DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE BLENDAS DE AMIDO DE MANDIOCA COM QUITOSANA E ALGINATO

Palavras-Chave: Biopolímeros, filme, blendas, quitosana, alginato, amido

Autores:
Alaíce Dias de Santana, FEQ – UNICAMP
Profa. Dra. Mariana Agostini de Moraes (Orientadora), FEQ – UNICAMP
Márcia Raquel Felix da Costa (Co-orientadora), FEQ – UNICAMP

INTRODUÇÃO:

O uso de biopolímeros tem crescido devido à busca por materiais sustentáveis, biocompatíveis, de baixa toxicidade e biodegradáveis, em substituição aos polímeros sintéticos derivados do petróleo (JOYE; MCCLEMENTS, 2016; BABAEE et al., 2022). Essas características tornam-os especialmente atrativos para aplicações biomédicas, como curativos, pois promovem um ambiente úmido favorável à cicatrização e reduzem o risco de infecção (VARAPRASAD et al., 2020; DUTTA et al., 2009). Entre os biopolímeros mais utilizados destacam-se o amido, alginato e a quitosana, que apresentam propriedades complementares. O amido é abundante e biodegradável, mas altamente hidrofílico e mecanicamente frágil (AVEROUS; BOQUILLON, 2004; BANGAR et al., 2021; YANG et al., 2023), o alginato forma estruturas reticuladas que aumentam a estabilidade e favorecem a cicatrização (D'AYALA; MALINCONICO; LAURIENZO, 2008; VARAPRASAD et al., 2020) e a quitosana apresenta atividade antimicrobiana e biocompatibilidade (RINAUDO, 2006; DUTTA et al., 2009; MUXIKA et al., 2017). Assim, a combinação desses biopolímeros na forma de blendas surge como uma estratégia para superar limitações individuais e potencializar suas propriedades funcionais (CAZÓN et al., 2017; MA et al., 2021). Diante disso, este trabalho propõe a produção e caracterização de filmes biopoliméricos, isolados e em forma de blendas, a fim de identificar aqueles com melhor desempenho para aplicação em curativos para feridas dérmicas.

METODOLOGIA:

O amido de mandioca (2% m/v) foi solubilizado em água ultrapura, acrescido de 30% de glicerol (base massa do biopolímero) e a mistura foi aquecida a 95 °C sob agitação (30 rpm) por 35 minutos; após o resfriamento à temperatura ambiente, obteve-se o amido termoplástico pronto para uso.

O alginato (2% m/v) foi dissolvido em água com agitador mecânico por 3 horas e a quitosana (2% m/v) foi solubilizada em ácido lático e ácido acético 3% (v/v) por 24h e filtrada a vácuo. Ambos foram adicionados de 30% de glicerol (m/m) e armazenados sob refrigeração até sua utilização.

A obtenção das blendas de amido com quitosana e amido com alginato se deu pelo método de *casting* em diferentes proporções. Ao longo deste trabalho, para fins de simplificação, o alginato será representado pela sigla Alg, a quitosana solubilizada em ácido acético por QC, e a quitosana solubilizada em ácido lático por QL. As amostras foram elaboradas nas seguintes proporções em relação ao amido: 25%, 50% e 75% de cada um dos componentes mencionados. As misturas foram homogeneizadas em agitador mecânico à temperatura ambiente e vertidas em placas de Petri para secagem a 40ºC; filmes isolados de cada biopolímero também foram produzidos para fim de comparação.

A caracterização química foi feita por espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), visando identificar grupos funcionais e alterações após a incorporação dos bioativos, indicando interações entre os componentes das blendas.

As propriedades térmicas foram avaliadas por análise termogravimétrica (TGA), para verificar a estabilidade térmica e os picos de degradação, e por calorimetria diferencial exploratória (DSC), com taxa de aquecimento de 10 °C·min^{-1} entre 25 ºC e 250 ºC, para identificar as transições térmicas.

