

ESTUDO MORFOLÓGICO DA SUPERFÍCIE DE FILMES DE ZEÍNA ELABORADOS COM DIFERENTES SOLVENTES

L. G. C. de Araújo¹, E. S. Medeiros², J. E. Oliveira³, O. B. G. Assis⁴, C. V. B. Araújo⁵

1 (UFRPE), CODAI, São Lourenço da Mata – PE.

2 (UFPB), Centro de Tecnologia (CT), (DEMat), (PPCEM), João Pessoa – PB.

3 (UFLA), (DEG), Engenharia de Materiais, Lavras - MG.

4 Embrapa Instrumentação Agropecuária, (LNNA), São Carlos-SP.

5 Engenheiro Ambiental, João Pessoa – PB.

e-mail de contato: luanacodai@gmail.com

Classificação: Processamento de filmes nanoestruturados para embalagens e conservação de alimentos.

Resumo

Propriedades de superfície dos filmes de zeína foram avaliadas qualitativamente e quantitativamente através da utilização de microscopia de força atômica e um software dedicado para calcular a rugosidade da superfície. Verificou-se que a utilização de diferentes solventes (etanol, metanol, isopropanol e hidróxido de sódio) tem influência sobre as estruturas de superfície dos filmes. Os filmes que foram produzidos com etanol, metanol e álcool isopropílico apresentaram valores mais altos de rugosidade.

Palavras-chave: Zeína; Solventes; Morfologia; Rugosidade; Microscopia de força atômica.

MORPHOLOGICAL SURFACE STUDY OF ZEÍNA FILMS PREPARED WITH DIFFERENT SOLVENTS

Abstract

Surface properties of zein films were assessed qualitatively and quantitatively through the use of atomic force microscopy and dedicated software to calculate surface roughness. It has been found that the use of different solvents (ethanol, methanol, isopropanol and sodium hydroxide) has influence on the surface structures of the films. The films that were produced with ethanol, methanol and isopropyl alcohol presented higher values of surface roughness.

Keywords: Zein; Solvents; Morphology; Roughness; Atomic force microscopy.

Publicações relacionadas:

Efeito de diferentes solventes sobre as propriedades cristalográficas dos filmes de zeína.

Effect of solvent on the determination of the mechanical properties of the films of zein by nanoindentation.

1 INTRODUÇÃO

Zeína é uma proteína encontrada no endosperma do milho e é o subproduto principal da indústria de bioetanol (SHI et al., 2009). Esta proteína natural está contida na farinha de glúten e é produzida como um subproduto do processo de moagem úmida. Zeínas podem ser transformadas em revestimentos transparente, flexível e resistente à água, dissolvendo-a em um solvente hidratado orgânico, tal como etanol ou acetona, e depois submetida à secagem. No entanto, os revestimentos de zeína preparado a partir de etanol aquoso tendem a desintegrar quando entram em contato com a água (YAMADA et al., 1995). Além disso, as zeínas formam filmes com elevada resistência à tração e baixa permeabilidade a vapores de água em comparação com outras proteínas empregadas na produção de filmes. Ela também tem uma propriedade desejável de isolamento térmico (LAI; PADUA, 1997). Por fim, as zeínas são insolúveis em água. A insolubilidade em água é devido ao baixo teor de aminoácidos polares e um elevado teor de aminoácidos não polares (CHO et al., 2002).

A técnica de Microscopia de Força Atômica (AFM) é uma ferramenta poderosa para o estudo de superfícies e tem sido utilizado para fornecer informação qualitativa e quantitativa sobre biopolímeros em escala nanométrica que muitas vezes é inacessível por qualquer outra técnica experimental (ELOFSSON et al., 1997).

Avaliações feitas por AFM podem ser úteis para identificar diferenças estruturais em filmes preparados por diferentes métodos. Medições em escala manométrica, efetuadas por AFM, permitem a quantificação da influência de diferentes fatores como, elasticidade, dureza e a permeabilidade das superfícies (HERRMANN et al., 2004).

Neste trabalho, a morfologia da superfície dos filmes preparados a partir de zeína utilizando misturas de solventes como Etanol (EtOH), Álcool isopropílico (IPA), Metanol (MeOH) e Hidróxido de sódio (NaOH) foram estudados através da microscopia de força atômica (AFM).

