



Universidade Federal Rural de Pernambuco – UFRPE
Unidade Acadêmica de Serra Talhada – UAST
Bacharelado em Ciências Biológicas

Lucas Vinícius Pierre de Andrada

**PROPRIEDADES FILMOGÊNICAS DA MUCILAGEM DE *Nopalea cochenillifera* (L.)
Salm-Dyck **OBTIDA COM A REUTILIZAÇÃO DE SOLVENTE ORGÂNICO****

Serra Talhada – PE

2020

Lucas Vinícius Pierre de Andrada

**PROPRIEDADES FILMOGÊNICAS DA MUCILAGEM DE *Nopalea cochenillifera* (L.)
Salm-Dyck **OBTIDA COM A REUTILIZAÇÃO DE SOLVENTE ORGÂNICO****

Monografia apresentada à Universidade Federal Rural de Pernambuco/Unidade Acadêmica de Serra Talhada do curso de Bacharelado em Ciências Biológicas como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Ciências Biológicas.

Orientador: Prof. Dr. Adriano do Nascimento Simões

Serra Talhada – PE

2020

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal Rural de Pernambuco
Sistema Integrado de Bibliotecas
Gerada automaticamente, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

A554p Andrada, Lucas Vinícius Pierre de
 Propriedades filmogênicas da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck obtida com a
 reutilização de solvente orgânico / Lucas Vinícius Pierre de Andrada. - 2022.
 62 f. : il.

Orientador: Adriano do Nascimento Simoes.
Coorientadora: Kelem Silva Fonseca.
Inclui referências e apêndice(s).

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal Rural de Pernambuco,
Bacharelado em Ciências Biológicas, Serra Talhada, 2022.

1. Palma forrageira. 2. Biopolímero. 3. Etanol. 4. Reaproveitamento. 5. Mucilagem. I. Simoes, Adriano
do Nascimento, orient. II. Fonseca, Kelem Silva, coorient. III. Título

CDD 574

**PROPRIEDADES FILMOGÊNICAS DA MUCILAGEM DE *Nopalea cochenillifera* (L.)
Salm-Dyck **OBTIDA COM A REUTILIZAÇÃO DE SOLVENTE ORGÂNICO****

Monografia apresentada à Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE) -
Unidade Acadêmica de Serra Talhada (UAST), como requisito parcial para obtenção
do título de Bacharel em Ciências Biológicas.

Aprovada em 27 de maio de 2022.

Banca Examinadora

Dr. Adriano do Nascimento Simões
(Orientador, UAST/UFRPE)

Dr. Rogério de Aquino Saraiva
(Examinador interno, UAST/UFRPE)

Dr. Ivo Diego de Lima Silva
(Examinador externo, UFPE)

Serra Talhada – PE

2020

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha família, em especial à minha mãe Eliane, minha tia Fátima e avó Terezinha, por todo o apoio e por me ensinarem o significado de resiliência, força e empatia. Sou resultado de sua criação, espero dar orgulho e ajudar no que me for capaz.

Aos amigos que fiz pelo caminho, até àqueles com os quais já não tenho contato. Espero que estejam bem e saibam que ainda penso em vocês e no papel que desempenharam em me fazer quem sou. Ao meu grande amigo Paulo, de quem sinto saudades todos os dias, por me entender e me fazer companhia nos momentos bons e ruins, por depositar sua confiança e confidência em mim, e por me permitir fazer o mesmo. Desejo que tenha o final feliz que me contou e espero estar lá para ver, orgulhoso de ti como agora estou.

Aos meus companheiros de Biologia, com os quais compartilhei inseguranças, descobertas e experiências que nunca irei esquecer. Juntos dividimos alegria e alívio para superar os dias difíceis, e me sinto feliz pela irmandade que formamos. Em especial a Rosi, Vitória e Kathleen. Para vocês, desejo toda a sorte do mundo.

Ao meu orientador, Adriano Simões, e à minha coorientadora, Kelem Fonseca, por todo o apoio nos passos que me trouxeram até aqui. Minha evolução como estudante e pesquisador tem a ambos como pilar. Obrigado por confiarem no meu potencial. Ao grupo NEFP, do qual faço parte desde o período inicial da graduação, em especial a Lady e Jheizon, por todo o auxílio em experimentos, análises, interpretações de estatísticas (nessas principalmente), bem como pelos aprendizados compartilhados.

À FACEPE e ao CNPq, pela concessão das bolsas que contribuíram para a execução da pesquisa. À UFRPE/UAST, minha casa durante todo esse tempo. Ao Grupo de Instrumentação e Análises Químicas (GIAQ) e à prof.^a Dra. Andrea Monteiro, bem como a seu orientando de doutorado Ivo Diego, pelo auxílio na realização de análises que compõem o trabalho.

A todos que de qualquer forma contribuíram para minha formação pessoal e profissional, obrigado!

“O que sabemos é uma gota. O que ignoramos é um oceano.”

Isaac Newton

SUMÁRIO

RESUMO	11
1. INTRODUÇÃO	15
2. REVISÃO DE LITERATURA	17
2.1. A ERA DOS PLÁSTICOS.....	17
2.2. BIOPOLÍMEROS.....	19
2.3. CACTÁCEAS E A MUCILAGEM.....	22
3. OBJETIVOS	26
3.1. GERAL.....	26
3.2. ESPECÍFICOS.....	26
4. MATERIAL E MÉTODOS	26
4.1. EXTRAÇÃO, CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DA MUCILAGEM DE PALMA.....	26
4.2. AVALIAÇÃO DO SOLVENTE APÓS A EXTRAÇÃO DE MUCILAGEM...31	
4.3. ELABORAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA, ÓPTICA, FÍSICO- QUÍMICA E ESTRUTURAL DO BIOPOLÍMERO DE PALMA.....	32
4.4. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	36
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
5.1. AVALIAÇÕES DO SOLVENTE EXTRATOR.....	37
5.2. ANÁLISES DA MUCILAGEM DE PALMA FORRAGEIRA.....	39
5.2. PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS, ESTRUTURAS, TÉRMICAS E ÓPTICAS DOS BIOPOLÍMEROS.....	44
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS	54
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	55

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Quantificação de clorofilas e carotenoides no etanol.....	38
Tabela 2 - Quantificação de sólidos solúveis totais (°BRIX), acidez total titulável (% de ácido cítrico), vitamina C (mg 100 g ⁻¹), pH, condutividade elétrica (mS.cm ⁻¹) e teor de sódio e potássio (mg/100g) na mucilagem de <i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck extraída com álcool P.A. e reaproveitado.....	39
Tabela 3 - Capacidade de retenção de água (CRA) e óleo (CRO) da mucilagem de <i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck das extrações com álcool P.A. e reaproveitado.....	43
Tabela 4 - Aspectos estruturais dos biofilmes provenientes da mucilagem de palma forrageira extraída com álcool P.A. e reaproveitado, formulados com 60% de glicerol + 0 e 2% de lactato de cálcio.....	46
Tabela 5 - Temperaturas máximas de degradação em diferentes estágios de degradação térmica de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com etanol P.A (P) e com etanol reaproveitado (R), formulados com 0% e 2% de lactato de cálcio.....	53

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Efeito da ação antropogênica na entrada dos plásticos na cadeia alimentar.....	18
Figura 2 – Categorias de polímeros comestíveis naturais e exemplos.....	21
Figura 3 – Corte transversal em cladódio de palma forrageira evidenciando o clorênquima e parênquima aquífero.....	23
Figura 4 – Fluxograma da extração de mucilagem de palma forrageira (<i>Nopalea cochenillifera</i> Salm-Dyck), desde seleção dos cladódios até a obtenção do pó, o qual é utilizado para elaboração dos biofilmes.	27
Figura 5 – Elaboração do biofilme a partir da mucilagem de palma forrageira.....	33
Figura 6 – Destilação simples do etanol residual proveniente da primeira extração via rotaevaporador.	37
Figura 7 – Aparência visual do etanol A – P.A., B – residual e C – reaproveitado. ...	38
Figura 8 – Quantificação de proteínas solúveis totais (8-A) e carboidratos totais (mg 100 g ⁻¹ MS) (8-B) na mucilagem de <i>Nopalea cochenillifera</i> e no etanol extrator provenientes das extrações com álcool P.A. e reaproveitado.....	42
Figura 9 – Quantificação de compostos fenólicos totais (mg de ácido gálico. 100 g ⁻¹ MS) na mucilagem de <i>Nopalea cochenillifera</i> e no etanol extrator provenientes das extrações com álcool P.A. e reaproveitado	43
Figura 10 – Espectro de infravermelho de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com etanol P.A. (P) e com etanol reaproveitado (R), formulados com 0% e 2% de lactato de cálcio.....	45
Figura 11 – Aspecto visual dos biofilmes provenientes da mucilagem de palma forrageira extraída com álcool P.A. (A) e reaproveitado (B), formulados com 4% de mucilagem, 60% de glicerol e aditivados com 0 e 2% de lactato de cálcio.....	47
Figura 12 – Solubilidade em água de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com álcool P.A. e reaproveitado, formulados com 60% de glicerol e 0 e 2% de lactato de cálcio.....	48
Figura 13 – Teor de umidade de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com álcool P.A. e reaproveitado (A) e formulados com 60% de glicerol e 0 e 2% de lactato de cálcio (B).....	49
Figura 14 – Permeabilidade ao vapor d'água de biofilmes provenientes da mucilagem de palma forrageira extraída com álcool P.A. e reaproveitado, formulados	

com 4% de mucilagem, 60% de glicerol e aditivados com 0 e 2% de lactato de cálcio50

Figura 15 – Micrografias MEV da superfície de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com etanol P.A. (A e B) e com etanol reaproveitado (C e D), formulados com 0% (A e C) e 2% (B e D) de lactato de cálcio.....51

Figura 16 – Massa residual e curvas DTG de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com etanol P.A. (L) e com etanol reaproveitado (R), formulados com 0% e 2% de lactato de cálcio.....52

Lucas Vinícius Pierre de Andrada, Bacharelado em Ciências Biológicas, Universidade Federal Rural de Pernambuco/Unidade Acadêmica de Serra Talhada, maio de 2022. **Propriedades filmogênicas da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck obtida com a reutilização de solvente orgânico.** Orientador: Adriano do Nascimento Simões.

RESUMO

A mucilagem da palma forrageira (*Nopalea cochenillifera* Salm-Dyck) é composta por polissacarídeos utilizados na elaboração de polímeros, os quais são alternativas interessantes aos plásticos petroquímicos, graças a características como elasticidade e a capacidade de formar rede molecular. No entanto, a extração da mucilagem, comumente realizada com etanol, bem como seu descarte, intensifica os impactos em função de sua relativa toxicidade para o meio ambiente, além do alto custo. Assim, objetivou-se implementar metodologias que resultem no reaproveitamento do álcool para o processo de extração de mucilagem e elaboração do biopolímero à base de palma forrageira. Cladódios de *N. cochenillifera* foram colhidos e processados para obtenção da mucilagem. Os cladódios foram cortados, retirado o parênquima aquífero e levados a processador com uso de etanol. Ao fim do processamento foi obtido um pó esbranquiçado, que foi hidratado tanto para realizar as análises físico-químicas na mucilagem quanto para formular os biopolímeros, os quais foram caracterizados via análises térmicas, ópticas, físico-químicas e estruturais. O etanol residual da extração foi destilado em rotaevaporador para retirada de pigmentos e reestabelecimento do seu teor alcoólico. Após todas as análises, foi realizada uma nova extração de mucilagem reaproveitando-se o etanol, e novamente foram realizadas avaliações físico-químicas na mucilagem e no solvente, além de, nos biopolímeros obtidos, serem realizadas as análises térmicas, ópticas, físico-químicas e estruturais. Observou-se na mucilagem que pH, teor de vitamina C, acidez total, condutividade elétrica e sólidos solúveis não variaram significativamente, independente do extrator utilizado. Os teores de sódio e potássio, por outro lado, diminuíram quando a mucilagem foi extraída com etanol reaproveitado, indicando que o mesmo foi eficiente na remoção desses íons. Quantificou-se, no etanol proveniente da primeira extração, um alto valor de compostos fenólicos e carboidratos solúveis totais, ao passo que no etanol reaproveitado tais valores foram reduzidos consideravelmente, indicando que

mesmo removeu menos componentes da mucilagem que o limpo, o que viabiliza a elaboração de biopolímeros mais compactos pois tais componentes aprimoram as propriedades estruturais, como teor de umidade e permeabilidade ao vapor d'água. Os filmes provenientes da segunda extração foram menos solúveis em água, menos espessos e mais transparentes, além de apresentarem maior estabilidade térmica que aqueles provenientes da primeira extração. Conclui-se que o etanol reaproveitado aprimorou as propriedades filmogênicas da mucilagem, tais como carboidratos e compostos fenólicos, além de não ter removido componentes nutricionais como proteínas, ácido cítrico e ácido ascórbico. Os biopolímeros provenientes da extração com álcool reaproveitado, além de apresentarem melhores aspectos morfológicos através de sua microestrutura, também apresentaram aspectos estruturais promissores, como baixa solubilidade em água e teor de umidade, indicando o reaproveitamento do solvente como uma boa alternativa ao uso de etanol puro, o qual encarece o processo de fabricação de biopolímeros, bem como promove maior quantidade de resíduos no ambiente. Entretanto são necessários estudos referentes à metodologia de reuso do solvente no que tange a qual o limite de seu potencial de reaproveitamento, de modo a tornar tal procedimento viável em escalas industriais.

Palavras-chave: TGA; biopolímero; microscopia eletrônica de varredura; FTIR.

Lucas Vinícius Pierre de Andrada, Bachelor's Degree in Biological Sciences, Rural Federal University of Pernambuco/Serra Talhada Academic Unit, May 2022.

Filmogenic properties of *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck mucilage obtained with the reuse of organic solvent. Advisor: Adriano do Nascimento Simões.

ABSTRACT

The mucilage of prickly pear cactus (*Nopalea cochenillifera* Salm-Dyck) is composed of polysaccharides used in the preparation of polymers, which are interesting alternatives to petrochemical plastics, due to characteristics such as elasticity and the ability to form molecular networks. However, the extraction of mucilage, commonly performed with ethanol, as well as its disposal, intensifies the impacts due to its relative toxicity to the environment, in addition to the high cost. Thus, the objective was to implement methodologies that result in the reuse of alcohol for the process of mucilage extraction and elaboration of the biopolymer based on prickly pear cactus. *N. cochenillifera* cladodes were harvested and processed to obtain mucilage. The cladodes were cut, the aquifer parenchyma was removed and taken to a processor using ethanol. At the end of the processing, a whitish powder was obtained, which was hydrated both to perform the physicochemical analyzes on the mucilage and to formulate the biopolymers, which were characterized via thermal, optical, physicochemical and structural analyses. The residual ethanol from the extraction was distilled in a rotary evaporator to remove pigments and restore its alcohol content. After all the analyses, a new mucilage extraction was carried out, reusing the ethanol, and again, physical-chemical evaluations were carried out in the mucilage and in the solvent, in addition to, in the biopolymers obtained, thermal, optical, physical-chemical analysis and structural. It was observed in mucilage that pH, vitamin C content, total acidity, electrical conductivity and soluble solids did not vary significantly, regardless of the extractor used. The sodium and potassium contents, on the other hand, decreased when the mucilage was extracted with reused ethanol, indicating that it was efficient in removing these ions. In the ethanol from the first extraction, a high value of phenolic compounds and total soluble carbohydrates was quantified, while in the reused ethanol such values were considerably reduced, indicating that even it removed less mucilage components than the clean one, which enables the elaboration of more compact biopolymers as such components improve structural properties, such as moisture content and

permeability to water vapor. The films from the second extraction were less soluble in water, thicker and more transparent, in addition to showing greater thermal stability than those from the first extraction. It is concluded that the reused ethanol improved the filmogenic properties of the mucilage, such as carbohydrates and phenolic compounds, in addition to not having removed nutritional components such as proteins, citric acid and ascorbic acid. The biopolymers from the extraction with reused alcohol, in addition to presenting better morphological aspects through their microstructure, also showed promising structural aspects, such as low water solubility and moisture content, indicating the reuse of the solvent as a good alternative to the use of pure ethanol, which makes the biopolymer manufacturing process more expensive, as well as promoting a greater amount of waste in the environment. However, studies are needed regarding the methodology of solvent reuse regarding the limit of its reuse potential, in order to make this procedure viable on industrial scales.

