

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES DE QUITOSANA/ $ZnAl_2O_4$

P. M. A. G. Araújo¹; P. T. A. Santos¹; P. A. Rodrigues¹, A. C. F. M. Costa¹; E. M. Araújo¹

¹Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande (UFCG). Rua Aprígio Veloso, 882, Campina Grande – 58429-140.

RESUMO

Filmes de quitosana vêm sendo explorado para aplicação biomédica, visto, a quitosana ser, pouco tóxica, abundante na natureza, apresentar afinidade de cargas durante a dispersão e elevada resistência mecânica. Por outro lado, o $ZnAl_2O_4$ possui gap de energia de aproximadamente 3,8 eV o que, o torna útil para aplicação como dispositivo fotoelétrico ultravioleta. Portanto, este trabalho tem como objetivo preparar filmes de quitosana/ $ZnAl_2O_4$ nas proporções de 5:1; 5:2; 5:3; e 5:4 e avaliar suas características estruturais, morfológicas e térmicas. Para este fim, inicialmente as nanopartículas de $ZnAl_2O_4$ (NPs) foi desaglomerada e peneirada em malha 325 e, adicionada a quitosana diluída em ácido acético a 1%, sendo secas a 60°C. Após secagem, solução de hidróxido de sódio 1M foi adicionada para se obter um filme com pH neutro. Os filmes foram caracterizados por DRX, MEV e TG. Para todas as proporções avaliadas verificou-se a presença das fases $ZnAl_2O_4$ e quitosana. Mediante as micrografias, observou-se que houve formação de aglomerados de NPs do $ZnAl_2O_4$ tanto na superfície dos filmes, quanto encapsulado na quitosana. De todas as amostras avaliadas a proporção 5:4 foi a que apresentou maior uniformidade tanto em relação às nanopartículas da superfície do filme na matriz quitosana. As curvas TG/DTA do filme quitosana/ $ZnAl_2O_4$ para todas as amostras mostraram que, para as concentrações de 5:1 e 5:3 ocorreram três perdas de massa enquanto que para as concentrações de 5:2 e 5:4 ocorreram apenas dois estágios de decomposição.

Palavras-Chaves: quitosana, $ZnAl_2O_4$, filmes.

INTRODUÇÃO

Os filmes biodegradáveis compõem parte importante do cenário de pesquisa nacional e internacional, com trabalhos importantes quanto à caracterização, formulação e aplicação destes materiais⁽¹⁾. Recentemente, estudos envolvendo diversas matrizes para a formação de filmes biocompatíveis e biodegradáveis têm sido realizados visando diferentes aplicações na área de biomateriais e biomédica, a saber: o poli (álcool vinílico) (PVA)⁽²⁾; poli etileno glicol (PEG)⁽³⁾. e o ácido (poli glutâmico) (PGA)⁽⁴⁾.

Por outro lado, poliésteres sintéticos biodegradáveis tais como: ácido (poli láctico) (PLA), ácido (poli glicólico) (PGA) e seus copolímeros ácido (poli láctico-co-glicólico) (PLGA), apresentam um histórico com inúmeras aplicações clínicas sendo uma das matrizes de maior potencial usada como material de construção para engenharia de tecidos⁽⁵⁾.

Contudo, outros polímeros biodegradáveis têm sido explorados para fins de engenharia de tecidos. Estes incluem polímeros sintéticos, tais como como poli (caprolactona), ácido (poli láctico-co-glicólico), poli (etileno glicol), poli (álcool vinílico) e polímeros naturais, como o alginato, colágeno, gelatina, quitina, a quitosana etc⁽⁶⁾.

Entre todos estes biopolímeros a quitosana tem sido amplamente empregada para aplicações biomédicas^(6,7), tais como, aplicações farmacêuticas e biomédicas em hemodiálise, pele artificial, curativos, sistemas de entrega de drogas⁽⁸⁾ entre outros. Assim, este biopolímero é vastamente empregado devido à facilidade de transformação em hidrogéis, esponjas, membranas, nanofibras, micro/nanopartículas⁽⁹⁾. A quitosana também apresenta capacidade filmogênica⁽¹⁰⁾.

