

# UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA CAMPUS V CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E SOCIAIS APLICADAS CURSO DE BACHARELADO EM CIÊNCIAS BIOLÓGICAS

# FILIPE DE CASTRO PATRICIO

# DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOFILMES Á BASE DE XILANA E EUDRAGIT® S100 PARA PRODUÇÃO DE EMBALAGENS BIODEGRADÁVEIS

#### FILIPE DE CASTRO PATRICIO

# DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOFILMES Á BASE DE XILANA E EUDRAGIT® S100 PARA PRODUÇÃO DE EMBALAGENS BIODEGRADÁVEIS

Trabalho de Conclusão de Curso de Ciências Biológicas da Universidade Estadual da Paraíba, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Ciências Biológicas.

Área de concentração: Biotecnologia

Orientador: Prof. Dr. Elquio Eleamen Oliveira

É expressamente proibido a comercialização deste documento, tanto na forma impressa como eletrônica. Sua reprodução total ou parcial é permitida exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, desde que na reprodução figure a identificação do autor, título, instituição e ano do trabalho.

P298d Patricio, Filipe de Castro.

Desenvolvimento e caracterização de biofilmes à base de xilana e eudragit® S100 para produção de embalagens biodegradaveis [manuscrito] / Filipe de Castro Patricio. - 2018. 63 p. : il. colorido.

Digitado.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Ciências Biológicas) - Universidade Estadual da Paraíba, Centro de Ciências Biológicas e Sociais Aplicadas , 2018.

"Orientação : Prof. Dr. Elquio Eleamen Oliveira , Coordenação do Curso de Ciências Biológicas - CCBSA."

1. Bioplásticos. 2. Sustentabilidade. 3. Polímero. 4. Biodegradável. I. Título

21. ed. CDD 628.5

#### FILIPE DE CASTRO PATRICIO

# DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOFILMES Á BASE DE XILANA E EUDRAGIT® S100 PARA PRODUÇÃO DE EMBALAGENS BIODEGRADÁVEIS

Trabalho de Conclusão de Curso de Ciências Biológicas da Universidade Estadual da Paraíba, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Ciências Biológicas

Área de concentração: Biotecnologia.

Aprovada em: 10/12/2018

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Elquio Eleamen Oliveira (Orientador)
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)

Profa. Dra. Daniela Santos Pontes
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)

Me Camila de Oliveira Melo Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)

A minha avó Denise de Castro Ferreira, mãe Janaina de Castro Ferreira e tia avó Silvia Pereira da Costa, DEDICO.

#### **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente eu agradeço a Deus por toda a força que ele me deu para continuar na caminhada, lutando pelos meus objetivos pessoais e profissionais, mesmo que essa batalha esteja apenas começando.

Dedico este trabalho a toda a minha família que sempre acreditaram no meu potencial, principalmente minha avó Denise, minha mãe Janaina e minha tia Silvia, que sempre investiram tudo em mim, confortando meu coração nos momentos difíceis e sorrindo nos momentos alegres.

Agradeço ao meu orientador e amigo Elquio Eleamen por ter me passado um pouco do seu grande conhecimento, serei eternamente grato por ter me dado a oportunidade de conhecer uma nova área que a cada dia em que eu a conhecia mais eu me apaixonava, obrigado por ser meu mestre, paciente e cuidadoso.

Agradeço em especial a minha professora e amiga Daniela Pontes por me encorajar nos momentos mais difíceis da minha vida acadêmica, sempre me mostrando o lado positivo do curso, obrigado por ter deixado a barreira professor/aluno ser quebrada, surgindo assim uma amizade que levarei para o resto da minha vida.

Agradeço aos meus amigos de turma, Otoniel, Maria Helena, Marine Nascimento, Rogerio Faulha e Jesarela, por terem lutado ao meu lado nas batalhas que tivemos ao longo do curso, obrigado pelas parcerias, pelas brigas, pelos momentos de descontração, pelas filas/colas e por tudo que aconteceu, sempre guardarei vocês no meu coração, mesmo que alguns não acreditem que eu tenha coração.

A Toni (Otoniel), Helena e Marine só tenho a agradecer por serem meus melhores amigos desde o começo de tudo, apesar das nossas brigas, vocês foram meus portos seguro, obrigado pelos momentos de alegrias, de fofocas, de lagrimas. Amo muito vocês.

Agradeço aos meus amigos extraclasse, em especial a Sarah Raquel, Alice, Ju Sales, Gabi Duarte, Dani Dantas, Raissa (naja), Kamila Amanda, obrigado por tudo!!

Aos colegas do laboratório LSVM que me ajudaram a crescer cada dia mais, em especial aos amigos que adquiri, Camila, Malu, Silvana, Ana Ligia, Marine, Miguel, Rodrigo e Ernestine, Thamires, Vitoria e Izabele. Agradeço em especial a Camila Melo, por toda a ajuda e suporte que ela/você me deu, obrigado de coração.

Agradeço a minha primeira orientadora Tacyana Pereira, por ter me dado a oportunidade de conhecer o mundo dos cavalos-marinhos e pessoas incríveis como Jessyca Oliveira, Nathalia Oliveira, Camila (Camis) e Juliana Nogueira.

Agradeço a todos os meus professores que me ensinaram a ser o que eu sou hoje, um ser pensante, com olhar mais crítico para o mundo.

Agradeço também aos meus amigos e confidentes Gledson, Willam, Rodrigo, Lucas Silva, Alisson Fernandes, Matheus Pessoa, Wellegton, Sayaka Shoji, Rafinha, Roberio, Melqui, Gabriel Martins, Djocelle, Raissa Feitosa, Elder, Yuren entre outros, amo vocês.

