

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM NANOCOMPÓSITO POLIMÉRICO DE ÓXIDO DE GRAFENO

Data de submissão: 29/10/2024

Data de aceite: 02/01/2025

Ticiane de Oliveira Santiago

Instituto Federal da Bahia (IFBA)
Salvador - Bahia
<http://lattes.cnpq.br/1627663966632777>

Débora da Silva Oliveira

Instituto Federal da Bahia (IFBA)
Salvador - Bahia

Brenno Lavigne Diniz

Instituto Federal da Bahia (IFBA)
Salvador - Bahia
<http://lattes.cnpq.br/5533773988600736>

Ivan Costa da Silva

Instituto Federal da Bahia (IFBA)
Salvador – Bahia
<http://lattes.cnpq.br/4865445293974312>

Cláudia Teresa Teles Farias

Instituto Federal da Bahia (IFBA)
Salvador – Bahia
<http://lattes.cnpq.br/1613042126288981>

Luiz Antonio Pimentel Cavalcanti

Instituto Federal da Bahia (IFBA)
Salvador – Bahia
<http://lattes.cnpq.br/3133485457754481>

a produção total de plástico que em sua maioria é proveniente de fontes não renováveis, não biodegradáveis. Diante deste problema, discute-se a utilização de biopolímeros combinados a reforços para criar nanocompósitos que possam competir com os plásticos convencionais. O objetivo desse trabalho foi produzir filmes plásticos biodegradáveis, cuja propriedades mecânicas sejam semelhantes aos plásticos tradicionais. Para isso o óxido de grafeno (OG) foi disperso, por técnica *casting*, em uma matriz biopolimérica constituída por amido termoplástico (TPS) visando a obtenção de filmes com boas propriedades mecânicas. A síntese do OG foi realizada pela técnica de Hummers modificada e utilizou-se MEV e FTIR para caracterização do material. A primeira técnica mostrou as estruturas em forma de folhas e a segunda técnica evidenciou a presença de grupos oxigenados, ambas as características confirmam a síntese do OG. Os bionanocompósitos produzidos foram reforçados com 0,5%, 1,0%, 1,5% e 2,0% de OG foram caracterizados quanto à espessura, opacidade, dispersão do óxido de grafeno e tempo de resistência à carga. A dispersão do OG no TPS foi avaliada através do MEV, no qual foi possível

RESUMO: O setor de embalagens plásticas é um dos setores que mais contribui com

observar que os filmes contendo 0,5% e 2,0% de óxido grafeno formaram uma única fase, já os filmes com 1,0% e 1,5% de OG foi possível notar a presença de pequenas agulhas.

PALAVRAS-CHAVE: Óxido de grafeno, amido, bionanocompósitos, propriedades mecânicas.

EVALUATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF A GRAPHENE OXIDE POLYMERIC NANOCOMPOSITE

ABSTRACT: The plastic packaging sector is one of the main contributors to the total production of plastic, most of which comes from non-renewable, non-biodegradable sources. Given this problem, the use of biopolymers combined with reinforcements to create nanocomposites that can compete with conventional plastics has been discussed. The objective of this article was to produce biodegradable plastic films with mechanical properties similar to traditional plastics. To achieve this, graphene oxide (GO) was dispersed using the casting technique into a biopolymeric matrix made of thermoplastic starch (TPS) to obtain films with good mechanical properties. The synthesis of GO was carried out using the modified Hummers method, and SEM and FTIR techniques were employed for material characterization. The first technique revealed a sheet-like structure, while the second showed the presence of oxygenated groups, confirming the synthesis of GO. The bionanocomposites produced were reinforced with 0.5%, 1.0%, 1.5%, and 2.0% GO and characterized in terms of thickness, opacity, graphene oxide dispersion, and load resistance time. The dispersion of GO in TPS was evaluated through SEM, which showed that the films containing 0.5% and 2.0% graphene oxide formed a single phase, while films with 1.0% and 1.5% GO exhibited small needle-like structures.

KEYWORDS: Graphene oxide, starch, bionanocomposites, mechanical properties.

INTRODUÇÃO

O plástico é um tipo de polímero que pode ser facilmente moldado após a aplicação de pressão e calor. Trata-se de um material de alta versatilidade e vasta gama de aplicação devido às suas características como baixa massa, resistência química e física. Essas propriedades fizeram com que o plástico fosse substituindo gradativamente materiais como o aço e o vidro (Wiesenhütter *et al.*, 2021) na fabricação de peças automotivas e de materiais de construção, por exemplo. No setor de embalagens, o plástico também encontra grande espaço e traz uma grande preocupação, pois o seu uso majoritário é de aplicação única, o que contribui para o aumento da geração de resíduos sólidos.

Em 2018, o Brasil gerou cerca de 79 milhões de toneladas de resíduos, que, segundo dados do Sindicato Nacional das Empresas de Limpeza Urbana (SELURB), 13,5% correspondem a resíduos plásticos (Zamora *et al.*, 2020). Um outro fator preocupante é que a maior parte das matérias-primas utilizadas na síntese dos plásticos são provenientes de fontes fósseis, por isso a única forma de eliminar os resíduos plásticos é através da pirólise ou da combustão (Geyer *et al.*, 2017). Uma vez que os resíduos plásticos são dispostos em aterros sanitários ou descartados nos oceanos podem trazer diversos problemas ambientais, como contaminação de sistemas de água doce, morte de animais marinhos e

alterações no ecossistema dos solos (Geyer *et al.*, 2017).

