

ou solução nutritiva é um fator de extrema importância para aplicação no setor agrícola, visto que, em muitas regiões ocorrem rápidas precipitações, sendo necessário que o material consiga captar maior quantidade de insumos em curtos períodos, para que em épocas com poucas chuvas ou irrigações este material possa liberar aos poucos o que foi adsorvido.

#### 4 CONCLUSÃO

Os resultados mostraram que os nanocompósitos sintetizados, principalmente os hidrolisados se destacaram por serem até 50,0% mais baratos e pelos altos valores de grau de intumescimento Q e também pela maior capacidade de carregar uma solução nutritiva, fatores que o tornam bastante interessante para uma aplicação agrícola.

#### AGRADECIMENTOS

FAPESP, CAPES, CNPQ, FINEP, EMBRAPA INSTRUMENTAÇÃO, UFSCar.

#### REFERÊNCIAS

BORTOLIN, A.; AOUADA, F. A.; RIBEIRO, C. LONGO, E.; MATTOSO, L. H. C. "Nanocomposite PAAm:Methyl Cellulose:Montmorillonite Hydrogel: Evidence of Synergistic Effects for the Controlled Release of Fertilizers". *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61: 7431, 2013.

De Vriesa, J. W.; Groenesteina, C. M. & De Boerb, I.J.M. "Environmental consequences of processing manure to produce mineral fertilizer and bio-energy" *J. ENVIRON. MANAGE.* 102 : 173, 2012.

GUO, M.; LIU, M.; ZHAN, F. & WU, L. "Preparation and properties of a slow-release membrane-encapsulated urea fertilizer with superabsorbent and moisture preservation". *Ind. Eng. Chem. Res.* 44 : 4206, 2005.

RITGER, P. L. & PEPPAS, N. A. "A simple equation for description of solute release II: Fickian and anomalous release from swellable devices". *J. Controlled Release*, 5: 37, 1987.

WU, L. & LIU, M. "Preparation and properties of chitosan-coated NPK compound fertilizer with controlled-release and water-retention". *Carbohydr. Polym.* 72: 240, 2008.

---

## OBTENÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS DE CELULOSE BACTERIANA E HIDROXIAPATITA A PARTIR DE RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS

Eden Batista Duarte<sup>1</sup>, Maria Fátima Borges<sup>2</sup>, Men de Sá M. Souza Filho<sup>2</sup>, Fábila Andrade<sup>2</sup>, Judith P. A. Feitosa<sup>1</sup>, Celli Rodrigues Muniz<sup>2</sup>, Ana I S. Brígida<sup>3</sup>, João Paulo Saraiva Morais<sup>4</sup>, \*Morsyleide F. Rosa<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal do Ceará. <sup>2</sup>Embrapa Agroindústria Tropical. <sup>3</sup>Embrapa Agroindústria de Alimentos. <sup>4</sup>Embrapa Algodão.  
\*morsyleide.rosa@embrapa.br

**Classificação:** Novos Materiais e Processos em Nanotecnologia e suas Aplicações no Agronegócio.

#### Resumo

Questões ambientais têm suscitado o interesse por fontes renováveis e os resíduos agroindustriais tornaram-se uma importante matéria prima para a produção de novos materiais, de produtos químicos e de energia. Este estudo propõe o uso de resíduos agroindustriais (suco de caju e líquido de sisal) na obtenção de celulose bacteriana (CB) para posterior preparo de nanocompósitos com hidroxiapatita (HA). Verificou-se que as películas obtidas apresentaram estrutura e comportamento típicos de celulose bacteriana e os nanocompósitos obtidos, potencial aplicação para aplicação na área biomédica.

**Palavras-chave:** Celulose Bacteriana; Hidroxiapatita; Nanocompósitos.

## NANOCOMPOSITES OF BACTERIAL CELLULOSE AND HYDROXYAPATITE OBTAINED FROM AGROINDUSTRIAL WASTE

### Abstract

Environmental issues have supported the interest in renewable sources and agroindustrial residues became a significative resource for the production of new materials, chemicals and energy. This study proposes the use of agro-industrial residues (cashew juice and sisal liquid waste) to obtain bacterial cellulose (BC) for further elaboration of nanocomposites with hydroxyapatite (HA). The films obtained showed typical structure and behavior of bacterial cellulose and the nanocomposites, great potential for biomedical application.

