



INVESTIGAÇÃO DA UMIDADE, SOLUBILIDADE E MORFOLOGIA SUPERFICIAL DE BLENDS DE AMIDO DE MILHO/CARBOXIMETILCELULOSE

Autores: SANTOS¹, M.B; PORFÍRIO², D.M; NOBRE³, D.B; NUNES⁴, N. G. S; VAZ⁵, V.S.; RAMOS JUNIOR⁶, G; PAULA⁷, M.S.

¹Faculdade de Engenharia de Materiais - Campus Ananindeua – Universidade Federal do Pará- UFPA. PRODERNA. Rua Augusto Corrêa, 01. Campus Universitário do Guamá. Belém, Pará, Brasil – CEP 66.075.110. Email: michelee.santos21@gmail.com.

²Instituto Federal Educação, Ciência e Tecnologia do Pará Campus Belém – IFPA. IFPA - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará, Campus Belém. Avenida Almirante Barroso, 1155 – Marco. Belém, Pará, Brasil – CEP: 66093-020. Email: mdiogo610@gmail.com

³Faculdade de Engenharia de Materiais - Campus Ananindeua – Universidade Federal do Pará – UFPA. PRODERNA. Rua Augusto Corrêa, 01. Campus Universitário do Guamá. Belém, Pará, Brasil – CEP 66.075.110. Email: danielanobre1993@gmail.com.

⁴Faculdade de Engenharia de Materiais - Campus Ananindeua – Universidade Federal do Pará- UFPA. PRODERNA. Rua Augusto Corrêa, 01. Campus Universitário do Guamá. Belém, Pará, Brasil – CEP 66.075.110. Email: natannunes400@gmail.com.

⁵Faculdade de Engenharia de Materiais - Campus Ananindeua – Universidade Federal do Pará- UFPA- UFPA. PRODERNA. Rua Augusto Corrêa, 01. Campus Universitário do Guamá. Belém, Pará, Brasil – CEP 66.075.110. Email: valeriavaz183@gmail.com.

⁶Faculdade de Engenharia de Materiais - Campus Ananindeua – Universidade Federal do Pará- UFPA. PRODERNA. Rua Augusto Corrêa, 01. Campus Universitário do Guamá. Belém, Pará, Brasil – CEP 66.075.110. Email: gilbertoramosjr26@outlook.com.

⁷Faculdade de Engenharia de Materiais - Campus Ananindeua – Universidade Federal do Pará- UFPA. PRODERNA. Rua Augusto Corrêa, 01. Campus Universitário do Guamá. Belém, Pará, Brasil – CEP 66.075.110. Email: mpaula@ufpa.br.

RESUMO: O uso de polímeros de origem petroquímica é observado em diversas áreas do setor industrial, como o setor de embalagens, o qual produz um acúmulo exagerado de resíduos. Com objetivo de reduzir o impacto do descarte dos plásticos derivados do petróleo, novas alternativas são investigadas para diminuir o acúmulo dos plásticos no ambiente. Nesse contexto, o presente estudo tem como objetivo investigar os filmes de amido de milho/carboximetilcelulose com adição de ácido cítrico e glicerol como plastificante, para analisar o teor de umidade, teor de solubilidade e morfologia superficial do filme (MEV). Os resultados obtidos nesse trabalho mostraram que o teor de umidade foi aproximadamente 10% e solubilidade 36%, o que é considerada adequada. As micrografias do MEV relevaram uma textura uniforme e isenta de fissuras, observou-se presença de grãos de amido de milho. O filme se apresentou translúcido, sendo promissores para utilização como embalagem para alimentos.

Palavras-Chave: Polímeros; Amido de Milho; Embalagem Alimentícia.

1. INTRODUÇÃO

Os materiais poliméricos são atualmente um recurso fundamental para tecnologias, conforto e desenvolvimento moderno desde a descoberta dos primeiros polímeros totalmente sintéticos no início do século XX. A descoberta de sínteses em laboratório de diversos polímeros, com uso de produtos derivados do petróleo e sua subsequente produção industrial gerou uma demanda do estudo e desenvolvimento contínuo desse material, com 254 mil postos de trabalho em 2023, e 549 milhões de dólares somados a indústria brasileira de embalagens no mesmo ano (1) a indústria de plásticos cria por desenvolvimento uma demanda cada vez maior.

