

Estudo de variação colorimétrica de amostras têxteis 100% PAC a partir da funcionalização com quitosana

Study of colorimetric variation of 100% PAC textile samples from chitosan functionalization

RESUMO

A quitosana é um biopolímero originado da quitina, substância presente no exoesqueleto de crustáceos, moluscos e insetos, obtida por meio da desacetilação alcalina. Apresenta potenciais aplicações devido as suas propriedades atrativas como a biodegradação e comportamento antibactericida. O presente trabalho teve como objetivo avaliar a atividade antimicrobiana e alteração de cor em amostras 100% acrílicas a partir da aplicação de quitosana em diferentes etapas do processo. Como método, as amostras foram funcionalizadas e tintas por processo de esgotamento, controlando a etapa de funcionalização, concentração, tempo e temperatura. A influência de fatores experimentais foi avaliada estatisticamente pelo Delineamento Composto Central Rotacionado (DCCR) no software Design Expert. As amostras também foram avaliadas qualitativamente quanto a atividade antimicrobiana. Como resultados, foi possível evidenciar a influência negativa dos fatores quanto a variação de cor das amostras testadas, entretanto o número de experimentos não foi suficiente para dar robustez e validar o modelo estatisticamente. As amostras apresentaram reduzida atividade antimicrobiana quando testadas de forma qualitativa.

PALAVRAS-CHAVE: Variação de cor. Funcionalização. Atividade antimicrobiana.

ABSTRACT

Chitosan is a biopolymer originated from chitin, a substance present in the exoskeleton of crustaceans, molluscs and insects, obtained through alkaline deacetylation. It has potential applications due to its attractive properties such as biodegradation and antibacterial behavior. The present work aimed to evaluate the antimicrobial activity and color in 100% acrylic samples from the application of chitosan in different process steps. As a method, the samples were functionalized and dyed by exhaustion process, controlling the functionalization step, concentration, time and temperature. The influence of experimental factors was statistically evaluated by the Central Composite Design (CCD) in the Design Expert software. The samples were also qualitatively evaluated for antimicrobial activity. As a result, it was possible to evidence the negative influence of the factors on the color variation samples, however the number of experiments was not enough to give robustness and validate the model statistically. The samples showed reduced antimicrobial activity when tested qualitatively.

KEYWORDS: Color variation. Functionalization. Antimicrobial activity.

Ana Clara Alcântara Santos
anaclaraalcantarasantos@gmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Apucarana, Paraná, Brasil

Marcos Henrique de Souza Santana
marcossantana@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Apucarana, Paraná, Brasil

Fabio Alexandre Pereira Scacchetti
fabioscacchetti@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Apucarana, Paraná, Brasil

Recebido: 19 ago. 2019.

Aprovado: 01 out. 2019.

Direito autorial: Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



INTRODUÇÃO

Biopolímeros são polímeros ou copolímeros derivados de fontes renováveis que vem sendo alvo de crescente interesse devido aos seus ciclos de vida curtos, além de alguns fatores ambientais e socioeconômicos, pois os biopolímeros têm grande potencial para substituir determinadas aplicações de polímeros provenientes de fontes fósseis (Brito *et al.*, 2011).

A quitosana é um copolímero oriundo da quitina presente no exoesqueleto de crustáceos, moluscos e insetos através da desacetilação alcalina, podendo ser produzido como pó, pasta, filme ou fibra (Ahmed e Ikram, 2016). De acordo com Rinaudo (2006), o processo de extração da quitina ocorre pela utilização de ácidos para dissolver o carbonato de cálcio presente, e em sequência a solubilização das proteínas por extração alcalina, esse processo pode apresentar algumas alterações conforme a estrutura inicial que pode ter leves variações de acordo com a fonte da quitina.

O copolímero gerado pela desacetilação da quitina é formado por unidades glicosídicas que influenciam no peso molecular, grau de desacetilação, viscosidade e cristalinidade, características funcionais para o uso da quitosana, além de ser acessível e de fácil processamento. A quitosana é solúvel em meios ácidos e insolúvel em condições neutras ou alcalinas, o que está diretamente relacionado ao seu peso molecular e grau de desacetilação (Martino *et al.*, 2017).

