

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  
Nicodemos 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](mailto: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](mailto: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

# FILMES COMESTÍVEIS NANOESTRUTURADOS BASEADOS EM PECTINA E NANOPARTÍCULAS DE $Mg(OH)_2$ : NOVOS MATERIAIS PARA EMBALAGENS BIOATIVAS

Lais A. de Camargo<sup>(1,2)</sup>, Francys K. V. Moreira<sup>(1,3)</sup>, José M. Marconcini<sup>(1)</sup> e Luiz H. C. Mattoso<sup>\*(1)</sup>

<sup>1</sup>Laboratório Nacional de Nanotecnologia Aplicada ao Agronegócio, LNNA, EMBRAPA-CNPDI, São Carlos, SP, Brasil. e-mail: \*mattoso@cnpdia.embrapa.br

<sup>2</sup> Graduação em Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP.

<sup>3</sup> Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, PPG-CEM, UFSCar, São Carlos, SP, Brasil.

Projeto Componente: PC 4

Plano de Ação: 4

## Resumo

O presente trabalho envolve a síntese de nanopartículas de hidróxido de magnésio (HM) e incorporação destas em filmes comestíveis de pectina. As nanopartículas foram caracterizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difratomia de Raios-X (DRX) e Espalhamento dinâmico de Luz (EDL). Os filmes nanoestruturados foram preparados por *casting*/evaporação e caracterizados por ensaios uniaxiais de tração. Aumento nos valores de módulo elástico e resistência à tração foram observados para os filmes incorporados com 5% de HM confirmando o efeito de reforçamento das nanopartículas na matriz polimérica.

Palavras-chave: Pectina, Filmes Comestíveis, Hidróxido de Magnésio, bionanocompósitos.

## Introdução

Para aumentar a qualidade e a segurança dos alimentos torna-se altamente desejável o desenvolvimento de novas embalagens bioativas capazes de interagir com os produtos embalados, modificando positivamente suas propriedades. Estas embalagens podem ser preparadas a partir de novos bionanocompósitos estruturados por biopolímeros comestíveis incluindo proteínas, polissacarídeos e seus derivados [1]. As embalagens bioativas fazem com que algumas propriedades benéficas ao ser humano, já contidas no revestimento, migrem para o alimento enriquecendo-o. A pectina (PEC) é um biopolímero renovável, composto principalmente por cadeias helicoidais de poli( $\alpha$ -(1 $\rightarrow$ 4)-D-ácido galacturônico), Fig. 1 [2].

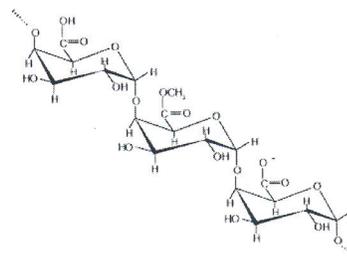


Figura 1. Estrutura molecular da pectina.

Especialmente, as pectinas exibem propriedades fitoquímicas, como prevenção de doenças cardíacas pela redução do colesterol, além de proteção contra hipertensão, diabetes e na progressão do câncer e de metástases [3]. Tais informações mostram um relevante conjunto de propriedades para desenvolvimento de filmes comestíveis e bioativos. As propriedades destes filmes podem ser

melhoradas pela adição de nanopartículas em suas matrizes. Assim por apresentar características importantes, o hidróxido de magnésio (HM),  $Mg(OH)_2$ , tem grande potencial para o desenvolvimento destas tecnologias, como a toxicidade nula, a eco-compatibilidade, a similaridade química, possíveis efeitos de reforço, além de ser considerado seguro para alimentação, devido a sua solubilidade em pHs ácidos como o do trato digestivo, como também pela necessidade deste nutriente no organismo humano [4]. Este trabalho teve como objetivo o desenvolvimento de um bionanocompósito inédito a partir de pectina e  $Mg(OH)_2$  para aplicação como filmes comestíveis e embalagens bioativas.

### Materiais e métodos

**Materiais.** Pectina com GM de 8,4% (CPKelco) foi utilizada neste estudo. Todos os reagentes empregado foram de pureza analítica.

