



XXII CONGRESSO  
BRASILEIRO DE  
ENGENHARIA QUÍMICA  
23 a 26 de Setembro de 2018  
Hotel Maksoud Plaza  
São Paulo – SP



XVII ENCONTRO BRASILEIRO  
SOBRE O ENSINO DE  
ENGENHARIA QUÍMICA  
27 a 28 de Setembro de 2018  
USP  
São Paulo – SP

# FIBROÍNA DE SEDA COMO FIBRA DE REFORÇO EM BIOCAMPÓSITOS COM MATRIZ DE QUITOSANA

COSTA CG<sup>1</sup>, BOM LFRP<sup>1</sup>, MARTINS CR<sup>1</sup> e MORAES MA<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal de São Paulo, Instituto de Ciências Ambientais, Químicas e Farmacêuticas, Departamento de Engenharia Química  
E-mail para contato: mamoraes@unifesp.br

**RESUMO** – *Tendo como foco a utilização de biocompósitos de quitosana reforçados com fibroína para aplicações em curativos de alto desempenho, foi realizado o estudo do tamanho (1,0 cm ou 0,2 cm), da proporção de fibras (fração mássica de 20% ou 60%) e do tipo de fibras (processadas ou extraídas) nos biocompósitos. Para isso foi utilizada fibra processada do tipo Gregia, obtida diretamente da fiação de seda Bratac. No caso das fibras extraídas foi realizada a remoção da sericina dos casulos do bicho-de-seda, obtendo-se as fibras de fibroína. Uma melhor dispersão das fibras foi observada nos biocompósitos com fibras processadas. Já as fibras extraídas apresentaram um maior grau de intumescimento. Para o teste mecânico, o biocompósito que apresentou maior força na ruptura foi o com 60% de fibras processadas de tamanho 0,2 cm.*

## 1. INTRODUÇÃO

A fibroína de seda é uma proteína fibrosa produzida pelo bicho-da-seda. É possível a obtenção de até 1000 m de fibras de fibroína de um único casulo pela remoção da sericina por imersão em água fervente ou solução alcalina (Vepari e Kaplan, 2007; Plaza *et al.*, 2008). Sua utilização como fibra de reforço em biocompósitos poliméricos para aplicações biomédicas torna-se interessante devido a sua biocompatibilidade, biodegradabilidade, mínima reação inflamatória e boas propriedades mecânicas (Li *et al.*, 2002; Altman *et al.*, 2003). Já a quitosana é um produto da desacetilação da quitina, extraída da carapaça de crustáceos, de insetos e da parede celular de alguns fungos. Ela vem sendo estudada como curativo na cicatrização de ferimentos e queimaduras por sua capacidade de ativação de macrófagos, propriedade hemostática e boa permeabilidade ao oxigênio.

## 2. OBJETIVOS

O objetivo desse trabalho foi estudar o tamanho, a proporção de fibras (fração mássica) e o tipo de fibras de fibroína de seda em biocompósitos de quitosana para aplicações em curativos de alto desempenho.

## 3. METODOLOGIA

### 3.1 Preparação dos biocompósitos

Os biocompósitos foram preparados utilizando fibras processadas (FP) do tipo Gregia e fibras extraídas (FE) diretamente dos casulos do bicho-de-seda, fornecidos pela empresa Fiação de Seda Bratac. As fibras extraídas foram obtidas seguindo o método descrito no trabalho de De Moraes *et al.* (2012). Já para o preparo da matriz polimérica foi utilizada solução de quitosana 1% (m/v) em ácido acético 2% (v/v). Para se estudar o tamanho das fibras no efeito de reforço foram incorporadas na matriz, fibras extraídas ou processadas de aproximadamente 1,0 cm ou 0,2 cm e, no caso da proporção de fibras, foram inseridos 20% ou 60% em fração mássica das fibras. Foi empregado o método de *casting* e evaporação do solvente e a reticulação da matriz de quitosana foi realizada por imersão em NaOH 1 mol L<sup>-1</sup> por 24h.

### 3.2 Caracterização das matrizes poliméricas e dos biocompósitos

Antes da realização dos testes, todas as amostras foram equilibradas em umidade relativa 52% por 48 h. Para a realização dos testes mecânicos de resistência à tração, a norma ASTM D882 (ASTM, 1995) foi seguida.