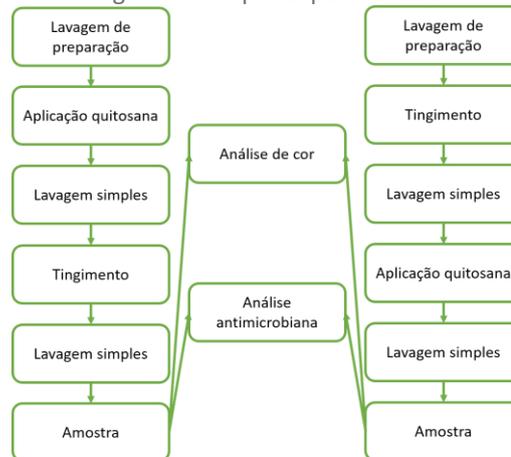
As propriedades antifúngica, antibactericida, atóxica, biodegradável, renovável entre outras, são características únicas e de grande potencial, o que torna a quitosana atrativa para potenciais aplicações e desenvolvimento útil (Rinaudo, 2006). Promissor biopolímero, a quitosana, apresenta características benéficas para ampla utilização atribuída às suas propriedades biológicas e físico-químicas relacionadas com sua biocompatibilidade, suscetibilidade à hidrólise enzimática e atividade fisiológica intrínseca combinada com não tóxicos e íons de metais pesados, essas propriedades são adequadas a aplicações na área biomédica e na área da nanobiotecnologia (Elgadir *et al.*, 2015).

Segundo Khor e Yong (2003), as pesquisas mais recentes na aplicação de quitosana destacam a engenharia de tecidos, cicatrização de feridas, entregas de fármacos, entrega de genes, compatibilidades e esterilidade. O presente estudo teve como objetivo avaliar a aplicação de quitosana em amostras 100% PAC a fim de se obterem materiais com atividade antimicrobiana, assim como o estudo da variação de cor por meio dos processos de funcionalização.

MATERIAL E MÉTODOS

Os materiais utilizados nos experimentos foram, detergente não iônico, solução de quitosana (0,5%), igualizante para a fibra acrílica, sulfato de sódio, corante Quimacryl (preto), amostras de malha dupla frontura (100% acrílica) fornecidas pelo laboratório da instituição. Realizou-se todas as etapas experimentais, mostradas na Figura 1, na máquina de canecas, KIMAK AT1-SW, equipamento para processos por esgotamento.

Figura 1 – Etapas experimentais



Fonte: Autoria própria (2019).

Foram utilizadas 16 amostras (5cm x 5cm), pesadas em uma balança analítica para obtenção da massa média e determinação do volume de banho, estas foram submetidas a uma lavagem de preparação, contendo 50ml de água, 2g/L de detergente não iônico, a 70°C por 15 minutos, posteriormente enxaguou-se as amostras. Para a funcionalização com quitosana nas diferentes etapas (conforme o planejamento) variou-se a concentração, temperatura e tempo de processo. Quanto as lavagens simples, imergiu-se as amostras em 50ml de água, 2g/L de detergente, a temperatura de 25°C durante 5 minutos.

Todas as amostras foram submetidas ao mesmo processo de tingimento. Foram inseridos a frio (processo all in) na máquina de canecas as amostras, 2% de igualizante, 5% de sulfato de sódio e 0,5% do corante, na máquina de canecas, esta solução apresentou PH próximo a 4,3 controlado por ácido acético. Ao atingir 90°C, permaneceu por 30 minutos na máquina de canecas, após este tempo as amostras foram enxaguadas. As amostras foram avaliadas quanto ao padrão de cor em um espectrofotômetro Delta Vista 450G (Delta Color) e avaliados pelo software i7, sempre considerando a tolerância máxima de 1 para os valores de ΔE .

As amostras foram avaliadas quanto a atividade antimicrobiana de forma qualitativa com uma adaptação a norma AATCC 147. As bactérias usadas foram a *Escherichia coli* ATCC® 25922™ por métodos de difusão Agar Tripitona de soja (KASVI). Resumidamente, as amostras foram esterilizadas por ultravioleta (UV) durante 15 minutos e inseridos no centro de uma placa contendo o meio de cultura adequado, previamente inoculado por espalhamento à superfície. As placas de bactérias foram incubadas 24h a 37°C. A atividade antimicrobiana é definida pela zona de inibição ou de ausência de crescimento observado no tecido e à sua volta.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 traz especificamente os fatores utilizados, assim como a variável de reposta. Cabe a ressalva que os experimentos foram executados em diferentes etapas conforme a metodologia abordou. A Figura 2 apresenta o gráfico comparativo entre as variáveis concentração de quitosana e temperatura, e sua implicação na variação colorística das amostras. Pode-se observar que a uma baixa

concentração de quitosana quase não há variação de cor, independente da temperatura de processo. Entretanto, conforme aumenta-se a concentração de quitosana aplicada, a variação de cor nas amostras torna-se evidente ($\Delta E > 1$), aumentando à medida que a temperatura de processo também aumenta.