Keywords: TGA; biopolymer; scanning electron microscopy; FTIR.

1. INTRODUÇÃO

A produção mundial de plásticos tem aumentado significativamente ao longo das últimas décadas, e agora estima-se que atinja 350 milhões de toneladas anuais. Tais materiais acabaram por se tornar onipresentes e indispensáveis na vida cotidiana, devido a algumas características e vantagens como flexibilidade, durabilidade e baixo custo (HEIDBREder *et al.*, 2019; PATHAK *et al.*, 2015). Entretanto, a forma de uso exacerbada e descarte incorreto dos plásticos acarreta uma poluição substancial dos ecossistemas aquáticos e terrestres.

Dessa forma, a crescente preocupação quanto aos problemas advindos da utilização intensificada dos plásticos tem incitado a investigação e busca por alternativas ecologicamente amigáveis e provenientes de materiais renováveis, como as plantas. Os biopolímeros, que são definidos como polímeros naturais provenientes de animais ou produtos agrícolas, podem ajustar-se como materiais alternativos para a resolução da problemática quanto ao uso dos plásticos (RHIM & NG, 2007) Tais polímeros em geral são biodegradáveis e sintetizados a partir de matrizes proteicas, lipídeos e polissacarídeos, as quais podem ser combinadas no processo de elaboração formando-se blendas poliméricas. Os polissacarídeos, devido a suas propriedades funcionais, como excelente barreira ao oxigênio e óleo, insolubilidade em água, propriedades emulsificantes e atividade gelificante, acabam por constituir materiais promissores para o desenvolvimento de biopolímeros (GHERIBI *et al.*, 2019).

O enfoque nas pesquisas relativas aos bioplásticos provém em boa parte de suas vantagens quando comparados aos plásticos convencionais, como o fato de serem renováveis e provenientes de matérias primas abundantes, tornando-os produtos de baixo custo industrial. No entanto, por serem materiais naturais, podem apresentar características estruturais inferiores quando comparados aos polímeros convencionais tais como o polietileno, dentre as quais pode-se citar a elasticidade, flexibilidade e resistência à tensão (CUCINA *et al.*, 2021). Tal problema pode ser solucionado através da inclusão de aditivos às matrizes dos biopolímeros no processo de elaboração, tais como emulsificantes e plastificantes, como, por exemplo, lactato de cálcio e glicerol.

A mucilagem extraída das cactáceas é um polissacarídeo extensamente aplicado nas indústrias alimentícia, cosmética e farmacêutica, e tem sido utilizada na

elaboração de filmes biodegradáveis, por algumas características como elasticidade e capacidade de formar rede molecular (GHERIBI *et al.*, 2018). A palma forrageira (*Nopalea cochenillifera* Salm-Dyck) é cactácea amplamente cultivada em regiões semiáridas principalmente por seu uso na alimentação animal, e contém grande proporção de água e mucilagem em sua composição. A palma fixa CO₂ pela rota fotossintética do metabolismo ácido das crassuláceas (CAM), o que a torna uma planta capaz de resistir a longos períodos de seca. Ademais, seu baixo custo de produção, biodegradabilidade e capacidade de formação de filmes a torna uma promissora matéria-prima para a elaboração de biopolímeros (SANDOVAL *et al.*, 2019).

Para fins de extração da mucilagem da palma forrageira, diferentes métodos são empregados, tais como extração via álcool isopropílico (SEPÚLVEDA *et al.*, 2007), extração assistida por microondas (FELKAI-HADDACHE *et al.*, 2015) e a extração com álcool etílico ou etanol, a qual é um dos métodos mais comuns (CONTRERAS-PADILLA *et al.*, 2016; GHERIBI *et al.*, 2018; ARAÚJO *et al.*, 2021). Apesar de sua efetividade como extrator, o uso do etanol P.A., bem como de outros solventes orgânicos, implica em impactos ambientais provenientes tanto da degradação de áreas para colheita de milho ou cana-de-açúcar para sua produção, quanto de sua relativa toxicidade para o meio ambiente. Isso causa elevação no preço do etanol e conseqüentemente, maiores dificuldades no procedimento de extração. Dessa forma, surge a necessidade de implementar e adequar metodologias que resultem no reaproveitamento desse solvente orgânico, sendo uma alternativa mais sustentável e econômica para o processo de extração de mucilagem e elaboração do biopolímero à base de palma forrageira.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 A ERA DOS PLÁSTICOS

Desde o início do século XX, a indústria de plásticos vem tendo uma expansão, diversificando a oferta de materiais disponíveis e aumentando a produção em todo o mundo, sendo observado um crescimento predominante no setor de embalagens. A produção acentuada de plásticos com diversas características atrativas (tais como resistência, durabilidade, propriedades de isolamento) resultou na generalização de seu uso em uma vasta gama de indústrias, bem como no seu uso doméstico. Tais materiais propiciaram uma considerável melhoria da qualidade de vida das populações, por serem relativamente baratos e leves, além de promoverem a redução do desperdício de alimentos, por exemplo (CRISTI *et al.*, 2020).

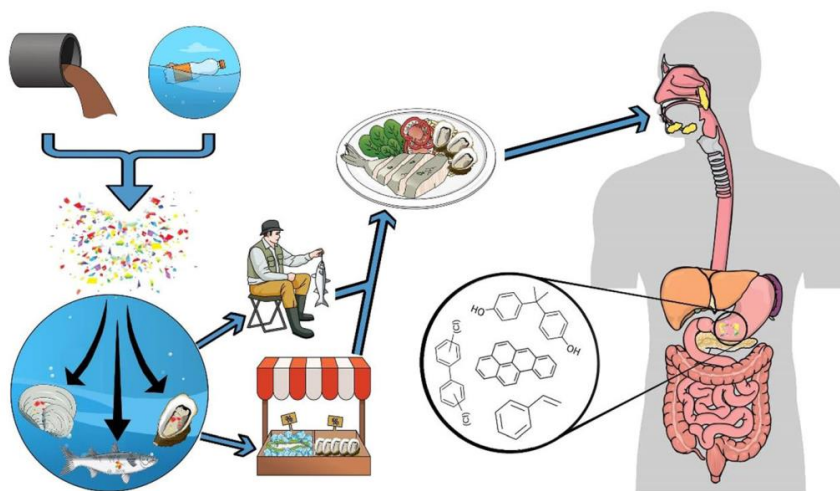
Todavia, por meio de diferentes vias, esses plásticos estão adentrando o meio ambiente, através de descarte industrial inadequado, gestão inadequada de resíduos e escassas condições de saneamento básico (OLIVEIRA *et al.*, 2019). Ademais, uma grande fonte de tais resíduos plásticos são as atividades recreativas em áreas costeiras, sendo as zonas estuarinas e ambientes marinhos os destinatários finais desses materiais, o que torna a poluição por plásticos um problema de cunho global (HENDERSON & GREEN, 2020).

O acúmulo de plásticos ocorre quando a taxa de entrada da poluição plástica nos ecossistemas excede a taxa de processos de remoção natural ou ações de limpeza. Tais materiais são persistentes no ambiente, com taxas de remoção natural na escala de décadas a séculos (CHAMAS *et al.*, 2020). Disseminados no meio ambiente, os resíduos plásticos podem se decompor em detritos ainda menores, como os microplásticos (menores que 5mm de tamanho) e nanoplásticos (1-100nm), os quais podem representar consequências diversas na vida selvagem e na saúde de comunidades costeiras, bem como nas populações de forma geral (OLIVEIRA *et al.*, 2019).

Os plásticos, à medida que se degradam no ambiente marinho, podem ser incorporados por um maior número de organismos, ameaçando assim a biota aquática, além de impactar a atividade pesqueira e o turismo, dentre outros impactos econômicos (HENDERSON & GREEN, 2020). Os detritos plásticos afetam de forma

direta a vida marinha, desde os produtores primários como algas, até os consumidores como os peixes, em diversos aspectos como reprodução, comportamento e fisiologia de tais espécies (SOARES *et al.*, 2021). Dessa forma, ao longo da cadeia alimentar, os microplásticos adentram a alimentação humana (Figura 1), podendo se acumular nos tecidos como no trato gastrointestinal, por exemplo, além de penetrar membranas biológicas (RAGUSA *et al.*, 2021).

Figura 1. Efeito da ação antropogênica na entrada dos plásticos na cadeia alimentar



Fonte: De-La-Torre *et al.* (2019)

A utilização sustentável dos plásticos e o emprego de materiais alternativos são as abordagens mais eficazes para fins de minimizar os impactos sobre os organismos aquáticos, bem como o incentivo quanto à sua reutilização, reduzindo assim a sua entrada no meio ambiente, visto que apenas a interrupção total da utilização dos plásticos não parece ser uma solução viável (OLIVEIRA *et al.*, 2019).

Ademais, a intensidade da utilização dos materiais plásticos sofre interferência direta de eventos como o surgimento de novas doenças e viroses, por exemplo. A pandemia originada em dezembro de 2019 pelo coronavírus (SARS-CoV-2) tem demonstrado a importância dos itens provenientes de plásticos na proteção humana. Tal vírus é responsável por uma grave síndrome respiratória conhecida como COVID-19 (SILVA *et al.*, 2021). A gravidade da doença, além da sua alta contagiosidade e da falta de uma vacina eficaz, despertou a atenção dos governos, da comunidade científica e da população quanto à prevenção e o controle da sua transmissão. Dentre as medidas empregadas foi incluída a utilização de equipamentos de proteção individual (EPI), tais como máscaras e luvas, as quais em

geral são compostas inteira ou parcialmente de materiais plásticos, como polipropileno (PP) e tereftalato de polietileno (PET) (SILVA & NANNY, 2020). Dessa forma, a demanda por EPI's aumentou significativamente, com estimativas de uso mensal de 129 bilhões de máscaras faciais e 65 bilhões de luvas necessárias para proteger cidadãos em todo o mundo (PRATA *et al.*, 2020). O uso indiscriminado dos EPI pelos cidadãos rapidamente se tornou um problema devido ao manuseio e descarte incorretos. As máscaras e luvas cirúrgicas devem ser usadas por poucas horas e em seguida adequadamente descartadas para fins de evitar contaminação cruzada, o que não as torna passíveis de reciclagem. Tal condição, aliada ao descarte incorreto por parte da população, contribui significativamente para a poluição por resíduos plásticos (SILVA *et al.*, 2021).

O problema da poluição por plásticos, associado a um aumento na conscientização pública a respeito da necessidade de uma proteção ambiental eficaz vem promovendo o interesse pelo emprego de alternativas mais ecológicas em contraponto aos plásticos convencionais. Nesse contexto, os biopolímeros foram introduzidos nas últimas décadas como materiais alternativos ecologicamente corretos e sustentáveis para os plásticos derivados do petróleo (CUCINA *et al.*, 2021).

2.2 BIOPOLÍMEROS

Os biopolímeros são um amplo grupo de compostos provenientes de fontes biológicas e/ou de materiais renováveis com potencial biodegradabilidade, e são comumente formulados com uma macromolécula como componente principal (a matriz polimérica), além de outros aditivos. Os mesmos são materiais poliméricos baseados em recursos naturais considerados ecologicamente viáveis como uma alternativa aos plásticos petroquímicos. A utilização de biopolímeros pode apaziguar diversos problemas ambientais relacionados aos plásticos, por serem oriundos de biorecursos e resíduos renováveis. Dessa forma, são considerados uma inovação significativa que pode mitigar a dependência pelos combustíveis fósseis (NANDA *et al.*, 2021). Dentre os biopolímeros promissores para uso nas indústrias de biomateriais estão aqueles provenientes de celulose, amido, proteína e lipídios. Os bioplásticos à base de amido foram os primeiros a serem amplamente utilizados e

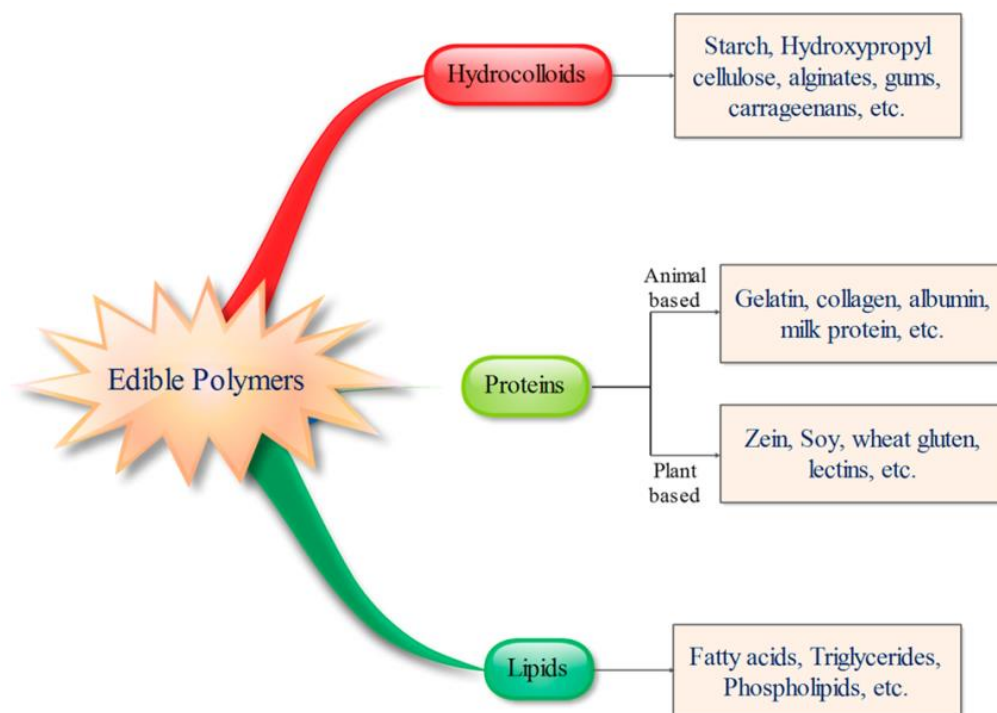
ainda representam os biopolímeros mais produzidos, constituindo cerca de 20% da produção de tais materiais no ano de 2020 (CUCINA *et al.*, 2021).

Deve-se salientar que nem todos os polímeros de origem biológica são biodegradáveis. O tereftalato de polietileno (PET), por exemplo, pode ser produzido tanto por derivados de combustíveis fósseis como por recursos biológicos. No entanto, o PET de base biológica (denominado polímero verde, e não biopolímero) pode permanecer no ambiente da mesma forma que sua contraparte oriunda de petróleo caso não haja um controle das condições de compostagem. Por outro lado, o ácido polilático – ácido orgânico de origem biológica e renovável – é reciclável, biodegradável e compostável. Bioplásticos como o ácido polilático, bem como à base de celulose, amido, proteínas e lipídios, não são apenas de base biológica, mas também biodegradáveis (PRASANTH *et al.*, 2021).

Devido à sua biocompatibilidade e sustentabilidade, os polímeros biodegradáveis, bem como os comestíveis, são atrativos para diversas aplicações, tais como nas indústrias de embalagem e biomédica. Os biopolímeros comestíveis são elaborados principalmente com polissacarídeos (hidrocoloides, polipeptídios, dentre outros), os quais podem ser consumidos por animais e seres humanos sem, no entanto, implicar em quaisquer efeitos nocivos para a saúde (ALI *et al.*, 2018).

Outros materiais utilizados para a elaboração de biopolímeros incluem celulose, pectinas, alginatos, gelatina, bem como ácidos graxos e triglicerídeos (Figura 2). Sua aplicação nos mais diversos campos é viabilizada pela propriedade de serem degradados por micro-organismos sob condições ambientais sem que haja a liberação de quaisquer subprodutos tóxicos. Dentre as vantagens apresentadas pelos biopolímeros também está o seu tempo de biodegradação, de 3 a 6 meses, enquanto os plásticos convencionais levam vários séculos para se desintegrar no meio ambiente. Ademais, a produção de biopolímeros emprega consideravelmente menos energia que a dos petroquímicos (NANDA *et al.*, 2021).

