

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE BIOFILME DE QUITOSANA ASSOCIADO COM EXTRATO DE *Cinnamomum zeylanicum*¹

*SYNTHESIS AND PHYSICO-CHEMICAL CHARACTERIZATION OF CHITOSAN BIOFILM ASSOCIATED WITH *Cinnamomum zeylanicum* EXTRACT.*

Leandro Josuel da Costa Santos², Sérgio Marcelo Coelho Lustosa³,
Vicente Galber Freitas Viana⁴, Haroldo Reis Alves de Macêdo⁵ e
Marina de Oliveira Cardoso Macêdo⁶

RESUMO

A quitosana é um biopolímero produzido pela desacetilação da quitina e tem sido bastante investigada por apresentar biocompatibilidade e efeito curativo. Esses efeitos podem ser melhorados por meio da associação com outros materiais potencializando seu uso tópico. Nesse contexto, o objetivo deste estudo foi realizar a síntese de biofilmes de quitosana (BQ) associados com extrato aquoso de *Cinnamomum zeylanicum* (BQC), afim de caracterizar físico-quimicamente o material. Os biofilmes foram preparados em concentrações de 5%, 10% e 15% do extrato aquoso, seguidos da avaliação por Termogravimetria (TGA), Grau de intumescimento, Ângulo de contato, Tensão superficial, Condutividade elétrica, pH e microscópica óptica. A termogravimetria dos biofilmes de quitosana mostraram maior estabilidade térmica dos mesmos quando estavam associados com extrato de *Cinnamomum zeylanicum*. O ângulo de contato e tensão superficial apesar de revelar redução da componente polar mostraram maior efeito na sua dispersiva. Na avaliação do pH verificou-se maior alcalinidade das soluções testadas quando os filmes associados com extrato foram submersos em água e fluido corporal simulado (FCS). Por fim, na análise de condutividade, os biofilmes avaliados em FCS mostraram maiores cargas.

Palavras-chave: Biomateriais, Canela, Compósito, Polímero.

ABSTRACT

*Chitosan is a biopolymer produced by chitin deacetylation and has been widely investigated for its biocompatibility and curative effect. These effects can be improved through the association with other materials enhancing their topical use. In this context, the objective of this study was to perform the synthesis of biofilms based on chitosan (BQ) associated with aqueous extract of *Cinnamomum zeylanicum* (BQC), in order to characterize physico-chemically the material. The biofilms were prepared at concentrations of 5%, 10% and 15% of the aqueous extract, followed by evaluation by Thermogravimetry (TGA), Degree of swelling, Contact angle, Surface tension, Electrical conductivity, pH and optic microscopy. Thermogravimetry of chitosan biofilms showed higher thermal stability when they were associated with *Cinnamomum zeylanicum* extract. The contact angle and surface tension despite revealing reduction of the polar component showed greater*

1 Parte da Dissertação de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais (PPGEM).

2 Doutorando do Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas - Universidade Federal do Piauí - UFPI. E-mail: leandrosantos.educ@gmail.com

3 Doutorando do Programa de doutorado em Biotecnologia - Universidade Federal do Piauí - UFPI e Professor de química da Universidade Estadual do Piauí - UESPI. E-mail: sergiomlustosa@gmail.com

4 Professor do curso de Química do Instituto Federal de Ciência e Tecnologia do Piauí - IFPI. E-mail: galber@ifpi.edu.br

5 Professor do curso de Física do Instituto Federal de Ciência e Tecnologia do Piauí - IFPI. E-mail: haroldoram@ifpi.edu.br

6 Orientadora - PPGEM/Instituto Federal de Ciência e Tecnologia do Piauí - IFPI - E-mail: marinaocmacedo@gmail.com

effect on its dispersive. In the evaluation of pH it was verified higher alkalinity of the solutions tested when the films associated with extract were submerged in water and simulated body fluid (SBF). Finally, in the conductivity analysis, the biofilms evaluated in SBF showed higher loads.

Keywords: Biomaterials, Cinnamon, Composite, Polymer.

INTRODUÇÃO

O uso de polímeros naturais para o desenvolvimento de biomateriais tem se intensificado, visto o crescente número de publicações existentes. Extraída da quitina de crustáceos, insetos, moluscos ou da parede celular de fungos, por meio do processo de desacetilação (ROLIM *et al.*, 2018), a quitosana é um biopolímero que se destaca por ser um dos materiais orgânicos naturais renováveis mais abundantes da natureza, sendo de grande interesse na área de biomateriais (CHEUNG *et al.*, 2015).

Diversas são as aplicações da quitosana, que vão desde agricultura, indústria farmacêutica, indústria de alimentos, engenharia de tecidos a tratamento de afluentes (DA COSTA; OLIVEIRA; SILVA, 2022. SEVERO; FOOK e LEITE, 2022. LIMA; BONILLA; DE LUCENA, 2022. NASCIMENTO *et al.*, 2022. BERNARDI, 2022. MACÊDO; DE MACÊDO; ARAUJO, 2022). Dentre essas aplicações, a engenharia de tecidos é destaque, devido às propriedades de biocompatibilidade, biodegradabilidade, baixa toxicidade; além de poder ser usada na forma de géis, películas, membranas e dispositivos implantáveis, para uso como curativos com potencial de melhorar processos de cicatrização (CHÁVEZ-MAGDALENO *et al.*, 2020; PEREIRA *et al.*, 2021).

Compósitos poliméricos sintetizados da associação de quitosana com outros biomateriais têm apresentado em muitos casos melhor desempenho nas propriedades mecânicas, físico-químicas e biológicas (RIBEIRO *et al.*, 2014). Uma das alternativas é a associação de extrato vegetal, uma vez que importantes plantas medicinais e seus ingredientes químicos podem servir como materiais de partida e/ou modelo para pesquisa farmacêutica e produção de medicamentos (AGRAWAL *et al.*, 2017), onde alguns exemplos são a incorporação: do extrato de Barbatimão (DE MENESES SANTOS *et al.*, 2022), extrato alcoólico bruto da *Cissus verticillata* (L.) Nicolson & C.E. Jarvis (NETO *et al.*, 2019), extrato de sementes de tamarindo (RODRIGUES *et al.*, 2020), extrato metanólico de *Euphorbia umbellata* (LEMES *et al.*, 2018), extrato de *Chenopodium ambrosioides* (RÉGIS *et al.*, 2020), e extrato aquoso de *Combretum duarceanum* Cambess (DE SOUSA *et al.*, 2016).