Uma das soluções frequentemente pensadas para diminuir o impacto dos resíduos de materiais plásticos é a reciclagem. No entanto, apenas uma pequena parcela do plástico é reciclada, de 25 milhões de toneladas de resíduos plásticos produzidos na Europa em 2014, somente cerca de 29,7% foi reciclada (Ragaert *et al.*, 2017). Isso pode estar diretamente relacionado com a dificuldade na separação correta dos resíduos, a falta de uma logística reversa eficiente e o baixo valor agregado do produto reciclado. Outro fator a ser considerado é a limitação do sistema de reciclagem. Estudos apontam que em 2025, a produção de plástico deve alcançar cerca de 600 milhões de toneladas por ano e certamente a reciclagem não conseguirá dar conta desse alto volume (Zamora *et al.*, 2020).

Uma outra solução que vem sendo bastante discutida é a modificação da matéria-prima de produção do plástico para um material renovável e biodegradável, os biopolímeros. Nesse sentido o amido ganha bastante espaço por ser um material disponível na natureza e de custo acessível (Ferreira *et al.*, 2017). O amido é constituído por dois tipos de polímeros de glicose: a amilose e a amilopectina, que possuem estruturas e funções distintas (Silva, 2013). Ao submeter o amido juntamente com um plastificante (geralmente o glicerol) a um tratamento térmico e/ou mecânico temos a formação do amido termoplástico (do inglês *thermoplastic starch* - TPS) que é aplicado na fabricação de materiais plásticos biodegradáveis. A limitação na aplicação desse material é devida às suas baixas propriedades mecânicas quando comparado aos plásticos tradicionais. Por este motivo, tem-se buscado o desenvolvimento de materiais que quando misturados ao amido termoplástico possam conferir boas propriedades mecânicas.

A combinação de materiais visando a melhoria de uma ou mais propriedades leva ao que conhecemos como compósitos (Callister, 2002). Quando o tamanho das partículas da fase dispersa é da ordem de nanômetros e a matriz é biodegradável temos um bionanocompósito. O grafeno é uma nanopartícula que vem sendo muito estudada na área dos nanocompósitos.

O grafeno e seus derivados (óxido de grafeno e óxido de grafeno reduzido) são nanocargas bidimensionais (2D), com espessura planar de um átomo (1 nm) (Ferreira, 2017) que possuem elevadas áreas superficiais (2.630 m²/g), excelentes propriedades mecânicas (como por exemplo, o módulo de Young a 1TPa), boa condutividade elétrica (1.000 S/cm) além de garantir uma melhoria nas propriedades de barreiras quando adicionados a matriz polimérica (Medeiros, 2019). Devido a todas essas características o grafeno e seus derivados são materiais promissores na constituição de compósitos poliméricos.

O presente trabalho teve por objetivo avaliar a dispersão e resistência mecânica de diferentes taxas do óxido de grafeno inseridos na matriz polimérica de amido termoplástico (TPS) utilizando a técnica *casting*.

METODOLOGIA

SÍNTESE E PURIFICAÇÃO DO ÓXIDO DE GRAFENO

A síntese do óxido de grafeno (OG) foi realizada a partir de adaptações da metodologia proposta por Hummers e Offerman (1958), que se baseia em esfoliação química. O grafite em pó puro (98% de grafite e 1% de cinza) da marca Synth® é misturado junto com reagentes que irão promover a oxidação do sólido, formando uma solução que irá passar por um processo de purificação. Após processos de decantação e lavagem com água destilada até atingir um pH igual a 5,5, a solução é levada à um banho ultrassônico para que seja promovida a esfoliação mecânica e formação da suspensão aquosa (Pinto, *et al.*, 2022).

CONCENTRAÇÃO DO ÓXIDO DE GRAFENO

O óxido de grafeno obtido estava na forma de suspensão. Portanto, para determinar a concentração do OG foi necessário tomar alíquotas de 10mL da suspensão homogeneizada, colocar em placa Petri de massa conhecida, medir a massa da placa Petri juntamente com a suspensão. O conjunto foi posto em estufa de secagem com circulação de ar por 3h a 150°C. Aguardou-se o resfriamento da amostra e, pesou-se novamente o conjunto placa Petri e óxido de grafeno para que a concentração da suspensão pudesse ser estimada. Esse processo foi realizado em quadruplicata e concentração da suspensão foi representada pela média aritmética.

CARACTERIZAÇÃO DO ÓXIDO DE GRAFENO

As imagens de MEV das amostras do óxido de grafeno sólido e previamente seco foram obtidas para avaliar a formação das monocamadas e o grau de esfoliação. Para isso foi utilizado um Microscópio de Varredura Eletrônica Tescan® modelo LMU VEGA 3. A voltagem de aceleração utilizada foi de 25kV. As imagens obtidas foram comparadas com a literatura.