Nesse contexto, filmes finos de quitosana têm sido há algum tempo objeto de estudo e de avaliações práticas nos quais a ausência ou não de poros e suas dimensões tornam-se fundamentais para a definição de aplicações⁽¹¹⁾. Assim, estes filmes têm sido avaliados como potenciais materiais para uso em revestimentos comestíveis de frutos e hortaliças, para a formação de cartilagens e tecidos artificiais e como membranas de separação ou de complexação de íons de metais tóxicos em meio aquoso entre outros⁽¹²⁾.

Filmes de quitosana são amplamente investigados para diversas aplicações visto que, estes filmes são biodegradáveis, biocompatíveis, flexíveis, duráveis, forte, duro e difícil de quebrar, tem valores moderados de permeabilidade à água e oxigênio e também inibe o crescimento microbiano⁽¹³⁾.

Entretanto, filmes de quitosana têm aplicações limitadas devido à solubilidade em água a pH <5, a qual é superada através de uma mistura com outros polissacarídeos. Assim, modificações hidrofóbicas na quitosana e na formação de nanopartículas por autoagregação em solução aquosa são

necessárias, com a finalidade de introduzir grupos hidrofóbicos na quitosana e assim obter-se um polímero anfifílico⁽¹⁴⁾.

Assim, o desenvolvimento de filmes de quitosana com cargas de $ZnAl_2O_4$ dá-se da necessidade de alcançar propriedades específicas em um determinado material que não podem ser encontradas no material individual dos seus componentes como, por exemplo, nos materiais de matrizes cerâmicas ou poliméricas.

O aluminato de zinco ($ZnAl_2O_4$) é um óxido ternário com estrutura típica do espinélio normal, cujos íons de Zn ocupam 8 posições de coordenação tetraédrica e os íons de Al ocupam 16 posições de coordenação octaédrica da rede espinélio⁽¹⁵⁾. Este óxido possui uma descontinuidade de energia (*banda gap*) de aproximadamente 3,8 eV. Além disso, o aluminato de zinco destaca-se por sua ótima cristalinidade e transparência para a luz com comprimento de onda superior a 320 nm⁽¹⁶⁾.

Assim sendo, outras propriedades a exemplo da alta estabilidade química e estabilidade mecânica tornam o aluminato de zinco adequado para uma variedade de aplicações, tais como: dispositivo fotoeletrônico⁽¹⁸⁾ que opera na região ultravioleta, e catalisadores em indústrias químicas e petroquímicas^(16,17).

Devido estas interessantes aplicações do $ZnAl_2O_4$, este material tem se mostrado promissor e atrativo para desenvolvimento de filmes visando seu uso como sensores biológicos. Para tanto, é necessário que as partículas do $ZnAl_2O_4$ estejam modificadas sua superfície e funcionalizadas com um polímero biocompatível⁽¹⁹⁾. Entre os materiais testados os agentes silanos tem sido adequados para modificação da superfície das partículas e a quitosana tem sido bastante promissora possibilitando emissão e rendimento quântico de 59% em relação às NPLs de $ZnAl_{1,9}Eu_{0,1}O_4$ sem modificação de superfície e não funcionalizadas com a quitosana, respectivamente, quando excitado na faixa de 370 a 720 nm, para o cálculo da emissão e do espectro de emissão o comprimento de onda compreende a uma faixa de 250 a 350 nm⁽²⁰⁾.

Neste contexto, este trabalho visa a preparação e caracterização de filmes quitosana/ $ZnAl_2O_4$ a partir das nanopartículas de $ZnAl_2O_4$ com o polissacarídeo natural quitosana.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais

- O ZnAl_2O_4 (NPs) foi recebido como sintetizado no Laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos (LabSMaC). As NPs foram desaglomeradas em almofariz e passadas em peneira malha #325 (abertura de 44 μm).
- Quitosana na forma de pó, com grau de desacetilação 98,15%, foi adquirida da empresa Polymar Indústria, Comércio, Importação e Exportação Ltda.

Preparação dos Filmes

Para obtenção dos filmes de quitosana/ ZnAl_2O_4 utilizou-se o método de evaporação de solvente. Para tanto, inicialmente, a quitosana foi dissolvida em uma solução de ácido acético (1% v/v), para uma concentração final da solução polimérica 1% (m/v), sob agitação magnética por um período de 24 horas. Posteriormente, as NPs de ZnAl_2O_4 foram adicionadas a quitosana nas concentrações de Qs:NPs de: 5:1, 5:2, 5:3, e 5:4 formando uma solução em cada concentração avaliada.