#### **RESUMO**

Com o aumento da utilização de plásticos a base de petróleo e sua baixa capacidade de degradação, as pesquisas tem desenvolvido interesses em biopolímeros devido a sua obtenção através de fontes renováveis, não serem tóxicos e formarem estruturas mais acessíveis a decomposição, sendo possíveis de serem utilizados na fabricação de plásticos biodegradáveis. A xilana é a principal hemicelulose presente no reino vegetal e é responsável por um terço da biomassa renovável disponível na terra. Esse polímero tem diversas funções, seja ele em aplicações na fabricação de papel e impressão têxtil, na indústria farmacêutica e também aplicabilidade na formação de filmes biodegradáveis, porém problemas nas propriedades térmica e mecânicas impossibilitam a sua fabricação em escala comercial, sendo assim necessário estudos mais aprofundados sobre seu comportamento seja ele contendo apenas xilana ou na formação de blendas. O objetivo do trabalho foi produzir biofilmes a partir da mistura de xilana e Eudragit<sup>®</sup> S100, a fim de estudar o comportamento dos filmes formados com a conjugação desses dois polímeros. Os filmes foram submetidos a análise macroscópica, microscópica, de solubilidade, de biodegradabilidade, a análise térmica, de infravermelho, de difratômetria de raios-x e aplicação em frutas. Foram produzidos cerca de treze filmes, porém apenas quatro formulações foram escolhidas pois apresentaram melhores aspectos, sendo submetidas aos testes, foram essas a F10 (150 miligramas de xilana e 100 miligramas de Eudragit<sup>®</sup>), F11 (150 miligramas de xilana e 150 miligramas de Eudragit<sup>®</sup>), F12 (300 miligramas de xilana e 130 miligramas de Eudragit<sup>®</sup>) e F13 (300 miligramas de Xilana, 150 miligramas de Eudragit®), sendo observado que os quatro filmes selecionados apresentaram estabilidade, homogeneidade e elasticidade, não foram encontradas bolhas na sua matriz, e apenas a formulação F13 apresentou rachaduras nas suas bordas, porém não comprometeu as análises que os filmes foram submetidos. Com aumento da concentração de xilana foi observado uma variação no seu brilho, transparência e espessura. No teste de solubilidade foi visto que todos os filmes foram 100% solúveis em água. A biodegradabilidade total dos filmes ocorreu com 10 (dez) dias da montagem do experimento, este resultado mostrou que os filmes apresentam alta biodegradabilidade. Na técnica de difratômetria de raios-X, foi visto que os filmes apresentaram aspectos amorfos, com uma leve cristalinidade nos filmes F10 e F11. Já na análise térmica, foi visto que os filmes F10, F11 e F13 possuíram uma perda de massa de 70%, já o filme F12 foi o filme mais estável, com perda de 40% da sua massa. Os filmes utilizados para o teste de perda de massa e acidez titulável utilizando uvas mantidas em temperatura ambiente, não foram efetivos na contenção de perda de massa no decorrer do armazenamento. Na análise de acidez titulável das uvas, não foi encontrada diferença estatisticamente significativa entre os diferentes tratamentos e o controle, ou seja, os filmes não foram eficientes em controlar a atividade respiratória das uvas, sendo necessário novos testes ou o desenvolvimento de bioplásticos para outras finalidades, como por exemplo o desenvolvimento de sacolas plásticas, reduzindo assim os impactos causados pelos mesmos.

Palavras chave: bioplásticos, sustentabilidade, polímero, biodegradável.

#### **ABSTRACT**

With the increased use of oil-based plastics and your low capacity of degradation, the research has developed interests in biopolymers, because these materials have great potential for your use in the industrial fabrication of plastics. Xylan is the main hemicellulose present in the plant Kingdom and is responsible for a third of the available renewable biomass on Earth, this polymer has several functions, be it in paper-making and textile printing, in the pharmaceutical industry and also in the formation of biodegradable films applicability, but problems in the thermal and mechanical properties make it impossible to your manufacture on a commercial scale and is therefore required more in-depth studies about your behavior is he just Xylancontaining or in blends. The objective of this work was to produce biofilms from the mixture of Xylan and Eudragit® S100, in order to study the behavior of the films formed with the combination of these two polymers. The films were subjected to macroscopic, microscopic analysis, solubility, biodegradability, thermal analysis, infrared, x-ray difratômetria and application in fruit. About thirteen films were produced, however only four formulations were subjected to the tests, being these the F10 (150 milligrams of Xylan and 100 milligrams of Eudragit ®), F11 (150 milligrams of Xylan and 150 milligrams of Eudragit ®), F12 (300 milligrams of Xylan and 130 milligrams of Eudragit ®) and F13 (300 milligrams of Xylan, 150 milligrams of Eudragit ®). It was observed that the four selected films showed stability, homogeneity and elasticity, were not found bubbles in your array, and just the wording F13 owned cracks in its edges but not undertaken the analyses that movies were submitted. With increase in concentration of Xylan was observed a variation on your brightness, transparency and thickness. The solubility was seen that all films were 100% water soluble. Total biodegradability of movies occurred with 10 (ten) days of installation of the experiment, this result showed that the films exhibit high biodegradability. The technique of x-ray difratômetria, it has been seen that the films presented amorphous aspects, with a slight crystallinity in the movies F10 and F11. In thermal analysis, it has been seen that movies F10, F11 and F13 owned a 70% mass loss, since the film was the most stable F12, with loss of 40% of your dough. The films used for the test of mass loss and titratable acidity using grapes kept at room temperature, were not effective in containing mass loss during storage. In the analysis of titratable acidity of the grapes, no statistically significant difference was found between the different treatments and control, that is, the films have not been effective in controlling the respiratory activity of the grapes.

**Keywords:** bioplastic, sustainability, polymer, biodegradable.

# SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
2	REVISÃO DE LITERATURA	12
2.1	Filmes biodegradáveis	12
2.2	Polímeros Naturais Com Finalidade na Elaboração de Bioplásticos	13
2.3	Xilana	14
2.4	Blendas Poliméricas	16
2.5	Eudragit® S-100	16
3	Embalagem alimentícia	18 20
	Objetive Const	
3.1	Objetivo Geral	20
3.2	Objetivos específicos	20
4	MATERIAIS E MÉTODOS	21
4.1	Materiais	21
4.2	Métodos	22
4.2.1	Extração de Xilana.	
4.2.2	Preparação dos filmes de Xilana e Eudragit®	23
4.2.3	Avaliação Macroscópica	
4.2.4	Espessura	
4.2.5	Solubilidade dos filmes em água	
4.2.6	Opacidade	
4.2.7	Biodegradabilidade dos filmes	25
4.2.8	Microscopia Electrônica de Varredura (MEV)	26
4.2.9	Difratometria de raios-x (DRX)	26
4.2.10	Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)	26
4.2.11	Calorimetria Exploratória diferencial (DSC) e análise termogravimétrica (TG)	26
4.2.12	Aplicação em Frutas	26
4.2.13	Perda de Massa	27
4.2.14	Determinação de Acidez Titulável	27
4.2.15	Análise Estatística	27
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	28
5.1	Preparação e caracterização macroscópica dos filmes	28
5.2	Caracterização dos filmes	33
5.2.1	Espessura	33
5.2.2	Solubilidade dos filmes em água.	34
5.2.3	Opacidade	35
5.2.4	Biodegradabilidade	36
5.2.5	Análise microscópica (MEV)	37
5.2.6	Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)	38
5.2.7	Difratometria de raios-x (DRX).	40
5.2.8	Calorimetria Exploratória diferencial (DSC) e análise termogravimétrica (TG)	42
5.3	Aplicação em frutas	45
5.3.1	Perda de Massa	45