O estudo do grau de intumescimento dos biocompósitos foi realizado de forma gravimétrica, pela imersão das amostras (2,0 x 1,0 cm) em 5,0 mL de solução tampão fosfatossalino (PBS) 0,01 mol L<sup>-1</sup> e registro da variação de massa. O estudo do grau de intumescimento dos diferentes tipos de fibras também foi realizado, mas pela imersão em PBS de uma mesma massa para as diferentes fibras.

A perda de massa durante exposição em PBS também foi realizada gravimetricamente, por imersão das amostras (6,0 x 1,0 cm) em 10,0 mL de PBS 0,01 mol L<sup>-1</sup> por 7 dias à 37 °C.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 1 mostra os biocompósitos de fração mássica 60% com fibra de tamanho 0,2 cm para as fibras extraídas (FE) e para as fibras processadas (FP).

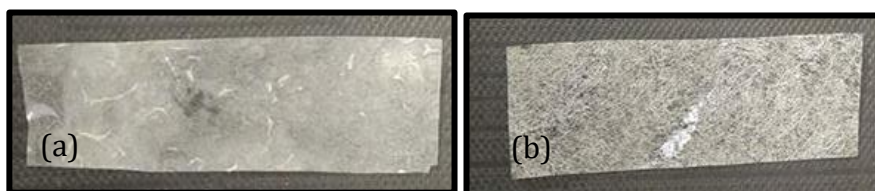


Figura 1 - Biocompósitos de fração mássica 60% de fibras de tamanho 0,2 cm do tipo: (a) extraída e (b) processada.

A Tabela 1 apresenta os resultados do teste mecânico de tração, de perda de massa e do grau de intumescimento realizados nos biocompósitos obtidos. O biocompósito de fração mássica 60% FE de tamanho 1,0 cm se mostrou muito quebradiço, dificultando o seu manuseio. Sendo assim, os testes não foram realizados com este biocompósito.

Tabela 1 – Resultados do teste de resistência à tração, de perda de massa e do grau de intumescimento

---

Biocompósitos



XXII CONGRESSO  
BRASILEIRO DE  
ENGENHARIA QUÍMICA  
23 a 26 de Setembro de 2018  
Hotel Maksoud Plaza  
São Paulo - SP



XVII ENCONTRO BRASILEIRO  
SOBRE O ENSINO DE  
ENGENHARIA QUÍMICA  
27 a 28 de Setembro de 2018  
USP  
São Paulo - SP

Fração mássica (%)	Tipo de fibra	Tamanho (cm)	Força na ruptura (N)	Grau de Intumescimento (g solução PBS/ g filme)	Perda de massa (%)
20	FP	0,2	33,27 ± 1,25	2,104 ± 0,242*	-2,412 ± 0,854
20	FP	1,0	33,67 ± 3,62	1,606 ± 0,041	-5,140 ± 0,954
60	FP	0,2	41,66 ± 6,21	2,229 ± 0,307	-4,542 ± 1,200
60	FP	1,0	29,72 ± 8,19	1,661 ± 0,135	-3,955 ± 1,367
20	FE	0,2	46,04 ± 9,02	1,438 ± 0,094*	-2,473 ± 1,063
20	FE	1,0	32,43 ± 5,11	1,565 ± 0,277	-2,506 ± 0,447
60	FE	0,2	25,96 ± 9,15	1,826 ± 0,219	-2,965 ± 0,370

\*indica diferença estatisticamente significativa ao nível de 5% de probabilidade

É possível observar pela Tabela 1 que não houve perda de massa nos biocompósitos, evidenciando a eficácia no processo de reticulação escolhido.

Em relação à resistência mecânica, o biocompósito com 60% de fibras processadas tamanho 0,2 cm e o biocompósito com 20% de fibras extraídas tamanho 0,2 cm apresentaram os melhores resultados. Assim, pode-se concluir que, independentemente do tipo de fibra, o menor tamanho das fibras resulta em maior efeito de reforço na matriz.

