



Biomatter

P & D e Inovação de Biomateriais

## ESTRUTURA E PROPRIEDADES DA QUITOSANA NANOCRISTALINA

Zanin GB\*, Pighinelli L, Guimarães MF, Paz LR, Kmiec MA

Professor Orientador Dr. Eng. Luciano Pighinelli  
Universidade Luterana do Brasil – Laboratório Biomatter

Email: gabi\_brehm@hotmail.com; pighinelli@gmail.com

### INTRODUÇÃO

A quitosana é um polímero parcialmente desacetilado da acetil glucosamina, obtido depois da desacetilação alcalina da quitina. Poliaminosacarídeos, conforme literatura, especialmente a quitosana (poli(β-(1,4)-D-glucosamina) apresentam excelentes propriedades intrínsecas que possibilitam a sua aplicação na área médica, tais como: bioestimulante, antimicrobiana, biocompatível, atóxica, biodegradável, inibidora de células tumorais, atividade antiácida e antiúlcera, ação hemostática e hipocolesterolêmica e etc. [1, 2, 3] A quitosana nanocristalina (QNC) é uma forma modificada da quitosana, preparada a partir do método de obtenção dos seus sais e caracteriza-se por apresentar as mesmas propriedades do material precursor. Porém, propriedades específicas da QNC tal como a alta taxa de retenção de água e o aumento da susceptibilidade a biodegradação em comparação a formas de quitosana não modificadas revelam aplicabilidade potencial deste polímero na medicina, farmácia e outras áreas da ciência [4].

O presente trabalho tem como principal objetivo desenvolver um novo método de obtenção da quitosana nanocristalina, bem como avaliar suas propriedades químicas e estruturais através das análises de Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR – ATR), Difração de Raio-X (DRX), Potencial Zeta e Tamanho de Partícula e Teor de Cinzas.

### MATERIAIS

- Quitosana (Polymar) 95% D.A.; Teor de umidade 12,4%;
- Ácido acético (Dinâmica) 99,7% p.a;
- Hidróxido de Sódio (Sigma-Aldrich);
- Água deionizada.

### MÉTODOS

O método de obtenção do acetato de quitosana (AQ) compreende uma dissolução com ácido acético e posterior preparação de quatro soluções 1:0,4; 2:0,8; 3:0,9 e 2:2 de teor de polímero e de ácido acético respectivamente. A dissolução ocorreu sob agitação até a obtenção de uma solução homogênea e transparente de AQ, onde, após 24 horas, cada solução foi filtrada e as amostras na forma de filmes foram acondicionadas em recipientes do tipo placa de Petry até a sua secagem a temperatura ambiente. No método de obtenção da quitosana nanocristalina foram utilizadas as quatro soluções de partida do acetato de quitosana com aproximadamente 2 litros cada, elaboradas anteriormente, denominadas A – I, B – II, C – III e D – IV. Em seguida foram adicionadas gradualmente às soluções iniciais uma solução de hidróxido de sódio, sob agitação constante, para completa neutralização do ácido acético até pH 7,4. As amostras na forma de filmes foram acondicionadas em recipientes tipo placa de Petry até a sua secagem a temperatura ambiente.