Neste panorama, nosso estudo teve como finalidade a síntese e caracterização físico-química de membranas de quitosana com a incorporação de extrato de *Cinnamomum zeylanicum* conhecida popularmente como caneleira-verdadeira, ou simplesmente canela, objetivando o desenvolvimento de um biomaterial para aplicações na área biomédica.

Segundo estudos desenvolvidos por Figueiredo *et al.*, (2018), o cinamaldeído (Aldeído Cinâmico) princípio ativo majoritário da espécie, um álcool terpeno cíclico, pode estar presente na espécie

entre 60-75%, possui baixa toxicidade para seres humanos, além de apresentar atividade cicatrizante. Jabbari *et al.*, (2020) menciona que a avaliação do eugenol, outro princípio ativo presente na canela, associado com quitosana é reconhecido como um potente antioxidante. Aldeídos naturais, como o cinamaldeído, podem ser usados para modificar as propriedades de materiais à base de quitosana, a partir de ligações cruzadas covalentes das moléculas de quitosana (CHEN *et al.*, 2016).

Um método verde único para produzir biomoléculas antibacterianas de quitosana e canela, foi demonstrado com sucesso onde as duas moléculas estavam quimicamente ligadas com estrutura estável, onde a formação de nanopartículas foi baseada na reação de Schiff. A ligação química entre quitosana com princípios ativos da canela foi confirmada pela análise de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e análise de ressonância magnética nuclear (RMN) (GADKARI *et al.*, 2019). Em virtude disso, o extrato de *Cinnamomum zeylanicum* se coloca como um agente promissor, com importância para a avaliação de sua associação na síntese de filmes de quitosana para fins de utilização na área da saúde.

PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS

PREPARO DO EXTRATO AQUOSO

Foi utilizado o extrato sólido da casca de *Cinnamomum zeylanicum* adquiridos pela empresa de produtos Naturais Nutri & Spices, localizado na cidade de Teresina-PI, Brasil. A solução aquosa foi preparada na concentração de 10% m/v, com aquecimento de água destilada até atingir o ponto de ebulição. Na sequência o aquecimento foi interrompido e o extrato aquoso foi preparado por infusão, durante 10 minutos, em seguida foi levado para o dessecador até atingir a temperatura ambiente (ANVISA, 2021), posteriormente a solução aquosa foi filtrada usando papel de filtro qualitativo (14 µm). Na sequência esse extrato foi incorporado na solução de quitosana nas concentrações de 5%, 10% e 15% (v/v) seguido da confecção do filme.

PREPARO DOS BIOFILMES DE QUITOSANA COM E SEM EXTRATO AQUOSO DE CANELA

A quitosana utilizada para a produção dos filmes foi adquirida da empresa Polymar Ltda (Fortaleza, Brasil), tendo como características, segundo o fornecedor: grau de desacetilação de 85%, pH igual a 8,4 e densidade igual a 1,805 g/L. A metodologia para síntese dos filmes se baseou na metodologia utilizada por Pereira *et al.*, (2021) com algumas adaptações, quando utilizou a síntese e caracterização de filmes de quitosana produzidos a partir da incorporação de extrato aquoso de *Anacardium microcarpum ducke*. Neste estudo, os biofilmes contendo apenas quitosana foram

preparadas utilizando o método de evaporação de solvente. A solução de quitosana 2% (m/v), foi obtida pela dissolução do pó do biopolímero em ácido láctico a 2% com agitação constante por 24h em temperatura ambiente. A fim de garantir a pureza da solução, a mesma passou por duas filtrações, a primeira em filtro com tela de nylon e a segunda em filtro Millipore® (41 µm). A solução foi vertida em placas de Petri em triplicata, e então, posta a secar em estufa à temperatura de 40°C por 24 horas. Após esse período, os filmes foram neutralizados com NaOH a 1,5 mol.L⁻¹ e secos em temperatura ambiente, por mais 24h.

O extrato aquoso de canela foi associado na solução de quitosana nas concentrações de 5%, 10% e 15% (v/v). Os preparados do extrato com a quitosana foram submetidas à agitação para homogeneização por 24h. Após esse tempo a nova mistura foi dispersa em placas de Petri e secas em estufa por 24h a uma temperatura de 40°C. Posteriormente, os filmes obtidos foram neutralizados com solução de NaOH a 1,5 mol.L⁻¹ (m/v) e postos para secar em temperatura ambiente por 24h.

CARACTERIZAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS

Por meio de caracterizações químicas estudos relatam a presença de princípios ativos importantes em *C. zeylanicum*, dentre esses constituintes estão a cânfora, cinamaldeído em quantidade considerável, e uma quantidade expressiva de constituintes fenólicos na casca a exemplo do eugenol, podendo ser utilizados para preparações farmacêuticas (RANASINGHE *et al.*, 2013). Algumas das principais funções desses constituintes fenólicos é promover uma ação antioxidante, adstringente, hemostática, cicatrizante, reepitelizante e protetora (SIMÕES *et al.*, 2007).

Microscopia Ótica (MO)

Foi utilizado o microscópio óptico da marca Olympus CX31, Sistema óptico UIS (Universal) corrigido ao infinito do laboratório de Engenharia de Materiais do Instituto Federal do Piauí, com aumento de 100x, sem o uso de filtros a fim de verificar a diferença causada pela incorporação do extrato.

Grau de Intumescimento

Para avaliar a capacidade de intumescimento das membranas, seguiu-se as orientações descritas por LIU *et al.*, (2005) com algumas adaptações. Antes de serem imersas em água destilada (pH = 7,0) as amostras das membranas no tamanho (2x2 cm) foram cortadas em quintuplicata, seguido da pesagem em balança analítica da marca shimadzu, modelo AY220. Em seguida, foram imersas em 50 mL de água destilada. As massas foram aferidas a cada hora durante as primeiras 8h consecutivamente,

seguidos de 24h, 48h e 72h. Para cada paisagem os biofilmes foram envolvidos com papel toalha para retirada do excesso de água, e novamente pesadas, obtendo-se assim o peso úmido (LIU *et al.*, 2005).

