

15º Congresso Brasileiro de Polímeros
27 a 31 de outubro de 2019

Produção de Bioplástico Utilizando Amido da Semente de Jaca (*Artocarpus heterophyllus Lam*)

Juliana Arquinto ^{1,2*}, Leonardo G. A. e Silva ², Fabio J. Esper ¹, Janice M. Zacharias ¹, Marcos M. O. Filho¹.

*1 - Centro Universitário Estácio de São Paulo - Av. dos Remédios, 810 – Vila dos Remédios – São Paulo/ SP.
juliana_arquinto@hotmail.com*

2 - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares da Universidade de São Paulo - IPEN

Resumo: A intensão deste projeto é apresentar um estudo sobre a influência da palha de milho na propriedade de resistência a tração até ruptura de formulações de bioplástico tendo como base o amido extraído da semente da jaca juntamente com a utilização da glicerina e da trietaloamina como agentes plastificantes. Este bioplástico é um material que em relação ao plástico oriundo dos derivados de petróleo, denota um menor grau de impacto ao meio ambiente após seu descarte. Para isto, o trabalho consistiu inicialmente da extração do amido da semente, com posterior caracterização por FTIR e análise quantitativa do teor de amido no produto extraído. A etapa posterior consistiu da produção das amostras de bioplástico utilizando os agentes plastificantes em uma concentração fixa e variando-se a quantidade de palha de milho na formulação. Por fim, as amostras de bioplástico obtidas foram submetidas ao teste de tração até ruptura para análise de resistência do filme.

Palavras-chave: *Bioplástico, Jaca, Compósito, Milho, Resistência.*

Bioplastic Production Using Jackfruit Seed Starch (*Artocarpus heterophyllus Lam*)

Abstract: The purpose of this work is to present a study on the influence of corn straw on the property of tensile strength until rupture of bioplastic formulations based on the starch extracted from the jackfruit seed together with the use of glycerine and triethaloamine as plasticizing agents. This bioplastic is a material in comparison to the plastic native from the petroleum derivatives, denotes less impact to the environment after its discard. For this, the work initially consisted of the extraction of the starch from the seed, with subsequent characterization by FTIR and quantitative analysis of the starch content in the extracted product. Finally, the obtained bioplastic samples were submitted to the tensile test until rupture for analysis of the resistance of the film.

Keywords: *Bioplastic, Jaca, Composite, Corn, Resistance.*

Introdução

A diversificação de produtos e matérias-primas oriundos de fontes renováveis vem ganhando destaque, pois o apelo ambiental quanto ao impacto destas substâncias ao meio ambiente ganha força atualmente. Nos dias atuais tem-se a produção de plásticos usando matérias-primas alternativas, apresentando como produto final um bioplástico, que se apresenta como uma alternativa viável para a substituição do plástico proveniente do petróleo [1]. As fontes de matérias-primas renováveis estão atreladas a utilização e/ou extração de substâncias provenientes da biomassa. Neste quesito, o Brasil apresenta um grande potencial para exploração e desenvolvimento, em virtude de sua grande área territorial e diversidade de biomassa, onde pode ser citado, por exemplo, a elevada produção de cereais como o milho, que pode ser utilizado para a obtenção de amido e celulose necessária para a produção de plásticos biodegradáveis, assim como palha de milho que é categorizada como um resíduo agrícola [2]. O amido é um polímero natural com grande potencial de aplicação no desenvolvimento de plásticos biodegradáveis, pois é proveniente fonte renovável e pode ser obtido de várias fontes, por exemplo, das sementes da fruta

Jaca (*Artocarpus heterophyllus* Lam) [3]. Compósitos são materiais multifásicos que exibem uma proporção significativa das propriedades das fases que o constituem. Normalmente são compostos por duas fases: Matriz e reforço [4]. A substituição das fibras sintéticas pelas fibras vegetais empregadas como reforço mecânico é possível, pois provem de fonte renovável, biodegradável e de baixo custo e provocam baixo impacto ambiental [5]. Neste trabalho foi utilizado como reforço a palha de milho, que segundo Humberto Sartori Pompeo da Silva (2010) [6], oferecerá resistência e/ou rigidez ao bioplástico. Em alguns casos, o ajuste das propriedades mecânicas de materiais poliméricos se apresenta necessária, em virtude da finalidade da aplicação ao qual o produto final se enquadra. Assim, propriedades como resistência a deformação plástica e elásticas, e ainda, à ruptura, são parâmetros que devem ser avaliados com a finalidade de se ter uma análise mais completa da viabilidade técnica destes materiais [7].