Já os espectros de infravermelho do grafite e do óxido de grafeno foram obtidos para analisar as absorções características dos grupos funcionais oxigenados. Para realizar a análise foi necessário macerar uma pequena quantidade de cada amostra, dispersá-la em cloreto de potássio e pressionar a mistura em folhas transparentes. Essa caracterização foi feita em um espectrofotômetro da marca Perkin-Elmer® modelo *Spectrum Two* cuja faixa de comprimento de onda variaram de 4000 cm^{-1} a 400 cm^{-1} .

SÍNTESE DOS NANOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS

Os filmes poliméricos foram obtidos através de adaptações da metodologia adotada

por Ma, Chang, Zheng e Ma (2013).

Estes foram sintetizados nas concentrações de 0; 0,5; 1,0; 1,5 e 2% de OG em amido. Utilizou-se diferentes volumes da suspensão de OG e completou-se o volume com água destilada até 200 mL. Para o caso das misturas com o reforço, as alíquotas de OG foram levadas para banho ultrassônico por 10 minutos antes de passar pelo processo de mistura e aquecimento.

Paralelamente, foram dissolvidos 10g de amido em água destilada, adicionou-se 3,0 g de glicerol PA e a suspensão de óxido de grafeno. O sistema foi aquecido por 20 minutos a 70°C sob agitação de aproximadamente 250 rpm utilizando um impelidor do tipo hélice. Os produtos das sínteses foram colocados em placas Petri e mantidos por 3h a 65°C em uma estufa com circulação de ar.

ESPESSURA DOS FILMES

A espessura (ε) dos filmes foi determinada através de um paquímetro digital da marca Pantec®. Foram realizadas 5 medições de diferentes posições do corpo de prova e a espessura final foi tomada como a média aritmética das medições para cada filme (Marques, 2018).

MICROSCOPIA DE VARREDURA ELETRÔNICA DOS FILMES

As imagens de MEV da área de superfície dos filmes biopoliméricos foram obtidas para investigar a interação entre o óxido de grafeno e a matriz polimérica, assim como a dispersão das nanopartículas. As amostras foram previamente mantidas em estufa por 1h a 65°C, posteriormente foram revestidas com ouro usando uma voltagem de aceleração de 5kV (Afshar, 2017). O teste foi feito utilizando o Microscópio de Varredura Eletrônica Tescan® modelo LMU VEGA 3.

OPACIDADE

A opacidade dos filmes foi obtida através da metodologia adaptada de Santos (2016). As amostras foram cortadas na dimensão de 1 cm x 5 cm, colocadas em cubetas de vidro e postas em um espectrofotômetro da marca Bel® modelo UV – M51 para medir a luz transmitida a 600 nm. A opacidade dos filmes foi calculada pela Equação 1.

$$OI = -(\log T600)/\varepsilon \text{ (Equação 1)}$$

Na qual T600 é a transmitância a 600nm e ε é a espessura do filme.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

ÓXIDO DE GRAFENO: SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO

A suspensão de óxido de grafeno obtida através do método de Hummers e Offeman (1958) pode ser visualizada na Figura 1.

Segundo Hummers e Offeman (1958) a coloração da suspensão obtida durante a síntese pode ser usada como um critério da taxa de oxidação do grafeno. Um produto rico em óxido de grafeno apresentará uma coloração amarela. Durante a síntese obtive-se uma suspensão amarelada, por isso, considerou-se que a suspensão obtida é composta majoritariamente por óxido de grafeno. Considerando que todo sólido é composto por óxido de grafeno a concentração do mesmo na suspensão corresponde a $0,0168 \pm 0,0009$ g/mL (Tabela 1).



Figura 1 Suspensão de óxido de grafeno. (Fonte: Acervo próprio)

Amostra	Massa da placa (g)	Massa da placa + suspensão (g)	Massa pós secagem (g)	Massa da suspensão (g)	Massa de OG (g)	Concentração da suspensão (g/mL)
1	36,6920	49,3405	39,8488	9,6485	0,1568	0,0157
2	39,1479	48,8064	36,3150	9,6585	0,1671	0,0167
3	38,6486	48,3657	38,8223	9,7171	0,1737	0,0174
4	38,9575	48,6673	39,1336	9,7098	0,1761	0,0176
Média					0,1684	0,0168
Desvio padrão					0,0086	0,0009

Tabela 1 Concentração do óxido de grafeno na suspensão. (Fonte: Autoria própria)

As imagens de MEV para o óxido de grafeno podem ser vistas nas Figuras 2 e 3, onde podemos notar uma estrutura em forma de folhas (Figura 2) e uma estrutura irregular (Figura 3). Esses aspectos morfológicos são inerentes ao OG (Almeida, 2020), pois a oxidação do grafite provoca a separação do material formando folhas, que possuem

defeitos na sua superfície. Ferreira (2017) também observou em seu trabalho que a imagem de MEV do óxido de grafeno apresentou vários defeitos na sua superfície, além de folhas empilhadas.