5.3.2	Determinação de Acidez Titulável.	47
6	CONCLUSÃO	49
7	^	50

# 1 INTRODUÇÃO

Devido a versatilidade dos plásticos subistituindo materiais como minerais, madeira, fibras naturais e metais, o seu consumo e produção acaba sendo aumentado a cada dia, facilitando a vida do seu consumidor (KOLLER, 2014). Dentre os beneficios estão a versatilidade do material, baixa densidade, impermeabilidade a umidade, transparência, resistência a oxidação e baixa disponibilidade a degradação por microrganimos (KESHAVARZ; ROY, 2010), sendo essa ultima caracteristica, causa do acúmulo no meio ambiente, provocando problemas ecológicos (SHAH, 2008; JAMBECK et al., 2015).

No ano de 2015, estimou-se que a produção de plastico atingiu aproximadamente 380 milhões de toneladas em todo o globo, e destas, cerca de 40% da produção é destinada ás embalagens (GEYER et al., 2017). Dentre a produção de embalagens, 60% é destinada ás embalagens plásticas para revestir alimentos, enquanto o resto abrange aplicações não alimentares, como cuidados de saúde, cosméticos, uso doméstico e vestuário (GROH et al., 2018).

Apesar dos avanços tecnológicos, hoje em dia as embalagens plásticas que são utilizadas ainda possuem origem petroquímica devido a suas diversas vantagens como suavidade, leveza, transparência, custo relativamente baixo, seu bom desempenho mecânico, como tração e resistência e boa barreira ao oxigênio (SIRACUSA, 2012). Dentre esses polímeros os mais comuns são polietileno (PE), polipropileno (PP), politereftalato de etileno (PET), poliestireno (PS) e policloreto de vinila (PVC) (SIRACUSA, 2012; GROH et al., 2018), todos eles com baixa ou não degradabilidade.

Existem duas estratégias básicas para minimizar os problemas decorrentes do enorme consumo e produção de resíduos:

A primeira estratégia consiste na implementação tecnológica eficiente de reciclagem, sustentável economicamente e ambientalmente a longo prazo (KOLLER, 2014). Apesar dessa tecnologia estar avançando, ainda há o problema de consciência social na administração do lixo doméstico (BRAUNEGG; BONA; KOLLER, 2004). A outra estrategia é a formulação de materiais a partir de polímeros naturais que são biodegradáveis. Esses polímeros sofrem cisão em cadeia, seja induzida por microrganismos, em condição especifica de pH, umidade, oxigenação entre outros, levando a uma degradação completa (AVELLA et al., 2005).

A origem desses polímeros naturais podem ser diversas, seja de origem vegetal, animal ou através de microrganismos. Os polímeros que são usados para produção dos biofilmes podem ser polissacarídeos, proteínas, lipídios ou combinações destes (HENRIQUE, CEREDA;

SARMENTO 2008; DELGADO et al., 2016). Um dos polissacarídeos utilizado para produção desses filmes que tem ganhado grande destaque é a xilana (ŠIMKOVIC et al., 2014). A xilana é a principal hemicelulose presente nas plantas e é responsável por um terço da biomassa renovável disponível na terra (PRADE, 1996; EBRINGEROVA; HEINZE, 2000; BAO et al., 2018).

A xilana é um exemplo de heteropolissacarídeo que pode ser obtido a partir de diversos materiais agrícolas, que inclui a palha do trigo, sabugo e espiga de milho, sorgo, cana-de-açucar, casca da produção de amido, entre outros (EBRIGEROVÁ; HEINZE, 2000; KAYSERILIOGLU et al., 2003), devido a sua ampla obtenção em diversas fontes de materiais renováveis, a xilana se torna um polímero que se destaca para o desenvolvimento de diversos materiais, dentre eles filmes biodegradáveis.

Apesar da formação de filmes a partir da xilana, ela por si só não produz filmes estáveis, o que faz necessário a utilização de um segundo polímero (LUCENA et al., 2017). O segundo polímero escolhido foi o Eudragit<sup>®</sup> S100, esse apresenta-se como um pó branco, sendo um polímero aniônico da polimerização do ácido metacrílico e do metilmetacrilato (CHOURASIA; JAIN, 2003)

Devido a versatilidade desse polímero, há estudos utilizando o Eudragit<sup>®</sup> S100 com diversas utilidades, seja na formulação de adesivos transdérmicos (MADAN et al., 2015), nanoparticulas (YOO et al., 2011), micropartículas, dispersões sólidas e cristais esféricos (EL MAGHRABY et al., 2014), entrega de droga específica no cólon (SAREEN et al., 2013), sustentação de liberação e melhoria na biodisponibilidade, dentre outras áreas (PATRA et al., 2017). Apesar de ser um polímero sintético, o mesmo não é toxico ao homem e ao meio ambiente.

Apesar de existir diversos estudos que utilizam outros biopolímeros para produção desses filmes biodegradáveis tais como a celulose, quitosana e o glúten, a literatura ainda é escassa de filmes a base de xilana e outro polímero, formando filmes estáveis (GOKSU et al., 2007). Com isso o objetivo do trabalho foi produzir filmes compostos a partir de xilana com o Eudragit<sup>®</sup> S100, a fim de estudar seu comportamento e características morfológicas, tendo em vista futura aplicação desses filmes na indústria de embalagens com a finalidade de diminuir os impactos causados por produtos plásticos ao meio ambiente.

# 2 REFERENCIAL TEÓRICO

#### 2.1 Filmes Biodegradáveis

Atualmente um dos problemas enfrentados por todas as nações é o combate a produção e consumo de plástico derivados de polímeros sintéticos, devido ao seu descarte incorreto e acúmulo no ambiente (SIRACUSA et al., 2012). Pesquisas tem sido desenvolvidas no intuito de incrementar e/ou desenvolver plásticos a partir de polímeros naturais, derivados de fontes renováveis, sejam eles plantas, microrganismos e/ou animais. Esses materiais, além de não agredirem o meio ambiente devido sua composição, podem apresentar desempenhos favoráveis iguais aos plásticos convencionais (LANDIM et al., 2015; MENDES, 2017).