A solução líquida de cada concentração da mistura Qs:NPs foi novamente submetida à agitação magnética por um período de 24 horas e em seguida vertida em placas de Petri com diâmetro de 11 cm, de modo a ocupar um volume final de 30 mL na placa de Petri, sendo, posteriormente secas em estufa a uma temperatura constante de 50°C, por um período de 24 horas para evaporação completa do solvente e obtenção dos filmes.

Uma solução de hidróxido de sódio 1 M foi adicionada aos filmes, ainda dentro das placas de Petri, por um período de 2 horas, para completa remoção de resíduos ácidos. Após a reação alcalina, os filmes foram imersos em água destilada para eliminação do excesso de base por um período de 24 horas. Em seguida, os filmes foram submetidos a estiramento e secagem em moldes plásticos circulares, a temperatura controlada de 25°C, por 24 horas. Posteriormente, os filmes foram cortados e submetidos para análise.

Caracterização dos Filmes

Os filmes obtidos foram analisados quanto à estrutura por difração de raios X. A partir dos dados de difração pode-se fazer a identificação das fases, cálculo do tamanho de cristalito, e cristalinidade. O equipamento utilizado foi o LAB X-Ray Diffractometer 6000 da Shimadzu, com radiação monocromática de cobre. A varredura realizada compreendeu uma região de 5 a 75° 2 θ , usando uma velocidade de 2°. min⁻¹ e radiação CuK α ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) gerada aplicando-se voltagem e corrente de 35 kV e 15 mA, respectivamente.

A morfologia dos filmes foi analisada por microscopia eletrônica de varredura no equipamento SSX 550 Superscan – Shimadzu. Os filmes foram recobertos com ouro usando um sputtering” – Metalizador Shimadzu –IC-50, com corrente de 4 mA por um período de 3 minutos, com o objetivo de evitar o acúmulo de carga negativa.

Para análise termogravimétrica (TG) e análise térmica diferencial (DTA) dos filmes utilizou-se uma termobalança, modelo SHIMADZU TGA-60, em atmosfera de nitrogênio com cadinho de alumina, fluxo de 50 mL.min⁻¹ e taxa de aquecimento 15°C.min⁻¹, numa faixa de temperatura que varia da ambiente até 800°C.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Difratometria de raios X

Tendo em vista a necessidade de identificar as amostras de filme quitosana/ZnAl₂O₄, bem como, suas respectivas concentrações, as amostras foram nomeadamente discriminadas por: (5:1); (5:2); (5:3) e (5:4). Na Figura 1 encontra-se ilustrado os difratogramas de raios X dos filmes Qs:NPs. Mediante os resultados obtidos pode-se observar que para todas as proporções avaliadas, observou-se picos característicos da quitosana, identificada pela ficha cristalográfica 40-1518 picos característicos do ZnAl₂O₄ identificado de acordo com a ficha JCPDS 05-0669, e picos correspondentes a fase secundária ZnO identificado de acordo com a ficha JCPDS 77-2414.

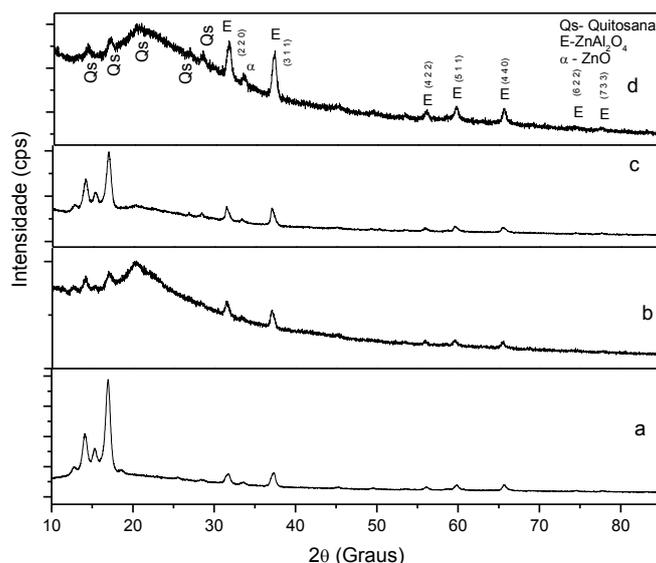


Figura 1– Difratoograma de raios X para os filmes de Qs:NPs:(a) 5:1, (b) 5:2, (c) 5:3 e (d) 5:4.

