

ISSN 2175-8395

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Embrapa Instrumentação  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

**ANAIS DO VII WORKSHOP DA REDE DE  
NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO**

Maria Alice Martins  
Odílio Benedito Garrido de Assis  
Caue Ribeiro  
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

**Editores**

Embrapa Instrumentação  
São Carlos, SP  
2013

**Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:**

**Embrapa Instrumentação**

Rua XV de Novembro, 1452  
Caixa Postal 741  
CEP 13560-970 - São Carlos-SP  
Fone: (16) 2107 2800  
Fax: (16) 2107 2902  
www.cnpdia.embrapa.br  
E-mail: cnpdia.sac@embrapa.br

**Comitê de Publicações da Unidade**

Presidente: João de Mendonça Naime  
Membros: Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori  
Dr. Washington Luiz de Barros Melo  
Sandra Protter Gouvea  
Valéria de Fátima Cardoso  
Membro Suplente: Dra. Lucimara Aparecida Forato

Revisor editorial: Valéria de Fátima Cardoso  
Capa - Desenvolvimento: NCO; criação: Ângela Beatriz De Grandi  
Imagem da capa: Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus  
Loures Mourão, Viviane Soares

**1ª edição**

1ª impressão (2013): tiragem 50

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 VII Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio –  
2012 - São Carlos: Embrapa, 2012.

Irregular  
ISSN 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Assis, Odílio Benedito Garrido de.  
III. Ribeiro, Caue. IV. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. V. Embrapa Instrumentação.

---

© Embrapa 2013

# OTIMIZAÇÃO DO PROCESSAMENTO DE BLENDA À BASE DE AMIDO E PECTINA PARA OBTENÇÃO DE FILMES HIDROSSOLÚVEIS

Camila R. Sciena<sup>1,2</sup>; Maria Fernanda dos Santos<sup>1,3</sup>; José Manuel Marconcini<sup>1</sup>;  
Elaine C. Paris<sup>1</sup>; Daniel S. Corrêa<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Embrapa Instrumentação, São Carlos, São Paulo, Brasil.

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

<sup>3</sup>Universidade Federal de São Carlos, Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia, São Carlos, SP, Brasil.  
\*carsciena@gmail.com

Projeto Componente: PC5 Plano de Ação: PA2

## Resumo

O presente estudo foi embasado na produção de blendas poliméricas à base de amido e pectina para sua utilização como sachês de liberação prolongada de fertilizantes fosfatados. Deste modo, as blendas poliméricas foram obtidas por meio de variações de seus componentes. Para caracterizar as blendas obtidas utilizou-se difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura, termogravimetria e avaliação da solubilidade em água. Nos resultados obtidos, verificou-se que a blenda polimérica que apresenta maior tempo de conservação em água, aliada à maior ductilidade, foi a de composição 25% amido:75% pectina:40% glicerol.

**Palavras-chave:** amido termoplástico; pectina; blendas poliméricas, solubilidade

## Introdução

A blenda polimérica é caracterizada como a mistura entre dois polímeros homogêneos com propriedades distintas, originando um composto com as características finais desejadas. Um exemplo de blenda polimérica é a mistura entre amido termoplástico e pectina.

O amido é um material encontrado em grãos, tubérculos e raízes. Polímeros derivados deste apresentam solubilidade à água presente no meio.

O amido termoplástico (TPS) é gerado após a adição de plastificantes, como o glicerol, e processamento adequado, melhorando sua flexibilidade. Já a pectina (PEC) é um polissacarídeo, podendo ser obtido a partir da extração de paredes celulares primárias e, também, de regiões intermoleculares de frutos e plantas (Willats et. al, 2006). Sob ação da água, torna-se um gelificante, já que as ramificações presentes em sua estrutura retêm moléculas de água (LOFGREN et. al, 2002).

A mistura de polímeros é feita por intermédio da mistura mecânica realizada por equipamentos de processamento, como extrusoras e reômetros de torque. A partir desses, é possível obter um material homogêneo. É necessário ressaltar que a blenda processada deve conter as mesmas

características após ser moldada (SCHLEMMER; SALES, 2010).

Nesse estudo, tem-se o interesse em obter blendas constituídas por amido, pectina e glicerol com o intuito de produzir sachês que serão empregados para acondicionar fertilizantes fosfatados, a fim para promover liberação controlada no solo e evitar lixiviação.

## Materiais e métodos

A blenda polimérica foi preparada a partir da mistura de pectina (CPKelco, Limeira-SP, Brasil) e amido de milho "Amidex 3001" (Corn Products) nas seguintes formulações:

Tab. 1: Formulação e componentes necessários para a produção da blenda polimérica.