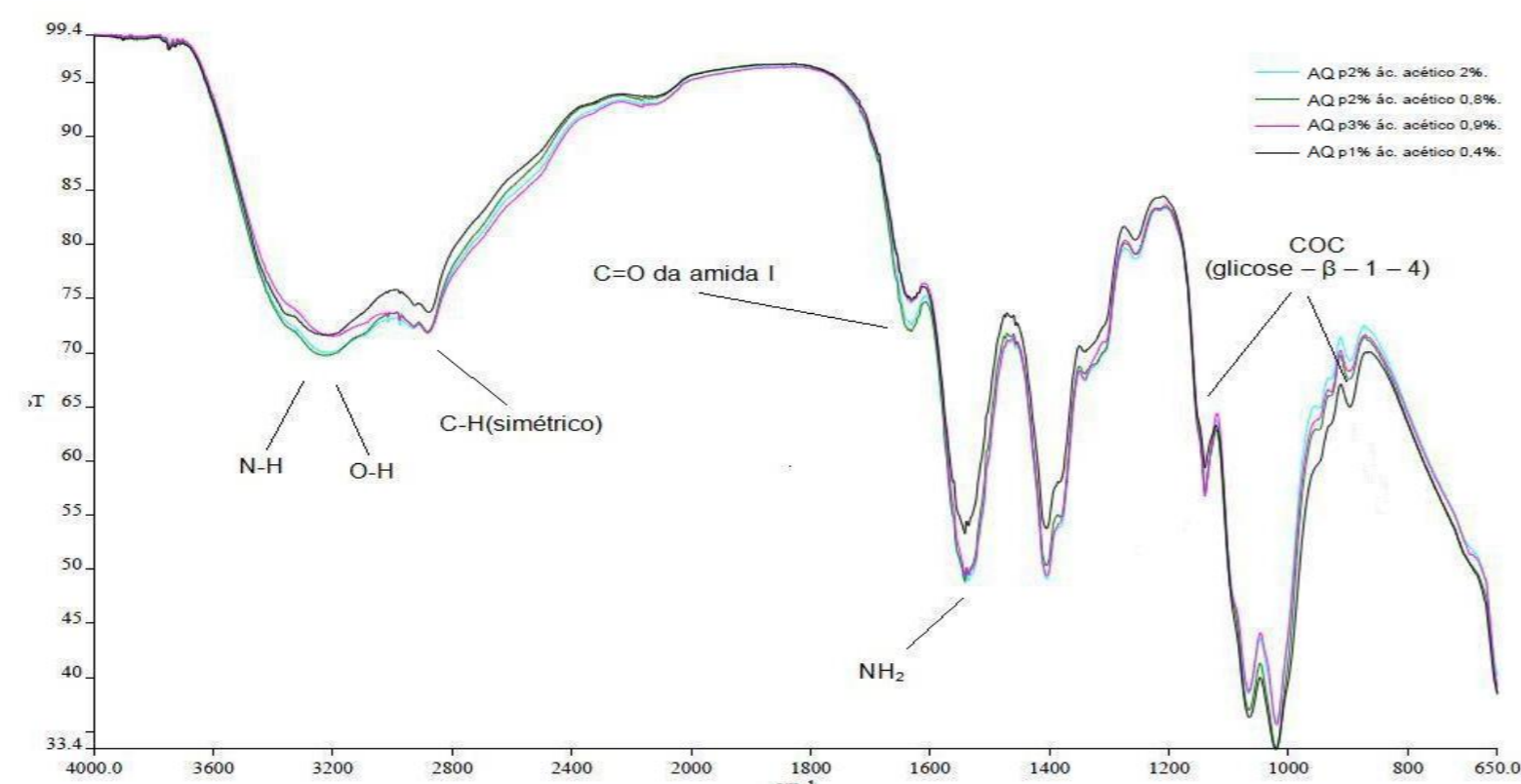