Os plásticos derivados de polímeros naturais são conhecidos como bioplásticos, esses bioplásticos são capazes de serem biodegradados enzimaticamente por organismos vivos como bactérias, leveduras e fungos; essa degradação tem como produto final o gás carbônico, água e biomassa (sob condições aeróbicas) (SAWADA et al., 1994; FARIAS, 2016), hidrocarbonetos, metano e biomassa (sob condições anaeróbicas) (SAWADA et al., 1994; FECHINE, 2010; FARIAS, 2016).

Materiais biodegradáveis trazem diversas vantagens em relação a materiais não-biodegradáveis, destacando o processo de fabricação com elementos não tóxicos, utilização de produtos provenientes de fontes renováveis, alta biodegradabilidade e adicionalmente a biomassa que é resultante da biodegradação (THARANATHAN, 2003). Esses materiais podem ser tanto enviados para aterros sanitários ou compostagem (KOLYBABA et al., 2006), o atributo da compostagem é muito importante para esses materiais, pois a reciclagem é energeticamente custosa, enquanto a compostagem permite a degradação, diferentemente dos derivados da indústria petroquímica (ARENAS, 2012).

A velocidade de biodegradação depende de diversos fatores, como temperatura, umidade, número e tipo de microrganismo (ARENAS, 2012). O objetivo da utilização dos polímeros biodegradáveis é imitar o ciclo de vida da biomassa, que inclui a conservação dos recursos fósseis, produção de água e dióxido de carbono (THARANATHAN, 2003).

Microrganismos são capazes de consumir plásticos biodegradáveis em sua totalidade acerca de 6 a 12 semanas (KOLYBABA et al., 2008; SIRACUSA et al., 2008). Plásticos produzidos utilizando amido termoplásticos podem ser degradados em 45 dias em compostagem controlada e água (SIRACUSA et al., 2008), já filmes compostos por xilana e

gelatina possuem uma alta biodegradabilidade, tendo sua degradação em 15 dias (LUCENA et al., 2017)

Diversos materiais são fabricados utilizando materiais biodegradáveis, dentre eles estão as embalagens para alimentos e produtos não alimentícios, produtos de uso pessoal e de saúde como guardanapos, absorventes femininos, fraldas, copos, pratos, dentre outros produtos de consumo do dia-a-dia (DAVIS; SONG, 2006). Dentre eles o que atualmente causa grande impacto é o destinado a revestimento de alimento devido a problemas em sua reciclagem.

#### 2.2 Polímeros Naturais Com Finalidade na Elaboração de Bioplásticos

Os polímeros naturais biodegradáveis podem ser derivados de quatro fontes principais: animal (colágeno/gelatina), frutos do mar (quitina/quitosana), microbiana (ácido polilático ou PLA, polihidroxialcanoatos ou PHA e polihidroxibutaratos PHB) e de origem agrícola (lipídios, proteínas e polissacarídeos (figura 1) (THARANATHAN, 2003; KOLYBABA et al., 2008).

Origem animal Colágeno/gelatina

Resíduos da indústria de processamento de frutos do mar - Quitina/quitosana

Fontes microbianas Pululano, Ácido poliláctico,
Polihidroxialcanoatos e
Polihidroxibutarato.

Origem agrícola

Lipídios/gorduras - Cera de abelha, Cera carnaúba e
Ácidos graxos livres

Proteínas - Zeina, soja, soro de leite, glúten de trigo

Ignocelulósico), Amido e
Pectinas/borrachas

**Figura 1**: Representação esquemática de fontes naturais de obtenção de polímeros naturais utilizados para formulação de filmes

FONTE: THARANATHAN, 2003

Dentre esses polímeros utilizados, sejam ele polissacarídeo, proteína e compostos lipídicos, cada um fornece funcionalidade diferente ao filme (GUILBERT; CUQ; GONTARD, 1997). Filmes compostos por polissacarídeos possuem efetiva barreira à migração de óleos e gorduras e as proteínas servem de barreira aos gases (MILLER; KROCHTA, 1997; TANADA-PALMU; GROSSO, 2005). Já filmes formados a partir de lipídios, apesar de terem ótimas propriedades de barreira ao vapor de água, podem oxidar não podendo executar sua principal finalidade que é para proteção (GUILBERT; CUQ; GONTARD, 1997).

A força coesiva de um filme é relacionada aos diversos fatores, como a estrutura química do polímero, presença de aditivos, como agentes de ligações cruzadas, natureza do solvente, e condições do meio durante a produção dos filmes a fim de formar uma matriz coesa e contínua (DENAVI et al., 2009; FARIAS, 2016). A força de coesão influencia a resistência, flexibilidade e permeabilidade dos filmes (KESTER; FENNEMA, 1986; GONTARD; GUILBERT; CUQ, 1993).

#### 2.3 Xilana

A parede celular das plantas é considerada um composto polimérico, a mesma possui uma composição variada, basicamente celulose, pectina, lignina e um grupo de polissacarídeos conhecidos como hemiceluloses, sendo uma característica desses polissacarídeos a insolubilidade em água e solubilidade em meios alcalinos (WHISTLER; SMART, 1953; SILVA et al., 1998). As hemiceluloses são um complexo de carboidratos poliméricos que estão intrinsecamente associados com a celulose, tendo influência nas propriedades estruturais na parede celular e também desempenham funções na regulação do crescimento e desenvolvimento das plantas (FERREIRA et al., 2009).

A xilana (figura 2) é a principal hemicelulose encontrada em diversas plantas terrestres e até mesmo em tecidos vegetais diferentes em uma mesma planta (HABIBI; VIGNON, 2005), sendo o terceiro polissacarídeo mais abundante na natureza, representando cerca de um terço de todo o carbono orgânico renovável na terra (KAYSERILIOĞLU et al., 2003; COLLINS et al., 2005). A xilana é um tipo de heteropolissacarídeo que pode ser obtido de diversos resíduos agrícolas, nos quais incluem-se a palha de trigo, sabugo e espiga do milho, sorgo e cana-deaçúcar, cascas de produção de amido, entre outros (EBRINGEROVÁ; HEINZE, 2000; KAYSERILIOGLU et al., 2003). A xilana presente no sabugo do milho representa cerca de 60% dos polissacarídeos presentes na parede celular, é constituída de unidades D-xilopiranose

na cadeia principal ligada através de ligações glicosídicas β- (1→4) (EBRIGEROVÁ; HROMÁDKOVÁ, 1997; GOMES, 2011).