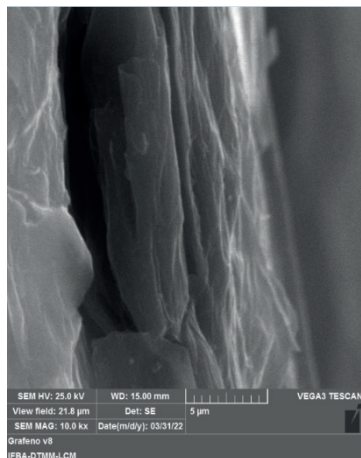


Figura 2 Imagens de microscopia eletrônica de MEV obtidas no sentido transversal com ampliação de 10000. (Fonte: Acervo próprio)

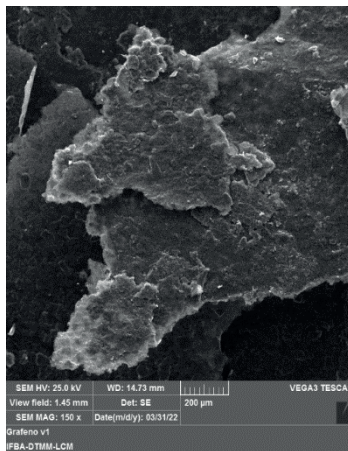


Figura 3 Imagens de microscopia eletrônica de MEV obtidas da superfície do óxido de grafeno com ampliação de 150. (Fonte: Acervo próprio)

Os espectros de FTIR (Figura 4) mostram que existe uma diferença entre a transmitância das amostras antes e após a síntese, o que evidencia que realmente houve uma transformação química no meio. Analisando o espectro para amostra de óxido de grafeno pode-se identificar quais grupos funcionais estão presentes na estrutura deste produto.

Segundo Marin (2013) a região do espectro de infravermelho localizada entre 4000 cm^{-1} e 1200 cm^{-1} refere-se ao local em que ocorre as vibrações de estiramento mais consideráveis dos grupos funcionais das moléculas orgânicas. Examinando essa região para o espectro do óxido de grafeno observou-se uma banda em 3417 cm^{-1} e outra em 1629 cm^{-1} . A primeira está relacionada às bandas de deformação e vibração dos grupamentos hidroxilas (-OH) e carboxilas (-COOH) (Ma *et al.*, 2013). A banda observada em 1629 cm^{-1} pode ser associada às ligações duplas presentes em anéis aromáticos e aos grupos carboxilas. Além disso, outras funcionalidades C-O podem ser observadas, como C-OH (1405 cm^{-1}) e C-O-C (1178 cm^{-1}). Todas essas características indicam que o óxido de grafeno foi sintetizado.

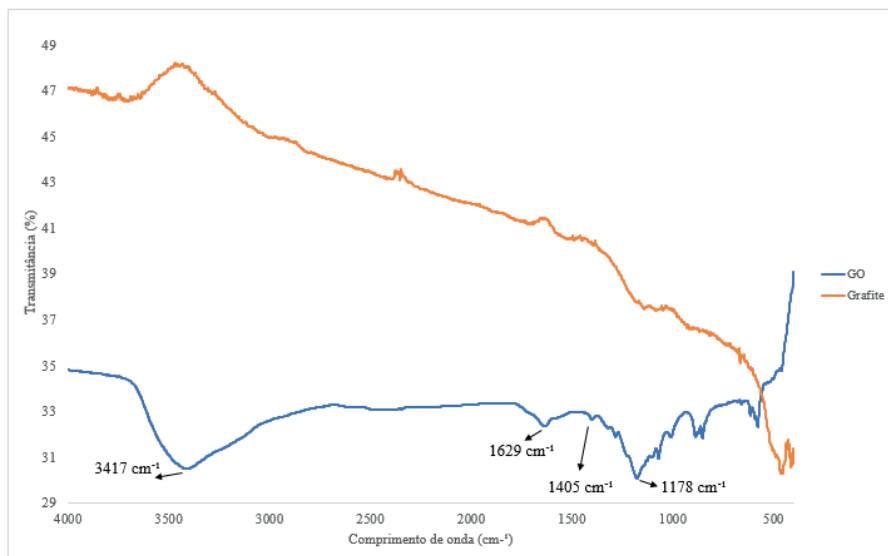


Figura 4 Espectros de FTIR para o grafeno e óxido de grafeno. (Fonte: Autoria própria)

SÍNTESE DOS FILMES BIOPOLIMÉRICOS

Na Tabela 2 está especificado o volume da suspensão de óxido de grafeno que foi utilizado em cada formulação.

Formulação	% GO/Amido	Massa de GO (g)	Volume medido da suspensão (mL)
OG - 0%	0,0	0,00	0,0
OG – 0,5%	0,5	0,05	3,0
OG – 1,0%	1,0	0,10	6,0
OG – 1,5%	1,5	0,15	9,0
OG – 2,0%	2,0	0,20	12,0

Tabela 2 Volume de suspensão de óxido de grafeno de acordo com a formulação. (Fonte: Autoria própria)

Os filmes obtidos (Figura 5) foram facilmente retirados da placa Petri após a secagem na estufa e resfriamento no dessecador, com exceção do filme de 1% de OG, porém pode-se atribuir isso a espessura menor desse filme (Figura 5c). Os filmes de 1,5% (Figura 5d) e 2,0% (Figura 5e) de OG apresentaram um aspecto enrugado, pois foi necessário expor os filmes uma segunda secagem na estufa, já que houve problemas de absorção de umidade durante o seu armazenamento no dessecador. Entretanto, não foram observadas partículas em suspensão, bolhas ou filmes rachados após a secagem.

