

UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMIÁRIDO – UFRSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AMBIENTE, TECNOLOGIA E
SOCIEDADE – PPGATS

RONNIO LINIKER DA SILVA E SOUZA

**FILMES MISTOS DE POLPA DE JUÁ (*Ziziphus joazeiro* Mart.), ALGINATO DE
SÓDIO E CERA DE ABELHA: PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO**

ORIENTADOR: Prof. Dr. Ricardo Henrique de Lima Leite
COORIENTADORA: Prof^a. Dr^a. Edna Maria Mendes Aroucha

Mossoró, RN–Janeiro/2024

RONNIO LINIKER DA SILVA E SOUZA

FILMES MISTOS DE POLPA DE JUÁ (*Ziziphus joazeiro* Mart.), ALGINATO DE SÓDIO E CERA DE ABELHA: PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ambiente, Tecnologia e Sociedade (PPGATS) da UFERSA, como parte das exigências do Programa para obtenção do grau de mestre em ambiente, tecnologia e sociedade.

Linha de Pesquisa: Tecnologias sustentáveis e recursos naturais do semi-árido

COMITÊ DE ORIENTAÇÃO

Prof. Dr. Ricardo Henrique de Lima Leite
ORIENTADOR

Prof^a. Dr^a. Edna Maria Mendes Aroucha
COORIENTADORA

© Todos os direitos estão reservados a Universidade Federal Rural do Semi-Árido. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do (a) autor (a), sendo o mesmo, passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei nº 9.279/1996 e Direitos Autorais: Lei nº 9.610/1998. O conteúdo desta obra tomar-se-á de domínio público após a data de defesa e homologação da sua respectiva ata. A mesma poderá servir de base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu (a) respectivo (a) autor (a) sejam devidamente citados e mencionados os seus créditos bibliográficos.

SS729 SOUZA, Ronnio Liniker da Silva e.
f FILMES MISTOS DE POLPA DE JUÁ (Ziziphus
joazeiro Mart.), ALGINATO DE SÓDIO E CERA DE
ABELHA: PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO / Ronnio
Liniker da Silva e SOUZA. - 2024.
50 f. : il.

Orientador: Ricardo Henrique de Lima Leite.
Coorientadora: Edna Maria Mendes Aroucha.
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal
Rural do Semi-árido, Programa de Pós-graduação em
Ambiente, Tecnologia e Sociedade, 2024.

1. bioplástico. 2. biopolímero. 3. materiais
sustentáveis. 4. plásticos ecológicos. I. Leite,
Ricardo Henrique de Lima, orient. II. Aroucha,
Edna Maria Mendes, co-orient. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada por sistema gerador automático em conformidade
com AACR2 e os dados fornecidos pelo(a) autor(a).
Biblioteca Campus Mossoró / Setor de Informação e Referência
Bibliotecária: Keina Cristina Santos Sousa e Silva
CRB: 15/120

O serviço de Geração Automática de Ficha Catalográfica para Trabalhos de Conclusão de Curso (TCC's) foi desenvolvido pelo Instituto de Ciências Matemáticas e de Computação da Universidade de São Paulo (USP) e gentilmente cedido para o Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (SISBI-UFERSA), sendo customizado pela Superintendência de Tecnologia da Informação e Comunicação (SUTIC) sob orientação dos bibliotecários da instituição para ser adaptado às necessidades dos alunos dos Cursos de Graduação e Programas de Pós-Graduação da Universidade.

RONNIO LINIKER DA SILVA E SOUZA

FILMES MISTOS DE POLPA DE JUÁ (*Ziziphus joazeiro* Mart.), ALGINATO DE SÓDIO E CERA DE ABELHA: PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ambiente, Tecnologia e Sociedade (PPGATS) da UFERSA, como parte das exigências do Programa para obtenção do grau de mestre em ambiente, tecnologia e sociedade.

Linha de Pesquisa: Tecnologias sustentáveis e recursos naturais do semiárido

Defendida em: 30/01/2024

BANCA EXAMINADORA

Dr. Ricardo Henrique de Lima Leite – UFERSA
Presidente.

Dr. Alcivan Almeida Evangelista Neto – IFRN
Membro examinador externo.

Dra. Izabelly Larissa Lucena – UFERSA
Membro examinador interno.

Dr. Francisco Leonardo Gomes de Menezes – UFERSA
Membro (SUPLENTE).

DEDICATÓRIA

A minha mãe (Dona Rita de Badin) e a meu pai (Van de Raimundo Dedéca) como são conhecidos, a eles devo tudo que conquistei até hoje.

*“Siga em frente, meu filho rebelde
Haverá paz quando você tiver terminado
Repouse sua cabeça cansada
Não chore mais” (KANSAS, 1976).*

AGRADECIMENTOS

Inicialmente, agradeço a Deus, pela saúde, proteção diária e por trilhar sempre meus caminhos até então. Por me dar forças em momentos de dificuldade e angústia, por me proporcionar bons amigos na instituição (UFERSA) e fora dela.

Agradeço em especial à minha mãe Maria Rita da Silva e a meu pai Antonio Josivan Ferreira de Souza, por me proporcionar as oportunidades que eles não tiveram, pelo incentivo a sempre seguir em frente em busca dos meus objetivos.

Agradeço minha irmã Luana Karla da Silva Costa pelo apoio diário, por sempre cuidar de mim nos momentos difíceis. À minha família, avós, tios e primos pelos momentos de descontração nas horas vagas que me possibilitavam sair um pouco da rotina acadêmica nos momentos mais difíceis e estressantes do dia a dia.

Agradeço a meu orientador, Professor Dr. Ricardo Henrique de Lima Leite, pela disponibilidade em me orientar nesta pesquisa, pelos ensinamentos diários estando sempre disposto a ajudar, por ser um exemplo de professor e pela dedicação e competência que se fez indispensável no desenvolvimento deste estudo.

A todos os professores que se fizeram presentes ao longo desta caminhada, pela dedicação, paciência, profissionalismo e, sobretudo a competência para com os alunos e a instituição. Em especial, à Prof^a. Dr^a. Edna Maria Mendes Aroucha (Coorientadora) pelas contribuições prestadas no desenvolvimento desta pesquisa.

Agradeço à minha companheira Janara pelo apoio incondicional nos momentos difíceis e de dificuldades. A você, meu muito obrigado.

Agradeço a dois grandes amigos os quais começamos a trilhar nossos caminhos juntos Luiz Paulo e Ronison, pelo companheirismo e convívio diário. Pela troca de conhecimentos que se fizeram importante até esse momento. A vocês, meu muito obrigado, desejo todo o sucesso do mundo a vocês.

Meus agradecimentos também aos colegas de laboratório: Malu, Vitória, Fabíola, Perdigão, Wallef, Luan e em especial a Murilo por me auxiliar em todos os ensaios dessa pesquisa. Grato a todos pelos momentos de leveza e troca de conhecimentos.

Deixo meus agradecimentos também a duas pessoas indispensáveis para o desenvolvimento desta pesquisa, os técnicos de laboratório Leonardo Menezes e Gustavo Almeida, pelos ensinamentos e apoio nas análises desenvolvidas nesse estudo.

Aos colegas e docentes do PPGATS, grato pelos conhecimentos compartilhados.

À Universidade Federal Rural do Semi Árido, UFERSA – Campus Mossoró, e ao

Programa de Pós-graduação em Ambiente, Tecnologia e Sociedade – PPGATS, pela oportunidade concedida e por todo suporte técnico e ótimas condições de estudo necessárias para o desenvolvimento desta pesquisa.

RESUMO

Os biopolímeros têm sido estudados como matéria-prima para a fabricação de bioplásticos e apresentados como uma alternativa inovadora e ecológica ao uso dos plásticos convencionais em embalagens. Porém, uma limitação ao uso dos biopolímeros na fabricação de embalagens é proveniente de sua alta hidrofília. A adição de substâncias hidrófobas, como a cera de abelha, na matriz biopolimérica dos bioplásticos pode reduzir sua hidrofília. No entanto, no mais das vezes, a mistura de substâncias hidrófobas em uma matriz hidrofílica necessita de uma redução da tensão interfacial entre ambas. Essa redução pode ser alcançada com o emprego de surfactantes. Neste trabalho, objetivou-se demonstrar a possibilidade de utilização da polpa do fruto do juazeiro como surfactante natural e oriundo da flora da caatinga encontrada no PARNA Fuma Feia -Baraúna/RN - para a compatibilização de uma matriz de alginato de sódio com a cera de abelha. Os ensaios para a obtenção dos filmes foram realizados segundo um Planejamento Experimental de Mistura do tipo rede simplex e a Metodologia de Superfícies de Resposta foi utilizada para a análise dos resultados. As seguintes propriedades físico-químicas, ópticas, mecânicas e de barreira dos filmes foram determinadas: permeabilidade ao vapor de água, cor e opacidade, solubilidade em água, resistência à tração, alongamento na ruptura e módulo de elasticidade. A micromorfologia dos filmes foi analisada através de micrografias eletrônicas de varredura. Os resultados apontaram que a polpa de juá possibilita melhor interação entre polímero e lipídio. Filmes com adição de polpa de juá apresentaram melhores valores de solubilidade e resistência à tração. Filmes ricos em cera e sem tensoativo, apresentaram baixa resistência à tração, taxa de alongação e módulo de Young. Os parâmetros de cor e opacidade não variaram significativamente.

Palavras-chave: bioplástico; biopolímero; materiais sustentáveis; plásticos ecológicos.

ABSTRACT

Biopolymers have been studied as a raw material for the manufacture of bioplastics and presented as an innovative and ecological alternative to the use of conventional plastics in packaging. However, one limitation to the use of biopolymers in packaging is their high hydrophilicity. The addition of hydrophobic substances, such as beeswax, to the biopolymer matrix of bioplastics can reduce their hydrophilicity. However, often, mixing hydrophobic substances in a hydrophilic matrix requires a reduction in the interfacial tension between the two. This reduction can be achieved through the use of surfactants. The aim of this work was to demonstrate the possibility of using the pulp of the juazeiro fruit as a natural surfactant, which comes from the caatinga flora found in PARNA Fuma Feia - Baraúna/RN- to make a sodium alginate matrix compatible with beeswax. The tests to obtain the films were carried out according to an Experimental Mixture Planning of the simplex network type and the Response Surface Methodology was used to analyze the results. The following physicochemical, optical, mechanical and barrier properties of the films were determined: water vapor permeability, color and opacity, water solubility, tensile strength, elongation at break and modulus of elasticity. The micro morphology of the films was analyzed using scanning electron micrographs. The results showed that juá pulp enables better interaction between polymer and lipid. Films with added juá pulp showed better solubility and tensile strength values. Films rich in wax and without surfactant showed low tensile strength, elongation rate and Young's modulus. The color and opacity parameters did not vary significantly.

Keywords: bioplastic; biopolymer; sustainable materials; ecological plastics.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estrutura dos blocos homo e heteropoliméricos que constituem a molécula de alginato. A) sequência homopolimérica M – M; B) sequência homopolimérica G – G; C) sequência heteropolimérica M – G – M.....	18
Figura 2. Bosque de Juazeiros, Localização: Lado Leste – UFERSA/Mossoró.....	20
Figura 3. Fruto do Juazeiro (<i>Ziziphus joazeiro</i> Mart.) juá maduro.....	21
Figura 4. Distribuição dos pontos experimentais no planejamento de mistura.....	27
Figura 5. Fluxograma do processo para obtenção dos filmes mistos (alginato, cera de abelha e juá)	29
Figura 6. Superfície de resposta da solubilidade em filmes de alginato, polpa de juá e cera de abelha	36
Figura 7. Superfície de resposta da permeabilidade ao vapor de água (PVA) em filmes de alginato de sódio, polpa de juá e cera de abelha.....	37
Figura 8. Superfície de resposta da taxa de elongação (EL) em filmes de alginato de sódio, polpa de juá e cera de abelha.....	38
Figura 9. Superfície de resposta para a resistência à tração (RT) em filmes de alginato de sódio, polpa de juá e cera de abelha.....	40
Figura 10. Superfície de resposta do Módulo de Young em filmes de alginato de sódio, polpa de juá e cera de abelha.....	41
Figura 11. Morfologia obtida por MEV da superfície e região transversal do Filme 2. A) Superficial – 2500x; B) transversal - 50 µm; C) transversal - 20 µm.....	42
Figura 12. Morfologia obtida por MEV da superfície e região transversal do filme 3. A) Filme superfície – 2500x; B) Área transversal – 10 µm; C) Área transversal – 50 µm.....	43
Figura 13. Morfologia obtida por MEV da superfície e região transversal dos filmes 7 e 9. A) Filme 7 – superfície – 2500x; B) Filme 7 – Área transversal – 10 µm; C) Filme 9 – superfície – 1000x; D) Filme 9 – Área transversal – 20 µm.....	44
Figura 14 - Filmes produzidos a base de alginato de sódio, cera de abelha e polpa de juá em diferentes concentrações. F1(100% ALG+GL); F2(60%ALG/GL+40%CE); F3(60%ALG/GL+40%JUÁ); F4 (80%ALG/GL+20%CE); F5(80%ALG/GL+20%JUÁ); F6(60%ALG/GL+20%CE+20%JUÁ); F7(86,66%ALG/GL+ 6,66%CE+6,65%JUÁ); F8(66,66%ALG/GL+26,6%CE+6,65%JUÁ); F9 (66,66%ALG/GL+6,66%CE+26,65%JUÁ); F10/F11/F12 (73,33%ALG/GL+13,33%CE+13,34%JUÁ).....	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 – Composições dos filmes utilizadas nos ensaios experimentais do planejamento de mistura.....	27
Tabela 02 – Resultados experimentais obtidos referentes às propriedades físico-químicas e mecânicas para filmes de alginato de sódio, polpa de juá e cera de abelha.....	34