Ângulo de Contato

Segundo Macedo (2009), o ângulo de contato formado é associado à molhabilidade. Para essa análise utilizou-se água destilada, formamida e glicerol para as medições dos ângulos. Imagens foram captadas nos tempos 0, 10, 20, 30, 40, 50 e 60s e analisadas no software Surftens versão 4.5, com cinco marcações em cada imagem, nos diferentes tempos. O comportamento da gota sobre a superfície do material, pode indicar diferentes situações de molhabilidade, sendo que para $90^\circ < \theta < 180^\circ$ a superfície é considerada hidrofóbica e para $0^\circ < \theta < 90^\circ$ é hidrofílica (KRAUSE *et al.*, 2016).

Tensão Superficial

Para análise da tensão superficial, foram utilizados os líquidos: água destilada, formamida (P.A.) e glicerol (P.A.) os quais tem valores de energias de superfície conhecidas e estão listados na (Tabela 1). A energia de superfície foi calculada utilizando a Equação de Fowkes (1964) (Eq. 1).

$$\left[\frac{1 + \cos \theta}{2} \right] \times \left[\frac{\gamma_l}{\sqrt{\gamma_l^d}} \right] = \sqrt{\gamma_s^p} \times \sqrt{\frac{\gamma_l^p}{\gamma_l^d}} + \sqrt{\gamma_s^d} \tag{1}$$

Onde γ_L , γ_{LD} , γ_{LP} , γ_{SD} , γ_{SP} e Θ são, respectivamente referentes a tensão superficial total do líquido, coordenada dispersiva da tensão superficial do líquido, coordenada polar da tensão superficial do líquido, coordenada dispersiva da tensão superficial do sólido analisado, coordenada polar da tensão superficial do sólido em estudo e ângulo de contato para o líquido.

Tabela 1 - Valores energia de superfície e suas componentes para os líquidos utilizados.

Líquidos	$\gamma_l(\text{mJ/m}^2)$	(mJ/m^2)	(mJ/m^2)
Água	72,8	51,0	21,8
Formamida	58,2	18,7	39,5
Glicerol	63,4	26,2	37,2

Fonte: Macêdo, 2013.

Análise Termogravimétrica (TGA)

Para a termogravimetria os biofilmes sólidos com e sem associação do extrato foram submetidos ao ensaio de degradação térmica utilizado o equipamento da marca shimadzu e modelo TGA-51.

Foi utilizada ainda, uma faixa de aquecimento máxima de 800°C com um aumento de 10°C por minutos (SILVA, 2022). Uma vez que foi possível se perceber que acima dessa faixa de temperatura não havia mais resíduo de material preservado no equipamento

Condutividade

As medidas de condutividade elétrica para os filmes foram realizadas com o condutivímetro digital (marca tecnopon - mCA-150). O equipamento foi estabilizado com solução de calibração de condutância específica de 1,25 uS/cm⁻¹. O procedimento foi realizado tomando como ponto de partida a sua calibração seguido da medição de condutividade das soluções de água e fluido corporal simulado em que os filmes com e sem extrato se encontravam imersos. A análise foi realizada em triplicata e em temperatura ambiente (RADÜNZ *et al.*, 2020).

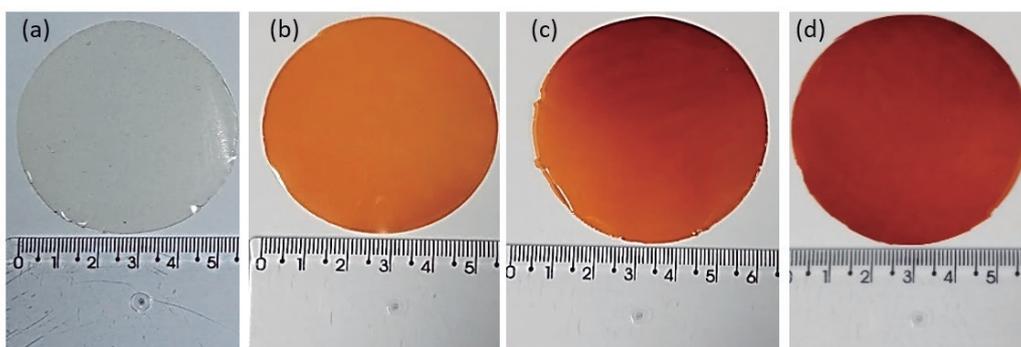
Determinação do pH

As medidas foram realizadas no laboratório de físico-química do Instituto Federal de Ciência e Tecnologia do Piauí (IFPI), utilizando um medidor de pH digital do modelo PH-1900. As amostras de biofilmes com e sem extrato (prontas/sólidas) foram imersas em água e fluido corporal simulado e analisadas. As medições do pH foram realizadas em triplicata antes da imersão dos filmes, as mesmas apresentaram um pH neutro de pelo menos 7,3, após 7 dias de imersão o pH foi aferido novamente.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

ASPECTOS MACROSCÓPICOS DOS BIOFILMES

Observados contra a luz, os biofilmes sem extrato (BQ), apresentavam aspecto homogêneo e transparente e os Biofilmes com extrato (BQC) tiveram a coloração em tons avermelhados ou próximos ao marrom. Essa coloração é característica da presença o extrato e fica mais forte à medida que se aumenta as concentrações (figura 1).

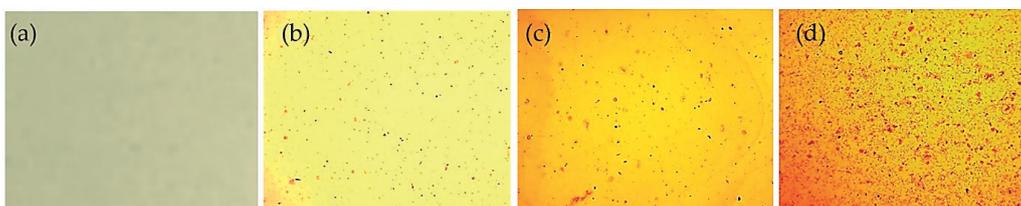
Figura 1 - Aspecto macroscópico dos biofilmes

- a) BQ: biofilmes à base de quitosana; b) BQC5%: biofilmes à base de quitosana associados com 5% de extrato aquoso de *Cinnamomum zeylanicum*; c) BQC10%: biofilmes à base de quitosana associados com 10% de extrato aquoso de *Cinnamomum zeylanicum*; d) BQC15%: biofilmes à base de quitosana associados com 15% de extrato aquoso de *Cinnamomum zeylanicum*.

Fonte: Construção do Autor.