Figura 2. Categorias de polímeros comestíveis naturais e exemplos



Fonte: Ali *et al.* (2018)

Apesar de várias vantagens, algumas limitações e desafios técnicos também estão associados aos bioplásticos. A degradação dos biopolímeros pode ser questionável, pois certos polímeros requerem condições controladas para uma biodegradação eficaz. Ademais, os bioplásticos que contêm uma fração de polímero sintético de base petroquímica são degradados somente sob circunstâncias específicas relacionadas a temperatura, pH e umidade, que podem não ocorrer em determinados ambientes. Para que ocorra uma mudança no padrão de uso dos petroquímicos, os bioplásticos devem competir em termos de baixo custo de produção, gerenciamento de resíduos e conscientização do consumidor (GEORGE *et al.*, 2020). Apesar de tais entraves, a produção em larga escala de bioplásticos pode afetar positivamente a bioeconomia, resultando na atenuação da poluição ambiental a nível global, além de representar uma gama de aplicações nas indústrias biomédica, farmacêutica, bem como na construção e agricultura.

A maioria dos biopolímeros produzidos atualmente são oriundos de matérias-primas de primeira geração, tais como cana-de-açúcar, batata e mandioca. A utilização de tais materiais para a produção de biopolímeros é severamente criticada devido à concorrência para o abastecimento de alimentos e investimentos em agricultura. Para superar esse problema, matérias-primas não comestíveis, bem como resíduos de culturas agrícolas ou culturas de fácil propagação, devem ser

exploradas para a extração de polímeros (OKOLIE *et al.* 2020). Dentre as espécies vegetais com tais características estão as cactáceas, das quais pode ser extraída a mucilagem, um complexo polissacarídeo com propriedades filmogênicas que pode ser empregado para a produção de biopolímeros.

2.3 CACTÁCEAS E A MUCILAGEM

A família Cactaceae compreende mais de 1500 espécies, as quais são distribuídas em 127 gêneros e agrupadas em quatro subfamílias: Maihueinoideae, Pereskeoideae, Opuntioideae e Cactoideae. Tais plantas possuem grande importância nas regiões semiáridas da Região Nordeste do Brasil, devido a apresentarem resistência a adversidades climáticas, suportando condições de alta insolação, baixa pluviosidade e solos pobres em nutrientes, como os encontrados na Caatinga brasileira (VIEIRA *et al.*, 2021). Dessa forma, as cactáceas destacam-se por prosperar em ambientes reconhecidos como estressantes para a maioria das plantas, sendo utilizadas para prevenir a erosão do solo e combater a desertificação (SLIMEN *et al.*, 2016).

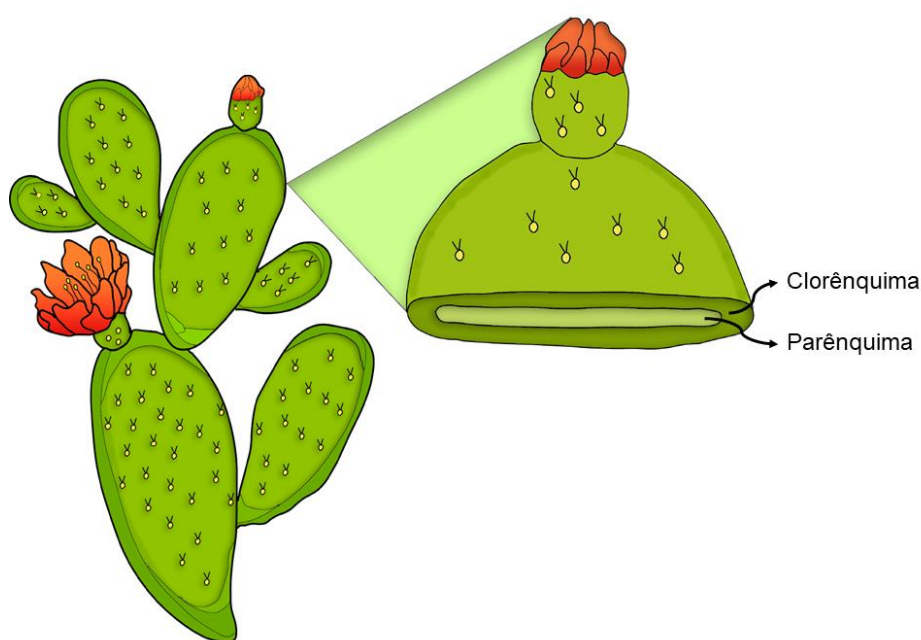
Cerca de 40% da superfície terrestre é composta por terras áridas, e tais áreas abrigam em torno de 2 bilhões de pessoas. Ademais, as mudanças climáticas estão aumentando a temperatura, além da frequência e severidade das secas em diversas partes do mundo. As espécies da subfamília Opuntioideae, bem como as demais cactáceas, apresentam características morfológicas, anatômicas e fisiológicas que as permitem se adaptar a tais condições ambientais adversas. Esse grupo inclui alguns dos gêneros de cactos mais importantes utilizados na alimentação animal em regiões de clima seco e de baixa precipitação pluviométrica, como *Nopalea* e *Opuntia* (DUBEUX *et al.*, 2021).

A palma forrageira (*Nopalea cochenillifera* Salm-Dyck) (Figura 3) é um cacto de rápida e fácil propagação amplamente cultivado nas regiões áridas e semiáridas da Tunísia, África do Sul, Marrocos, México e Brasil. Pela sua grande produção de biomassa e propriedades nutricionais, é uma planta empregada principalmente em forragem para alimentação de rebanhos, além de ser inserida na dieta humana na forma de saladas, grelhados, sucos, doces e biscoitos (DICK *et al.*, 2020). A composição química da palma pode variar em função de fatores do solo, época de cultivo e idade da planta, a qual possui como metabólitos primários carboidratos,

proteínas e água. A planta também se destaca pela presença de fibras, hidrocoloides, fenóis, cálcio, magnésio, potássio, sódio e vitamina C (PERUCINI-AVENDAÑO *et al.*, 2021), devendo-se a tais componentes seu potencial nutritivo.

O caule da palma, conhecido como cladódio, é considerado um símbolo nacional no México por ser parte da mitologia asteca, na qual é conhecida como “planta da vida”, já que mesmo após atingir seu estado seco de senescência ainda pode dar origem a uma nova planta (VENTURA-AGUILAR *et al.*, 2017). Os cladódios são alongados em forma de raquete, podendo atingir 60 cm de comprimento, a depender da água e nutrientes disponíveis. Os mesmos possuem aréolas, a partir das quais crescem as flores e frutos. Os espinhos são folhas modificadas e também se originam nas aréolas, protegendo a planta contra a perda de água e predação por herbivoria. Na palma, tal como nas demais cactáceas, o caule assume a função fotossintética, e sua epiderme contém numerosos estômatos que regulam a respiração da planta. Internamente à epiderme encontra-se o clorênquima (Figura 3), um tecido que consiste em clorofilas (responsáveis pela fotossíntese) e amido. Mais internamente há o parênquima, espaço onde ocorre a síntese de mucilagem (PERUCINI-AVENDAÑO *et al.*, 2021).

Figura 3. Corte transversal em cladódio de palma forrageira evidenciando o clorênquima e parênquima aquífero



A mucilagem, ou hidrocoloide natural, é um complexo carboidrato com capacidade de absorção de água, possibilitando assim o armazenamento de uma grande quantidade de água para a planta (VIEIRA *et al.*, 2021). Ela constitui aproximadamente 14% do peso seco dos cladódios e pode conter mais de 30% da água total do parênquima. A mucilagem é caracterizada como um heteropolissacarídeo, constituída por diversos monossacarídeos, tais como galactose, arabinose, glicose e ácido galacturônico, além de outras substâncias como taninos, alcaloides e esteroides. Esse alto teor de carboidratos é vantajoso pois possibilita que a mucilagem seja empregada na formulação de diversos tipos de alimentos, tendo papel como estabilizante, texturizante e substitutas de gordura (ROY *et al.*, 2016). No que tange às proteínas, alguns estudos relatam baixos teores encontrados na mucilagem (BAYAR *et al.*, 2016; GHERIBI *et al.*, 2019), enquanto outros quantificaram proteínas em maior abundância (VIEIRA *et al.*, 2021). Quanto às propriedades físico-químicas, relata-se um pH ligeiramente ácido (entre 4,8 e 6), além de condutividade elétrica variando entre 2,3 e 5,4 mS.cm⁻¹ (MONRROY *et al.*, 2017). Devido a algumas características como translucidez, viscosidade, elasticidade e propriedades emulsificantes, a mucilagem é reconhecidamente uma matriz polimérica com diversas aplicações em alimentos, além da elaboração de revestimentos comestíveis e biopolímeros (GHERIBI *et al.*, 2018), como forma de substituintes aos plásticos petroquímicos.

A extração da mucilagem de palma é um procedimento que tem sido alvo de diversos estudos, para fins de aprimoramento das técnicas. Aspirando a obtenção de biopolímeros provenientes da mucilagem, torna-se essencial minimizar o impacto de quaisquer subprodutos sobre o meio ambiente, de forma a tornar o produto renovável como um todo. Assim, visando-se as políticas sustentáveis e métodos ecologicamente viáveis, tem-se buscado maneiras de diminuir, no processo de extração, a utilização de substâncias com potencial impacto nos ecossistemas naturais. A extração de mucilagem via etanol, um álcool obtido a partir das culturas de milho ou cana-de-açúcar, é um dos métodos mais comuns (CONTRERAS-PADILLA *et al.*, 2016; GHERIBI *et al.*, 2018).

A demanda por etanol para as extrações decorre do fato de que o mesmo apresenta alta eficiência na obtenção do pó utilizado para a elaboração dos biopolímeros, bem como na retirada da pigmentação proveniente das clorofilas, permitindo assim o aspecto incolor ou esbranquiçado dos biofilmes formulados,

tornando-os mais atrativos visualmente. Entretanto, a utilização do etanol, bem como de outros solventes orgânicos, além de sua relativa toxicidade e de representar alto custo para o procedimento de extração, acarreta impactos nos ecossistemas devido à grande demanda por matéria prima para sua fabricação, tendo em vista a interferência das culturas agrícolas na dinâmica natural dos ambientes (STRAPASSON *et al.*, 2006). Assim, torna-se pertinente a busca por estratégias e metodologias de reutilização de solventes extratores da mucilagem, de modo a minimizar os impactos do processo de extração sobre o meio ambiente.

3. OBJETIVOS

Geral

- Otimizar os processos de extração da mucilagem e da produção de biopolímeros utilizando fontes naturais renováveis como a palma forrageira;

Específicos

- Adequar metodologias para reutilização de álcool na extração de mucilagem de palma forrageira;
- Desenvolver um biopolímero biodegradável e econômico à base de cladódios de palma forrageira.

4. MATERIAL E MÉTODOS

O presente trabalho apresenta três frentes de estudo: 1- Extração e caracterização físico-química e propriedades tecnológicas da mucilagem de palma; 2- Avaliação do solvente extrator após a extração e 3- Análise do biopolímero de palma forrageira, via análises térmicas, ópticas, físico-químicas e estruturais.

4.1 Extração, caracterização físico-química e propriedades tecnológicas da mucilagem de palma

A mucilagem foi obtida de acordo com Gheribi *et al.* (2018) e Araújo *et al.* (2021), com algumas modificações. Cladódios de palma forrageira, clone Miúda, *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck, com tamanho médio de 10-23 cm e obtidos da região do terço-médio da planta, foram colhidos de uma área de cultivo experimental da UFRPE/UAST e transportados para o Núcleo de Pós-Graduação em Produção Vegetal. No laboratório, os cladódios foram pesados, lavados em água corrente e a epiderme foi retirada. O parênquima aquífero restante foi, então, triturado em um multiprocessador (Philips Walita, ri7775, Barueri, Brasil) com álcool etílico (99,8% P.A.) na proporção de 2:3 (material vegetal:álcool) e homogeneizado (Figura 4). Sucessivas lavagens com etanol foram realizadas para a retirada das clorofilas e obtenção de um precipitado o mais esbranquiçado possível. O precipitado foi seco em estufa a 55 °C por 48 h. Após isso, a mucilagem seca foi pulverizada utilizando um moinho portátil (Polespresso, Original coffeeflavor, Carapin

da Serra, Brasil), obtendo-se um pó esbranquiçado. Para a realização das análises na mucilagem, o pó obtido foi hidratado na concentração de 4% p/v (4g de pó para 100 mL de água destilada).

Figura 4. Fluxograma da extração de mucilagem de palma forrageira (*Nopalea cochenillifera* Salm-Dyck), desde seleção dos cladódios até a obtenção do pó, o qual é utilizado para elaboração dos biofilmes. As linhas tracejadas em vermelho simbolizam o sentido do corte.



Fonte: o autor

Após a obtenção da mucilagem foram determinados: rendimento agroindustrial, sólidos solúveis totais, pH (IAL, 2008); acidez total titulável (Astello-García *et al.*, 2015); vitamina C (IAL, 2008), proteínas (Bradford *et al.*, 1976); carboidratos solúveis totais e compostos fenólicos totais (Jaramillo-Flores *et al.*, 2003); condutividade elétrica, os teores de sódio e potássio (IAL, 2008) e a capacidade de retenção de água e de óleo.

4.1.1 Rendimento Agroindustrial

O rendimento da mucilagem foi obtido a partir do peso fresco dos cladódios inteiros e do peso da mucilagem em pó, de acordo com a fórmula:

Equação 1.

$$RM = \frac{Mf (g)}{Mi (g)} \times 100$$

Em que: RM = rendimento da mucilagem em porcentagem (%), com base na matéria fresca; Mf = massa final da mucilagem em pó (g); Mi = massa inicial dos cladódios inteiros (g).

4.1.2 Sólidos solúveis totais, acidez total titulável, pH e vitamina C

O teor de sólidos solúveis totais foi obtido através da utilização de um refratômetro de bancada modelo (DIGIT). Um mililitro mucilagem hidratada foi utilizada para a realização da leitura. Os resultados foram expressos em porcentagem.

A acidez total titulável foi realizada segundo ASTELLO-GARCÍA et al., (2015), com algumas modificações, e determinada utilizando 10 mL de mucilagem hidratada; duas gotas de fenolftaleína (1 %) foram adicionadas e tituladas com 0,1 N NaOH (AOAC, 1990). Os resultados foram expressos em % de ácido cítrico.

Os valores de acidez foram obtidos utilizando-se da equação:

Equação 2.

$$ATT = \frac{n \cdot N \cdot Eq}{V}$$

Em que: ATT= acidez total titulável; n= volume da solução de hidróxido de sódio gasto na titulação (mL); N= molaridade da solução de hidróxido de sódio (0,1N); Eq= Equivalente gramas do ácido cítrico (64,02); V= volume de amostra utilizado (10 mL).

O potencial hidrogeniônico (pH) foi determinado utilizando-se um pHmetro (TECNAL, TEC-5, Piracicaba, Brazil), via imersão direta do eletrodo na mucilagem.

O conteúdo de vitamina C foi determinado pelo método de Tillmans conforme a metodologia do Instituto Adolfo Lutz (ODAIR ZENEBON. NEUS SADOCCO PASCUET. PAULO TIGLEA, 2008), a qual se baseia no princípio da titulação. Os resultados foram expressos em miligramas de ácido ascórbico por 100 gramas de

massa seca (mg 100g⁻¹), e calculados através da fórmula:

Equação 3.

$$AA = \frac{V \cdot F \cdot 100}{A}$$

Em que: AA= ácido ascórbico (mg 100g⁻¹); V= Volume da solução de Tillmans gasto na titulação (mL); A= Volume da amostra utilizada (mL); F= Fator da solução de tillmans.

O fator da solução de Tillmans foi calculado pela fórmula:

Equação 4.

$$F = \frac{\text{VitC}}{\text{ST}}$$

Em que F= fator da solução de Tillmans; Vit C = quantidade de solução de vitamina C usado na titulação (mg); ST= solução de Tillmans gasta (mL).

4.1.3 Proteínas solúveis totais

O conteúdo de proteínas solúveis totais foi obtido conforme metodologia descrita pelo Bradford (KRUGER, 1994), com algumas adaptações. Um volume de 2 mL da mucilagem hidratada foi centrifugado (Hettich, MIKRO 220, Berlim, Alemanha) a 10000 rpm a 4 °C por 21 min. Em seguida, 100 µL do sobrenadante foi misturado a 1000 µL de reagente de Bradford. Os tubos foram agitados em vórtex (TECNAL, AP56, Araraquara, Brasil) e permaneceram à temperatura ambiente por 15 min. As leituras foram realizadas usando um espectrofotômetro (Biochrom, Libra S8, Cambridge, Inglaterra) a 595 nm. Utilizou-se albumina sérica bovina (BSA) como padrão externo. O teor de proteínas solúveis totais foi expresso em mg de proteína solúvel 100 g⁻¹ de massa seca.

