

PREPARAÇÃO E ANÁLISE DE AMIDO TERMOPLÁSTICO/PEBD NA BIODEGRAÇÃO APÓS PROCESSO DE COMPOSTAGEM

Jonas Bitencourt¹, Mara Zeni Andrade*¹, Laura N. Francisquetti³, Ana M.C.Grisa², Edson Francisquetti¹, Douglas Simon¹

¹ PPGTEM– Instituto Federal de Ensino, Ciência e Tecnologia do RS(IFRS), Farroupilha– RS– Brasil; Correo electrónico: mara.andrade@farroupilha.ifrs.edu.br

² Departamento de Física e Química– Universidade de Caxias do Sul (UCS)– Caxias do Sul–RS–Brasil

³ Instituto Federal de Ensino, Ciência e Tecnologia do RS (IFRS), Bento Gonçalves –RS – Brasil

Recibido: Enero de 2022; Aceptado:

RESUMEM

Se probó la biodegradabilidad de compuestos de polietileno de baja densidad (LDPE) y almidón en el proceso de compostaje. Se modificó in situ almidón de maíz termoplástico (TPS) con un extensor de cadena y se mezcló en polietileno al 20% usando un mezclador intensivo, lo que dio como resultado una mezcla de plastificante de glicerol TPS / LDPE 80:20 p/p. Después de 60 y 90 días en un reactor compostable, las muestras se analizan mediante espectroscopia infrarroja por transformada de *Fourier*, análisis termogravimétrico y microscópico. El experimento dio como resultado una descomposición rápida de la fase de almidón con una pérdida del 20% de la masa del material compuesto, pero se puede concluir si hubo o no degradación de la fase de polietileno.

Palabras clave: TPS, almidón de maíz, degradación, PEBD, compostable.

ABSTRACT

Composite of low density polyethylene (LDPE) and starch biodegradable materials were tested for biodegradability under composting process. Thermoplastic corn starch (TPS) was modified in situ with a chain extender and mixed in 20% polyethylene using an intensive mixer, resulting in a mix TPS/LDPE 80:20 w/w, glycerol plasticizer. After 60 and 90 days in a compostable reactor, the samples are analyzed by *Fourier* Transform Infrared Spectroscopy, thermogravimetric and optical microscopic analysis. The experiment resulted in a fast decomposition of the phase of starch with a loss of 20% mass of the composite but cannot be concluded whether or not there was degradation of the polyethylene phase.

Keyword: TPS, corn starch; degradation; LDPE; compostable

INTRODUÇÃO

Com o desenvolvimento da indústria de plásticos, plásticos de amido/polietileno com boa degradabilidade e compatibilidade são cada vez mais desejados. Nos últimos 50 anos, plásticos de polietileno cheio de amido foram relatados por muitos pesquisadores [1]. Com o objetivo de reduzir os problemas ambientais causados pelos resíduos plásticos, a pesquisa de novos materiais a partir de recursos renováveis, como os polímeros naturais biodegradáveis, tem sido um desafio nos últimos anos para pesquisadores acadêmicos e industriais [2,3]. O uso de produtos agrícolas na aplicação de plásticos é considerado uma forma interessante de reduzir os excedentes de produtos agrícolas e de consolidar suas receitas para aplicações não alimentares [4].

Nesse contexto, o amido pode ser uma alternativa sustentável ideal aos plásticos derivados do petróleo, principalmente por sua abundância, biodegradabilidade, não toxicidade e baixo custo [5]. O amido em sua forma nativa é amplamente utilizado como um enchimento [6], mas seu processamento por fusão por métodos convencionais, na presença de plastificantes como o glicerol, leva a uma matriz termoplástica (amido termoplástico, TPS) útil para muitas aplicações, como em

embalagem e campo biomédico [2]. Na verdade, o amido plastificado pode ser processado sob o processo tradicional de fusão, como extrusão, moldagem por injeção e sopro de filme [3].