Ainda, mediante os difratograma de raios X vemos que, para todas as concentrações de Qs:NPs utilizadas para obtenção dos filmes os picos de difração da quitosana ocorreram aproximadamente entre 10° e 20° , onde a falta de ordenamento cristalino a longas distâncias interatômicas gerou uma estrutura aleatória observada com base no difratograma e que condiz com a ficha cristalográfica 40-1518.

Fraga et al, 2006 ⁽²¹⁾ atribuíram tal comportamento a base polimérica da quitosana seguida pelas ligações N-glicosídicas que ligam os monômeros. Por outro lado, Fidèles, 2010 ⁽²²⁾ conferiu a presença de picos largos entre aproximadamente $2\theta = 10^\circ$ e $2\theta = 20^\circ$ como sendo típico de polímeros semicristalinos. Antagonicamente, o caráter amorfo da estrutura da quitosana é explicado pelas ligações amino terminais da estrutura da quitosana. Visto que, as pontes de hidrogênio que atuam como ligações secundárias influenciam para a mudança do ângulo de ligação entre suas moléculas.

Através das curvas de difração observam-se mudanças quanto à característica estrutural do material. Onde, a introdução de proporções fixas de quitosana em relação a um aumento gradual nas proporções de NPs, resultou em picos maiores e mais estreitos concernentes as NPs de ZnAl₂O₄, visto de forma crescente do difratograma (a) até o (d). Já em relação aos picos de quitosana observa-se que, na medida em que são adicionadas as cargas de

ZnAl₂O₄ ocorre uma difusão do polímero quitosana na estrutura do aluminato de zinco, confirmado pelo deslocamento dos picos da quitosana, pelo seu alargamento e diminuição de intensidade.

Uma exceção a este comportamento é o difratograma (c) que apresenta picos mais estreitos e intensos em relação aos difratogramas (b) e (d) fato este que, pode ter ocorrido devido a maior uniformidade na distribuição das partículas embutidas dentro da matriz quitosana, assim como, a localização do corte do filme para as caracterizações também podem ter influenciado visto que, em alguns casos houve formação de aglomerados e falta de uma distribuição homogênea das NPs.

A Figura 2 ilustra as micrografias para os filmes de quitosana/ZnAl₂O₄ nas concentrações de 5:1; 5:2; 5:3 e 5 :4. Mediante as micrografias observa-se que, na concentração 5:1 houve deposição de aglomerados de NPs presentes, sobretudo na superfície do filme (Figura 2a). Tal comportamento dá-se possivelmente em virtude do processo de agitação, bem como, da forma como a solução de Qs:NPs foram vertidas nas placas de Petri.

Para o filme na concentração de 5:2 (Figura 2b), observa-se uma melhor dispersão das NPs na quitosana, verificando-se que as NPs estão encapsuladas na matriz quitosana e algumas NPs parcialmente depositadas na superfície do filme. Para as concentrações de 5:3 e 5:4 (Figura 2c e 2d), observa-se a mesma característica do filme 5:2, porém verifica-se uma maior concentração das NPs encapsuladas na matriz polimérica.

Mediante a Figura 3, observa-se a curva TG/DTA dos filmes Qs:NPs nas concentrações de 5:1; 5:2; 5:3 e 5 :4. Por meio da curva TG/DTA para o filme com concentração 5:1, observa-se três estágios de decomposição. O primeiro estágio corresponde à faixa de temperatura entre aproximadamente 25°C a 248°C, correspondendo a uma perda de massa equivalente a 0,624 mg ou 15,6%. O segundo estágio ocorre entre 248°C até 465°C, correspondendo a uma perda de massa de 1,352 mg o que equivale a 33,7% e o terceiro estágio corresponde à faixa de temperatura de 465°C a 580,53°C, com perda de massa de 1,226 mg o que equivale a 30,6%. Após 580,53°C percebe-se um patamar de estabilidade térmica. A perda de massa total foi de 3,254 mg ou 81,3%.