Os filmes foram caracterizados por diferentes técnicas. A morfologia foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando voltagem de 10 kV e corrente de 50 mA. A resistência à tração foi determinada conforme a norma ASTM D-882 (2002), com amostras de 10 cm × 2,5 cm equilibradas a 50% de umidade relativa por 48 horas, submetidas a ensaios em texturômetro para obtenção da tensão e alongamento na ruptura.

O grau de intumescimento e a solubilidade foram determinados pela imersão das amostras em PBS (pH 7,4) a 37 ºC por 24 horas. O grau de intumescimento foi feito com a avaliação da diferença de massa antes e depois da imersão, permitindo determinar o tempo de estabilização da absorção, enquanto a solubilidade foi caracterizada através da diferença entre a massa seca inicial e a massa úmida, o que tornou possível a quantificação de quanto a amostra solubilizou.

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Os filmes isolados e em forma de blendas, apresentados na Figura 1, exibiram aparência uniforme e translúcida.

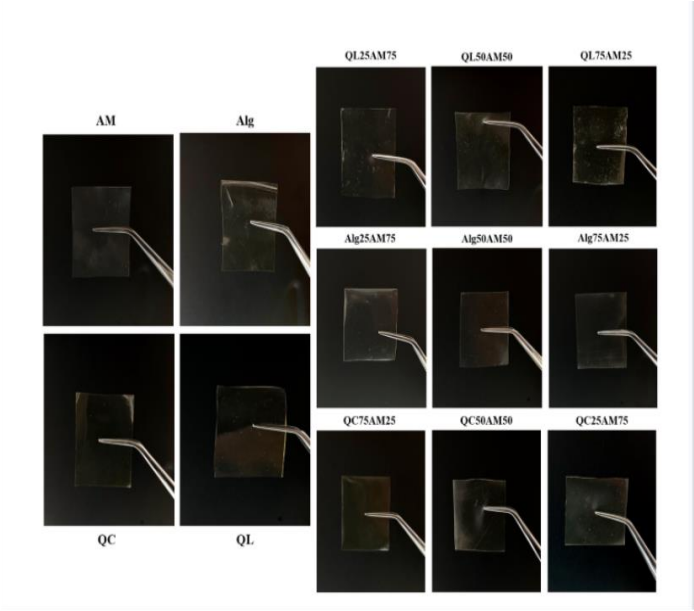

Figura 1- Imagens de cada filme

Os resultados da análise de FTIR se encontram na Figura 1. Na Figura 2a, o pico próximo a 3200–3290 cm^{-1} corresponde aos grupos OH e NH presentes nos biopolímeros, Observou-se que as curvas das blendas que possuem maior porcentagem de alginato são mais acentuadas. Isso pode ser devido à forte ligação de hidrogênio intermolecular do grupo OH na cadeia polimérica (Rahman et al., 2025). Contudo, é notório que sua tendência permanece em todas as blendas. Já na Figura 2b e 2c pôde-se observar um comportamento semelhante que foi identificado nos cinco espectros analisados, apesar de algumas variações nas intensidades de transmitância em determinados picos. Os picos característicos de quitosana correspondentes ao alongamento OH (3400–3300 cm^{-1}), alongamento NH no grupo amino (3500–3000 cm^{-1}), alongamento simétrico e assimétrico CH (3000–2850 cm^{-1}), alongamento CO (amida I) (1650 cm^{-1}), flexão NH (amida II) (1539 cm^{-1}), CN (amida III) (1323 cm^{-1}), alongamento assimétrico da ponte COC (1153 cm^{-1}) e alongamento CO (1024 e 1066 cm^{-1}), foram detectados e estão de acordo com resultados encontrados em outros artigos (Brás et al., 2020).