Tabela 1 – Variáveis experimentais

Exp.	Concen. quitosana ($\mu\text{g/mL}$)	Temp. de processo ($^{\circ}\text{C}$)	Tempo de processo (min)	Etapa de aplicação	ΔE (variação de cor)
1	1000	80	60	Antes	42,08
2	1000	40	15	Antes	42,17
3	1000	80	60	Antes	40,79
4	3000	80	15	Antes	44,55
5	3000	80	60	Após	42,68
6	1000	80	15	Após	43,74
7	3000	40	60	Antes	42,53
8	3000	40	15	Após	42,97
9	1000	40	60	Após	41,55
10	3000	80	60	Após	42,41
11	3000	40	60	Antes	43,35
12	1000	40	15	Antes	42,77
13	1000	40	60	Após	42,65
14	3000	40	15	Após	40,70
15	1000	80	15	Após	42,19
16	3000	80	15	Antes	43,54

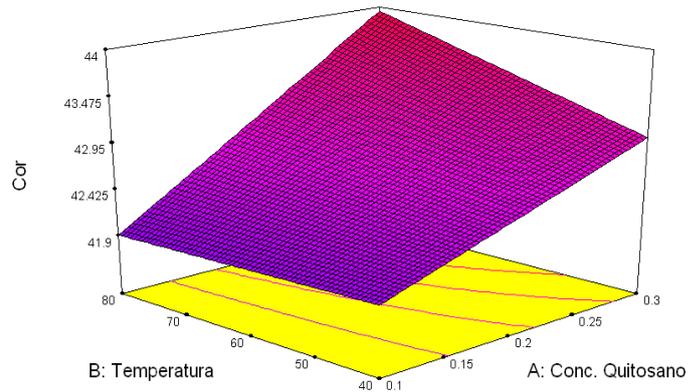
Fonte: Autoria própria (2019).

Para o fator tempo de processo, a Figura 3 indica que sendo este o menor possível, ao aumentar a concentração de quitosana as amostras têm uma maior alteração de cor ($\Delta E > 1$), e à medida que se aumenta apenas o tempo de funcionalização acontece um pequeno decréscimo nesta alteração de cor. Durante o processo de funcionalização, a temperatura age como catalisador, quanto maior a temperatura maior a movimentação da quitosana no banho. Com um tempo de processo mínimo, ao aumentar a concentração de quitosana esse tempo é suficiente para a quitosana se ligar ao substrato influenciando na cor, já um tempo maior de processo tende a atingir o equilíbrio termodinâmico, pois as alterações já ocorrem principalmente nos primeiros momentos.

Em termos de variação de cor, a partir da Figura 4, quando a aplicação da quitosana ocorre antes do tingimento (linha preta), temos uma variação de cor muito maior. Isso ocorre, provavelmente, pelo fato de tanto o corante quanto a quitosana serem concorrentes na interação com a fibra. Quando o tingimento ocorre antes da funcionalização, o corante se liga à fibra e assim a quitosana tem dificuldade em se ligar já que a maior parte dos sítios ativos se encontram ocupados, ocorrendo-se uma menor variação de cor.

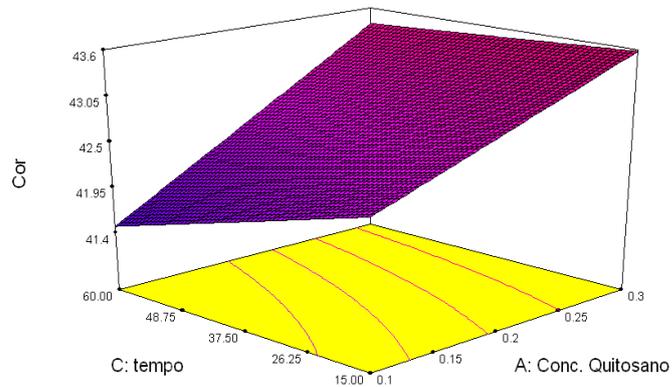
Cabe a ressalva de que os dados foram avaliados estatisticamente pelo Delineamento Composto Central Rotacionado (DCCR). Embora houvessem diferenças quanto a alteração de cor, o modelo não se mostrou significativo pela análise de variância, com ajuste quadrado ajustado baixo $R^2 = 0,22$, o que mostra que as alterações observadas devam ser consideradas ocorridas de forma casual.

