

FILME BIODEGRADÁVEL E AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE TÉRMICA

HENRIQUE BLANK¹; ALINE JOANA ROLINA WOHLMUTH ALVES DOS SANTOS²

¹Universidade Federal de Pelotas, Curso de Farmácia – henriqueblank3@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas, CCQFA – alinejona@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Filmes biodegradáveis podem ser produzidos a partir de quitosana, que é um polímero orgânico, atóxico e solúvel em soluções ácidas; é derivado sintético da quitina (BLANK et al., 2022). Por ser um polímero versátil, a quitosana apresenta diversas aplicações, como seu uso como carreador de medicamentos e substâncias ativas (AHSAN, et al., 2018). Além disso e devido a sua atividade antimicrobiana, a quitosana já é utilizada em diversas formulações, assim como a sua associação a extratos hidroalcoólicos de canela em: filmes para conservação de mamão (CASEMIRO, et al., 2019); membrana para prevenção de infecções (AHMADI, et al., 2021) e revestimentos para conservação de peixe (HAGHIGHI; YAZDANPANA; 2020).

A sobreposição ou sinergismo de atividades evidenciadas para a canela e para a quitosana pode ser interessante em formulações. A canela (*Cinnamomum spp.*) é uma planta de usos variados na fitoterapia, pertence à família Lauraceae e é oriunda do Sri Lanka e regiões do sudeste da Índia. Para os extratos e chás de canela são utilizados as folhas e caule, sendo relatadas propriedades anti-inflamatórias, antibacterianas e antioxidantes (SANTOS, et al., 2022). O mesmo conceito de sinergismo é válido para formulações contendo sulfato de cobre(II) pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), sal usado como antifúngico em pomares de frutíferas (CIPOLETA, et al., 2019), bem como a gelatina, derivada da hidrólise parcial do colágeno, que pode ser utilizada em áreas alimentícia, farmacêutica, industrial e de pesquisa de novos materiais (BINSI et al., 2009). Além do sinergismo de atividades biológicas, as formulações podem evidenciar alterações em suas propriedades físicas com a adição de cada componente, tais como alteração de solubilidade com a variação de pH e de solvente empregado ou alteração de sua estabilidade térmica.

Desta forma, o objetivo deste trabalho foi sintetizar filmes poliméricos e biodegradáveis à base de quitosana sintetizada no Laboratório de Sólidos Inorgânicos (LASIR – UFPEl) e propor a adição de gelatina, sulfato de cobre(II) pentahidratado e de extrato alcoólico de canela também obtido pelo grupo e, por fim, avaliar a estabilidade térmica destes filmes obtidos.

2. METODOLOGIA

O extrato alcoólico de canela foi previamente preparado de acordo com SANTOS et al. (2022) e apresentou concentração de 4,9 mg/mL e 64,82 mg/100g EAG de compostos fenólicos. A quitosana utilizada foi sintetizada no Laboratório de Sólidos Inorgânicos (LASIR) (BLANK et al., 2022) e apresenta 76,20 % de grau médio de desacetilação (GARCIA et al., 2020) e massa molar viscosimétrica de $16,42 \times 10^4 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ (INOUE et al., 2021). As formulações para os biofilmes (Tabela 1) foram preparadas em solução 0,25 % de ácido acético (v/v) (GIACOMINI, et al.,

2023) e deram origem a seis biofilmes pelo método de *casting* (SOBCZYK et al., 2021).

Tabela 1. Soluções filmogênicas

Biofilmes obtidos	Formulação	Extrato (µL)
1	Quitosana	-
2	Quitosana	130
3	Quitosana	260
4	Quitosana + gelatina	260
5	Quitosana + gelatina + CuSO ₄ ·5H ₂ O	130
6	Quitosana + gelatina + CuSO ₄ ·5H ₂ O	260

