



## PRODUÇÃO ESCALONADA DE FILMES FLEXÍVEIS DE ALGINATO POR CASTING CONTÍNUO DE SOLUÇÃO

Gustavo D. Silva<sup>1\*</sup>, Leonardo do C. Braghim<sup>1</sup>, Francys K. V. Moreira<sup>1</sup> e Luiz H. C. Mattoso<sup>2</sup>

1 - Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). Rodovia Washington Luís, km 235, São Carlos, CEP 13565-905, SP.

[gustavo.dafonseca@estudante.ufscar.br](mailto:gustavo.dafonseca@estudante.ufscar.br)

2-Pesquisador da Embrapa Instrumentação, São Carlos, SP.

### RESUMO

O presente trabalho buscou desenvolver um método de produção de filmes flexíveis biodegradáveis de ALG em escala pré-piloto por casting contínuo de solução. Soluções aquosas de ALG com concentração de 1 a 10 % (base massa de água) foram preparadas e o casting contínuo foi realizado em uma máquina com duas estufas em série operando a 80 °C e velocidade de 13 cm min<sup>-1</sup>. Foram comparadas soluções de ALG sem e com os plastificantes glicerol e sorbitol nas concentrações de 15 e 30 % (base massa de ALG). Os filmes foram caracterizados quanto às propriedades mecânicas por testes de tração e quanto à microestrutura. Foi observada excelente processabilidade das soluções de ALG com concentração mínima de 7 % sendo obtida uma produtividade de 0,03 m<sup>2</sup> filme/min, a qual foi no mínimo 1000 vezes maior do que aquelas tipicamente obtidas por casting em batelada. Os espectros de ATR-FTIR foram similares, indicando que o ALG e o plastificante foram misturados fisicamente, sem reagir durante o processamento, independente da composição. O glicerol se apresentou mais eficiente como plastificante em relação ao sorbitol para os filmes produzidos através dessa técnica. Dessa forma, este trabalho mostra que o casting contínuo pode ser empregado na produção de filmes biodegradáveis de ALG com ampla faixa de propriedades mecânicas para várias aplicações.

**Palavras-chave:** Embalagem biodegradável, rota úmida, propriedades mecânicas.

### INTRODUÇÃO

A utilização crescente de filmes poliméricos não biodegradáveis em vários setores vem causando preocupações ambientais. Com isso, a busca por matéria-prima abundante e renovável, para produção de filmes poliméricos menos agressivos à natureza, tem se tornado cada vez mais relevante. O alginato (ALG) é um polissacarídeo biocompatível, atóxico e abundante que pode ser aplicado como embalagem, revestimentos comestíveis para alimentos e na produção de curativos regenerativos, sendo sua principal aplicação na forma de sal<sup>(1)</sup>; ele é derivado do ácido algínico, encontrado na natureza, extraído principalmente de algas marinhas marrons pertencentes a classe *Phaeophyceae*.

A produção de filmes de alginato ocorre geralmente por casting em batelada, no entanto, tal método de processamento apresentou baixa produtividade, tornando-o economicamente inviável. Desta maneira, buscando solucionar o problema de produtividade, o presente trabalho

estudou a influência do *casting* contínuo na produtividade de uma produção pré-piloto de ALG. Na literatura existem diferentes formas de adequar as propriedades físicas dos filmes de ALG a depender da aplicação, dentre elas destaca-se a utilização de plastificantes. Vale ressaltar que a adição de plastificantes leva a uma diminuição das forças intermoleculares e ao aumento da mobilidade das cadeias do polímero, melhorando a flexibilidade e manuseabilidade dos filmes<sup>(2,3)</sup>.

