

---

## ADAPTAÇÃO DA TÉCNICA DE PREPARO DAS AMOSTRAS DE BIOPLÁSTICOS PARA ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

---

Edla Maria Bezerra Lima<sup>1</sup>, Juan Antonio Ruano Ortiz<sup>2</sup>, Thaísa de Menezes Alves Moro<sup>2</sup>, Carlos Wanderlei Piler Carvalho<sup>1</sup>, José Luis Ramírez Ascheri<sup>1</sup>.

<sup>1</sup>Laboratório de Extrusão, Embrapa Agroindústria de Alimentos, 23020-470, Rio de Janeiro/RJ

<sup>2</sup>Programa de Pós Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, UFRRJ, Seropédica/RJ

Projeto Componente: PC3 Plano de Ação: PA3

---

### Resumo

O trabalho objetivou adaptar o porta amostra do equipamento de Raios-X de bancada, D2 Phaser (Bruker, Alemanha), visando analisar as amostras de bioplásticos/filmes. O equipamento destina-se ao método do pó e o desafio foi fixar o bioplástico no porta amostra em conformidade com a física da técnica de Raios-X, para tanto, foram desenvolvidas duas metodologias para adaptar a morfologia do bioplástico às características do equipamento. Os difratogramas demonstraram que as técnicas de adaptação foram tão eficientes quanto às de porta amostras comerciais. A inconformidade notada foi o processo de reprodutibilidade por outros técnicos, pois uma metodologia se constitui num processo artesanal e a outra de modo simples e rotineiro.

**Palavras-chave:** Difração de raios-x, bioplásticos, extrusão, cristalinidade.

---

### Introdução

Bioplásticos, desenvolvidos a partir de amido, tem sido amplamente caracterizados visando identificar aquelas propriedades que fortalecem ou debilitam sua utilização como substitutos de resinas sintéticas (CHO et al., 2009). A difração de raios x é uma técnica que pode ser usada para avaliar o grau de modificação do amido por meio da quantificação do grau de perda de cristalinidade do amido (WU et al., 2010).

Dessa forma, portanto, qualquer caracterização tecnológica exige conhecimento da técnica, precisão no preparo de amostras e equipamentos calibrados e configurados ao tipo de análise, que muitas vezes não coadunam aos recursos disponíveis para modernização e ampliação das funções dos equipamentos, visando evitar distorções destes componentes na leitura dos gráficos quando utilizados na análise de novos materiais.

Com isto, o trabalho teve como objetivo comparar o desempenho de dois métodos adaptados de utilização do porta amostra do equipamento portátil de raios x destinado ao método do pó para uso na análise de bioplásticos.

### Materiais e métodos

#### *Elaboração dos bioplásticos*

Os extrudados de amido de mandioca (45%) e de milho (55%) foram elaborados em uma extrusora dupla rosca Clextral Evolum HT25 (Firminy, França) e nano estruturadas com: Zeolita na concentração de 5% em substituição a mistura de amidos.

O material extrudado foi cortado em pedaços regulares com 5g e termo-prensado em uma prensa hidráulica manual (São Carlos, Brasil) a 10 toneladas de força de compressão por 30s a 90°C para o método 1 e 5 toneladas a 10s para o método 2. A espessura dos filmes foi medida em micrômetro digital (Fowler, Newton, EUA) e utilizados respectivamente nos dois métodos: 1 (0,2-0,3mm) e 2 (0,6-0,8mm).

#### *Adaptação da técnica*

A determinação do índice de cristalinidade sob a técnica de Raios-X dos protótipos de bioplásticos para embalagens de alimentos só foram possíveis com a adaptação do único porta amostra do equipamento portátil de Raios-X da Bruker AXS – D2 Phaser configurado para o método do pó, (Fig. 1). Este processo respeitou a alguns princípios técnicos: 1) a Lei de Bragg, 2) não deformaram os biofilmes, 3) não ultrapassaram a espessura de 3mm que corresponde a altura da concavidade do porta

amostra e 4) se teria facilidade de ser reproduzido, com qualidade, por outros técnicos.

A técnica desenvolvida para o método 1 consistiu no uso dos bioplásticos mais finos (0,2-0,3mm) montados numa sequência alternada de duas laminulas de vidro, intercaladas com duas outras camadas de fita dupla face (substrato) recoberta com o bioplástico segundo a forma circular do porta amostra, (Fig. 2 e Fig. 3). Como controle, para verificar se havia contaminação ou interferência da cristalinidade do material utilizado no substrato, foram realizadas diversas análises de Raios-X sem a camada externa de bioplástico.

A técnica do método 2 utilizou o protótipo do bioplástico mais espesso (0,6-0,8mm), espessura esta, calculada pelo software AbsorvX da Bruker, onde foi moldado, cortado e fixado no porta amostra por meio de massa vedante comercial, Fig. 4.



Fig. 1: Equipamento, porta amostra e bioplásticos utilizados.

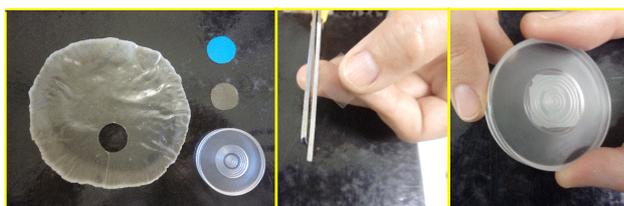


Fig.2: Corte e molde das laminulas de vidro para compor o substrato suporte do bioplástico no porta amostra.