A análise de estabilidade térmica dos biofilmes foi realizada por meio de análise termogravimétrica (TGA), com equipamento DTG-60, marca Shimadzu, na faixa de temperatura de 30-500° C, com fluxo de nitrogênio a 50 mL/min e razão de aquecimento de 10° C/min, sendo que a massa utilizada das amostras foi de 3-5 mg. A análise foi realizada na Central Analítica (CA – CCQFA/UFPEl). Foram utilizados os programas TA60 para análise quantitativa de perda de massa e Origin Pro 8.2 para plotar os termogramas.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os biofilmes 1-6 apresentaram diferentes estágios térmicos de perda de massa (Tabela 2). Os filmes 1-4 apresentaram dois estágios térmicos (30-150° C e 150-420° C), já os filmes 5 e 6, que possuem sal de cobre(II) na sua formulação, evidenciaram três estágios térmicos (30-150° C, 150-270° C e 270-420° C), que são indicados pelas linhas verticais em azul (Figura 1). O filme 3 mostra presença de maior quantidade de resíduo à 500° C, quando comparado ao filme 2, o que pode ser indício de que maior quantidade de extrato ajudou a estabilizar termicamente o filme 3. O filme 1 contendo somente quitosana mostra 46,4% de resíduo, sendo maior que o filme 2 e igual ao filme 3. O filme 4 evidenciou presença de maior presença de resíduo que os filmes 1-3, indicando que a presença de gelatina pode ter contribuído na sua estabilidade térmica à 500° C. Nos filmes 5 e 6, a presença de resíduo foi maior, justamente por conterem sal de cobre(II) em sua constituição, sendo que a maior quantidade de resíduo foi evidenciada no filme 6, que, por sua vez, apresenta maior quantidade de extrato.

Tabela 2. Análise térmica dos biofilmes 1-6.

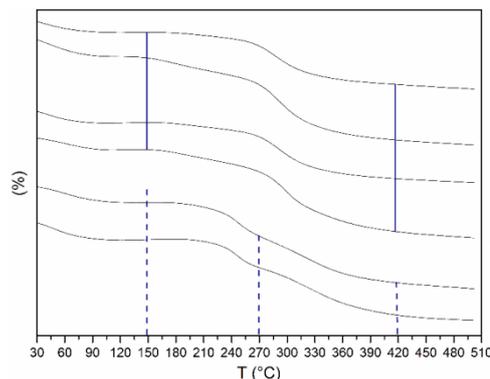
Biofilmes	Perda de massa (%) em estágios térmicos específicos				Resíduo (%)*
	30 - 150° C	-	150 - 420° C	-	
1	8,6	-	41,4	-	46,4
2	5,7	-	45,2	-	45,5
3	8,3	-	42,3	-	46,4
4	5,8	-	40,9	-	50,4
	30 - 150° C	150 - 270° C	-	270 - 420° C	
5	7,9	17,1	-	24,8	51,0
6	8,2	13,8	-	23,4	53,0

(*) resíduo à 500° C.

Ao analisar a perda de massa referente à presença de água e compostos voláteis do extrato, é possível perceber que elas ocorrem no primeiro estágio térmico de 30 - 150 °C (GULLÓN et al., 2018). O segundo estágio térmico (150 - 420° C), para os filmes 1-4, refere-se à decomposição da matéria orgânica dos

biofilmes (quitosana, gelatina e de componentes dos extratos), bem como o terceiro estágio térmico de 270 - 420° C para os filmes 5 e 6. O segundo estágio térmico (150 - 270° C) para os filmes 5 e 6 pode ter relação com a evaporação da água de hidratação presente na estrutura cristalina do sal de Cu(II) ou degradação do ânion sulfato (SILVA; PINTO, 2020). O biofilme que evidenciou maior estabilidade térmica de sua constituição orgânica (faixa de 150 - 420° C como somatório dos estágios térmicos 2 e 3) foi o filme 6, com a menor perda de massa (37,2%)

Figura 1. Termogramas dos biofilmes 1-6.



4. CONCLUSÕES

Pode-se concluir que a adição de extrato aos filmes 2 e 3 não melhora sua estabilidade térmica à 500° C, isto é, não aumenta a quantidade de resíduo, quando comparados com o filme 1, no entanto, quando há adição de gelatina ao filme 4, há aumento na sua estabilidade comparado com os filmes 1-3. Os filmes 5 e 6 evidenciaram maior massa residual devido à presença de sulfato de cobre(II) na sua formulação. O filme de quitosana 6, com adição de gelatina, sal de Cu(II) e maior proporção de extrato de canela, evidenciou maior estabilidade térmica na faixa de temperatura avaliada.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHMADI, S.; HIVECHI, A.; BAHRAMI, S. Hajir; MILAN, P.B.; ASHRAF, Seyedeh Sara. Cinnamon extract loaded electrospun chitosan/gelatin membrane with antibacterial activity. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 173, p. 580-590, mar. 2021. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.01.156>

AHSAN, S.M.; THOMAS, M.; REDDY, K.K.; SOORAPARAJU, Sujata Gopal; ASTHANA, A.; BHATNAGAR, I. Chitosan as biomaterial in drug delivery and tissue engineering. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 110, p. 97-109, abr. 2018. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.08.140>.