Experimental

Extração de Amido, Caracterização Qualitativa do Amido por FTIR e Análise De Teor De Amido

Inicialmente, foram retiradas as sementes da jaca e a retirada da película que envolve as sementes. Realizou-se a extração do amido segundo metodologia proposta por Schoch e Maywald (1968) [8] com adaptações. Neste caso, as sementes foram colocadas em solução de bissulfito de sódio a 0,2% (m/v) por 30 min. Na sequência, as sementes foram transferidas para um liquidificador (Britânia Cristal Duo 500W) e trituradas a velocidade mínima durante 5 minutos. A massa obtida foi filtrada e transferida para um bquer e deixada em repouso para ocorrer a decantação do amido a temperatura baixa ($5^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$). Depois da decantação, a parte sobrenadante e o material de fundo foi sujeito a secagem em estufa (Nova Ética 400-3ND) com temperatura de 45°C durante 5 horas.

Uma amostra do amido da semente de jaca foi retirada para ser analisada por espectroscopia de infravermelho visando a sua caracterização. Para tal, realizou-se a identificação deste composto através do espectrofotômetro Transformadas de Fourier de refletância total atenuada (modelo FTIR Nicolet 6700 da marca Thermo Scientific), utilizou-se amostras de Amido Padrão como referência, e do Amido extraído da Jaca. O aparelho empregado realiza 5 varreduras para cada porção de amostra de Amido Padrão e Amido extraído da Jaca.

Para realizar a análise de teor de amido utilizou-se o método Lane-Eynon [9], a princípio foram preparadas as soluções de azul de metileno ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$) 1%, ferrocianeto de potássio ($\text{C}_6\text{N}_6\text{FeK}_4$) 15%, hidróxido de sódio (NaOH) 40%, sulfato de zinco heptahidratado ($\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 30%, solução padrão de glicose ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$) 0,5%, solução de Fehling A e solução de Fehling B. Antes de iniciar a quantificação de amido na amostra, foi feita a padronização da solução de Fehling através da solução padrão de glicose. Para tanto, foi colocada na bureta a solução padrão de glicose e, para um erlenmeyer de 250 mL, foram transferidos 10 mL de cada uma das soluções de Fehling A e Fehling B, 40 mL de água que foram aquecidos até ebulição. Ainda mantido o aquecimento, a solução de glicose foi gotejada no erlenmeyer até quase o final da titulação (momento em que a solução fica incolor), feito isto 1 gota de azul de metileno 1% foi adicionada e deu-se continuidade a titulação até que houvesse o desaparecimento da cor do indicador.

O cálculo do título da solução de Fehling Eq. 1:

$$T = \frac{V \times m}{100} \quad (1)$$

Onde: T= título da solução; V= volume de glicose gasto (mL); m= massa de glicose (g);

Para a análise quantitativa do amido, pesou-se 1 g do amido extraído do caroço da jaca, dissolvido em água aquecida a 40°C e transferido para um balão volumétrico de 250 mL. Após, foram adicionados 5 mL da solução de ferrocianeto de potássio 15%, 5 mL da solução de sulfato de zinco 30% e avolumou-se. Em seguida foi filtrado em papel de filtro, o resíduo que ficou no papel foi lavado com água destilada em abundância para a retirada de açúcares solúveis, a última lavagem

feita com álcool etílico p.a.. Depois de feita a filtração e lavagem do filtro, o filtrado foi descartado e o papel de filtro transferido para um erlenmeyer e, em paralelo, foi preparado também o branco. Aos erlenmeyers contendo os papéis adicionou-se 100 mL de água e 10 mL de ácido clorídrico p.a. , estes foram colocados na estufa a 120°C durante 20 minutos e em seguida foi aguardado até que as amostras esfriassem. Ao atingir a temperatura ambiente, neutralizou-se as amostras utilizando um pHmetro, transferidas para um balão volumétrico de 500 mL, onde foram adicionados 5 mL de ferrocianeto de potássio 15% e ZnSO₄ 30% e avolumado. As soluções que foram obtidas passaram por processo de filtração e 25 mL do filtrado foi transferido para duas buretas. Posteriormente, foram feitas titulações da solução de Fehling com cada uma das amostras transferidas para a bureta (amido e branco), seguindo-se o procedimento descrito para a padronização das soluções de Fehling.