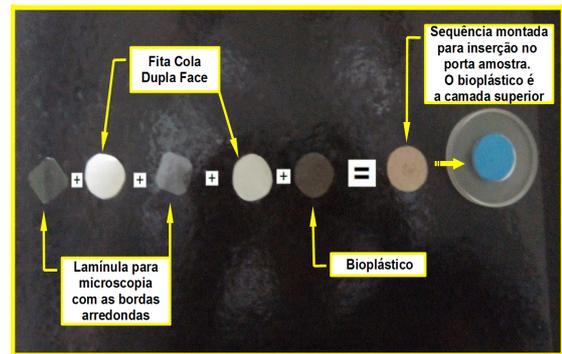


Fig.3: Sequência de montagem do Método 1.

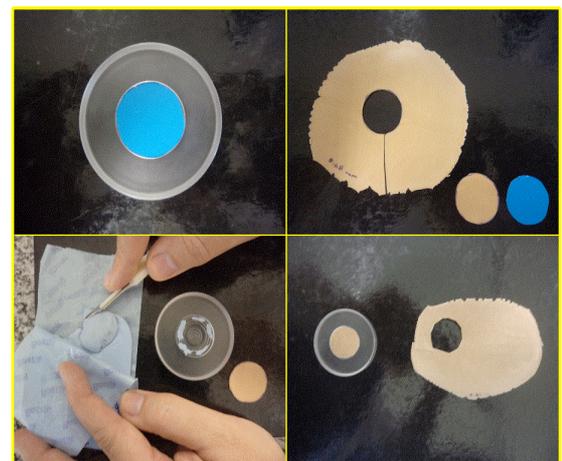


Fig. 4: Sequência de montagem do Método 2.

## Resultados e discussão

Os difratogramas apresentados na Fig. 5 demonstram que não houve interferência do material utilizado como substrato no método 1 e nem das diferentes espessuras dos bioplásticos utilizados nos Métodos 1 e 2. O método 1 por sua sequência detalhada de corte de laminula de vidro com tesoura em junção sobreposta com fita dupla face requer que o técnico tenha habilidade de artesanato dado a fragilidade do material que em conjunto não podem ultrapassar a espessura de concavidade do porta amostra que é de 3mm. O método 2, é simples para montagem no porta amostra pois só requer o calculo da espessura do bioplástico mediante a sua composição química pelo software AbsorvX da Bruker e rápido molde, corte e fixação. Portanto, independente do método utilizado é possível obter resultados satisfatórios em termos de caracterização do índice de cristalinidade, permitindo adaptar a técnica proposta a diferentes tipos de bioplásticos sendo eles produzidos por *casting*, extrusão ou temprensagem.

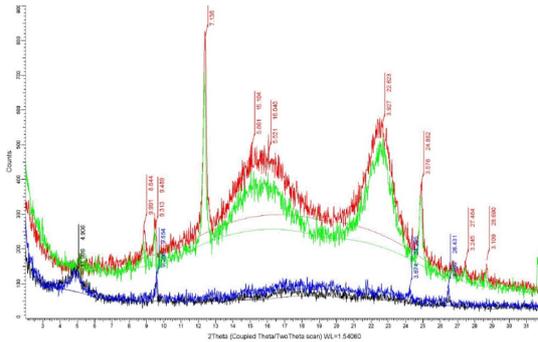


Fig. 5. Comparação entre os difratogramas de Raios-X do suporte (porta amostra+laminula+fita dupla fase): perfil cor azul e preto, e os da análise do bioplástico de amido com zeólita usando o método 1 (verde) e método 2 (vermelho).

---

## Conclusões

---

As duas técnicas desenvolvidas sob o ponto de vista analítico apresentaram resultados satisfatórios e equivalentes no que se refere ao seu uso no para caracterizar a cristalinidade de bioplásticos no equipamento de Raios-X, porém quanto ao fator reprodutibilidade o método 2 se mostrou viável a se tornar uma rotina simples no laboratório para a preparação de montagem de porta amostra para análise de Raios-X, porque o método 1 requer habilidade de artesão para a sua aplicação.

---

## Agradecimentos

---

Os autores agradecem ao CNPq, FAPERJ, FINEP, Projeto MP1 Rede Agronano – Embrapa e especialmente ao Programa CAPES-Rede Nanobiotech Brasil nº07 (Edital CAPES 04/CII-2008).

---

## Referências

---

CHO, J.; KONOPKA, K.; ROZNIATOWSKI, K.; LECINA, E. G.; SHAFFER, M. S. P.; BOCCACCINI, A. R. Characterization of carbon nanotube films deposited by eletrophoretic deposition. *Carbon*, v. 47, n. 1, p. 58-67, 2009.

WU, Y.; CHEN, Z.; LI, X.; WANG, Z. Retrogradation properties of high amylose rice flour and rice starch by physical modification. *LWT - Food Science and Technology*, v. 43, n. 3, p. 492-497, 2001