

DEGRADAÇÃO HIDROLÍTICA DE BIONANOCOMPÓSITOS

NUNES FILHO, Arquimedes Lopes^{1C}; ALVES, Tatianny Soares²; BARBOSA, Renata²

¹ Universidade Federal do Piauí (UFPI), Curso de Engenharia de Materiais, Teresina, Piauí, arquimedesswim@hotmail.com

² Universidade Federal do Piauí (UFPI), Curso de Engenharia de Materiais e Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, Teresina, Piauí, rrenatabarbosa@yahoo.com; tsaeng3@yahoo.com.br

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo avaliar a Degradação Hidrolítica método *in vitro* de bionanocompósitos com matriz polimérica PHB (Polihidroxibutirato), carga de argila bentonita e um agente compatibilizante, PP-g-MA. Para o teste de Degradação Hidrolítica *in vitro* os filmes de bionanocompósitos foram submetidos a períodos de 15, 30 e 45 dias e em seguida foram avaliadas a absorção hidrolítica e a perda de massa. O resultado do teste de biodegradação mostrou que todas as composições de bionanocompósitos iniciaram a etapa de erosão dentro do prazo de 45 dias, e que a composição com maior percentual de argila foi a que mais perdeu massa em aproximadamente 3,36%.

PALAVRAS-CHAVE: Polihidroxibutirato; Degradação-hidrolítica; *In Vitro*; Bionanocompósitos.

1. INTRODUÇÃO

Existe um crescente interesse em substituir o uso de polímeros não renováveis por polímeros sustentáveis, principalmente em aplicações de curto prazo. São duas as principais vantagens quando os polímeros biodegradáveis são usados em aplicações a curto prazo: Eles permitem reduzir a dependência global das fontes não renováveis para sua produção e, ao mesmo tempo, fornecem compostagem como opção de eliminação simples e sustentável. Assim, os polímeros biodegradáveis representam uma alternativa para reduzir a grande quantidade de resíduos plásticos [1].

Um método de ensaio que vem sendo amplamente utilizado e que busca impulsionar o desenvolvimento de implantes cirúrgicos, é o teste padrão de degradação hidrolítica *in vitro*, regida pela norma ASTM F1635-11 [2]. As amostras poliméricas, semi-acabadas, ou implantes cirúrgicos acabados são colocados em solução salina tamponada a temperaturas fisiológicas. As amostras são periodicamente removidas afim de testar suas propriedades, sejam elas mecânicas, estrutura cristalinas ou de massa.

Segundo Machado et al. [3], o PHB é um termoplástico que possui propriedades físicas e mecânicas semelhantes às do PP isotático. É um material biocompatível e biodegradável, possui certa rigidez e é quebradiço, escoando facilmente durante o processamento, e com o objetivo de obter propriedades finais desejadas deste polímero, normalmente faz-se uso de aditivos durante seu processamento. Neste presente trabalho fez-se o uso de aditivos de cargas de enchimento como a argila Cloisite 20A, e um agente compatibilizante, PP-g-MA, em uma matriz polimérica PHB, formando um bionanocompósito.

Desta forma, este presente trabalho tem como principal objetivo o desenvolvimento de bionanocompósitos a partir da matriz polimérica de PHB, um agente compatibilizante PP-g-MA com de adição de argila bentonítica organofílica, cloisite 20A, por meio da técnica de intercalação por fusão, e posteriormente, focar na avaliação do comportamento da degradação hidrolítica, método *in vitro*.

2. METODOLOGIA

2.1 Materiais

- Matriz polimérica biodegradável de PHB (poli(hidroxibutirato));
- Compatibilizante polar, polipropileno grafitizado com anidrido maleico (PPg-MA);
- Argila montmorilonita organicamente modificada (Cloisite 20A);

2.2. Métodos

2.2.1 Processamentos dos bionanocompósitos

Para mistura e processamento dos materiais foi utilizada uma extrusora de laboratório monorosca com três zonas de temperaturas, da marca AX Plásticos com os objetivos de processar e por fim, granular o material processado. As temperaturas em cada zona estão representadas na Tabela 1.

Tabela 1. Temperatura de cada zona de extrusão [Autoria própria].

| | Zona 1 | Zona 2 | Zona 3 |
|------------------|--------|--------|--------|
| Temperatura (°C) | 160 | 165 | 175 |

2.2.1 Conformação dos corpos de provas

Para a conformação dos corpos de provas dos bionanocompósitos foi utilizado uma prensa termo hidráulica de modelo MH-08-MN da MH Equipamentos Ltda. As três composições foram submetidas a uma mesma condição: temperatura 175°C, pressão de prensagem de 6 toneladas, por um tempo de 2 min de prensagem.

2.2.2 Teste de Degradação Hidrolítica

Para a degradação em meio fosfato foi preparada inicialmente uma solução de NaCl dissolvendo em água destilada e deionizada. Em seguida, utilizou-se KH_2PO_4 e Na_2HPO_4 na solução de NaCl, preparada anteriormente, obtendo-se uma solução com pH = 7,4. As amostras foram acondicionadas em tubos de ensaio contendo 5 mL da solução tampão fosfato e foram mantidas em um banho termostatizado à temperatura de 37 °C. A solução tampão foi trocada semanalmente e, ao final de períodos predeterminados (15, 30 e 45 dias) foram determinados o percentual de perda de massa e de absorção hidrolíticas dos bionanocompósitos. A Tabela 2 apresenta as composições dos materiais e suas respectivas legendas.

