



# Aplicações da lignina modificada com o digluconato de clorexidina como revestimento de máscaras de proteção respiratória

**Palavras-Chave:** lignina, clorexidina, membrana

**Autores(as):**

**Diego Augusto dos Santos, LEQUIP – FEQ, UNICAMP**

**Deise Ochi, LEQUIP – FEQ, UNICAMP**

**Celso Fidelis Moura Júnior, LEQUIP - FEQ, UNICAMP**

**Prof<sup>(a)</sup>. Dr<sup>(a)</sup>. Marisa Masumi Beppu , LEQUIP – FEQ, UNICAMP**

---

## 1. INTRODUÇÃO:

A recente pandemia de COVID-19 jogou luz na importância de combater agentes patológicos, que sejam ambientalmente amigáveis, além de efetivos. Sendo assim, agentes inativantes associados a biopolímeros se tornam importantes aliados no enfrentamento de futuras emergências de saúde.

A clorexidina (CLX) é um ativo antimicrobiano, o qual, segundo Chen et al. (2008) é comumente empregado como antissépticos bucais, tendo sua ação demonstrada contra diversos tipos de bactérias (*Escherichia coli*, *Staphylococcus epidermidis*). Ainda segundo os autores, quando é associada a matrizes poliméricas, a CLX normalmente é incorporada nestes materiais sem a formação de nenhuma interação química com matriz, o faz que com eventualmente seja lixiviado do meio. Assim, a reticulação com uma matriz, como a lignina, possibilita uma maior vida útil do material. A lignina, por sua vez, é um material amorfo, de estrutura macromolecular aromática, a qual pode ser encontrada na parede das células vegetais, em madeira, portanto, de origem natural e biodegradável (VÁSQUEZ-GARAY et al., 2021). Trata-se do maior subproduto da indústria de papel e celulose, visto que compõe em torno de 20-30% da massa seca de biomassa (ARGYROPOULOS; MENACHEM, 1998). Este subproduto vem, ao longo dos anos, ganhando grande interesse por parte da indústria por conta de sua abundância e possibilidade de valorização.

O uso de equipamentos de proteção individual (EPI), em especial, máscaras e respiradores, em ambientes de alto risco de contaminação é essencial para a segurança do usuário, no entanto, o seu manuseio requer o cumprimento de protocolos rígidos para evitar a auto contaminação, sendo um dos momentos de risco para (CHUGHTAI; CHEN; MACINTYRE, 2018). Agregar propriedades inativantes a essas superfícies pode representar uma camada a mais de segurança para esses usuários, especialmente aqueles que se encontram em ambientes de alto risco de contaminação. Neste projeto,

propõe-se a sintetização de membranas feitas a partir da eletrofiação da lignina reticulada com clorexidina, de forma a criar um material inovador que pode ser usado em máscaras cirúrgicas e em tecidos, e que tem a propriedade de inativar microrganismos.

Um importante desafio ao usar o método de eletrofiação para sintetizar membranas é o controle do ambiente e da solução, já que a viscosidade do material e sua condutividade elétrica afetam a espessura e resistência da fibra (normalmente, baixa viscosidade e alta condutividade são desejáveis para a eletrofiação), além da temperatura e umidade do ambiente que também alteram as propriedades das fibras (CHEN et al., 2022) (MANCIPE; DIAS; THIRÉ, 2019). Ademais, para fazer a eletrofiação é necessário que seja escolhido um polímero que seja de fácil manipulação e possua as características desejadas, como hidrofobicidade (para gerar membranas estáveis e que não se solubilizam em água) e que sejam sustentáveis e com baixo impacto ambiental (LEE; SONG; LEE, 2019). Sob essa ótica, a Policaprolactona (PCL) é vista como um ótimo material polimérico por ser biodegradável e biocompatível, possuindo até mesmo uso clínico na área da saúde para a geração de materiais eletrofiados biocompatíveis, além de ser de baixo custo e hidrofóbico (HOSSEINKAZEMI et al., 2015).

Tendo em vista o contexto, o presente trabalho se propõe a dar continuidade ao projeto de Iniciação Científica iniciado no edital PIBIC/PIBITI/PICV iniciado no ciclo 2022/2023, intitulado “Modificação da lignina com o digluconato de clorexidina visando atividade antimicrobiana” o qual se propunha a estabelecer condições adequadas de modificação da lignina com o CLX, e seleção de uma condição ideal para tal. Propõe-se, no presente projeto aplicar o material então desenvolvido como revestimento de EPIs de uso hospitalar.