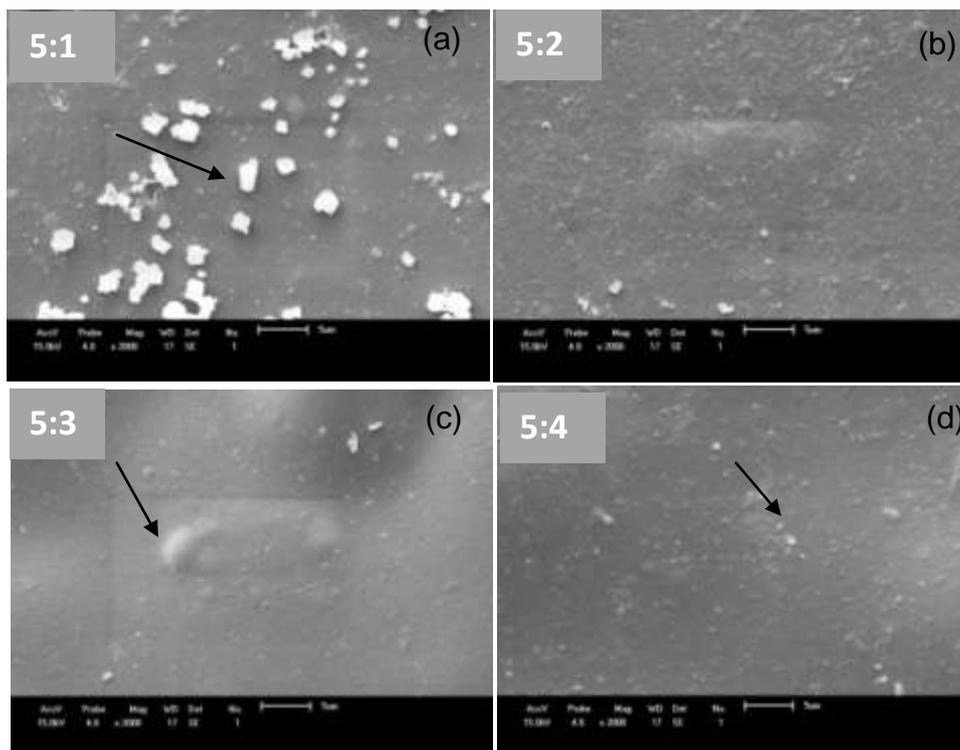


Figura 2: Aspectos morfológicos dos filmes de quitosana/ $ZnAl_2O_4$ nas concentrações de 5:1 (a); 5:2 (b); 5:3 (c) e 5:4 (d).

Para o filme 5:2, observa-se dois eventos. O primeiro ocorre na faixa de temperatura entre 25°C até 235,70°C compreendendo a uma perda de massa de 0,564 mg ou 13,91% e o segundo evento ocorre numa faixa de temperatura entre 235,70°C até 727,17°C, resultando em uma perda de 3,202 mg ou 78,7%. Após a temperatura de 727,17°C existe um patamar de estabilidade térmica.

A curva TG/DTA apresenta três estágios de degradação para o filme 5:3, o primeiro pode ser observado entre 25°C até 146,5°C com perda de massa de 0,493 mg o que equivale a 11,9%. A segunda perda ocorre numa faixa de temperatura de 146,5°C até 253,09°C, com uma degradação de 0,082 mg ou 1,9%. A terceira perda ocorre entre as temperaturas de 253,09°C a 800°C, com perda de massa de 2,502 mg ou 60,9%. A perda de massa total foi de 3,076 mg ou 74,842%.

Para o filme 5:4, observa-se duas perdas de massa. A primeira ocorre numa faixa de temperatura entre 25°C até 222,33°C, com perda de massa de 0,393 mg ou 9,5% e o segundo evento ocorre entre 222,33°C até 557,9°C, o que resulta numa perda de 2,321 mg ou 56,1%. Após a temperatura de 557,92°C ocorre um patamar de estabilidade.