MICROSCOPIA ÓTICA

Verifica-se através da microscopia óptica aumento de 100x que o Biofilme BQ apresenta homogeneidade maior que os Biofilmes BQC. Nos filmes incorporados com o extrato MCQ 5%, MCQ 10% e MCQ 15%, pôde-se verificar porções do extrato em toda extensão dos filmes, suspensos na matriz polimérica. O aumento dessas suspensões, está diretamente proporcional com a concentração do extrato, conforme observado na figura 2. Características semelhante foram observadas por Pereira *et al.*, (2021), quando caracterizaram filmes de quitosana produzidos a partir da incorporação de extrato de *Anacardium microcarpum ducke*.

Figura 2 - Microscopia ótica dos Biofilmes

- a) biofilmes à base de quitosana; b) biofilmes à base de quitosana associados com 5% de extrato aquoso de *Cinnamomum zeylanicum*; c) biofilmes à base de quitosana associados com 10% de extrato aquoso de *Cinnamomum zeylanicum*; d) biofilmes à base de quitosana associados com 15% de extrato aquoso de *Cinnamomum zeylanicum*.

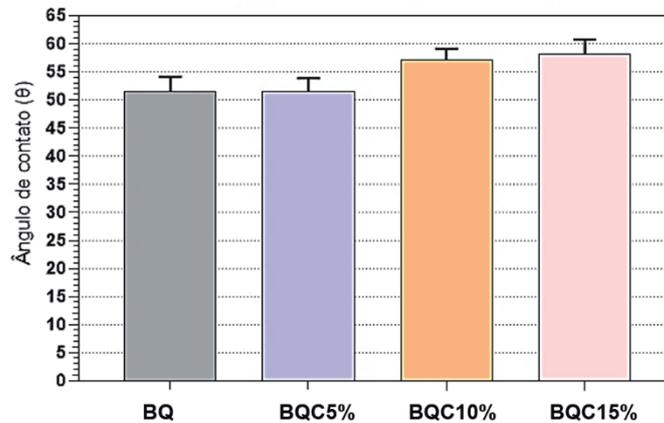
Fonte: Construção do Autor

ÂNGULO DE CONTATO

Em relação aos ângulos de contato obtidos e observados na Figura 3, verifica-se um aumento do ângulo de contato mediante o acréscimo do extrato na matriz polimérica. Todos os Biofilmes

testados apresentaram caráter hidrofílico. De acordo com Krause *et al.*, (2016), o ângulo de contato entre 0° e 90° caracteriza uma superfície hidrofílica.

Figura 3 - Ângulo de contato dos biofilmes



Fonte: Construção do Autor

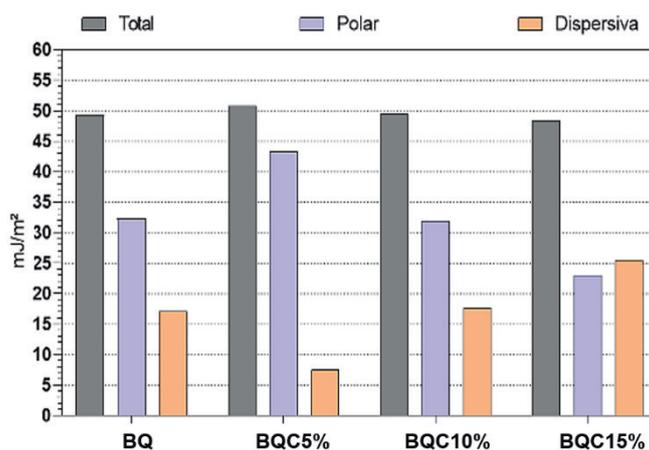
Os Biofilmes sem o extrato apresentaram menor valor de ângulo de contato para água, ao passo, que se percebe-se um aumento desse ângulo para os filmes com extrato. Essa leve mudança no grau de hidrofiliabilidade dos biofilmes é possivelmente, devido ao extrato aquoso possuir uma composição do princípio ativo majoritário identificado na canela, o cinamaldeído, o que pode ocasionar uma redução na hidrofiliabilidade. O cinamaldeído é o principal componente dos óleos essenciais presentes na espécie possuindo caráter hidrofóbico (SOUSA; FERNANDES; ORSSATTO, 2022).

Pode-se então, sugerir que as diferenças estruturais presentes nas membranas sejam resultantes de fatores físicos e químicos sofridos durante sua síntese, alterando a molhabilidade do biomaterial. Haja vista que quanto menor o ângulo de contato maior será sua hidrofiliabilidade. SILVA *et al.*, (2020) inferem que essas modificações alteram as interações da superfície com íons, biomoléculas e células que influenciam na adesão, proliferação e diferenciação celular, podendo interferir no processo de integração.

ENERGIA DA SUPERFÍCIE

Figura 4 apresenta a energia de superfície dos biofilmes produzidos. A energia de superfície influencia fortemente as interações biológicas, desde adesão, proliferação e morfologia celular (DAUDT *et al.*, 2013). A componente polar nesse tipo de material pode ser um outro fator de destaque, pois algumas proteínas relacionadas à adesão celular, pode ocorrer nas superfícies de materiais com alta energia polar (ARAÚJO *et al.*, 2017).

Figura 4 - Tensão superficial dos biofilmes produzidos.



Fonte: Construção do Autor

Verifica-se que os Biofilmes apresentam caráter polar e que esta característica diminui à medida que se aumenta a concentração de extrato de *Cinnamomum zeylanicum* e que para o Biofilme BQC 15% há um equilíbrio entre as componentes polar e dispersiva. Essa característica pode estar relacionada ao caráter hidrofóbico do cinamaldeído, um dos constituintes majoritários presente no extrato, podendo se apresentar em grandes concentrações não apenas no interior do filme. De acordo com Maciel *et al.*, (2020), o cinamaldeído é um aldeído fenilpropanoide, que apresenta caráter hidrofóbico.

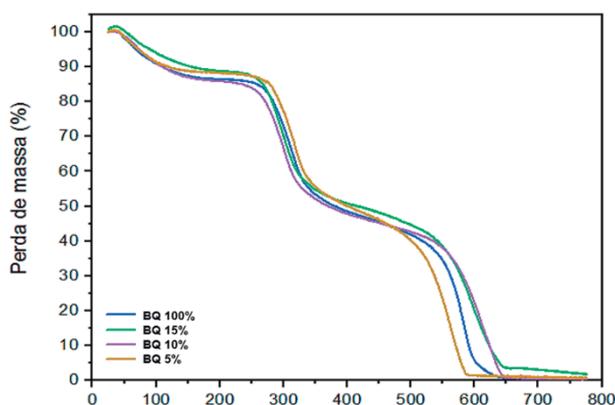
Apesar da redução da componente polar e aumento da dispersiva, essa ação pode trazer alguns benefícios no que se refere a compatibilidade desse material. Uma vez que baixas tensões de interface entre biomateriais e fluidos corpóreos são favoráveis à compatibilidade deste, ao material em contato a outras superfícies (SOUZA, 2020).

ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA

Os Biofilmes produzidos apresentaram pelo menos três estágios de degradação (Figura 5). O primeiro estágio observado é entre 35 °C e 180 °C, essa perda de massa está associada à perda de moléculas de água que acabam interagindo com os grupos funcionais amins e hidroxilas da estrutura química, no interior do polímero, ou constituintes voláteis que possam está presente no compósito.

O segundo estágio de perda de massa ocorre entre 260 °C e 420 °C, característico da degradação térmica da quitosana e a perda de substâncias voláteis presentes na solução adicionada. O terceiro estágio de degradação térmica e mais longo se inicia a partir 560°C e termina ao 700°C sem sobra de resíduo, esse evento refere-se à despolimerização e decomposição da estrutura *polissacarídica* (DE SOUSA *et al.*, 2016).

Figura 5 - Curvas de análise termogravimétricas dos Biofilmes produzidos.



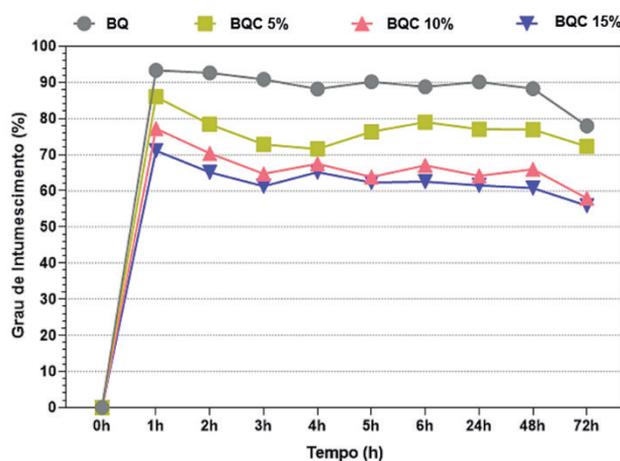
Fonte: Construção do Autor

Verificou-se uma melhor estabilidade térmica para os Biofilmes à medida que se aumentou a concentração de extrato aquoso de *C. zeylanicum* em comparação com as membranas de quitosana sem extrato, no intervalo de temperatura estabelecido.

ABSORÇÃO DE ÁGUA E GRAU DE INTUMESCIMENTO

Na Figura 6 apresentamos o gráfico do grau de intumescimento (GI) dos Biofilmes produzidos para absorção de água por 72 h. Observa-se que há uma absorção superior a 70% na primeira hora de ensaio para todos os Biofilmes e que após esse tempo até o fim do ensaio em 72 h o grau de intumescimento pouco foi afetado. Percebe-se também que os filmes associados com extrato parecem reduzir o GI nesse mesmo tempo, o que pode ser justificado pelo aumento da concentração do extrato de *Cinnamomum zeylanicum*. Confirmado pela característica dispersiva elevada à medida que também se eleva a concentração desse extrato.

Figura 6 - Grau de Intumescimento em água dos Biofilmes produzidos



Fonte: Construção do Autor

A capacidade absorptiva de materiais poliméricos é um fator relevante, ao mesmo tempo que esta ação está resulta na liberação das substâncias que estejam incorporadas nessa matriz polimérica. A habilidade de absorver permite ainda a absorção de exsudato no local onde esteja inserido o polímero, essa mesma habilidade está associada com a transferência de metabólitos e nutrientes importantes para o meio (CIANCA *et al.*, 2020).

Apesar da redução do grau de intumescimento em água dos Biofilmes quando se adicionou o extrato, a disponibilidade de substâncias parece acontecer mais rapidamente nesses filmes, enquanto que o filme sem o extrato ocorre estabilidade do intumescimento, e consequentemente disponibilizando os metabólitos necessários de forma mais tardia, uma vez que a habilidade de absorver está associada com a capacidade de disponibilizar produtos intermediários que serão necessários para a região afetada.

Já elevadas taxas de absorção podem trazer consequências indesejáveis, uma vez que podem ocasionar a redução da estabilidade estrutural do polímero, além da acelerada degradação e ataque de micro-organismos indesejáveis (DOS SANTOS *et al.*, 2018). Nossos Biofilmes apresentaram boa estabilidade durante todo o ensaio com grau de intumescimento moderado.

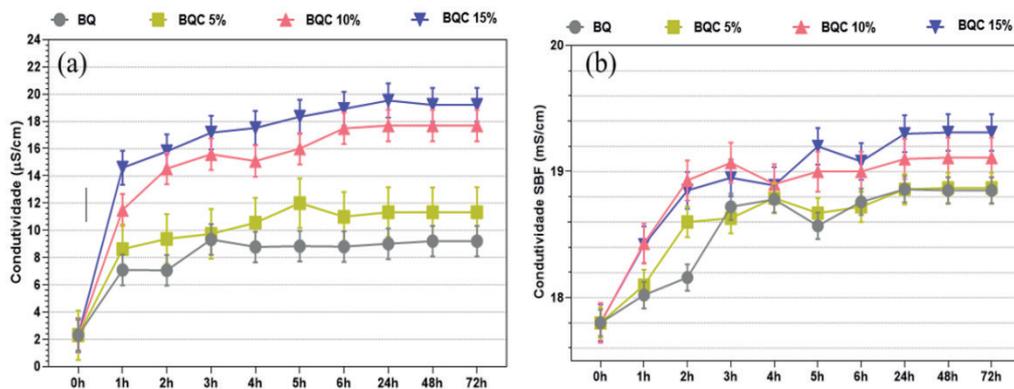
CONDUTIVIDADE

Na Figura 7 apresentamos o comportamento da condutividade durante 72h dos filmes, tanto em água (A) quanto em fluido corporal simulado (B). Observa-se que a condutividade em água aumenta relativamente com a concentração do extrato quando comparado com os biofilmes sem extrato. Neste sentido, a nova formulação parece aumentar a quantidade de cargas livres no meio, tal evento pode estar relacionado com os grupos fenólicos presentes na estrutura da *Cinnamomum zeylanicum*, possibilitando uma elevação considerável da condutividade. Uma vez que esses grupos fenólicos quando se ionizam, tornam o meio com maior quantidade de íons livres, e consequentemente, gerando uma maior condutividade elétrica.