Foram realizados alguns testes antes de se chegar a uma condição ótima de formação dos filmes. Inicialmente, utilizou-se um sistema com agitação magnética, temperatura de

90°C e tempo de aquecimento de 30 min, conforme a metodologia sugerida por Ma e colaboradores (2013). Nessas condições foi observado que a agitação não proporcionou uma boa homogeneização, parte do amido ficou impregnado no fundo do recipiente. A alta temperatura juntamente com o tempo maior de aquecimento fez com que o meio reacional ficasse muito viscoso e resultou em filmes quebradiços e ressecados que apresentaram dificuldades de serem removidos da placa Petri. Em seu trabalho, Ferreira (2017) também observou que os biopolímeros produzidos com temperaturas acima 70°C resultaram em filmes não contínuos e quebradiços.

Durante a síntese, notou-se também que era necessário dissolver o amido em água antes do início da reação, pois caso contrário ele permaneceria na forma de flocos e ficaria impregnado junto aos filmes.

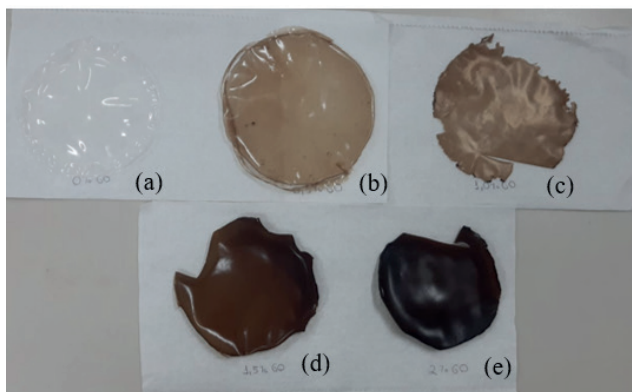


Figura 5 Filmes poliméricos obtidos: (a) 0% OG; (b) 0,5% OG; (c) 1,0% OG; (d) 1,5% OG; (e) 2,0% OG. (Fonte: Acervo próprio)

MEDIÇÃO DA ESPESSURA

A medida da espessura dos biofilmes foi feita em cinco pontos diferentes da amostra, conforme pode ser visto na Figura 6. Os valores obtidos estão expressos na Tabela 4, assim como a média e o desvio padrão de cada amostra.

Analisando a espessura média dos filmes, observa-se que eles apresentaram espessuras diferentes entre si, somente o biofilme sem óxido de grafeno e o biofilme com 0,5% de OG apresentaram valores de espessura próximos. O filme contendo 1,0% do reforço apresentou a menor espessura entre os biofilmes sintetizados, em três pontos medidos essa espessura foi menor do que 0,10mm. Esse resultado justifica o fato desse material ter apresentado maior dificuldade de ser removido da placa Petri sem que não houvesse rompimento do mesmo. Os filmes que apresentaram maior espessura foram os filmes de maior concentração do reforço (1,5% e 2,0% de óxido de grafeno).

Todos os filmes sintetizados tiveram variação de espessura nos diferentes pontos medidos. A formulação que apresentou maior variação foi aquela com 2,0% de óxido de

grafeno, enquanto o menor desvio padrão foi obtido com a formulação de 0,5% de OG. Esses resultados corroboram com a desvantagem da *técnica casting* de que é difícil obter filmes com uma espessura uniforme.

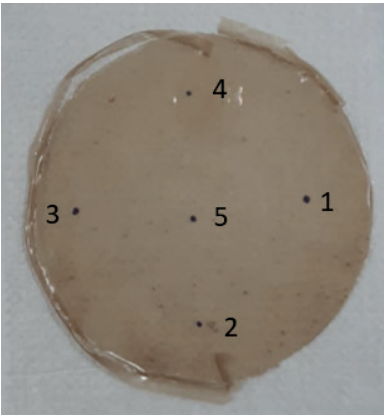


Figura 6 Distribuição dos pontos de medição de espessura em uma amostra de biopolímero. (Fonte: Acervo próprio)

Formulação	Posição 1 (mm)	Posição 2 (mm)	Posição 3 (mm)	Posição 4 (mm)	Posição 5 (mm)	Média (mm)	Desvio Padrão
OG - 0%	0,14	0,15	0,17	0,15	0,30	0,18	0,07
OG – 0,5%	0,25	0,11	0,19	0,17	0,25	0,19	0,06
OG – 1,0%	0,03	0,09	0,15	0,21	0,08	0,11	0,07
OG – 1,5%	0,30	0,32	0,21	0,45	0,30	0,32	0,09
OG – 2,0%	0,35	0,31	0,41	0,38	0,61	0,41	0,12

Tabela 3 Espessura das amostras de biofilme. (Fonte: Autoria própria)

IMAGENS DE MICROSCOPIA DE VARREDURA ELETÔNICA PARA OS FILMES BIOPOLIMÉRICOS

As imagens de superfície dos diferentes filmes biopoliméricos foram obtidas através da microscopia eletrônica de varredura com resolução de 500x (Figuras 7, 8, 9, 10, 11).