LISTA DE ABREVIATURAS

ABRE - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE EMBALAGENS

ALG - ALGINATO DE SÓDIO

AR - ALONGAMENTO À RUPTURA

ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS

CER - CERA DE ABELHA

GL - GLICEROL

IBAMA - INSTITUTO BRASILEIRO DO MEIO AMBIENTE E DOS RECURSOS
NATURAIS RENOVÁVEIS

JUÁ - POLPA DE JUÁ

MEV - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

ODS- OBJETIVOS DO DESENVOLVIMENTO SUSTENTÁVEL

PVA - TAXA DE PERMEABILIDADE AO VAPOR DE ÁGUA

TS - RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

UC - UNIDADE DE CONSERVAÇÃO

UNO - ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS

Y - MÓDULO DE ELASTICIDADE OU MÓDULO DE YOUNG

Sumário

1 INTRODUÇÃO	15
2 REFERENCIAL TEÓRICO	17
2.1 FILMES E EMBALAGENS BIODEGRADÁVEIS	17
2.2 ALGINATO DE SÓDIO E POLPA DE JUÁ NO DESENVOLVIMENTO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS	18
2.3 CERA DE ABELHA NA COMPOSIÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS	19
2.4 POTENCIAL FLORÍSTICO DO PARNA FURNA FEIA PARA OBTENÇÃO DE BIOPOLÍMEROS E/OU SUBSTÂNCIAS BIOATIVAS.	19
2.5 O JUÁ (<i>Ziziphus joazeiro</i> Mart.).....	20
2.6 PROPRIEDADES DOS FILMES BIODEGRADÁVEIS	22
2.6.1 Taxa de permeabilidade ao vapor de água – TPVA.....	22
2.6.2 Propriedades ópticas	22
2.6.3 Propriedades mecânicas	22
2.6.5 Microscopia eletrônica de varredura – MEV	23
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	25
3.1 IDENTIFICAÇÃO DOS LOCAIS DE REALIZAÇÃO DOS EXPERIMENTOS E DESCRIÇÃO DA PESQUISA	25
3.2 EQUIPAMENTOS E REAGENTES	25
3.3 COMPOSIÇÃO DOS FILMES MISTOS	26
3.4 COLETA DE FRUTOS E OBTENÇÃO DA POLPA DO JUÁ.....	28
3.5 PREPARO DOS FILMES MISTOS	28
3.6 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES OBTIDOS	29
3.6.1 Determinação da PVA	29
3.6.2 Cor e opacidade	30
3.6.3 Espessura	31
3.7 PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	31
3.8 SOLUBILIDADE	31
3.9 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	32
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	34
4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DE ALGINATO, POLPA DE JUÁ E CERA DE ABELHA.	35
4.1.1 Solubilidade	35
4.1.2 Permeabilidade ao vapor de água (PVA)	36
4.1.3 Propriedades mecânicas	38
4.1.4 Análise morfológica.....	42

4.1.5 Propriedades ópticas dos filmes de alginato, polpa de juá e cera de abelha	44
5 CONCLUSÕES	46
6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	47

1 INTRODUÇÃO

As embalagens desempenham um papel importante na comercialização de diversos produtos. Dados da Associação Brasileira de embalagens (ABRE), em um estudo macroeconômico realizado pela FGV e apresentado em março de 2023, mostram o retrospecto do aumento na produção física de embalagens no ano de 2022, enfatizando o acréscimo de 3,9%, cerca de R\$ 123,2 bilhões em relação aos valores alcançados em 2021 que foram de R\$ 110,9 bilhões. Em relação aos tipos de embalagens, os plásticos representam a maior parte no valor de produção, correspondendo a 33,6% do total (FGV, 2023).

Atualmente, as embalagens plásticas mais utilizadas são fabricadas com matérias-primas provenientes de fontes não renováveis, sobretudo derivados do petróleo. Em decorrência das características associadas à versatilidade, resistência e baixo custo de produção, os plásticos sintéticos são dificilmente substituídos, e isto tem ocasionado impactos na natureza resultantes do descarte inadequado desses materiais. Silva, Brinques e Gurak (2020) associam os impactos ambientais ocasionados pelas embalagens plásticas ao uso de materiais não biodegradáveis.

Bayer, Uranga e Fochezatto (2022), afirmam que há uma influência entre os avanços tecnológicos e o aumento de novos produtos não biodegradáveis. Conforme os autores, essa relação deve-se a obsolescência como estratégia para estimular o consumo. Sendo assim, provocando o crescimento da demanda por novos produtos, acarretando o aumento de resíduos sólidos, principalmente plásticos. Para Rai *et al.*, (2021), a alternativa viável aos plásticos, seria um material degradável e compatível com o meio ambiente. Para o autor “os plásticos biodegradáveis provenientes de recursos renováveis apresentam a melhor alternativa no cenário atual”.

Os filmes oriundos de biopolímeros são uma alternativa para o desenvolvimento de revestimentos e embalagens. Estes ganharam destaque devido à sua capacidade de mitigar as influências externas sobre os produtos alimentícios, ao mesmo tempo que se degradam mais rapidamente após o seu uso (SANTOS *et al.*, 2021; YANG *et al.*, 2024).

Em geral, os filmes biopoliméricos são produzidos a partir de polissacarídeos, proteínas e lipídios. Em particular, os polissacarídeos são um recurso abundante e podem ser obtidos de plantas, animais, fungos e bactérias (NELIĆ *et al.*, 2019). Por sua vez, o alginato de sódio é um polissacarídeo extraído de algas marrons e com propriedades e funcionalidades filmogênicas (YAO *et al.*, 2023; WANG *et al.*, 2024).

As características inerentes aos polissacarídeos surgem como alternativa no desenvolvimento de embalagens, bem como a possibilidade de melhor aproveitamento dos

recursos naturais do semiárido. Consoante à variabilidade de recursos para a obtenção de materiais poliméricos, o Parque Nacional da Fuma Feia se destaca pela ocorrência de uma vegetação diversificada e característica do bioma caatinga, típico do semiárido nordestino brasileiro, (BENTO *et al.*, 2017).

Por se tratar de uma região árida altamente imprevisível e cercada de biomas tropicais mészicos, este bioma funciona como um importante laboratório para estudos de espécies vegetais e animais. Apontando uma biodiversidade extensa com alto grau de endemismo, o PARNA Fuma Feia possui vegetação de caatinga hiperxerófila caducifólia, predominante do tipo caatinga arbustivo-arbórea. Nesta região também foram identificadas 31 espécies de mamíferos, 176 de aves e 16 espécies de invertebrados troglóbios (ICMBio, 2020).

Dentre as espécies encontradas no PARNA Fuma Feia temos o juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.) que pertencente à família *Rhamanacea*. Desta espécie, é comum a utilização de extrato de folhas e raízes como medicamentos tradicionais para o tratamento de enfermidades (BRITO *et al.*, 2015), seu fruto também tem sua utilidade na alimentação na confecção de geleias e doces, sendo considerada fonte de fibras alimentares, vitamina C e compostos fenólicos (DE LIMA OLIVEIRA *et al.*, 2020; PEREIRA *et al.*, 2021).

Estas características têm possibilitado estudos acerca do desenvolvimento e confecção de revestimentos comestíveis por ser considerada uma matriz potencial para a incorporação de compostos ativos naturais. Outras possibilidades associadas ao fruto do juá estão relacionadas com o potencial antioxidante presente na polpa e também na presença de saponinas, estas podendo ser utilizadas como tensoativos naturais na incorporação de lipídeos na matriz biopolimérica (LEANDRO *et al.*, 2021).

Em uma abordagem voltada à sustentabilidade e como alternativa para minimizar os impactos ambientais relacionados aos resíduos sólidos. Propõe-se o estudo e utilização do fruto do juazeiro como fonte de biopolímeros, antioxidantes e saponinas que podem ser utilizados para em conjunto com o alginato de sódio e a cera de abelha produzir um biofilme com propriedades mecânicas e físico-químicas adequadas à confecção de embalagens.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 FILMES E EMBALAGENS BIODegradáveis

Atualmente, as embalagens de alimentos oriundas do petróleo ainda são usadas na maioria dos variados setores da indústria, tornando a procura por polímeros plásticos cada vez maior. Essas embalagens uma vez descartadas após o uso resultam na poluição do ambiente, pois as mesmas consistem em resíduos não biodegradáveis (TAIATELE JUNIOR *et al.*, 2020).

O crescimento na produção de bens de consumo tem conduzido a um aumento na fabricação de embalagens. Além disso, o setor de alimentos tornou-se o principal consumidor de embalagens, sendo os plásticos os materiais mais utilizados para este fim (LUCENA *et al.*, 2017). Porém, quando descartadas, as embalagens plásticas oriundas de polímeros não biodegradáveis degradam-se lentamente, originando resíduos de aterro que podem durar vários anos (RAI *et al.*, 2021).

No entanto, o desenvolvimento tecnológico tem criado alternativas, em busca de um produto ambientalmente correto e que atenda às necessidades da sociedade. Dito isto, a biodegradabilidade se mostra uma característica individual desejada para as embalagens atualmente, nesse contexto, quando descartados no meio ambiente, os biopolímeros podem degradar-se facilmente através das ações enzimáticas de microrganismos (WOJNOWSKA-BARYŁA; KULIKOWSKA; BERNAT, 2020)

Nessa perspectiva, os plásticos biodegradáveis, em especial os provenientes de fontes naturais renováveis, têm se apresentado como alternativa sustentável e inovadora para o desenvolvimento de novas tecnologias que buscam substituir os plásticos convencionais oriundos de fontes fósseis (EBRAHIMZADEH *et al.*, 2023).

Para além da biodegradabilidade, as embalagens com funções ativas que interagem de maneira intencional com o alimento, prolongam sua vida de prateleira ou conferem características sensoriais e/ou nutricionais desejáveis têm se tornado alvo de estudos (SILVA *et al.*, 2021).

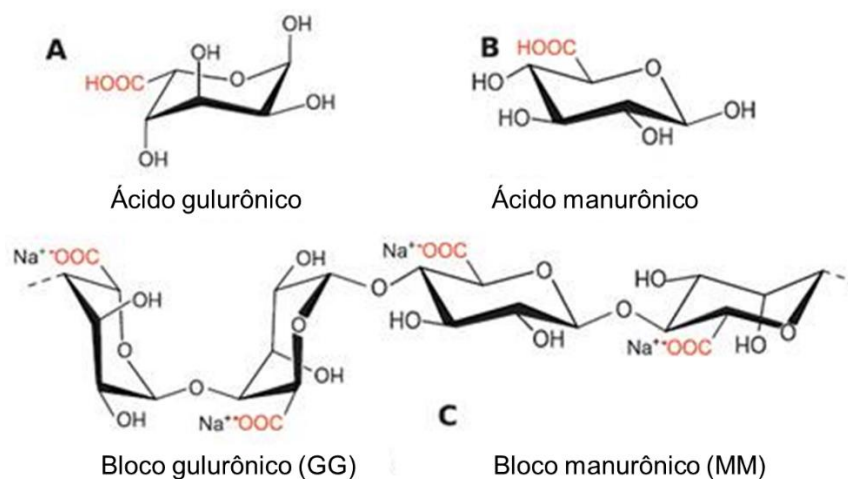
No âmbito das embalagens biodegradáveis, os biofilmes têm sido alvo de pesquisas devido suas características e por sua vasta aplicabilidade. No setor alimentício, o revestimento de frutas, hortaliças, queijos, carnes e outros alimentos têm motivado diversos estudos, uma vez que os filmes biopoliméricos mostram-se como uma alternativa natural e efetiva na conservação destes alimentos. Nesse contexto, os polissacarídeos têm se mostrado um dos materiais mais utilizados recentemente como material sustentável na formulação de revestimentos e filmes comestíveis (MOHAMED; EL-SAKHAWY; EL-SAKHAWY, 2020).

2.2 ALGINATO DE SÓDIO E POLPA DE JUÁ NO DESENVOLVIMENTO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS

Os alginatos formam um grupo de polissacarídeos que ocorrem nas paredes celulares externa de algas castanhas/marrons. O alginato comumente utilizado como biopolímero é o sal de sódio do ácido algínico, um polímero com inúmeros grupos hidroxila e carboxila livres que estão distribuídos ao longo de sua cadeia principal (WANG *et al.*, 2018).

Mehra *et al.*, (2024), aborda o alginato de sódio como sendo um polímero natural hidrofílico e biodegradável adequado para diferentes aplicações biomédicas ou formulações com nanopartículas, por ser não irritante e poder ser ionicamente reticulado para melhoria de seu desempenho. Sendo um polissacarídeo aniônico pertencente à família de copolímeros binários não ramificados, os alginatos contêm diferentes quantidades de resíduos de ácido β -D-manurônico (M) e ácido α -L-gulurônico (G), Figura 1 (ORE; PICHILINGUE; VALDERRAMA NEGRÓN, 2020).

Figura 1. Estrutura dos blocos homo e heteropoliméricos que constituem a molécula de alginato. A) Ácido gulurônico; B) Ácido manurônico; C) Composição do alginato com blocos GG e blocos MM.



Fonte: Ore; Pichilingue; Valderrama Negrón (2020).

Segundo Wang *et al.* (2018), o alginato de sódio em si não apresenta toxicidade, é estável no ambiente e possui forte capacidade de gelificação e formação de filmes. Características estas descritas também por Wang *et al.*, (2024) em relação às excelentes propriedades e funcionalidades filmogênicas do alginato.

2.3 CERA DE ABELHA NA COMPOSIÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS

Os revestimentos biopoliméricos tendem a apresentar natureza hidrofílica e fracas propriedades de barreira ao vapor de água, reduzindo sua efetividade em diversas aplicações (XAVIER *et al.*, 2020). Com a alta hidrofília dos biopolímeros, os filmes são susceptíveis à umidade, ocorrendo facilmente a formação de ligações de hidrogênio pelas moléculas de água que são transportadas para dentro de cadeias de polissacarídeos ou proteínas (OLIVEIRA *et al.*, 2018). No processo de preparação dos filmes é comum a adição de aditivos destinados a promover alterações em suas propriedades. Alguns lipídios são utilizados em formulações de filmes poliméricos devido à sua ação plastificante, visando melhorar suas propriedades mecânicas, por outro lado, por serem hidrofóbicos, constituem barreiras eficazes à umidade e surgem como aditivo importante para a composição dos filmes poliméricos (SOUTO *et al.*, 2021; CHENG *et al.*, 2021).