Tabela 2. Percentual de material em cada composição [Autoria própria].

| Legenda de identificação | Composição | | |
|--------------------------|------------|-------------|---------------------------|
| | PHB (%) | PP-g-MA (%) | Argila (Cloisite 20A) (%) |
| PHB(P) | 100 | 0 | 0 |
| PHB(1) | 96,5 | 2,5 | 1 |
| PHB(3) | 94,5 | 2,5 | 3 |

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1.a apresenta o comportamento de absorção absorção hidrolítica dos materiais em estudo. Observa-se que a taxa de absorção diminuiu significativamente no período de 30 a 45 dias, possivelmente devido a parte da região amorfa que foi degradada ao mesmo tempo que ocorreu o aumento de percentual da fase cristalina no sistema, esta fase absorve menos solução. Logo, conclui-se que com a redução da fase amorfa polimérica, juntamente ao início da degradação da fase cristalina para todos os sistemas deve-se a iniciação da etapa de erosão dos filmes [4].

A Figura 1.b ilustra a variação de perda de massa dos sistemas. Observa-se uma maior redução para o bionanocompósitos PHB(3) com redução em até aproximadamente 3,36% de sua massa inicial, em seguida 1,54% para o polímero puro PHB(P), e por fim 0,71% para o bionanocompósito com 1% em carga, PHB(1).

Para o polímero puro, PHB(P), este comportamento de perda de massa deve-se a redução da fase amorfa do polímero, devido a fácil acessibilidade da solução tampão às cadeias poliméricas. Segundo Hell e colaboradores (2017) [5], esta primeira etapa de degradação é caracterizada pela penetração e difusão de água nas regiões amorfas do polímero e cisão hidrolítica das ligações ésteres das cadeias poliméricas, após essa etapa, inicia-se então o segundo estágio de degradação, no qual envolve a fase cristalina, pois com decorrer da degradação da fase amorfa simultaneamente ocorre um aumento da fase cristalina. Por fim a terceira e última fase ocorre a erosão do polímero [4].

Para os bionanocompósitos, além da redução da fase amorfa da matriz polimérica, ocorreu também o despreendimento e deposição de partículas da superfície dos corpos de provas em solução fosfato salino contendo o argilomineral (argila bentonita), evidenciando a etapa de erosão dentro de um período de 45 dias [4].

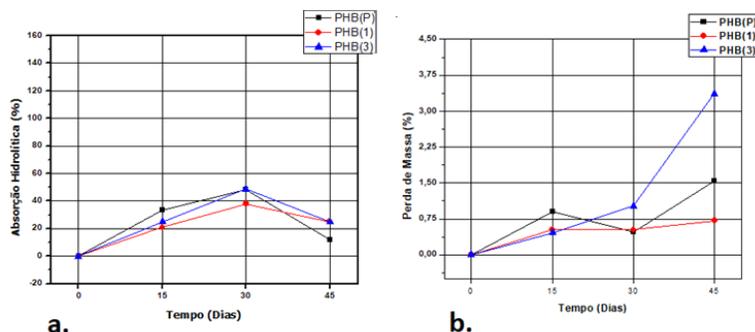


Figura 1. a: Absorção Hidrolítica; b: Perda de Massa

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

No teste de Degradação Hidrolítica, tanto o polímero puro, PHB(P), quanto os bionanocompósitos, PHB(1) e PHB(3), atingiram a etapa de erosão da fase polimérica. Por fim, a degradação por perda de massa ocorre devido a formação de grupos ésteres, provocada pelo o processo de difusão e absorção de água dentro na região amorfa do polímero.

Agradecimentos

CNPq; Programa de Iniciação Científica/PIBIC/CNPq, a Universidade Federal do Piauí (UFPI) e ao Laboratório de Polímeros e Materiais Conjugados –LAPCON-UFPI.

5. REFERÊNCIAS

1. ARRIETA, M. P. et al. Biodegradable electrospun bionanocomposite fibers based on plasticized PLA–PHB blends reinforced with cellulose nanocrystals. *Industrial Crops and Products*, v. 93, p. 290-301, 2016
2. ASTM F-1635-11 Standard Test Method for in vitro Degradation Testing of Hydrolytically Degradable Polymer Resins and Fabricated Forms for Surgical Implants;
3. MACHADO, MIRIAM LC et al. Estudo das propriedades mecânicas e térmicas do polímero poli-3-hidroxi-butirato (PHB) e de compósitos PHB/pó de madeira. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 20, n. 1, 2010;
4. AYRES, Eliane. Poliuretanos e nanocompósitos biodegradáveis derivados de dispersões aquosas projetados para aplicações biomédicas. 2006;
5. HELL, A. F.; MALMONGE, S. M. Estudo da Degradação Hidrolítica de Arcabouço Porosos de Poli(ϵ -Caprolactona)(PCL) e Poli(Hidroxi-butirato-co-Hidroxi-valerato)(PHBV). São Bernardo do Campo, SP, 2017;