Micera *et al* (1985), argumentam que os grupos fenólicos mostram uma tendência de serem envolvidos em ligações de hidrogênio e, que dependendo do pH do meio, a maior parte das espécies formam complexos quelatos nos quais um ligante se ligam através de íons, carboxilatos e oxigênios dos grupos fenólicos disponíveis no meio.

Para o fluido corporal simulado, pôde-se perceber uma baixa variação na condutividade perfazendo uma variação de 3 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o que já era esperado, uma vez que o sistema utilizado é um sistema tamponado e dificilmente ocasiona altas variações. Por outro lado, a elevação mínima ocasionada no fluido após a imersão dos compósitos, mostram que o novo material não altera significativamente as propriedades naturais do fluido, uma vez que essas propriedades devem ser mantidas.

Figura 7 - Condutividade elétrica dos filmes



a) BQ: biofilmes à base de quitosana; BQC5%: biofilmes à base de quitosana associados com 5% de extrato aquoso de *Cinnamomum zeylanicum*; BQC10%: biofilmes à base de quitosana associados com 10% de extrato aquoso de *Cinnamomum zeylanicum*; BQC15% em água. b) BQ: biofilmes à base de quitosana; BQC5%: biofilmes à base de quitosana associados com 5% de extrato aquoso de *Cinnamomum zeylanicum*; BQC10%: biofilmes à base de quitosana associados com 10% de extrato aquoso de *Cinnamomum zeylanicum*; BQC15% em fluido corporal simulado.

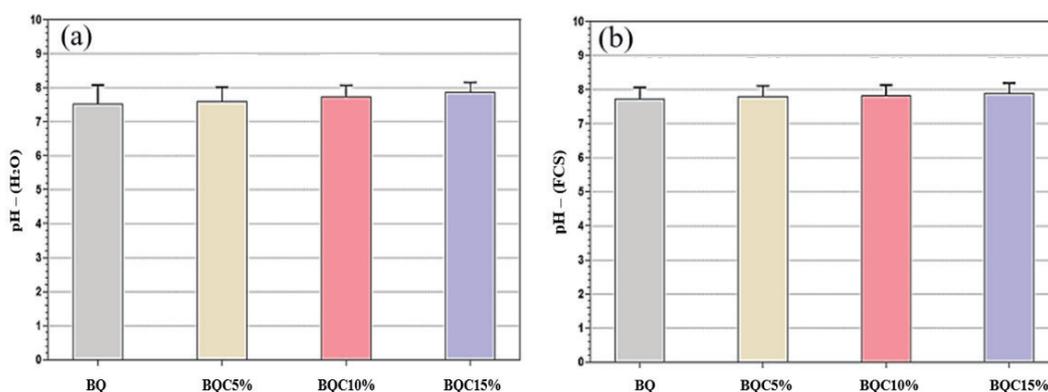
Fonte: Construção do Autor

Observa-se ainda que em água a medida em que aumentam as concentrações do extrato de canela nos biofilmes, conseqüentemente, aumenta a condutividade elétrica. Para Bitencourt *et al.*, (2021), ao avaliar a condutividade de outros extratos similares afirma que esses parâmetros são considerados essenciais na determinação dos efeitos alotrópicos, influenciando o desenvolvimento de sistemas biológicos. Apesar do parâmetro da condutividade elétrica não determinar, especificamente, quais íons estão presentes em determinada amostra de uma solução, ainda assim podem contribuir para possíveis reconhecimentos para fins biológicos, como o processo de reparação de tecidos por meio da capacidade de acelerar esse processo mediante a alteração da corrente no local. A condutividade elétrica das formulações é uma propriedade importante, pois facilita a penetração em tecidos e propicia o processo de cicatrização (FREITAS *et al.*, 2020).

PH

Para a maioria das bactérias, o pH ótimo de crescimento se localiza entre 6,5 e 7,0. As variações máximas e mínimas, para a maior parte delas, estão entre pHs 4 e 9. Segundo estudos realizados por Pompeu *et al.*, (2013), a atividade antibacteriana é favorecida de forma completa em condições de pH acima de 9,5 e entre 7,6 e 9,4 pouquíssimas espécies conseguiriam se proliferar. Os resultados das medidas de pH (Figura 8) mostraram que tal condição é obtida facilmente em água e fluido corporal simulado.

Figura 8 - Análise do pH das soluções de água



a) Verificação do aumento de pH da água após a imersão dos biofilmes;

b) Verificação do aumento de pH do FCS após a imersão dos biofilmes.

Fonte: Construção do Autor

Os pHs dos biofilmes sem extrato permaneceram em uma média de 7,5, ao mesmo tempo que a solução onde estavam imergidos os biofilmes incorporados com o extrato apresentaram um aumento no pH da solução variando entre 7,1 e 8,0, perfazendo uma média final de variação não significativa após as 72h do pH de 7,6, 7,7 e 7,8, respectivamente para os biofilmes com 5%, 10% e 15% de extrato revelando que há uma liberação mais rápida de substâncias no meio pelos biofilmes com o extrato devido ao aumento do pH observado no meio, como observado na figura acima um aumento de 7,0%, 8,0%, 10% e 11% em relação ao pH inicial da solução de FCS e 4,4%, 5,4%, 5,6% e 5,7% na água, uma vez que o aumento do pH do meio está associado com a liberação dos constituintes do material avaliado, do qual apresenta uma demanda de grupamentos OH⁻ na sua composição. Dependendo do grau de desacetilação da quitosana e do pH do meio, os sais formados podem ser liberados no meio ocasionando assim o aumento do pH (MAGALHÃES, 2022).

No fluido corporal simulado, o pH alcançou níveis mais elevados, porém não significativos no mesmo tempo de análise em água, para os biofilmes BQ, BQC 5%, BQC 10% e BQC 15% com extrato respectivamente.

