

CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL, TÉRMICA E RENDIMENTO DE BIOFLOCULANTES EXTRAÍDOS DE PALMA FORRAGEIRA

STRUCTURAL, THERMAL AND YIELD CHARACTERIZATION OF BIOFLOCCULANTS EXTRACTED FROM FORAGE PALM

Gustavo Felipe da Silva

Aluno de Graduação de Engenharia Química, 12º período
Universidade do Estado do Rio de Janeiro
PIBITI/CETEM: Fevereiro de 2026 a Agosto de 2026
silva.gustavo_1@graduacao.uerj.br

Sílvia Cristina Alves França

Orientadora, Engenheira Química, D.Sc.
sfranca@cetem.gov.br

Antonio Gutiérrez Merma

Coorientador, Engenheiro Químico, D.Sc.
amerma@cetem.gov.br

RESUMO

Este estudo avaliou o impacto dos métodos de precipitação etanólica e liofilização nas propriedades estruturais, térmicas e no rendimento da mucilagem de palma forrageira (*Opuntia ficus-indica* L.) visando sua aplicação como biofloculante. Após a extração aquosa por maceração, a mucilagem foi isolada por: precipitação etanólica e seca em estufa a 40°C ou apenas por liofilização, sendo caracterizada por FTIR, TGA/DTG e rendimento. A análise de FTIR revelou que a liofilização preservou os grupos funcionais originais da planta, sugerindo que a precipitação reduziu seletivamente carbonilas e carboxilatos. O TGA/DTG mostrou que o extrato precipitado apresentou uma degradação térmica simplificada em apenas duas etapas, enquanto o liofilizado degradou-se em cinco etapas, refletindo uma mistura multicomponente complexa. O rendimento da liofilização mostrou-se superior, alcançando 0,488% em comparação com 0,025% da precipitação etanólica. Conclui-se que a liofilização mostrou maior preservação estrutural e recuperação dos compostos hidrossolúveis da palma e maior rendimento.

Palavras chave: *Opuntia ficus-indica*, biofloculante, liofilização.

ABSTRACT

This study evaluated the impact of ethanolic precipitation and freeze-drying methods on the structural and thermal properties, as well as the yield, of forage palm mucilage (*Opuntia ficus-indica* L.) aiming for its application as a biofloculant. Following aqueous extraction by maceration, the mucilage was isolated either by ethanolic precipitation (followed by oven drying at 40°C) or by freeze-drying alone, and then characterized by FTIR, TGA/DTG, and extraction yield. FTIR analysis revealed that freeze-drying preserved the original functional groups of the plant, whereas precipitation selectively reduced carbonyls and carboxylates. TGA/DTG showed that the precipitated extract exhibited a simplified thermal degradation in only two stages, while the freeze-dried extract degraded in five stages, reflecting a complex multi-component mixture. The freeze-drying yield proved to be superior, reaching 0.488% compared to 0.025% for ethanolic precipitation. In conclusion, freeze-drying proved to be more effective for the structural preservation and recovery of the palm's water-soluble compounds, as well as providing higher yields.

Keywords: *Opuntia ficus-indica*, biofloculant, freeze-drying.

1. INTRODUÇÃO

O tratamento de efluentes fundamenta-se tradicionalmente em coagulantes e floculantes sintéticos ou inorgânicos como a poliacrilamida, contudo, preocupações ambientais e de saúde pública surgem devido à carcinogenicidade e neurotoxicidade de monômeros residuais de acrilamida (Tepe; Çebi, 2019). Nesse cenário, os biofloculantes vegetais, como a mucilagem de *Opuntia ficus-indica* L., composta por polissacarídeos complexos e frações proteicas (Da Costa et al., 2025), emergem como alternativas atóxicas, biodegradáveis e renováveis (Yin, 2010). Tais macromoléculas promovem a aglomeração e sedimentação de partículas coloidais por mecanismos como neutralização de cargas e ponte polimérica através de seus grupos funcionais (Koul et al., 2022). Contudo, dada a sua complexidade estrutural, a caracterização por FTIR é essencial para identificar variações funcionais estruturais entre os diferentes tratamentos, enquanto a análise térmica (TGA) integra a caracterização do material ao avaliar a estabilidade da matriz e sua viabilidade para outros métodos e condições de secagem, permitindo prever seus mecanismos de atuação e aplicação.