Entretanto, a escala da industrialização e demanda de plásticos fizeram com que a contínua prospecção de matérias-primas petroquímicas quase duplicasse desde o início do século, e o consumo de plásticos em países com economias mais desenvolvidas deve aumentar vinte vezes (2). Com o objetivo de reduzir o consumo

de petróleo e o custo de tratamento de matérias-primas petroquímicas, porém visando ainda manter e expandir a produção de materiais poliméricos, há uma busca crescente por fontes de energia e matérias-primas alternativas a indústria petroquímica de baixa emissão de poluentes e possivelmente biodegradáveis (3).

Pela busca e estudo de tecnologias alternativas, o amido de milho como polímero natural e biodegradável é encontrado como via oportuna e alternativa de matéria-prima para a contínua produção de blendas poliméricas (4) e compósitos (5). Sendo a industrialização de produtos petroquímicos para a comercialização modificada ou substituída por embalagens, moldes ou filmes biodegradáveis de amido de milho como alternativa sustentável, poderia encadear em um menor consumo petroquímico, além do benefício de propriedades desses polímeros como biodegradabilidade, biocompatibilidade e baixo custo a demanda de filmes como produtos industriais. Entretanto, apesar de apresentar benefícios na substituição total ou parcial na produção de filmes, o amido possui propriedades que fazem filmes de sua matriz facilmente se desintegrar quando em contato com a água (6).

Desse modo existem materiais que, em conjunto com a matriz de amido de milho, podem ser utilizados suas propriedades a beneficiar a aplicação de uma blenda como produto de embalagem ou filme biodegradável. A adição de carboximetilcelulose (CMC) em filmes à base de amido podem adicionar propriedades benéficas como aumentar a resistência a umidade de filmes compósitos, resistências mecânicas, além de formar filmes transparentes, o que é uma característica desejável para a produção (7).

Dessa forma, o presente estudo, tem objetivo a obtenção de filme de amido de milho/carboximetilcelulose além de investigar teor de umidade, solubilidade e analisar a morfologia da superfície do filme por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

2. METODOLOGIA

2.1 Materiais

Os materiais utilizados neste trabalho foram o amido de milho Maizena, a Carboximetilcelulose Sal Sódico P.A, fornecida pela ACS científica. Utilizou-se também Glicerol da Pharmapele e Ácido Cítrico Anidro, marca Neon.

2.2 Métodos

2.2.1 Obtenção dos filmes

Os filmes de amido foram obtidos através da técnica de evaporação por solvente (*casting solution*), onde foi preparada uma solução filmogênica de amido de milho em água destilada na proporção de 1:20 m/v. Como plastificante, foi utilizado além da água o glicerol na fração mássica de 60% em relação a massa do amido. Os filmes poliméricos foram obtidos com teor de 10% ácido cítrico em relação ao amido de milho. Posteriormente, a solução foi levada para aquecimento em chapa aquecedora com agitação constante e aquecido até uma temperatura de 80°C, para garantir a total gelatinização do amido. As quantidades estabelecidas foram vertidas em placas de Petri (140 x 15 mm) e desidratada em estufa com circulação de ar a 40°C por 24 horas. Após a secagem, os filmes foram armazenados em dessecadora com sílica gel até análises.

2.2.2 Ensaio de umidade

Os testes para determinar o teor de umidade dos filmes, foram realizados em amostras contendo medidas de 2 cm² e pesadas inicialmente em uma balança analítica. Em seguida, as amostras foram secas a 105°C em estufa por circulação de ar durante 24 horas, totalizando seis amostras. Após esse período os resultados foram obtidos através da pesagem da massa inicial (*M_i*) e a massa final (*M_f*), conforme exibido na equação 1:

$$S\% = \left(\frac{m_i - m_f}{m_i} \right) \times 100 \quad (1)$$

S% = Percentual de umidade;

M_i = massa inicial;

M_f = massa final.

2.2.3 Ensaio de solubilidade

O percentual de solubilidade foi determinado a partir dos filmes contendo medidas 1,5 x 4 cm secos em estufa de circulação de ar a 100°C por 24 horas, as amostras desidratadas foram imersas em 50 mL de água destilada em temperatura ambiente por 24 horas. Após esse período, o excesso de água foi removido das

amostras e secas novamente em 105°C durante um período de 24 horas. Os resultados foram determinados de acordo com a equação 2:

$$S\% = \left(\frac{m_i - m_f}{m_i} \right) \times 100 \quad (2)$$

S% = Percentual de intumescimento;

M_i = massa inicial;

M_f = massa final.