**Keywords:** Bacterial Cellulose; Hydroxyapatite; Nanocomposites.

## 1 INTRODUÇÃO

A celulose bacteriana (CB) vem apresentando interesse crescente por apresentar propriedades peculiares que a diferem consideravelmente da celulose vegetal (GAMA, 2012; DUGAN et al., 2013). A CB é obtida sem lignina e hemicelulose, é extremamente hidrofílica e possui cristalinidade elevada. Essas propriedades e a sua estrutura tridimensional nanométrica permitem um amplo leque de aplicações incluindo a área biomédica (LINA et al., 2011; PETERSEN et al., 2011).

Estudos *in vitro* têm revelado que compósitos obtidos a partir de celulose bacteriana e hidroxiapatita (CB-HA) têm grande potencial para aplicação em engenharia de tecidos e regeneração óssea (ZIMMERMANN et al., 2011). Quando expostos a ambientes biológicos, promovem a adesão, a proliferação, o crescimento e a diferenciação celular. Por conta disso, a fabricação de compósitos baseados em apatitas e uma matriz celulósica para empregos em substituições ósseas, tem sido de grande interesse por parte dos pesquisadores (HUANG et al., 2014).

Nesse sentido, o objetivo deste trabalho foi desenvolver um bionanocompósito utilizando celulose bacteriana, produzida a partir de fontes alternativas (suco de caju e resíduo líquido de sisal), e hidroxiapatita.

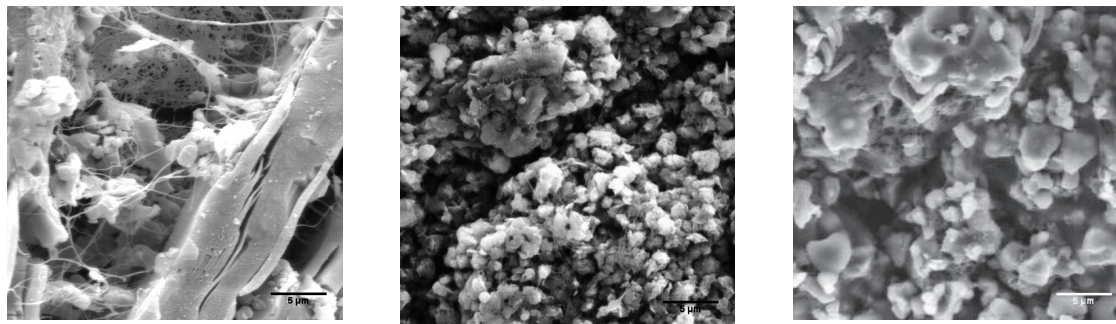
## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

O cultivo bacteriano se deu tanto em meio sintético HS (HESTRIN e SCHRAMM, 1954) quanto em meios alternativos (suco de caju e resíduo líquido de sisal). Primeiramente, realizou-se a inoculação de *G. hansenii* (CCT 1431) nos diferentes meios (3% de pré-inóculo, v/v). Após inoculação, os meios inoculados foram mantidos à temperatura de 30 °C por pelo menos 120 h, em cultivo estático. Para purificação da película realizou-se tratamento térmico com hidróxido de sódio 1 M a 80 °C por 30 min. Por fim, a CB foi neutralizada com ácido acético. Para preparo dos compósitos, as películas de CB hidratadas foram submetidas a cinco ciclos de imersão, de 24 h cada, em soluções de CaCl<sub>2</sub> (11 g.L<sup>-1</sup>) e Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> (8,52 g.L<sup>-1</sup>), após os quais os compósitos foram conduzidos à estufa. Uma vez secos, os materiais foram submetidos à caracterização. Os compósitos obtidos a partir de películas de HS, caju e sisal foram representados por HS-HA, Caju-HA e Sisal-HA, respectivamente.