Apesar das vantagens ambientais, o extrato aquoso bruto de mucilagem *In Natura* apresenta alto teor de água e elevadas taxas de matéria orgânica, o que o torna altamente susceptível à proliferação microbiana e à degradação biológica em curto tempo de armazenamento. Assim, a secagem por liofilização torna-se indispensável para remover a umidade livre, inibindo a rápida degradação microbiológica, permitindo estender a vida útil do material (Nakra; Tripathy; Srivastav, 2025) e garantir a conservação de suas propriedades estruturais originais sem alterações significativas. Além disso, viabiliza o armazenamento em pó, o que facilita o transporte, o manuseio e a padronização das doses para a aplicação em escala.

2. OBJETIVOS

Avaliar a influência de diferentes métodos de obtenção da mucilagem de palma forrageira (precipitação etanólica e liofilização) no rendimento e nas propriedades estruturais e térmicas do material para aplicação como biofloculante.

3. METODOLOGIA

3.1. Coleta e Preparo da Matéria-prima

Os cladódios de *Opuntia ficus indica* L. foram higienizados, sanitizados com NaClO (15 mL/L) e enxaguados. Uma fração foi reservada para análise in natura.

3.2. Processamento e Extração da Mucilagem

O restante do material higienizado foi cortado em cubos e submetido à extração aquosa por maceração, utilizando água destilada na proporção 1:1 (m/v) à temperatura ambiente (~25°C). Após 72 h, o extrato bruto foi recuperado por meio de filtração a vácuo, esse procedimento foi realizado para cada tratamentos subsequente.

Para o extrato precipitado, o etanol comercial foi vertido no extrato aquoso na proporção volumétrica de 1:1 (v/v) sob agitação constante para promover a precipitação da mucilagem. O precipitado foi isolado por filtração, transferido para placas de Petri e seco em estufa com circulação de ar a 40°C por 24 h.

Para o extrato liofilizado, o extrato aquoso foi previamente congelado a -80 °C e, em seguida, submetido à secagem por sublimação em um liofilizador (Modelo L101, Liotop), operando sob vácuo. O biofloculante em pó obtido foi armazenado em dessecador até o momento das análises.

3.3. Caracterização dos Biofloculantes

As análises de FTIR foram realizadas em um espectrômetro Frontier (PerkinElmer) utilizando um acessório de Refletância Atenuada Total (ATR) com cristal de germânio. Os espectros foram obtidos na região de 4000 a 650 cm⁻¹, com resolução de 4 cm⁻¹ e acúmulo de 256 varreduras, operando em temperatura ambiente.

As análises de termogravimétrica (TGA) e sua derivada (DTG) foram executadas em um analisador térmico simultâneo (Modelo STA, Netzsch). As amostras foram aquecidas de 25 a 600 °C sob taxa de aquecimento de 5 °C/min, utilizando atmosfera de gás nitrogênio (N₂).

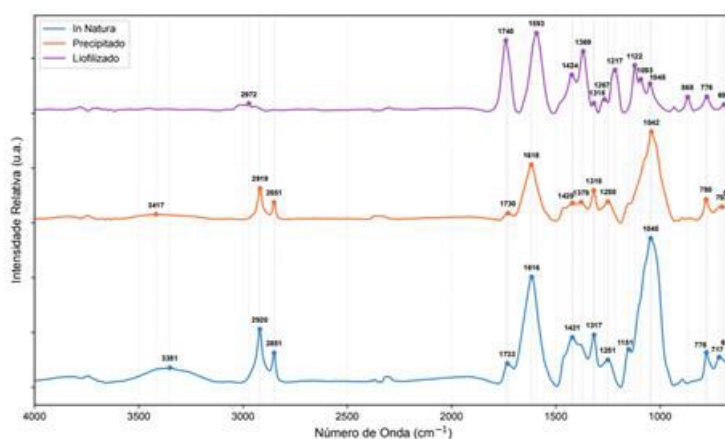
3.4. Determinação do Rendimento do Processo