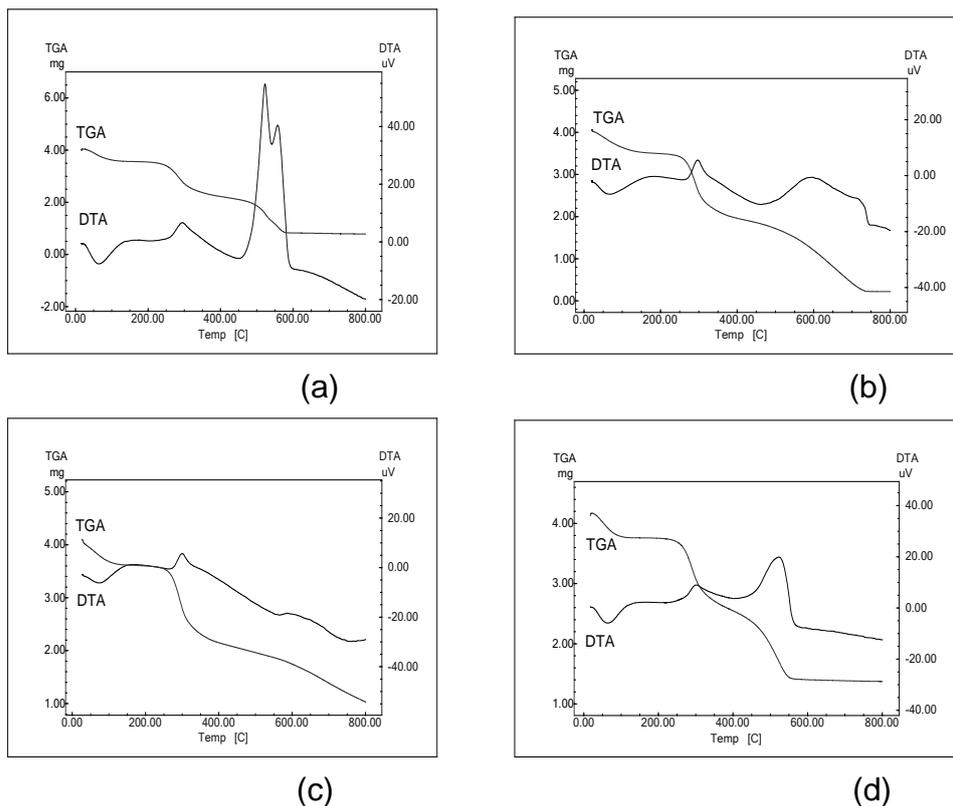


Figura 3: Curva TG/DTA do filme de Qs:NPs nas concentrações de 5:1; 5:2; 5:3 e 5 :4.

A primeira perda de massa (1º estágio) do filme de quitosana/ $ZnAl_2O_4$ para todas as concentrações é associada à perda de água associada à sua volatilização livre. Segundo Oliveira, 2007 ⁽²⁴⁾ a segunda perda de massa (2º estágio) é atribuída à despolimerização e decomposição de unidades acetiladas e desacetiladas do polímero. De acordo com Chaves, 2009 ⁽²³⁾ a perda de massa observada no terceiro estágio que ocorre em temperaturas maiores que 400 °C é atribuída a degradações correspondentes aos resíduos finais do polímero formados durante a segunda etapa.

CONCLUSÃO

A técnica utilizada possibilitou a obtenção de filmes quitosana/ $ZnAl_2O_4$ com flexibilidade e boa dispersão das NPs inorgânicas $ZnAl_2O_4$ na matriz quitosana. Para todos os filmes foi identificado a presença da quitosana e picos característicos do $ZnAl_2O_4$. Todos os filmes obtidos apresentaram uma morfologia constituída por aglomerados de $ZnAl_2O_4$ distribuídos de forma uniforme encapsulados na matriz quitosana, e também dispersos na superfície do filme. Os resultados de TG evidenciaram que os filmes de Qs:NPs nas

concentrações de 5:1; 5:2; 5:3 e 5 :4 apresentam uma significativa estabilidade, especialmente a altas temperaturas (>500°C), onde a estabilidade aumenta sistematicamente com o aumento do teor de carga de ZnAl₂O₄.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio financeiro dos órgãos de fomento, MCT/CNPQ, CAPES/Rede Nanobiotec-Brasil; Inct-INAMI e PROCAD/NF-CAPES.