Foram produzidas amostras com a concentração de 1 a 10% de ALG, com e sem a adição do plastificantes sorbitol e glicerol nas concentrações (0, 15% e 30% em massa de ALG). Os filmes foram então caracterizados química e mecanicamente, sendo comparados segundo suas propriedades e produtividade. Além disso, foi realizada uma comparação entre os filmes produzidos por *casting* contínuo e *casting* de bancada, averiguando a eficiência do método de processamento proposto por este trabalho.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Preparação das soluções de alginato

As soluções de alginato de sódio foram preparadas dissolvendo o polissacarídeo em pó na água à 25°C sob agitação mecânica por 30 min. Para as soluções que sofreram o *casting* contínuo, variou-se a concentração de alginato até 10% em massa para atingir a viscosidade adequada para processamento contínuo, que se mostrou ótima a 7%. O teor de plastificante (glicerol ou sorbitol) foi variado entre 15% e 30% em peso com base na massa de alginato, onde todas as soluções foram centrifugadas a 10.000 rpm por 5 min. Para questões de comparação e controle, preparou-se soluções puras de alginato, sem a presença de plastificantes.

### Produção dos filmes de ALG por *casting*

Para o *casting* contínuo (CC), as soluções de ALG foram processadas em uma máquina de laminação KTF-B (Mathis, Suíça). As soluções foram continuamente vazadas em dispositivo de laminação, onde regulou-se a espessura da lâmina úmida formada em 1,3 mm no substrato. Após a altura ser definida, o substrato é levado por uma esteira a 13 cm/min até duas estufas em série, onde a água da solução é evaporada, restando apenas o filme de alginato seco. Para a obtenção dos filmes de 7% de alginato com 0%, 15% e 30% dos plastificantes glicerol (G) e sorbitol (S), utilizou-se as estufas em temperaturas diferentes, sendo elas 80 e 100°C, respectivamente. Ao fim do processo, todo filme obtido foi enrolado juntamente com o substrato. Para o *casting* de bancada (B), soluções de alginato a 1% foram vertidas em placas de petri e submetidas à secagem em estufa a 35°C por 24 h.

### Espectroscopia ATR-FTIR

As medições de FTIR foram realizadas em um espectrômetro Brucker no modo de refletância total atenuada (ATR), onde os espectros foram registrados com acumulação espectral de 32 e resolução de 2 cm<sup>-1</sup>.

### Ensaio de tração

Realizou-se testes de tração uniaxial em uma máquina de teste universal equipada com uma célula de carga de 500N, onde foram realizadas conforme a norma ASTM D882<sup>(4)</sup> utilizando no mínimo 5 corpos de prova, velocidade da cruzeta de 12,5 mm min<sup>-1</sup> e separação inicial entre as garras de 100 mm. O módulo de Young (E), resistência à tração ( $\sigma_T$ ) e alongamento na

ruptura ( $\epsilon_B$ ) foram calculados a partir das curvas de tensão ( $\sigma$ ) - deformação ( $\epsilon$ ). A espessura média do filme foi determinada a partir de três medidas em cada espécime usando um micrômetro digital. Todos os espécimes foram pré-condicionados a  $54 \pm 3\%$  RH por 48 horas antes do teste.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foi observada excelente processabilidade das soluções de ALG com concentração mínima de 7 % sendo obtida uma produtividade de  $0,03 \text{ m}^2 \text{ filme/min}$ , a qual foi no mínimo 1000 vezes maior do que aquelas tipicamente obtidas por casting em batelada. As caracterizações por DRX (resultados não mostrados) indicaram sistemas amorfos, independentemente. Os espectros ATR-FTIR dos filmes são representados na Figura 1 para as amostras contendo os plastificantes na maior concentração avaliada neste trabalho (30%).