BINSI, P. K.; SHAMASUNDAR, B. A.; DILEEP, A. O.; BADII, F.; HOWELL, N. K. Rheological and functional properties of gelatin from the skin of Bigeye snapper (*Priacanthus hamrur*) fish: Influence of gelatin on the gel-forming ability of fish mince. **Food Hydrocolloids**, v. 23, p. 132-145, 2009. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2007.12.004>

BLANK, H.; ÁVILA, I.D.; HIRDES, A.R.; SANTOS, A.J.R.W.A. Reaproveitamento de resíduos de pesca para síntese de quitosana com uso de

metodologias diversas e aplicação de princípios da química verde. In: SANTOS, E.D.; BRINDEIRO, F.O. da S.; MELLO, R.G. (Org) **Energias Renováveis e Valorização de Resíduos: o caminho para a sustentabilidade**. Rio de Janeiro. Editora E-publicar, 2022, Cap. 7, p. 82-98. <http://dx.doi.org/10.47402/ed.ep.c202215577634>

CASEMIRO, J.C.L.; BACCHI, L.M.A.; REIS, H.F.; W.L. GAVASSONI. Quitosana associada com extratos vegetais no controle pós-colheita de antracnose em mamão 'formosa'. **Summa Phytopathologica**, v. 45, n. 1, p. 64-69, mar. 2019. <http://dx.doi.org/10.1590/0100-5405/172445>

CIPOLETA, N.S.; SILVA, L.F.S.; LOPES-ASSAD, M.L.C. Uso de resíduos orgânicos na atenuação de contaminação por cobre de calda bordalesa. **Ambiência**, v. 15, n. 2, p. 1-19, 2019. <http://dx.doi.org/10.5935/ambiencia.2019.02.01>

GARCIA, I.A.; INOUE, M.D.; HIRDES, A.R.; SANTOS, A.J.R.W.A. Avaliação de métodos titulométricos para determinação do grau de desacetilação em quitosana. **Brazilian Journal of Development**, v. 6, n. 1, p. 4066-4084, 2020. <http://dx.doi.org/10.34117/bjdv6n1-289>

GIACOMINI, G.X.; NACHTIGAL, G.F.; MARTINS, C.R.; HIRDES, A.R.; VALGAS, R.A.; SANTOS, A.J.R.W.A. Eco-friendly fungicide based on chitosan and pecan nut oil: development and evaluation in anthracnose control. **Acta scientiarum. Biological Sciences**, v. 45, n. 1, 2023. <https://doi.org/10.4025/actascibiols.v45i1.62090>

GULLÓN, B.; EIBES, G.; MOREIRA, M.T.; HERRERA, R.; LABIDI, J.; GULLÓN, P. Yerba mate waste: a sustainable resource of antioxidant compounds. **Industrial Crops and Products**, v. 113, p. 398-405, 2018. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.01.064>

HAGHIGHI, M.; YAZDANPANA, S. Chitosan-Based Coatings Incorporated with Cinnamon and Tea Extracts to Extend the Fish Fillets Shelf Life: validation by ftir spectroscopy technique. **Journal of Food Quality**, v. 2020, p. 1-7, 2020. Hindawi Limited. <http://dx.doi.org/10.1155/2020/8865234>

INOUE, M.D.; GARCIA, I.A.; HIRDES, A.R.; SANTOS, A.J.R.W.A. Caracterizações físico-químicas das etapas de obtenção da quitosana a partir de cascas de camarão / Physicochemical characterizations of steps of obtaining chitosan from shrimp shells. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 10, p. 98634-98652, 2021. <http://dx.doi.org/10.34117/bjdv7n10-268>

SILVA, L.R.C.; PINTO, R.M. Caracterização termoanalítica do sulfato de cobre pentahidratado. **Cadernos UniFOA**, Volta Redonda, n. 43, p. 25-31, 2020. <http://dx.doi.org/10.47385/cadunifoa.v15.n43.3307>

SANTOS, A.J.R.W.A.; BLANK, H.; AVILA, I.D.; OLIVEIRA, A.C.; HACKBART, H.C.S. Obtenção e caracterização de extratos de erva-mate e canela. In: BARBOSA, M.S.; SILVA, A.T.B.; MELLO, R.G. (org.). **Ciências Exatas e Inovação: perspectivas de desenvolvimento e aplicação em sociedade**. 2. ed. Rio de Janeiro/RJ: E-Publicar, 2022. Cap. 5. p. 64-80. (978-65-5364-147-1). <http://dx.doi.org/10.47402/ed.ep.c202222255471>

SOBCZYK, A. E.; LUCHESE, C. L.; FACCIN, D. J. L.; TESSARO, I. C. Influence of replacing orégano essential oil by ground orégano leaves on chitosan/alginate based dressing properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 181, p.51-59, 2021. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.03.084>