REFERÊNCIAS

- (1) FARIA. F. O.; VERCELHEZE. A. E. S.; MALI. S. Propriedades físicas de filmes biodegradáveis à base de amido de mandioca, álcool polivinílico e montmorilonita. **Quimica Nova**, v. 35, n. 3, p.487-492, 2012
- (2) HUANG. S.; CEN. XI.; ZHU.H.; YANG. Z; YANG.Y; TJIU. W. W.; LIU. T. Facile preparation of poly(vinyl alcohol) nanocomposites with pristine layered double hydroxides. **Materials Chemistry and Physics**, v. 130, p 890– 896, 2011.
- (3) ZHU. B.; EURELL. T.; GUNAWAN.R.; LECKBAND. D. Chain-length dependence of the protein and cell resistance of oligo (ethylene glycol) terminated self-assembled monolayers on gold. **Journal of Biomedical Materials Research Part A**, v. 56, n. 3, p. 406-416, 2001.
- (4) BAJAJ.I.; SINGHAL R. Poly (glutamic acid) –Anemerging biopolymer of commercial interest. **Bioresource Technology**, v.102, n.10, p.5551-5561, 2011
- (5) ZHANG. P., HONG Z., YU T., CHEN X., JING X. In vivo mineralization and osteogenesis of nanocomposite scaffold of poly(lactide-co-glycolide) and hydroxyapatite surface-grafted with poly(l-lactide). **Biomaterials**, v.30, n.1, p.58-70, 2009.
- (6) PETER. M.; BINULAL. N.S.; SOUMYA. S.; NAIR. S. V.; FURUIKE. T.; TAMURA. H.;JAYAKUMAR. R. Nanocomposite scaffolds of bioactive glass ceramic nanoparticles disseminated chitosan matrix for tissue engineering applications **Carbohydrate Polymers**, v.79, n.2, p. 284-289, 2010.
- (7) AIDER. M. Chitosan application for active bio-based films production and potential in the food industry: Review. **LWT- Food Science and Technology**, v. 43, n.6, p.837-842, 2010.
- (8) SAGNELLA. S., MAI-NGAM K.Chitosan based surfactant polymers designed to improve blood compatibility on biomaterials. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v.42, n.2, p.147-155, 2005.
- (9) JAYAKUMAR. R.; PRABAHARAN. M.; KUMAR. S. P.T.; NAIR S.V , TAMURA H.; Biomaterials based on chitin and chitosan in wound dressing applications **Biotechnology Advances**, v. 29, n.3, p 322-337, 2011b

(10) PARK.S.I.; MARSH. K. S.; DAWSON. P. Application of chitosan-incorporated LDPE film to sliced fresh red meats for shelf life extension. **Meat Science**, v.85 p.493–499, 2010.

(11) ASSIS. O. B. G; SILVA. V.L. Filmes de Quitosana Processados em diversas concentrações. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.13, n.4, p.223-228, 2003.

(12) ASSIS. O. B. G. Alteração do caráter hidrofílico de filmes de quitosana por tratamento de plasma de HMDS. **Química Nova**, v.33 n.3, 2010

(13) MARTINEZ-CAMACHO A.P.;CORTEZ-ROCHA. M. O.; EZQUERRA-BRAUER.J. M.; GRACIANO-VERDUGO. A. Z.; RODRIGUEZ-FELIX. F.; CASTILLO-ORTEGA. M. M.; YEPIZ-GOMEZ. M. S.; PLASCENCIA-JATOMEA M. Chitosan composite films: Thermal, structural, mechanical and antifungal properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 82, n. 2, p. 305-315, 2010

(14) NIDHIN. M.; SREERAM. K. J.; NAIR. B. U. Polysaccharide films as templates in the synthesis of hematite nanostructures with special properties. **Applied Surface Science**, v. 258, p. 5179– 5184, 2012.

(15) SILVA. J. F.; COSTA. A. C. F. M.; BARROS. B. S.; GAMA. L; KIMINAMI. R. H. G. A; ALVES-JR. S. Síntese de $ZnAl_2O_4: Yb: Er$ por reação de combustão. **Cerâmica**, v.52, n. 323, p.123-127, 2006.