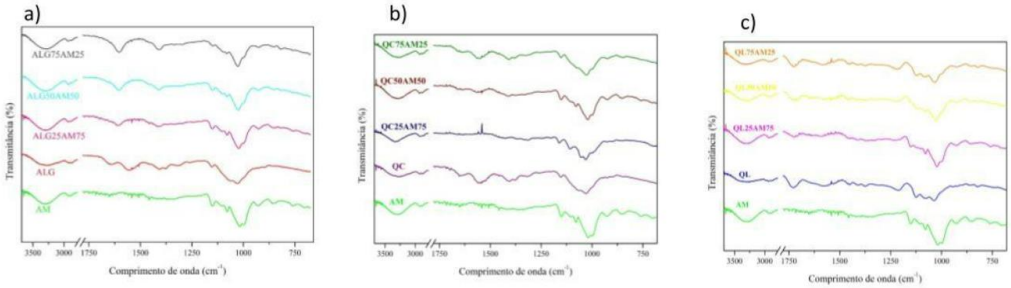

Figura 2: Gráfico da análise de FTIR, sendo os gráficos a) do alginato e suas respectivas blendas, b) da quitosana com ácido acético e suas respectivas blendas, c) da quitosana com ácido lático.

As análises de DSC estão apresentadas na Figura 3. A Figura apresenta a curva de alginato com um ponto exotérmico na temperatura de aproximadamente 130 °C, ou seja, uma transição vítrea. A transição vítrea serve como uma característica inerente de materiais poliméricos amorfos, refletindo a alteração macroscópica de movimento do polímero e servindo como um indicador de compatibilidade de substâncias (Zhang et al., 2025). Portanto, foi evidenciado que o aumento de proporção do amido nos filmes alterou o comportamento das curvas. Para os filmes puros de quitosana com ácido acético e de quitosana com ácido lático foram registrados três picos endotérmicos. As primeiras temperaturas estão associadas à evaporação de água livre e interações de solventes, como componentes termicamente instáveis presentes. A terceira temperatura pode ser atribuída à água quimicamente adsorvida, à eliminação de NH_3, à desnaturação do glicerol e a outros componentes residuais. Os picos exotérmicos podem corresponder à temperatura de inversão de fase e ao processo de cristalização (Zacheski, 2025).

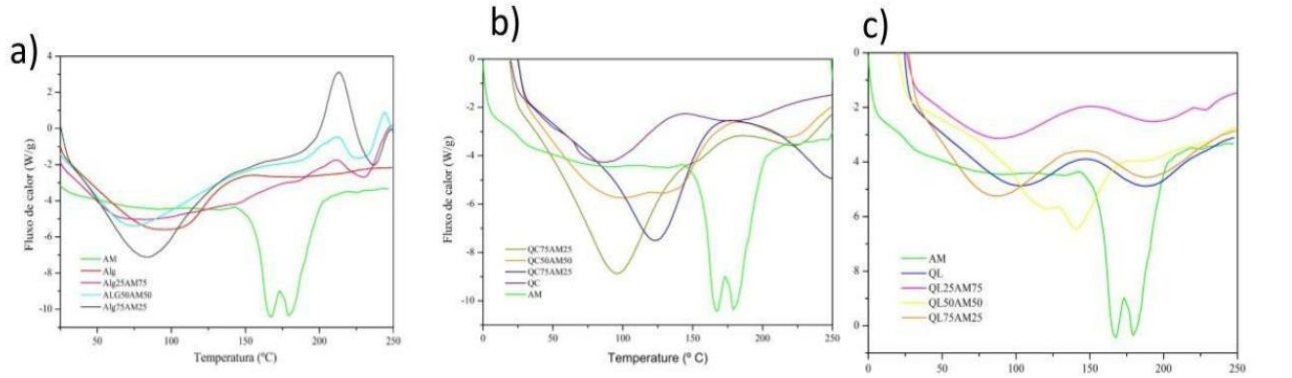

Figura 3: Gráfico da análise de DSC, sendo os gráficos a) do alginato e suas respectivas blendas, b) da quitosana com ácido acético e suas respectivas blendas, c) da quitosana com ácido lático e suas respectivas blendas.