Nesse contexto, a cera de abelha é um lipídio que pode ser utilizado como revestimento ou aplicado a uma matriz para formar compósitos. Trata-se de um produto de origem natural e biodegradável, sua composição consiste em uma mistura complexa de cerca de 300 componentes, dentre eles: ésteres de ácidos orgânicos, ácidos céticos livres, alcoóis céticos livres, hidrocarbonetos, minerais, água e outros componentes orgânicos (MENDONÇA, 2018; LUCHESI, 2019; GIOVANETTI, 2020).

Para além da capacidade de melhorar o desempenho dos filmes como bloqueio de água, de acordo com Mendonça (2018), a cera de abelha pode proporcionar a formação de uma emulsão mais estável, melhorar a vida útil do compósito e ter aplicabilidade tanto na biomedicina quanto na preservação de alimentos.

2.4 POTENCIAL FLORÍSTICO DO PARNA FURNA FEIA PARA OBTENÇÃO DE BIOPOLÍMEROS E/OU SUBSTÂNCIAS BIOATIVAS.

O semiárido nordestino destaca-se por seu potencial de recursos naturais decorrentes da biodiversidade que o mesmo dispõe, podendo ainda ter vasta utilidade no desenvolvimento de produtos e/ou materiais de alto valor agregado para a sociedade. Nesse contexto, o bioma caatinga, típico da região semiárida do nordeste brasileiro, é o que apresenta a maior biodiversidade do mundo neste tipo de clima. O mesmo ocupa uma área de cerca de 862.818 km², cerca de 10,1% do território nacional (MMA, 2024).

Em decorrência da grande diversidade em relação à vegetação, em recente levantamento florístico de todo o território brasileiro, o bioma Caatinga apresentou 4.322 espécies de plantas

com sementes, das quais 744 espécies são endêmicas do bioma (MAGALHÃES *et al.*, 2019), muitas destas com demasiado valor para a indústria farmacêutica, em razão de apresentarem características fitoterápicas.

No estado do Rio Grande do Norte, o Parque Nacional da Fuma Feia se destaca devido às suas características únicas, decorrentes de sua vegetação característica e do fato de possuir um dos maiores patrimônios espeleológicos ocorrentes em Unidades de Conservação de proteção integral na esfera federal (BENTO *et al.*, 2017). Também conhecido como “PARNA Fuma Feia”, o mesmo é uma Unidade de Conservação (UC) federal inserida na categoria de proteção integral, criada por meio do Decreto Presidencial S/N. de 05 de junho de 2012, que tem como objetivo a proteção do patrimônio espeleológico e biodiversidade do Bioma Caatinga (SILVA, 2019). O parque dispõe de cerca de 8,494 ha, estando sua área localizada entre o município de Baraúna (56%) e Mossoró (44%), possuindo vegetação de caatinga hiperxerófila caducifólia, com formação predominante do tipo caatinga arbustivo-arbórea (ICMBio, 2020). Em decorrência da variabilidade da vegetação, algumas endêmicas, além da proteção o PARNA tem outros objetivos que possibilitam, através de estudos, o desenvolvimento e entendimento das espécies ocorrentes na região. Nesse contexto, algumas espécies merecem destaques por apresentarem características que possibilitam a obtenção de substâncias bioativas, como é o caso do juazeiro, por exemplo.

2.5 O JUÁ (*Ziziphus joazeiro* Mart.)

A diversificação de materiais biopoliméricos tem possibilitado pesquisas nos mais variados ambientes. Em um contexto voltado para a caatinga, o juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.) (Figura 2) tem sido alvo constante de estudos devido à sua importância econômica, biológica e medicinal (DE LIMA OLIVEIRA *et al.*, 2020).

Figura 2. Bosque de Juazeiros, Localização: Lado Leste – UFERSA/Mossoró.



Fonte: Autor 2024.

Os frutos de juazeiro (Figura 3) apresentam elevada concentração de substâncias antioxidantes, dentre elas, compostos fenólicos e vitamina C (SILVA *et al.*, 2022). Segundo Leandro *et al.* (2021), o juá: “...pode ser considerado um produto natural com aplicações biotecnológicas promissoras, principalmente como fonte alternativa de hidrocoloides para o desenvolvimento de revestimentos comestíveis”. Além das substâncias citadas, ressalta-se também a presença de saponinas no fruto do juá (ANDRADE *et al.*, 2019; DE LIMA OLIVEIRA *et al.*, 2020), além da possibilidade de atuar em soluções filmogênicas como tensoativo.

Figura 3. Fruto do Juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.) juá maduro.



Fonte: Autor (2024).

O juazeiro pertence à família Rhamanacea e é uma árvore de porte médio característica do nordeste brasileiro, é uma espécie endêmica da caatinga podendo resistir às grandes secas, permanecendo sempre verde (DE SOUZA *et al.*, 2023). Tem grande importância ecológica e utilidade para as populações locais, uma vez que o mesmo é utilizado como fonte de alimento para animais e na medicina popular no tratamento de infecções e doenças respiratórias (BRITO *et al.*, 2015; PEREIRA *et al.*, 2021).

Devido às propriedades que o fruto do juazeiro apresenta e por sua polpa ser rica em polissacarídeos, sua possível utilização na incorporação junto a outros biopolímeros para a formação de filmes e revestimentos comestíveis tem se apresentado como uma alternativa promissora. Segundo Leandro *et al.* (2021), além da aplicação como revestimento comestível, o juá pode ser considerado uma fonte potencial para a incorporação também de compostos ativos naturais, dentre eles antimicrobianos e antioxidantes.

2.6 PROPRIEDADES DOS FILMES BIODÉGRADÁVEIS

2.6.1 Taxa de permeabilidade ao vapor de água – TPVA

De acordo com a norma ASTM E96-95 (1993), a taxa de permeabilidade ao vapor de água (TPVA) é definida como: “índice de transmissão de vapor de água por unidade de área através do filme, de espessura conhecida, induzida por um gradiente de pressão entre duas superfícies específicas, de umidade relativa e temperatura especificada”.

As embalagens têm como principal objetivo a proteção dos alimentos. Para isso, evitar que a umidade externa entre em contato com o alimento torna-se um fator primordial, uma vez que com o aumento da umidade pode se formar um ambiente propício ao desenvolvimento de micro-organismos que podem alterar as características e propriedades dos alimentos.

Diversos fatores podem influenciar a permeabilidade de vapor de água em filmes poliméricos, dentre eles, o plastificante utilizado e a estrutura molecular da matriz polimérica utilizada. Vale ressaltar que filmes com cadeias poliméricas lineares simples, apresentam uma menor permeabilidade. Os filmes de polissacarídeos e/ou proteínas, em sua maioria, apresentam maior permeabilidade em função de sua característica hidrofílica (RAMACHANDRAIAH; GNOC e CHIN, 2017; OLIVEIRA, 2021).

2.6.2 Propriedades ópticas

As propriedades ópticas, cor e opacidade, são parâmetros importantes, especialmente em relação ao acondicionamento de produtos, estando estas características mais relacionadas à aceitação do consumidor. Carissimi, Flôres e Rech (2018) relacionam a cor e a opacidade dos filmes diretamente com o tipo de polímero que será utilizado.

De acordo com Lucena *et al.* (2017), uma embalagem plástica com elevado brilho e alta transparência é uma ferramenta valiosa para o setor de marketing, que busca sempre uma apresentação visualmente atrativa do produto, embora a opacidade não inviabilize a comercialização do mesmo. Para Oliveira *et al.* (2018), os filmes menos opacos e mais transparentes têm maior aceitabilidade, pois facilitam a visualização do alimento sem interferências, o que traz segurança ao consumidor.

2.6.3 Propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas dos biofilmes são determinantes para a utilização destes materiais na confecção de embalagens, isto é devido ao manuseio a que as mesmas são

submetidas durante sua distribuição e comercialização. Nesse contexto, critérios importantes são tomados como parâmetros em relação às propriedades mecânicas das embalagens biopoliméricas. A resistência à tração (TS), o alongamento à ruptura (AR) e o módulo de elasticidade ou módulo de Young (Y), são parâmetros essenciais que medem alguns atributos que são importantes na determinação das propriedades mecânicas dos filmes e que podem estar associados às suas estruturas moleculares. Para Wu *et al.* (2019), estes parâmetros, além de desejados, têm limitado a utilização dos biofilmes por estes apresentarem deficiências, tornando-os inadequados para utilização.

Os filmes utilizados na confecção devem proporcionar à embalagem resistência à tração, de modo que se proteja o alimento embalado, garantindo sua integridade durante o transporte e manuseio. Para o alongamento à ruptura, os filmes devem ser flexíveis para que se adaptem às deformações que possam ocorrer nos alimentos, sem que ocorra dano mecânico (OLIVEIRA, 2021).

2.6.4 Solubilidade

A solubilidade dos filmes também se mostra uma propriedade importante para a aplicação de uma película, as possibilidades de aplicações podem exigir insolubilidade em água, favorecendo assim a manutenção da integridade do produto (LUCENA *et al.*, 2017). Há casos em que no revestimento de alguns alimentos a solubilização em água antes do consumo do produto mostra-se benéfica.

Para alimentos com alta atividade de água, embalagens insolúveis em água são mais propícias já os alimentos desidratados podem ser acondicionados em embalagens de maior solubilidade. Com relação ao alginato de sódio, Wang *et al.*, (2024) discorre acerca da alta solubilidade deste polímero, esta característica possibilita o mesmo ser facilmente manuseado e funcionalizado, o que torna o alginato ideal sua utilização como material na produção de embalagens de alimentos.

2.6.5 Microscopia eletrônica de varredura – MEV

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) tem como objetivo obter informações em relação à morfologia da microestrutura dos filmes, através de imagens de alta resolução das superfícies dos mesmos. Esses dados, são importantes na caracterização da microestrutura dos materiais utilizados em uma ampla variedade de aplicações (CONFORTO *et al.*, 2015), mesmo em estruturas vivas como microalgas (MOURA; RAMOS; SANTOS, 2021). Em filmes

biopoliméricos, a técnica permite verificar a homogeneidade ou a existência de falhas e rupturas presentes no material, sendo essencial essa detecção, de modo que a presença de falhas afeta diretamente a qualidade do filme, principalmente nas propriedades mecânicas e por conseguinte na contaminação do alimento, devido ao comprometimento da integridade física da embalagem.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 IDENTIFICAÇÃO DOS LOCAIS DE REALIZAÇÃO DOS EXPERIMENTOS E DESCRIÇÃO DA PESQUISA

- Centro Integrado de Inovação Tecnológica do Semi-Árido – CITED/UFERSA
- Laboratório de Processos Químicos – LPQ/UFERSA
- Laboratório de Pós-Colheita – LPC/UFERSA

A pesquisa realizada pode ser descrita como experimental e quantitativa. O estudo consistiu na obtenção e caracterização de filmes biopoliméricos de alginato, polpa de juá e cera de abelha em diferentes composições segundo um planejamento de misturas do tipo rede simplex aumentado utilizando pseudo-componentes. Foram determinadas as propriedades mecânicas, ópticas e de barreira dos filmes obtidos e, quando possível, estabelecidos modelos polinomiais capazes de relacionar as propriedades dos filmes com sua composição.

3.2 EQUIPAMENTOS E REAGENTES

- Agitador magnético com aquecimento (Modelo Luca-0851, Lucadema Científica LTDA).
- Balança analítica (Modelo: AY220, Marca: Master);
- Balança digital de precisão (Modelo: MB2000, Marca: Samalar);
- Colorímetro portátil (Modelo: CR-10, Marca: Konica Minolta);
- Estufa com circulação e renovação de ar (Modelo TE-394/2, Marca: Tecnal);
- Máquina de ensaios de tração DL 10000 (EMIC);
- Metalizador à vácuo (Modelo: Q150R, Quorum Technologies Ltd, Laughton, East Sussex, Inglaterra);
- Microscópio eletrônico de varredura (Modelo: VEGA 3, TESCAN/República Tcheca, 2013);
- Micrômetro digital (Modelo: Mitutoyo NDC-25 M, MFG-Japan);
- pHmetro (Modelo: Tec-3MP, Tecnal Equipamentos para Laboratório LTDA);
- Termômetro infravermelho digital (Modelo: HT-550, Marca: Hikari);
- Alginato de Sódio - 90% (Marca: Dinâmica Química Contemporânea Ltda.);
- Cera de abelha (obtida de apicultores da região de Mossoró)
- Glicerol P.A. (Vetec Química Fina LTDA);
- Polpa de Juá (*Ziziphus Joazero Mart.*)

3.3 COMPOSIÇÃO DOS FILMES MISTOS

Os filmes foram desenvolvidos com 4 componentes (alginato, polpa de juá, cera de abelha e glicerol) com diferentes concentrações.

Baseando-se em trabalhos encontrados durante a revisão bibliográfica (JOST *et al.*, 2014; OLIVEIRA, 2021), a concentração do plastificante (glicerol) foi fixada em 20% da massa seca total – massa correspondente à soma das massas de alginato, polpa de juá, cera de abelha e glicerol. Essa concentração de glicerol foi determinada por ser adequada à obtenção de filmes não quebradiços, observando que quanto maior a concentração de glicerol maiores são os valores da permeabilidade ao vapor de água, absorção de umidade e solubilidade dos filmes. Ou seja, a concentração de glicerol deve ser suficiente para garantir boas propriedades mecânicas, mas a menor possível para não aumentar significativamente o caráter hidrofílico do material.

As concentrações de alginato, cera de abelha e polpa de juá foram estabelecidas seguindo-se um planejamento de mistura com pseudo-componentes. As concentrações adotadas para os pseudo-componentes levam em consideração os valores mínimos necessários para a obtenção de filmes manuseáveis – segundo critérios de flexibilidade, facilidade de separação dos moldes, resistência e coesão da matriz biopolimérica.