O rendimento de extração do biofloculante para os tratamentos Precipitado e Liofilizado foi determinado com base na relação entre a massa seca obtida ao final do processo e a massa inicial de cladódios de palma utilizada em cada extração. O cálculo expressa o percentual de matéria seca recuperada em relação à matéria-prima integral (In natura), sendo realizado por meio da equação.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Análise por Espectroscopia no Infravermelho (FTIR)

Os espectros das amostras In natura, Precipitado e Liofilizado mostram diferenças estruturais e conformacionais significativas em razão dos métodos de extração, ainda apresentando as bandas características de materiais lignocelulósicos e polissacarídicos vegetais reportados para o gênero *Opuntia* (Mannai et al., 2024).



4.2. Análise Termogravimétrica (TGA/DTG)

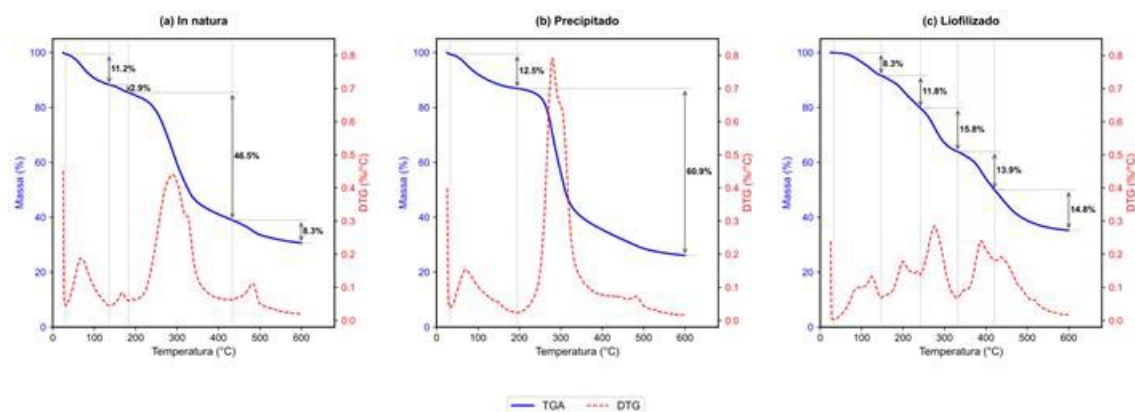


Figura 2: Análises de TGA/DTG para amostra *In Natura*, Precipitada e Liofilizada.

As curvas TGA/DTG revelam que o método de isolamento influencia a estabilidade e a complexidade molecular da mucilagem. O primeiro evento térmico (< 150 °C) em todas as amostras refere-se à evaporação da água livre e ligada (Nkosi; Tabit, 2026), com menor perda na amostra liofilizada (8,3%) comparada à precipitada (12,5%), sugerindo uma maior eficiência de secagem por sublimação.

O evento principal de decomposição (200 °C a 400 °C) corresponde à depolimerização dos polissacarídeos (Da Costa et al., 2025). O extrato precipitado exibiu um comportamento térmico altamente homogêneo, realizado em apenas duas etapas, com uma degradação de 60,9% concentrada em ~300 °C e menor resíduo a 600 °C (26,6%). Isso sugere que a adição de etanol tenha promovido o isolamento seletivo de uma fração polissacarídica purificada e de composição uniforme. Em contrapartida, o extrato liofilizado apresentou decomposição em cinco estágios distintos, gerando 34,0% de resíduo final. Esse perfil multicomponente confirma que a liofilização manteve as propriedades e a integridade da matriz original sem causar degradações estruturais (Nkosi; Tabit, 2026).