**Síntese do  $Mg(OH)_2$ .** As nanopartículas de  $Mg(OH)_2$  foram sintetizadas via precipitação em fase homogênea (PFH) à 25°C, mediante injeção controlada de solução NaOH 1 M em um reator contendo solução salina  $Mg^{2+}$  sob intensa agitação. As nanopartículas foram recuperadas por centrifugação à 10.000 rpm e secadas por liofilização durante 72 horas.

**Preparação dos Filmes.** Os materiais foram preparados mediante adição de suspensões aquosas das nanopartículas de  $Mg(OH)_2$  em soluções de pectina 1% (m/m) com pH 6-7. Os filmes nanocompósitos foram obtidos por *casting* das misturas em suportes de Teflon e secagem por evaporação à 35°C. Foi estudada a concentração de  $Mg(OH)_2$  de 5% nos filmes de pectina contendo glicerol nas concentrações mássicas de 0 e 30%.

**Caracterizações.** As análises microestruturais foram realizadas por Difratomia de Raios-X (DRX) em um difratômetro XRD6000 (Shimadzu) operando com radiação  $CuK_{\alpha}$  ( $\lambda = 0,154$  nm) e velocidade de varredura de  $2^{\circ}.min^{-1}$ . A morfologia dos filmes foi investigada por Microscopia Eletrônica de Varredura com Canhão de Emissão de Campo (MEV-FEG) utilizando um microscópio JSM-6701F (Jeol) operando com voltagem de aceleração de 3 kV. O tamanho das partículas foi estimado à 25 °C por Espalhamento dinâmico de Luz (EDL), utilizando um espectrômetro de Malvern Nano-ZS (Malvern Instruments). As propriedades mecânicas para os filmes foram

determinadas a partir de curvas tensão-deformação normalizadas pela ASTM D882-09, os quais foram realizados em uma máquina universal teste EMIC DL-3000 com uma célula de carga de 50 kgf [4].

### Resultados e discussão

#### Características do $Mg(OH)_2$

O difratograma do HM sintetizado é apresentado na Fig. 2. Os principais picos ocorrem centrados em 18°, 38°, 51° e 59° de  $2\theta$ , associados aos planos cristalinos (001), (101), (102) e (110), respectivamente. Este perfil corresponde ao  $Mg(OH)_2$  de estrutura hexagonal segundo indexação JCPDS 7-239 [5,6]. Dessa forma, o resultado mostra que a fase  $Mg(OH)_2$  foi sintetizada com sucesso.

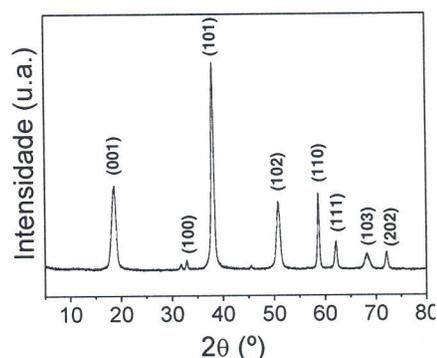


Figura 2. Difratograma para HM sintetizado.

A morfologia da amostra foi investigada por MEV-FEG, Fig. 3. A micrografia revelou claramente partículas de formato hexagonal, como indicado pelos resultados de DR-X.

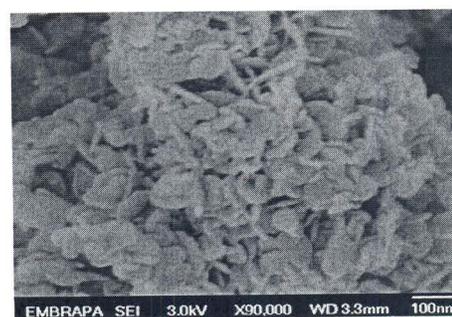


Figura 3. Micrografia de MEV para o HM.

Para confirmar os tamanhos de nanopartículas obtidos na síntese por PFH, a amostra também foi caracterizada por EDL. Como mostrado na Fig. 5, a curva apresenta distribuição monomodal com tamanho médio de nanopartículas aproximado de 87,46 nm.

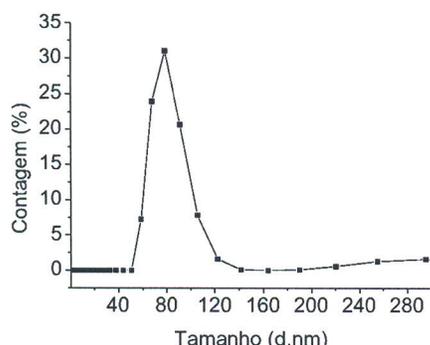


Figura 4. Distribuição de tamanho obtido por EDL.