Figura 2: Estrutura química da xilana

FONTE: SILVA et al., 2012

Trabalhos anteriores mostraram que a xilana pode ser usada como aditivo na fabricação de papel, têxtil e também pode ser aplicado na indústria farmacêutica (HROMADKOVÁ et al, 1999; OLIVEIRA et al., 2010; SAXENA et al., 2011), formação de hidrogéis, etanol, xilitol, etc (NAIDU; HLANGOTHI; JOHN, 2018).

Outra aplicabilidade desse material é na produção de filmes biodegradáveis, que vai desde a formação de filmes de revestimento de alimento a produção de filmes transdérmicos (KAYSERILIOGLU et al., 2003; MIKKONEN; TENKANEN, 2012; LUCENA, 2014; LUCENA et al., 2017). Alekhina et al. (2014) desenvolveram filmes e revestimento biodegradáveis para aplicação de embalagens com xilana carboximetilada, Escalante et al. (2011) desenvolveram filmes para aplicação como embalagens de alimento a fim de servir como barreira ao oxigênio utilizando xilana extraída do abeto.

Essa versatilidade na aplicabilidade da xilana se dá devido a sua estrutura química, tendo em vista a quantidade de grupos de hidroxila na cadeia principal, que são facilmente modificados por diferentes métodos químicos (CHEN et al., 2016), alem disso, a xilana é um polimero não tóxico e biocompatível (NAIDU; HLANGOTHI; JOHN, 2018).

No entanto, a xilana por sí só não forma filmes estáveis o que exige uma combinação com outros polímeros para melhorar suas propriedades como formadora de filmes (GOKSU et al., 2007).

#### 2.4 Blendas Poliméricas

Blendas ou blendas poliméricas é o nome dado a mistura física entre dois ou mais polímeros, os mesmos possuem grande importância devido ao surgimento de novos materiais pela combinação de propriedades de interesse dos polímeros que são utilizados na mistura (WORK *et al.*, 2004). A formação de blenda tem como objetivo de melhorar as características físicas, químicas e mecânicas que um dos polímeros por si só possui, as junções de ambos podem minimizar ou melhorar tornando-se favoráveis para sua utilização (PELISSARI et al., 2009).

O estudo de formação de blendas tem crescido em diversas áreas, seja ele no setor automotivo, elétrico e eletrônico, de embalagem de construção aeronáutica e de utensílios domésticos, como sacolas plásticas e embalagens alimentícias (LUNA et al., 2015).

A modificação dos polímeros é uma excelente alternativa tecnológica para obtenção de materiais poliméricos com uma diversidade de especificação a um custo relativamente baixo por meio de combinações de polímeros com as propriedades de interesse desejadas (PAUL; BUCKNALL, 2000).

# 2.5 Eudragit® S-100

Um dos polímeros mais bem estudados e utilizados para fins tecnológicos, principalmente na indústria farmacêutica é o derivado do ácido metacrílico, metilmetacrilato e etilacrilato denominados comercialmente como Eudragit ou polimetacrilatos (CHOURASIA; JAIN, 2003). Esse polímero sintético pode ser catiônico e aniônico, sendo comercialmente disponível em forma de pó seco, dispersão aquosa e solução orgânica (ROWE et al., 2006). Comercialmente existem diversos tipos de Eudragit´s, dentre eles estão o E, L, S, NE, RL e RS (figura 3), sendo diferenciados pela estrutura molecular (SILVA, 2009).

Figura 3: Representação esquemática da estrutura química de vários tipos de Eudragit®

FONTE: VANDAMME et al., 2002

O Eudragit S-100 (E-S100) é um polímero sintético aniônico sendo esse sólido encontrado sob a forma de pó branco, possui peso molecular de 125.000 g/mol, valor ácido de 190 mg KOH/g de polímero e temperatura de transição vítrea de > 150° C (PATRA et al., 2017).

Devido a sua solubilidade dependente do pH, sendo solúvel em pH 7,0 é amplamente utilizado na indústria farmacêutica no sistema de liberação colônica (RUBIMSTEIN, 1995; RAFFIN et al., 2006), possuindo a proporção entre grupos carboxilas livres e grupos ésteres de aproximadamente 1:2 (figura 4) (CHOURASIA & JAIN, 2003).

Figura 4: Estrutura química do Eudragit® S100

# 2.6 Embalagem alimentícia

Os filmes ou biofilmes são materiais que possuem uma espessura fina e são utilizados como barreira a agentes externos, suas propriedades mecânicas e de barreira são dependentes do tipo de suporte que é utilizado para a sua produção e da interação e concentração das moléculas que vão compor seu material, por isso a escolha do polímero é importante (KROCHT; BALDWIN; NISPEROS-CARRIEDO, 1994; THARANATHAN, 2003) pois é ela que dará a característica ao mesmo.

Existem diversas técnicas para a formação dos filmes como *dip-coating*, *spin-coating* e *casting*, no qual destaca-se o método de *casting*, pois é o que em escala laboratorial apresenta melhor resultado (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010). A técnica de *casting* consiste no espalhamento da solução filmogênica sobre um substrato, seja placa de vidro, plástico ou outro material, a evaporação total do solvente faz com que apenas reste o filme na superfície do substrato (AMBROSI et al., 2008; MORAES, 2009).

Os filmes poliméricos são muito utilizados para embalar alimentos devido ao seu baixo custo, boas características mecânicas e barreiras. Essas embalagens plásticas possuem diversas utilidades em diversos setores, principalmente o alimentício, de higiene, de cosméticos e farmacêutico (VIEGAS, 2016; GROH et al., 2018). As embalagens além da sua função de proteção, podem atrair a atenção, transmitir confiança a quem está consumindo e produzir impressão favorável de que cumprirá seu papel (CRIPPA et al., 2007; VIEGAS, 2016).

Por muitos anos os polímeros sintéticos têm sido a solução mais viável para fabricação de materiais plásticos, devido ao seu baixo custo, alta disponibilidade, boas propriedades mecânicas e resistência contra água e gordura (ROSA et al., 2001; VIEGAS, 2016), porém apesar dessas vantagens, os polímeros sintéticos muitas vezes não são recicláveis e nem biodegradáveis e se descartado de forma incorreta podem causar problemas ambientais (NORTH; HALDEN, 2013) ou a saúde humana (HALDEN, 2010).