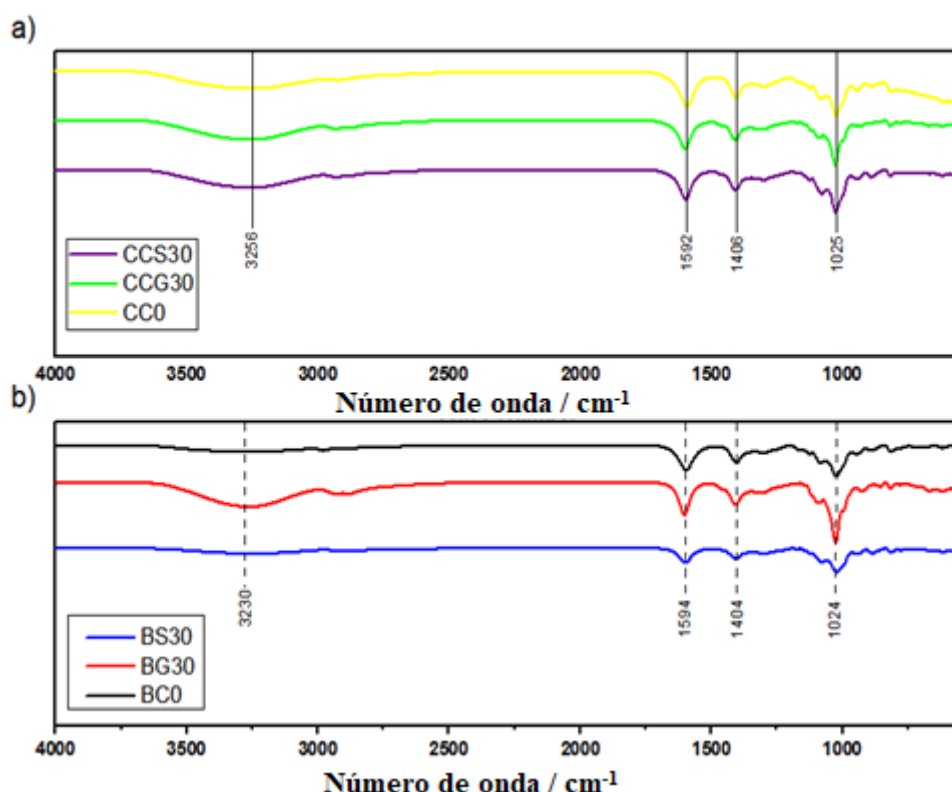


Figura 1: ATR-FTIR dos filmes de alginato produzidos puro e com 30% de plastificantes glicerol (G) e sorbitol (S). a) dos filmes obtidos pelo casting contínuo (CC); b) dos filmes obtidos pelo casting de batelada (B).

Observa-se a partir dos espectros que houve apenas mistura física entre os componentes dos filmes não havendo mudanças nas bandas vibracionais típicas da pectina, independentemente do tipo de plastificante e do processamento adotado. Os resultados dos ensaios de tração são listados na Tabela 1 para os filmes produzidos por casting contínuo de solução.

Tabela 1: Valores médios de módulo elástico (E), resistência tração ( $\sigma_T$ ) e alongamento na ruptura ( $\varepsilon_B$ ) nos filmes de alginato de sódio.

| Filme (% Plastificante) | E (GPa)          | $\sigma_T$ (MPa) | $\varepsilon_B$ (%) |
|-------------------------|------------------|------------------|---------------------|
| ALG_PURO                | $3.4 \pm 0.3^a$  | $48.6 \pm 3.6^a$ | $3.4 \pm 1.5^a$     |
| ALG_GOH15               | $1.2 \pm 0.2^b$  | $19.7 \pm 1.4^b$ | $4.2 \pm 2.2^a$     |
| ALG_GOH30               | $0.2 \pm 0.1^c$  | $5.1 \pm 1.7^c$  | $12.1 \pm 6.4^c$    |
| ALG_SOH15               | $1.7 \pm 0.2^d$  | $30.5 \pm 3.0^d$ | $4.7 \pm 1.3^a$     |
| ALG_SOH30               | $0.6 \pm 0.07^e$ | $16.3 \pm 1.5^e$ | $7.8 \pm 1.2^c$     |