Este resultado está em boa concordância com os tamanhos representados na micrografia de MEV, confirmam que as nanopartículas de HM foram sintetizadas com sucesso.

#### Efeito da adição do HM sobre os filmes de PEC

A aparência dos filmes preparados é ilustrada na Fig. 5. Pode ser notado que a adição das nanopartículas de HM não alterou a transparência do filme, os quais se apresentaram lisos macroscopicamente homogêneos e com uma boa integridade estrutural.

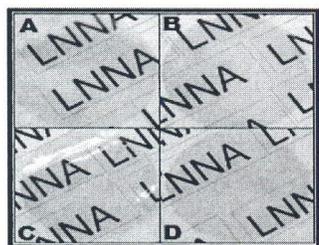


Figura 5. Filmes de pectina (A) puro (B) com 5% de HM (C) com 30% de glicerol (D) com 30% de glicerol e 5% de HM.

Alterações nas propriedades mecânicas dos filmes de pectina foram observadas após a incorporação das nanopartículas de HM, como mostrado na Tab. 1. A  $\sigma_T$  do filme puro foi aumentada de 52,9 para 66,0 MPa pela adição de 5% de HM, enquanto o  $\epsilon_R$  foi praticamente constante, situando-se em torno de 4,5%. O módulo elástico (E) apresentou um ligeiro aumento, variando de 1314 para 1418 MPa. Tais resultados sugerem uma efetiva interação interfacial entre a matriz e as nanopartículas. A adição de nanopartículas resultou em um material mais rígido confirmando o efeito de reforço das nanopartículas na matriz de pectina.

Já para os filmes contendo 30% de glicerol, as variações foram menos pronunciadas pela adição de HM. O  $\sigma_T$  aumentou de 12,7 para 15,6 MPa,

enquanto ambos  $\epsilon_R$  e E foram aproximadamente de 11% e de 250 MPa.

Tabela 1. Propriedades mecânicas (ASTM D882-09).

Amostras	Propriedades Mecânicas		
	E (MPa)	$\sigma_T$ (MPa)	$\epsilon_R$ (%)
0% glicerol			
PEC	1314±153	52,9±7,8	4,2±0,6
PEC 5% HM	1418±257	66,0±8,1	4,6±0,8
30% glicerol			
PEC	273±54	12,7±0,7	14,9±2,7
PEC 5% HM	249±29	15,6±3,4	7,6±1,6

Estas pequenas variações podem estar associadas à grande quantidade de plastificante incorporada no filme, o qual possivelmente reduziu as interações nanopartícula-matriz.

#### Conclusões

Filmes nanoestruturados de pectina/Mg(OH)<sub>2</sub> foram preparados com sucesso neste trabalho. Os resultados dos ensaios mecânicos revelaram um efeito de reforço das nanopartículas sobre os filmes de pectina. Estes resultados mostram que a incorporação desta classe de nanopartículas em matrizes comestíveis possibilita a exploração de novos bionanocompósitos para aplicações na indústria de embalagens e revestimentos bioativos.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, CAPES FINEP/MCT, EMBRAPA e FAPESP (Processo No. 2010/11584-5) pelo suporte financeiro e bolsas de estudo.

#### Referências

1. A. Lopez-Rubio; R. Gavara; J. M. Lagaron. *Trends Food Sci. Technol*, 2006, 567-575.
2. C. A. Campos; L. N. Gerschenson; S. K. Flores. *Food Bioprocess Technol*, 2011, 4, 849-875.
3. M. Bergman; M. Djaldetti; H. Salman; H. Bessler. *Biomed. Pharmacother*, 2010, 64, 44-47.
4. ASTM D882, Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting, 2009.
5. Database of Select Committee on GRAS Substances, Magnesium hydroxide, report. No 60. Disponível em: www.fda.gov.
6. Y. Ding; G. Zhang; H. Wu; B. Hai; L. Wang; Y. Qian. *Chem. Mater*. 2001, 13, 435-440.
7. Y. He; J. Wang; H. Deng; Q. Yin; J. Gong. *Ceram. Int*. 2008, 34, 1399-1403.