Conforme pode ser visto na Figura 7, somente o biofilme produzido sem óxido de grafeno apresentou uma superfície rugosa. Schaffer (2020) obteve filmes de amido com rugosidades na forma de pequenas bolhas, o que pode ser atribuído à etapa de secagem do material. Porém, analisando a Figura 7 não é possível notar bolhas, portanto, podemos inferir foram produzidos filmes de superfície lisa.

É possível notar que nos filmes de 0,5% e 2,0% de OG (Figuras 8 e 11), não houve separação de fases, o que indica que existe uma interação e boa dispersão entre a fase polimérica e OG. Isso pode ser atribuído à natureza hidrofílica do óxido de grafeno que se dispersa facilmente em água e devido à forte interação com o amido através dos átomos de oxigênio presentes em diferentes grupos funcionais (Afshar *et al.*, 2017).

Porém para os filmes de 1,0% e 1,5% de OG (Figuras 9 e 10), é possível verificar pequenas agulhas que podem ser atribuídas ao óxido de grafeno, sendo que para o filme de 1,0% de OG é possível notar uma maior quantidade. Isso pode ser atribuído a má dispersão do reforço no filme, que por sua vez pode ter sido causado pela agitação irregular, durante a produção dos filmes teve-se dificuldade em manter a agitação do sistema constante, além disso a chapa de aquecimento pode ter transmitido mais calor para o sistema reacional fazendo com que a taxa de evaporação do solvente fosse maior, com isso o polímero torna-se mais viscoso e a dispersão do óxido de grafeno no meio torna-se mais difícil.

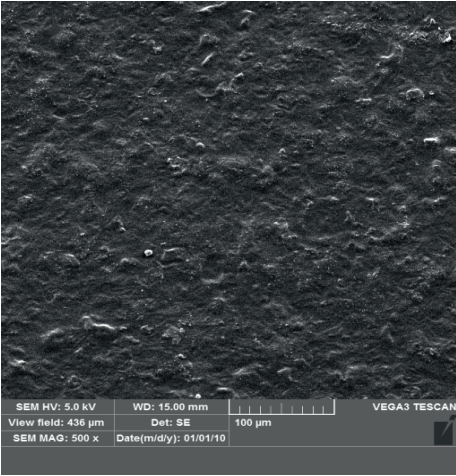


Figura 7 Imagem MEV do filme biopolimérico 0,0% OG com ampliação de 500. (Fonte: Acervo próprio)

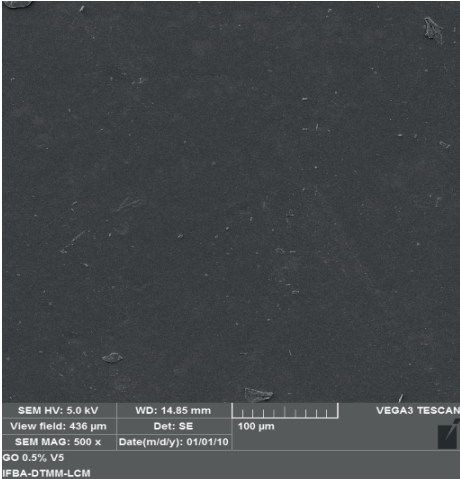


Figura 8 Imagem de MEV do filme biopolimérico 0,5% OG com ampliação de 500. (Fonte: Acervo próprio)

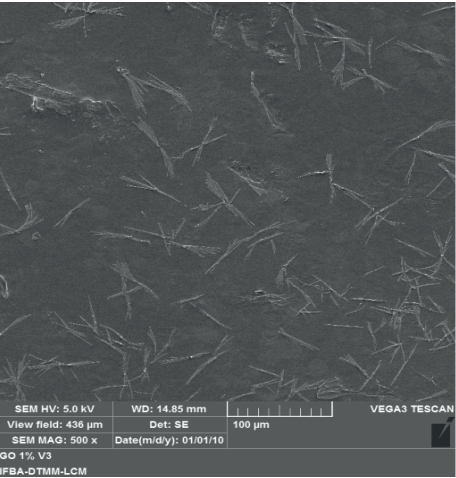


Figura 9 Imagem MEV do filme biopolimérico 1,0% OG com ampliação de 500. (Fonte: Acervo próprio)

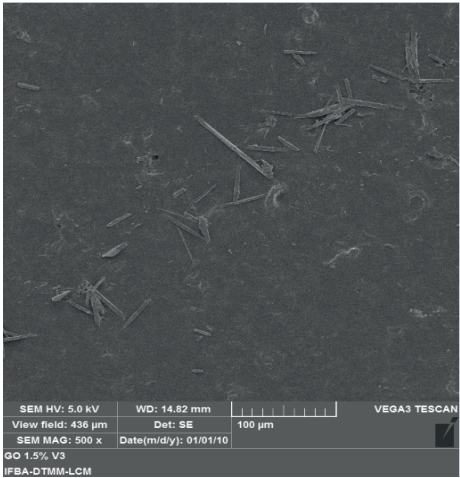


Figura 10 Imagem MEV do filme biopolimérico 1,5% OG com ampliação de 500. (Fonte: Acervo próprio)