2 MATERIAL E MÉTODOS

Zeínas foram obtidas da Aldrich (CAS Number Z3625). O Álcool etílico absoluto P.A. e o Álcool metílico P.A. foram obtidos da FMAIA. Álcool isopropílico P.A. (IPA) foi adquirido da CINÉTICA. Hidróxido de sódio (NaOH) foi adquirido da VETEC. Todas as soluções foram preparadas com água destilada.

A zeína foi dissolvida numa mistura de solvente/água 80:20 (v/v) por agitação mecânica a temperatura ambiente. Foram preparadas quatro soluções de zeína para estudar os efeitos dos diferentes solventes nas propriedades de superfície dos filmes. Todas as soluções foram agitadas por 30 min até total solubilização da zeína. Os filmes foram obtidos segundo a técnica de casting que consiste na preparação da solução filmogênica e aplicação da mesma em um suporte. As quatro soluções foram depositadas em placas de teflon e deixadas à temperatura ambiente por 24h para evaporação do solvente.

A Microscopia de Força Atômica (AFM) foi utilizada para fornecer imagens topográficas e de rugosidade de amostras digitalizadas. A morfologia da superfície dos filmes foi analisada usando o modo de aquisição dinâmico SPM (Scanning Probe Microscope, Série SPM-9600, SHIMADZU), com tamanho de digitalização de $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$. As imagens foram analisadas usando o software Gwyddion-2.29-1.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A morfologia (parâmetro qualitativo) e a rugosidade média (parâmetro quantitativo) dos filmes de zeína foram analisadas por AFM. A Figura 1 mostra a morfologia dos filmes de zeína em diferentes tipos de solventes.

A imagem topográfica do filme de zeína mostrou a formação de uma superficial irregular, revelando características irregulares (imagem ilustrada, na Figura 1a). Para o filme produzido com IPA, a superfície apresentou uma matriz contínua homogênea. Foram observados poros arredondados em toda superfície (Figura 1b). O filme produzido com MeOH mostrou uma superfície irregular com presença de alguns poros (Figura 1c). Visualmente o filme zeínas/MetOH é muito frágil e fragmentado. Já o filme produzido com NaOH mostrou uma matriz contínua com presença de irregularidades (Figura 1d).

As diferenças morfológicas apresentadas nos diferentes filmes podem ser explicadas segundo Selling et al., (2007) que estudou o efeito de diferentes solventes nas estruturas secundárias e terciárias da zeína, mostrando que a adição de álcool isopropílico (IPA), metanol (MeOH) e hidróxido de sódio (NaOH) alteravam sua estrutura.