O amido não é realmente um termoplástico, mas pode ser convertido em uma fase polimérica emaranhada contínua sob calor e cisalhamento na presença de água ou de um plastificante não aquoso, como glicerol, ureia, glicose e sorbitol [7]. Os plastificantes podem destruir a estrutura cristalina do amido nativo [2]. Quanto melhor o efeito de plastificação, mais hidroxilas livres de amido termoplástico (TPS) existem. O amido termoplástico é um material adequado para diversas aplicações, como embalagem e revestimento, e uma alternativa adequada para os polímeros de petróleo tradicionais.

Primeiramente, ênfase especial foi colocada na influência do amido nas propriedades termomecânicas e hidrofília dessas misturas antes da análise de compostagem. Consequentemente, a desintegração em condições de compostagem em escala de laboratório dos materiais obtidos foi conduzida e a análise morfológica, térmica e estrutural de tal material degradado é relatada aqui. As mudanças na morfologia das blendas e seus nanocompósitos, o caráter hidrofílico da fase TPS e sua biodegradabilidade nas propriedades de compostabilidade resultantes de materiais à base de PEBD/TPS foram estudadas com o objetivo principal de ter informações sobre a vida útil desses materiais para aplicações industriais potenciais (por exemplo: películas de cobertura agrícola, embalagens de alimentos, etc.) [9].

Neste trabalho, o TPS foi preparado a partir de amido de milho, plastificado com glicerol e usando um extensor de cadeia de ácidos graxos para aumentar a hidrofobicidade do compósito TPS/PEBD. As amostras foram conduzidas por 90 dias em condições de compostagem doméstica de acordo com a Prática Padrão ASTM para Avaliação da Suscetibilidade Microbiana de Materiais Não Metálicos por Aterro de Solo de Laboratório – G160 –19 (2019)

PARTE EXPERIMENTAL

Materiais. A aparência visual o amido de milho utilizado vem de comercial da empresa *Cargill, Amilogill 2100*. O glicerol é um produto comercial da empresa *Nova Química Ltda*. O extensor de cadeia usado é o ácido graxo obtido da empresa *SGS polímeros Ltda*. O polietileno utilizado foi e PEBD (EB–853/72) da empresa *Braskem*. Os espectros de FTIR foram registrados no *Perkin Elmer Frontier Spectronic* na forma de filmes com ATR, na faixa de 4.000 – 400 cm^{-1} . A análise termogravimétrica foi registrada no TGA 4.000 *Perkin Elmer*, aquecido de 30 a 800°C, com taxa de aquecimento de 20°C·min⁻¹, utilizando atmosfera de nitrogênio. As análise de microscopia (bw 1.008–500X) microscópio, digital, usb 5X–500X.

Preparação. Para preparar o TPS, concentrações de amido (56,5%), glicerol (23% p/p), polietileno PEBD (20% em peso) e ácido extensor de cadeia (0,5% em peso). Foram misturados

mecanicamente em um recipiente até a obtenção de um material homogêneo. As misturas foram processadas em um misturador de alto cisalhamento. A mistura foi prensada a quente a 150°C em filmes de 0,2 mm de espessura.

Teste de Compostagem. No teste de compostagem, a matriz de resíduos (peso inicial: 5 kg) era composta de resíduos de alimentos e resíduos verdes (20% grama, 10% aparas de madeira, 20% vegetais, 30% frutas, 20% inóculo de esterco de vaca) de acordo com ASTM G160–19. O teste de biodegradação foi realizado em uma caixa de madeira de 1,0 m·1,0 m·0,9 m, projetada como composteira de acordo com ASTM G160–19. A caixa foi deixada em ambiente aberto sendo monitorada a temperatura, pH e umidade. As amostras foram cortadas em forma de quadrado (35·35 mm) e acondicionadas em uma tela têxtil para permitir sua fácil remoção após o ensaio de compostagem, mas também permitindo o acesso de umidade e microorganismos (Figura 1).



Figura 1. Estrutura da composteira

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os filmes da blenda TPS/PEBD foram relatados na Figura 2 como fotografias para identificar a descoloração, erosão na superfície nas bordas. A evolução da degradação das amostras compostas é nítida para 60 e 90 dias de compostagem. O aumento da molhabilidade das amostras, possivelmente devido ao consumo do teor de amido, levou a uma degradação na matriz, como pode ser visto melhor na Figura 3.



