento em aproximadamente 58 g de água/gel.

Nota-se que para este, a perda de massa se justifica pela hidrólise básica na matriz polimérica ou troca iônica, no entanto, vale destacar que em parte, a absorção se deu pela interação da base com a água.

Em suma, géis a base de acrilatos são caracterizados por apresentarem baixo grau de intumescimento em condições deionizadas e salinas. Isso pois, fatores como a pressão iônica, homogeneidade da rede, pH e autopolimerização do acrilato, devem ser

considerados, uma vez que apresentam estruturas mais rígidas<sup>4</sup>.

**Tabela 2: Dados gravimétricos em grama para o gel de goma e MBA (HG2 – T10)**

Massa pós-síntese seco	Massa pós-lavagem <sup>1</sup>	Massa pós-lavagem seco	Rendimento (%) <sup>2</sup>	Perda de massa pós-lavagem (%)	Intumescimento (g.H <sub>2</sub> O/gel)
0,3223	51.0188	0,2834	81,5%	12,0	158.2

<sup>1</sup>máximo valor de absorção de água; <sup>2</sup>rendimento em relação a massa total dos reagentes

**Fonte; Próprio autor**

## 4 Conclusão

A tentativa de reticulação da GC foi bem sucedida, constatada por FTIR, gravimetria e análise de intumescimento. Esta última indicou que os HGs não caracterizam-se como superabsorvente, sendo que HGs dessa natureza podem absorver valores iguais ou superiores a 1000 g.H<sub>2</sub>O/gel.

O intumescimento aumentou ao colocar o material em meio alcalino, mas insuficiente para absorções mais promissoras, sendo os HGs obtidos, caracterizados como convencional. Por fim, atribui-se esse fator, bem como pequenas perdas de massas e alto rendimento reacional a elevada reticulação causada pela estequiometria não favorável de AAc e MBA em relação ao monômero GC.

## Referências

- [1] PAULA, R. C. M; HEATLEY, F.; BUDD, P. M. Composition of Anacardium occidentale exsudate polysaccharide. *Polym. Int.*, 45, 27-35, 1998.
- [2] SOARES, J.H.S. SOUSA. F.V. LINS, F.F.T. MAGALHÃES, A.S.G. Reticulação química da goma do cajueiro com N, N'-metilenobisacrilamida e acrilamida. In: Semana Universitária da UECE, 24., 2019, Fortaleza. **Anais [...]**. Fortaleza: UECE, 2019. 3 p. Disponível em: <https://semanauniversitaria.uece.br/anais/paginas/pesquisa.jsf>. Acesso em: 18 jun. 2021.
- [3] M. MILAS, "Polieletrólitos", ed. RAM.C. Groote e AAS. Curvelo, USP, São Carlos, 1991; bl M. Rinaudo, Comunicação Pessoal.
- [4] MAGALHÃES, A.S.G., Síntese e caracterização de hidrogéis superabsorventes à base de acrilamida e acrilato de sódio. Tese (Programa de pós-graduação em química), Universidade Federal do Ceará, 205f. 2009.