## 2. METODOLOGIA:

### 2.1 Materiais

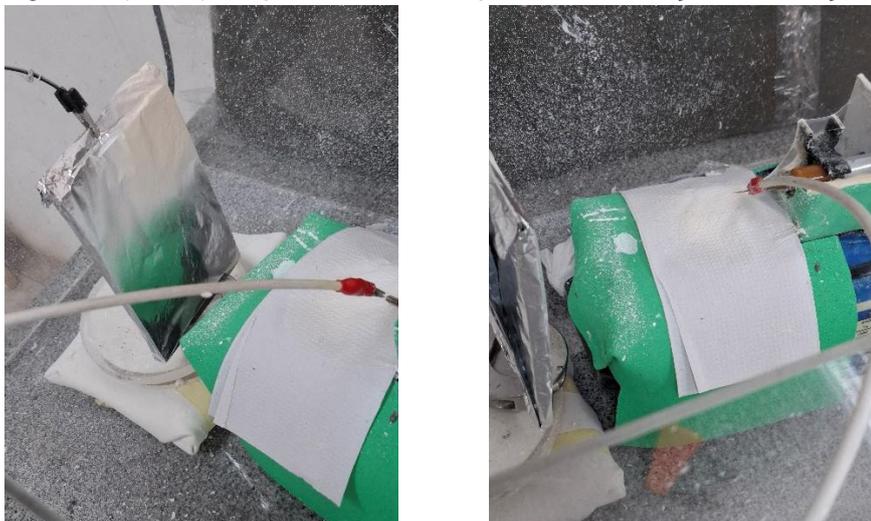
A lignina Kraft, o agente reticulante isopropóxido de titânio TTE (Tyzor®) e o solvente 1,4-Dioxano foram adquiridos comercialmente (Sigma-Aldrich, EUA). O ativo digluconato de clorexidina foi adquirido na forma de solução 20% m/m (Magispharma, Brasil). Hidróxido de sódio, clorofórmio e metanol foram adquiridos pela Synth (Brasil). Além disso, um aparato será montado para a realização da eletrofiação da solução polimérica, de forma a gerar um campo elétrico entre uma seringa contendo a solução e uma placa na qual a membrana será formada.

### 2.2 Eletrofiação da solução polimérica com lignina modificada

A lignina modificada será previamente solubilizada em uma solução de clorofórmio/metanol, juntamente com determinada quantidade de Policaprolactona (PCL). A solução será colocada em uma seringa, no volume fixado de 7 mL e uma bomba infusora. Um gerador de campo elétrico será utilizado para conectar o polo negativo em uma placa metálica coletora coberta com papel alumínio e o polo positivo na agulha da seringa e assim eletrofiar a solução e sintetizar a membrana. Em seguida, o

material será seco em estufa. As amostras serão armazenadas em ambiente seco e protegido de luz até a realização de análises.

Figura 1a) e 1b) – Aparato montado para a eletrofiliação da solução polimérica



Fonte: o próprio autor

As condições de eletrofiliação, a serem avaliadas para a solução polimérica de lignina serão definidas variando a concentração de lignina, apresentado na tabela 1. As amostras de membranas serão secas a 70 °C por 1 hora.

Tabela 1 – Composição finais das membranas preparadas

Amostra	% lignina	% PCL
1	0	100
2	5	95
3	10	90
4	15	85
5	20	80

O planejamento experimental visará determinar condições em que a eletrofiliação terá máxima eficácia, gerando uma membrana estável, resistente e versátil, de forma que possa ser utilizada em diversas aplicações.

#### Métodos Analíticos

- Porosidade
- Ângulo de contato
- Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)
- Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)
- Análise Termogravimétrica (TGA)

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO:

O aparato mostrado na figura 1 foi utilizado para a produção das fibras. Em alguns dias mais úmidos, o processo se tornou um pouco complicado, pois as fibras não se formavam, mas, na maioria dos dias, foi possível sintetizar as fibras em todas as 5 soluções do planejamento experimental de forma satisfatória. Outro ponto importante, é o fato de que a presença da lignina pode ser constatada de visualmente por meio da coloração da membrana. A lignina torna a membrana com um tom levemente amarronzado, sendo o PCL puro, branco.