(16) COSTA, A. C. F. M.; LULA. R. P.; VIEIRA. T.; ANDRADE. D. A.; SOUSA. H. M. C. Ednaldo C, GAMA. L da. Preparação do suporte $znAl_2O_4$ via reação de combustão e sua caracterização. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos-REMAP**. v.1-2, p. 37 - 45, 2006.

(17) VIANA. K. de M. S.; DANTAS. B. B.; NOGUEIRA. N. A. S.; SASAKI J. M., FREITAS, NORMANDA LINO de, KIMINAMI. R. H. G. A.; COSTA, A. C. F. M. Influence of fuel in the synthesis of $ZnAl_2O_4$ catalytic. **Materials Science Forum**. v. 660-61, p. 52 - 57, 2010.

(18) CHEN. X.Y.;M. C.; BAO S. P.; Li. Z. S ynthesis and photoluminescence of $ZnAl_2O_4:Eu^{3+}$ hollow nanophosphors using carbon nanospheres as hard templates. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 346, n. 1, p. 8-11, 2010.

(19) FURTADO. C. M.; ARAÚJO. P. M. A. G. de; SANTOS. P. T. A. dos.; COSTA. A. C F. M. Synthesis and characterization nanoparticles $ZnAl_{1.94}(Yb:Er)_{0.06}O_4$ functionalized with chitosan. Submitted to **Journal Materials Science Forum**, 2011.

(20) SANTOS. P. T. A. dos. **Novos Materiais Híbridos a Base de $ZnAl_2O_4$ Dopados com Európio**. 111f. 2011. Tese (Doutorado) - Engenharia de Processos, Universidade Federal de Campina Grande.

(21) FRAGA, A. F.; MARTINS, F. B.; RIGO, E.C.S; BOSCHI, A.O. Ensaio de membranas de quitosana recobertas com hidroxiapatita: efeito da adição de hidróxido de sódio. Anais. 17º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. p. 2715-2725, 2006.

(22) FIDÉLES. T. B. **Filmes reticulados de quitosana para aplicação como biomaterial.** 2010. 92f. Dissertação (Mestrado) - Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande.

(23) CHAVES. J. A. P. **Adsorção de Corantes Têxteis Sobre Quitosana: Condições, Modelagem e Otimização.** 120f. 2009. Tese (Doutorado) – Centro de Ciências Exatas e da Natureza, UFPB/CCEN, João Pessoa.

(24) OLIVEIRA. R. S. de. **Estudo do comportamento térmico e da luminescência de filmes de quitosana com íons Eu^{+3} e Tb^{+3} .** 2007. 102f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF QUITOSANA/ ZnAl_2O_4 FILMS

ABSTRACT

Chitosan films have been explored for biomedical application, as the chitosan to be, low toxicity, abundant in nature, show affinity for dispersion loads and high mechanical strength. On the other hand, ZnAl_2O_4 has energy gap of approximately 3.8 eV, which makes it useful for use as photoelectric device ultraviolet. Thus, this work has as objective to prepare films of quitosana/ ZnAl_2O_4 in proportions of 5:1, 5:2, 5:3, 5:4 and evaluate the structurals, morphologicals and thermals characterisitics. To this end, ZnAl_2O_4 first nanoparticles (NPs) was desagglomerate and 325 mesh sieve and added to chitosan diluted in 1% acetic acid, and dried at 60°C. After drying, a solution of 1M sodium hydroxide was added to obtain a film with neutral pH. The films were characterized by XRD, SEM and TG. For all proportions evaluated it was verified the presence of ZnAl_2O_4 and chitosan phases. By micrographs, it was observed that there was formation of agglomerates of ZnAl_2O_4 NPs both on the surface of the films, the encapsulated in chitosan. In all samples the ratio 5:4 showed the greatest consistency both in relation to the film surface of the nanoparticles in the chitosan matrix. TG/DTA curves of quitosana/ ZnAl_2O_4 film for all the samples showed that for the concentration of 5:1 to 5:3 occurred three mass loss while for concentration of 5:2 to 5:4 were only two stages decomposition.

Keywords: chitosan, ZnAl_2O_4 , films.