Levando em consideração a utilização desse compósito para fins curativos, vale ressaltar que o pH da superfície de um ferimento, pode variar devido a vários fatores, incluindo a presença de bactérias e aplicações tópicas de diferentes materiais de curativos (KUMAR; HONNEGOWDA, 2015). Por outro lado, foi possível perceber em determinados momentos um pH de 8,0 após algumas horas de imersão, tanto em água quanto em fluido corporal simulado, nos compósitos associados com o extrato; caracterizando assim um biomaterial de auto potencial para reparação de tecidos, onde nesse pH as propriedades antibacterianas são mais favoráveis.

CONCLUSÕES

Os resultados obtidos tornam-se promissores na síntese e caracterização de um novo biomaterial, as técnicas utilizadas para a caracterização mostraram-se satisfatória, uma vez que permitiram identificar melhoras significativas no desenvolvimento de membranas incorporadas com *Cinnamomum zeylanicum* frente as membranas de quitosana pura, o que pôde ser reafirmado por meio do ensaio de degradação do material. O ensaio de intumescimento *in vitro* mostrou que apesar dos compósitos terem apresentado um menor grau de intumescimento, proporcionaram uma liberação mais rápida de material no meio, podendo ser comprovado com a redução da massa na sequência da pesagem. Os ensaios de absorção apontaram que estes apresentam um fator importante no que versa a diminuir a proliferação de microrganismos indesejáveis no ambiente, por não apresentar alto grau de hidroflicidade, uma vez que o meio altamente hidrofílico pode ser um parâmetro para proliferação de microrganismos. O pH e condutividade se apresentaram satisfatórios, fator importante para acelerar o processo de regeneração de tecidos. Portanto, o estudo mostra que é possível utilizar os compósitos de quitosana e extrato de *Cinnamomum zeylanicum* nas concentrações avaliadas no trabalho, se destacando o biofilme de maior concentração do extrato como um agente promissor em áreas biomédicas.

REFERÊNCIAS

- AGRAWAL, D.C. *et al.* Medical Plants and Fung: Recent Advancers in Research and Development. **Springer Nature Singapore Pte Ltd.** v. 4. p.5. 2017.
- ANDRADE, K. L. *et al.* Aplicação da nanotecnologia nos fotoprotetores solares. **Revista Eletrônica Interdisciplinar**, v. 12, n. 2, p. 069-081. 2020.
- ANVISA. Agência Nacional De Vigilância Sanitária. **Formulário de Fitoterápicos**. 2. Ed. Brasília, 2021.
- ARAÚJO, P.B. *et al.* Matrizes de quitosana/gelatina para liberação de Etonogestrel. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 12, n. 2. p.138-145. 2017.
- BERNARDI, Fernanda. Uso de quitina e quitosana como adsorventes de amônia de efluentes aquícolas: revisão de literatura. **Arq. Ciênc. Vet. Zool. UNIPAR (Online)**, p. e6378-e6378, 2022.
- Bitencourtam. *et al.* Fitoquímica e Alelopatia da Aroeira-Vermelha (*Schinus terebinthifolius* Raddi) na Germinação de Sementes. **Ensaio e Ciência C Biológicas Agrárias e da Saúde**, 25(1), 02-08. 2021.

CHÁVEZ-MAGDALENO, M. E. *et al.* Avaliação in vitro de quitosana e óleos essenciais para o controle de duas espécies patogênicas de *Colletotrichum* isoladas de abacate (*Persea americana* Mill). **TIPO. Revista especializada em ciências químico-biológicas**, v. 22, 2019.

CHEN, H. *et al.* Preparation, characterization, and properties of chitosan films with cinnamaldehyde nanoemulsions. **Food Hydrocolloids**, v. 61, p. 662-671. 2016.

CHEUNG, R.C. *et al.* Chitosan: an update on potential biomedical and pharmaceutical applications. **Marine drugs**, v. 13, n. 8, p. 5156-5186. 2015.

CIANCA, L. O. A. *et al.* Caracterização físico-química de biocurativos dérmico-epidérmicos de Quitosana, Xantana e Beta-Glucana. **Brazilian Journal of Health Review**, v. 3, n. 3, p. 5631-5650. 2020.

DA COSTA, B. L.; DE OLIVEIRA, M. C.; SILVA, J. B. Prospecção Científica e Tecnológica Sobre Revestimentos Comestíveis de Polissacarídeos para Conservação de Alimentos. **Cadernos de Prospecção**, v. 15, n. 4, p. 1212-1227. 2022.

DAUDT, N. F. *et al.* Effect of cage configuration in structural and optical properties of tin films grown by cathodic cage discharge. **Materials Research** (São Carlos. Impresso), v. 16, p. 766-771. 2013.

DE MENESES SANTOS, V. R. F. *et al.* Utilização de biomembranas à base de extrato de barbatimão e colágeno em tratamento de ferida em um cão com loxocelismo: relato de caso. **Brazilian Journal of Animal and Environmental Research**, v. 5, n. 1, p. 696-710. 2022.

DE SOUSA, F.M.S. *et al.* Caracterização de Membranas de quitosana com extrato foliar aquoso de *Combretum duarceanum* Cambess. 22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 06 a 10., 2016. Natal, RN. 2016.

DOS SANTOS, A. R. S. *et al.* Avaliação toxicológica frente as larvas da *Artemia salinam* Leach do 1,2:3,4-di-*O*-isopropilideno-alfa-*D*-galactopirranose. **Educação, Ciência e Saúde**, v. 5, n. 5, p. 1-14. 2018.

FIGUEIREDO, C. S. S. S. *et al.* Óleo essencial da Canela (Cinamaldeído) e suas aplicações biológicas. **Revista De Investigação Biomédica**, v. 9, n. 2, p. 192-19. 2018.

FOWKES, F. M, Attractive forces at interfaces. **Industrial & Engineering Chemistry**, v. 56, n. 12, p. 40-52, 1964.

FREITAS, M. P. *et al.* Aplicação da nanotecnologia nos fotoprotetores solares: uma revisão bibliográfica. Revista eletrônica Interdisciplinar Barra do Garças-MT, Brasil. Aplicação da nanotecnologia nos fotoprotetores solares. **Revista Eletrônica Interdisciplinar**, v. 12, n. 2, p. 069-081. 2020.

GADKARI, R.R. *et al.* Green synthesis of chitosan-cinnamaldehyde cross-linked nanoparticles: Characterization and antibacterial activity. **Carbohydrate polymers**, v. 226, p. 115298. 2019.

JABBARI, N. *et al.* Evaluation of Encapsulated Eugenol by Chitosan Nanoparticles on the aggressive model of rheumatoid arthritis. **International Immunopharmacology**, v. 85, p. 106554. 2020.