Os pseudo-componentes foram especificados e denominados da seguinte forma: componente A – componente contendo 100% de alginato; componente C – contendo 50% de cera de abelha e 50% de alginato; componente J – contendo 50% de polpa de juá e 50% de alginato. A Tabela 01 apresenta os valores dos percentuais de cada pseudo-componente e dos componentes reais para cada ensaio de preparação de filmes. Vale ressaltar, que o cálculo dos percentuais levou em consideração a polpa de juá em base seca. A umidade presente na polpa a ser utilizada foi determinada e utilizada no cálculo da massa seca de polpa presente na quantidade de polpa úmida empregada.

O planejamento contém três ensaios com os pseudo-componentes puros (ensaios 01, 02 e 03), três ensaios com misturas binárias (ensaios 04, 05 e 06) e quatro ensaios com misturas ternárias (ensaios 07, 08, 09 e 10), sendo um deles o centróide (ensaio 10) no qual foram realizadas três repetições para o cálculo da variância. A hipótese de homoscedasticidade foi assumida para efeito da estimativa da variância. A Figura 4 apresenta um diagrama ternário com a distribuição das concentrações das misturas adotadas no planejamento.

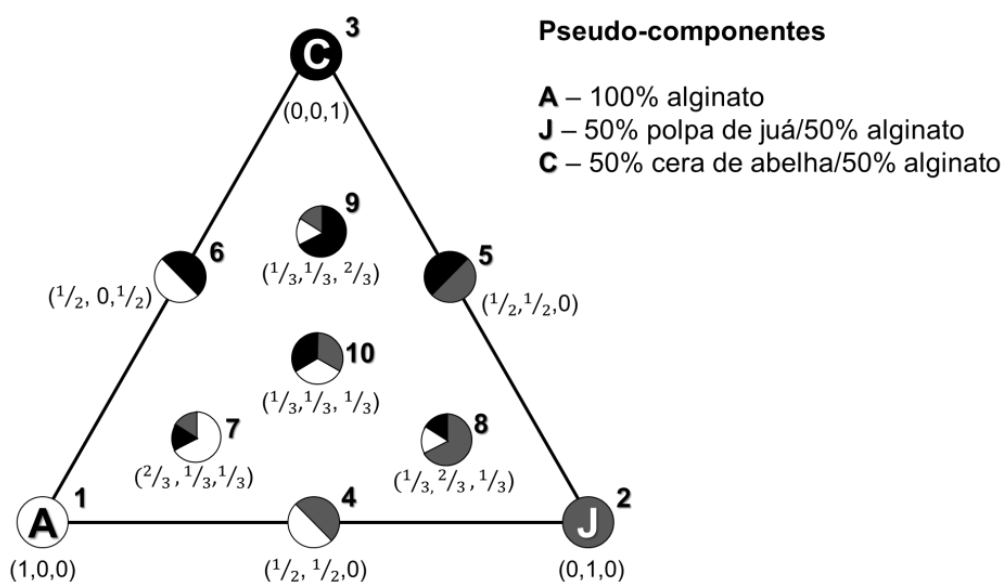
Tabela 01 – Composições dos filmes utilizadas nos ensaios experimentais do planejamento de mistura.

Ensaio Nº	Composição percentual dos filmes			Composição mássica das misturas filmogênicas*							
	% ALG	% CER	% JUA	ALG + GL (g)	ALG (g)	CERA (g)	Polpa (Seca) (g)	Polpa (úmida) (g)	GL (g)	Água	MS
1	1,000	0,000	0,000	2,000	1,600	0,000	0,000	0,000	0,400	98,000	2
2	0,000	1,000	0,000	1,200	0,960	0,800	0,000	0,000	0,240	98,000	2
3	0,000	0,000	1,000	1,200	0,960	0,000	0,800	2,474	0,240	96,326	2
4	0,500	0,500	0,000	1,600	1,280	0,400	0,000	0,000	0,320	98,000	2
5	0,500	0,000	0,500	1,600	1,280	0,000	0,400	1,237	0,320	97,163	2
6	0,000	0,500	0,500	1,200	0,960	0,400	0,400	1,237	0,240	97,163	2
7	0,667	0,167	0,167	1,733	1,387	0,133	0,133	0,412	0,347	97,721	2
8	0,167	0,667	0,167	1,333	1,067	0,533	0,133	0,412	0,267	97,721	2
9	0,167	0,167	0,667	1,333	1,067	0,133	0,533	1,649	0,267	96,884	2
10 (C)	0,333	0,333	0,333	1,467	1,173	0,267	0,267	0,825	0,293	97,442	2
11 (C)	0,333	0,333	0,333	1,467	1,173	0,267	0,267	0,825	0,293	97,442	2
12 (C)	0,333	0,333	0,333	1,467	1,173	0,267	0,267	0,825	0,293	97,442	2

ALG – alginato de sódio; CER – cera de abelha; JUA – polpa de juá; GL – glicerol; MS – massa seca total. Percentual de glicerol fixo a 20% da massa seca total. *Composição para 100g de mistura.

Fonte: Autor 2024.

Figura 4. Distribuição dos pontos experimentais no planejamento de mistura.



Fonte: Autor 2024.

Os filmes preparados de acordo com as composições do planejamento de mistura foram caracterizados quanto às suas propriedades de barreira, ópticas e mecânicas. Cada uma das propriedades sendo considerada como uma variável de resposta (variável dependente) e as

composições dos pseudo-componentes os fatores (variáveis independentes). Os valores das propriedades obtidos experimentalmente foram utilizados para o ajuste por regressão de modelos polinomiais. Os modelos capazes de explicar valores iguais ou superiores a 75% da variação das variáveis de resposta foram utilizados para a obtenção de gráficos de superfícies de respostas. A análise de regressão e as superfícies de resposta foram realizadas com o auxílio do programa Statistica 13.2 (TIBCO Inc. Co., USA).

3.4 Coleta de frutos e obtenção da polpa do juá

Os frutos de juazeiro foram coletados em três regiões distintas, sendo elas: O PARNA Fuma Feia localizado entre os municípios de Mossoró e Baraúna, Rio Grande do Norte, Brasil (5°4'14,88" S e 37°32'1,51" O) em uma zona de amortecimento da região; no município de Felipe Guerra (05° 36' 09" S e 37° 41' 19" W) e no município de Mossoró, no chamado Bosque dos Juazeiros localizado na UFERSA (5° 11' 31" S e 37° 20' 40" O).

Os frutos foram selecionados em estado de maturação comercial, sem lesões, com casca amarelada e polpa gelatinosa. Mediante a metodologia utilizada por Leandro *et al.* (2021) com modificações, os frutos foram lavados em água destilada e higienizados em solução de hipoclorito de sódio a 200 ppm por 30 min, em seguida, os frutos foram descascados e submetidos à remoção da polpa com auxílio de um despolpador (Marca: Philips Walita. Modelo: RI1836/00/AJ). Após sua remoção do fruto, a polpa foi filtrada em tecido tule para a retirada de possíveis impurezas sólidas e em seguida armazenada para análises e ensaios posteriores.

3.5 PREPARO DOS FILMES MISTOS

3.5.1 Obtenção dos filmes de alginato de Sódio, polpa de juá e cera de abelha por *casting*

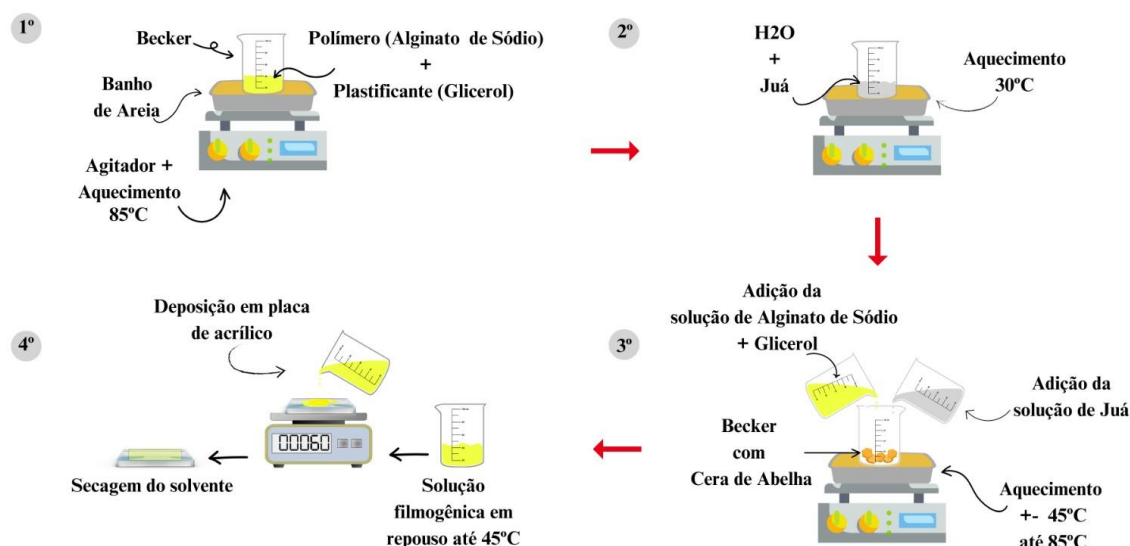
A obtenção dos filmes por *casting* consiste na preparação da mistura filmogênica por meio da solubilização do biopolímero em um solvente (água), em seguida, é feita a deposição dessa solução em um molde, e posteriormente a mesma é levada para a estufa, no qual o solvente é evaporado totalmente (MORAES; RESZKA; LAURINDO, 2014). Após a completa evaporação do solvente, os filmes são removidos cuidadosamente do molde para não haver comprometimento ou contaminação em sua estrutura.

Considerando as características dos componentes utilizados - alginato de sódio (biopolímero), glicerol (plastificante), água destilada (solvente) e polpa de juá (tensoativo) - foram necessárias algumas modificações para se ter uma melhor incorporação dos componentes

utilizados na mistura. A polpa de juá foi dissolvida inicialmente em 5 mL de água destilada a 30 °C sob agitação constante. Em seguida, a mesma foi misturada à solução de alginato de sódio no recipiente contendo a cera. A mistura foi agitada até completa homogeneidade a uma temperatura controlada de 85 °C. Após resfriar, a solução filmogênica foi depositada em placas de acrílico para posterior evaporação do solvente e secagem em estufa com renovação de ar a uma temperatura controlada de 45 °C.

A Figura 5 aborda todo o processo descrito para a obtenção dos filmes biopoliméricos.

Figura 5. Fluxograma do processo para obtenção dos filmes mistos (alginato, cera de abelha e juá).



Fonte: Autor (2024).

3.6 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES OBTIDOS

3.6.1 Determinação da PVA

A taxa de permeabilidade ao vapor de água foi determinada em triplicata por gravimetria, seguindo o padrão da norma ASTM E96/E96M-05 (ASTM, 1993). A metodologia utilizada por Oliveira *et al.*, (2018) e Reis e Noletto (2015) consiste nas seguintes etapas após a obtenção dos filmes:

1. Cortar os filmes em círculos com diâmetro de 18 mm com área de $2,5 \times 10^{-4} \text{ m}^2$;
2. Posicionar os filmes já cortados sobre os orifícios de células de permeação;
3. Pesar o conjunto célula/filme;

4. Colocar o conjunto célula/filme em um dessecador com umidade relativa e temperatura controladas em torno de 50% e 25°C, respectivamente.

Após as etapas descritas acima, os conjuntos células/filmes foram pesadas periodicamente (a cada 1 hora) até o estado estacionário. Em seguida, a PVA é calculada através da Equação 01:

$$PVA = W \cdot L / A \cdot t \cdot \Delta P \quad (01)$$

Sendo:

PVA: Permeabilidade do vapor de água, em g.mm/h.kPa.m²

W: massa de água absorvida pelo filme (g)

L: Espessura média dos filmes, em mm

A: Área de Permeação exposta (m²)

t: tempo de permeação em horas

ΔP : Diferencial de pressão de vapor de água em todo o filme, em kPa.

3.6.2 Cor e opacidade

As análises de cor e opacidade seguiram a metodologia utilizada por Oliveira *et al.*, (2018), em conjunto ao método de Fakhouri *et al.* (2015). Foi utilizado um colorímetro calibrado com fundo branco padrão. O padrão branco utilizado foi: $L^* = (80,8 \pm 0,09)$, $a^* = (5,5 \pm 0,11)$ e $b^* = (9,0 \pm 0,08)$.

A opacidade foi determinada a partir das absorbâncias em comprimento de onda de 600 nm dos filmes, medidas utilizando-se um espectrofotômetro UV-vis (EVO-600PC, Termo Científico). Cada amostra de filme foi cortada e colocada em uma célula de teste com uma célula em branco sem filme sendo usada como referência (GOMES DE MENEZES *et al.*, 2021). A partir das absorbâncias obtidas a opacidade dos filmes foi então calculada através da Equação 02.

$$Op = Abs_{600} / X \quad (02)$$

onde:

Op: Opacidade em mm⁻¹;

Abs₆₀₀: Absorbância dos filmes em um comprimento de onda de 600 nm;

X: Espessura do filme em mm.

3.6.3 Espessura

A medição da espessura dos filmes foi realizada com um micrômetro da marca Mitutoyo (Modelo MDC-25M, MFG/Japão) em cinco pontos equidistantes em cada amostra de filme. As médias destas medidas foram tomadas como a espessura da amostra de filme.

3.7 PROPRIEDADES MECÂNICAS

A resistência à tração, o alongamento na ruptura e o módulo de elasticidade foram avaliados por um teste de tração usando uma máquina de testes universal (DL5000/10000 Series Instron EMIC 23) sob o método ASTM D882–83 com uma taxa de deslocamento de 5 mm min^{-1} , aplicando força total de 5 kN. Cada corpo de prova utilizado foi cortado com 50 mm de comprimento, 25,4 mm de largura e a espessura variando de acordo com cada formulação (ASTM, 1996; OLIVEIRA *et al.*, 2018).

