

MODIFICAÇÃO DE XANTANA PRUNI POR DESACETILAÇÃO PÓS-FERMENTATIVA EM DIFERENTES TEMPOS DE INCUBAÇÃO

VANESSA RODRIGUES DUARTE DE SOUZA¹; CLOÉ SCHIAVON PICH²; LUIZ GILBERTO KONRATH JÚNIOR³; KARINE LASTE MACAGNAN⁴; PATRÍCIA DIAZ OLIVEIRA⁵; ANGELITA DA SILVEIRA MOREIRA⁶

¹Universidade Federal de Pelotas, Graduanda em Tecnologia em Alimentos – vanessatrak@yahoo.com.br

²Universidade Federal de Pelotas, Graduanda em Química Industrial – cloespich@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas, Graduando em Engenharia de Materiais - enggilbertokonra@hotmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas, Mestranda PPG Biotecnologia – karinemacagnan@hotmail.com

⁵Universidade Federal de Pelotas, Professora CDTec – bilicadiaz@yahoo.com.br

⁶Universidade Federal de Pelotas, Professora CCQFA, PPGCTA, PPGB – angelitadasilveiramoreira@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

A goma xantana é um heteropolissacarídeo hidrossolúvel com extrema importância comercial (GARCÍA-OCHOA et al., 2000), sintetizada por via fermentativa por bactérias fitopatogênicas do gênero *Xanthomonas* (LILLY; WILSON; LEARCH, 1958). É utilizada em diversos setores industriais que variam desde a indústria farmacêutica, o setor de tintas, e principalmente as indústrias petrolífera e de alimentos (KATZBAUER, 1998). A xantana tem ação espessante, estabilizante, emulsificante e suspensiva. Mostra-se solúvel tanto em água quente quanto em água fria e mesmo em baixas concentrações apresenta elevada viscosidade e pseudoplasticidade (GARCÍA-OCHOA et al., 2000); além de ser estável em ampla faixa de pH e temperatura e ser compatível com diversos sais (CHALLEN, 1994).

Quimicamente, a goma xantana é composta por unidades pentassacarídicas, sendo a cadeia principal do polímero constituída por unidades de D-glicose unidas entre si por ligações β 1-4, e a cadeia lateral apresenta resíduos de D-manose e ácido D-glicurônico dispostos alternadamente entre si, na proporção 2:1. Grupos acetil apresentam-se ligados à manose interna, enquanto na manose terminal ocorre a ligação de grupos piruvato (CADMUS et al., 1976; JANSSON; KENNE; LINDBERG, 1975; SLONEKER; JEANES, 1962).

Estudos utilizam diferentes ferramentas para elaboração de xantana com propriedades diferenciadas, como a modificação dos parâmetros fermentativos, modificação química ou através de tratamentos pós-fermentativos. Dentre as modificações químicas relatadas na literatura destaca-se a desacetilação, ou seja, a redução quantitativa dos ligantes acetil com álcali diluído, ou ainda pela adição de álcali como parte do processo de recuperação do polímero (JEANES; SLONEKER, 1961). Os parâmetros envolvidos no processo, como o álcali empregado, tempo e temperatura de reação, também são objeto de estudos (PINTO; FURLAN; VENDRUSCOLO, 2011).

Neste estudo objetivou-se avaliar a influência do parâmetro tempo no processo térmico alcalino de desacetilação, utilizando a cepa 06 de *Xanthomonas arboricola* pv pruni.

2. METODOLOGIA

2.1 Obtenção da xantana

Para a obtenção da Xantana utilizou-se a cepa 06 de *Xanthomonas arboricola* PV pruni. O processo fermentativo foi desenvolvido em um biorreator (BioStat B Braun Biotech International®) com jarro de 10L contendo 7L de meio, segundo patente WO/2006/047845. O caldo fermentativo resultante foi tratado termicamente por 15min a 121°C, o polímero, recuperado pela adição de etanol 96% (4:1 v/v), seco em estufa a 56°C e triturado. Denominou-se controle a xantana pruni Xa 06.

