

ISSN 2175-8395

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

REDE DE NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO

ANAIS DO VI WORKSHOP – 2012

Maria Alice Martins
Morsyleide de Freitas Rosa
Men de Sá Moreira de Souza Filho
Nicodemus Moreira dos Santos Junior
Odílio Benedito Garrido de Assis
Caue Ribeiro
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

Editores

Fortaleza, CE
2012

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Instrumentação

Rua XV de Novembro, 1452,
CEP 13560-970 – São Carlos, SP
Fone: (16) 2107-2800
Fax: (16) 2107-2902
<http://www.cnpdia.embrapa.br>
E-mail: sac@cnpdia.embrapa.br

Embrapa Agroindústria Tropical

Rua Dra. Sara Mesquita, 2270,
CEP 60511-110 – Fortaleza, CE
Fone: (85) 3391-7100
Fax: (85) 3391-7109
<http://www.cnpat.embrapa.br>
E-mail: sac@cnpat.embrapa.br

**Comitê de Publicações da Embrapa
Instrumentação**

Presidente: João de Mendonça Naime
Membros: Débora Marcondes Bastos Pereira
Milori, Washington Luiz de Barros Melo, Sandra
Protter Gouvêa, Valéria de Fátima Cardoso.
Membro suplente: Paulo Sérgio de Paula
Herrmann Júnior

**Comitê de Publicações da Embrapa
Agroindústria Tropical**

Presidente: Antonio Teixeira Cavalcanti Júnior
Secretário-Executivo: Marcos Antonio Nakayama
Membros: Diva Correia, Marlon Vagner Valentim
Martins, Arthur Cláudio Rodrigues de Souza, Ana
Cristina Portugal Pinto de Carvalho, Adriano
Lincoln Albuquerque Mattos e Carlos Farley
Herbster Moura

Supervisor editorial: Dr. Victor Bertucci Neto
Capa: Mônica Ferreira Laurito, Pedro Hernandes Campaner
Imagens da capa:

- Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus Loures Mourão, Viviane Soares
- Imagem de MEV de Eletrodeposição de cobre – Luiza Maria da Silva Nunes, Viviane Soares
- Imagem de MEV de Colmo do sorgo – Fabrício Heitor Martelli, Bianca Lovezutti Gomes, Viviane Soares
- Imagem de MEV-FEG de HPMC com nanopartícula de quitosana – Marcos Vinicius Lorevice, Márcia Regina de Moura Aouada, Viviane Soares
- Imagem de MEV-FEG de Vanadato de sódio – Waldir Avansi Junior
- Imagem de MEV de Fibra de pupunha – Maria Alice Martins, Viviane Soares

1ª edição

1ª impressão (2012): tiragem 300

Todos os direitos reservados.

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº. 9.610).

**CIP-Brasil. Catalogação na publicação.
Embrapa Instrumentação**

Anais do VI Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio 2012 – São Carlos: Embrapa Instrumentação; Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2012.

Irregular
ISSN: 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Rosa. Morsyleide de Freitas. III. Souza Filho, Men de Sá Moreira de. IV. Santos Junior, Nicodemos Moreira dos. V. Assis, Odílio Benedito Garrido de. VI. Ribeiro, Caue. VII. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. VIII. Embrapa Instrumentação. IX. Embrapa Agroindústria Tropical.

© Embrapa 2012



NANOPARTÍCULAS POLIMÉRICAS APLICADAS NA MELHORIA DAS PROPRIEDADES DE NANOCOMPÓSITOS

Márcia Regina de Moura^{1,2*}, Luiz Henrique Capparelli Mattoso², Valtencir Zucolotto¹

¹Instituto de Física de São Carlos, USP, São Carlos/SP

²Laboratório Nacional de Nanotecnologia para o Agronegócio,
Embrapa Instrumentação, São Carlos/SP - *marciadqi@gmail.com

Projeto Componente: PC3 **Plano de Ação:** PA2

Resumo

O interesse em aplicar polímeros biodegradáveis em embalagens, tem incentivado vários estudos no desenvolvimento de materiais provenientes de fontes naturais. O presente trabalho envolve a síntese de nanopartículas de quitosana e introdução dessas em matrizes de carboximetilcelulose. O procedimento consiste em dois passos: síntese de nanopartículas e formação dos nanocompósitos. Os nanocompósitos sintetizados foram caracterizados por: testes de solubilidade, análise mecânica de resistência e análise da temperatura de degradação térmica.

