

PREPARO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOFILMES COMESTÍVEIS A BASE DE NANOESTRUTURAS POLIMÉRICAS EM MATRIZES DE PECTINA

Vanessa S. Santos¹, Juliana R. Souza², Luiz H. C Mattoso², Fauze A. Aouada¹, Márcia R. de Moura¹

1 – UNESP – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Grupo de Compósitos e Nanocompósitos Híbridos (GCNH), Departamento de Física e Química (DFQ), Programa de Pós Graduação em Ciência dos Materiais, Faculdade de Engenharia da Unesp de Ilha Solteira (FEIS), Ilha Solteira, SP, Brasil. 2-Embrapa Instrumentação, São Carlos-SP, Brasil
solfavanessa@gmail.com

Classificação: Desenvolvimento de nanocompósitos a partir de fontes renováveis.

Resumo

O objetivo deste trabalho foi produzir filmes biodegradáveis com nanopartículas de quitosana em matrizes de pectina. As nanopartículas foram obtidas por condensação de refluxo, e os filmes produzidos através da técnica de *casting*, utilizando-se uma solução filmogênica composta por nanopartículas de quitosana (NPsQs) e pectina, em concentração de 2% (m/v). As nanopartículas em solução foram caracterizadas quanto ao seu tamanho através de espalhamento de luz dinâmica (DLS) e sua estabilidade, medida por potencial Zeta. Os filmes foram analisados por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR).

Palavras-chave: Filmes comestíveis; Nanopartículas de quitosana; Pectina

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF EDIBLE BIOFILMS BASED ON POLYMERIC NANOESTRUTURES IN PECTIN MATRIX

Abstract

The objective of this work was to produce biodegradable films with chitosan nanoparticles in pectin matrix. The nanoparticles were obtained by reflux condenser and the films were produced by the casting technique, using a film-forming solution composed of chitosan nanoparticles (NPsQs) and pectin, in a concentration of 2% (m / v). The nanoparticles in solution were characterized by their size through dynamic light scattering (DLS) and their stability, as measured by Zeta potential. The films were analyzed by the Fourier transform infrared spectrum (FT-IR).

Keywords: Edible films, Chitosan nanoparticles, Pectin

Publicações relacionadas: Apresentou no 14º Congresso Brasileiro de Polímeros (CBPOL), (Vanessa et. al, 2017, Águas de Lindóia- SP.

1 INTRODUÇÃO

A pectina é um polissacarídeo encontrado nas paredes celulares de todas as plantas e também como subproduto do processamento de sucos de maçã e de laranja (CIRIMINNA et al., 2015). É um hidrocolóide capaz de formar redes que capturam a água e formam géis em concentrações abaixo de 1%, além de não apresentar nenhum risco a saúde em sua ingestão. Devido a isso, a pectina é comercializada como agente gelificante, e é um dos biopolímeros mais utilizados na formação

de embalagens comestíveis, sendo usada como matriz em soluções filmogênicas (ABID et al., 2017).

Porém, apesar das características adequadas, as embalagens à base de biopolímeros ainda apresentam algumas propriedades físico-químicas desfavoráveis, que acabam dificultando a sua aplicação quando comparadas às embalagens tradicionais como: baixa propriedade de barreira e baixa resistência mecânica (CERQUEIRA et al 2011). Como forma de contornar esse problema, pesquisadores têm buscado a inserção de materiais nanoestruturados, como por exemplo, a adição de nanopartículas (NPs) de quitosana (QS) (ANTONIOU et al., 2010; ASSIS, 2010). A quitosana (QS), é um biopolímero obtido a partir da desacetilação (hidrólise alcalina) da quitina. Essa por sua vez é encontrada no exoesqueleto de crustáceos e insetos. Sua aplicação como nanopartículas melhoram as propriedades térmicas, mecânicas e tende a diminuir a permeabilidade ao vapor de água nos filmes (MOURA et al., 2009; DURAN et al., 2006). Os estudos sobre nanotecnologia já são bem difundidos no meio científico e referem-se à manipulação de sistemas físicos, que produzem informações significativas em uma escala conhecida como nano (10^{-9} m = 1nm) (CRESPILHO, 2005; CASANOVA, 2010). O objetivo deste trabalho, foi produzir filmes biodegradáveis com nanopartículas de quitosana em matrizes de pectina, para a aplicação em embalagens comestíveis.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Solução de nanopartículas

As nanopartículas foram preparadas através da polimerização do ácido metacrílico (MAA), em solução de quitosana, em duas etapas [10].