2.2 Desacetilação da xantana

A desacetilação foi realizada conforme a metodologia de Klaick (2013). Amostras de xantana pruni Xa 06 foram hidratadas em solução de NaOH 0,01mol.L⁻¹, na proporção de 0,5% (m/v) de xantana. As soluções preparadas foram levadas à incubadora com agitação orbital de 200rpm, onde permaneceram por 30min, 1h, 3h e 6h à temperatura de 65°C. Depois de transcorrido o período de reação, neutralizou-se a solução com HCl 1 mol.L⁻¹ até pH 6,5 e recuperou-se o polímero em etanol 96%, o qual foi seco em estufa à 56°C e triturado. Os diferentes tempos de incubação resultaram em quatro amostras de xantanas modificadas, as quais foram denominadas: Xa 06 NaOH 30min 65°C; Xa 06 NaOH 1h 65°C; Xa 06 NaOH 3h 65°C e Xa 06 NaOH 6h 65°C. Todos os experimentos foram realizados em duplicata.

2.3 Determinação do teor de acetil

A determinação quantitativa dos grupos acetil nas amostras de xantanas pruni foi realizada por análise colorimétrica, segundo a metodologia de McComb e McCready (1957), com modificações.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Conforme consta na Tabela 1, todas as xantanas submetidas à reação de desacetilação apresentaram redução no teor de acetil em comparação com a xantana pruni Xa 06 controle, a qual continha o teor de acetil de 5,91%.

Pode-se observar que a redução no teor de acetil foi proporcional ao tempo de agitação. Assim, a maior redução, de aproximadamente 62%, ocorreu na xantana Xa 06 NaOH 6h 65°C, a qual ficou submetida por maior tempo ao tratamento térmico alcalino, e a menor redução (23%) ocorreu na xantana Xa 06 NaOH 30min 65°C, a qual foi submetida ao menor tempo de reação.

Os teores de acetil da xantana controle e modificadas por reação de desacetilação diferiram estatisticamente em todos os tempos de incubação.

Tabela 1: Teores de acetil da xantana natural e modificadas por reação de desacetilação. Letras diferentes significam que as médias diferiram estatisticamente pelo teste de Tukey $p < 0,05$.

Xantana	Teor de Acetil (%)
Xa 06 controle	5,91 ^A
Xa 06 NaOH 30min 65°C	4,55 ^B
Xa 06 NaOH 1h 65°C	3,82 ^C
Xa 06 NaOH 3h 65°C	3,38 ^D
Xa 06 NaOH 6h 65°C	2,25 ^E

Conforme dados apresentados por Oliveira *et al* (2013), xantanas comerciais apresentaram teor de acetil próximos ao da xantana controle, esses valores variaram de 3,88 a 5,14%, a xantana produzida por *X. campestris* pv *campestris* cepa NRRL B-1459, considerada padrão, apresentou o teor de 4,6% de acetil, enquadrando-se nesses valores citados anteriormente. As diferentes cepas de *X. arboricola* pv *pruni* variaram de 2,56 a 5,42% e a cepa 06 (produzida em condição diferenciada) obteve o valor de 2,76% de acetil.

Os resultados encontrados neste trabalho estão de acordo com estudos apresentados na literatura. Pinto, Furlan e vendruscolo (2011) verificaram que ocorreu maior desacetilação do polímero, uma xantana comercial, com o aumento do tempo de reação. Klaick e colaboradores (2013) obtiveram maior grau de desacetilação, 94%, no tempo de reação de 6h à temperatura de 65°C, utilizando xantana *pruni* produzida por *X. arboricola* pv *pruni* cepa 106, sendo este resultado superior ao verificado no presente trabalho. Os autores também concluíram em seu trabalho que a utilização de hidróxido de sódio no processo de desacetilação foi o álcali mais eficiente na remoção dos grupos acetil, independentemente do tempo de reação e da temperatura empregada, em comparação à utilização de NH₄OH.