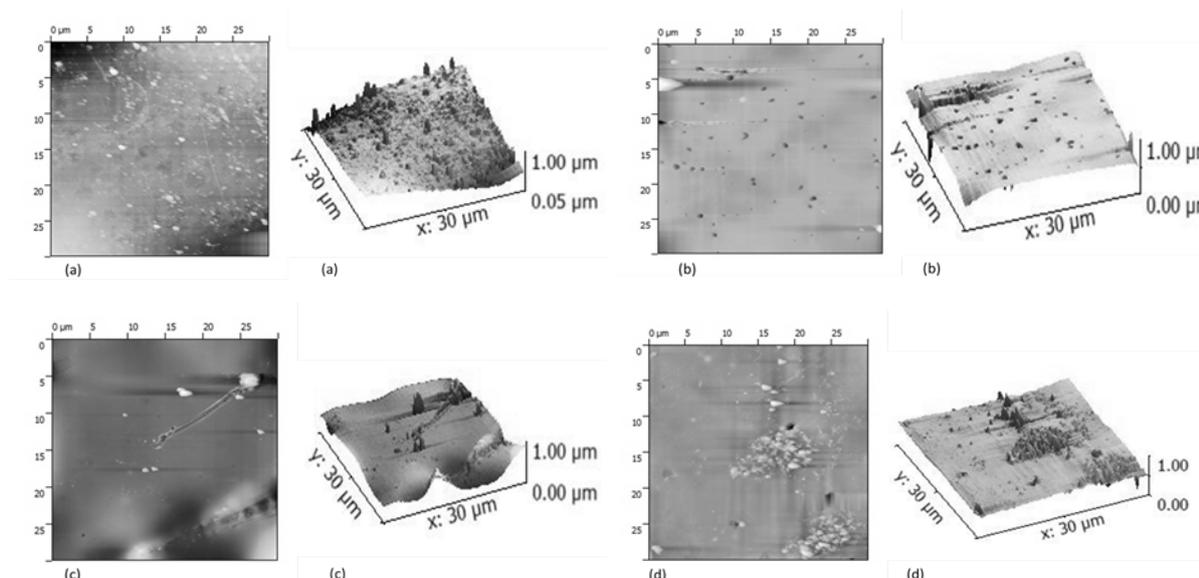


Figura 1. Imagens de AFM dos diferentes filmes de zeína em $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ de tamanho de digitalização: a) EtOH, b) IPA, c) MeOH e d) EtOH/NaOH.

Os valores médios de rugosidade foram utilizados para analisar quantitativamente as estruturas que ocorreram na superfície dos filmes de zeína. Ele é a média aritmética dos valores absolutos dos desvios de superfície, a altura medida a partir de um valor médio sobre a linha. O valor médio é normalmente pré-determinada pelo software de AFM. A Tabela 1 resume o parâmetro de rugosidade média R_a dos diferentes filmes de zeína.

Tabela 4. Comparação dos valores R_a obtidos a partir das imagens de AFM de diferentes filmes

Filme	R_a (nm)
Zeína + EtOH	$20,83 \pm 11,2$ ^a
Zeína + MeOH	$36,95 \pm 6,0$ ^{ba}
Zeína + IPA	$19,74 \pm 9,7$ ^{cba}
Zeína + EtOH/NaOH	$7,49 \pm 3,0$ ^{aca}

Médias seguidas pela mesma letra, na coluna, não são estatisticamente diferentes entre si pelo teste t, a um nível de significância de 5%.

Os resultados da análise de variância para o teste de rugosidade dos filmes, incluídos na Tabela 1, demonstram que houve diferenças significativas, entre os diferentes solventes utilizados.

Verificou-se que a rugosidade média das superfícies dos filmes se apresentaram relativamente alta, com exceção do filme produzido com NaOH que apresentou rugosidade baixa.

As propriedades de superfície dos filmes como a rugosidade e morfologia superficial irão afetar a adesão destes em superfície de interesse como frutas e hortaliças.

4 CONCLUSÃO

Os filmes de zeína produzidos com diferentes solventes modificaram as propriedades de superfície dos filmes. A análise de AFM mostrou que os filmes de zeína contendo EtOH, MeOH e NaOH tiveram superfícies mais irregulares e menos porosas do que o filme contendo IPA.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq, Finep, Capes e Projeto MP1 Rede Agronano – Embrapa.

REFERÊNCIAS

- SHI, K.; KOKINI, J. L.; HUANG, Q. Engineering Zein Films with Controlled Surface Morphology and Hydrophilicity. *J. Agric. Food Chem.*, v. 57, n. 6, p. 2186–2192, 2009.
- YAMADA, K.; H. TAKAHASHI; NOGUCHI, A. Improved Water Resistance in Edible Zein Films and Composites for Biodegradable Food Packaging, *Int. J. Food Sci. Technol.* v. 30 p. 599–608, 1995.
- LAI, H. M.; PADUA, G. W. Properties and Microstructure of Plasticized Zein Films *Cereal Chem.* v. 74, p. 771, 1997.
- CHO, S.Y.; PARK, J.W.; RHEE, C. Properties of laminated films from whey powder and sodium caseinate mixtures and zein layers. *Lebensm. Wiss. Technol.* v. 35, p. 135-139, 2002.
- ELOFSSON, C.; DEJMEK, P.; PAULSSON, M.; BURLING, H. Atomic force microscopy studies on whey proteins. *Int. Dairy J.* v. 7, p. 813-819, 1997.
- HERRMANN, P. S. P.; YOSHIDA, C.M.P.; ANTUNES, A.T.; MARCONDES, J.A. Surface evaluation of whey protein films by atomic force microscopy and water vapour permeability analysis *Packag. Technol. Sci.* v.17, p. 267-273, 2004.
- SELLING, G. W.; HAMAKER, S. A. H.; SESSA, D. J. Effect of Solvent and Temperature on Secondary and Tertiary Structure of Zein by Circular Dichroism. v. 84, n. 3, 2007.