

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO HIDROGEL DE POLI(VINIL ÁLCOOL) (PVAI)

R. H. Amaral¹, R. V. Anunciato¹, M. T. S. Alcântara¹, C. Ditchfield², S. O. Rogero¹, J. R. Rogero¹, A. B. Lugão¹

¹ Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN- CNEN/SP
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária – CEP 05508-900 – São Paulo, SP, Brasil

² Depto. de Engenharia de Alimentos da POLI/USP
rhamaral@ipen.br

RESUMO

O hidrogel de poli(vinil álcool) (PVAI) obtido via radiação ionizante apresenta propriedades interessantes para compor um dispositivo de liberação de princípios ativos. Este trabalho teve como objetivo verificar a estabilidade da amostra produzida e estocada durante cinco meses. Foram avaliadas as propriedades mecânicas das amostras do hidrogel de PVAI nos ensaios de tração e perfuração em texturômetro da marca Stable Micro Systems. A partir do teste de tração foram obtidos os resultados de resistência máxima à tração, alongação e módulo elástico e no teste de perfuração os resultados de força máxima de perfuração e deformação. Os resultados do hidrogel de PVAI estocado por cinco meses apresentaram mudanças nas propriedades mecânicas em relação ao hidrogel recém preparado.

Palavras-chave: Hidrogel de PVAI, Propriedades Mecânicas, Ensaio de Tração, Ensaio de Perfuração.

INTRODUÇÃO

Atualmente um dos grandes interesses na utilização de hidrogéis está relacionado com o processo de liberação de drogas. Em geral, esta aplicação tem como requisitos principais a utilização de materiais que sejam biocompatíveis, apresentem resistência a processos de degradação e adequadas propriedades mecânicas [1].

O PVAI é um polímero semicristalino, sendo que seu grau de cristalinidade, por sua vez, influencia no módulo de tração, dentre outras propriedades [2]. As propriedades mecânicas dos materiais são avaliadas pela deformação quando aplicada uma tensão, com o monitoramento da resposta deste material que pode ser expressa como tensão ou como deformação.[3]

Transformações químicas que ocorrem com o decorrer do tempo representam um importante fator de degradação dos materiais, provocando alteração nas propriedades mecânicas. Com o interesse de utilizar o hidrogel de PVAI como matriz para compor um sistema de liberação de princípios ativos, este trabalho teve como objetivo verificar a estabilidade do mesmo produzido e estocado durante cinco meses por meio dos ensaios de tração e perfuração.

Devido existir uma grande dificuldade de medir as propriedades mecânicas dos hidrogéis, por serem materiais muito frágeis, neste trabalho foi utilizado o equipamento texturômetro, o qual possui garras diferenciadas para prender os corpos de prova de hidrogel sem que o mesmo se rompa.

MATERIAIS E MÉTODOS

Obtenção da membrana de hidrogel

Na preparação do hidrogel foi utilizado 8% de PVAI, Celvol 47/88, grau de hidrólise 87-89%, ponto de fusão de 180°C, temperatura de transição vítrea de 58°C, proveniente da Bandeirante Química e 1% de Agar técnico da Oxoid. O PVAI foi dissolvido à quente e após adição do ágar manteve-se a fervura até dissolução total dos componentes.

Os corpos de prova do hidrogel foram preparados vertendo-se a solução recém preparada em embalagens termoformadas, as quais foram seladas, embaladas e posteriormente irradiadas com raios gama proveniente de uma fonte de Co-60 na dose de 20kGy. Após a irradiação as amostras foram armazenadas em temperatura ambiente.

Propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas dos hidrogéis foram avaliadas nos ensaios de tração e perfuração em texturômetro marca Stable Micro System, modelo TA-TX2i utilizando célula de carga de 25Kg.

Foram analisados hidrogéis recém preparados na semana antecedente ao ensaio e preparados e estocados há cinco meses. Foram utilizados oito

corpos de prova de cada amostra para serem selecionados três resultados mais reprodutíveis para cada tipo de ensaio.