1º Etapa: Foi solubilizado 0,2% (m/v) de quitosana em solução aquosa de ácido metacrílico sob agitação constante durante 5 horas.

2º Etapa: A solução então foi transferida para um condensador de refluxo e, a essa, adicionou-se $K_2S_2O_8$ como iniciador. O sistema foi fechado e mantido a 70 °C, para que ocorresse a polimerização do ácido metacrílico. Ao longo da reação, ocorre o aumento de poli (ácido metacrílico) na solução, essa muda de clara para uma suspensão opalescente, indicando a formação de nanopartículas (QS-PMMA). Após 1h de reação, a suspensão foi imersa em banho de gelo.

Preparação dos filmes

Os filmes foram preparados através da técnica de *casting*. A pectina, com alto grau de metoxilação, foi dissolvida na solução de QS-PMMA e mantida sob agitação vigorosa (15.000 rpm) durante 24h. Após esse período a mesma foi mantida em repouso para subtração das bolhas.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Espectro de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR).

A Fig. 1 mostra os espectros vibracionais na região do infravermelho da quitosana pura (pó) (Fig.1(a)), pectina pura (pó) (Fig.1(b)) e do filme de nano partículas de quitosana (NPsQs) em matriz de pectina (Fig.1(c)). Através deles é possível observar a interação entre o grupamento amina da quitosana (Qs) e o grupamento ácido do PMAA. O espectro de quitosana pura, representado pela Fig.1(a), apresenta pico característico correspondente ao estiramento da ligação C=O da amina primária, em aproximadamente 1649 cm^{-1} . Os picos referentes ao estiramento C-O podem ser observados em 1083 cm^{-1} e 1020 cm^{-1} , sendo possível ainda observar as vibrações dos anéis piranosídicos em aproximadamente 620 cm^{-1} (TONHI et al., 2002). Comparando os espectros da Fig.1(a) e 1(c) é possível observar a interação iônica entre o MAA e a quitosana, o que caracteriza a formação de nanopartículas. Tal fato está evidenciado pelo surgimento de duas novas bandas em aproximadamente 1638 cm^{-1} e 1545 cm^{-1} , referente aos grupos COO⁻ e grupo NH₃⁺, respectivamente. Através do espectro

da matriz utilizada para preparação dos filmes, representado pela Fig.1(b), observa-se picos bem evidenciados entre 1750 cm^{-1} e 1350 cm^{-1} , que caracterizam o estado dos grupos carboxílicos (FILIPOV, 1999). A banda em aproximadamente 1743 cm^{-1} é indicativa do estiramento C=O de grupos carboxílicos não-ionizados (metilados ou protonados), e a intensidade do pico nessa região é um indicativo de que a pectina utilizada é de alto grau de metoxilação.

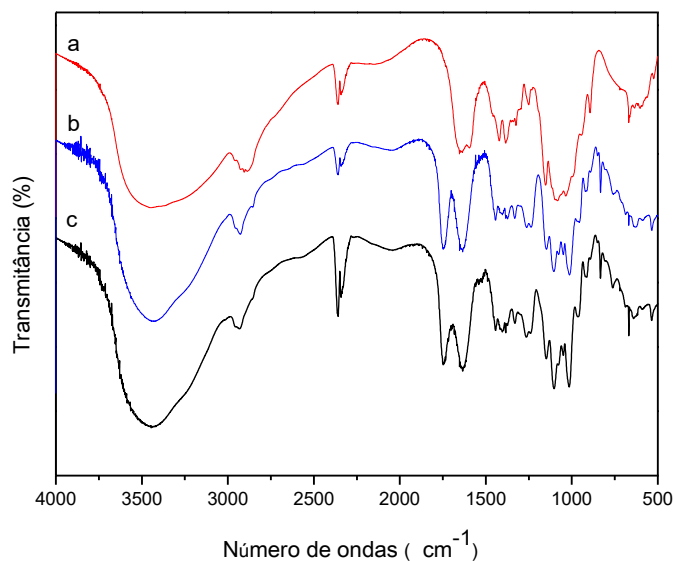


Figura 1- Espectros de infravermelho: quitosana pura (a), pectina pura (b) e NPsQs em matriz de pectina (c)

3.2 Espalhamento de luz dinâmica (DLS)

O tamanho das nanopartículas é um fator que influencia diretamente na estabilidade da solução e pode modificar significativamente algumas propriedades do material. Através do Espalhamento de luz dinâmica (DLS) determinou-se o tamanho das nanopartículas de quitosana em solução. O teor de nanopartículas na solução foi de 2%, e estas apresentaram-se esféricas com tamanho médio de 317 nm.