Primeiramente o cálculo do açúcar do papel branco, eq.2:

$$A_b = \frac{\frac{T}{2} \times D}{V_b} \quad (2)$$

Onde: A_b= açúcar do papel branco; T= título da solução de Fehling; D= diluição; V_b= volume do branco gasto na titulação.

Posteriormente, efetuado o cálculo de açúcar do papel da amostra, Eq. 3:

$$A_{P_a} = \frac{A_{P_b} \times P_a}{P_b} \quad (3)$$

Onde: A_{pa}= Açúcar do papel da amostra; A_{pb}= Açúcar do papel branco; P_a= Papel da amostra; P_b= Papel branco.

E então, foi executado o cálculo do açúcar da amostra + papel da amostra por meio da eq. 4:

$$(A_a + P_a) = \frac{\frac{T}{2} \times D}{V_a} \quad (4)$$

Onde: A_a+P_a= açúcar da amostra + papel da amostra; T= título da solução de Fehling; D= diluição; V_a= volume de amostra gasto na titulação.

A seguir, foi realizado o cálculo de açúcar na amostra, por intermédio da eq.5:

$$A_a = (A_a + P_a) - A_{P_a} \quad (5)$$

Por fim, o teor de amido foi determinado pela eq. 6:

$$t_a = \frac{A_a \times 100}{m_a} \times 0,9 \quad (6)$$

Onde: t_a= teor de amido (%); m_a= massa da amostra; 0,9 = fator de conversão do amido em glicose.

Obtenção e Preparo do Reforço

Para o preparo do material de reforço, as palhas foram lavadas para retirada de sujidades e após isso foi seca ao sol por 2 dias, durante 4 horas em cada dia. Em seguida foram cortadas em pequenos pedaços e colocadas na estufa para a retirada total da umidade que ainda continham. Após a etapa de secagem, o material foi triturado no liquidificador até que ficasse com aparência uniforme de um fino pó que foi submetido a um peneirador mecânico da marca URIM 800RT (Vel. Máx. 20 min.) com peneiras tamis de tamanhos diferentes, sendo eles: mesh 35, 45 e 100.

Obtenção do Bioplástico com Reforço

O processo de obtenção do bioplástico foi realizado tendo-se como base o segundo método proposto por Vicentini (2003) [10], com adaptações. Para isso, foram obtidas diferentes

formulações introduzindo o material de reforço, utilizou-se quantidade fixa de um plastificante (glicerina ou trietaloamina) e variando-se as quantidades de partículas de reforço, nas proporções de 2%, 4%, 6%, 8% e 12,5%, visando determinar a influência destas na resistência do filme plástico obtido. A primeira matriz feita não possui compósito, de modo que foi realizada inicialmente adotando-se 100,0 gramas de amostra total, pesando-se 2,0 gramas do amido (2% m/m) e 0,50 de plastificante, após avolumou-se até atingir 100gramas com água destilada em balança analítica (SHIMADZU AUX220). Posteriormente, a mistura foi aquecida e agitada até atingir a temperatura de 95°C, permanecendo nessa temperatura por 1 minuto. A síntese do compósito foi realizada adotando-se, da mesma maneira que em I foi obtido, 100,0 gramas de amostra total, pesando-se 2,0 gramas do amido (2% m/m), 0,50 gramas de plastificante, 0,05 grama de palha e avolumou-se até atingir 100gramas com água destilada (Amostra JG1). Em seguida, a solução foi transferida para bandejas plásticas e colocada em estufa com circulação e renovação de ar a 30°C por 12h. Posteriormente, os filmes foram colocados no dessecador contendo soluções saturadas de NaBr e NaCl por 48h. Este procedimento foi empregado então para todas as outras amostras.

Determinação da Resistência à Ruptura

Utilizou-se a máquina de ensaio universal Instron do seguindo o método ASTM 882 com célula de carga de 25kN. Para isto, as amostras foram cortadas em tiras com dimensões de 2,5 cm x 10,0 cm adaptadas no aparelho de tração e então submetidas a tensão até a sua ruptura.

Resultados e Discussão

Extração de Amido, Caracterização do Amido por FTIR e Análise do Teor de Pureza do Amido

A quantidade inicial de caroço de jaca limpo foi de 170g e após a extração, secagem e maceração do amido, foi obtido uma massa de 42,52g, ou seja, um rendimento, a princípio, de amido de aproximadamente 25% .