Componente	Formulação (g)	
	30% Glicerol	40% Glicerol
Ácido Esteárico	0,28	0,24
Água Deionizada	5,6	4,8
Glicerol	12	16
Polímero*	28	24
Massa Total	45,88	45,04

O termo polímero na tabela acima se refere à soma das massas de pectina e de amido. Essa massa foi dividida de várias maneiras à criar blendas diferentes para, a partir daí, selecionar a mais indicada para os experimentos.

Foram feitas formulações contendo 100% Pectina, 25% amido/75% pectina, 50% amido/50% pectina e 100% amido (em porcentagem mássica de polímero), tanto para 30, como 40% em excesso de glicerol (porcentagem mássica).

Em um reômetro de torque Haake foram adicionados os compostos previamente homogeneizados à uma rotação de 160 rpm e à uma temperatura de 130°C durante 4 minutos. A seguir foi realizada a prensagem do material formado na etapa anterior em uma prensa utilizando 10 toneladas a 140°C numa forma, obtendo-se o filme desejado.

As caracterizações das amostras obtidas foram realizadas por 4 métodos:

- Difração de raios x (DRX), com o auxílio de um difratômetro de raios X Shimadzu modelo XRD-6000 com radiação Cu Ka, operando a 30kV e 30mA, uma velocidade de 1°min<sup>-1</sup> e 2θ variando de 5 à 55°.
- Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), do filme formado após a prensagem das blendas. Para isso, foi utilizado o microscópio de varredura JEOL, modelo JSM 6510.
- Termogravimetria (TGA) e a respectiva derivada (DTG), em um equipamento TA Instruments modelo Q500, com massas variando de 8 a 10mg e temperatura final de 600°C, com uma velocidade de aquecimento de 10°C min<sup>-1</sup>, sob fluxo de N<sub>2</sub> com vazão de 80ml/cm<sup>2</sup>.
- Solubilidade, cujo polímero foi mantido em água, numa estufa à 40°C, a fim de observar a solubilidade dos mesmos.

Após a obtenção dos filmes, foi iniciado o processo de produção dos sachês, onde filmes cortados em quadrados de 2x2 cm foram selados numa prensa à 150°C.

## Resultados e discussão

Por meio da caracterização estrutural por DRX das amostras das blendas poliméricas com diferentes concentrações de amido (TPS), pectina (PEC) e mista de TPS:PEC mostradas na Fig. 1, observa-se que em todos os difratogramas há a presença de uma banda larga em 2θ entre 7 e 28°, a qual indica a baixa cristalinidade da blenda composta por PEC plasticizada. Em relação ao

difratograma da blenda formada por 100TPS:40G (Fig. 1c) foi possível observar quatro picos em 2θ correspondentes a 13,3, 17, 20,4 e 22,7° correspondentes a estrutura cristalina da amilose e amilopectina presente nos grãos de amido (MOREIRA et. al, 2012). Além disso, verificou-se que os difratogramas apresentados na Fig. 1 indicaram uma maior cristalinidade da blenda de 100TPS (Fig. 1c) em relação às blendas de 100PEC (Fig. 1a-b). Os difratogramas obtidos para as blendas mistas, formadas por TPS:PEC (Figs 1d-g), foram similares, com picos em 2θ correspondentes aos observados no difratograma da blenda formada por 100% TPS, indicando que somente a fase cristalina do amido foi detectada.

Observou-se portanto, uma maior cristalinidade nas blendas com maior porcentagem de TPS e menor porcentagem de glicerol (Fig. 11c,d).

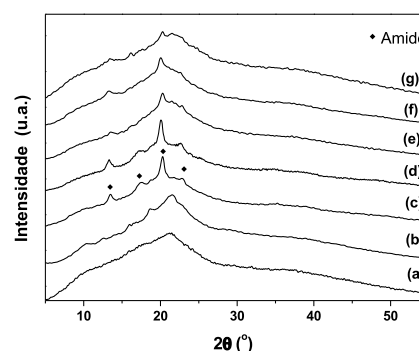


Fig. 1: Difratogramas de raios X dos filmes das blendas poliméricas: a)100PEC:30G, b)100PEC:40G, c)100TPS:40G, d)50TPS:50PEC:30G, e)50TPS:50PEC:40G, f)25TPS:75PEC:30G e g)25TPS:75PEC:40G.