4.1.4 Carboidratos solúveis totais e Compostos fenólicos totais

O conteúdo de carboidratos solúveis foi obtido conforme metodologia descrita pelo Analytical Biochemistry (DUBOIS et al., 1956). A mucilagem hidratada (2 mL) foi centrifugada (Hettich, MIKRO 220, Berlim, Alemanha) a 10000 rpm, a 4 °C por 21 min. Uma alíquota de 10 µL do extrato bruto da amostra foi adicionada a 490 µL de água deionizada, 500 µL de fenol 5% e 2,5 mL de ácido sulfúrico concentrado a 98,08% que foi colocada em tubos de ensaio e agitados. Posteriormente, os tubos

ficaram em repouso por 10 min em badeja contendo água a temperatura ambiente. Após decorrido o tempo, as leituras foram realizadas em espectrofotômetro (Modelo libra S8, Biochrom, fabricado em Cambridge, Inglaterra) à 490 nm. O branco foi constituído por 500 µL de água deionizada, 500 µL de fenol 5% e 2,5 mL de ácido sulfúrico concentrado a 98,08%. Os resultados foram expressos em g de carboidratos solúveis 100 g⁻¹ de matéria seca e quantificados com base na equação obtida para a curva padrão, cujo carboidrato de referência foi a glicose.

A determinação do teor de compostos fenólicos totais foi realizada de acordo com Chandra e Mejía (2004), com algumas modificações. Um volume de 2 mL da mucilagem hidratada foi centrifugado em uma centrífuga (Hettich, MIKRO 220, Berlim, Alemanha) a 10000 rpm, a 4 °C por 21 min. Uma alíquota de 150 µL do sobrenadante foi combinado com 100 µL de água deionizada e 250 µL de reagente de Folin Ciocalteu (1N). A mistura foi homogeneizada em vórtex (TECNAL, AP56, Araraquara, Brasil) e permaneceu em repouso por 2 minutos. Em seguida foi adicionado 500 µL de carbonato de sódio a 20% (p/v), e a mistura permaneceu em repouso por mais 10 minutos. Por fim as leituras foram realizadas em espectrofotômetro (Biochrom, Libra S8, Cambridge, Inglaterra) a 757 nm. Para a construção da curva analítica foi utilizada uma solução padrão de ácido gálico, nas concentrações de 10, 20, 30, 40 e 50 µg. mL⁻¹. A quantidade de polifenóis totais foi expressa em microgramas de ácido gálico por miligrama de mucilagem.

4.1.5 Condutividade elétrica (CE) e teor de sódio e potássio

A condutividade elétrica foi caracterizada através do uso de um condutímetro (DDS-12DW MICROPROCESSOR CONDUCTIVITY METER), cujo sensor foi colocado dentro das placas de Petri contendo as amostras de mucilagem, sendo realizada a leitura. Os resultados foram expressos em mS cm⁻¹.

Para teor de sódio e potássio, tubos de ensaio foram utilizados com 200µL de mucilagem diluídos em 9800 µL de água, na proporção de 1:50 (mucilagem: água), obtendo-se um volume final de 10 mL. O material foi filtrado e as leituras realizadas em fotômetro de chamas (B-462 MICRONAL), e os resultados foram expressos em µmol de Na⁺ ou K⁺ por mL de mucilagem.

4.1.6 Capacidade de retenção de água (CRA) e de óleo (CRO)

A capacidade de retenção de água (CRA) foi estimada pelo método descrito por Sila *et al.* (2014), com modificações. Amostras de mucilagem (0,2 g) foram adicionados a 10 mL de água destilada em tubos Falcon, mantidos por 1 h em temperatura ambiente e agitados por 5 s a cada 15 min. Foram depois centrifugados a 5.000 rpm por 20 min. O sobrenadante foi descartado e o material dos tubos foi colocado em estufa a 55 °C para secar a água restante por 30 minutos. A CRA foi expressa como a quantidade de água retida em peso de mucilagem, calculada por: Equação 5.

$$CRA (g) = \frac{\textit{peso da mucilagem após secagem}}{\textit{peso inicial da mucilagem}}$$

A capacidade de retenção de óleo (CRO) foi medida de acordo com a metodologia de Gan, Abdul Manaf, & Latiff (2010), com modificações. Amostras de 0,1 g de mucilagem foram adicionadas a 10 mL de óleo de soja em tubos Falcon e agitados a 200 rpm em incubadora (TECNAL, modelo TE-420) por 1 h. A mistura foi centrifugada a 5.000 rpm por 15 min, o sobrenadante foi descartado e o precipitado foi secado em estufa a 55 °C por 24h. A CRA foi calculada e os resultados foram expressos em gramas de óleo adsorvido por grama de mucilagem, como segue:

Equação 6.

$$CRO (g) = \frac{\textit{peso da mucilagem após secagem}}{\textit{peso inicial da mucilagem}}$$

4.2 Avaliação do solvente após a extração da mucilagem

No solvente utilizado para extração (etanol) foram determinados o teor alcoólico (em %) e os teores de clorofilas totais e carotenoides totais (Lichtenthaler, 1987), proteínas e aminoácidos (Bradford *et al.*, 1976). Também foram determinados os compostos fenólicos e carboidratos, cujas metodologias empregadas foram as mesmas utilizadas na mucilagem, Chandra e Mejía (2004) e Dubois *et al.* (1956), respectivamente.

4.2.1 Teor alcoólico, teor de clorofilas e carotenoides totais

O teor alcoólico do etanol utilizado foi determinado após a extração da mucilagem com uso de um alcoômetro. Após isso o etanol residual foi reaproveitado e armazenado para realização da segunda extração de mucilagem.

Para teor de clorofilas e carotenoides totais, leituras da amostra de etanol foram realizadas em espectrofotômetro (Biochrom, Libra S8, Cambridge, Inglaterra) a 470, 646,8 e 663,2 nm. As concentrações de clorofilas e de carotenóides (em mg.L⁻¹) foram, então, calculadas por meio das seguintes fórmulas:

$$\text{Clorofila}_a = C_a = 12,25 A_{663,2} - 2,79 A_{646,8}$$

$$\text{Clorofila}_b = C_b = 21,50 A_{646,8} - 5,10 A_{663,2}$$

$$\text{Clorofilas totais} = C_{(a+b)} = 7,15 A_{663,2} + 18,71 A_{646,8}$$

$$\text{Carotenóides (xantofilas + carotenos)} = (1000 A_{470} - 1,82 C_a - 85,02 C_b) / 198$$

4.3 Elaboração e caracterização térmica, óptica, físico-química e estrutural do biopolímero de palma

Para a elaboração do biopolímero foi seguida a metodologia proposta por GHERIBI *et al.* (2018), com modificações para as condições locais. O pó resultante da extração foi hidratado na proporção de 4% p/v (4g de pó para 100 mL de água destilada) para formação de uma emulsão. A esta foi adicionado glicerol (plastificante) na concentração padrão de 60% e lactato de cálcio nas concentrações de 0, 2 e 4%, sob constante aquecimento a 70 °C. O material foi levado à estufa a 55 °C por 24 h para secagem e em seguida o biofilme formado foi retirado e armazenado para a realização das análises (Figura 5).

Figura 5. Elaboração do biofilme a partir da mucilagem de palma forrageira.



Fonte: o autor

Após a elaboração dos biopolímeros, foram determinados seus grupos funcionais por espectroscopia no infra-vermelho (FTIR) e espessura e transparência do filme (Gheribi et al., 2018); teor de umidade (Jouki et al., 2013); solubilidade em água (Jouki et al., 2013); cor, com uso de colorímetro (Gheribi et al., 2018), permeabilidade a vapor de água (ASTM standard method E96/E96M, 2015), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análise termogravimétrica (TGA).

4.3.1 Espectrofotometria de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

As análises espectrais na região do infravermelho médio foram realizadas em um espectrofotômetro de infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR) (Frontier da Perkin Elmer®), utilizando o acessório universal de reflexão total atenuada (UATR). Os espectros foram obtidos na região de 4000-400 cm^{-1} , resolução 8 cm^{-1} e 8 varreduras. Para o branco, utilizou-se o ar e as medidas foram realizadas diretamente no filme sob o cristal de diamante.

4.3.2 Espessura, transparência e cor

A espessura (em mm) foi medida em 10 pontos aleatórios dos filmes com um micrômetro digital, com resolução de 1 μm , sendo realizada uma média (GHERIBI *et al.*, 2018).

Segmentos retangulares dos filmes foram elaborados e colocados em cubetas de um espectrofotômetro, de forma perpendicular ao caminho percorrido pela luz para avaliar a absorbância a 600 nm. Uma cubeta vazia foi utilizada como controle. A transparência foi determinada de acordo com a fórmula:

Equação 5.

$$T = \frac{Abs_{600}}{x}$$

Em que: Abs_{600} = absorvância em 600 nm; x = espessura do filme (mm).

As medidas de cor foram realizadas utilizando um colorímetro portátil (Marca). Os parâmetros de cor RGB foram diretamente fornecidos pelo colorímetro, e foram convertidos para valores CIE (Commission International de l'Eclairage) $L^*a^*b^*$ utilizando o website público <http://www.easyrgb.com/index.php?X=CALC#Result>, o qual levou em consideração D65 como iluminante padrão (luz do dia) e observador = 2°. O valor de Chroma foi calculado por $C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2}$.

4.3.3 Teor de umidade

Os filmes obtidos foram cortados em áreas de 2,0 x 2,0 cm e pesados; após isso, foram levados à estufa por 24h a 55 °C até peso constante (peso da amostra seca). A pesagem final dos fragmentos determinou o teor de umidade dos biofilmes, calculado pela fórmula:

Equação 6.

$$TU = \frac{Mi - Mf}{Mi} \times 100$$

Em que: TU: Teor de Umidade (%); Mi: Massa inicial dos fragmentos (g); Mf: Massa final dos fragmentos (g).

4.3.4 Solubilidade em água

Fragmentos de 2,0 x 2,0 cm dos biofilmes, secos em estufa a 55 °C por 24h, foram resfriados à temperatura ambiente em dessecador, pesados e imersos em 50 mL de água destilada a 25 °C durante 30 min. Após isso, os fragmentos não dissolvidos foram armazenados na estufa por 24h a 55 °C, colocados no dessecador para esfriar e pesados ao final do processo. A solubilidade em água foi determinada pela fórmula:

Equação 7.

$$SA = \frac{Mi - Mf}{Mi} \times 100$$

Em que: SA: Solubilidade em Água (%); Mi: Massa inicial dos fragmentos (g); Mf: Massa final dos fragmentos (g)

4.3.5 Permeabilidade ao vapor d'água

A permeabilidade foi medida de acordo com o método ASTM E96/E96M (2015) com algumas modificações. Amostras dos filmes foram posicionadas de forma a tampar béqueres contendo cerca de 70g de carbonato de cálcio (CaCO_3), para obter aproximadamente 10mm de distância entre o carbonato e a amostra. Os béqueres foram então colocados em dessecador com temperatura e umidade relativa monitoradas a 25 °C e 75% UR. O transporte de vapor d'água foi determinado pelo peso ganho nos béqueres e as inclinações (mudanças de peso em função do tempo) foram calculadas por regressão linear ($R^2 > 0,99$). A permeabilidade ao vapor d'água ($\text{g mm/m}^2 \text{ d kPa}$) foi calculada de acordo com a fórmula:

Equação 8.

$$WVP = \frac{WVTR \cdot X}{\Delta p}$$

Em que: $WVTR$: é a taxa de transmissão de vapor d'água ($\text{g/m}^2\text{d}$) definida como a inclinação (g/d) dividida pela área de transferência (m^2); X : a espessura do filme (mm); Δp (kPa) é a diferença de pressão de vapor d'água parcial através do filme ($\Delta p = p (RH_2 - RH_1) = 2.38 \text{ kPa}$, onde p é a pressão de vapor de saturação da água a 25 °C, $RH_2 = 75\%$ e $RH_1 = 0\%$).

4.3.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Observações morfológicas da superfície dos filmes foram realizadas por um microscópio eletrônico de varredura. As amostras foram fixadas em stubs de alumínio com fita dupla face e revestidas com uma fina camada de ouro antes da obtenção da imagem. As imagens da MEV foram adquiridas com uma ampliação de 100x.

4.3.7 Análise termogravimétrica (TGA)

A estabilidade térmica dos filmes foi avaliada por TGA usando o equipamento TGA2 (Mettler Toledo). O experimento foi realizado sob atmosfera de nitrogênio com varreduras de aquecimento de 35 a 600 °C e a uma taxa de aquecimento de 10 °C por minuto para cada amostra.

4.4 Delineamento experimental e análise estatística

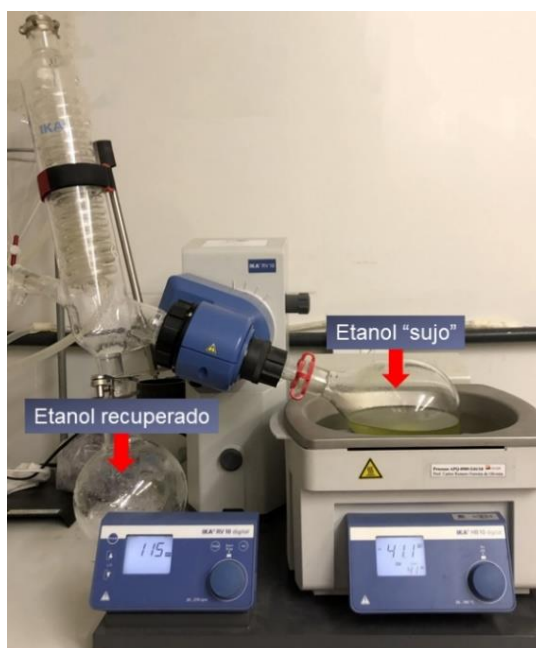
Os experimentos foram conduzidos em delineamento inteiramente casualizado (DIC) com 3 repetições. As análises foram conduzidas em triplicatas, e os dados foram submetidos aos testes de normalidade e teste de Tukey a 5% de probabilidade com o auxílio do *software* R x64 3.4.0. Os gráficos foram elaborados utilizando o *software* Sigma Plot versão 14.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Avaliações do solvente extrator

O teor alcoólico do etanol utilizado na primeira extração da mucilagem foi de 99,98%, o qual se apresenta de forma incolor, sendo considerado o álcool P.A. (Figura 7-A). Após a extração, o mesmo se tornou esverdeado devido à presença das clorofilas extraídas do parênquima da palma forrageira, além de adsorver resíduos de mucilagem identificados visualmente no fundo do recipiente em que foi armazenado (Figura 7-B). O teor alcoólico quantificado no álcool residual foi de 64%. Dessa forma, houve a necessidade de recuperar o etanol de forma a reestabelecer seu teor alcoólico e retirar as clorofilas no processo, bem como a mucilagem adsorvida, e assim optou-se pela destilação do mesmo em um rotaevaporador (Figura 6).

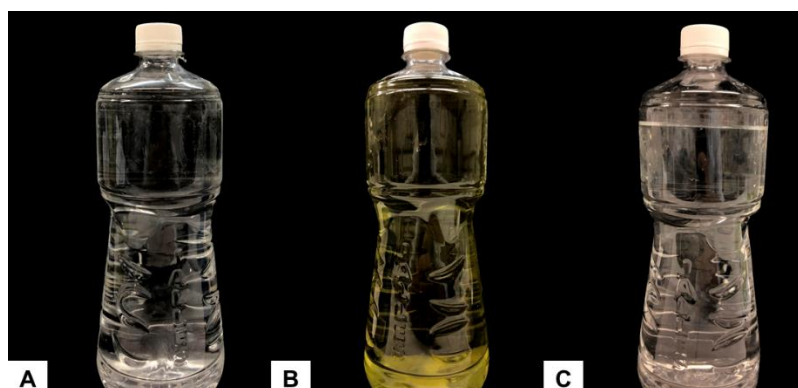
Figura 6. Destilação simples do etanol residual proveniente da primeira extração via rotaevaporador.



Fonte: o autor

Após a destilação, o etanol obtido teve um teor alcoólico de 82%, além de ter perdido a coloração esverdeada por conta da retirada das clorofilas, sendo considerado o álcool recuperado (Figura 7-C). Por ter sido eficiente na recuperação do etanol, a destilação pelo evaporador rotativo tornou-se um procedimento padrão, e o álcool recuperado foi utilizado na segunda extração de mucilagem.