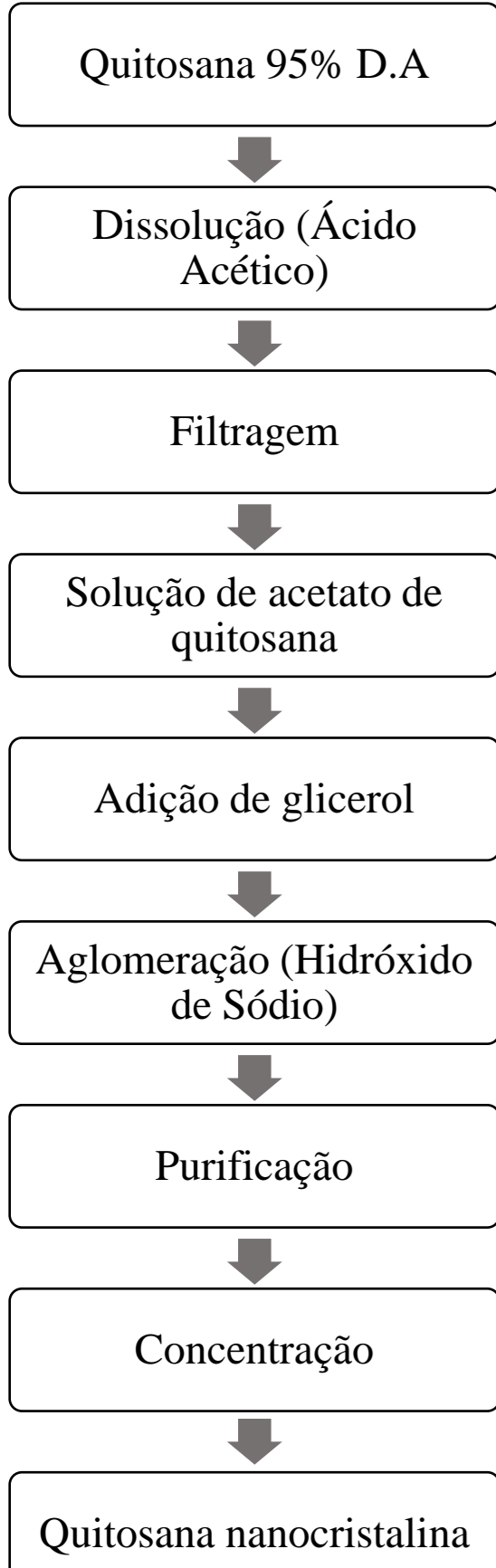