Figura 2 – Análise da temperatura em relação a concentração de quitosana



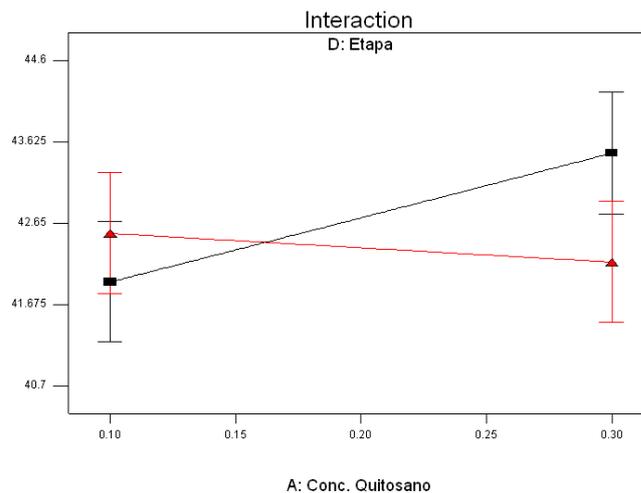
Fonte: Autoria própria (2019).

Figura 3 – Análise do tempo em relação a concentração de quitosana



Fonte: Autoria própria (2019).

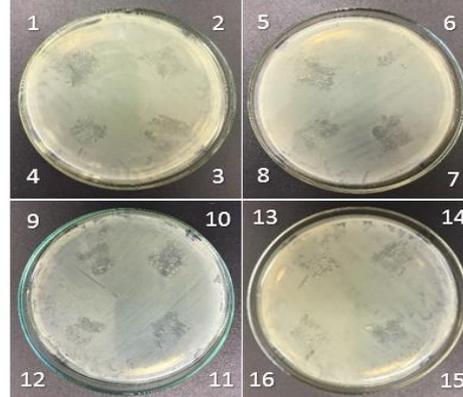
Figura 4 – Coloração de acordo com a concentração de quitosana



Fonte: Autoria própria (2019).

A atividade antimicrobiana foi avaliada qualitativamente. Conforme observa-se a Figura 5, as amostras apresentaram um comportamento antimicrobiano muito reduzido, independente da concentração de quitosana, ocorrendo apenas por contato a inibição do crescimento da E. coli.

Figura 5 – Análise da atividade antimicrobiana



Autoria própria (2019).

CONCLUSÃO

A partir dos estudos e análises foi possível observar que a quitosana teve um impacto na variação de cor independente da etapa do processo de aplicação, entretanto proporcionou moderada atividade antimicrobiana das amostras, quando houve contato da superfície do têxtil com a bactéria. Como limitação e futuros estudos, sugere-se experimentos com maiores variações de fatores a fim de se obter uma concentração necessária para que tenha o mínimo impacto possível no tingimento e também uma maior ação antimicrobiana.

AGRADECIMENTOS

Aluna do PROGRAMA INSTITUCIONAL DE VOLUNTARIADO EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA – PVICT 2018/2019. Aluno do PROGRAMA INSTITUCIONAL DE BOLSAS DE INICIAÇÃO EM DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO E INOVAÇÃO – PIBIT 2018/2019 da Universidade Tecnológica Federal do Paraná e Fundação Araucária, Apoio ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico do Paraná.

REFERÊNCIAS

- AHMED, S.; IKRAM, S. Chitosan Based Scaffolds and Their Applications in Wound Healing. **Achievements in the Life Sciences**, v. 10, n. 1, p. 27–37, 2016.
- BRITO, G. F. *et al.* ._322_Chapter-29-Embryo-Preservation-and-in-Vitro-Production-of-Embryos. **Materiais e Processos**, v. 2, p. 127–139, 2011.
- ELGADIR, M. A. *et al.* Impact of chitosan composites and chitosan nanoparticle composites on various drug delivery systems: A review. **Journal of Food and Drug Analysis**, v. 23, n. 4, p. 619–629, 2015.
- MARTINO, A. DI *et al.* Chitosan-based nanocomplexes for simultaneous loading, burst reduction and controlled release of doxorubicin and 5-fluorouracil. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 102, p. 613–624, 2017.
- RINAUDO, M. Chitin and chitosan: Properties and applications. **Progress in Polymer Science (Oxford)**, v. 31, n. 7, p. 603–632, 2006.