

Obtenção de nanofibras de amido de batata solúvel por *Electrospinning*

LAURA MARTINS FONSECA¹; FRANCINE TAVARES DA SILVA²; MARIANA DIAS ANTUNES³; GRAZIELLA PINHEIRO BRUNI⁴; ELESSANDRA DA ROSA ZAVAREZE⁵; ALVARO RENATO GUERRA DIAS⁶

¹Universidade Federal de Pelotas – laura_mfonseca@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – francine-ts@hotmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – mariidiasantunes@hotmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – graziellabruni@yahoo.com.br

⁵Universidade Federal de Pelotas – elessandrad@yahoo.com.br

⁶Universidade Federal de Pelotas – alvaro.guerradias@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Electrospinning é uma técnica utilizada para a produção de fibras ultrafinas, com diâmetros de micrômetros a nanômetros. As fibras são provenientes de soluções poliméricas, sendo as mais estudadas, geralmente, obtidas a partir de polímeros sintéticos. Entretanto, o uso de matérias-primas biodegradáveis e biocompatíveis para produção de fibras vêm crescendo cada vez mais, devido à busca por materiais que não prejudiquem o meio ambiente. Além disso, as fibras de polímeros naturais apresentam excelentes propriedades quando comparadas àquelas produzidas a partir de polímeros sintéticos (KONG; ZIEGLER, 2012; LUBASOVA; MULLEROVA; NETRAVALI, 2015).

Diversos estudos relatam a utilização de polímeros naturais para a formação de fibras por *Electrospinning*, como a proteína de soja (VEGA-LUGO; LIM, 2009), a quitosana (HOMAYONI; RAVANDI; VALIZADEH, 2009) e o amido (CÁRDENAS et al., 2016; KONG; ZIEGLER, 2014; LANCUŠKI et al., 2015; WANG et al., 2016). Pesquisas com nanofibras de amido são escassas e somente com amido de alta amilose ou combinados com polímeros sintéticos. Além disso, não existem relatos na literatura sobre a produção de nanofibras a partir de amido normal e como polímero único na solução.

O amido de batata é um polímero natural, abundante e de baixo custo que pode ser utilizado para diversas aplicações (CIESLA; SARTOWSKA; KRÓLAK, 2015). Entretanto, devido a sua alta viscosidade, dependendo da aplicação, é necessária a utilização de amido modificado. Objetivou-se, com o trabalho, produzir nanofibras de amido de batata solúvel, pela técnica de *Electrospinning*, e realizar sua caracterização de acordo com a morfologia e estabilidade térmica.

2. METODOLOGIA

2.1 PRODUÇÃO DE NANOFIBRAS POR ELECTROSPINNING

A solução polimérica foi preparada pela dissolução do amido de batata solúvel (40% p/v) em uma solução de ácido fórmico 75% com posterior agitação por 24 horas. A estação de *Electrospinning* consiste em uma seringa de 3 mL (onde a solução foi colocada) com uma agulha de metal, uma fonte de alta voltagem, uma bomba infusora e um coletor de metal coberto com alumínio. A produção de nanofibras foi realizada com fluxo controlado de 0,8 mL/h, alta voltagem de 15 kV e uma distância de 15 cm do coletor a ponta da agulha.

2.2 MORFOLOGIA E DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO

As micrografias das nanofibras foram obtidas em um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV, Quanta FEG 250, EUA). As amostras foram recobertas com ouro em uma câmara a vácuo (Denton Vacuum in Sputtering DESK V, USA) e examinadas a uma voltagem de 10 kV e magnificação de 1000x. O diâmetro médio e a distribuição do diâmetro foram determinados pelas micrografias em 60 fibras escolhidas aleatoriamente utilizando o *software* ImageJ.