2.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para a análise de superfície dos filmes termoplásticos foram analisados utilizando a técnica de Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura do Museu Emelio Geoldi, utilizando um microscópio eletrônico TESCAN, modelo Mira3 operando a 5 kV. As amostras foram acopladas em porta stubs e metalizadas com uma fina camada de ouro, possibilitando a visualização da superfície dos filmes termoplásticos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os filmes produzidos exibiram uma superfície homogênea não foram observadas quaisquer partículas insolúveis, os filmes se mostraram contínuo, sem fratura ou ruptura, aspecto liso e brilhante, boa flexibilidade quando retirada da placa de Petri e poderia ser dobrado e manipulado sem qualquer risco de ruptura. De modo geral, o filme se apresentou translúcido considerado uma excelente propriedade visual, conforme pode-se observar na Figura 1.

Figura 1- Aspecto visual do filme

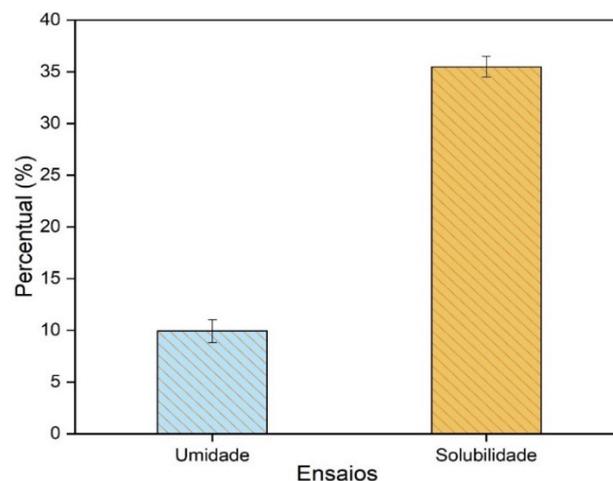


Fonte: Autores, 2024.

A Figura 2 ilustra os resultados dos testes de umidade e solubilidade. Observa-se que o percentual de umidade dos filmes é de aproximadamente 10%, enquanto a solubilidade atinge cerca de 36%. Para umidade dos filmes foi considerada adequada uma vez que a umidade ocorre em função de sua composição, devido à natureza do glicerol. Este componente desempenha um papel crucial na variação da espessura do filme e na adsorção de água na matriz polimérica, devido à sua natureza hidrofílica que por sua vez influencia também as propriedades mecânicas devido ao efeito plastificante da água (8).

Para a avaliação da solubilidade, os resultados mostram que a adição de ácido cítrico foi eficaz na melhoria da solubilidade dos filmes produzidos. A solubilidade em água dos filmes compostos exclusivamente por amido, glicerol e água pode ser atribuída à alta capacidade higroscópica do amido, que se desintegra rapidamente em contato com a água. Uma alta solubilidade é vantajosa em filmes biodegradáveis e, quando aplicados como revestimentos alimentares, pode minimizar problemas de textura. O ácido cítrico contribui para a melhoria das propriedades de barreira dos filmes, promovendo uma maior solubilidade (9).

Figura 2 - Percentual ensaio de umidade e solubilidade



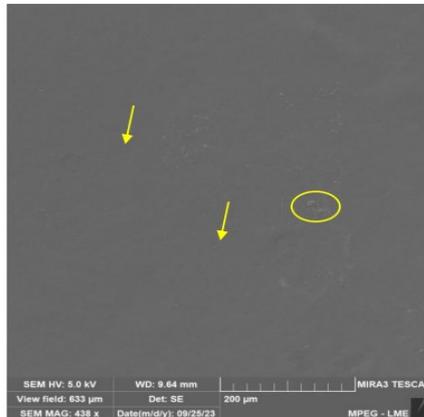
Fonte: Autores, 2024.

Na Figura 3, estão apresentadas a micrografia por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da área superficial do filme de amido de milho/carboximetilcelulose, para analisar as características morfológicas do material.

A superfície do filme de amido de milho/carboximetilcelulose exibiu uma textura lisa, uniforme e isenta de fissuras, observa-se também que há a presença de alguns

grãos de amido de milho e CMC que não se dissolveram por completo durante o processo de gelatinização do amido que não ocorreu de forma adequada (7).

Figura 3 – Micrografia do filme de amido de milho/carboximetilcelulose



Fonte: Autores, 2024.

5. CONCLUSÃO

Os filmes de amido de milho/carboximetilcelulose apresentaram homogeneidade, fácil manipulação e desprendimento da placa de Petri, apresentando bom aspecto visual.