Figura 7. Aparência visual do etanol A – P.A. , B – residual e C – reaproveitado.



Fonte: o autor

O etanol é um solvente polar frequentemente utilizado no processo de extração de clorofilas e carotenoides de materiais vegetais, tal como acetona e metanol. As clorofilas das plantas superiores, samambaias, musgos e das algas verdes consistem em clorofila *a* (Chl *a*) como pigmento principal e clorofila *b* (Chl *b*) como um pigmento acessório. (JARAMILLO-FLORES *et al.*, 2003). A extração da mucilagem de palma gera o etanol residual, o qual apresenta coloração esverdeada proveniente dos pigmentos arrastados da planta no processo de extração. Dessa forma, viu-se necessária a quantificação de tais pigmentos presentes no solvente, bem como no solvente reaproveitado por destilação. Os resultados obtidos referentes a clorofilas e carotenoides no etanol após a primeira extração da mucilagem (sujo) e no etanol utilizado na segunda extração (reaproveitado) estão indicados na tabela 1.

Tabela 1. Quantificação de clorofilas e carotenoides no etanol (mg.L⁻¹).

Constituinte	Álcool residual	Álcool reaproveitado
Clorofila <i>a</i>	1,40b	0,30a
Clorofila <i>b</i>	1,65b	0,45a
Clorofilas totais (<i>a+b</i>)	3,05b	0,75a
Carotenoides	-	-

± Desvio padrão da média; valores com letras diferentes apresentam diferença significativa ($P < 0.05$)

(-) não houve quantidade significativa para ser identificada através do método

Fonte: o autor

No presente trabalho os valores quantificados para clorofila *a*, *b* e clorofilas totais (Chl *a* + Chl *b*) no álcool residual foram de 1,40; 1,65 e 3,05 mg.L⁻¹, respectivamente (Tabela 1). Tais valores foram consideravelmente superiores aos

encontrados para os mesmos pigmentos no álcool reaproveitado. Isso evidencia que a hidrodestilação realizada não retira todos os pigmentos. Por outro lado, a quantificação dos carotenoides (xantofilas+carotenos) indicou sua ausência no etanol, tanto residual como reaproveitado, apontando que o solvente possivelmente não foi eficiente para a extração dos mesmos.

5.2 Análises da mucilagem de palma forrageira

Propriedades físico-químicas da mucilagem

A tabela 2 apresenta as quantificações físico-químicas realizadas na mucilagem proveniente das extrações com álcool P.A. e reaproveitado.

Tabela 2. Quantificação de sólidos solúveis totais (°BRIX), acidez total titulável (% de ácido cítrico), vitamina C (mg 100 g⁻¹), pH, condutividade elétrica (mS.cm⁻¹) e teor de sódio e potássio (mg/100g) na mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck extraída com álcool P.A. e reaproveitado.

Quantificação	Tipo de extrator de mucilagem	
	Álcool P.A.	Álcool reaproveitado
Sólidos solúveis totais (SS)	1,5 ± 0,2a	1,4 ± 0,1a
Acidez total titulável (ATT)	0,23 ± 0,03a	0,21 ± 0,03a
Vitamina C	3,5 ± 0,4a	2,5 ± 0,1b
pH	5,7 ± 0,03a	5,47 ± 0,01b
Condutividade elétrica (CE)	1,706 ± 16,1a	1,541 ± 56,6b
Teor de sódio (Na ⁺)	907,5 ± 43,9a	289,9 ± 15,5b
Teor de potássio (K ⁺)	1914,9 ± 74,4a	726,9 ± 28,5b

± Desvio padrão da média; valores com letras diferentes entre as colunas apresentam diferença significativa (P < 0.05)

Fonte: o autor

A extração com álcool reaproveitado reduziu significativamente os valores de vitamina C e pH da mucilagem, enquanto os valores relativos a sólidos solúveis e ácido cítrico não diferiram significativamente em função do tipo de álcool utilizado na extração (Tabela 2). Por outro lado, todas as quantificações relativas ao conteúdo iônico na mucilagem, as quais foram CE e teor de Na⁺ e K⁺, foram significativamente inferiores na mucilagem extraída com etanol reaproveitado. Tais dados mostram que o álcool reutilizado foi eficaz na manutenção de determinados caracteres físico-químicos da mucilagem, tais como os sólidos solúveis.

Uma característica importante encontrada em vegetais cujas folhas, raízes ou frutos sejam utilizados para alimentação animal/humana é a sua capacidade nutricional ou funcional. No presente trabalho foram quantificados os teores de vitamina C e ácido cítrico, o qual é referente à acidez titulável na mucilagem. O teor de ácido cítrico observado para *Nopalea* no estudo variou de 0,21 a 0,23%, valor semelhante ao obtido por Corrales-García *et al.* (2004) para cactos de *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill, cerca de 0,30%. Quanto à vitamina C, observou-se que os valores variaram de 2,5 a 3,5 mg de ácido ascórbico 100 g⁻¹ MS, medidas inferiores ao obtido por Medina *et al.* (2007) em cladódios de *O. ficus-indica*. Tal valor pode ser atribuído à degradação parcial da vitamina C devido ao método de secagem do pó em estufa a 55 °C por 24h, pois Medina-Torres *et al.* (2010) observaram que o processo de secagem pode reduzir em até 80% o conteúdo de ácido ascórbico em cladódios de *Opuntia*. Como a aplicação esperada para os biofilmes não envolve necessariamente seu consumo, um alto teor de ácido ascórbico seria mais requerido em matrizes utilizadas para elaboração de revestimentos comestíveis. Entretanto, não foram encontrados estudos que observassem a influência do teor de vitamina C na formulação de biofilmes.

O pH observado no atual estudo variou de 5,47 a 5,7, os quais são valores levemente ácidos, sendo um aspecto interessante para a elaboração dos filmes, pois Espino-Díaz *et al.* (2010) estudaram a variação do pH para a formação de polímeros à base de mucilagem de palma e relataram que os filmes cuja mucilagem possuía pH em torno de 5, 6 e 7 apresentaram melhores propriedades mecânicas, tais como maior resistência e espessura. A maior resistência de filmes formados a partir de mucilagem com pH neutro ou levemente ácido/básico decorre da diminuição das forças de repulsão por conta da presença reduzida de grupos iônicos, o que conseqüentemente induz a uma maior quantidade das ligações de hidrogênio entre as moléculas constituintes da mucilagem, resultando em filmes mais compactos e resistentes (ESPINO-DÍAZ *et al.*, 2010).

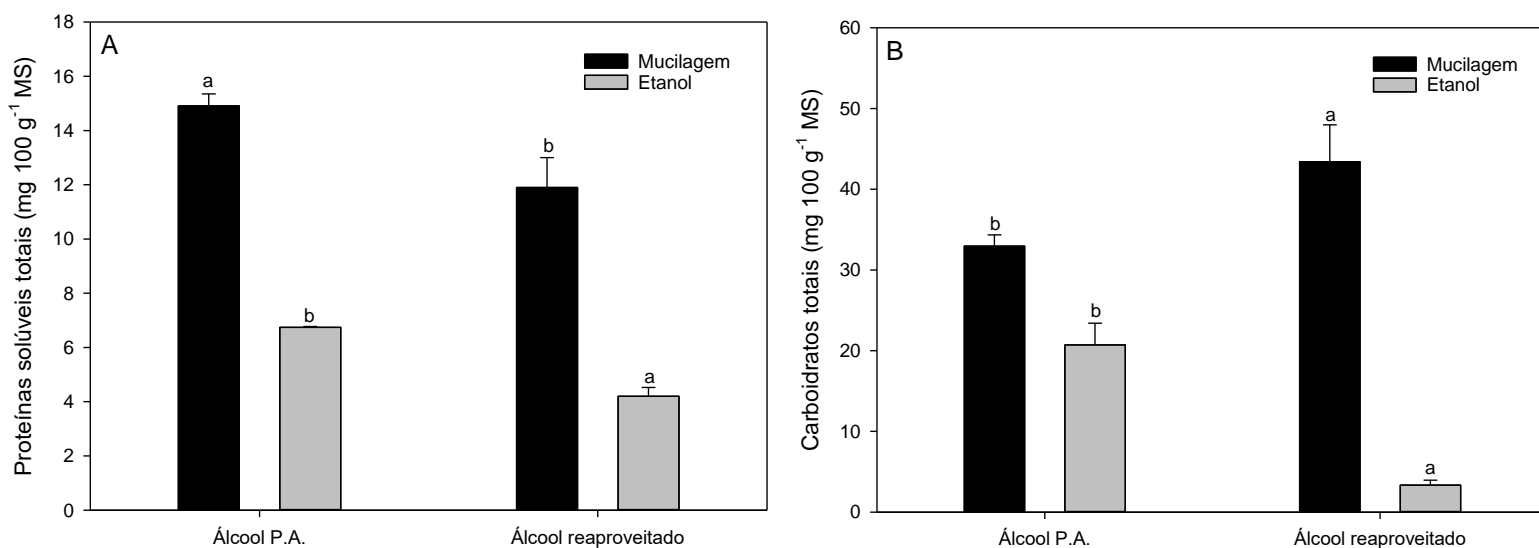
A condutividade elétrica estima a concentração de íons, e é um fator que tem influência direta na viscosidade da mucilagem, o que interfere no seu manuseio e em sua capacidade de produzir biofilmes. Sabe-se que a adição de íons positivos tende a reduzir a repulsão e conseqüente expansão molecular, implicando em uma redução na viscosidade (KREVELEN, 1990). A CE na mucilagem das duas extrações variou de 1,706 a 1,541 mS.cm⁻¹, e a mesma é influenciada pela

concentração dos íons da mucilagem, como Na^+ e K^+ , também quantificados no presente trabalho. Todavia estes cátions caíram significativamente na mucilagem proveniente de extração com álcool reutilizado (Tabela 2), o que é um bom aspecto para formação de biopolímeros. Sabe-se que a mucilagem, além de conter Na e K, possui também cálcio, magnésio, dentre outros íons em sua composição (MONRROY et al., 2017), o que pode explicar a diminuta queda na condutividade elétrica na mucilagem extraída com álcool reaproveitado, enquanto o teor de sódio e potássio reduziu consideravelmente.

As figuras 8 e 9 mostram o efeito da extração por diferentes tipos de álcool nos teores de proteínas, carboidratos e compostos fenólicos da mucilagem e do etanol extrator.

A mucilagem da palma é composta por diferentes arranjos com diversos monossacarídeos que variam com o genótipo estudado e condições agroclimáticas, e é classificada como um polissacarídeo neutro, ou ainda como a mistura de açúcares e proteínas. Por possuírem caráter hidrofílico, tais componentes são fundamentais para a elaboração de biofilmes, pelo fato de os polissacarídeos atuarem como uma barreira à transferência de umidade e das proteínas incrementarem as propriedades mecânicas dos filmes elaborados (DEL-VALLE et al., 2005; MOHAMED et al., 2020). O valor médio de proteínas obtido para a mucilagem de *Nopalea* proveniente de ambas as extrações foi inferior aos relatados na literatura (Figura 8) (Oliveira et al. 2016), enquanto, quando comparado ao etanol P.A., o etanol reaproveitado apresentou menor teor de proteínas, indicando que seu uso na extração possibilitou uma menor remoção de tais componentes da mucilagem. Na quantificação de carboidratos o mesmo ocorreu (Figura 8), e o álcool reaproveitado não teve o mesmo potencial extrator que o P.A. para arrastar tais compostos, possibilitando à mucilagem a manutenção de um maior teor desses componentes estruturais. Esse é um resultado significativo para a elaboração de biopolímeros com propriedades estruturais mais aprimoradas, principalmente no que tange às propriedades de barreira à água.

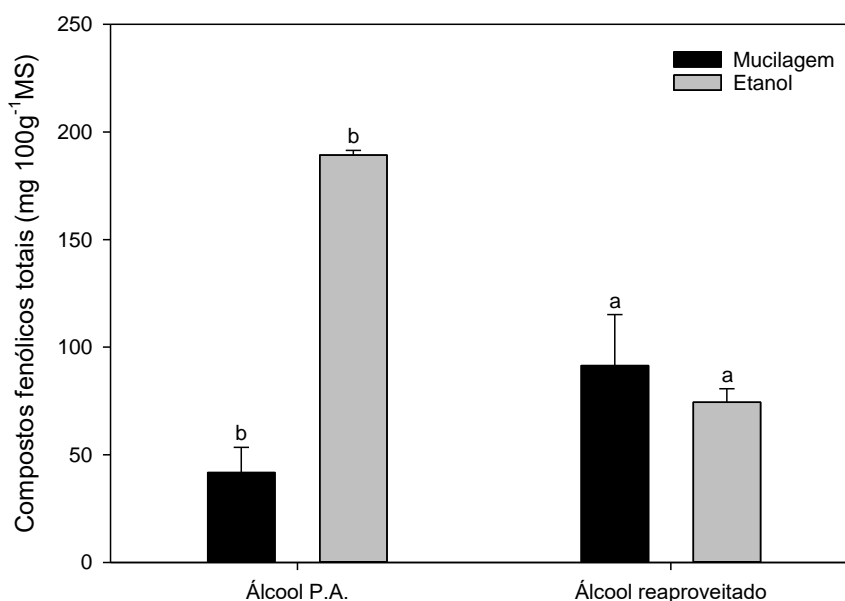
Figura 8. Quantificação de proteínas solúveis totais (8-A) e carboidratos totais ($\text{mg } 100 \text{ g}^{-1} \text{ MS}$) (8-B) na mucilagem de *Nopalea cochenillifera* e no etanol extrator provenientes das extrações com álcool P.A. e reaproveitado. As barras representam o desvio padrão da média; Valores com letras diferentes apresentam diferença significativa ($P < 0.05$).



Fonte: o autor

As cactáceas são espécies que contêm grandes teores de polifenóis (JARAMILLO-FLORES *et al.*, 2003), fator que torna importante a quantificação dos compostos fenólicos totais na mucilagem de palma. No etanol P.A. utilizado como extrator quantificou-se um alto valor de polifenóis quando comparado à mucilagem (Figura 9), sugerindo que o mesmo foi responsável pela remoção de tais moléculas. Por outro lado, na mucilagem e no etanol provenientes da extração com álcool reaproveitado o conteúdo de polifenóis foi consideravelmente inferior, o que pode contribuir para melhores propriedades estruturais nos biopolímeros formulados, pois, segundo Jakobek (2015), os compostos fenólicos têm a capacidade de interagir com os grupos reativos presentes na mucilagem, reduzindo assim o volume do biofilme formado, bem como suas propriedades de barreira a água. Dessa forma, a remoção dos polifenóis da mucilagem pode ser um fator essencial para aprimorar a elaboração dos biopolímeros.

Figura 9. Quantificação de compostos fenólicos totais (mg de ácido gálico. 100 g⁻¹ MS) na mucilagem de *Nopalea cochenillifera* e no etanol extrator provenientes das extrações com álcool P.A. e reaproveitado. As barras representam o desvio padrão da média; Valores com letras diferentes apresentam diferença significativa ($P < 0.05$).



Fonte: o autor

Propriedades tecnológicas da mucilagem

As propriedades de retenção de água (CRA) e óleo (CRO) estão relacionadas com a composição e as características estruturais das fibras em vegetais. A capacidade de retenção de água exibida pela mucilagem foi baixa em ambas as extrações, o que acaba por ser interessante para a elaboração dos biopolímeros, pois uma alta capacidade de retenção de água da mucilagem favorece a sua utilização para melhorar a textura em uma variedade de alimentos, como para panificação ou sobremesas, porém não a torna adequada para a elaboração de biopolímeros como revestimentos, pois tais materiais em geral têm como função ser uma barreira para a umidade (LÓPEZ-CERVANTES *et al.*, 2011). A capacidade de retenção de óleo, por sua vez, é um parâmetro utilizado para fins de avaliar a natureza hidrofóbica das partículas que constituem a fração de fibra da mucilagem, e está relacionada com as propriedades emulsificantes.

Tabela 3. Capacidade de retenção de água (CRA) e óleo (CRO) da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck das extrações com álcool P.A. e reaproveitado.

