

Preparação de filmes compósitos à base de beta-quitina/laponita e beta-quitina/hidroxiapatita

Linicker Rodrigo Felipe

Filipe Habitzreuter

Leonardo Henrique Semensato

Sérgio Paulo Campana Filho

Instituto de Química de São Carlos - Universidade de São Paulo

linicker.felipe@usp.br

Objetivos

Preparação de filmes compósitos de *whiskers* funcionalizados de β -quitina e laponita (LAP), e, *whiskers* funcionalizados de β -quitina e hidroxiapatita (HAP), visando aplicação em regeneração tecidual. Caracterizar as matérias-primas e os materiais produzidos quanto a aspectos estruturais, morfológicos e físico-químicos.

Métodos e Procedimentos

Flocos de 5 mm de tamanho de β -quitina comercial, adquirida da empresa Glenthiam Lifesciences, foram triturados em moinho de facas e peneirados em peneira de 425 μm e utilizados para preparação dos filmes. Os filmes foram preparados a partir da suspensão dos *whiskers* de cristais de β -quitina, após a etapa de hidrólise ácida para remoção da parte amorfa do polímero, empregando ácido sulfúrico (3 mol L⁻¹). A suspensão foi pesada em 5 diferentes placas de alumínio, juntamente com glicerol (utilizado como plasticizante), a fim de se preparar 5 formulações diferentes: um filme formado somente por *whiskers* e os outros quatro filmes compostos por 5% e 10% de laponita e 5% e 10% de hidroxiapatita. As proporções são referentes à massa total *whiskers* em cada formulação. Após a pesagem, a suspensão foi submetida a secagem em estufa de ar forçado a 40 °C por 48 horas.

Após secagem, foram realizadas análises de microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de energia dispersiva, porosidade e ângulo de contato; além de análises de massa molecular viscosimétrica média e espectroscopia no infravermelho na hidroxiapatita e *whiskers* de β -quitina utilizados.

Resultados

As amostras de β -quitina e *whiskers* produziram valores de viscosidade intrínseca de $1,7954 \pm 0,029$ mL g⁻¹ e $0,1470 \pm 5,776 \times 10^{-5}$ mL g⁻¹ respectivamente. Já para os valores de massa molecular viscosimétrica média, os valores obtidos foram: 413000 g mol⁻¹ para a β -quitina e 10950 g mol⁻¹ para os *whiskers* (após hidrólise). Com as análises de microscopia eletrônica de varredura, foi possível observar aumento na rugosidade da superfície dos filmes, com o aumento do teor de LAP e HAP. Analisando a porosidade dos filmes, observou-se que os filmes de hidroxiapatita possuem maior porcentagem de poros em relação ao filme produzido somente com *whiskers* de β -quitina; o filme produzido com 5% de laponita, apresentou valor aproximado ao do filme produzido somente com *whiskers*; já o filme com 10% de laponita apresentou valor mais próximo dos filmes produzidos com hidroxiapatita, conforme apresentado na Tabela 1; o que pode ser indicativo de uma tendência, onde, ao se aumentar o teor dos materiais inorgânicos, aumenta-se, também, a

porcentagem de porosidade no filme compósito.

Tabela 1 - Porosidade nos filmes

Filmes	Porosidade (%)
Whiskers	27,23
(5% LAP)	27,55
(10% LAP)	31,83
(5% HAP)	32,69
(10% HAP)	35,09

Com a análise de ângulo de contato, observou-se que os filmes com algum teor de hidroxiapatita possuem melhor interação com a água, evidenciado por valores menores nos ângulos. Já os filmes contendo laponita se mostraram menos hidrofílicos, conforme a Tabela 2.

Tabela 2 - Ângulo de contato dos filmes.

Filmes	Ângulo de contato
Whiskers	58,89
(5% LAP)	60,33
(10% LAP)	58,81
(5% HAP)	48,49
(10% HAP)	38,35

Por fim, foi possível observar através da análise de capacidade de intumescimento, maior hidratação para os filmes com hidroxiapatita incorporada, corroborando os resultados obtidos pelos ângulos de contato. Os filmes com laponita apresentaram valores próximos ao do filme produzido 100% de whiskers, conforme apresentado na Figura 1.

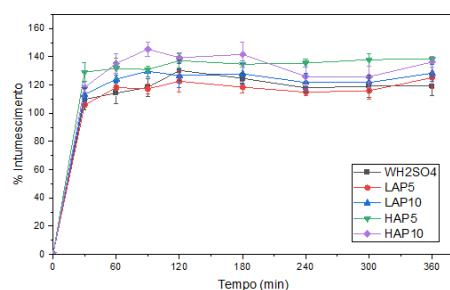


Figura 1 - Capacidade de Intumescimento

Conclusões

A partir dos resultados apresentados, pode-se concluir que as análises de capacidade de intumescimento e porosidade apresentaram comportamentos semelhantes, seguindo uma tendência de se aumentar tanto a capacidade dos filmes intumescerem como a porosidade dos mesmos, conforme se aumenta o teor de incorporação de material inorgânico. Esse comportamento não é observado na análise de ângulo de contato, onde as amostras incorporadas com laponita obtiveram dados semelhantes ao do filme produzido somente com whiskers. Já os filmes de hidroxiapatita, apresentaram dados mais distantes destes, com menor ângulo de contato e, consequentemente, melhor interação com a água.

Os valores apresentados para viscosidade intrínseca e massa molecular viscosimétrica média, indicam que houve sucesso na etapa de hidrólise com ácido sulfúrico, de fato removendo a parte amorfa do biopolímero.

Referências Bibliográficas

Campana Filho, S., Britto, D., Curti, E., Abreu, F., Cardoso, M., Battisti, M., Sim, P., C. Goy, R., Signini, R. and L. Lavall, R., 2007. Extração, estruturas e propriedades de α - E β -QUITINA. Química Nova, (3), pp.644-650.

Semensato, L., 2020. Preparação e caracterização de filmes de nanofibras de β -quitina/Laponita. Bacharelado. Universidade de São Paulo.

Azevedo, V. et al., 2007. Quitina e Quitosana: aplicações como biomateriais. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.2.3 (2007)27-34 ISSN 1809-8797, p.2.

Rinaudo, M., 2006. Chitin and chitosan: Properties and applications. Progress in Polymer Science, 31(7), pp.603-632.

Habitzreuter, F., 2016. Avaliação das características físico-químicas e citotóxicas de membranas de gelatina/quitosana com hidroxiapatita obtidas por precipitação in situ. Mestrado. Universidade de São Paulo.