A análise de TGA é uma técnica comumente utilizada para investigar as propriedades térmicas de materiais de embalagem, como filmes biopoliméricos (Deng et al., 2018), e os resultados desta análise estão apresentados na Figura 4. O filme de alginato puro observado no gráfico 4 a) exibe um padrão de perda de m*a*ssa em três etapas: uma perda de peso inicial atribuída à evaporação da água adsorvida, seguida pela decomposição térmica da matriz polimérica e, finalmente, a combustão do material residual (Chagas et al., 2025). A perda de massa observada na Figura 4b e 4c no primeiro estágio pode estar associada à remoção de umidade e materiais voláteis, incluindo a degradação de antioxidantes. A segunda perda de massa pode estar relacionada à decomposição das unidades amino da quitosana e à volatilização do glicerol, que ocorre a 290 °C (Deng et al., 2018). Todavia, foi verificado que as curvas não seguiram um padrão definido de picos.

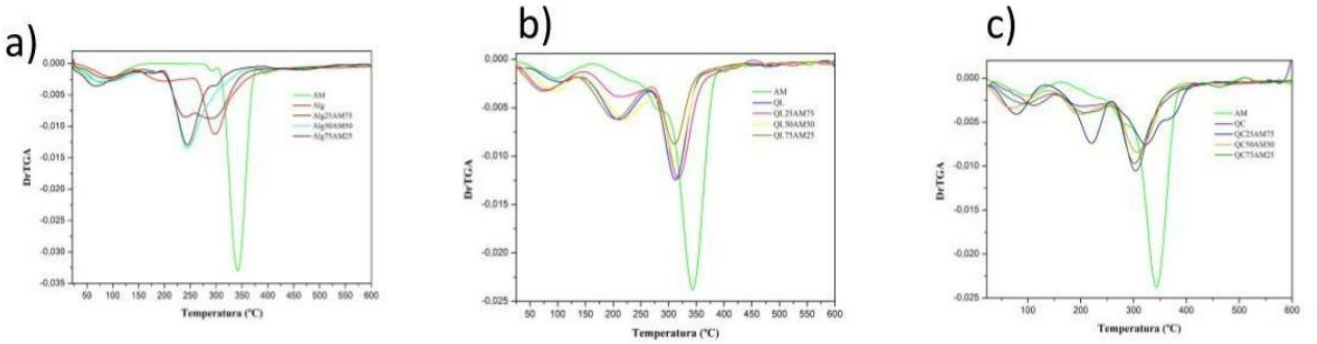

Figura 4: Gráfico da análise de TGA, sendo os gráficos a) do alginato e suas respectivas blendas, b) da quitosana com ácido acético e suas respectivas blendas, c) da quitosana com ácido lático e suas respectivas blendas.

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi usada para determinar as diferenças microestruturais das amostras. A Figura 5 mostra a superfície e o corte transversal de todos os filmes preparados. É possível observar uma homogeneidade entre os biopolímeros, tornando a superfície lisa. Isso evidência a compatibilidade entre o amido e a quitosana e o amido e o alginato.

De acordo com a Tabela 1, as blendas de quitosana com ácido lático apresentaram os maiores valores de alongamento na ruptura, evidenciando um comportamento mais elástico das amostras. Em contrapartida, na tensão na ruptura, a amostra QC demonstrou maior resistência mecânica, suportando maiores tensões antes de romper. O filme QL apresentou a maior espessura entre as amostras analisadas. Isso se deve a presença do grupo hidroxila

adicional na estrutura do ácido lático, que pode levar a um aumento nos espaços intermoleculares entre as cadeias poliméricas, gerando uma maior flexibilidade do material (Pavoni, 2019), o que também influenciou os resultados de intumescimento, na qual QL e suas blendas obtiveram maior porcentagem do grau de inchaço.