Os resultados do teste de umidade e solubilidade deste trabalho exibiram resultados satisfatórios, devido a influência do ácido cítrico na sua matriz polimérica e glicerol que contribuiu para um bom produto final.

A microscopia de eletrônica de varredura (MEV), apresentou uma morfologia sem fissura, com presença de alguns grãos de amido e CMC.

Nessa pesquisa o filme de amido de milho/carboximetilcelulose são promissores para utilização em uso geral como embalagem para alimentos.

Entretanto, a sua aplicabilidade pode ser utilizada na produção de embalagens alimentícia, contribuindo com a redução de resíduos sólidos no meio ambiente e minimizando os impactos ambientais provocados por plásticos derivados do petróleo.

- (1) ABRE – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE EMBALAGENS. Estudo ABRE macroeconômico da embalagem e cadeia de consumo: apresentação março de 2024: fechamento dos dados de 2023. São Paulo, 2024. Disponível em: <https://www.abre.org.br/dados-do-setor/2023-2/>.
- (2) International Energy Agency (IEA). The Future of Petrochemicals. The Future of Petrochemicals Towards more sustainable plastics and fertilisers. Disponível em: <https://www.iea.org/reports/the-future-of-petrochemicals>.
- (3) BRITO, G. F.; AGRAWAL, P.; ARAÚJO, E. M.; MÉLO, T. J. A. Biopolímeros, polímeros biodegradáveis e polímeros verdes. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 6, n. 2, p. 127-139, 2011. ISSN 1809-8797. Disponível em: <http://www2.ufcg.edu.br/revista-remap/index.php/REMAP/article/view/222/204>.
- (4) GUTIÉRREZ, Tomy J.; MORALES, Noé J.; PÉREZ, Elevina; TAPIA, María Soledad; FAMÁ, Lucía. Physico-chemical properties of edible films derived from native and phosphated cush-cush yam and cassava starches. *Food Packaging and Shelf Life*. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2014.09.002>.
- (5) CARMONA, Vitor Brait. Desenvolvimento de compósitos biodegradáveis a partir de amido termoplástico e fibras vegetais. 2011. Universidade Federal de São Carlos, 2011.
- (6) NASCIMENTO, José Augusto de Almeida; SANTOS, Amanda Félix dos; SILVA, Ivo Diego Lima; FALCÃO, Eduardo Henrique Lago; BRITTO, Douglas de; VINHAS, Glória Maria. Físico-química, mecânica e morfológica propriedades de filmes biodegradáveis à base de amido de araruta e poli(álcool vinílico). *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, 2021. ISSN 0022-2348. <https://doi.org/10.1080/00222348.2021.1949836>.
- (7) Babak Ghanbarzadeh, Hadi Almasi, Ali A. Entezami, Physical properties of edible modified starch/carboxymethyl cellulose films, *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, Volume 11, Issue 4, 2010, Pages 697-702, ISSN 1466-8564, <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2010.06.001>.
- (8) FRANGOPOULOS, T. et al. Optimizing the functional properties of starch-based biodegradable films. *Foods*, v. 12, n. 14, p. 2812, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/foods12142812>.

(9) CHEN, W. C. et al. The effects of citric acid on thermal and mechanical properties of crosslinked starch film. *Chemical Engineering Transactions*, v. 83, p. 433-438, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3303/CET2183034>

(10) CASTANHO, M.N. Desenvolvimento e caracterização de filmes poliméricos de amido de milho com incorporação de fibras de bagaço de cevada. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, 2020.

INVESTIGATION OF MOISTURE, SOLUBILITY AND SURFACE MORPHOLOGY OF CORN STARCH/CARBOXYMETHYLCELLULOSE BLENDS

ABSTRACT: The use of polymers of petrochemical origin is observed in several areas of the industrial sector, such as the packaging sector, which produces an exaggerated accumulation of waste. In order to reduce the impact of discarding petroleum-derived plastics, new alternatives are being investigated to reduce the accumulation of plastics in the environment. In this context, the present study aims to investigate corn starch/carboxymethyl cellulose films with the addition of citric acid and glycerol as plasticizer, to analyze the moisture content, solubility content and surface morphology of the film (SEM). The results obtained in this work showed that the moisture content was approximately 10% and solubility 36%, which is considered adequate. The SEM micrographs revealed a uniform texture free of cracks, and the presence of corn starch grains was observed. The film was translucent, promising for use as food packaging.

Keywords: Polymers; Corn starch; Food Packaging