A adição de sorbitol a 15 % diminuiu a resistência a tração ( $\sigma_T$ ) e o módulo elástico (E) do filme de ALG de 48 MPa e 3,4 GPa para 30 MPa e 1,7 GPa, respectivamente, enquanto o alongamento na ruptura ( $\varepsilon_B$ ) foi ligeiramente aumentado, de 3,4 % para 4,7 %. Para 30 % de sorbitol, as propriedades mecânicas foram  $\sigma_T = 16$  MPa,  $E = 0,6$  GPa e  $\varepsilon_B = 8$  %. Já a adição de glicerol em 15 e 30 % alterou as propriedades mecânicas dos para  $E = 1,2$  GPa e 0,2 GPa,  $\sigma_T = 20$  MPa e 5 MPa e  $\varepsilon_B = 4,2$  % e 12,1 %. Percebe-se que o aumento da plasticidade dos filmes de alginato só foi significativo para teores de plastificante de 30 %, resultando no maior alongamento de ruptura. O glicerol se apresentou mais eficiente como plastificante em relação ao sorbitol para os filmes produzidos de forma escalonada.

## CONCLUSÕES

No geral, o *casting* contínuo mostrou-se eficiente para produção de filmes plastificados de alginato com produtividade de 0,03m<sup>2</sup> de filme por minuto, sendo esse rendimento mil vezes maior do que o obtido por casting de batelada.

O glicerol quando adicionado em concentração de 30% resultou-se no filme com maior alongamento na ruptura dentre as amostras produzidas, sendo mais eficiente como plastificante do que o sorbitol. Em termos de resistência mecânica, os níveis de plastificação permitem obter filmes similares ao PP ( $\sigma_T > 30$  MPa), PEBD ( $\sigma_T \sim 10$  MPa) e PVC plastificado ( $\sigma_T \sim 5$  MPa). Logo, o casting contínuo mostrou-se eficaz para a produção de filmes biodegradáveis de alginato com ampla faixa de propriedades mecânicas para várias aplicações.

## REFERÊNCIAS

1. MANCINI, M.; MORESI, M.; SAPPINO, F. Rheological behavior of aqueous dispersions of algal sodium alginates. *Journal of food Engineering*, v. 28, p. 283-295, 1996.
2. BANKER, G. S. Film coating theory and practice. *Journal of Pharmaceutical Science*, v.55, n.1, p.81-89, 1966.
3. JANGCHUD, A. e CHINNAN, M. S. Properties of peanut protein film: sorption isotherm and plasticizer effect. *Lebensm. Wiss. U. Technolo*, v.32, p. 89-94, 1999.
4. ASTM D 882-18. Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting, ASTM International. [www.Astm.Org](http://www.Astm.Org), p. 1–12, 2018.

## STAGGERED PRODUCTION OF FLEXIBLE ALGINATE FILMS BY CONTINUOUS SOLUTION CASTING

### ABSTRACT

*The present work was aimed at developing a scaled-up method for producing flexible biodegradable ALG films by continuous solution casting. Aqueous solutions of ALG with a concentration from 1 to 10% (water mass basis) were prepared and continuous casting was performed on a machine running at 13 cm min<sup>-1</sup> with two ovens in series operating at 80 °C. ALG solutions were compared with and without the plasticizers glycerol and sorbitol at concentrations of 15 and 30% (ALG mass basis). The films were characterized for mechanical properties by tensile tests and FTIR. Excellent processability of ALG solutions was observed with a minimum concentration of 7%, obtaining a productivity of 0.03 m<sup>2</sup> film/min, which was at least 1000 times greater than those typically obtained by batch casting. The ATR-FTIR spectra were similar, indicating that ALG and plasticizers were physically mixed, without reacting during processing, regardless of the composition. Glycerol was more efficient as a plasticizer than sorbitol for the films. Thus, this work shows that continuous casting can be used in the production of biodegradable ALG films with a wide range of mechanical properties for various applications.*

**Keywords:** *Biodegradable packaging, wet route, mechanical properties.*