A partir destes ensaios foi possível determinar a resistência a tração (MPa), o alongamento na ruptura e o módulo de Young (MPa). A resistência à tração máxima registrada pelo equipamento diz respeito ao máximo da tração suportado pela amostra. O alongamento na ruptura foi calculado a partir da Equação 03.

$$\varepsilon = (L_f - L_0)/L_0 \quad (03)$$

Onde:

L_f : Comprimento final

L_0 : Comprimento inicial

O módulo de Young foi calculado através da curva de tensão versus deformação, em sua porção elástica, a partir da Equação 04.

$$E = (\sigma/\varepsilon) * 100 \quad (04)$$

Onde:

σ : tensão aplicada sobre a amostra;

ε : alongamento da amostra.

3.8 SOLUBILIDADE

As análises de solubilidade foram realizadas com base na metodologia empregada por Almeida *et al.* (2013) com modificações. Os filmes inicialmente foram colocados na estufa a 45 °C para retirada de umidade e posteriormente pesados em balança analítica. Em seguida,

foram mergulhados em 50mL de água destilada e posteriormente agitados a 50 rpm durante 24 horas em temperatura ambiente. Após transcorrido o período, a suspensão resultante foi filtrada e seca a 50°C por 24h. A massa resultante foi pesada novamente e determinada a quantidade de matéria não solubilizada. A solubilidade em água foi calculada utilizando a Equação 05. Mediante o resultado obtido, foi calculada a porcentagem do material resultante em relação ao material inicial.

$$S = [(m_i - m_f) / m_i] \times 100 \quad (05)$$

Sendo:

S: solubilidade, expressa em %;

m_i : massa inicial do filme, em g;

m_f : massa final do filme, em g.

3.9 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As micrografias eletrônicas de varredura foram obtidas de acordo com a metodologia utilizada por Oliveira *et al.*, (2018). As amostras de filmes foram fixadas em suportes de alumínio com fita adesiva de carbono, em seguida foram recobertas com uma camada de 9 nm de ouro (Au) em metalizador a vácuo por 6 minutos a 20 mA, para conferir condutividade às amostras de filmes. Em seguida, as amostras foram avaliadas com microscópio eletrônico de varredura modelo VEGA 3, quanto à sua microestrutura, de modo a se identificar poros ou falhas, ou se a estrutura é homogênea.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos experimentalmente acerca da caracterização dos filmes de alginato de sódio, polpa de juá e cera de abelha estão apresentados na Tabela 02.

Tabela 02 – Resultados experimentais obtidos referentes às propriedades físico-químicas e mecânicas para filmes de alginato de sódio, polpa de juá e cera de abelha.

RESULTADOS EXPERIMENTAIS DOS FILMES COMPOSTOS DE ALGINATO DE SÓDIO, POLPA DE JUÁ E CERA DE ABELHA												
FILMES	FATORES ¹			VARIÁVEIS DEPENDENTES								
	X_1	X_2	X_3	SOL (%)	PVA (g.mm/h.kPa.m ²)	RT (MPa)	EL (%)	Y (Mpa)	Parâmetros de cor			Opacidade (mm ⁻¹)
	ALG	CER	JUÁ						L*	a*	b*	
1	1,000	0,000	0,000	87,53 ± 0,74	46,66 ± 1,22	30,28 ± 7,27	16,62 ± 8,75	182,23 ± 13,10	77,9 ± 0,53	5,4 ± 0,05	15,1 ± 1,33	1,782 ± 0,01
2	0,000	1,000	0,000	49,80 ± 5,48	95,38 ± 7,15	1,74 ± 0,43	5,99 ± 2,14	29,07 ± 2,61	75,8 ± 1,06	4,7 ± 0,13	17,1 ± 1,26	2,858 ± 0,17
3	0,000	0,000	1,000	23,73 ± 4,67	35,52 ± 4,44	18,19 ± 5,21	8,21 ± 2,27	221,72 ± 20,39	77,8 ± 0,10	4,1 ± 1,59	16,2 ± 0,61	6,917 ± 0,06
4	0,500	0,500	0,000	70,40 ± 2,80	68,91 ± 11,07	6,60 ± 2,39	4,77 ± 1,11	138,47 ± 10,56	75,3 ± 1,30	4,8 ± 0,11	14,3 ± 1,78	2,953 ± 0,03
5	0,500	0,000	0,500	43,24 ± 1,60	36,52 ± 3,93	57,08 ± 4,34	9,81 ± 2,03	581,63 ± 14,74	75,8 ± 0,60	4,6 ± 0,07	16,3 ± 1,52	6,031 ± 0,02
6	0,000	0,500	0,500	35,07 ± 5,51	56,08 ± 8,46	11,66 ± 0,91	9,89 ± 2,03	117,99 ± 3,08	77,2 ± 0,23	5,4 ± 0,00	16,6 ± 0,42	4,869 ± 0,04
7	0,667	0,167	0,167	65,29 ± 4,03	51,12 ± 2,91	48,29 ± 3,66	8,46 ± 2,03	570,95 ± 12,42	75,8 ± 0,21	4,8 ± 0,09	13,8 ± 0,71	6,491 ± 0,02
8	0,167	0,667	0,167	60,38 ± 0,26	42,89 ± 1,40	17,88 ± 1,35	8,92 ± 0,96	200,49 ± 9,18	72,9 ± 0,77	4,7 ± 0,13	18,8 ± 1,08	11,64 ± 0,40
9	0,167	0,167	0,667	34,58 ± 4,98	45,56 ± 0,43	22,86 ± 1,69	8,84 ± 0,69	258,50 ± 11,28	73,6 ± 0,54	4,3 ± 0,20	16,8 ± 0,66	7,569 ± 0,09
10 (C)	0,333	0,333	0,333	54,27 ± 7,27	46,43 ± 6,55	20,85 ± 1,58	8,46 ± 0,31	246,55 ± 5,36	74,4 ± 0,85	4,6 ± 0,18	15,2 ± 1,43	5,091 ± 0,03
11 (C)	0,333	0,333	0,333	52,29 ± 11,17	43,38 ± 3,30	13,53 ± 7,20	8,51 ± 0,23	158,93 ± 16,4	72,1 ± 1,95	5,4 ± 0,17	18,9 ± 2,55	7,308 ± 0,02
12 (C)	0,333	0,333	0,333	54,81 ± 0,69	54,37 ± 3,10	8,70 ± 1,93	5,99 ± 1,98	145,21 ± 5,89	75,7 ± 1,08	6,1 ± 0,20	18,8 ± 1,81	6,048 ± 0,10

Resultados apresentados como média ± desvio padrão: SOL - Solubilidade em água; PVA - Permeabilidade ao vapor de água; RT - Resistência a Tração (Mpa); EL - Taxa de alongação (%); Y - Modulo de Young (MPa).¹Composição expressa em frações mássicas.

Fonte. Autor 2024.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DE ALGINATO, POLPA DE JUÁ E CERA DE ABELHA.

4.1.1 Solubilidade

Mediante os resultados obtidos experimentalmente, observou-se que a adição de polpa de juá atuando como tensoativo, possibilitou melhor interação entre o biopolímero e o lipídio, diminuindo a solubilidade dos filmes dos quais faz parte. O filme contendo apenas alginato e glicerol apresentou solubilidade de 87,53%. Bhátia *et al.*, (2023) e Fernanda *et al.*, (2023) estudaram filmes a base alginato de sódio e encontraram solubilidade para este componente situando-se entre 55,57 e 70,6%. No presente estudo a concentração de polpa utilizada influenciou significativamente nesta propriedade, apresentando valores para filmes com alginato adicionado com 40% de polpa de juá com solubilidade igual a 23,73%. Já para filmes com concentração menor, cerca de 20% de polpa de juá, o valor foi de 43,24%, um aumento de 19,51% na solubilidade em relação ao anterior que pode ser explicado devido ao decréscimo da adição de polpa de juá nos ensaios do planejamento de misturas.

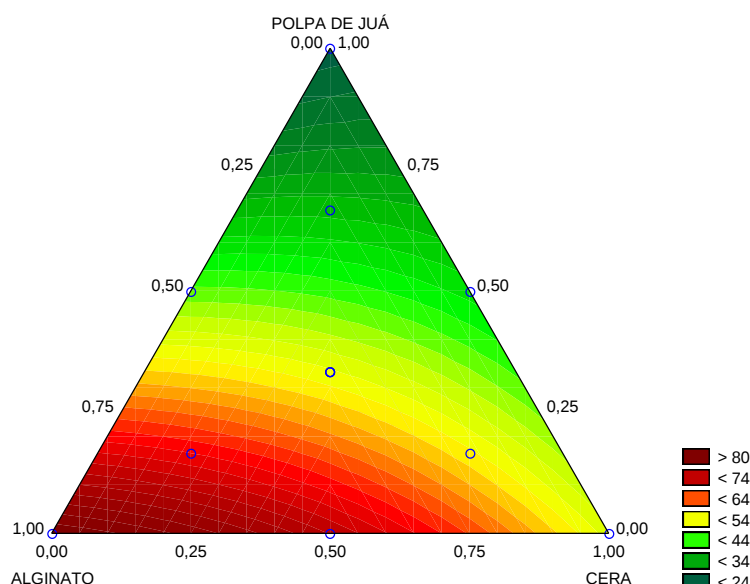
Os filmes incorporados com 40% e 20% de cera de abelha apresentaram valores com alta solubilidade variando entre 49,8% e 70,4%, respectivamente. Nos resultados de Oliveira (2021), filmes com 10% de cera apresentaram valores de solubilidade de 77,33%. Apesar da cera de abelha ser um componente hidrofóbico adequado para reduzir a solubilidade dos filmes, por exibir boa resistência à umidade e vapor de água, a adição desse componente em grandes concentrações pode ser ineficaz, uma vez que isso pode desestruturar a matriz polimérica hidrofílica do alginato (HOSSEINI; MOUSAVI e MCCLEMENTS, 2023).

Assim, é necessária a utilização de um tensoativo adequado. Nesse sentido, os valores encontrados para estas formulações pressupõem que estes resultados ocorreram devido à falta de um tensoativo que possibilitaria ou facilitaria uma melhor incorporação do lipídio na estrutura do polímero.

Os filmes produzidos com os 3 componentes (alginato, cera e juá) apresentaram resultados inferiores de solubilidade. Com valores entre 34,58% e 65,29 %, evidenciou-se uma diminuição da solubilidade de até 39,51% em relação ao filme controle (sem adição de juá ou cera de abelha). A importância da polpa de juá como tensoativo fica evidenciada com a diminuição dos valores da solubilidade em concomitância com a adição de cera de abelha, como pode ser observado nas formulações 9 e 6, com valores de solubilidade entre 34,58% e 35,07% respectivamente.

A Figura 6 apresenta a superfície de resposta para a solubilidade dos filmes em função das variações das formulações utilizadas nos ensaios, mostrando bem como a adição de cera e polpa de juá influencia nos resultados de solubilidade.

Figura 6. Superfície de resposta da solubilidade em filmes de alginato, polpa de juá e cera de abelha.



Equação do modelo:

$$\text{Solubilidade (\%)} = 85,87 \cdot X_1 + 50,97 \cdot X_2 + 22,70 \cdot X_3 + 21,72 \cdot X_1 \cdot X_2 - 39,16 \cdot X_1 \cdot X_3 + 9,27 \cdot X_2 \cdot X_3 \quad (R^2 = 0,9735)$$

Fonte: Autor 2024.

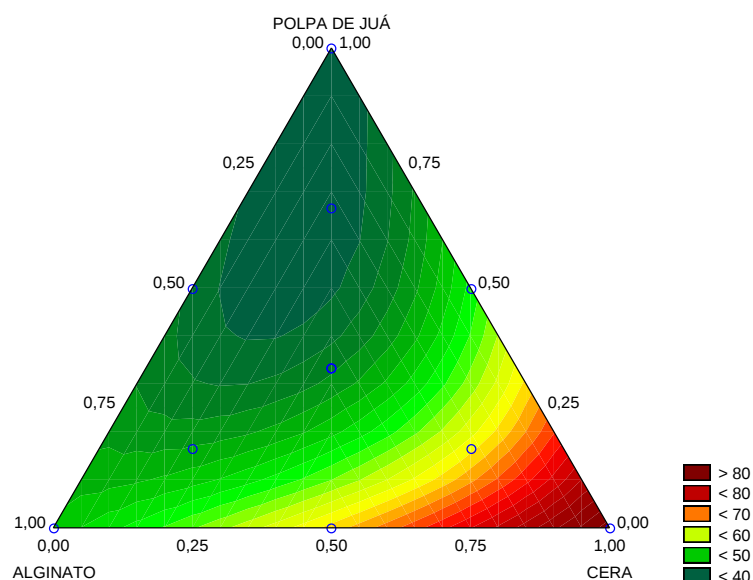
Portanto, analisando a Figura 6, é possível verificar uma contribuição da cera e da polpa de juá atuando em conjunto nos valores da solubilidade. Enfatizando o fato de a cera ser um componente natural e não prejudicial ao meio ambiente (SHI *et al.*, 2023). A polpa de juá por sua vez, considerando os resultados apresentados, atua como tensoativo eficaz, melhorando a interação da cera com o alginato, muito provavelmente pela presença de substâncias anfifílicas como as saponinas, considerado um dos principais constituintes presentes no metabolismo secundário da planta (DE SOUZA *et al.*, 2023).

4.1.2 Permeabilidade ao vapor de água (PVA)

A permeabilidade ao vapor de água (PVA) para os filmes, variou de 35,52 a 95,38 g.mm/h.kPa.m². Mediante a análise de superfície de resposta da Figura 7 é possível observar um ligeiro aumento dos valores de PVA quando foram utilizadas concentrações acima de 50%

do componente cera de abelha. Em contrapartida, os pontos com maior concentração de polpa de juá apresentam menores níveis de permeabilidade ao vapor de água.

Figura 7. Superfície de resposta da permeabilidade ao vapor de água (PVA) em filmes de alginato de sódio, polpa de juá e cera de abelha.