A Fig. 2 mostra a imagem de microscopia eletrônica de varredura com (MEV) da seção transversal do filme da blenda polimérica 25TPS:75PEC:40G. Pela análise desta imagem determinou-se a espessura média do filme em torno de 1,6 mm.

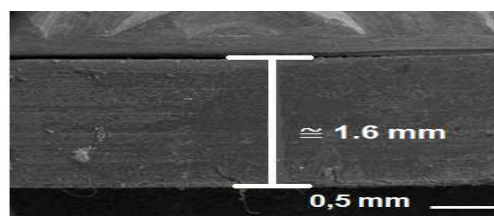
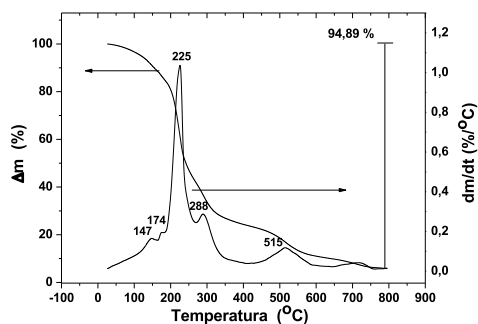


Fig.2: Micrografias obtidas por MEV da blenda 25TPS:75PEC:40G.

A Fig. 3 apresenta o perfil de degradação térmica da blenda 25TPS:75PEC:40G

determinada por análise termogravimétrica (TGA) e a respectiva derivada (DTG). Verificou-se que a completa decomposição do material ocorreu em temperaturas inferiores a 750°C. Os primeiros eventos de perda de massa ocorram a temperaturas entre 147 a 174°C e podem estar relacionados à eliminação de água quimicamente ligada, e a perda de voláteis de baixa massa molar.

Obteve-se o maior evento de perda de massa em 225°C e observou-se o surgimento de um evento secundário de perda de massa em 288°C, que podem ser atribuídos à degradação térmica do sistema. Deste modo, verificou-se que não ocorreu nenhum evento significativo de perda de massa na temperatura de 130°C que é a temperatura empregada no processamento dos filmes, indicando, portanto, que não há degradação térmica durante processamento dos filmes.



(d)

Fig. 3: Curva TGA e DTG para a blenda 25TPS:75PEC:40G.

A Fig. 4 mostra as imagens da solubilização dos sachês das blendas TPS:PEC em função do tempo de permanência em água. Estes ensaios foram realizados para determinar-se a composição dos sachês que apresentam menor solubilidade em água. Por meio destas Fig.s foi possível observar que o sachê que apresentou menor degradação após 15 dias de permanência na solução aquosa foi o de composição 25%TPS:75%PEC:40%G.

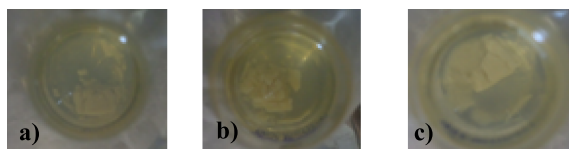


Fig. 4: Imagens da degradação dos sachês TPS:PEC. a)100PEC:40G, b)50TPS:50PEC:40G e c)25TPS:75PEC:40G após 15 dias.

## Conclusões

Pode-se concluir que a degradabilidade e a maleabilidade das blendas poliméricas podem ser controladas por meio de alterações na proporção de seus componentes, e que a composição que apresentou degradação mais lenta em água foi a de 25% TPS : 75% PEC : 40% G, a qual será empregada nas confecções dos sachês para liberação lenta de fertilizantes.

## Agradecimentos

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

## Referências

- LUCAS, F.E.; SOARES, G.B.; MONTEIRO, E. Caracterização de Polímeros: Determinação de Peso Molecular e Análise Térmica. Rio de Janeiro: E-papers, 366 p., 2001.
- LOFGREN, C.; WALKENSTROM, P.; HERMANSSON, A.M. Microstructure and rheological behavior of pure and mixed pectin gels. *Biomacromolecules*, v. 3, n. 6, p. 1144-1153, 2002.
- 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.
- SCHLEMMER, D.; SALES, M.J.A. Preparação, Caracterização e Degradação de Blendas PS/TPS Usando Glicerol e Óleo de Buriti como Plastificantes. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 20, n. 1, p. 6 – 13, 2010.
- MOREIRA, F.K.V.; MARCONCINI, J.M.; MATTOSO, L.H.C. Analysis of the influence of composition and processing parameters on the mechanical properties of biodegradable starch/pectin blends. *Polymer Bulletin*, v. 69, n.5, p. 561-577, 2012.