Dentre os problemas ambientais, estão o acumulo de plásticos que não são degradáveis e são descartado no meio ambiente (JAMBECK et al.m 2015), geração de microplásticos secundários e nanoplasticos (GALLOWAY, 2015; GALLOWAY; LEWIS, 2016) e liberação de produtos tóxicos durante a fabricação e uso (BIRYOL et al., 2017; CAPOROSSI; PAPALEO, 2017), seja no aterro (SARIGIANNIS, 2017), incineração (FRANCHINI et al., 2004), ou descarte inadequado no meio ambiente (GALLO et al., 2018;).

Os estudos no desenvolvimento de diferentes tipos de materiais para embalagens têm sido cada vez maiores, com a finalidade de melhorar a sua eficácia na manutenção e na

qualidade dos alimentos (RHIM *et al.*, 2013). Apesar dos estudos a respeito dos biopolímeros crescerem a cada dia, suas limitações técnicas como a presença de rachaduras, bolhas de ar e transparência, tornam difícil sua processabilidade e seu uso, porém a mudança do biopolímero com a formação de blendas, compósitos e nanocompósitos podem viabilizar o processamento e o uso dos mesmos em diversas aplicações (KAYSERILIOGLU et al., 2003; FECHINE, 2010; LUCENA et al., 2017).

Na literatura pode-se encontrar diversos trabalhos nesta área utilizando filmes para a formação de embalagens biodegradáveis. Temos o desenvolvimento e caracterização de filmes de xilana e gelatina para embalagens de frutas utilizando o plastificante glicerol (LUCENA et al., 2017), Fakhouri et al. (2007) desenvolveram filmes de gelatinas com diferentes concentrações de amidos nativo (arroz, batata, sorgo e trigo) com a finalidade de conservar uvas. KAYSERILIOGLU et al. (2003) adicionaram xilana ao glúten para desenvolver filmes biodegradáveis, porém na literatura não encontramos filmes contendo xilana e Eudragit® S-100 para formação de filmes com finalidade de embalagem alimentícia.

#### **3 OBJETIVOS**

# 3.1 Objetivo Geral

Produzir filmes a partir da xilana e Eudragit<sup>®</sup> S100, a fim de avaliar suas características morfológicas, químicas e físico-químicas para futura aplicação na indústria de produção de embalagens biodegradáveis.

# 3.2 Objetivo específico

- Produzir biofilme a partir de xilana e Eudragit<sup>®</sup>;
- Avaliar as características morfológicas dos biofilmes formados;
- Estudar a influência da concentração do Eudragit® nos biofilmes;
- Estudar a influência da xilana nos biofilmes formados;
- Avaliar a solubilidade, espessura, opacidade e biodegradabilidade;
- Caracterizar este biofilme utilizando as técnicas de difração de raios-X (DRX),
   espectroscopia de infravermelho e calorimetria explanatória diferencial (DSC);
- Avalaiar as propriedades de contenção de perda de massa dos filmes compostos por xilana e Eudragit<sup>®</sup>;

# **4 MATERIAIS E MÉTODOS**

#### **4.1 MATERIAIS**

#### Compostos químicos

- Xilana extraída no Laboratório de Síntese e Vetorização de Moléculas LSVM,
   UEPB, Brasil;
- Eudragit® S-100 **Degussa** (**Alemanha**);
- Glicerol **Vetec**;
- Água Destilada;
- NaOH Vetec;

# **Equipamentos**

- Agitador magnético (modelo AREC F20500011 Velp Scientifica);
- Balança analítica (modelo AUW220D- SHIMADZU);
- Espectrofotômetro de FTIR (modelo IRPrestige-21, SHIMADZU -Japão);
- Difratometro de raios-X (modelo D8- Advance, Bruker);
- Analisador térmico simultâneo (modelo STA 449F3 Júpiter NETZSCH);
- Espectrofotômetro (modelo SP-220 Spectrum);
- Microscópio Eletrônico de Varredura (modelo VEGA3 SBH TESCAN);
- Placa de acetato;
- Placa de petri de vidro;
- Medidor de pH (modelo NI-PHM Novainstruments);
- Paquímetro Digital (Lee tools);
- Termômetro Digital (modelo TE350).

# **4.2 MÉTODOS**

#### 4.2.1 Extração da Xilana

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Síntese e Vetorização de Moléculas (LSVM). A xilana utilizada no experimento foi obtida através do sabugo do milho, sendo esse primeiramente triturado, após a trituração o mesmo foi colocado em um Becker na proporção de 1 litro de água destilada para cada 30 gramas de sabugo triturado. O recipiente foi protegido com um filme plástico mantendo o meio sob agitação continua por 24 horas com auxilio do agitador mecânico. Ao final desta etapa, a agitação foi interrompida, para ser realizado a filtração do conteúdo utilizando o sistema de papel filtro. Após a filtragem, o sabugo de milho triturado foi colocado em um recipiente e posto em estufa a 55°C para secagem, o sabugo triturado foi retirado, assim que estivesse seco, para prosseguir com os próximos processos da extração.

O material seco foi tratado com hipoclorito de sódio (NaCIO) a 1,3% (v/v). Usando uma proporção de 200mL de NaCIO contendo 5g de detergente neutro para cada 10g do sabugo triturado. O meio foi mantido em agitação mecânica por 1 hora e ao final deste processo, foi repetido o protocolo de secagem descrito anteriormente. A massa do sabugo triturado foi pesada para a determinação da quantidade do solvente a ser utilizado no tratamento com hidróxido de sódio (NaOH) 4% (v/v) na proporção de 1:10 do resíduo de milho. O mesmo foi mantido sobre agitação constante por um período de 4h. Após a filtração o resíduo foi desprezado e o filtrado foi submetido a neutralização com a adição de ácido acético glacial (CH<sub>3</sub>COOH), o pH foi verificado com auxílio do pH-metro.

Após a etapa de neutralização, foi realizada a precipitação da xilana pela adição de metanol. Na proporção 1:1,5 (v/v) da solução extrativa e metanol, respectivamente. Após a precipitação, a xilana foi então lavada quatro vezes com metanol e filtrada com o auxílio de um funil sinterizado. A xilana depositada no funil foi transferida para um becker e ficou sob agitação com metanol. Ao final, foi feita uma lavagem com isopropanol P.A. e a xilana foi colocada em repouso por um período de 12 horas dentro da geladeira. A xilana foi filtrada novamente com auxílio de um funil sinterizado e foi realizado o processo de secagem em estufa a uma temperatura entre 55-60°C. Nesta última etapa a xilana foi dividida em frações e colocada em gral, pulverizando o material a cada 5 minutos, até o mesmo estar com aspecto seco (OLIVEIRA, 2006).