Equação do modelo:

$$\text{PVA (g.mm/h.kPa.m}^2\text{)} = 48,82 \cdot X_1 + 89,09 \cdot X_2 + 38,34 \cdot X_3 - 16,71 \cdot X_1 \cdot X_2 - 8,33 \cdot X_1 \cdot X_3 - 44,46 \cdot X_2 \cdot X_3 - 205,71 \cdot X_1 \cdot X_2 \cdot X_3 \quad (R^2 = 0,7997)$$

Fonte: Autor 2024.

Devido às características hidrofóbicas inerentes à cera de abelha, espera-se que a inserção da mesma em filmes de alginato proporcione uma diminuição da PVA em comparação aos filmes sem cera. Shi *et al.* (2023) em seus estudos acerca de revestimento de cera de abelha, apresentaram resultados de PVA de filmes tratados com uma camada de cera com diminuição da PVA variando entre 99,37% e 76,72%, em comparação com a de filmes de alginato não revestidos.

No entanto, Oliveira *et al.* (2021), em seus estudos, encontraram que filmes de alginato com menores porcentagem de cera apresentaram menores níveis de PVA do que filmes com maior concentração da mesma. Neste estudo, há divergência com a possibilidade de a cera de abelha diminuir a PVA em filmes poliméricos. Os filmes com 40% e 20% de cera na composição com alginato apresentaram os valores maiores de PVA 95,38 e 68,91 g.mm/h.kPa.m², respectivamente. Para explicar este fenômeno, os autores citam a desestabilização da matriz polimérica mediante o excesso de material hidrofóbico o que para os filmes em questão (sem tensoativo), causam imperfeições/falhas na estrutura do material,

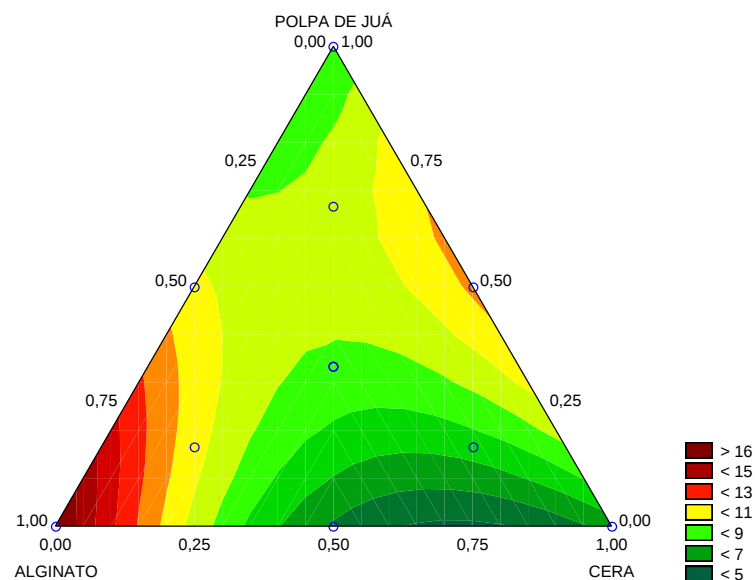
facilitando assim a passagem do vapor de água.

Contudo, os filmes contendo polpa de juá apresentaram-se promissores, uma vez que mesmo em formulações sem adição de cera encontraram-se resultados menores de PVA (35,52 e 36,52 g.mm/h.kPa.m² para formulações contendo 40 e 20% de polpa de juá, respectivamente) em relação ao filme controle e demais formulações. Em formulações conjunta de cera e polpa de juá os resultados variaram de 42,89 a 54,37 g.mm/h.kPa.m².

4.1.3 Propriedades mecânicas

Verificando os dados da taxa de alongação, os resultados demonstram um menor comportamento elástico, com uma taxa de 4,77%, no filme contendo 20% de cera de abelha contra 16,62% em relação à formulação do filme controle (sem adição de cera e juá). A superfície de resposta da Figura 8 demonstra que a taxa de deformação dos filmes de alginato, cera e juá, diminui na medida em que aumenta a adição de cera. Apesar dos filmes sem adição de juá apresentarem menor elasticidade, esta propriedade também é afetada nas demais formulações com juá em sua composição.

Figura 8. Superfície de resposta da taxa de alongação (EL) em filmes de alginato de sódio, polpa de juá e cera de abelha.



Equação do modelo:

$$\text{Elongação (\%)} = 16,12 \cdot X_1 + 6,46 \cdot X_2 + 8,02 \cdot X_3 - 21,71 \cdot X_1 \cdot X_2 - 7,27 \cdot X_1 \cdot X_3 + 15,91 \cdot X_2 \cdot X_3 \quad (R^2 = 0,8171)$$

Fonte: Autor 2024.

Omar-Aziz *et al.* (2021) abordaram diferentes resultados relatados em estudos

relacionados ao efeito da incorporação de cera nas propriedades mecânicas de filmes. O mesmo observou valores para taxa de alongação de $95,33 \pm 5,03$ % para filmes de Pululano modificado e incorporados com 10% de cera. Para estes autores, o efeito de incorporação de cera em filmes biopoliméricos pode ser diferente dependendo do método de obtenção do filme e da natureza química dos biopolímeros.

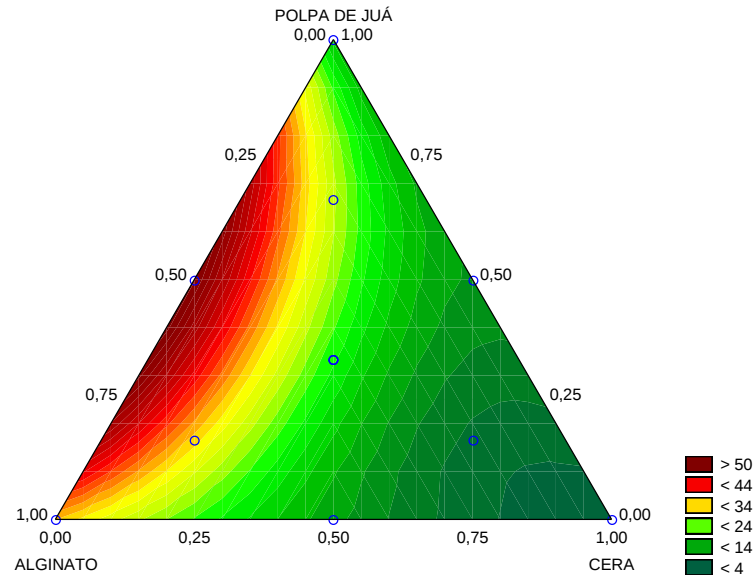
A formulação do Filme 5 composto de alginato (80%) e juá (20%), apresentou melhor resistência à tração com 57,08 (Mpa); em comparação com o Filme 1 sem adição de cera ou de juá. Notou-se um favorecimento de 46,9%. Com isso, é perceptível que o juá melhorou a resistência em razão da presença de fibras em sua composição que servem de reforço à matriz biopolimérica do alginato.

Observando o comportamento do Filme 2, contendo (40% de cera) e sem adição de juá em sua composição, verificou-se uma menor resistência à tração 1,74 (Mpa), com uma redução de 96,9% em relação ao filme contendo apenas alginato, isso pode estar atrelado à falta de um tensoativo que possibilite a incorporação completa do lipídio em sua estrutura.

Para Kim, Seo e Kim (2019) e Oliveira *et al.* (2021), efeitos distintos podem ser observados como sendo provenientes da adição de cera abelha e do tensoativo aos filmes de alginato, a adição desses dois componentes aumenta o espaço livre entre as cadeias poliméricas do alginato, possibilitando maior flexibilidade ao material. Em contrapartida, também pode fragilizar o mesmo devido à formação de pontos de acúmulo de tensão presente nas interconexões entre o material hidrofóbico e disperso (cera de abelha) e a matriz hidrofílica inerente ao alginato.

O Filme 7 apresentou resultados significativos para o conjunto (86,66% ALG + 6,66% CE + 6,65% JUÁ), com valores médios de 48,29 Mpa. Tal interação entre os componentes do sistema pode ser visualizada mediante análise da superfície de resposta apresentada na Figura 9, onde é possível interpretar a contribuição da cera e da polpa de juá em um ponto que pode ser considerado o que melhor se adequou, enfatizando também a importância do juá como componente que contribui para esta propriedade.

Figura 9. Superfície de resposta para a resistência à tração (RT) em filmes de alginato de sódio, polpa de juá e cera de abelha.



Equação do modelo:

$$\text{Resistência à tração (MPa)} = 34,11 \cdot X_1 + 4,00 \cdot X_2 + 15,60 \cdot X_3 - 25,46 \cdot X_1 \cdot X_2 + 133,86 \cdot X_1 \cdot X_3 + 7,22 \cdot X_2 \cdot X_3 - 279,82 \cdot X_1 \cdot X_2 \cdot X_3 \quad (R^2 = 0,8181)$$

Fonte: Autor 2024.

Os resultados para o módulo de Young variaram de 29,07 a 581,63 (MPa). Como observado por Oliveira *et al.*, (2021), a adição de cera em filmes de alginato provoca diminuição no módulo de elasticidade. Isto pode ser observado no filme com maior quantidade de cera (40%), o qual apresentou valores médios de 29,07 (MPa). Vale ressaltar a influência do tensoativo neste parâmetro. Para o filme em questão, a ausência do mesmo pode ter ocasionado uma diminuição muito além do esperado devido ao acréscimo de cera de abelha em grandes quantidades.

Prus-Walendziak e Kozłowska (2021) analisaram a inclusão de alguns lipídeos, dentre eles cera de abelha, incorporados ao alginato de sódio e obtiveram valores entre 0,8 e 547 (MPa). As autoras relataram diminuição no módulo de Young com a adição de lipídeos ao filme embora esta relação esteja também relacionada com a quantidade de glicerol utilizada.

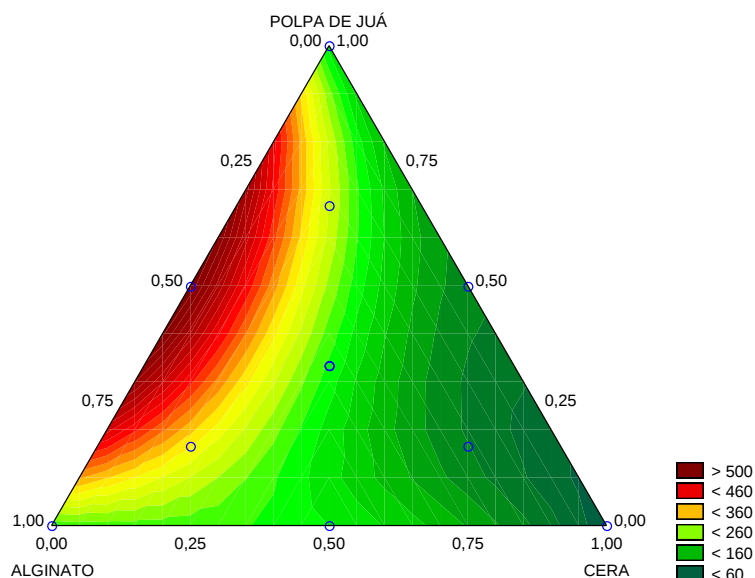
Em relação aos filmes com juá em sua composição, foi observado o aumento do módulo de Young. O Filme 5 com 20% juá e sem cera de abelha, apresentou os maiores valores para este parâmetro (581,63Mpa), porém, o aumento da concentração de juá no Filme 3 (40%), ocasionou o decaimento dos valores para 221,72 Mpa. Isso implica dizer que pode existir um valor máximo até o qual a adição do tensoativo aumenta o módulo de Young e acima deste valor ocorre a diminuição do mesmo. Tal comportamento pode estar relacionado com a

composição da polpa utilizada, rica em fibras que por estarem presente em grande quantidade dificultam sua dissolução completa em meio ao alginato. Outro fator importante que deve ser considerado é o plastificante utilizado. Segundo Rosa *et al.* (2013), é de suma importância que o plastificante seja compatível com o polímero, além de que se estabeleça uma proporção entre os componentes para adequar a composição final. Para o presente estudo, foi escolhido o glicerol (plastificante) e sua concentração fixada em 20%.

Por sua vez, filmes contendo os três componentes (alginato, cera e juá) em sua composição apresentam variações significativas para o módulo de Young, sendo observado que para maiores concentrações de polpa de juá são obtidos maiores valores do módulo de Young. Destacam-se também as saponinas da polpa de juá como tensoativo, possibilitando uma melhor interação entre polímero e lipídio como pode ser observado no Filme 7 (66,6% cera e 66,6% juá) com valores que chegam a 570,95 Mpa.

A Figura 10 mostra a superfície de resposta representativa de um modelo cúbico especial que foi utilizada para representar os resultados obtidos do modulo de Young para os filmes deste estudo.

Figura 10. Superfície de resposta do Módulo de Young em filmes de alginato de sódio, polpa de juá e cera de abelha.



Equação do modelo:

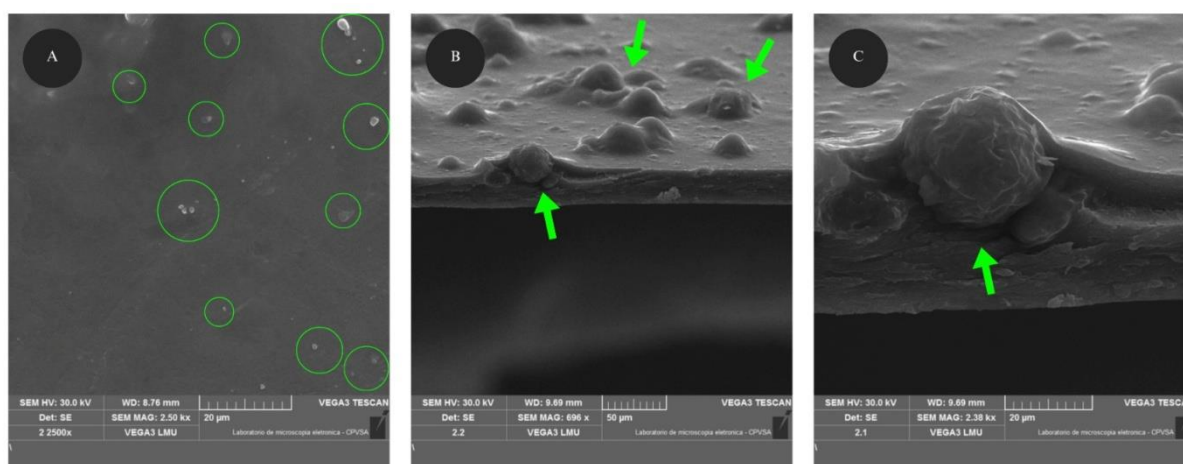
$$\text{Módulo de Young (MPa)} = 227,11 \cdot X_1 + 45,40 \cdot X_2 + 192,85 \cdot X_3 + 253,67 \cdot X_1 \cdot X_2 + 1550,62 \cdot X_1 \cdot X_3 - 40,10 \cdot X_2 \cdot X_3 - 3654,36 \cdot X_1 \cdot X_2 \cdot X_3 \quad (R^2 = 0,8097)$$

Fonte: Autor 2024.