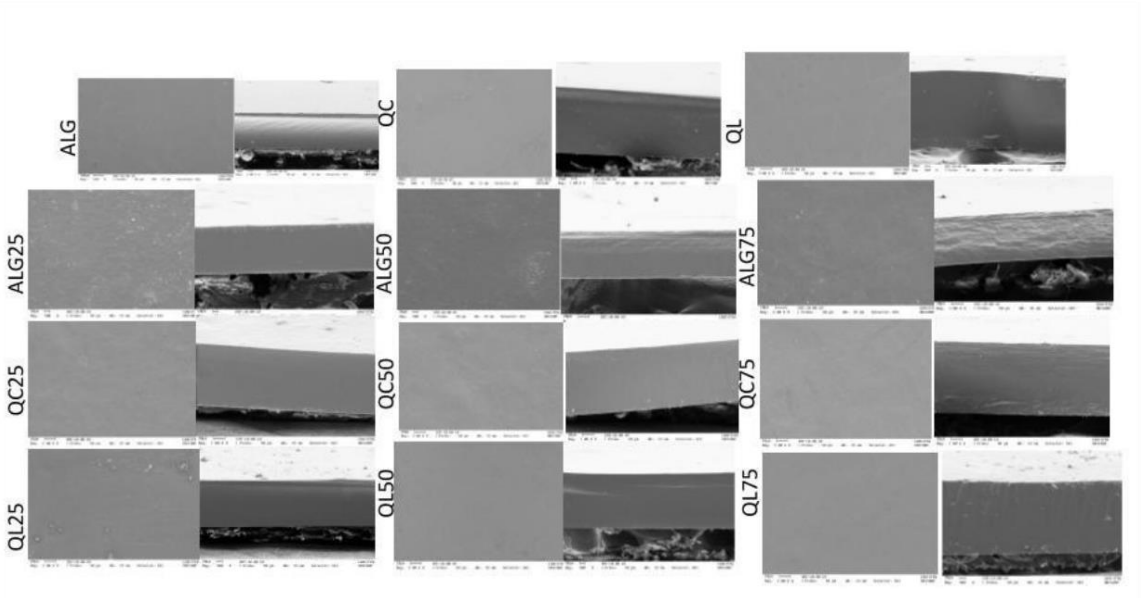

Figura 5– Imagens do MEV da superfície e do corte transversal de cada filme.

Amostra	Alongamento na ruptura (%)	Tensão na ruptura (MPa)	Espessura (mm)	Solubilidade (%) – PBS (pH 7,4)	Intumescimento (%) - PBS (pH 7,4)
AM	4,08±0,21	25,06±3,58	0,13±0,04	27,10±0,027	1034,39±28,82
Alg	4,69±1,32	29,07±0,54	0,12±0,03	N/D	N/D
QC	35,79±14,09	32,48±3,33	0,17±0,05	21,01±0,01	625,40±63,16
QL	143,14±16,13	1,25±0,23	0,26±0,08	25,75±0,02	2605,81±118,51
Alg25AM75	49,38±4,92	5,24±0,54	0,17±0,05	75,31±0,07	570,55±398,35
Alg50AM50	39,89±2,67	12,60±0,79	0,15±0,04	N/D	N/D
Alg75AM25	13,41±6,64	26,97±2,68	0,12±0,03	N/D	N/D
QC25AM75	80,49±5,15	1,82±0,27	0,13±0,04	23,52±0,02	999,78±46,63
QC50AM50	62,78±9,89	8,25±5,55	0,17±0,05	16,41±0,02	1456,78±43,86
QC75AM25	62,15±7,41	14,69±1,56	0,17±0,05	19,35±0,02	863,10±127,20
QL25AM75	127,64±11,01	1,13±0,16	0,16±0,05	21,05±0,02	3134,40±43,88
QL50AM50	195,55±21,55	1,24±0,14	0,23±0,07	38,54±0,04	2326,35±69,18
QL75AM25	210,37±14,14	1,49±0,27	0,27±0,08	29,06±0,02	1684,96±279,314

Tabela 1 – Resultados das caracterizações com as análises de Alongamento na ruptura, Tensão na ruptura, Espessura, Solubilidade em PBS e Intumescimento em PBS para cada filme.