# 4.2.2 Preparação dos filmes de Xilana e Eudragit® S-100

Os filmes foram produzidos a partir de dispersão aquosa contendo uma quantidade variada de Eudragit<sup>®</sup>, a proporção variou de 0,1 grama à 0,15 gramas em 9 ml de água destilada e 1 ml de NaOH 1 normal (N) agitados por 20 minutos. A xilana também foi solubilizada em 1 ml de NaOH e 9 ml de água destilada agitados a 20 minutos, a proporção da mesma também variou de 0,15 gramas a 0,30 gramas. Foi adicionado 0,130 gramas de glicerol, as dispersões foram misturadas, agitadas por 5 minutos e adicionadas a placa de petri e placa de acetato para secagem em estufa (35° C por 24 horas), sendo realizado o método de *casting*. Os filmes (tabela 1) foram avaliados e as melhores formulações foram selecionadas para os próximos testes.

Tabela 1 – Formulações desenvolvidas com diferentes concentrações de Xilana, Eudragit®, NaOH, plastificante, placa utilizada e temperatura

Identificação	Quantidade de Xilana (mg)	Quantidade de Eudragit (mg)	NaOH 1N (ml) na Xilana	H20 Destilada na Xilana	NaOH (ml) no Eudragit	H20 Destilada no Eudragit	Quantidade de plastificante (mg)	Placa	Temperatura da estufa (°C)
F1	150	150	6	4	1	9	173	Petri	40
F2	150	300	6	4	1	9	173	Petri	40
F3	150	450	6	4	2	8	173	Petri	40
F4	150	150	6	4	1	9	173	Acetato	40
F5	150	300	6	4	1	9	173	Acetato	40
F6	150	450	6	4	2	8	173	Acetato	40
F7	150	450	6	0	6	0	178	Acetato	40
F8	150	450	6	4	1	9	178	Petri	40
F9	150	150	6	4	1	9	100	Acetato	32
F10	150	100	1	9	1	9	130	Acetato	32
F11	150	150	1	9	1	9	130	Acetato	32
F12	300	130	1	9	1	9	130	Acetato	32
F13	300	150	1	9	1	9	130	Acetato	32

# 4.2.3 Avaliação Macroscópica

Os filmes formados foram retirados da placa de acetato e avaliados quanto às suas características morfológicas: ausência de bolha de ar, presença de rachaduras, homogeneidade (GABAS; CAVALCANTI, 2003), elasticidade, brilho, textura, resistência.

#### 4.2.4 Espessura

A espessura dos filmes, foi medida com um paquímetro digital marca Lee, sendo determinado como a média de três medidas aleatórias em diferentes partes do filme de acordo com LUCENA et al. (2017).

#### 4.2.5 Solubilidade dos filmes em água (S)

A solubilidade dos filmes em água foi determinada em triplicata. Para isto, esses foram cortados em discos de 15 mm de diâmetro. Determinou-se a porcentagem inicial de matéria seca em estufa (100 °C por 24 horas). Após pesagem, as amostras foram imersas em água destilada e agitadas por 24 horas em temperatura ambiente. Após esse período, as amostras foram filtradas e secas novamente (100 °C por 24 horas) para determinar a massa da matéria seca que não se solubilizou em água (Equação 1) adaptado de Fakhouri et al. (2007) e Yamashita et al. (2005).

$$S = \frac{Massa\ Inicial - Massa\ final}{Massa\ inicial}\ x\ 100 \quad (1)$$

# 4.2.6 Opacidade

A opacidade dos filmes foi determinada em duplicata em espectrofotômetro (Spectrum), no qual foram fixados no orifício de passagem da luz UV-Vis para se obter a transmitância do filme na região do visível (500 e 600 nm) de acordo com LUCENA et al. (2017).

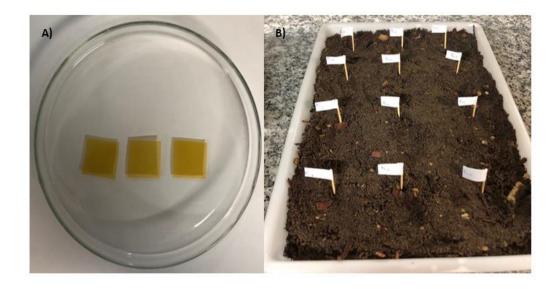
# 4.2.7 Biodegradabilidade dos filmes

O teste de biodegradabilidade foi realizado de acordo com a metodologia de Oliveira (2007). A duração deste processo foi de 20 dias, onde os filmes foram cortados (15x15mm) (figura 5) e pesados em balança analítica. Após a pesagem, as amostras foram colocadas em um recipiente plástico medindo 64 mm de comprimento, 330 mm de largura e 85 mm de profundidade contendo solo. O solo foi pulverizado com água sempre que preciso para manutenção da umidade.

Os filmes foram distribuídos no solo, de modo que ficassem igualmente em contato com a mistura. No 10° dia do experimento, um pedaço do filme foi retirado, foi lavado e seco em estufa (50°C por 2 horas), para posterior pesagem em uma balança analítica. A taxa de biodegradabilidade foi medida de acordo com a equação 2. O teste foi realizado em triplicata de acordo com Lucena (2011)

$$Varia$$
ção de Peso (%) =  $\frac{Peso\ Inicial - Peso\ Final}{Peso\ Final} \ x\ 100$  (2)

**Figura 5**: Teste de biodegradabilidade dos filmes. (A) Filmes em triplicata cortado em quadrados e (B) filmes distribuídos nas camadas do solo



# 4.2.8 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A morfologia detalhada das amostras dos filmes foi analisada através da Microscopia Eletrônica de Varredura (Tescan, modelo VEGA3 SBH). Para isso foi utilizado um porta-amostra com fita de carbono, onde os filmes foram adicionados. Foi utilizada uma tensão de aceleração de 30 kV e detectores de elétrons secundários e elétrons retroespelhados LUCENA *et al.* (2017).