A Caracterização do Amido por FTIR teve como objetivo se certificar de que o material obtido no processo de extração realmente era amido e ainda para uma verificação de possíveis contaminantes ou outras substâncias extraídas juntamente com o amido. Para isto, foi se obtido inicialmente espectro de infravermelho de uma amostra de amido p.a., foi feita uma média contendo os resultados de 5 varreduras. Posteriormente, a amostra de amido extraído do caroço da jaca foi analisada pela técnica, empregando-se o mesmo processo. Os espectros obtidos para a amostra do amido extraído da jaca se apresentam bem similares ao obtido para a amostra de amido padrão. Para uma melhor visualização e comparação, os picos foram então sobrepostos, conforme pode ser observado na figura 1. Dessa forma, em uma análise simples e direta, todos os picos obtidos na amostra padrão são observados também na amostra do produto extraído, certificando que o produto principal obtido da semente da jaca é amido.

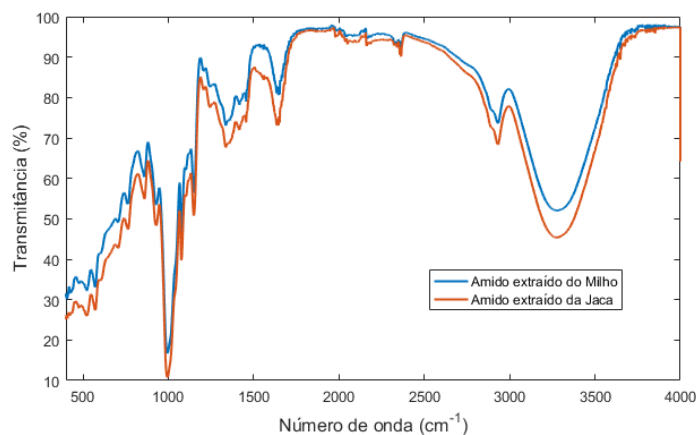


Figura 1: Amido padrão comparado com o amido da Jaca

O objetivo da Análise do Teor de Pureza do Amido é obter a garantia do grau de pureza do amido que foi extraído da semente de jaca. Os resultados das equações foram os seguintes: Eq 1.: 0,0555; Eq 2.: 0,3102; Eq. 3.: 0,3102; Eq. 4.: 1,334; Eq. 5.: 1,0239; Eq 6.: 92,43%. Sendo assim, o valor médio de pureza do amido extraído jaca foi de 92,28%, este resultado aproxima-se com o resultado obtido por Albuquerque [11] na análise centesimal de amido para a variedade de jaca dura, que foi de 94,4%.

Obtenção do Bioplástico com Reforço

Os filmes quando observados a olho nu, não apresentaram diferença significativa na transparência dos filmes conforme a variação da quantidade e do reforço, mas quando comparadas com os filmes com sem material de reforço, as demais se apresentaram com transparência inferior.

Determinação da Resistência à Ruptura

Após a obtenção dos filmes plásticos empregando-se reforço com palha de milho de 100 mesh, as amostras obtidas foram avaliadas quanto à homogeneidade da película ou mesmo quanto a estarem quebradiças de modo a se obter aquelas com características mais adequadas. Assim algumas amostras foram descartadas e os ensaios foram realizados, foi determinado o valor da carga de ruptura que denota a resistência do filme plástico em decorrência de uma tração imposta. Os dados obtidos estão apresentados na tabela 1.

Tabela 1: Resultados de Tensão Máxima de Ruptura das amostras

Amostra	Plastificante	Amido	Palha				
			2,0%	4,0%	6,0%	8,0%	12,5%
Branco I	Glicerina	Amido			5,07N		
	Glicerina	Amido	-	-	5,54N	13,96N	-
Branco II	Trietaloamina	Amido			15,68N		
	Trietaloamina	Amido	5,54N	8,62N	4,60N	5,93N	7,68

É possível notar maior eficiência quando empregado o plastificante Trietalonamina, uma vez que os filmes fabricados com esse plastificante tiveram melhor formação, sem ocorrer perdas significativas. Analisando-se os dados obtidos para a resistência dos respectivos filmes (Tabela 1) com o reforço de palha de milho, observa-se que a palha promoveu uma redução na resistência do filme plástico ao invés de reforço, o que é possível observar se comparar as amostras “branco” e as amostras com reforço. Neste sentido, avaliando os filmes obtidos, observou-se a formação de centros de nucleação da carga de reforço, atribuindo ao filme uma heterogeneidade na película quando a sua espessura, que promoveu a formação de pontos de menor concentração dos agentes formadores da película acarretando na formação de pontos específicos de fragilidade no filme.