Figura 2 - Espectro no infravermelho da quitosana sob diferentes concentrações.

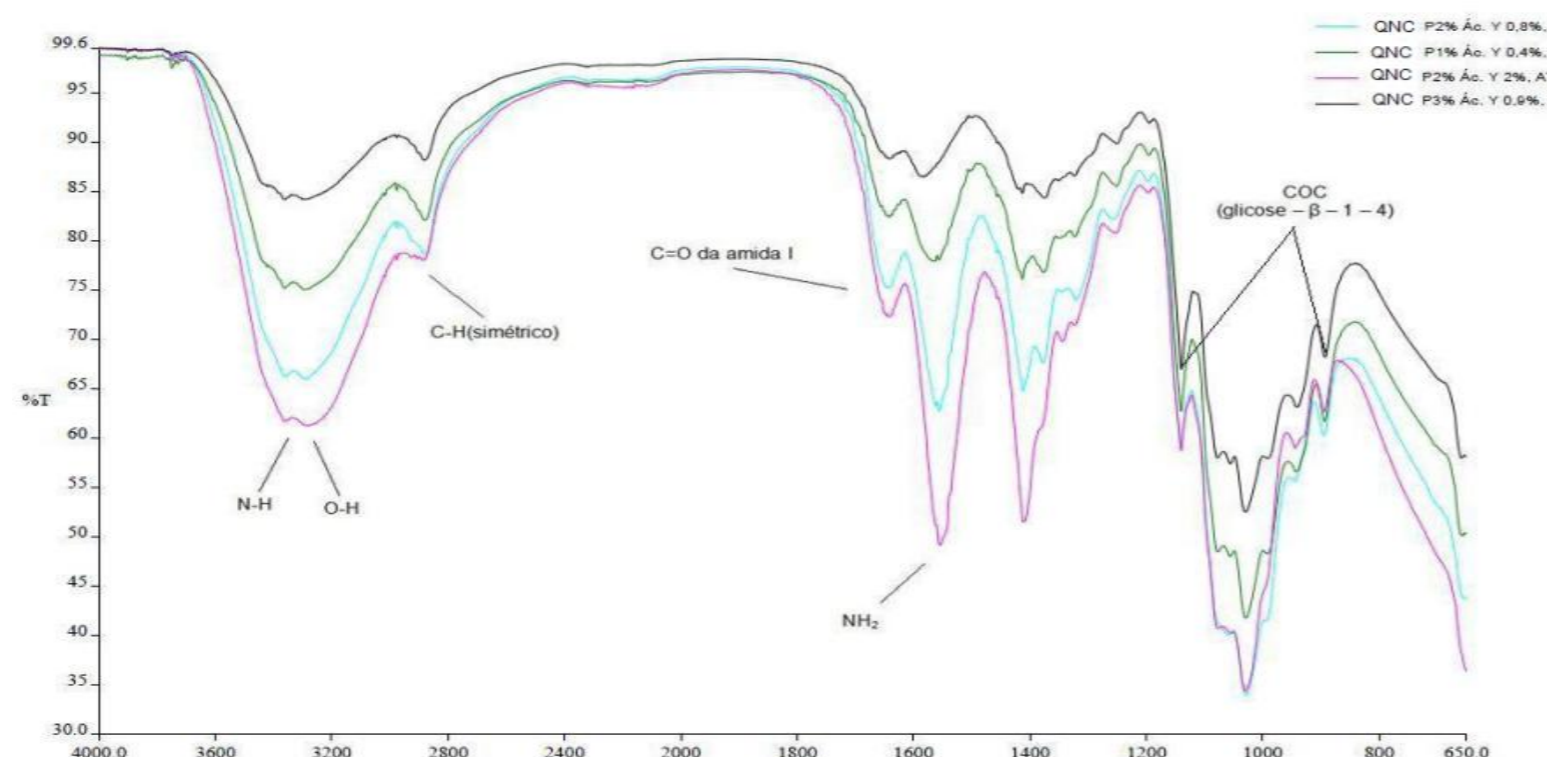


Figura 3 - Espectro no infravermelho da quitosana nanocristalina sob diferentes concentrações.

Com o estudo da Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier foi possível observar a semelhança da quitosana nanocristalina (Figura 3) para com o acetato de quitosana (Figura 2), variando somente as intensidades das bandas que são proporcionais às concentrações de polímero. Esse resultado confirma que após o método de agregação à estrutura da macromolécula de glucosamina e o processo de purificação mostrado na Figura 1, a quitosana nanocristalina se mostra com os principais picos de identificação da quitosana precursora, como ilustra a Figura 3.

A análise de difração de raios x mostrou os picos de cristalinidade característicos da quitosana precursora, uma diminuição da cristalinidade do acetato de quitosana, devido a dissolução da macromolécula de glucosamina, aumentando seu caráter amorfo. Este efeito foi mais acentuado na quitosana nanocristalina diminuindo o tamanho do cristal, de micro para nano também observado pela análise tamanho de partícula, aumentando assim seu caráter amorfo, hidrofílico e consequentemente a reatividade do polímero, conforme Figura 4.