3.3 Potencial Zeta

Através do potencial Zeta, pode-se determinar a estabilidade da solução de NPsQs. Os valores obtidos são dependentes do tamanho da partícula em solução e, quanto maior o tamanho da partícula maior será a concentração de íons NH_3^+ . Os valores dos tamanhos das partículas e do potencial Zeta, estão apresentados na tabela 1. Tais valores indicam que a solução é favorável para a formação de suspensão de partículas estáveis, pois apresentam-se superiores, em módulo, a +20 V (LOREVICE et al., 2014)

Tabela 1. Valores médio do potencial Zeta da solução de NPsQs

Tamanho (nm)	Potencial Zeta (V)
316	+20,8
316	+20,9
320	+22,5
Média	
317	+21,4

4 CONCLUSÃO

Os filmes bioativos nanoestruturados foram obtidos com sucesso, apresentando aspecto homogêneo e contínuo, além de ligeira transparência e maleabilidade, propriedades estas consideradas satisfatórias. De acordo com os resultados obtidos pelas análises de espectroscopia na região do infravermelho (FT-IR) é possível comprovar a interação entre as nanopartículas e a matriz polimérica. Através dos

valores do potencial Zeta pode-se concluir que a solução de NPsQs é estável. Sendo assim, a nanotecnologia pode servir de grande auxílio para melhorar as propriedades dos filmes, contribuindo para o desenvolvimento de novos materiais, tornando-os potenciais candidatos a serem aplicados em embalagens.

AGRADECIMENTOS

UNESP, EMBRAPA, CAPES, FAPESP ao CNPq.

REFERÊNCIAS

ABID, M et al. Characterization of pectins extracted from pomegranate peel and their gelling properties. *Food Chemistry*. v 215, p. 318-325, 2017.

ANTONIOU, J. et al. Characterization of tara gum edible films incorporated with bulk chitosan and chitosan nanoparticles: a comparative study. *Food Hydrocolloids*, v. 44, p. 309 - 319, 2015.

ASSIS, O. B. G.; Alteração do caráter hidrofílico de filmes de quitosana por tratamento de plasma de HMDS. *Química Nova*, São Carlos, v. 33, n. 3, p 603-606, 2010.

CASANOVA, M. C. R. Síntese, caracterização e estudo da estabilidade de nanopartículas metálicas estabilizadas em polieletrólitos e tióis. Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2010.

CERQUEIRA, M. A. et al. Galactomannans use in the development of edible films/coatings for food applications. *Trend in Food Science & Technology*, v. 22, p. 662 - 671, 2011.

CIRIMINNA, R. et al. Pectin: A new perspective from the biorefinery standpoint. *Bioproducts and Biorefining*, v. 4, p. 377, 2015.

CRESPILHO, F. N. A nanociência em parceria com o meio ambiente. In: Rubens Pantano Filho, Derval dos Santos Rosas. (org.), Ed.1 ; múltiplos olhares, Campinas,v. 1, p. 1-8, 2005.

DURAN, N.; DE MORAIS, P. C.; MATTOSO, L.H.C. Nanotecnologia-introdução, preparação e caracterização de nanomateriais e exemplos de aplicação. *Embrapa Instrumentação*. São Paulo: [s.n.], 2006.

FILIPOV, M. P. *Food Hydrocoll* , 115, Salvador, 1999, Vol. 1, 343.

MOURA, M. R.; AOUADA, F. A.; MATTOSO, L. H. C. Preparation of chitosan nanoparticles using methacrylic acid. *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 321, 477-483, 2008.

MOURA, M. R., et al. Improved barrier and mechanical properties of novel hydroxypropyl methylcellulose edible films with chitosan/tripolyphosphate nanoparticles. *Journal of Food Engineering*, v. 92, p. 448 - 453, 2009.

LOREVICE, M.V.; DE MOURA, M.R.; MATTOSO, L.H.C. Nanocompósito de polpa de mamão e nanopartículas de quitosana para aplicação em embalagens. *Química Nova*, v. 37, n.6, p. 931-936, 2014.

TONHI, E.; PLEPIS, A. M. G. Obtenção e caracterização de blendas colágeno- quitosana. *Química Nova*, v. 25, p. 943- 948, 2002.