Figura 2 a) Compósito TPS/PEBD como preparado: b) Compósito TPS/PEBD após 60 dias de compostagem: c) Compósito TPS/PEBD após 90 dias de compostagem.

Na Figura 3 é possível observar as características superficiais dos filmes compósitos TPS/PEBD inicialmente (a) com aspecto termoplástico e os filmes degradados (b,c) tornam-se com aspecto fibroso.

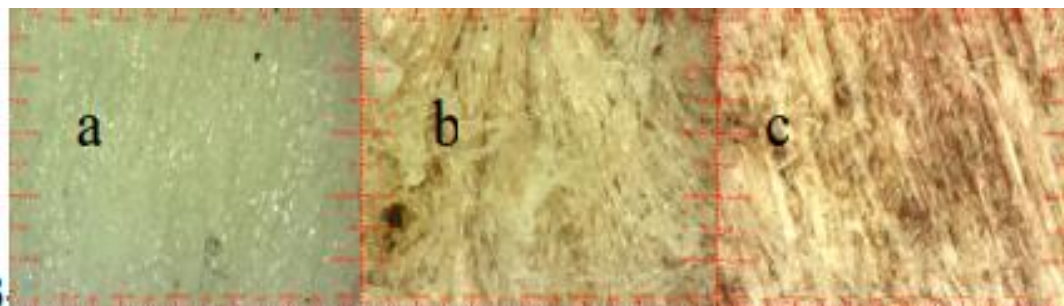


Figura 3. Análise microscópica óptica: a) conforme preparado; b) após 60 dias de compostagem; c) após 90 dias do processo de compostagem.

Os espectros de FTIR mostrados na Figura 4 evidenciam a degradação do TPS devido à redução dos picos em $1.075\text{--}1.150\text{ cm}^{-1}$ (estiramento – CO), 1.716 cm^{-1} (estiramento – C = O) e 3.298 cm^{-1} (estiramento RO), como também observado por *By Peng et al.* [10]. Nenhuma alteração foi encontrada nos picos em $2.843\text{--}2.915\text{ cm}^{-1}$ (estiramento – CH), 715 cm^{-1} (curvatura – CH) relacionados ao polietileno após a compostagem.

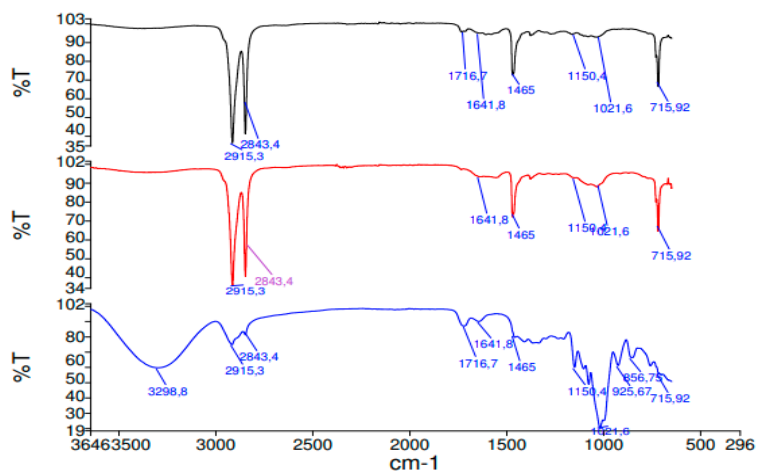


Figura 4. Análise de espectros de FTIR para TPS/PEBD como preparado (preto), após 60 dias (vermelho) e após 90 dias (azul) em compostagem.