Propriedade da mucilagem	Álcool P.A.	Álcool reaproveitado
Capacidade de retenção de água	0,62 ± 0,01a	0,69 ± 0,03a
Capacidade de retenção de óleo	2,71 ± 0,07a	0,39 ± 0,02b

± Desvio padrão da média; valores com letras diferentes entre as colunas apresentam diferença significativa ($P < 0.05$)

Fonte: o autor

A literatura sugere que os carboidratos presentes na mucilagem apresentam características hidrofílicas, sendo assim responsáveis pela maior retenção de água e, conseqüentemente, pela reduzida taxa de absorção de óleo (VIEIRA *et al.*, 2021). A mucilagem extraída com etanol reaproveitado apresentou uma CRO consideravelmente menor que na primeira extração, assim como uma maior CRA (Tabela 3). Tal resultado se justifica pela maior quantidade de carboidratos presente na mucilagem extraída com o etanol reaproveitado, o que possibilitou à mesma reter maior teor de umidade.

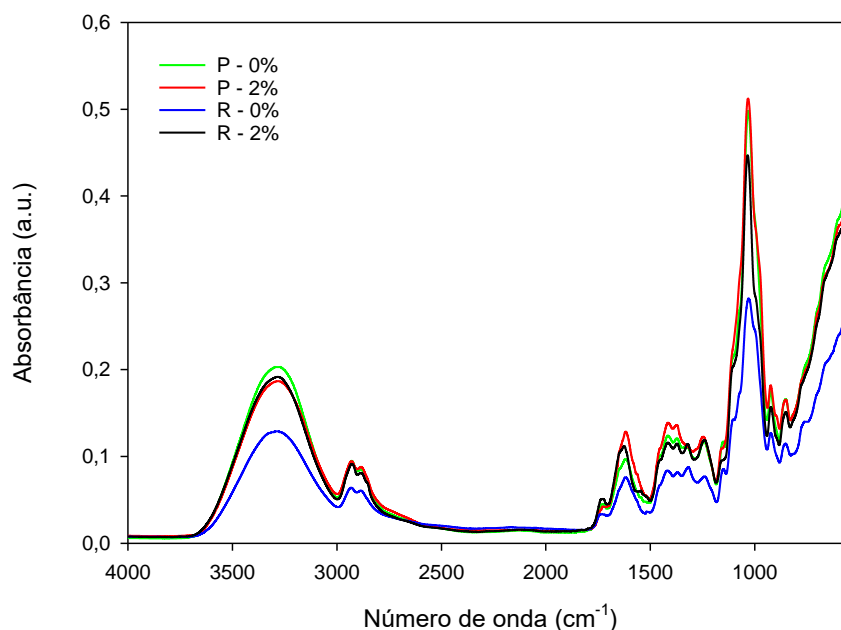
Um aspecto importante que deve ser observado na extração de mucilagem para aplicação industrial é o seu rendimento, pois valores abaixo do esperado podem acarretar resistência por parte das indústrias quanto ao seu emprego e utilização. O rendimento agroindustrial observado na primeira extração foi de 3,3% de matéria fresca, enquanto na extração com álcool reaproveitado foi de 1,3%, caindo a metade, porém, ainda com um valor próximos aos encontrados por DICK *et al.* (2019) e Sepúlveda *et al.* (2007), os quais relataram rendimentos de 1,2 e 1,3%, respectivamente. O menor rendimento na extração com álcool reaproveitado era esperado pois o mesmo, por não ter o mesmo teor alcoólico do etanol P.A., conseqüentemente também não possui o mesmo potencial extrator. No entanto, o resultado obtido ainda foi proporcional aos encontrados na literatura.

5.3 Propriedades físico-químicas, estruturais, térmicas e ópticas dos biopolímeros

Espectrofotometria de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

Os espectros de infravermelho (FTIR) fornecem um tipo de “impressão digital” química de um material por correlacionar suas frequências de absorção com frequências de absorção de ligações conhecidas, indicando as interações ocorrentes no mesmo. O espectro dos filmes formulados nas diferentes concentrações de lactato de cálcio e provenientes das duas extrações de mucilagem, exibido na figura 10, representa algumas frequências características dos grupos funcionais comumente associados a mucilagens, tais como ácido carboxílico, grupos éter e álcool, os quais refletem nos filmes formulados a partir de mucilagem.

Figura 10. Espectro de infravermelho de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com etanol P.A. (P) e com etanol reaproveitado (R), formulados com 0% e 2% de lactato de cálcio.



Fonte: o autor

Os filmes formulados com 0 e 2% de lactato de cálcio apresentaram perfil bastante similar entre si, tanto nos filmes cuja mucilagem foi extraída com álcool P.A. quanto reaproveitado. O espectro mostra uma larga banda de absorção por volta de 3331 cm^{-1} , a qual é atribuída ao estiramento OH relativo ao álcool e ácido carboxílico, geralmente envolvidas em ligações intermoleculares de hidrogênio. Uma banda de absorção em 2923 cm^{-1} é atribuída às vibrações assimétricas de CH ou CH_2 (RODRÍGUEZ-GONZÁLES *et al.*, 2014). Um conjunto de picos visualizado entre 1240 e 1460 cm^{-1} correspondem às vibrações C-H, CH_2 e O-H. O maior pico encontra-se por volta de 1040 cm^{-1} , o qual corresponde às vibrações C-C e C-O, e é um grande indicador da presença de polissacarídeos na matriz filmogênica (GHERIBI *et al.*, 2018). Ademais, um pico em 3294 cm^{-1} corresponde ao glicerol utilizado como plastificante.

Espessura, transparência e cor

Os parâmetros visuais têm suma importância na aplicação dos biofilmes, e são mostrados na tabela 4. A espessura dos filmes aumentou consideravelmente com a adição de lactato de cálcio, e, conseqüentemente, sua transparência diminuiu, independentemente da natureza do álcool utilizado na extração. Os filmes com glicerol sem lactato se apresentaram pouco esbranquiçados, flexíveis e levemente

translúcidos, com a presença de fibras provenientes da própria mucilagem (Figura 8). À medida que a concentração de lactato aumentou, os filmes resultantes se mostraram mais esbranquiçados, e sua resistência e flexibilidade aparente também aumentou, indicando que na formulação o lactato se portou como um bom aditivo para a mucilagem, apresentando boa solubilidade. A coloração esbranquiçada em filmes aditivados com lactato de cálcio também foi observada por Sedlarik *et al.* (2008).

Tabela 4. Aspectos estruturais dos biofilmes provenientes da mucilagem de palma forrageira extraída com álcool P.A. e reaproveitado, formulados com 60% de glicerol + 0 e 2% de lactato de cálcio.

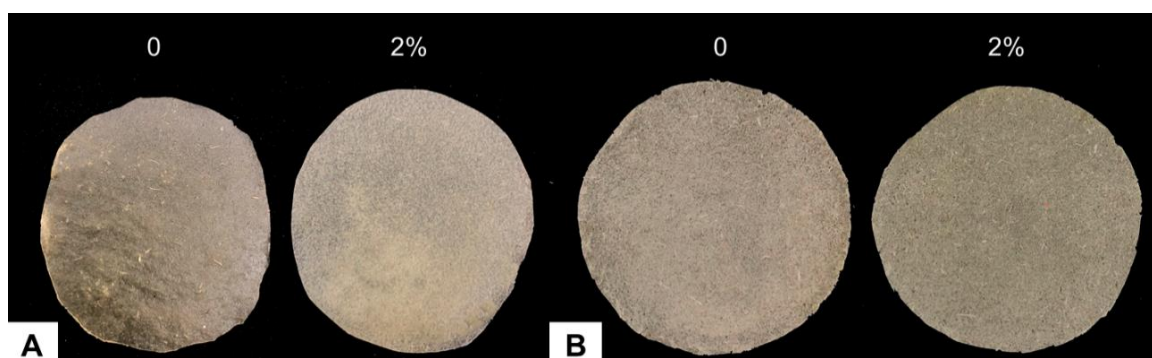
Tipo de solvente	Formulação do filme	Espessura (mm)	Transparência (% T/mm)	Cor	
				Luminosidade	Chroma
Álcool P.A.	G+ 0% lactato	0,20 ± 0,04Ab	4,51 ± 0,36Bb	72,50 ± 0,42Aa	44,09 ± 0,22Ab
	G+ 2% lactato	0,35 ± 0,02Aa	1,48 ± 0,26Ab	74,95 ± 0,07Aa	46,76 ± 1,32Aa
Álcool Reaproveitado	G+ 0% lactato	0,15 ± 0,02Bb	12,65 ± 1,69Ba	65,1 ± 3,61Bb	39,31 ± 1,42Bb
	G+ 2% lactato	0,27 ± 0,01Ba	7,85 ± 3,9Aa	76,8 ± 0,75Aa	42,05 ± 1,62Ba

± Desvio padrão da média; as letras representam diferença significativa entre os tratamentos, as letras representam diferença significativa entre os tratamentos, maiúsculas para natureza do etanol e minúsculas para a concentração de lactato ($P < 0.05$).

Fonte: o autor

Os filmes formulados sem adição de lactato, apesar de transparentes, foram menos espessos (Tabela 4), o que impacta negativamente suas propriedades mecânicas, bem como o seu manuseio. A concentração de 2% de lactato produziu filmes mais espessos, homogêneos, flexíveis e levemente transparentes, sem a presença aparente de fibras, tanto nos filmes provenientes da extração com etanol P.A. quanto reaproveitado (Figura 11). A espessura dos filmes cuja mucilagem foi extraída com etanol reaproveitado foi, em geral, menor que aqueles provenientes da extração com etanol P.A., o que os tornou consideravelmente mais transparentes. Os filmes da extração com álcool P.A., por outro lado, se mostraram mais homogêneos superficialmente, apesar de terem fibras mais evidentes. Todos os filmes, além de esbranquiçados, se mostraram levemente amarelados, característica comum em biofilmes provenientes da mucilagem de palma forrageira (GHERIBI *et al.* 2018; PASCOE-ORTIZ *et al.*, 2019).

Figura 11. Aspecto visual dos biofilmes provenientes da mucilagem de palma forrageira extraída com álcool P.A. (A) e reaproveitado (B), formulados com 4% de mucilagem, 60% de glicerol e aditivados com 0 e 2% de lactato de cálcio.



Fonte: o autor

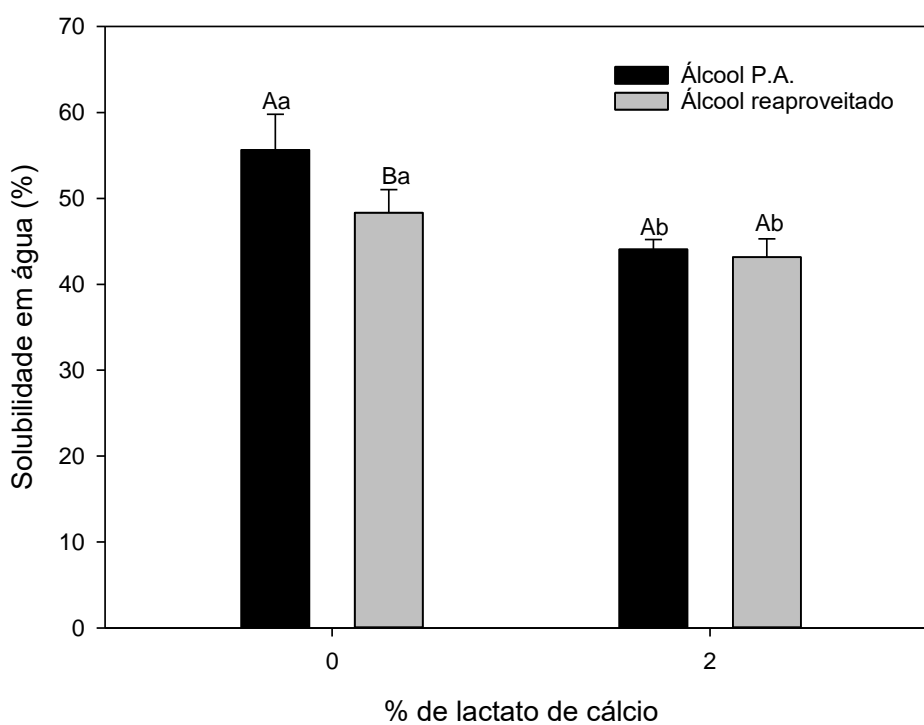
Para fins de determinação de cor, o sistema $L^*a^*b^*$ é o mais comumente utilizado para analisar alimentos e produtos derivados de vegetais, enquanto o sistema RGB é usado para determinar cor em dispositivos eletrônicos. RGB é um sistema em que a cor é formada pela soma do vermelho (R), verde (G) e azul (B), ao passo que $L^*a^*b^*$ é um sistema similar a como o olho humano percebe as cores. Nesse sistema a cor é expressa através de números relacionados às coordenadas L^* (luminosidade, com valores entre 0-100, mais escuro para mais claro), a^* para vermelho (+a) a verde (-a) e b^* para amarelo (+b) a azul (-b) (COTRIM *et al.*, 2016). Já que no presente estudo foram analisados filmes provenientes de um vegetal, os valores obtidos em RGB foram convertidos para $L^*a^*b^*$ através de um software online e utilizados para obtenção dos valores de Chroma. Todos os filmes apresentaram luminosidades medianas (65-77) e altos valores de b^* , que indicam um grau positivo de amarelecimento, indo de encontro à indicação visual da coloração amarelada e esbranquiçada dos mesmos. Tal coloração foi de acordo aos resultados de Chroma (C^*) que indica saturação de cores, os quais foram afetados pela adição de lactato, aumentando de forma diretamente proporcional à sua concentração (Tabela 4).

Teor de umidade e solubilidade em água

As figuras 12 e 13 mostram o efeito da incrementação na concentração de lactato de cálcio e da natureza do etanol extrator na solubilidade em água e no teor de umidade dos filmes. Ambos os parâmetros diminuíram com o aumento da concentração de lactato.

A solubilidade dos filmes em água é um aspecto fundamental a se considerar quando o intuito é a sua utilização como substituinte dos plásticos convencionais. Assim como nos revestimentos empregados em carnes ou em outros alimentos sensíveis à umidade, considera-se que os filmes devam ter preferencialmente baixa solubilidade em água, de modo a garantir resistência e uma boa estrutura do material mesmo quando em contato com umidade (COTRIM *et al.*, 2016). A incrementação de lactato diminuiu a solubilidade em água, e os filmes formulados com 2% obtiveram a menor solubilidade (Figura 12), indicando que o lactato de cálcio proporcionou maior coesão na matriz polimérica, principalmente devido à formação de inúmeras ligações de hidrogênio entre os componentes envolvidos na formulação (GALINDEZ *et al.*, 2019). A natureza do álcool utilizado na extração não parece ter interferido nos aspectos de solubilidade em água dos biofilmes.

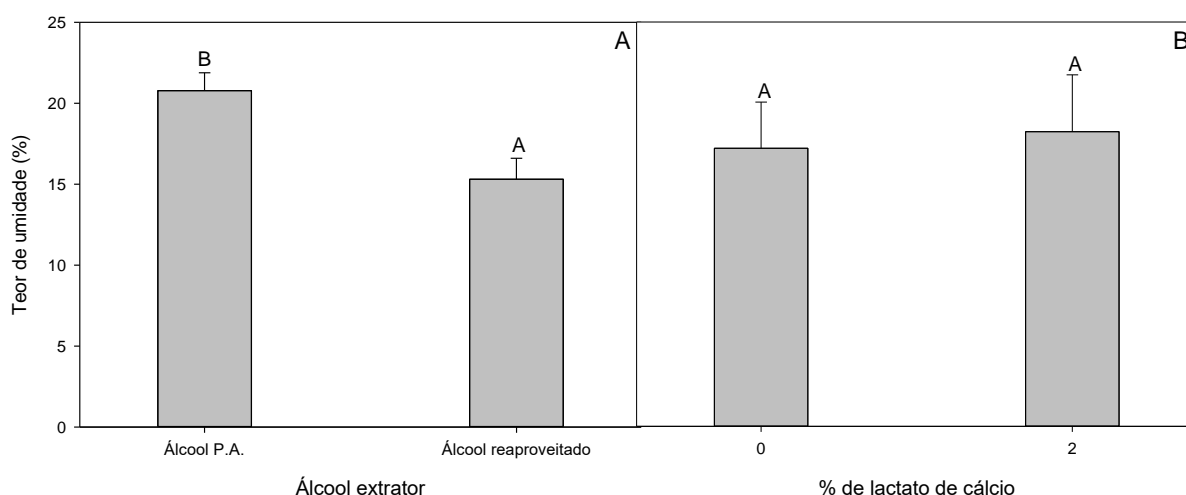
Figura 12. Solubilidade em água de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com álcool P.A. e reaproveitado, formulados com 60% de glicerol e 0 e 2% de lactato de cálcio. As barras representam o desvio padrão da média; as letras representam diferença significativa entre os tratamentos, maiúsculas para tipo de álcool utilizado e minúsculas para a concentração de lactato ($P < 0.05$).