Os ensaios de tração foram realizados de acordo com a norma ASTM D 638-03, com algumas modificações, utilizando corpos de prova retangulares medindo 24 x 100mm. Os corpos de prova foram fixados em *probes roller grips* modelo A/TGT e tracionados a uma velocidade de 0,8 mm/s, partindo-se de uma distância inicial (l_0) de 60mm, até a ruptura.

No ensaio de perfuração foram utilizados corpos de prova circulares com 30mm de diâmetro, fixados em suporte com cavidade cilíndrica. O *probe* de aço inoxidável com 3mm de diâmetro foi acionado em velocidade de penetração de 1mm/s. A força para perfuração (FP) do hidrogel foi determinada diretamente nas curvas de Tensão (σ) x Deformação (ϵ). De acordo com Sobral e col. [4], a deformação na perfuração (DP) foi calculada utilizando a Equação (A), considerando a tensão distribuída em toda a superfície do corpo de prova e a deformação sendo uniforme.

$$DP = \Delta l/l_0 = [(D^2 + l_0^2)^{0.5} - l_0]/l_0 \quad (A)$$

Onde:

l_0 = o comprimento inicial do corpo de prova (raio do círculo da amostra=15mm)

D = deslocamento do *probe* na perfuração.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nos ensaios de tração a tensão de ruptura (TR) e a alongação dos hidrogéis foram obtidas diretamente nas curvas selecionadas de Tensão (σ) x Deformação (ϵ), apresentadas na Figura 1.

As amostras de hidrogel armazenadas em temperatura ambiente por 5 meses, quando submetidas à tração até o limite de deslocamento da barra de tração do equipamento não se romperam. No caso das amostras recém preparadas houve rompimento das mesmas em tensões de cerca 3N. Observando a Figura 1 pode se notar que para uma determinada deformação a

tensão requerida é de cerca de 4 vezes maior no hidrogel recém preparado em relação às armazenadas.

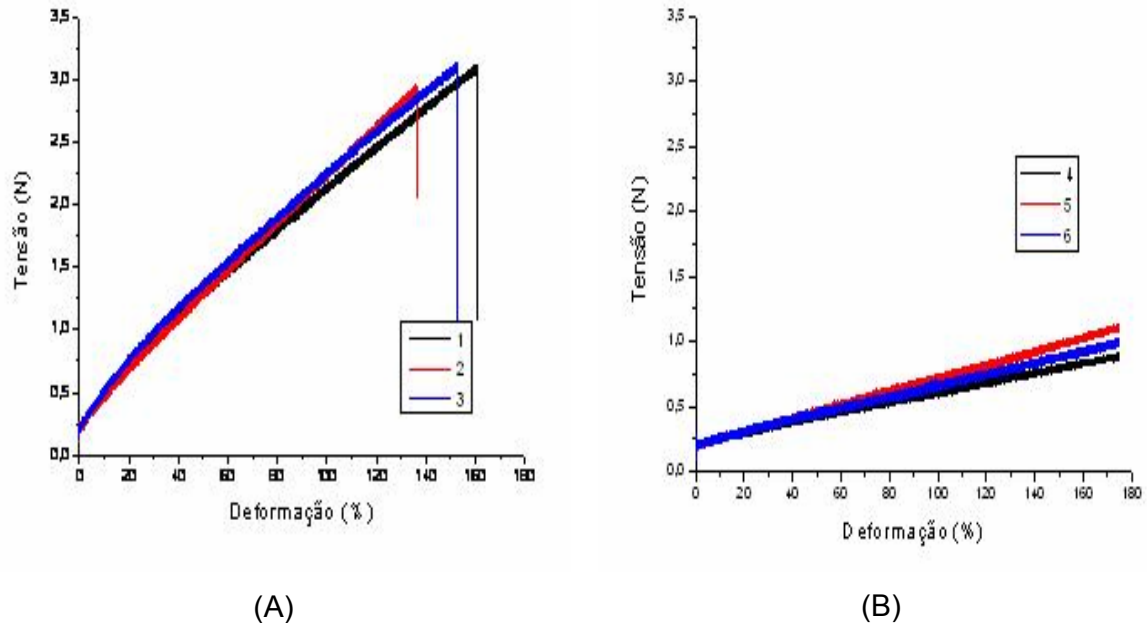


Figura 1. Curvas de tensão x deformação do hidrogel no ensaio de tração.
(A) recém preparado (B) 5 meses estocado

Na Tabela 1 estão apresentados os resultados obtidos na análise das curvas de tensão x deformação do ensaio de tração.