Palavras-chave: Nanopartículas de quitosana, nanocompósitos, carboximetilcelulose.

Publicações relacionadas

Márcia R. de Moura; Marcos V. Lorevice; Luiz H. C. Mattoso; Valtencir Zucolotto. Highly stable, edible cellulose films incorporating chitosan nanoparticles. *Journal of Food Science* 2011, 76, 25.

Introdução

As nanopartículas poliméricas podem ser sintetizadas a partir de polímeros sintéticos como poliacrilatos e policaprolactona ou polímeros naturais como gelatina e quitosana [1,2]. Vários métodos de preparação são encontrados na literatura. Esses métodos podem ser classificados em duas principais categorias: (i) as que requerem uma reação de polimerização ou (ii) as que se utilizam diretamente uma macromolécula, ou um polímero pré-formado [3].

Aplicações de nanopartículas poliméricas em embalagens já vêm sendo reportadas. Moura et al., 2008 [4] avaliaram o potencial de aplicação de nanopartículas de quitosana em filmes de hidroxipropil metilcelulose para melhoria nas propriedades mecânicas e de barreira. Os autores

observaram um aumento nos valores das propriedades mecânicas e diminuição na permeabilidade ao vapor de água com a adição das nanopartículas nos filmes. Lima et al. 2010 [5] relataram a análise de genotoxicidade dessas nanopartículas de quitosana, utilizando ensaios citogenéticos empregando culturas de linfócitos humanos. Os dados sugeriram que as partículas menores podem ser utilizadas de forma segura.

Neste trabalho o objetivo é incorporar nanopartículas de quitosana em matrizes de carboximetilcelulose (CMC) e analisar a estabilidade térmica, solubilidade e resistência mecânica dos nanocompósitos formados. Estes nanocompósitos podem ser uma alternativa para a substituição de embalagens derivadas do petróleo na indústria.

Materiais e métodos

As nanopartículas de quitosana foram preparadas por polimerização do ácido metacrílico em solução de quitosana, a partir de duas etapas de acordo com um trabalho já realizado no grupo [6]. A quitosana foi solubilizada em solução de ácido metacrílico, sob agitação magnética. As concentrações de quitosana utilizadas na síntese foram de 0,2; 0,5 e 0,8 (% m/v). Para o preparo dos nanocompósitos, em forma de filmes, foi empregada a técnica de "casting", que consiste no preparo de solução coloidal composta de água, CMC com e sem nanopartículas, depositado em um suporte, seguido de secagem.

Para determinação da solubilidade do filme em água utilizou-se um procedimento modificado por Gontard et al., 1992 [7]. A temperatura de degradação foi analisada em um TGA Q-500. Aproximadamente 4-5 mg da amostra foram analisados em panela de platina. Os experimentos foram programados com rampa de aquecimento de 20 até 500 °C, com razão de aquecimento de 10 °C/min para cada amostra. A vazão de nitrogênio foi mantida em 60 cm³/min. Todas as análises foram feitas em triplicatas. As resistências mecânicas dos nanocompósitos foram determinadas pelos testes de tração (ASTM D882-97).

Resultados e discussão

Todos os nanocompósitos sintetizados com CMC e nanopartículas de quitosana apresentaram características primordiais para a obtenção dos filmes, ou seja: manuseabilidade, homogeneidade e continuidade (Fig. 1).



Fig. 1: Nanocompósito contendo CMC e nanopartículas de quitosana.

A solubilidade dos materiais contendo somente CMC é muito alta, ou seja, o filme praticamente se desintegra ao ser imerso em solução aquosa. Devido a esse fato, há o interesse em

diminuir essa solubilidade do filme com adição de nanopartículas na matriz de CMC, formando nosso nanocompósito.

Na Tab. 1 nós observamos o efeito da adição de nanopartículas de quitosana na matriz do filme nos valores de solubilidade.

Tab. 1: Solubilidade em água dos diferentes filmes contendo nanopartículas.