As curvas de degradação dos filmes compósitos TPS/PEBD aos 0, 60 e 90 dias são mostradas na Figura 5. Quatro eventos de decomposição térmica são identificados: a etapa inicial está relacionada à evaporação da água, seguida pela decomposição do plastificante. Esta fase parcial sobrepõe-se à degradação térmica da fase rica em amido. Por último, ocorre a degradação do polietileno. As curvas de degradação dos filmes de TPS/PEBD após 60 e 90 dias de compostagem

mostram uma única etapa de perda de massa correspondente à degradação térmica da fase rica em polietileno.

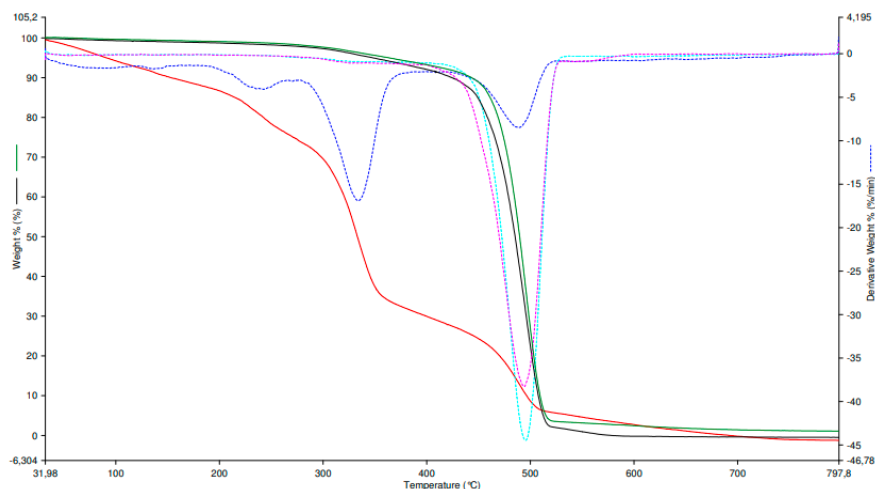


Figura 5. Análise termogravimétrica e seus derivados (DTG) para o compósito TPS/PEBD como preparado (vermelho), após 60 dias (preto) e após 90 dias (verde) do processo de compostagem. As análises de DTG são azul escuro, rosa e azul claro, respectivamente.

CONCLUSÕES

Os filmes compósitos TPS/PEBD apresentaram maior decomposição da fase amido após 60 dias de compostagem, o que foi confirmado por análise visual, TGA e FTIR. Nenhuma grande diferença foi observada entre 60 e 90 dias. Durante todo o período a fase PE não se degradou. Estudos subsequentes serão realizados para propormos o mecanismo de degradação nos filmes, bem como a redução nas propriedades mecânicas.

Agradecimentos. Este projeto foi apoiado por *Fapergs/IFRS • Processo Fapergs 04/2020* – (projeto Desenvolvimento de amido termoplástico com polietileno para extrusão de filmes com resistência mecânica e propriedades compostáveis) e *IFRS – Campi Farroupilha, Brasil, e CNPq.*

REFERENCIAS

1. Miranda VR, Carvalho AJF, *Polímeros*, **5**, 21 (2011)
2. Avela M, Errico ME, Laurienzo P, Martuscelli E, Raimo M, Rimedio R, *Polymer*, **41**, 3875 (2000)
3. Lawrence SS, Walia PS, Felker F, Willett JL, *Polym. Eng. and Sci.*, **44**, 1839 (2004)
4. Shujun W, Jiugao Y, Jinglin Y, *Polym. Degrad. Stab.*, **7**, 395 (2005)
5. Ravati S, Favis BD, *Polymer*, **51**, 3669 (2010)
6. Scott T, G., Wiles, D.M., *Biomacromol.*, **2**, 615 (2001)
7. Willes, D., Scott, G., *Polym. Degrad. Stab.*, **91**, 1581 (2006)
8. Elferi K, Carrot, C, Jaziri M, *J. Appl. Sci. Manuf., Part A* **78**, 371 (2015)
9. Belhassen R, Vilaseca F, Mutjé P, Boufi S, *Ind. Crops Prod.*, **53**, 261 (2014)
10. Peng Bo-Yu et al., *Environ. Poll.*, **266**, 115 (2020)