A análise da microestrutura dos compósitos foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo Zeiss DSM-940A, a 30 keV em um modo de imagens de elétrons secundários (SEI). Para a caracterização mecânica, foi utilizada uma Máquina Universal EMIC, com célula de carga de 500 N, velocidade do ensaio de 12,5 mm/min e a distância entre os apoios 10 cm. O teste de bioatividade foi realizado em fluido corporal simulado (SBF), segundo Kokubo e Takadama (2006).

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra imagens dos nanocompósitos BC-HA secos. Cristais de HA foram precipitados sobre as nanofibrilas de CB como aglomerados de cristalitos e poros distribuídos regularmente na superfície da membrana. Observaram-se cristais de HA típicos na forma globular e de haste, semelhantes aos também observados por outros autores (MOREJÓN-ALONSO et al, 2007; MOREJÓN-ALONSO et al, 2008). Através de medições realizadas a partir do programa ImageJ, obteve-se valor médio de espessura das fibras de 90 nm, comprovando-se o caráter nanométrico da celulose. Quanto à hidroxiapatita, embora essa apresente uma maior distribuição de tamanho de partículas, houve predominância na microescala (2 µm).



**Figura 1.** Micrografias dos compósitos CB-HA obtidos a partir de meio HS, suco de caju e resíduo líquido de sisal, respectivamente, com aumento de 3000 X

No que diz respeito aos compósitos, os parâmetros mecânicos, tensão na ruptura e deformação na ruptura mudaram em relação aos filmes de celulose bacteriana (Tabelas 1 e 2). A adição da apatita mudou a estrutura polimérica do filme dando-lhe menor resistência, porém maior alongamento. Em outras palavras, houve redução da resistência à tração e do módulo de Young do compósito CB-HA em relação à CB pura. Como contrapartida, o compósito apresentou aumento na ruptura ao alongamento, demonstrando incremento na elasticidade do material. A análise mecânica das películas de caju não apresentaram resultados satisfatórios.

**Tabela 1.** Dados de ensaio de tração para as películas de HS e sisal

Película	Espessura ( $\mu\text{m}$ )	Tensão Máxima (Mpa)	Tensão na Ruptura (Mpa)	Deformação na Ruptura (%)	Módulo de Elasticidade (Mpa)
HS	$15,3 \pm 3,0$	$23,3 \pm 4,1$	$23,2 \pm 3,9$	$0,6 \pm 0,1$	$5339,3 \pm 1004,3$
Sisal	$14,9 \pm 3,0$	$20,2 \pm 3,7$	$19,9 \pm 3,6$	$0,8 \pm 0,3$	$3836,6 \pm 1742,0$

**Tabela 2.** Dados de ensaio de tração para os compósitos HS-HA e Sisal-HA

Compósito	Espessura ( $\mu\text{m}$ )	Tensão Máxima (MPa)	Tensão na Ruptura (MPa)	Deformação na Ruptura (%)	Módulo de Elasticidade (MPa)
HS-HA	$81,7 \pm 0,0$	$6,7 \pm 1,0$	$6,6 \pm 0,8$	$4,0 \pm 0,6$	$352,5 \pm 3,2$
Sisal-HA	$82,1 \pm 0,0$	$4,0 \pm 0,7$	$4,0 \pm 0,7$	$3,1 \pm 1,4$	$415,4 \pm 3,1$

Os compósitos obtidos foram observados quanto à habilidade de induzir a nucleação de apatita, quando submetidos ao teste de bioatividade em fluido corpóreo simulado (SBF). A bioatividade de um material se refere à sua capacidade de desenvolver uma ligação estável com tecidos vivos via deposição de hidroxiapatita (CZARNECKA et al., 2008). O experimento foi realizado por 14 dias, período após o qual as amostras foram retiradas do SBF e postas para secar. Elas foram avaliadas segundo diferenças de massa tomadas antes e depois do experimento. A Tabela 3 apresenta as massas percentuais de hidroxiapatita ( $m\%$ ) depositadas sobre os compósitos mediante o teste de bioatividade.