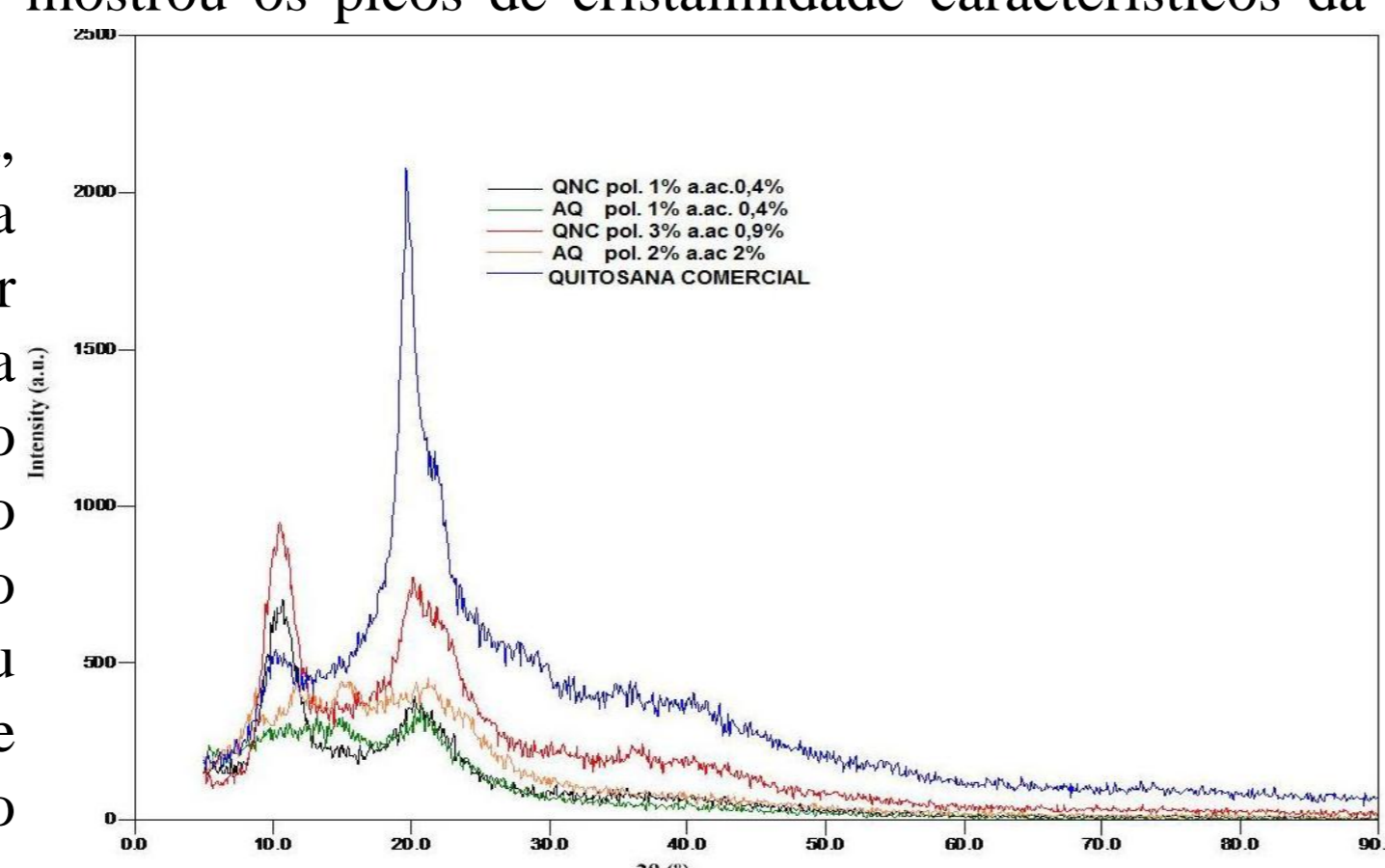


Figura 4 - Difratograma da quitosana precursora, do acetato de AQ de (A) 1:0,4 e (D) 2:2 % de teor de polímero e concentração de ácido e da QNC de (A-I) 1:0,4 e (C-III) 3:0,9 % de teor de polímero e concentração de ácido acético.

O valor do potencial zeta do AQ 2:0,8, em meio ácido (pH 4,43), foi de 43,6 mV. Enquanto o valor da QNC 2:2 (pH 7,3) foi de 15,4 mV. Desta forma, o comportamento da quitosana nanocristalina não se tornou estável devido a alta polidispersividade. A variação do tamanho de partícula das amostras de AQ 2:0,8 e QNC 2:2 utilizando filtros de Mesh 0,450 μm, indicaram o tamanho médio de partícula de 266,0 e 55,52 nm, respectivamente, conforme a Figura 6.