KRAUSE, J.C. *et al.* Construção de um reatorplasma para tratamento superficial de polímeros - aplicação ao poliestireno (ps). **Revista CIATEC-UPF**, v. 8, n. 2, p. 10-21. 2016.

KUMAR, P.; HONNEGOWDA, T. M. Effect of limited access dressing on surface pH of chronic wounds. **Plast. Aesthet. Res**, v. 2, p. 257-260. 2015.

LEMES, B. M. *et al.* Physicochemical, biological and release studies of chitosan membranes incorporated with Euphorbia umbellata fraction. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 28, p. 433-443. 2018.

LIMA, Y. C; BONILLA, O. H.; DE LUCENA, E. M. P. Uso de quitosana na agricultura: ênfase na aplicação de sementes. **Pesquisa, Sociedade e Desenvolvimento**, v. 11, n. 2, p. e39911225782-e39911225782. 2022.

LIU, Y-L.; SU, Y-H.; LEE, K-R.; LAI, J-Y;; J. Crosslinked organic-inorganic hybrid chitosan membranes for pervaporation dehydration of isopropanol-water mixtures with a long-term stability. **Journal of Membrane Science**. v.251, p.233-238, 2005

MACÊDO, M. O. C., **Modificação de membranas de quitosana por plasma para uso biológico**. 2009. 98 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais) - UFRN, Natal, 2009.

MACÊDO, M. O. C.; DE MACÊDO, H. R. A.; ARAÚJO, A. L. C. Quitosana como Estratégia no Tratamento de Efluentes. **Pesquisa, Sociedade e Desenvolvimento**, v. 11, n. 16, p. e22111636819-e22111636819. 2022.

MACEDO, M.O.C. **Efeito do tratamento por Plasma na Proliferação de Fibroblastos e Esterilização de Membranas de Quitosana**. 2013. 97 f. Tese (Programa de Pós-graduação em Ciências e Engenharia de Materiais) - UFRN, Natal, 2013.

MACIEL, C.C. *et al.* Estudo da propriedade antimicrobiana de Especiarias em Filmes de Amido: Uma proposta Experimental. **Rev. Virtual Quim.** v. 12. n. 5. 2020.

MAGALHÃES, T. C. Suspensão de partículas de quitosana carregadas com fluoreto de sódio: síntese, caracterização e efeito no esmalte dental após biofilme de *S. Mutans*. 2022. 56 f. Dissertação (Programa de Pós-graduação em Clínica Odontológica) - UFJF, Juiz de Fora, 2022.

MICERA, G. *et al.* Interaction of metal- ions with humic-like models. Part 8 th : Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II). Complexes of 2,4-dihydroxybenzoic acid. **Inorganica Chimica Acta**, v. 108, p. L1-L2, 1985.

NASCIMENTO, R. E. M. *et al.* Formulação farmacêutica a base de quitosana e extrato de *Schinus terebinthifolius* Raddi: desenvolvimento e estudo tecnológico. **Pesquisa, Sociedade e Desenvolvimento**, v. 11, n. 8, p. e50311825006-e50311825006. 2022.

NETO, A. A. S. *et al.* Desenvolvimento e caracterização de membranas de quitosana/*Cissus Verticillata* (L.) Nicolson & CE Jarvis. **Revista Matéria**, v. 24, n. 3. 2019.

PEREIRA, R. C. *et al.* Caracterização de filmes de quitosana produzidos a partir da incorporação de extrato de *anacardium microcarpum* ducke. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 5, p. 51376-51394, 2021.

POMPEU, L. L. M. F. *et al.* Aluminatos de cálcio e seu potencial para aplicação em endodontia e ortopedia. **Cerâmica**, v. 59, p. 216-224. 2013.

RADÜNZ, M. *et al.* Glucosinolates and phenolic compounds rich broccoli extract: Encapsulation by electrospraying and antitumor activity against glial tumor cells. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 192, p. 111020, 2020.

RANASINGHE, P. *et al.* Propriedades medicinais da canela ‘verdadeira’ (*Cinnamomum zeylanicum*): uma revisão sistemática. **BMC Complement Altern Med.** 13. ed. p. 275. 2013.

RÉGIS, M. D. A. *et al.* Desenvolvimento e caracterização de esferas de quitosana/Dysphania ambrosioides (L.) Mosyakin & Clemants. **Revista Matéria**, v. 25, n. 4, 2020.

RIBEIRO, E. A. M. *et al.* Caracterização de membranas assimétricas de acetato de celulose produzidas a partir do aproveitamento do resíduo da palha de milho para uso em ultrafiltração. **Química Nova**, v. 37, p. 385-391. 2014.

RODRIGUES, H. G. A. *et al.* Aplicação de revestimentos comestíveis à base de quitosana e fécula de mandioca incorporados com extrato da semente de tamarindo na conservação de goiabas. **Research, Society and Development**, v. 9, n. 6, p. e119963695-e119963695. 2020.

ROLIM, A. E. H. *et al.* Arcabouços de quitosana-propriedades físico-químicas e biológicas para o reparo ósseo. **Revista Virtual de Química**, v. 10, n. 2, pág. 211-228. 2018.

SIMÕES, C. M. O. *et al.* Farmacognosia: da planta ao medicamento. 6. ed. Porto Alegre: **Editora UFRGS**. p. 1102. 2007.

SEVERO, A.M.C.; FOOK, M.V.L.; LEITE, I.F., Hidrogéis de PVA/quitosana funcionalizados com óleo de melaleuca visando aplicação como curativos. **Revista Matéria**, v. 27, n.1. 2022.

SILVA, S. S. *et al.* Fundamentals on biopolymers and global demand. In: **Biopolymer Membranes and Films**. Elsevier. p. 3-34. 2020.

SILVA, W. C., **Desenvolvimento e caracterização de filmes de quitosana contendo naproxeno**. 2022. 67 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) - UEPB, 2022.

SOUSA, T. M. *et al.* Efeito antimicrobiano do cinamaldeído, principal componente dos óleos essenciais da canela: uma revisão da literatura. **Revista Científica da Faculdade de Educação e Meio Ambiente**. v. 13, ed. especial naidc, 2022.

SOUZA, P. S. **Análise da influência da energia de superfície no comportamento tribológico de revestimentos**. 2020. 119 f. Tese (Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica) - UFMG, Belo Horizonte, 2020.