**Tabela 3.** Massa percentual de hidroxiapatita depositada após teste de bioatividade

Compósito	$m\%$ HA (g)
CB-HA	$17,7 \pm 0,5$
CB-Caju	$23,0 \pm 1,4$
CB-Sisal	$22,5 \pm 5,9$

A formação de uma camada de apatita sobre o compósito em um curto período de tempo (14 dias) está de acordo com a literatura. Segundo Chern Lin et al. (2001) e Hutchens (2006), a HA, originalmente formada sobre a celulose durante os ciclos de imersão, permite a deposição imediata da camada biomimética de apatita em sua superfície, o que favorece a ligação rápida com o osso quando implantada em um organismo vivo.

Para as películas puras, que foram utilizadas como controle, também ocorreu deposição, porém em menor extensão.

#### 4 CONCLUSÃO

As bioceluloses, obtidas a partir dos agro-resíduos, bem como seus compósitos derivados, não apresentaram diferenças significativas entre si. A hidroxiapatita foi depositada com certa regularidade, ocupando espaços entre as fibras dos biopolímeros e apresentou comportamento cristalográfico bem próximo à apatita natural ou biológica. De um modo geral, as películas mostraram-se adequadas para a elaboração de compósitos com potencial aplicação na área biomédica.

#### AGRADECIMENTOS

A Universidade Federal do Ceará, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, à Funcap e à Embrapa.

#### REFERÊNCIAS

CHERN LIN, J. H.; KUO, K. H.; DING, S. J.; JU, C. P. Surface reaction of stoichiometric and calcium-deficient hydroxyapatite in simulated body fluid. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, Berlim, v. 12, n. 8, p. 731-741, 2001.

CZARNECKA, B.; COLEMAN, N. J.; SHAW, H.; NICHOLSON, J. W. *Dental Medical Problems*, v. 45, p. 5-11, 2008.

DUGAN, J. M.; GOUGH, J. E.; EICHHORN, S. J. Bacterial cellulose scaffolds and cellulose nanowhiskers for tissue engineering. *Nanomedicine*, Londres, v. 8, n. 2, p.287-298, 2013.

GAMA, M. *Bacterial Cellulose: A Sophisticated Multifunctional Material*. Vol. 9. CRC Press LLC, 2012.

HESTRIN, S.; SCHRAMM, M. Synthesis of cellulose by *Acetobacter xylinum*. II. Preparation of freeze-dried cells capable of polymerizing glucose to cellulose. *Biochemical Journal*, Londres, v. 58, n.2, p. 345-352, 1954.

HUANG, Y.; ZHU, C.; YANG, J.; NIE, Y.; CHEN, C.; SUN, D. Recent advances in bacterial Cellulose. *Cellulose*, Berlim, v. 21, n. 1, p. 1-30, 2014.

HUTCHENS, S. A.; BENSON, R.S.; EVANS, B.R.; O'NEILL, H. M.; RAWN, C. J. Biomimetic synthesis of calcium-deficient hydroxyapatite in a natural hydrogel. *Biomaterials*, Amsterdam, v. 27, n. 26, p. 4661-4670, 2006.

KOKUBO, T.; TAKADAMA, H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? *Biomaterials*, Amsterdam, v. 27, n. 15, p. 2907-2915, 2006.

FU, L.; ZHANG, Y.; ZHANG, J.; YANG, G. Bacterial Cellulose for Skin Repair Materials. In: FAZEL-REZAI, R. (Ed.) *Biomedical Engineering - Frontiers and Challenges*. Editora Intech, Rijeka, 2011. p. 249-274.

MOREJÓN-ALONSO L; CARRODEGUAS R. G.; GARCÍA-MENOCAL J. A. D. Transformations in CDHA/OCP/ $\beta$ -TCP scaffold during ageing in simulated body fluid at 36.5°C. *Journal of Biomedical Materials Research—part B*, Nova York, v. 84B, n. 2, p. 386-393, 2008.