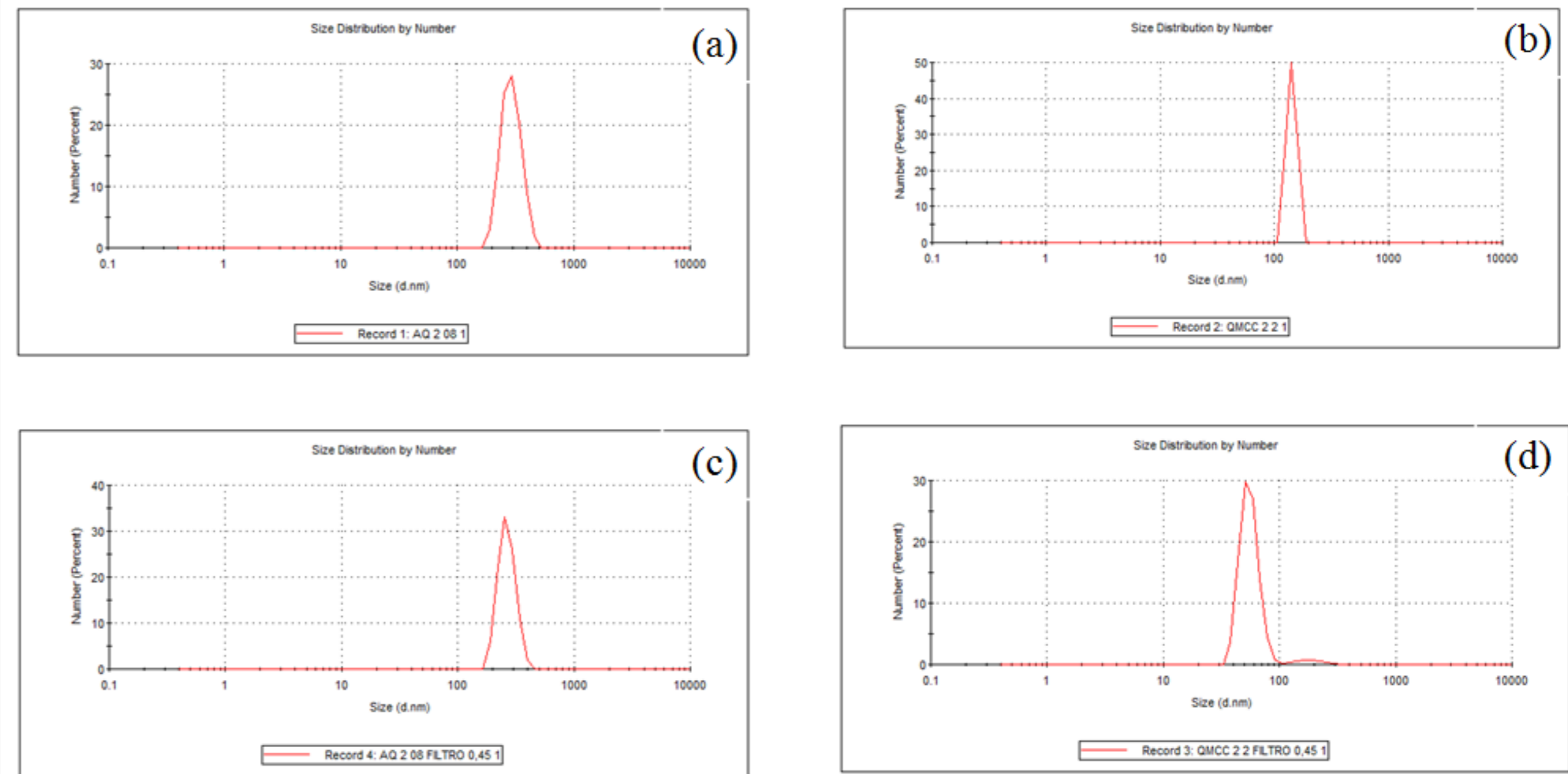


Figura 5 – Distribuição de tamanho de partícula (a) AQ 2:0,8 sem filtro, (b) QNC 2:2 sem filtro, (c) AQ 2:0,8 com filtro 0,450 μm e (d) QNC 2:2 com filtro 0,450 μm.

O teor de cinzas foi de 0,7% no acetato de quitosana e 0,9% com poucos vestígios de cátions, como ferro (476,84mg/kg), cálcio (99,15mg/kg) e alumínio (69,72mg/kg). Estes resultados representam alguma contaminação já existente na matéria prima no processo inicial, para o acetato de quitosana, e alguma contaminação proveniente do processo de obtenção da quitosana nanocristalina.

### CONCLUSÕES

A quitosana nanocristalina elaborada por este método manteve a mesma estrutura da quitosana precursora consequentemente indica ter as mesmas propriedades da quitosana inicial, com um grande aumento do seu caráter hidrofílico e extraordinário comportamento para formação direta de filmes e na criação de uma estrutura nano particulada. Este derivado da quitosana tem um grande potencial para aplicações médicas e farmacêuticas, criando uma geração de biomateriais nano particulados e que favorecem a criação de novos complexos para medicina regenerativa e engenharia de tecidos.

### AGRADECIMENTOS

- Universidade Luterana do Brasil;
- Instituto SENAI de Inovações em Engenharia de Polímeros;
- Centro de Pesquisa em Produto e Desenvolvimento (CEPPED) da Universidade Luterana do Brasil (ULBRA);
- Faculdade de Farmácia, Departamento de Produção e Controle de Medicamentos na Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS);
- Quimicamar.

### BIBLIOGRAFIA

- [1]. PETER, M. G. Applications and environmental aspects of chitin and chitosan. Pure Appl. Chem., v. 32, p. 629- 640, 1995.
- [2]. KARLSEN, J. Excipient properties of chitosan. Manufacture Chem., v. 3, p. 18-19, 1991.
- [3]. LI, Q. et al. Applications and properties of chitosan. In: GOOSEN, M. F. A. (Ed.). Applications of chitin and chitosan. Basel: Technomic, 1997. p. 3-29.
- [4] PARK, B.; KIM, M. Applications of Chitin and Its Derivatives in Biological Medicine. Int. J. Mol. Sci. 2010, 11, 5152-5164