Não foi possível quantificar a resistência máxima à tração nos corpos de prova dos hidrogéis estocados, mas pode-se verificar que os mesmos apresentaram deformação cerca de 4 vezes maior quando comparadas com os recém preparados. Também não foi possível quantificar a elongação do hidrogel estocado, apresentando resultado maior que 182%. Comparando o módulo elástico observa-se que no hidrogel recém preparado o valor é cerca de 2,5 vezes maior, indicando perda de elasticidade no hidrogel estocado por 5 meses.

Tabela 1. Resultados do Ensaio de Tração: Média e desvio padrão de resistência máxima à tração, alongação e módulo elástico.

AMOSTRAS	RMT (N/mm ²)	E (%)	ME (N)
Recém preparadas	0,37 ± 0,03	149,95 ± 12,51	0,59 ± 0,03
Estocadas por 5 meses	> 0,19 ± 0,03	> 181,92 ± 8,70	0,23 ± 0,05

RMT = Resistência Máxima à Tração; E = Alongação até a tensão máxima; ME = Módulo Elástico

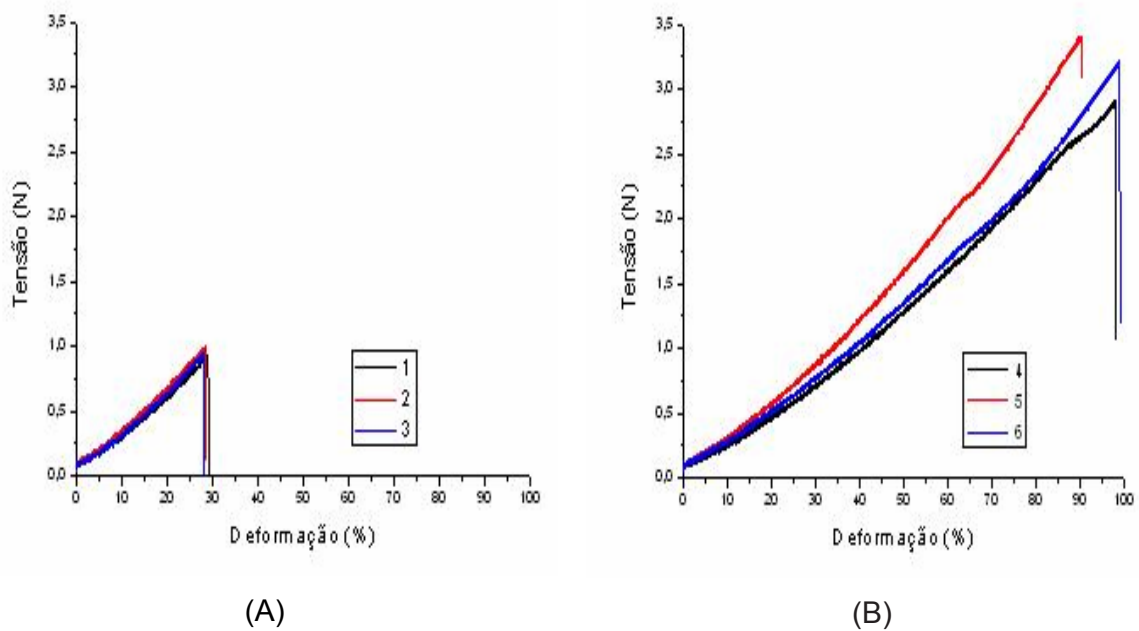


Figura 2. Curvas de tensão x deformação do hidrogel no ensaio de perfuração.