Conclusões

O processo de extração do amido do caroço da jaca mostrou-se eficiente, uma vez que adaptado à forma de secagem do amido por meio da evaporação direta do solvente (água) em estufa, agilizando o processo. A análise por FTIR da amostra obtida após a extração do amido demonstrou que a substância era amido e a análise quantitativa resultou em um bom teor de pureza do material. Quanto à metodologia escolhida para fabricar os compósitos, que derivou de um método de preparação de bioplásticos, se apresentou satisfatória quanto da sua aplicação. O método se mostrou de fácil aplicabilidade e com potencial para ser empregado em maior escala, devido a não exigência de equipamentos complexos. Ambos os plastificantes se mostraram eficientes na confecção dos filmes, porém a trietalonamina se apresentou, de modo geral, mais eficiente na formação do compósito. A análise dos dados de resistência à tração até ruptura demonstrou que a palha promoveu redução na resistência quando empregado ambos plastificantes. Por fim, observa-se que são necessários estudos mais completos quanto ao emprego da palha de milho neste processo, podendo-se avaliar a utilização de um agente compatibilizante, visando maior eficiência na formação dos filmes. Além da avaliação quanto ao emprego de outros agentes de reforço, por exemplo, cinzas de casca de arroz em bioplásticos.

Referências

1. Rodrigues, K; Lima, M; Gonzales, M; Kretzmann, N. Produção De Bioplástico A Partir Da Casca Da Batata (*Solanum tuberosum*), XI Semana de Extensão, Pesquisa e Pós-Graduação SEPesq – 19 a 23 de outubro de 2015.
2. Paes, D.C; Texeira, F.F; Martins, S.I. In: CONGRESSO NACIONAL DE MILHO E SORGO, 27.; SIMPOSIO BRASILEIRO SOBRE A LAGARTA-DO-CARTUCHO, SPODOPTERA FRUGIPERDA, 3.; WORKSHOP SOBRE MANEJO E ETIOLOGIA DA MANCHA BRANCA DO MILHO, 2008, Londrina. Agroenergia, produção de alimentos e mudanças climáticas: desafios para milho e sorgo: trabalhos e palestras. [Londrina]: IAPAR; [Sete Lagoas]: Embrapa Milho e Sorgo, 2008.
3. Santos, Y.D.R. ; Silva, L.V.A.T. ; Santos, J.V.I. ; Silva, V.N.T. in Anais 54º Congresso Brasileiro de Química, Natal- Rio Grande do Norte, 2014, 5668.
4. Ventura, A.M.F.M.; Ciência & Tecnologia dos Materiais, Vol. 21, n.º 3/4, 2009.
5. EMBRAPA. Utilização De Fibras Vegetais Para Reforço De Plásticos.1996.
6. Silva,P.S.H., Dissertação de Mestrado, Desenvolvimento De Compósitos Poliméricos Com Fibras De Curauá E Híbridos Com Fibras De Vidro. Universidade Federal Do Rio Grande Do Sul, 2010.
7. Santos, B; Coelho, M.T; Filho, A.N. in Anais do IX EPCT – Encontro de Produção Científica e Tecnológica Campo Mourão, 2014, ISSN 1981-6480.
8. Schoch, T. J., Maywald, E. C. 1968. Preparation and Properties Of Various Legume Starches. Cereal Chem. 45 : 564-573.
9. Magenis R. B. 2013. Determinação Quantitativa De Amido Em Produtos Lácteos Por Titulometria (Método Lane-Eynon). Laboratório Nacional Agropecuário - Lanagro/RS Laboratório de Análises Físico-químicas de Produtos de Origem Animal e Água/SLAV Método de Ensaio – MET.
10. Vicentini,N.M. Elaboração e Caracterização de Filmes Comestíveis à Base de Fécula De Mandioca para Uso em Pós-Colheita. UNESP - Câmpus de Botucatu, 2003.
11. Albuquerque, F. S. M. Estudo das características estruturais e das propriedades funcionais do amido de sementes de jaca (*Artocarpus heterophyllus Lam*) variedades “mole” e “dura”. UFPB/CT, João Pessoa, 2009.