MOREJÓN-ALONSO, L.; CARRODEGUAS, R. G.; GARCÍA-MENOCAL, J. A. D.; PÉREZ, J. A. A.; MANENT, S. M. Effect of sterilization on the properties of CDHA-OCP- $\beta$ -TCP biomaterial. *Materials Research*, São Carlos, v. 10, n. 1, p.15–20, 2007.

PETERSEN, N., GATENHOLM, P. Bacterial cellulose-based materials and medical devices: Current state and perspectives. *Applied Microbiology and Biotechnology*, Berlim, v. 91, n. 5, p. 1277-1286, 2011.

ZIMMERMANN, K. A.; LEBLANC, J. M.; SHEETS, K. T.; FOX, R. W.; GATENHOLM, P. Biomimetic design of a bacterial cellulose/hydroxyapatite nanocomposite for bone healing applications. *Materials Science and Engineering C*, Amsterdam, v. 31, n. 1, p.43-49, 2011.

---

## PAINÉIS PRODUZIDOS A PARTIR DA CASCA DO COCO VERDE SEM ADIÇÃO DE RESINAS SINTÉTICAS

Celso P. Araújo Junior<sup>1</sup>, Carlos A. Cáceres<sup>2</sup>, Adriano L. A. Mattos<sup>3</sup>, Men de Sá M. Souza Filho<sup>3</sup>, Judith P. A. Feitosa<sup>4</sup>, Celli R. Muniz<sup>3</sup>, \*Morsyleide F. Rosa<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal do Ceará. <sup>2</sup>Universidade da Integração Internacional da Lusofonia Afro-Brasileira. <sup>3</sup>Embrapa Agroindústria Tropical. <sup>4</sup>Universidade Federal do Ceará.

\*morsyleide.rosa@embrapa.br

**Classificação:** Novos Materiais e Processos em Nanotecnologia e suas Aplicações no Agronegócio.

### Resumo

Painéis lignocelulósicos substituem a madeira em diversas aplicações. Comumente, esse painéis necessitam da adição de resinas sintéticas para promover a aglutinação e assegurar determinadas características ao produto final. Entretanto, essas resinas podem apresentar liberação de substâncias tóxicas ao longo do tempo. O objetivo desse trabalho foi caracterizar os painéis produzidos a partir da casca do coco verde sem adição de resinas sintéticas e analisar a influência da temperatura de pressão sobre as propriedades finais dos painéis. Foi possível obter painéis com boa estabilidade dimensional, sem a necessidade de aglutinantes externos.

**Palavras-chave:** Coco verde; Resíduos; Painéis sem aglutinantes; Lignina

### PANELS MADE FROM COCONUT HUSK WITHOUT ADDITION OF SYNTHETIC RESINS

#### Abstract

Lignocellulosic panels replace wood in many applications. Usually, these panels need the addition of synthetic resins to promote bonding and to ensure certain features to the product. However, these resins may liberate toxic substances throughout the material lifetime. The aim of this study was to characterize the panels produced from coconut husk without adding synthetic resins and to analyze the influence of pressing temperature on the final properties of the panels. The production of panels with good dimensional stability was achieved, without the addition of external binders.

**Keywords:** Unripe coconut; Waste; Binderless boards.; Lignin

## 1 INTRODUÇÃO

A produção nacional média de coco verde corresponde a aproximadamente 2 milhões de toneladas por ano (IBGE, 2013), o que está diretamente relacionado com o grande volume de resíduos gerados. Entretanto, o resíduo do coco verde pode atuar como uma fonte alternativa de matéria-prima para produção de painéis que tradicionalmente são produzidos a partir da madeira. Isso porque a casca do coco é um material rico em lignina e celulose, dentre outros constituintes, que, sob condições adequadas, é capaz de servir como ligante natural, dispensando o uso de resinas sintéticas (VAN DAM *et al.*, 2004) na aglutinação de painéis tradicionais que, além de encarecer o produto final, são carcinogênicas (HASHIM,2012; IARC, 2014).