Tamanho de partícula (nm)	Solubilidade (%)
somente CMC	100 ± 1,1
110 nm	92,3 ± 1,3
82 nm	97,3 ± 1,5
59 nm	97,0 ± 1,0

Como podemos observar, a adição de nanopartículas provoca um decréscimo na solubilidade do filme. Esse resultado é interessante para aplicação como embalagens. Uma diminuição, mesmo que pequena, na solubilidade pode vir a causar um aumento no tempo de prateleira de produtos alocados nessas embalagens.

Os filmes que contêm somente CMC apresentam temperatura de degradação térmica em 240 ± 7 °C. Nos nanocompósitos com as nanopartículas em sua composição, a temperatura de degradação térmica aumenta para 266 ± 3 (110 nm), 260 ± 4 (82 nm) e 258 ± 5 °C (59 nm). Esse fato é muito importante para o processamento de filmes na indústria, pois a temperatura de degradação influencia na temperatura de processamento dos filmes. Podendo assim, diminuir o tempo de preparo do material, diminuindo os custos do processo. As características térmicas do polímero, principalmente no caso de materiais utilizados em embalagens, são de extrema importância.

Um dos desafios da pesquisa é alcançar um tempo de vida útil controlada, ou seja, a embalagem deve manter-se estável e manter suas propriedades durante o armazenamento do produto. Sendo assim, medimos os valores das resistências dos nanocompósitos dois dias e oito meses após o preparo. Na Tab. 2 são apresentados os dados de tensão máxima dos filmes obtidos nesses testes. O aumento na resistência dos filmes, que contêm nanopartículas inclusas, é devido a maior compactação que essas partículas causam no filme, resultando no reforçamento da sua matriz.

As nanopartículas com tamanhos maiores provocam um aumento maior nos valores de tensão dos nanocompósitos quando comparadas com as partículas de tamanho menores. Esse fato ocorre

porque, as nanopartículas maiores ocupam os espaços vazios nos poros do filme de CMC, aumentando o colapso dos poros nos filmes, resultando em um aumento nas propriedades de ruptura dos filmes, tornando esses mais resistentes.

Tab. 2: Tensão máxima dos nanocompósitos com dois dias e com oito meses de estocagem após o preparo.

Tamanho de Partícula (nm)	Tensão (MPa) 2 dias depois da preparação	Tensão (MPa) 8 meses depois da preparação
Sem nanopartículas	5 ± 0,70	5 ± 0,82
59	19 ± 1,14	18 ± 1,08
82	28 ± 1,42	25 ± 1,81
110	32 ± 1,20	31 ± 1,10

Além disso, de acordo com a tabela, é possível observar que os nanocompósitos apresentaram estabilidade e conservação das propriedades de tensão ao longo de oito meses.

Conclusões

O estudo sugere que os nanocompósitos de CMC com nanopartículas de quitosana inclusas, oferecem grande potencial para serem aplicados em alimentos no futuro. Foram observadas reduções na solubilidade e aumento na resistência destes.

A resistência mecânica foi mantida por um período de até oito meses, prazo em que foi realizada nova medida da propriedade no material. Um fato interessante foi o pequeno aumento na estabilidade térmica nos filmes com a presença de nanopartículas, que foi observado pelo aumento na temperatura de degradação.

Agradecimentos

FAPESP, USP, CAPES, CNPQ, FINEP, FIPAI, EMBRAPA.

Referências

1. J. Panyam; V. Labhasetwar *Adv. Drug Deliv. Rev.* 2003, 55, 329.
2. S. S. Qurrat-ul-ain; G. K. Khuller; S. K. Garg *J. Antimicrob. Chemother.* 2003, 51, 931.
3. S. R. Schaffazick; S. S. Guterres; L. L. Freitas; A. R. Pohlmann *Quím. Nova* 2003, 26, 726.

4. M. R. de Moura; R. J. Avena-Bustillos; T. H. McHuGH; J. M. Krochta; L.H.C. Mattoso *J. Food Sci.* 2008, 73, 31.
5. R. de Lima; L. Feitosa; A. do E. S. Pereira; M. R. de Moura; F. A. Aouada; L. H. C. Mattoso; L. F. Fraceto *J. Food Sci.* 2010, 75, 89.
6. M. R. de Moura; F. A. Aouada; L.H.C. Mattoso *J. Colloid Interface Sci.* 2008, 321, 477.
7. N. Gontard; S. Guilbert; J. L. Cuq *J. Food Sci.* 1992, 57, 190.