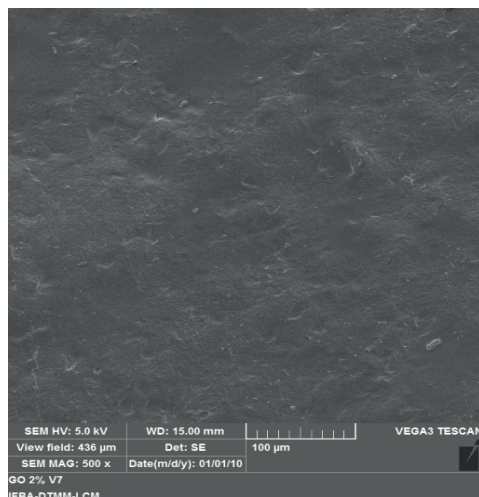


Figura 11 Imagem de MEV do filme biopolimérico 2,0% OG com ampliação de 500. (Fonte: Acervo próprio)

OPACIDADE

Na Tabela 4 temos os valores de absorbância, transmitância e opacidade dos filmes obtidos. A absorbância foi medida em espectrofotômetro a 600nm, a transmitância e a opacidade foram calculadas a partir das Equações 2 e 1, respectivamente.

$$T = \text{antilog}(2 - A) \text{ (Equação 2)}$$

Na qual A é a absorbância.

Formulação	Absorbância	Transmitância	Opacidade
Branco	0,133	-	-
OG - 0%	0,233	0,585	1,280
OG – 0,5%	0,368	0,429	1,897
OG – 1,0%	0,602	0,250	5,375
OG – 1,5%	0,896	0,127	2,835
OG – 2,0%	1,150	0,071	2,791

Tabela 4 Opacidade dos diferentes filmes biopoliméricos (Fonte: Autoria própria)

A opacidade é uma propriedade de suma importância para filmes que são aplicados como embalagens de produtos (Mali *et al.*, 2004), pois está diretamente relacionado com a apresentação visual do produto, nesse sentido filmes transparentes geralmente são mais requeridos. Em contrapartida, quando o produto é sensível a luz devido a possíveis reações de degradação é necessário utilizar filmes com baixa transparência (Marques, 2018).

O parâmetro opacidade nos traz informações sobre a quantidade de luz capaz

de atravessar a superfície do material, assim quanto menor a opacidade maior será a quantidade de luz que entrará em contato com o produto (Marques, 2018). Através dos resultados apresentados na Tabela 6 podemos notar que adição do óxido de grafeno à matriz polimérica provocou o aumento da opacidade dos filmes.

A quantidade de luz transmitida diminui à medida que a concentração de óxido de grafeno aumenta, porém o mesmo não é observado para opacidade já que esse parâmetro é dependente também da espessura do filme. O filme contendo 1% de OG foi a formulação que apresentou maior opacidade, que foi aproximadamente o dobro da opacidade obtida para a formulação contendo 2% OG, composição essa que apresentou maior espessura, boa dispersão do OG na matriz polimérica e maior tempo de resistência à carga exposta.

CONCLUSÃO

A esfoliação do grafite através da oxidação levou a formação de um material que apresentou camadas na sua estrutura e grupos funcionais oxigenados, tais como hidroxilas e carboxilas, que são características do óxido de grafeno. A suspensão obtida teve uma concentração de 0,0168 g/mL.

A incorporação do OG no TPS através da *técnica casting* produziu resultados satisfatórios dentro das limitações encontradas durante este trabalho. Os filmes produzidos tiveram aspecto contínuo, visualmente homogêneos, com boa flexibilidade, além de não ter sido observado partículas insolúveis ou bolhas. Somente o filme contendo 1,5% OG apresentou baixa espessura e por isso encontrou-se dificuldade durante a sua remoção da placa Petri, o que ocasionou alguns rasgos nas bordas do filme.

Todos os filmes produzidos apresentaram variação de espessura nos diferentes pontos medidos, sendo um desvio maior encontrado no filme contendo 2,0% de óxido de grafeno. Esse resultado observado corrobora com uma das desvantagens da *técnica casting*, que é a dificuldade de controle na espessura dos filmes produzidos.

As imagens de microscopia eletrônica de varredura mostraram que o filme produzido sem a incorporação do óxido de grafeno apresentou uma superfície rugosa, os filmes contendo 0,5% e 2,0% de OG apresentaram uma única fase, enquanto que nos filmes de 1,0% e 1,5% de OG foi possível notar a presença de pequenas agulhas, que foram atribuídas ao óxido de grafeno. A má dispersão observada pode ser justificada pela agitação irregular do sistema ou pela maior taxa evaporação de solvente.

A opacidade é um parâmetro importante para filmes que são empregados em embalagens de produtos, pois o mesmo está relacionado com a quantidade de luz que o produto estará exposto e também com as características visuais do mesmo. Esse parâmetro também é dependente da espessura do filme. O filme contendo 1,0% de OG apresentou a maior opacidade dentre os filmes sintetizados.