4.3. Determinação do Rendimento do Processo

A partir de 500 mL de extrato aquoso bruto para cada tratamento a partir de uma massa inicial de aproximadamente 800 g de cladódios de palma forrageira *In Natura*. Após a aplicação dos respectivos métodos de purificação e secagem, a massa final de material seco obtida para o tratamento precipitado foi de 0,2 g (rendimento de 0,025%) e o tratamento liofilizado produziu 3,9 g (rendimento de 0,488%).

A precipitação por via etanólica sugere uma maior seletividade, isolando uma fração específica dos componentes originais. Por outro lado, a liofilização direta do extrato aquoso sugere a preservação e conservação da totalidade dos solutos polares e compostos hidrossolúveis originalmente presentes no extrato aquoso.

Os baixos rendimentos observados para ambos os métodos são atribuídos, principalmente, à natureza dos cladódios de *Opuntia ficus-indica*, que possuem elevado teor de umidade, 75–90% da massa *In Natura* (Inglese et al., 2017), dependendo da temporada, e remoção da casca.

5. CONCLUSÕES

As análises estruturais e térmicas sugerem que as rotas de obtenção influenciam diretamente a composição e a complexidade das matrizes extraídas. Enquanto a precipitação etanólica sugere uma maior seletividade na purificação seletiva da fração polissacarídica, a liofilização preservou com maior fidelidade a integridade estrutural, a diversidade de grupos funcionais e a complexidade da matriz vegetal original.

A liofilização demonstrou uma eficiência de recuperação de matéria seca superior à via etanólica. Portanto, a liofilização sugere-se como a rota mais promissora para a obtenção da mucilagem de *Opuntia ficus-indica*, sendo recomendada para estudos posteriores voltados à aplicação no tratamento de efluentes como biofloculante, com a realização de ensaios de sedimentação para confirmar se os métodos de obtenção e as variações estruturais observadas causam impacto direto na eficiência de floculação e o efeito do tempo de vida do material devido a rápida degradação da palma.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pela concessão da bolsa de Iniciação Científica, aos meus orientadores, à equipe técnica e à infraestrutura disponibilizada para a realização deste trabalho.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

DA COSTA, Erivaldo P. *et al.* Rheological synergy between *Opuntia cochenillifera* mucilage and xanthan gum: application of cactus biomass as an additive for water-based drilling fluids. *Journal of Molecular Liquids*, v. 435, p. 128133, out. 2025.

INGLESE *et al.* Crop ecology, cultivation and uses of cactus pear. *[S.l.: S.n.]*.

KOUL, Bhupendra *et al.* Application of Natural Coagulants in Water Treatment: A Sustainable Alternative to Chemicals. *Water*, v. 14, n. 22, p. 3751, 18 nov. 2022.

MANNAI, Faten *et al.* Comparative study of conventional and combined ultrasound-assisted methods on the quality of mucilage extracted from *Opuntia ficus-indica* cladodes. *Industrial Crops and Products*, v. 214, p. 118566, ago. 2024.

NAKRA, Sarthak; TRIPATHY, Soubhagya; SRIVASTAV, Prem Prakash. Drying as a preservation strategy for medicinal plants: Physicochemical and functional outcomes for food and human health. *Phytomedicine Plus*, v. 5, n. 2, p. 100762, maio 2025.

NKOSI, Nelly Virginia; TABIT, Frederick Tawi. Aqueous extraction optimisation of okra (*Abelmoschus esculentus*) mucilage for food processing applications: rheological, FTIR, and TGA characterisation. *Journal of Food Measurement and Characterization*, v. 20, n. 5, p. 7592-7608, maio 2026.

TEPE, Yalçın; ÇEBİ, Ayşegül. Acrylamide in Environmental Water: A Review on Sources, Exposure, and Public Health Risks. *Exposure and Health*, v. 11, n. 1, p. 3-12, mar. 2019.

YIN, Chun-Yang. Emerging usage of plant-based coagulants for water and wastewater treatment. *Process Biochemistry*, v. 45, n. 9, p. 1437-1444, set. 2010.