Foi realizado o Teste de Tukey entre os resultados obtidos para o grau de intumescimento, mostrados na Tabela 1, de biocompósitos com variação apenas no tipo de fibra. Somente para o biocompósito com 20% em fração mássica de fibras de tamanho 0,2 cm a influência do tipo de fibra foi estatisticamente significativa (ao nível de 5% de probabilidade). A Tabela 2 mostra os resultados obtidos para o grau de intumescimento dos diferentes tipos de fibras.

Tabela 2 – Resultados do grau de intumescimento para as diferentes fibras

Tipo de fibra	Grau de Intumescimento (g solução PBS/g fibras)
Processada	6,428 ± 0,263
Extraída	12,149 ± 0,459

Nota-se, pela Tabela 2, que as fibras extraídas possuem um maior grau de intumescimento quando comparadas às fibras processadas, se mostrando mais hidrofílicas. Além disso, as fibras extraídas se embarçam mais facilmente e, quando incorporadas na matriz polimérica, se aglomeram, resultando em uma dispersão não uniforme das fibras nos



XXII CONGRESSO  
BRASILEIRO DE  
ENGENHARIA QUÍMICA  
23 a 26 de Setembro de 2018  
Hotel Maksoud Plaza  
São Paulo – SP



XVII ENCONTRO BRASILEIRO  
SOBRE O ENSINO DE  
ENGENHARIA QUÍMICA  
27 a 28 de Setembro de 2018  
USP  
São Paulo – SP

biocompósitos, que pode ser observada na Figura 1(a). Também, por absorver muita solução entre os fios, a uniformidade do biocompósito diminui. Isso impacta diretamente no reforço causado pelas fibras fazendo com que os biocompósitos com maiores frações mássicas e com tamanhos maiores de fibras sejam os menos resistentes, como é mostrado na Tabela 1. Já as fibras processadas ficam uniformemente dispersas na solução de quitosana, não apresentando aglomerações, como pode ser observado na Figura 1(b). Esta diferença entre as fibras estudadas pode estar relacionada ao processamento do fio Gregia na indústria, que utiliza banho com água e amaciante, alterando as propriedades de superfície e a hidrofiliabilidade das fibras.

## 5. CONCLUSÕES

Ao se estudar os diferentes biocompósitos preparados, foi possível perceber que a reticulação escolhida com NaOH foi eficiente visto que nenhum dos biocompósitos apresentou perda de massa. Já com relação ao grau de intumescimento, as fibras extraídas apresentaram uma maior absorção de solução PBS do que as fibras processadas. Sendo assim, por serem mais hidrofílicas e se embaraçarem mais facilmente, as fibras extraídas se aglomeram quando inseridas na matriz polimérica e absorvem uma grande quantidade de solução, resultando em biocompósitos menos resistentes com o aumento da fração mássica das fibras. Já o processamento dos fios Gregia na indústria altera as propriedades de superfície dos fios, melhorando a dispersão das fibras processadas na matriz e resultando em biocompósitos mais resistentes com o aumento da fração mássica de fibras.

## 6. AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro (CNPq – Universal, Processo 408312/2016-5) e concessão de bolsa PIBIC, e à Empresa Fiação de Seda Bratac pela doação dos casulos do bicho-da-seda e das fibras processadas do tipo Gregia.

## 7. REFERÊNCIAS

- ALTMAN GH, et al., Silk-based biomaterials. *Biomaterials*, v. 24, n. 3, p. 401-416, Feb 2003. ISSN 0142-9612.
- ASTM D 822. *Tensile properties of thin plastic sheeting*. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1995.
- DE MORAES MA et al., Silk Fibroin: A Promising Biomaterial. *Advanced Materials Research*, v. 409, p. 99-104, 2012.
- LI MZ, et al., Structure and properties of silk fibroin-poly (vinyl alcohol) gel. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 30, n. 2, p. 89-94, Apr 2002. ISSN 0141-8130.
- PLAZA GR, et al., Effect of water on Bombyx mori regenerated silk fibers and its application in modifying their mechanical properties. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 109, n. 3, p. 1793-1801, Aug 2008. ISSN 0021-8995.
- VEPARI C, KAPLAN DL, Silk as biomaterial. *Progress in Polymer Science*, v. 32, n. 8-9, p. 991-1007, Aug-Sep 2007. ISSN 0079-6700.