4. CONCLUSÕES

Através do presente estudo pode-se afirmar que o tratamento térmico alcalino utilizando NaOH 0,01mol.L⁻¹, na proporção de 0,5% (m/v) de xantana, foi eficaz para desacetilação da xantana *pruni*. O aumento da desacetilação ocorre com o aumento do tempo de reação. O resultado obtido com a condição mais eficiente neste trabalho para a xantana *pruni* utilizada foi inferior ao obtido em outro estudo, que utilizou outra xantana *pruni*, indicando que para uma mesma condição, o percentual de desacetilação é cepa dependente.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CADMUS, M. C.; ROGOVIN, S. P.; BURTON, K. A.; PITTSLEV, J. E.; KNUTSON, C. A.; JEANES, A. Colonial variation in *Xanthomonas campestris* NRRL B-1459 and characterization of the polysaccharide from a variant strain. **Canadian Journal of Microbiology**, v.22, p.942-948, 1976.

CHALLEN, I. A., Xanthan gum: a multifunctional stabilizer for food products. In: Nishinari, K. e Doi, E. **Food Hydrocolloids: Structure, Properties, and Functions**. Plenum Press, pp.135-140, 1994.

DEMIATE, I. M.; DUPUY, N.; HUVENNE, J. P.; CEREDA, M. P.; WOSIACKI, G. Relationship between baking behaviour of modified cassava starches and starch chemical structure by FTIR spectroscopy. **Carb. Polym.** v.42, p.149-158, 2000.

GARCÍA-OCHOA, F.; SANTOS, V.E.; CASAS, J.A.; GÓMEZ, E. 2000. Xanthan gum: Production, recovery, and properties. **Biotechnology Advances**, v.18, p.549-579, 2000.

JANSSON, P. E., KENNE, L., LINDBERG, B. Structure of the extracellular polysaccharide from *Xanthomonas campestris*. **Carbohydrate Research**, v.45, p.275-282, 1975.

JEANES, A. R.; SLONEKER, J. H.; U. S., Patent 3 000 790, 1961.

KATZBAUER, B. Properties and applications of xanthan gum. **Polymer Degradation and Stability**, v.59, p.81-84, 1998.

KLAIC, P. M. A.; COUTO, A. F.; FURLAN, L.; VENDRUSCOLO, C. T.; MOREIRA, A. S. Modificação de xantana pruni por desacetilação pós-fermentativa. In: **CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS**, 12., Florianópolis, 2013.

LILLY, V. G.; WILSON, H. A.; LEARCH, J. G. Bacterial polysaccharides II. Laboratory Scale production of polysaccharides by species *X. campestris*. **Applied Microbiology**, v.6, p.105-109, 1958.

McCOMB, E. A.; McCREADY, R. M. Determination of acetyl in pectin and in acetylated carbohydrate polymers, **Analytical Chemistry**, v.29, n.5, p.819-821, 1957.

OLIVEIRA, P. D.; VENDRUSCOLO, C. T.; BORGES, C. D.; MICHEL, R. C.; LOMBA, R. T. Avaliação Comparativa das Propriedades de Xantanas Produzidas pelo patovar pruni e Clairana com Xantana Comercial para predição de uso, São Carlos, **Polímeros Ciência e Tecnologia**. v.23, n.3, p.417-424, 2013.

PINTO, E. P.; FURLAN, L.; VENDRUSCOLO, C. T. Chemical deacetylation natural xanthan (Jungbunzlauer) **Polímeros**. v.21, 47-52. 2011.

SLONEKER, J. H.; JEANES, A. Exocellular bacterial polysaccharide from *Xanthomonas campestris* NRRL B - 1459. **Canadian Journal of Chemistry**, v.40, n.11, p.2066-2071, 1962.

VENDRUSCOLO, C.T.; MOREIRA, A.S.; VENDRUSCOLO, J.L., Universidade Federal de Pelotas; Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária Embrapa Clima. **Process for preparing a xanthan biopolymer**. International Patent WO/2006/047845. 2006.