(A) recém preparado (B) 5 meses estocado

Os gráficos das curvas selecionadas de tensão x deformação no ensaio de perfuração, apresentados na Fig. 2, mostram similaridade entre as curvas obtidas e na Tabela 2 estão apresentados os resultados obtidos na análise das curvas de tensão x deformação nos ensaios de perfuração. As amostras do hidrogel recém preparadas apresentaram perfuração numa tensão de cerca de 1N mostrando uma deformação de 30%. Verifica-se que o resultado de tensão máxima (TM) para perfuração do hidrogel estocado foi de cerca de 3 vezes maior para obtenção da perfuração, sendo que a deformação chegou a cerca de 90%. Estes dados demonstram que os hidrogéis estocados apresentaram

maior resistência que os recém preparados, mostrando a necessidade de aplicar uma tensão maior para deformar e perfurar o hidrogel estocado.

Tabela 2. Resultados do Ensaio de Perfuração: Média e desvio padrão de tensão máxima e deformação das membranas.

Amostras	Dm (%)	TM (N)
Recém preparadas	0,05 ± 0,02	0,96 ± 0,05
Estocadas por 5 meses	296,53 ± 18,96	3,19 ± 0,26

TM = Tensão Máxima; Dm = Deformação do hidrogel

Esta grande diferença observada nos ensaios de deformação para as amostras de hidrogel de PVAI recém-preparadas e estocadas sugere uma possível cristalização do polímero e/ou perda de água do mesmo.

CONCLUSÃO

Os resultados obtidos indicam que o hidrogel recém-preparado mostrou ser mais resistente à tração que o hidrogel estocado. O hidrogel estocado por 5 meses apresentou maior resistência à perfuração, provavelmente devido apresentar maior alongação que o recém preparado.

Estudos devem ser continuados no sentido de avaliar se houve alguma alteração na cristalinidade do polímero e se as amostras do hidrogel de PVAI após estocagem sofreram alguma perda de água durante o período armazenado, podendo interferir nos resultados das propriedades mecânicas.

AGRADECIMENTOS

A CNEN pela bolsa de Mestrado, à EMBRARAD pela irradiação das amostras e à estudante de Iniciação Científica Mariana Lucas da Silva pelo auxílio técnico.

REFERÊNCIAS

[1] BARCELLOS, I.O., KATIME, I.A., SOLDI,V.,PIRES, A.T.N. Influência do comonômero e do método de polimerização na cinética de liberação de

fenobarbitona a partir de hidrogéis. **Polímeros**, v. 10, n. 2, 2000. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0104-14282000000200013&script=sci_arttext&lng=pt acesso em : 15 de maio de 2008.

[2] MARTEN, F.L., Vinyl Alcohol Polymers. In: MARK, H.F., BIKALES, N. M., OVERBERGER, C. G., MENGES, G., KROSCHWITS, J.I. (Ed.) **Encyclopedia of Polymer Science and Engineering**. John Wiley & Sons: New York, 1988. p.167-198.

[3] CASSU, S. N., FELISBERTI, M. I., Comportamento dinâmico-mecânico e relaxações em polímeros e blendas poliméricas. **Quím. Nova**, vol.28, n.2, p.255-263, 2005. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0100-40422005000200017&script=sci_arttext&lng=en acesso em: 26 de agosto de 2008.

[4] SOBRAL, P. J. A., MENEGALLI, F.C., HUBINGER, M.D., ROQUES, M.A. Mechanical, water vapor barrier and thermal properties of gelatin based edible films. **Food Hydrocolloids**, vol.15, n.4-6, p.423-432, 2001. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science> acesso em: 15 de maio de 2008.

EVALUATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF POLY VINYL ALCOHOL (PVAI) HYDROGEL

ABSTRACT

The poly vinyl alcohol (PVAI) hydrogel obtained by irradiation presents interesting properties to compose a matrix for active ingredients delivery system. This study aimed to verify the stability of the hydrogel produced and stored for five months. The mechanical properties of PVAI hydrogel samples were evaluated by tensile strength and puncture tests in the Stable Micro Systems texturometer. In the tensile strength test was obtained the results of maximum traction resistance, elongation and elastic modulus. The results of maximum drilling force and deformation were obtained In the puncture test. The obtained results of PVAI hydrogel stored for five months showed changes in the mechanical properties compared with fresh prepared one.

Key-words: PVA Hydrogel, Mechanical Properties, Tensile strength test, Puncture test.