2.3 ESTABILIDADE TÉRMICA

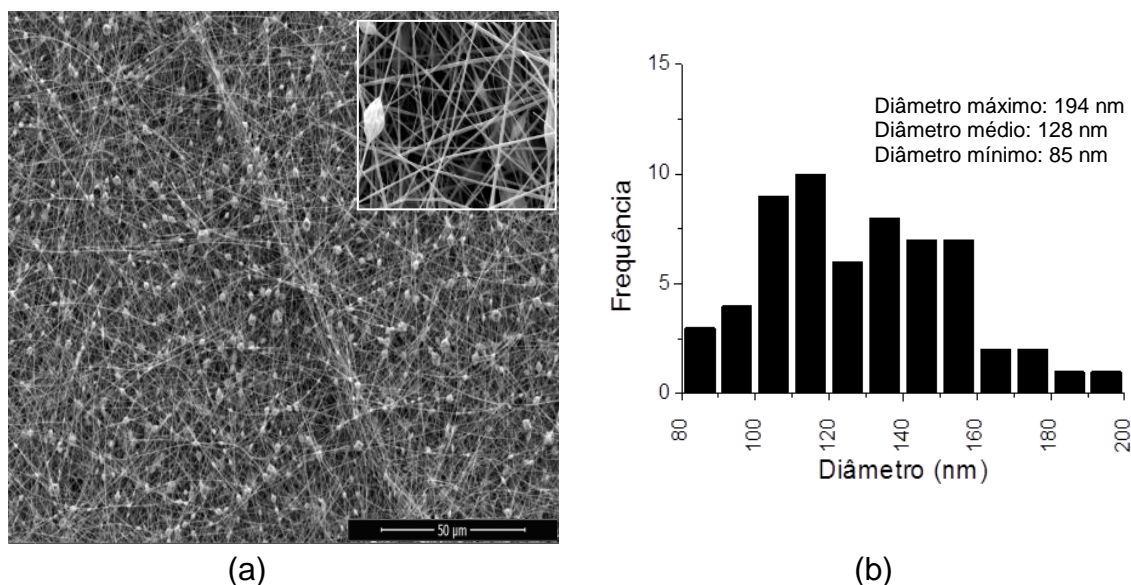
A estabilidade térmica do amido e das nanofibras foi avaliada por um analisador termogravimétrico (TGA, TA-60WS, Shimadzu, Kyoto, Japan). As amostras foram aquecidas em cápsulas de platina de 30 a 600 °C a uma taxa de aquecimento de 30 °C.min⁻¹ com fluxo de nitrogênio de 50 mL.min⁻¹, sendo uma cápsula vazia utilizada como referência.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 MORFOLOGIA E DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO

A morfologia e a distribuição de tamanho das nanofibras de amido de batata solúvel são apresentadas na Figura 1. As nanofibras apresentaram forma cilíndrica, com muitos *beads* e orientadas aleatoriamente. A presença de *beads* pode ter ocorrido devido a viscosidade da solução polimérica, uma vez que o amido de batata solúvel apresenta baixa viscosidade.

Figura 1. Morfologia e distribuição de tamanho das nanofibras.



O diâmetro médio das nanofibras foi de 128 nm, sendo o diâmetro máximo de 194 nm e o mínimo de 85 nm. CÁRDENAS et al. (2016), produziram fibras de amido de batata de alta amilose pela técnica de *Electro wet-spinning*, utilizando DMSO como solvente, e encontraram fibras com diâmetro médio de 15000 a 25000 nm, sendo consideradas microfibras.

No entanto, vale ressaltar que diferenças nos valores do diâmetro das fibras podem ser atribuídas a diferenças nos parâmetros de produção utilizados no *Electrospinning*, como a tensão aplicada, a taxa de fluxo, a distância da agulha ao coletor e parâmetros da solução polimérica como condutividade elétrica e viscosidade aparente (CRAMARIUC et al., 2013).