Fonte: o autor

O teor de umidade relativo a todos os tratamentos foi menor que aquele observado por Gheribi *et al.* (2018), que formularam filmes compostos por mucilagem de *O. ficus-indica* e glicerol, o que sugere que a adição do lactato de cálcio teve papel fundamental na diminuição do teor de umidade. Os fatores natureza do álcool extrator e concentração de lactato de cálcio não tiveram interação significativa com relação ao teor de umidade dos filmes (Figura 13). Filmes utilizados para revestir alimentos ou materiais cuja interação com a umidade seja prejudicial devem ter baixo teor de umidade, e a adição de lactato nos biofilmes proporcionou tal propriedade.

Figura 13. Teor de umidade de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com álcool P.A. e reaproveitado (A) e formulados com 60% de glicerol e 0 e 2% de lactato de cálcio (B). As barras representam o desvio padrão da média; as letras representam diferença significativa entre os tratamentos ($P < 0.05$).

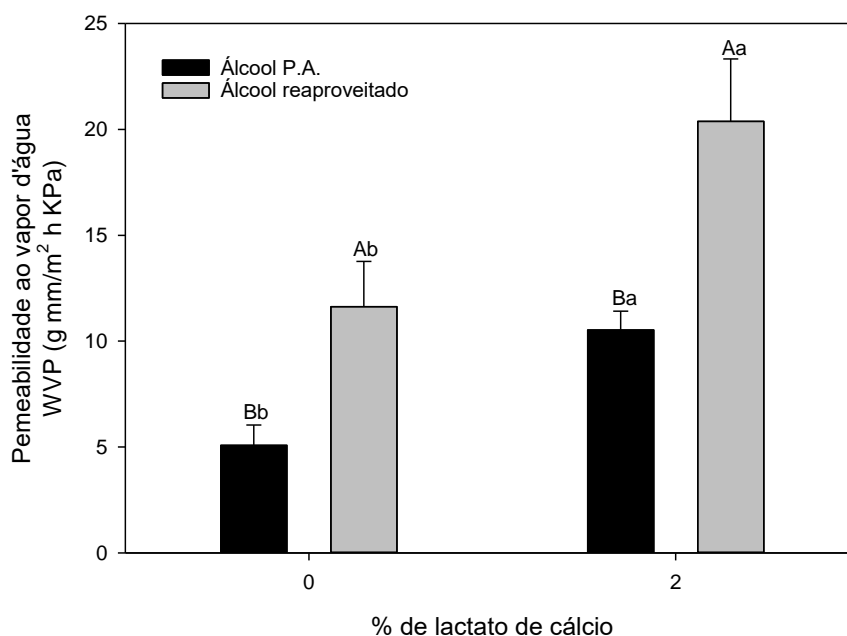


Fonte: o autor

Permeabilidade ao vapor d'água

A permeabilidade ao vapor d'água (WVP) é a quantidade de umidade que passa através de uma unidade de área de material por unidade de tempo, e seus valores estão relacionados com o tempo de vida útil dos materiais que se quer revestir ou plastificar. O efeito da adição de lactato de cálcio e da natureza do etanol extrator na WVP dos filmes é mostrado na figura 14. Todos os filmes analisados mostraram valores baixos de WVP, consideravelmente inferiores aos obtidos por Espino-Díaz *et al.* (2010) e Gheribi *et al.* (2018).

Figura 14. Permeabilidade ao vapor d'água de biofilmes provenientes da mucilagem de palma forrageira extraída com álcool P.A. e reaproveitado, formulados com 4% de mucilagem, 60% de glicerol e aditivados com 0 e 2% de lactato de cálcio. As barras representam o desvio padrão da média; as letras representam diferença significativa entre os tratamentos, maiúsculas para tipo de álcool utilizado e minúsculas para a concentração de lactato ($P < 0.05$).



Fonte: o autor

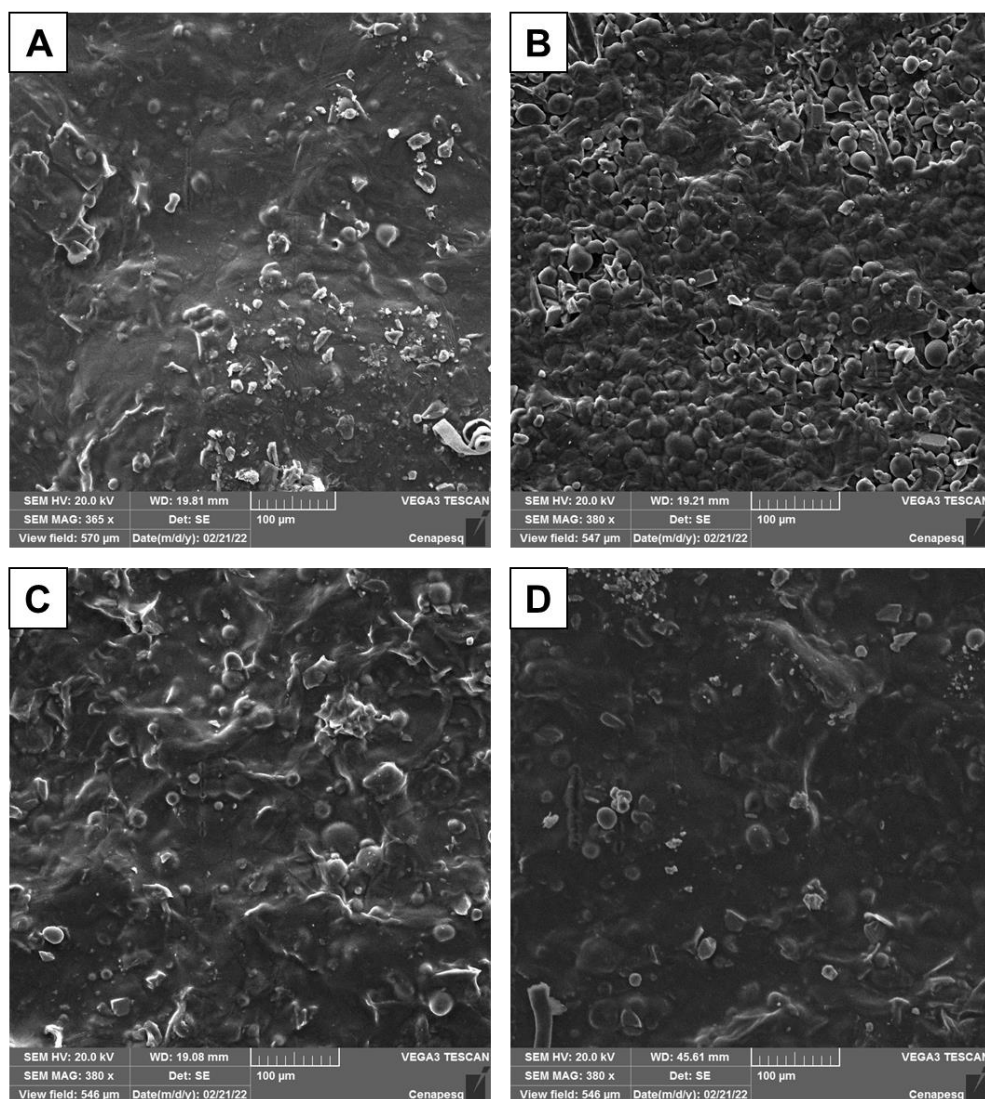
No entanto, observou-se que a incrementação de lactato teve a tendência de aumentar a permeabilidade dos filmes, aspecto não muito atrativo quando se leva em consideração a aplicação dos mesmos, os quais devem evitar a perda de umidade dos produtos que revestem. Tal aumento na permeabilidade pode ser explicado pelo fato de que, na mucilagem, cuja estrutura é altamente ramificada, o cálcio pode formar ligações intramoleculares devido à baixa densidade de carga da cadeia polimérica principal e a flexibilidade da molécula (MAJDOUB *et al.*, 2001). Isso pode levar a uma imobilização da mucilagem, evitando a formação de uma rede tridimensional compacta e ordenada no processo de formulação do filme, o que consequentemente aumenta sua permeabilidade ao vapor de água.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microestrutura dos biomateriais pode afetar diretamente suas propriedades, particularmente seu comportamento mecânico. De fato, a regularidade na estrutura dos filmes obtidos pode levar a uma padronização nas demais propriedades estudadas. As micrografias dos filmes obtidos são mostradas na figura 15. Todos os

filmes estudados apresentaram aglomerados esféricos, referentes à aglutinação das partículas de mucilagem (MADERA-SANTANA *et al.*, 2018). No entanto, os filmes aditivados com lactato de cálcio (B e D) apresentaram tais aglomerados de forma mais homogênea, indicando a possível compatibilidade do lactato com a mucilagem, o que pode ter sido responsável pela maior homogeneidade desses filmes (Figura 11). Os agregados de mucilagem presentes nos filmes sem lactato (A e C) foram espaçados, gerando filmes mais rugosos e com morfologia irregular, o que aponta a influência e importância de aditivos que incrementem a formulação dos biopolímeros (GHERIBI *et al.*, 2019).

Figura 15. Micrografias MEV da superfície de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com etanol P.A. (A e B) e com etanol reaproveitado (C e D), formulados com 0% (A e C) e 2% (B e D) de lactato de cálcio, respectivamente

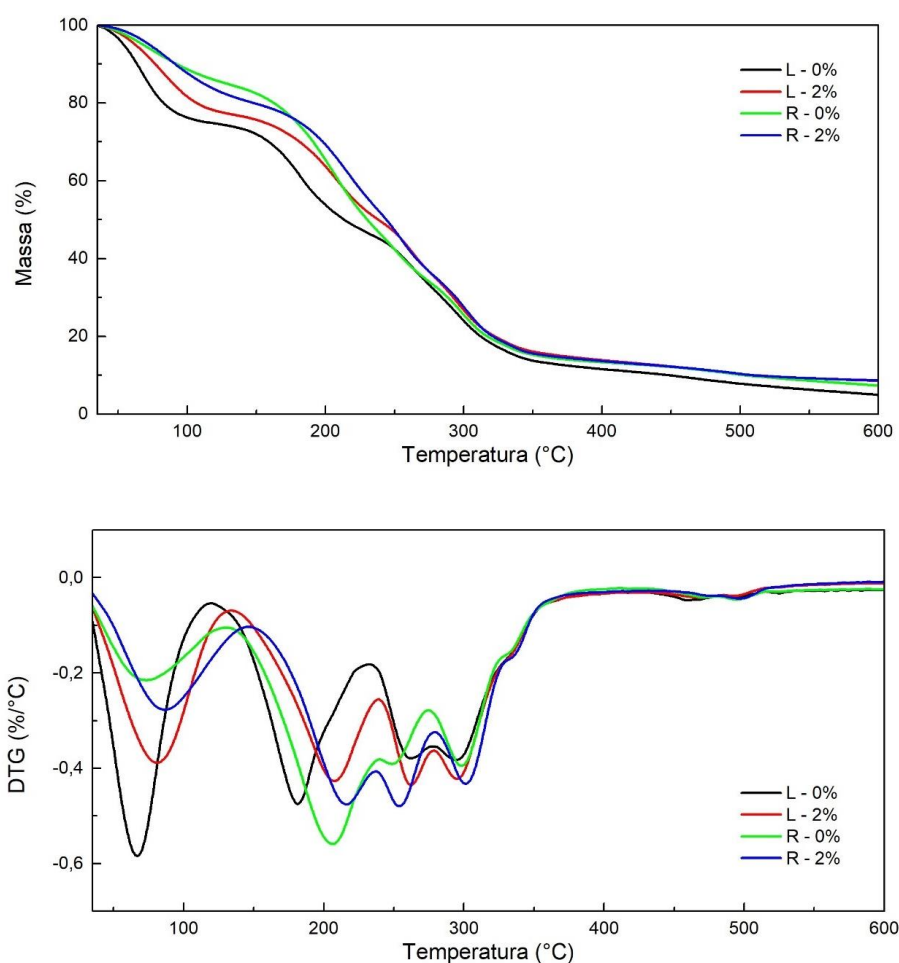


Fonte: o autor

Análise termogravimétrica (TGA)

A análise térmica é uma técnica que fornece informações sobre a estabilidade, degradação, fusão e transição vítrea que ocorre em biomateriais quando os mesmos são sujeitos a alterações térmicas (Gheribi *et al.*, 2018). A análise termogravimétrica foi empregada para fins de avaliação da estabilidade dos biopolímeros obtidos, obtendo-se a porcentagem de perda de massa dos filmes em função do aumento na temperatura. As temperaturas de degradação foram determinadas a partir das curvas DTG, enquanto as perdas de massa foram determinadas pelas curvas de massa residual, e tais perfis são apresentados na figura 16.

Figura 16. Massa residual e curvas DTG de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com etanol P.A (P) e com etanol reaproveitado (R), formulados com 0% e 2% de lactato de cálcio; os picos DTG representam a temperatura de degradação a cada estágio.



Fonte: o autor

Em biopolímeros cuja matriz polimérica é um polissacarídeo, quando submetidos a aquecimento, geralmente ocorrem alguns fenômenos termogravimétricos principais: a remoção das moléculas de água (desidratação), seguida de fragmentação e decomposição da cadeia polimérica (Gheribi *et al.*, 2019). Nos filmes estudados a perda de massa ocorreu em três estágios, devido à complexidade de sua matriz polimérica, a mucilagem (Tabela 5). Nos filmes provenientes da primeira extração (P), inicialmente houve uma perda de massa de 23% em 66 °C (P-0%) e em 80 °C (P-2%), a qual é referente à perda de umidade dos filmes por evaporação. A segunda perda de massa, de 47%, ocorreu em 182 °C (P-0%) e 208 °C (P-2%), e é relacionada com a degradação das cadeias laterais da mucilagem. O último estágio, com 86% de perda de massa, foi composto por dois picos nas temperaturas de 261 °C e 295 °C em ambas as concentrações de lactato (P-0% e P-2%), e tal perda é atribuída à degradação da cadeia principal de monossacarídeos da mucilagem (Ma *et al.*, 2017). Nos filmes formulados com mucilagem extraída com etanol reaproveitado (R), os mesmos três estágios ocorreram: primeiro, a perda de massa referente à umidade, de 15%, em 72 °C (R-0%) e 86 °C (R-2%); em seguida, houve uma perda de massa de 63% em 206 °C (R-0%) e 216 °C (R-2%); por último, um estágio de 94% de perda de massa, composto de dois picos nas temperaturas de 252 °C e 300 °C, nas duas concentrações de lactato de cálcio.

Tabela 5. Temperaturas máximas de degradação em diferentes estágios de degradação térmica de filmes à base de mucilagem de palma forrageira extraída com etanol P.A (P) e com etanol reaproveitado (R), formulados com 0% e 2% de lactato de cálcio.

Amostras	1º estágio	2º estágio	3º estágio	
	T _{máx} (°C)	T _{máx} (°C)	T _{máx} (°C)	T _{máx} (°C)
P – 0%	66	182	261	295
P – 2%	80	208	261	295
R – 0%	72	206	252	300
R – 2%	86	216	252	300

Fonte: o autor

Observou-se que os filmes formulados com 2% de lactato de cálcio, independentemente se provenientes de mucilagem extraída com etanol P.A. ou

reaproveitado, apresentaram maior estabilidade térmica, pois necessitaram de maiores temperaturas para atingir a mesma perda de massa que aqueles formulados sem a presença de lactato. Também não houve relação entre a massa residual final e o tipo de extração de mucilagem, visto que P-0% apresentou menor massa que R-0%, que por sua vez teve massa residual menor que P-2%. Por outro lado, os biopolímeros elaborados com 2% de lactato apresentaram maior porcentagem de massa residual ao final do aquecimento quando comparados aos formulados apenas com glicerol (Figura 16), indicando que a adição de lactato de cálcio proporcionou maior estabilidade térmica aos filmes.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A destilação do etanol residual promoveu a retirada das clorofilas e a retomada do seu teor alcoólico, permitindo assim seu reaproveitamento de forma efetiva na extração da mucilagem de palma forrageira. A extração com etanol reaproveitado manteve boa parte das propriedades físico-químicas da mucilagem, como pH, condutividade elétrica, acidez total, sólidos solúveis totais e teor de ácido ascórbico. Além disso, o solvente reaproveitado, em contraponto ao P.A., não removeu componentes nutricionais importantes da mucilagem como proteínas, ácido cítrico e ácido ascórbico.