4.1.4 Análise morfológica

Por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi possível observar a micro morfologia superficial e de fratura transversal dos filmes como resultado da interação dos componentes (alginato, cera de abelha e juá). No MEV do Filme 2 (Figura 11), com maior porcentagem de cera, é possível visualizar a aglomeração da parte lipídica, tanto na área superficial (A) quanto transversal (B e C), impossibilitando a completa homogeneização e uniformização do filme, muito provavelmente por falta de um surfactante capaz de conduzir à incorporação completa do lipídio no polímero. Esse fato também influenciou nas características mecânicas do biofilme apresentando valores mais baixos de resistência à tração (RT) e na taxa de alongação (EL), isto pode ter ocasionado o aumento dos espaços das cadeias poliméricas tornando esta formulação mais frágil em relação às demais. Oliveira *et al.* (2018) também observou esse comportamento nos seus estudos sobre revestimentos contendo cera de abelha.

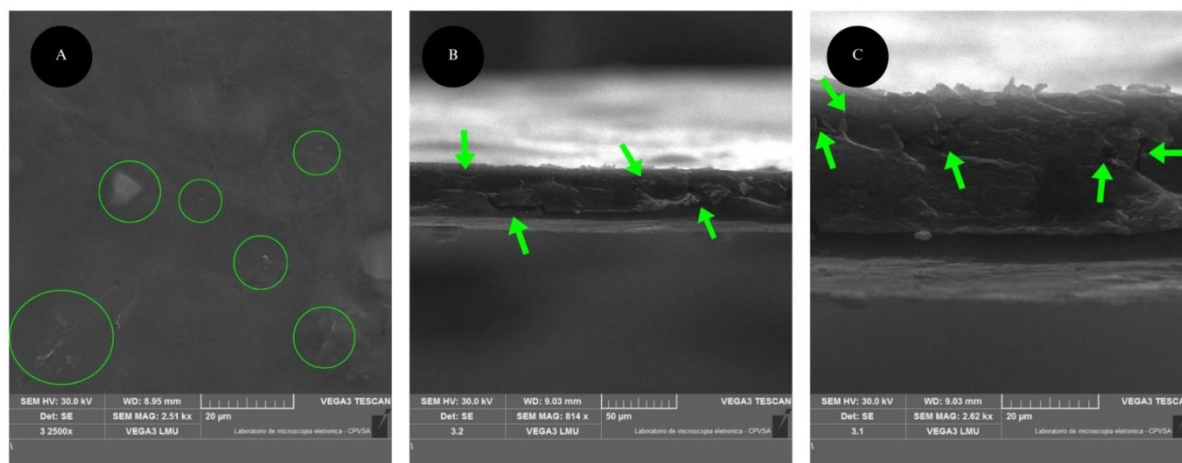
Figura 11. Micrografias obtidas por MEV da superfície e região transversal do Filme 2. A) Superficial – 2500x; B) transversal – 696x; C) transversal - 2380x. (observação: as setas e círculos sinalizam os aglomerados lipídicos presentes no filme).



Fonte: Autor 2024.

Contudo, o MEV da Figura 12 (Filme 3, sem cera de abelha), possibilitou a identificação da presença de algumas impurezas oriundas da polpa de juá, na superfície do filme. Na sessão transversal, essas impurezas são imperceptíveis observando-se maior uniformidade na estrutura do filme em comparação com os filmes com apenas cera de abelha em sua composição. Em consequência disso, a solubilidade, a resistência à tração bem como a taxa de alongação apresentaram resultados melhores em relação ao Filme 2.

Figura 12. Micrografias obtidas por MEV da superfície e região transversal do filme 3. A) Filme superfície – 2500x; B) Área transversal – 10 µm; C) Área transversal – 50 µm. (setas e círculos indicam as impurezas encontradas no filme).

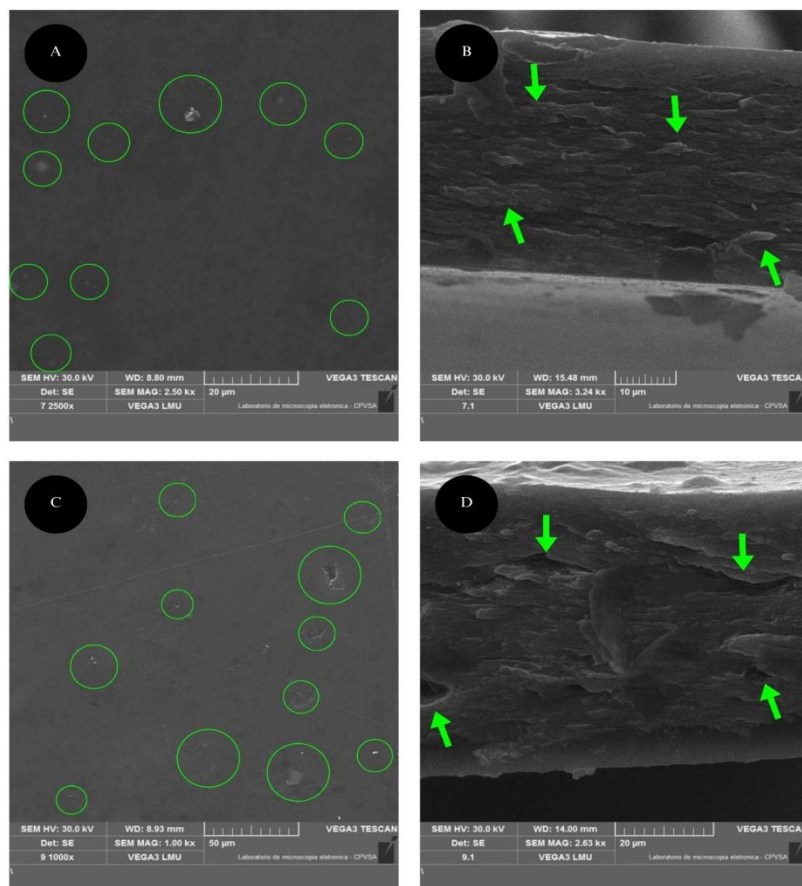


Fonte: Autor 2024.

Para o conjunto (alginato, cera de abelha e juá), a micrografia da Figura 13 estabelece uma relação acerca das concentrações de cada componente e sua influência nas propriedades mecânicas. Os Filmes 7 e 9, apesar de não apresentarem rachaduras também não possuem uma superfície homogênea, podendo ainda serem observados resquícios do componente lipídico (cera) ou fibrosos (juá). Resultados semelhantes foram observados por Shi *et al.* (2023) em seus estudos com revestimentos de cera de abelha acerca da aglomeração de partículas na superfície, podendo ser atribuídas à miscibilidade incompleta do alginato de sódio.

O Filme 7 (86,66% ALG, 6,66%CE e 6,65%JUÁ), mostra uma superfície uniforme, mas não totalmente homogênea. Apesar disso, essa formulação mostrou-se com o segundo maior valor de RT em comparação com as demais, provavelmente devido à presença de fibras na polpa de juá utilizada. Em um comparativo com o Filme 9 (66,66% ALG, 6,66% CE e 26,65%JUÁ), a maior concentração de polpa de juá em relação a de cera dessa formulação resultou em uma superfície com mais ondulações, muito provavelmente devido à quantidade maior de polpa de juá utilizada junto com a cera. Esta formulação apresentou menor solubilidade, característica dos filmes com maior concentração de juá observada nesse estudo.

Figura 13. Micrografias obtidas por MEV da superfície e região transversal dos filmes 7 e 9. A) Filme 7 – superfície – 2500x; B) Filme 7 – Área transversal – 10 µm; C) Filme 9 – superfície – 1000x; D) Filme 9 – Área transversal – 20 µm. (círculos e setas apontam as impurezas e imperfeições nos filmes)



Fonte: Autor 2024.

4.1.5 Propriedades ópticas dos filmes de alginato, polpa de juá e cera de abelha

Os resultados obtidos para a análise de cor podem ser observados na Tabela 2. O parâmetro a^* corresponde à coordenada vermelho/verde, para a qual não houve diferença significativa entre os filmes. Os valores para esta coordenada variaram entre 4,1 e 6,1, podendo assim ser descritos como possuindo leves tons de vermelho.

Para o parâmetro b^* , correspondente a coordenada amarelo/azul, houve pouca diferença estatística entre os filmes. Sendo o filme 7 (86,6% ALG + 6,66% CE + 6,65% JUÁ), o que apresentou menores valores médios (13,8) em relação aos demais. Apesar da adição de cera influenciar nos valores de b^* como abordado por autores como Prus-Walendziak e Kozłowska (2021), o Filme 7 mesmo que com cera em sua composição apresentou valores menores do que os do filme controle. Isso pode ter ocorrido devido à presença de juá na composição que pode ter tornado o filme menos amarelo. Contudo, porcentagens menores de alginato bem como o

aumento das concentrações de cera e polpa de juá, como pode ser observado com outras formulações, obtiveram valores maiores do parâmetro b^* em relação ao Filme 7. Para as demais formulações, o percentual de cera de abelha adicionado ocasionou maiores valores do parâmetro b^* , o que mostra que os filmes com cera de abelha apresentam uma coloração mais amarelada.

Em relação ao parâmetro L, referente à luminosidade, os filmes não diferiram significativamente. Estando os valores entre 72,1 e 77,9, sendo o último referente ao controle (100% ALG) que apresentou maiores valores para este parâmetro e consequentemente maior luminosidade em relação aos demais. Contudo, a adição de cera de abelha e juá aos filmes de alginato atribui a estes tons mais escuros.

A opacidade dos filmes de alginato variou entre 1,78 e 11,64. Filmes com 40% e 20% de cera de abelha incorporada na matriz polimérica não diferiram estatisticamente entre si. Filmes com 40% e 20% de juá não diferiram entre si, porém apresentaram valores de opacidade um pouco maiores em relação aos filmes de alginato com cera. O filme com 26,6% de cera e 6,65% de polpa de juá obteve o maior índice de opacidade 11,64.

De modo geral, os filmes apresentados neste estudo e apresentados na Figura 14, com relação à opacidade, não apresentaram valores que inviabilizem seu uso ou aplicação em embalagens.

Figura 14 - Filmes produzidos a base de alginato de sódio, cera de abelha e polpa de juá em diferentes concentrações. F1(100% ALG/GL); F2(60%ALG/GL+40%CE); F3(60%ALG/GL+40%JUÁ); F4 (80%ALG/GL+20%CE); F5(80%ALG/GL+20%JUÁ); F6(60%ALG/GL+20%CE+20%JUÁ); F7(86,66%ALG/GL+ 6,66%CE+6,65%JUÁ); F8(66,66%ALG/GL+26,6%CE+6,65%JUÁ); F9 (66,66%ALG/GL+6,66%CE+26,65%JUÁ); F10/F11/F12 (73,33%ALG/GL+13,33%CE+13,34%JUÁ).



Fonte. Autor 2024.

5 CONCLUSÕES

De acordo com a hipótese desse estudo, a adição da polpa de juá mostrou-se eficaz como tensoativo possibilitando melhor incorporação da cera de abelha na matriz polimérica de alginato. Os filmes ricos em lipídios sem auxílio de um tensoativo apresentaram fracas propriedades mecânicas.

Apesar da cera de abelha ser um componente hidrofóbico, não se constatou menores valores de solubilidade para os filmes com grandes porcentagens de cera, uma vez que a falta do tensoativo impossibilitou a completa homogeneização do lipídio na base polimérica. Contudo, filmes de alginato com o juá na sua estrutura, apresentaram reduções importantes da solubilidade.