3.2 ESTABILIDADE TÉRMICA

As temperaturas de decomposição inicial (DT_i) e final (DT_f), bem como a perda de massa do amido e das nanofibras são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Análise termogravimétrica (TGA) do amido e das nanofibras.

| | Amido de batata solúvel | Nanofibras |
|----------------------------------|-------------------------|------------|
| DT_i (°C) | 317,66 | 318,00 |
| DT_f (°C) | 356,98 | 361,23 |
| Perda de massa em 220-390 °C (%) | 79,50 | 74,26 |

Pelos resultados da análise termogravimétrica das nanofibras em relação ao amido, a DT_i e a DT_f aumentaram e a perda de massa diminuiu. Ainda assim, as nanofibras apresentaram valores próximos aos da matéria-prima para esses parâmetros. CÁRDENAS et al. (2016), avaliaram as propriedades térmicas de microfibras de amido de batata de alta amilose e encontraram DT_i de 250 °C e perda de massa de 60%, valores menores que os encontrados no presente estudo.

4. CONCLUSÕES

O amido de batata solúvel apresentou alto potencial para produção de nanofibras pela técnica de *Electrospinning*. As nanofibras apresentaram morfologia regular e com muitos *beads*. Quanto as propriedades térmicas as nanofibras mostraram leve redução na perda de massa em comparação ao amido.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVANI, K. et al. Food Hydrocolloids Amylolysis of native and annealed potato starches following progressive gelatinisation. **Food hydrocolloids**, v. 36, p. 273–277, 2014.

CÁRDENAS, W. et al. Preparation of potato starch microfibrils obtained by electro wet spinning. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 138, n. 15, p. 012001, 2016.

CIESLA, K.; SARTOWSKA, B.; KRÓLAK, E. SEM studies of the structure of the gels prepared from untreated and radiation modified potato starch. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 106, p. 289–302, 2015.

CRAMARIUC, B., CRAMARIUC, R., SCARLET, R., MANEA, L. R., LUPU, I. G., CRAMARIUC, O. Fiber diameter in electrospinning process. **Journal of Electrostatics**, v. 3, n. 71, 189-198, 2013.

HOMAYONI, H.; RAVANDI, S. A. H.; VALIZADEH, M. Electrospinning of chitosan nanofibers: Processing optimization. **Carbohydrate Polymers**, v. 77, n. 3, p. 656–661, 2009.

KONG, L.; ZIEGLER, G. R. Role of molecular entanglements in starch fiber formation by electrospinning. **Biomacromolecules**, v. 13, n. 8, p. 2247–53, 2012.

KONG, L.; ZIEGLER, G. R. Fabrication of pure starch fibers by electrospinning. **Food Hydrocolloids**, v. 36, p. 20–25, 2014.

LANCUŠKI, A. et al. Rheological Properties and Electrospinnability of High-Amylose Starch in Formic Acid. **Biomacromolecules**, v. 16, n. 8, p. 2529–36, 2015.

LI, D. et al. Continuous-flow electro-assisted acid hydrolysis of granular potato starch via inductive methodology. **Food Chemistry**, v. 229, p. 57–65, 2017.

LUBASOVA, D.; MULLEROVA, J.; NETRAVALI, A. N. Water-resistant plant protein - based nanofiber membranes. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 132, n. 16, 2015.

SUNTHORNVARABHAS, J. et al. Assessment of material blending distribution for electrospun nanofiber membrane by Fourier transform infrared (FT-IR) microspectroscopy and image cluster analysis. **Infrared Physics & Technology**, v. 66, p. 141–145, 2014.

TANG, S. et al. Fabrication of ampicillin/starch/polymer composite nanofibers with controlled drug release properties by electrospinning. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, v. 77, n. 3, p. 594–603, 2015.

VEGA-LUGO, A.-C.; LIM, L.-T. Controlled release of allyl isothiocyanate using soy protein and poly(lactic acid) electrospun fibers. **Food Research International**, v. 42, n. 8, p. 933–940, 2009.

WANG, D. et al. Ultrasound assisted enzymatic hydrolysis of starch catalyzed by glucoamylase : Investigation on starch properties and degradation kinetics. **Carbohydrate Polymers**, v. 175, p. 47–54, 2017.

WANG, W. et al. Effect of vapor-phase glutaraldehyde crosslinking on electrospun starch fibers. **Carbohydrate polymers**, v. 140, p. 356–61, 2016.