REFERÊNCIAS

- AFSHAR, S. BANISADI, H. **Investigation the effect of graphene oxide and gelatin/starch weight ratio on the properties of starch/gelatin/GO nanocomposite films: The RSM study.** International Journal of Biological Macromolecules, 2017.
- ALMEIDA, A. F. de **Síntese do óxido de grafeno e incorporação do óxido de ferro visando suas aplicações em adsorção de corantes.** Tese de Mestrado – Universidade Estadual do Oeste do Paraná, 2020. Disponível em: < https://tede.unioeste.br/bitstream/tede/5169/2/Anna_Almeida_2020.pdf>. Acesso em: 03 ago 2022.
- BIOPDI. **Ensaio de Tração.** Disponível em: <<https://biopdi.com.br/artigos/ensaio-de-tracao/>>. Acesso em 07 set 2022.
- CALLISTER Jr, William D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução.** 5 ed. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2002.
- FERREIRA, W. H. **Uso do óxido de grafeno e de seu derivado reduzido em materiais biodegradáveis.** Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2017.
- FERREIRA, W. H.; ANDRADE, C. T. **Biocompósitos de amido termoplástico e óxido de grafeno obtido por extrusão.** IX Encontro Técnico de Materiais e Química, 2017.
- GEYER, R.; JAMBECK, J. R.; LAW, K. L. **Production, use, and fate of all plastics ever made.** Science Advances. v. 3 e1700782. 2017.
- HIBBELER, R. C. **Resistência dos Materiais.** 7. ed. – São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2010.
- HUMMERS, W. S.; OFFEMAN, R. E. **Preparation of Graphitic Oxide.** Journal of the American Chemical Society, 1339 – 1339, 1958. Disponível em < <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ja01539a017#> > Acesso em: 03 jul 2022.
- LI, R.; LIU, C.; MA, J. **Studies on the properties of graphene oxide-reinforced starch biocomposites.** Carbohydrate Polymers 84, p.631-637, 2011.
- MA, T.; CHANG, P. T.; ZHENG, P.; MA, X. **The composites based on plasticized starch and graphene oxide/reduced graphene oxide.** Carbohydrate Polymers 94 p. 63- 70, 2013.
- MALI, S. GROSSMANN, V. E., GARCÍA, M. A., MARTINO, M. N., ZARITZKY, N. E. **Barrier, mechanical and optical properties of plasticized yam starch films.** Carbohydrate Polymers 56 (2004) 129- 135.
- MARIN, E. P. **Espectroscopia de Infravermelho e suas aplicações.** Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Estadual Paulista, 2013.
- MARQUES, G. S. **Obtenção de filmes biodegradáveis de amido de mandioca reforçados com nanofibras de celulose de rami.** Tese de mestrado. Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2018.
- MEDEIROS, G. S. **Nanocompósitos a base de polietileno de baixa densidade utilizando óxido de grafeno e grafeno como cargas.** Tese de Mestrado. Universidade Presbiteriana Mackenzie, 2019.

MTS SYSTEMS. **ASTM D882 Tensile Properties of Thin Film / Plastic Sheeting**. 100-332-870 TMTND882 Printed in U.S.A. 09/21. Disponível em: <https://www.mts.com/-/media/materials/pdfs/test-standards/100-332-870_PlasticsD882.pdf?as=1>. Acesso em: 04 set 2022.

PINTO, C. de O.; OLIVEIRA, D. C. da S.; SANTOS, Y. T. B. dos; SILVA, I. C. da; FARIAS, C. T. T.; CAVALCANTI, L. A. P. **Deteção de corrosão de aço carbono revestida com tinta industrial aditivada com óxido de grafeno por termografia ativa**. Jornada Técnica do Conhecimento sobre Ensaio Não Destrutivos e Inspeção, 2022.

RAGAERT, K.; GEEM, K. M. V.; DELVA, L. **Mechanical and chemical recycling of solid plastic waste**. Waste Management. v. 69, p. 24 – 58, 2017.

SANTOS, C. D. M.; PAGNO, C. H.; COSTA, T. M. H.; FACCIN, D. J. L.; FLÔRES, S. H.; CARDOZO, N. S. M. **Biobased polymer films from avocado oil extraction residue: Production and characterization**. Journal of Applied Polymer Science, 2016.

SILVA, M. C. **Polímeros Biodegradáveis: Tipos, Propriedades e Aplicações**. Trabalho de Conclusão de Curso. Centro Universitário Estadual da Zona Oeste, 2013.

WIESENHÜTTER, L. L.; MEINERZ, N. Z.; GRUEBLER, T. F. **O consumo de plástico no brasil: impactos e alternativas ao seu uso**. XXVIII Seminário de Iniciação Científica. Salão do Conhecimento. UNIJUÍ, 2021.

ZAMORA, A. M. et al. **Atlas do Plástico: Fatos e números sobre o mundo dos polímeros sintéticos**. Fundação Heinrich Boll, Rio de Janeiro, 2020. Disponível em: < <https://br.boell.org/sites/default/files/2020-11/Atlas%20do%20PI%C3%A1stico%20-%20vers%C3%A3o%20digital%20-%2030%20de%20novembro%20de%202020.pdf>>. Acesso em 07 fev 2022.