O juá também se mostrou promissor para melhorar a resistência à tração (RT) dos filmes. O Filme 5, contendo 20% de polpa de juá e sem o aditivo da cera, apresentou os melhores valores de RT (57,08 Mpa). Para o conjunto (alginato, cera e juá), as formulações contendo os 3 componentes apresentaram valores para os parâmetros avaliados melhores do que os apresentados pelo filme controle (100% alginato). A partir da análise morfológica foi possível observar a microestruturas dos filmes obtidos, constatando a presença de defeitos nas estruturas devido a não homogeneidade completa de alguns filmes sem polpa de juá em sua composição, mostrando assim a importância do juá como tensoativo possibilitando uma melhor interação entre polímero e lipídio. Os parâmetros de cor assim como os de opacidade, não apresentaram variação significativa nos resultados obtidos para os filmes com diferentes composições de alginato, cera de abelha e polpa de juá.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALMEIDA, D. M. *et al.* Propriedades Físicas, Químicas e de Barreira em Filme Formados por Blenda de Celulose Bacteriana e Fécula de Batata. **Polímeros Ciência e Tecnologia**, v. 23, n. 4, p. 538-546, 2013.
- ANDRADE, J. C. *et al.* UPLC-MS-ESI-QTOF characterization and evaluation of the antibacterial and modulatory antibiotic activity of *Ziziphus joazeiro* Mart. aqueous extracts. **South African Journal of Botany**, v. 123, p. 105–112, jul. 2019.
- ASTM D882-91. **Standard test methods for tensile properties of thin plastic sheeting.** Annual Book of Standards, 1996.
- ASTM E96/E96M-12. **Standard test methods for water vapour transmission of materials.** Annual Book of Standards, 1993.
- BAYER, N. M.; URANGA, P. R. R.; FOCHEZATTO, A. A curva Ambiental de Kuznets na produção de resíduos sólidos domiciliares nos municípios brasileiros, 2011-2015. **Economia e Sociedade**, v. 31, p. 129-142, 4 abr. 2022.
- BENTO, D. M. *et al.* A mais de 1000! O patrimônio espeleológico potiguar após a descoberta da milésima caverna. In: RASTEIRO, M.A.; TEIXEIRA-SILVA, C.M.; LACERDA, S.G. (orgs.) Congresso Brasileiro De Espeleologia, 34, 2017. Ouro Preto. **Anais...** Campinas: SBE, 2017. p.227-237. Disponível em: https://www.cavernas.org.br/wp-content/uploads/2021/07/34cbe_227-237.pdf. Acesso em: 24 abr. 2024.
- BHATIA, S. *et al.* Development, characterization, and assessment of antioxidant pectin–sodium alginate based edible films incorporated with cassia essential oil. **International Journal of Food Science & Technology**, [S.L.], v. 58, n. 9, p. 4652-4665, 6 jul. 2023.
- BRITO, S. M. O. *et al.* Analysis of bioactivities and chemical composition of *Ziziphus joazeiro* Mart. using HPLC–DAD. **Food Chemistry**, v. 186, p. 185-191, nov. 2015.
- CARISSIMI, M.; FLÔRES, S. H.; RECH, R. Effect of microalgae addition on active biodegradable starch film. **Algal Research**, v. 32, p. 201-209, jun. 2018.
- CHENG, Y. *et al.* Effect of lipids with different physical state on the physicochemical properties of starch/gelatin edible films prepared by extrusion blowing. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 185, p. 1005–1014, 1 ago. 2021.
- CONFORTO, E. *et al.* An optimized methodology to analyze biopolymer capsules by environmental scanning electron microscopy. **Materials Science & Engineering C - Materials for Biological Applications**, v. 47, p.357-366, 2015.
- DE LIMA OLIVEIRA, P. M. *et al.* Juá fruit (*Ziziphus joazeiro*) from Caatinga: A source of dietary fiber and bioaccessible flavanols. **Food Research International**, v. 129, p. 108745, 1 mar. 2020.
- DE SOUZA, A. B. *et al.* Antibacterial activity and anxiolytic-like effect of *Ziziphus joazeiro* Mart. leaves in adult zebrafish (*Danio rerio*). **Fish and Shellfish Immunology Reports**, v. 5, p. 100108, 18 jun. 2023.

EBRAHIMZADEH, S. *et al.* Incorporation of essential oils in edible seaweed-based films: a comprehensive review. **Trends in Food Science & Technology**, [S.L.], v. 135, p. 43-56, maio. 2023.

FAKHOURI, F. M. *et al.* (2015). Edible films and coatings based on starch/gelatin: Film properties and effect of coatings on quality of refrigerated Red Crimson grapes. **Postharvest Biology and Technology**, v. 109, p. 57–64, 2015.

FERNANDA, G. *et al.* Effects of biodegradable and active sachets based on sodium alginate and Macaúba (*Acrocomia aculeata*) pulp extract on the quality of olive oil. **Journal of Applied Polymer Science**, [S.L.], v. 140, n. 26, 27 abr. 2023.

FGV. **ABRE**, 2023. Estudo ABRE Macroeconômico da Embalagem e Cadeia de Consumo. Disponível em: <https://www.abre.org.br/dados-do-setor/2022-2/>. Acesso em: 3 Jan. 2024.

GIOVANETTI, E. G. **Caracterização mecânica e ótica de materiais compósitos constituídos por PDMS-parafina e PDMS-cera de abelha**. 2020. 76 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Engenharia Industrial, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Paraná, 2020.

GOMES DE MENEZES, F. L. *et al.* TiO₂-enhanced chitosan/cassava starch biofilms for sustainable food packaging. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 630, p. 127661, 5 dez. 2021.

ICMBio – INSTITUTO CHICO MENDES DE CONSERVAÇÃO DA BIODIVERSIDADE. 2020. **Plano de Manejo do Parque Nacional da Fuma Feia**. Disponível em: <https://www.gov.br/icmbio/pt-br/assuntos/biodiversidade/unidade-de-conservacao/unidades-de-biomas/caatinga/lista-de-ucs/parna-da-fuma-feia/arquivos/plano_de_manejo_parna_da_fuma_feia.pdf/view>. Acesso em: 22 mar. 2024.

JOST, V. *et al.* Influence of plasticiser on the barrier, mechanical and grease resistance Properties of alginate cast films. **Carbohydrate polymers**, Vol.110, p.309-319, 2014.

KIM, N.; SEO, E.; KIM, Y. Physical, mechanical and water barrier properties of yuba films incorporated with various types of additives. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 99, n. 6, p. 2808-2817, 7 jan. 2019.

WOJNOWSKA-BARYŁA, I.; KULIKOWSKA, D.; BERNAT, K. *2020. Effect of Bio-Based Products on Waste Management. **Sustainability** v. 12, n. 5, p. e2088, 2020.

LEANDRO, G. R. *et al.* Quality and safety of the Coalho cheese using a new edible coating based on the Ziziphus joazeiro fruit pulp. **Future Foods**, v. 4, p. 100089, dez. 2021.

LUCENA, C. A. A. DE *et al.* Desenvolvimento de biofilmes à base de xilana e xilana/gelatina para produção de embalagens biodegradáveis. **Polímeros**, v. 27, n. spe, p. 35–41, 16 jan. 2017.

LUCESI, B. R. **DESENVOLVIMENTO DE FILMES DE AMIDO INCORPORADOS COM CERA DE ABELHA POR CASTING CONTÍNUO**. 2019. 105 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais., Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2019.

MAGALHÃES, K. DO N. et al. Medicinal plants of the Caatinga, northeastern Brazil: Ethnopharmacopeia (1980–1990) of the late professor Francisco José de Abreu Matos. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 237, p. 314–353, jun. 2019.

MEHRA, M. *et al.* Sodium alginate polymer nanoformulation as promising carrier for berberine delivery: synthesis, morphology and in-vitro evaluation. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v. 7, p. 100408-100418, 1 jun. 2024.

MENDONÇA, N. F. **DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS COM CERA DE ABELHA**: aproveitamento e valorização de subprodutos de apicultura. 2018. 45 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Ambiental, Universidade Tecnológica Federal do Paraná., Medianeira, 2018.

MOHAMED, S. A. A.; EL-SAKHAWY, M.; EL-SAKHAWY, M. A.-M. Polysaccharides, Protein and Lipid -Based Natural Edible Films in Food Packaging: A Review. **Carbohydrate Polymers**, v. 238, p. 116178, mar. 2020.

MORAES, J. O. DE; RESZKA, A.; LAURINDO, J. B. Espalhamento e secagem de filme de amido-glicerol-fibra preparado por "tape-casting". **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 49, n. 2, p. 136-146, 2014.

MOURA, C. W. DO N.; RAMOS, G. J. P.; SANTOS, M. F. DOS. Protocolo de Preparação de Amostras de Desmídias (Desmidiaceae, Zygnematophyceae) para Estudos Morfológicos por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura. **Hoehnea**, v. 48, 2021.

MMA – Ministério do Meio Ambiente. **Caatinga**. 2024. Disponível em: <https://www.gov.br/mma/pt-br/assuntos/biodiversidade-e-ecossistemas/ecossistemas/biomas/caatinga>. Acesso em: 12/03/2024.

NEĹÍĆ, A. *et al.* Prospect of Polysaccharide-Based Materials as Advanced Food Packaging. **Molecules**, v. 25, n. 1, p. 135, 29 dez. 2019.

OLIVEIRA, B. N. F. **FILMES MISTOS DE ALGINATO DE SÓDIO E CERA DE ABELHA: PREPARAÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO EM EMBALAGENS PARA MEL DE ABELHA (*Apis mellifera* L.)**. 2021. 90 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ambiente, Tecnologia e Sociedade, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2021.

OLIVEIRA, V. R. L. *et al.* Use of biopolymeric coating hydrophobized with beeswax in post-harvest conservation of guavas. **Food Chemistry**, v. 259, p. 55-64, set. 2018.

OMAR-AZIZ, M. *et al.* Combined effects of octenylsuccination and beeswax on pullulan films: water-resistant and mechanical properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 255, p. 117471, mar. 2021.

ORE, B. Y; PICHILINGUE L, E. R; VALDERRAMA NEGRÓN, A. C. Extracción y Caracterización Del Alginato De Sodio De La Macroalga *Macrocystis pyrifera*. **Revista de la Sociedad Química del Perú**, v. 86, n. 3, p. 276–287, 30 set. 2020.

PEREIRA, A. J. *et al.* PROSPECÇÃO TECNOLÓGICA: estudo e levantamento prospectivo do potencial da planta juazeiro (*ziziphus joazeiro*). In: FRANCISCO, P. R. M. *et al.* **Engenharia, Agronomia e Geociência 2014-2021**. Campina Grande: Eptec, 2021. p. 196.

PRUS-WALENDZIAK, W.; KOZLOWSKA, J. Design of Sodium Alginate/Gelatin-Based Emulsion Film Fused with Polylactide Microparticles Charged with Plant Extract. **Materials**, v. 14, n. 4, p. 745, 5 fev. 2021.

RAI, P. et al. Recent advances in the sustainable design and applications of biodegradable polymers. **Bioresource Technology**, v. 325, p. 124739, 20 jan. 2021.

RAMACHANDRAIAH, K.; GNOC, N. T. B.; CHIN, K. B. Biosynthesis of Silver Nanoparticles from Persimmon Byproducts and Incorporation in Biodegradable Sodium Alginate Thin Film. **Journal of Food Science**, v. 82, n. 10, p. 2329-2336, 8 set. 2017.

REIS, A. B.; NOLETO, A. P. R. Taxa de Permeabilidade ao Vapor D'água: Influência da concentração de solução de quitosana aplicada como revestimento em folhas de papel Kraft. **Voices dos Vales**, Ano IV, n. 8, 2015.

ROSA, D. S. et al. Estudo do efeito da incorporação de plastificante de fonte renovável em compostos de PVC. **Polímeros Ciência e Tecnologia**, v. 23, n. 4, p. 570-577, 2013.

SANTOS, V. S. et al. Avaliação e caracterização de biofilme comestível de carboximetilcelulose contendo nanopartículas de quitosana e Cúrcuma longa. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 26, n. 1, 2021.

SEYED FAKHREDDIN HOSSEINI; MOUSAVI, Z.; DAVID JULIAN MCCLEMENTS. Beeswax: A review on the recent progress in the development of superhydrophobic films/coatings and their applications in fruits preservation. **Food Chemistry**, v. 424, p. 136404–136404, 1 out. 2023.

SILVA et al. Juá (*Ziziphus joazeiro* Mart.) mucilage and juá by-product phenolic extract improve quality parameters and retain bioactive compounds in fresh-cut pineapple during storage. **Food research international**, v. 161, p. 111826–111826, 1 nov. 2022.

SILVA, M. L. T., BRINQUES, G. B., & GURAK, P. D. Development and characterization of corn starch bioplastics containing dry sprout by-product flour. **Brazilian Journal of Food Technology**, v 23, e2018326, 2020.

SILVA, É. E. M. **INTEGRANDO FENOLOGIA DA FRUTIFICAÇÃO E CONSUMO DE FRUTOS POR VERTEBRADOS SILVESTRES EM UMA ÁREA PROTEGIDA DE FLORESTA TROPICAL SAZONALMENTE SECA**. 2019. 54 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ecologia, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2019.

SILVA, I. D. L. et al. Avaliação das potencialidades dos extratos vegetais de jurema preta (*Mimosa tenuiflora*) e cajueiro (*Anacardium occidentale* L.) para uso em embalagens ativas antimicrobianas e antioxidantes. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 26, n. 1, 2021.

SOUTO, E. B. et al. Lipid-Polymeric Films: Composition, Production and Applications in Wound Healing and Skin Repair. **Pharmaceutics**, v. 13, n. 8, p. 1199–1199, 4 ago. 2021.

SHI, S. et al. Beeswax coating improves the hydrophobicity of sodium alginate/ anthocyanin/ cellulose nanocrystal indicator film. **Food Hydrocolloids**, v. 144, p. 108930, nov. 2023.

TAIATELE JUNIOR, I. et al. Biodegradability assessment of starch/glycerol foam and poly (butylene adipate-co-terephthalate)/starch film by respirometric tests. **Brazilian Journal of**

Food Technology, v. 23, 22 abr. 2020.

WANG, B. *et al.* Alginate-based composites for environmental applications: a critical review. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**, v. 49, n. 4, p. 318-356, 20 dez. 2018.

WANG, C. *et al.* Characterization of sodium alginate-carrageenan films prepared by adding peanut shell flavonoids as an antioxidant: Application in chilled pork preservation. **International journal of biological macromolecules**, v. 266, p. 131081–131081, 1 maio 2024.

WANG, X. *et al.* A comparison study on effects of polyglycerols on physical properties of alginate films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 254, p. 127879–127879, 1 jan. 2024.

WU, H. *et al.* Preparation and characterization of bioactive edible packaging films based on pomelo peel flours incorporating tea polyphenol. **Food Hydrocolloids**, v. 90, p. 41-49, 1 maio. 2019.

XAVIER, T. D. N. *et al.* Filmes biopoliméricos baseados em fécula, quitosana e cera de carnaúba e suas propriedades. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 25, n. 4, 30 jan. 2020.

YAO, Z. *et al.* Optimization of preparation conditions, molecular structure analysis and antitumor activity of sulfated sodium alginate oligosaccharides. **European Polymer Journal**, v. 201, p. 112571–112571, 1 dez. 2023.

YANG, J. *et al.* Biopolymer-based packaging films/edible coatings functionalized with ϵ -polylysine: New options for food preservation. **Food Research International**, p. 114390–114390, 1 abr. 2024.