As propriedades das membranas variam de acordo com cada solução. A solução com 0% de lignina se mostrou muito viscosa, devido ao fato de ser a mais concentrada em PCL, logo a sua eletrofiação gerou poucas fibras e de uma espessura maior em comparação com as outras, que foi avaliada qualitativamente. Durante este processo, foi pensando em adicionar NaCl à solução polimérica de 0% de lignina, na proporção de 0,5% em relação à massa de PCL e, de fato, tal procedimento mostrou uma maior geração de fibras. Tal fato ocorreu, provavelmente, devido ao aumento da condutividade elétrica da solução, fazendo com que as cargas transitem pela solução com facilidade.

Por outro lado, a solução contendo a lignina modificada gerou muitas fibras com espessuras menores. Com as análises feitas em andamento será possível verificar o diâmetro médio das fibras, mas foi possível observar que as fibras eram muito mais leves e finas, provavelmente devido a maior condutividade elétrica que a solução de lignina modificada. Isso é um indício de que a lignina modificada com a CLX, de fato, favorece a formação das fibras na placa coletora, tornando o material mais facilmente processável comparado ao PCL puro.

Figura 2 – Membrana formada a partir da solução de 10% de lignina



Fonte: o próprio autor

As análises morfológicas e mecânicas estão em andamento, com resultados a serem obtidos com o intuito de verificar de forma precisa as dimensões das fibras formadas e suas propriedades.

#### 4. CONCLUSÕES:

A ideia inicial do projeto era de criar um revestimento à base de lignina modificada com clorexidina, que poderia ser usado em tecidos diversos e em outros materiais com o fim de neutralizar microrganismos que possa entrar em contato com estas superfícies. No entanto, os testes mostraram que o revestimento é lixiviado da superfície com muita facilidade e a ideia foi descartada.

Seguiu-se então a proposta de criar uma membrana com a solução polimérica de lignina. Até o momento a síntese das fibras ocorreram da forma que se esperava, apesar de algumas intempéries como e condições climáticas ruins (clima muito úmido ou muito seco).

De acordo com os resultados observados até agora, foi possível concluir que o aumento da condutividade elétrica influencia de forma significativa no resultado final da eletrofiação, já que quanto mais favorável for o trânsito das cargas na solução, maior será o efeito do campo elétrico, fazendo com que uma menor voltagem precise ser usada e que grande parte do material polimérico seja eletrofiado.

Além disso, a viscosidade da solução também é um fator que altera os resultados finais, pois como foi observado neste projeto, a solução de 0% de lignina modificada (mais viscosa) gerou poucas fibras de menor espessura quanto as fibras geradas pelas soluções com lignina modificada, que além de serem visivelmente mais finas também foram geradas em maior quantidade.

---

## BIBLIOGRAFIA

ARGYROPOULOS, D. S.; MENACHEM, S. B. Lignin. In: KAPLAN, D. L. (Ed.). . **Biopolymers from Renewable Resources**. Nova Iorque: Springer, 1998. v. 57p. 31.

CHEN, J. et al. Green crosslinked nanofibers membrane based on CS/PVA combined with polybasic organic acid for tympanic membrane repair. **International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials**, v. 71, n. 4, p. 291–301, 2022.

CHUGHTAI, A. A.; CHEN, X.; MACINTYRE, C. R. Risk of self-contamination during doffing of personal protective equipment. **American Journal of Infection Control**, v. 46, n. 12, 2018.

HOSSEINKAZEMI, H. et al. Modification of PCL Electrospun Nanofibrous Mat With Calendula officinalis Extract for Improved Interaction With Cells. **International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials**, v. 64, n. 9, p. 459–464, 22 set. 2015.

LEE, E.; SONG, Y.; LEE, S. Crosslinking of lignin/poly (vinyl alcohol) nanocomposite fiber webs and their antimicrobial and ultraviolet-protective properties. **Textile Research Journal**, v. 89, n. 1, p. 3–12, 1 jan. 2019.

MANCIPE, J. M. A.; DIAS, M. L.; THIRÉ, R. M. DA S. M. Avaliação morfológica de fibras eletrofiadas de policaprolactona em função do tipo de solvente. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 24, n. 3, 2019.

MANDOLFINO, C. Polypropylene surface modification by low pressure plasma to increase adhesive bonding: Effect of process parameters. **Surface and Coatings Technology**, v. 366, 2019.

VÁSQUEZ-GARAY, F. *et al.* A review on the lignin biopolymer and its integration in the elaboration of sustainable materials. **Sustainability**, v. 13, n. 5, p. 2697–2712, 2021.