Os biopolímeros provenientes da extração com álcool reaproveitado, além de apresentarem melhores aspectos morfológicos através de sua microestrutura, também apresentaram aspectos estruturais promissores, como baixa solubilidade em água e teor de umidade, indicando o reaproveitamento do solvente como uma boa alternativa à problemática do uso de etanol. Os mesmos foram menos espessos, porém mais transparentes, além de apresentarem maior estabilidade térmica quando comparados àqueles cuja mucilagem foi extraída com álcool P.A.

Entretanto, estudos relativos à metodologia de reaproveitamento do solvente devem ser realizados, de modo a agilizar o processo aprimorando sua eficiência. A extração com etanol reaproveitado levou a um menor rendimento, sendo necessárias adequações no método que garantam maior rentabilidade no processo. Ademais, torna-se necessária a avaliação do solvente no que tange ao limite de seu

potencial de reaproveitamento, de modo a tornar tal procedimento viável em escalas industriais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALI, Akbar *et al.* Recent Advances in Edible Polymer Based Hydrogels as a Sustainable Alternative to Conventional Polymers. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [S.L.], v. 66, n. 27, p. 6940-6967, 7 jun. 2018. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/acs.jafc.8b01052>.

AL-JUHAIMI, Fahad *et al.* Determination of some mineral contents of prickly pear (*Opuntia ficus-indica* L.) seed flours. **Environmental Monitoring And Assessment**, [S.L.], v. 185, n. 5, p. 3659-3663, 11 ago. 2012. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s10661-012-2817-4>.

ALVES, Abel Lemos *et al.* Genetic diversity and seasonal chemical profile by ¹H NMR and cytotoxic activity in *Opuntia* and *Nopalea* genres. **Journal Of Medicinal Plants Research**, [S.L.], v. 10, n. 40, p. 732-747, 25 out. 2016. Academic Journals. <http://dx.doi.org/10.5897/impr2016.6207>.

ARAÚJO, Yara Panta de *et al.* Characterization of mucilage from clones of *Opuntia* and *Nopalea* prickly pear cactus harvested in different seasons in Brazilian semiarid. **Journal Of The Professional Association For Cactus Development**, S.L., v. 23, n. 1, p. 180-198, dez. 2021.

ASTELLO-GARCÍA, Marizel G. *et al.* Chemical composition and phenolic compounds profile of cladodes from *Opuntia* spp. cultivars with different domestication gradient. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 43, p. 119-130, 2015.

BAYAR, Nadia *et al.* Extraction and characterization of three polysaccharides extracted from *Opuntia ficus indica* cladodes. **International Journal Of Biological Macromolecules**, [S.L.], v. 92, n. 1, p. 441-450, nov. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.07.042>.

CHANDRA, S. *et al.* Polyphenolic compounds, antioxidant capacity and quinone reductase activity of an aqueous extract of *Ardisia compressa* in comparison to Mate (*Ilex paraguaiensis*) and Green (*Camellia sinensis*) Teas. **Journal of Agricultural And Food Chemistry**, v. 52, n.11, p. 3583–3589, 2004.

CONTRERAS-PADILLA, Margarita *et al.* Physicochemical and rheological characterization of *Opuntia ficus mucilage* at three different maturity stages of cladode. **European Polymer Journal**, S.L., v. 78, n. 1, p. 226-234, mar. 2016.

CORRALES-GARCÍA, Joel *et al.* Acidity changes and pH-buffering capacity of nopalitos (*Opuntia* spp.). **Postharvest Biology and Technology**, S.L., v. 42, n. 1, p. 169-174, 2004.

COTRIM, Monique de Alvarenga Pinto *et al.* Preparation and Characterization of Okra Mucilage (*Abelmoschus esculentus*) Edible Films. **Macromolecular Symposia**, [S.L.], v. 367, n. 1, p. 90-100, set. 2016. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/masy.201600019>.

CRISTI, María Amenábar *et al.* The rise and demise of plastic shopping bags in Chile – Broad and informal coalition supporting ban as a first step to reduce single-use plastics. **Ocean & Coastal Management**, [S.L.], v. 187, p. 1-13, abr. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ocecoaman.2019.105079>.

CUCINA, Mirko *et al.* The role of waste management in reducing bioplastics' leakage into the environment: a review. **Bioresource Technology**, S.L., v. 337, n. 1, p. 1-12, jul. 2021.

DUBEUX, José Carlos Batista *et al.* Cactus (*Opuntia* and *Nopalea*) nutritive value: a review. **Animal Feed Science And Technology**, [S.L.], v. 275, n. 8, p. 1-11, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2021.114890>.

DEL-VALLE, V. *et al.* Development of a cactus-mucilage edible coating (*Opuntia ficus indica*) and its application to extend strawberry (*Fragaria ananassa*) shelf-life. **Food Chemistry**, v. 91, n. 4, p. 751-756, 2005.

DICK, Melina *et al.* Valorization of *Opuntia monacantha* (Willd.) Haw. cladodes to obtain a mucilage with hydrocolloid features: Physicochemical and functional performance. **International Journal of Biological Macromolecules**, S.L., v. 123, n.1, p. 900-909, 2019.

DICK, Melina *et al.* Mucilage and cladode flour from cactus (*Opuntia monacantha*) as alternative ingredients in gluten-free crackers. **Food Chemistry**, p. 126178, 2020.

ESPINO-DÍAZ, Miguel *et al.* Development and characterization of edible films based on mucilage of *Opuntia ficus-indica* (L.). **Journal Of Food Science**, S.L., v. 75, n. 5, p. 347-352, jan. 2010.

FELKAI-HADDACHE, Lamia *et al.* Microwave optimization of mucilage extraction from *Opuntia ficus indica* Cladodes. **International Journal Of Biological Macromolecules**, S.L., v. 84, n. 1, p. 24-30, 4 dez. 2015.

GALINDEZ, A. *et al.* Characterization of ulluco starch and its potential for use in edible films prepared at low drying temperature. **Carbohydr. Polym.**, S.L., v. 215, p. 143–150, 2019.

GEORGE, Ashish *et al.* A comprehensive review on chemical properties and applications of biopolymers and their composites. **International Journal Of Biological Macromolecules**, [S.L.], v. 154, n. 8, p. 329-338, jul. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.03.120>.

GHERIBI, Rim *et al.* Development of plasticized edible films from *Opuntia ficus-indica* mucilage: a comparative study of various polyol plasticizers. **Carbohydrate Polymers**, [S.L.], v. 190, p. 204-211, jun. 2018.

GHERIBI, Rim *et al.* Enhancement of the physical, mechanical and thermal properties of cactus mucilage films by blending with polyvinyl alcohol. **Food Packaging And Shelf Life**, [S.L.], v. 22, n. 1, p. 1-9, dez. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fpsl.2019.100386>.

HEIDBREder, Lea Marie *et al.* Tackling the plastic problem: a review on perceptions, behaviors, and interventions. **Science Of The Total Environment**, S.L., v. 668, n. 2, p. 1077-1093, 2019.

HENDERSON, Lesley; GREEN, Christopher. Making sense of microplastics? Public understandings of plastic pollution. **Marine Pollution Bulletin**, S.L., v. 152, n. 1, p. 1-15, 20 jan. 2020. <http://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.110908>.

JAKOBEK, Lidija. Interactions of polyphenols with carbohydrates, lipids and proteins. **Food chemistry**, v. 175, p. 556-567, 2015.

JARAMILLO-FLORES, M.E. *et al.* Effect of Thermal Treatment on the Antioxidant Activity and Content of Carotenoids and Phenolic Compounds of Cactus Pear Cladodes (*Opuntia ficus-indica*). **Food Science and Technology International**, S.L., v. 9, p. 271-278, 2003.

KREVELEN, D. W. V. Properties of polymers. 3 ed. São Paulo: **Elsevier**, 1990.

LICHTENTHALER, HK. Chlorophyll and carotenoids: Pigments of photosynthetic biomembranes. **Meth Enzym**, v. 148, p. 331–382, 1987.

LÓPEZ-CERVANTES, Jaime *et al.* Functional properties and proximate composition of cactus pear cladodes flours. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, S.I., v. 3, n. 31, p. 654-659, jul. 2011.

MA, Qianyun *et al.* Rheology of film-forming solutions and physical properties of tara gum film reinforced with polyvinyl alcohol (PVA). **Food Hydrocolloids**, [S.L.], v. 63, n. 1, p. 677-684, fev. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.10.009>.

MADERA-SANTANA, Tomás Jesús *et al.* Mucilage from cladodes of *Opuntia spinulifera* Salm-Dyck: chemical, morphological, structural and thermal characterization. **Cyta - Journal Of Food**, [S.L.], v. 16, n. 1, p. 650-657, jan. 2018. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/19476337.2018.1454988>.

MAJDOUB, H *et al.* Prickly pear nopals pectin from *Opuntia ficus-indica* physico-chemical study in dilute and semi-dilute solutions. **Carbohydrate Polymers**, [S.L.], v. 46, n. 1, p. 69-79, set. 2001. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s0144-8617\(00\)00284-8](http://dx.doi.org/10.1016/s0144-8617(00)00284-8).

MEDINA, E.M. Díaz *et al.* Chemical characterization of *Opuntia dillenii* and *Opuntia ficus indica* fruits. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 103, n. 1, p. 38-45, jan. 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.06.064>.

MEDINA-TORRES, Luis. *et al.* Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus indica*). **Food Hydrocolloids**, v. 14, n. 5, p. 417–424, 2000.

MEDINA-TORRES, Luis *et al.* Study of the antioxidant properties of extracts obtained from nopal cactus (*Opuntia ficus-indica*) cladodes after convective drying. **Journal Of**

The Science Of Food And Agriculture, [S.L.], v. 91, n. 6, p. 1001-1005, 2 fev. 2011. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/jsfa.4271>.

MOHAMED, Salah AA *et al.* Polysaccharides, protein and lipid-based natural edible films in food packaging: A review. **Carbohydrate Polymers**, p. 116178, 2020.

MONRROY, Mariel *et al.* Extraction and Physicochemical Characterization of Mucilage from *Opuntia cochenillifera* (L.) Miller. **Journal Of Chemistry**, [S.L.], v. 2017, n. 1, p. 1-9, 10 maio 2017. Hindawi Limited. <http://dx.doi.org/10.1155/2017/4301901>.

NANDA, Sonil *et al.* Innovations in applications and prospects of bioplastics and biopolymers: a review. **Environmental Chemistry Letters**, [S.L.], v. 1, n. 1, p. 1-17, 29 nov. 2021. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s10311-021-01334-4>.

OKOLIE, Jude A. *et al.* Chemistry and Specialty Industrial Applications of Lignocellulosic Biomass. **Waste And Biomass Valorization**, [S.L.], v. 12, n. 5, p. 2145-2169, 4 jul. 2020. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s12649-020-01123-0>.

OLIVEIRA, Juliana P. F. de *et al.* Spineless cactus as a replacement for sugarcane in the diets of finishing lambs. **Tropical Animal Health And Production**, [S.L.], v. 49, n. 1, p. 139-144, 8 out. 2016. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s11250-016-1170-y>.

OLIVEIRA, M. *et al.* A micro(nano)plastic boomerang tale: a never ending story?. **Trac Trends In Analytical Chemistry**, [S.L.], v. 112, p. 196-200, mar. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.trac.2019.01.005>.

PASCOE-ORTIZ, Sandra *et al.* Identificación de propiedades presentes en jugo de *Opuntia megacantha* Salm-Dyck importantes para la producción de biopolímeros. **Tip Revista Especializada En Ciencias Químico-Biológicas**, [S.L.], v. 22, n. 1, p. 1-10, 11 dez. 2019. Universidad Nacional Autónoma de México. <http://dx.doi.org/10.22201/fesz.23958723e.2019.0.197>.

PATHAK, Swati *et al.* Bioplastics: its timeline based scenario & challenges. **Journal Of Polymer And Biopolymer Physics Chemistry**, S.L., v. 2, n. 4, p. 84-90, 2015.

PERUCINI-AVENDAÑO, Madeleine *et al.* Cladodes: chemical and structural properties, biological activity, and polyphenols profile. **Food Science & Nutrition**, [S.L.], v. 9, n. 7, p. 4007-4017, 10 jun. 2021. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/fsn3.2388>.

PRATA, Joana C. *et al.* COVID-19 Pandemic Repercussions on the Use and Management of Plastics. **Environmental Science & Technology**, [s. l.], v. 54, n. 8, p. 7760-7765, 12 jun. 2020.

RHIM, Jong-Whan; NG, Perry K.W. Natural Biopolymer-Based Nanocomposite Films for Packaging Applications. **Critical Reviews In Food Science And Nutrition**, [S.L.], v. 47, n. 4, p.411-433, 24 abr. 2007.

ROY, Anupam *et al.* Self-assembled carbohydrate nanostructures: synthesis strategies to functional application in food. **Novel Approaches Of Nanotechnology In Food: Nanotechnology in the Agri-Food**, S.L., v. 1, n. 1, p. 133-164, dez. 2016.

SAKATA, Yukoh *et al.* A novel white film for pharmaceutical coating formed by interaction of calcium lactate pentahydrate with hydroxypropyl methylcellulose. **International Journal Of Pharmaceutics**, [S.L.], v. 317, n. 2, p. 120-126, 24 jul. 2006. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijpharm.2006.02.058>.

SEDLARIK, Vladimír *et al.* Structure and conditioning effect on mechanical behavior of poly(vinyl alcohol)/calcium lactate biocomposites. **Polymer Composites**, [S.L.], v. 30, n. 8, p. 1158-1165, 11 set. 2008. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/pc.20672>.

SEPÚLVEDA, E. *et al.* Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. **Journal Of Arid Environments**, S.L., v. 68, n. 1, p. 534-545, jan. 2007.

SILVA, Ana L. Patrício *et al.* Increased plastic pollution due to COVID-19 pandemic: challenges and recommendations. **Chemical Engineering Journal**, [S.L.], v. 405, n. 8, p. 1-9, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cej.2020.126683>.

SILVA, Paula Martínez; NANNY, Mark A.. Impact of Microplastic Fibers from the Degradation of Nonwoven Synthetic Textiles to the Magdalena River Water Column

and River Sediments by the City of Neiva, Huila (Colombia). **Water**, [S.L.], v. 12, n. 4, p. 1210-1216, 24 abr. 2020. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/w12041210>.

SHI, John *et al.* Optimization of the extraction of polyphenols from grape seed meal by aqueous ethanol solution. **Optimization Of The Extraction Of Polyphenols From Grape Seed Meal By Aqueous Ethanol Solution**, S.L., v. 1, n. 2, p. 42-47, abr. 2003.

SLIMEN, Imen Belhadj *et al.* Opuntia ficus-indica as a Source of Bioactive and Nutritional Phytochemicals. **Journal Of Food And Nutrition Sciences**, [S.L.], v. 4, n. 6, p. 162-169, dez. 2016. Science Publishing Group. <http://dx.doi.org/10.11648/j.jfns.20160406.14>.

SOARES, Joana *et al.* Public views on plastic pollution: knowledge, perceived impacts, and pro-environmental behaviours. **Journal Of Hazardous Materials**, [S.L.], v. 412, n. 8, p. 125227, jun. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2021.125227>

STRAPASSON, Alexandre Betinardi *et al.* Etanol, meio ambiente e tecnologia: reflexões sobre a experiência brasileira. **Revista de Política Agrícola**, S.L., v. 3, n. 5, p. 51-63, jul. 2006.

VENTURA-AGUILAR, Rosa Isela *et al.* Cactus stem (Opuntia ficus-indica Mill): anatomy, physiology and chemical composition with emphasis on its biofunctional properties. **Journal Of The Science Of Food And Agriculture**, [S.L.], v. 97, n. 15, p. 5065-5073, 28 ago. 2017. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/jsfa.8493>.

VIEIRA, Érica de Andrade *et al.* Mucilages of cacti from Brazilian biodiversity: extraction, physicochemical and technological properties. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 346, n. 1, p. 1-9, jun. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128892>.