A quitosana, que é um biopolímero insolúvel em água, apresentou resultados de solubilidade diferentes de acordo com cada ácido utilizado, o que pode ser explicado através da quantidade de grupos amina em sua estrutura (C.K.S. Pillai, et al., 2009). Vale ressaltar que as amostras contendo alginato puro e as blendas ALG50AM50 e ALG75AM25 não foram quantificadas para solubilidade e intumescimento devido à sua elevada capacidade de solubilização em meio aquoso, o que comprometeu a integridade dos filmes durante os ensaios. Entretanto, a proporção ALG25AM75 apresentou equilíbrio entre as propriedades do alginato e do amido, permitindo a sua quantificação.

CONCLUSÕES:

As blendas biopoliméricas apresentaram propriedades diferenciadas conforme suas composições, conferindo características melhoradas para desenvolvimento de curativos, quando comparadas aos filmes com o biopolímero isolado. As formulações com quitosana solubilizada em ácido lático, especialmente QL75AM25 e QL50AM50, apresentaram maior elasticidade e grau de intumescimento, características ideais para curativos aplicados em regiões de alta mobilidade. O Alg e suas blendas por serem altamente solúveis em água, não mostraram características promissoras para aplicações dérmicas. Os filmes produzidos com biopolímeros isolados apresentaram maior resistência à tração. Esses resultados reforçam que diferentes proporções de quitosana e amido em forma de blendas permitem o desenvolvimento de curativos com funcionalidades específicas para diferentes necessidades.

BIBLIOGRAFIA

PAVONI, Julia Menegotto Frick; LUCHESE, Cláudia Leites; TESSARO, Isabel Cristina. Impact of acid type for chitosan dissolution on the characteristics and biodegradability of cornstarch/chitosan based films. International Journal of Biological Macromolecules, v. 138, p. 693-703, 2019. DOI: https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.07.089**.**

RAHMAN, Sazzadur et al. *Sodium alginate-chitosan-starch based glue formulation for sealing biopolymer films*. Next Materials, [S. l.], v. 7, p. 100507, 2025. ISSN 2949-8228. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.nxmate.2025.100507. Acesso em: 27 jul. 2025.

BRÁS, Teresa et al. *Development of bioactive films based on chitosan and Cynara cardunculus leaves extracts for wound dressings*. International Journal of Biological Macromolecules, [S. l.], v. 163, p. 1707–1718, 2020. ISSN 0141-8130. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.09.109. Acesso em: 25 jul. 2025.

ZHANG, Qingqing et al. *Controlled fabrication, structure and property of lysozyme composite antibacterial film immobilized by calcium alginate-gelatin*. Food Chemistry, [S. l.], v. 490, p. 145122, 2025. ISSN 0308-8146. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2025.145122. Acesso em: 29 jul. 2025.

ZACHESKI, Janaína Barreto Alves et al. *Chitosan-based films enriched with anthocyanin compounds for potential use as food packaging*. International Journal of Biological Macromolecules, [S. l.], v. 317, pt. 1, p. 144867, 2025. ISSN 0141-8130. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.144867. Acesso em: 25 jul. 2025.

CHAGAS, Vitor Lopes et al. *Development and characterization of alginate and chitosan hybrid films for dual administration of neomycin and lidocaine*. International Journal of Biological Macromolecules, [S. l.], v. 309, pt. 1, p. 142632, 2025. ISSN 0141-8130. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.142632. Acesso em: 25 jul. 2025.

DENG, Lingli et al. *Characterization of gelatin/zein nanofibers by hybrid electrospinning*. Food Hydrocolloids, [S. l.], v. 75, p. 72–80, 2018. ISSN 0268-005X. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.09.011. Acesso em: 27 jul. 2025.

EL-NAGGAR, Mehrez E. et al. *Viable approach for preventing skin wound infections using bioactive dressing films from chitosan-furfural/α-aminophosphonate nanocomposite*. International Journal of Biological Macromolecules, v. 306, pt. 3, p. 141731, 2025. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.141731. Acesso em: 27 jul. 2025.

PILLAI, C. K. S.; PAUL, Willi; SHARMA, Chandra P. Chitin and chitosan polymers: chemistry, solubility and fiber formation. *Progress in Polymer Science*, v. 34, n. 7, p. 641-678, 2009. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2009.04.001. Acesso em: 31 jul. 2025.