#### 4.2.9 Difratometria de raios-X (DRX)

O estado físico dos filmes foi analisado em difratômetro de raios-X (D8 advanced, Bruker) usando radiação de CuKa ( $\lambda$ = 0,15418 nm, com tubos de voltagem 40 Kv e corrente de tubo 20 mA). As amostras foram analisadas com ângulo de varredura ao longo de 2 $\theta$  variando de 5 $^{\circ}$  a 70 $^{\circ}$ , com velocidade de 2 $^{\circ}$ /min.

#### 4.2.10 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)

Espectros de FT-IR foram obtidos em espectrofotômetro (modelo IRPrestige-21, SHIMADZU -Japão) pela técnica de refletância total atenuada (ATR) na faixa espectral de 4000 a 700 cm-1. Foram analisados os filmes com as diferentes proporções dos polímeros.

# 4.2.11 Calorimetria Exploratória diferencial (DSC) e análise termogravimétrica (TG)

As propriedades térmicas dos filmes foram analisadas em equipamento (Analisador térmico simultâneo NETZSCH STA modelo 449 F3- JUPTER) com medidas simultâneas de DSC e TG, com razão de aquecimento de 10°C/min, com intervalo de temperatura de 40 a 500 °C em atmosfera de gás nitrogênio com fluxo de 100mL/min.

# 4.2.12 Aplicação em uvas

As uvas foram imersas durante 30 minutos em solução de água e hipoclorito (0,01%). Após este período, as frutas foram retiradas da solução e mantidas sob temperatura ambiente até a secagem completa. As frutas já secas e higienizadas foram divididas em grupos, sendo cada grupo imerso, durante 1 minuto, em uma solução filmogênica diferente. As uvas

permaneceram sob temperatura ambiente por 12 horas, até a secagem completa da película. Para o tratamento controle, as frutas foram preparadas da mesma maneira, mas ao invés da imersão na solução filmogênica, foram imersas em água destilada por 1 minuto (FAKHOURI et al., 2007).

#### 4.2.13 Perda de massa

Com o auxílio de uma balança analítica foram determinadas as perdas de massa, conforme descrito por Lemos (2006). As uvas foram pesadas no dia da montagem de experimento e a cada cinco dias (até o fim de período de armazenamento 20 dias) um grupo (três uvas) submetido a cada tratamento (diferentes soluções filmogênicas) foi lavado com água para remoção da película, secado e posteriormente pesado. Os resultados foram expressos em porcentagem considerando-se a diferença entre a massa inicial e massa obtida a cada intervalo de tempo. A perda de massa foi calculada por meio da equação 3.

$$PM (\%) = \frac{Massa Inicial - Massa final}{Massa Final} x 100$$
 (3)

Onde PM (%) = Porcentagem de Perda de Massa Parcial Acumulada.

#### 4.2.14 Determinação da acidez titulável

As amostras para realização dos testes de acidez titulável foram feitas seguido a metodologia modificada de Lemos (2006), as análises foram realizadas com as uvas recém adquiridas e repetidas a cada cinco dias, até o fim do período de armazenamento (20 dias). Nos dias de análise as uvas foram lavadas para remoção das películas e postas para secagem.

Essas frutas secas foram trituradas em um liquidificador e filtradas em peneiras. Adicionou-se a erlenmeyers 2 ml do filtrado do sumo das uvas, 10 ml de água descarbonada e 5 gotas da solução indicadora (fenoftaleína). Foi utilizado NaOH 0,1 normal para a titulação desse filtrado e os resultados foram expressos em % de ácido tartárico por 100g de fruto.

# 4.2.15 Análise Estatística

Os testes de variância (ANOVA) entre as propriedades dos filmes foram realizados utilizando o programa estatístico (BioEstat). As diferenças estatísticas entre as médias foram detectadas através do teste de Tuckey (p≤0,05).

# 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 5.1 Preparação e caracterização macroscópica dos filmes

Foram produzidos aproximadamente treze filmes com diferentes concentrações de xilana, Eduragit<sup>®</sup> e glicerol (plastificante) a fim de encontrar a melhor formulação para realização dos testes. Foram escolhidas quatro diferentes formulações (tabela 2), no qual apresentaram melhores aspectos (tabela 3), tendo variação de concentração dos polímeros, o suporte escolhido para formação do filme foi a placa de acetato, visto que o filme aderia na placa de petri de vidro, o que impossibilitando sua remoção.

Tabela 2 – formulações escolhidas para caracterização

		Formulações	
F10	150 mg de xilana	100 mg de Eudragit®	130 mg de glicerol
F11	150 mg de xilana	150 mg de Eudragit®	130 mg de glicerol
F12	300 mg de xilana	130 mg de Eudragit®	130 mg de glicerol
F13	300 mg de xilana	150 mg de Eudragit®	130 mg de glicerol

Fonte: própria do autor

Foi observado que com o aumento da concentração de xilana os filmes passaram a ter modificação em algumas características macroscópicas, como uma redução na sua transparência, presença de riscos e sua coloração, sendo eles mais amarelado. Porém diferentemente do que foi encontrado por Lucena et al (2017) utilizando filmes de xilana e gelatina, os filmes não possuíram redução do seu brilho, podendo ser influência da concentração de Eudragit<sup>®</sup> visto que a mesma forma filmes brilhosos.

Tabela 3 – Caracterização macroscópica dos filmes F10, F11, F12 e F13

Identificação	Resistência	Brilho	Transpaência	Elasticidade	Homogeneidade	Textura	Rachadura	Presença de bolhas
F10	Média	Médio	Média	Média	Alta	Lisa	Ausente	Ausente
F11	Alta	Médio	Média	Baixa	Alta	Lisa	Ausente	Ausente
F12	Alta	Alto	Baixa	Baixa	Alta	Lisa	Ausente	Ausente
F13	Alta	Alto	Baixa	Baixa	Alta	Lisa	Presente	Ausente

Fonte: própria do autor

Outros trabalhos também relataram a influência dos polissacarídeos nas características dos filmes, Gabbas e Cavalcanti (2003) produziram filmes com Goma Arábica e o Eudragit RS30D®, e verificou que com o aumento da concentração do carboidrato os filmes apresentaram variações na sua transparência, já Bunhak et al. (2007b) produzindo filmes com o polímero sintético Surelease® e sultafo de condroitina, verificaram que com o aumento do sulfato de condroitina, características como transparência e flexibilidade foram reduzidas, resultados também visto em filmes de sulfato de condroitina e Eudragit RS30D® (BUNHAK et al., 2007a)

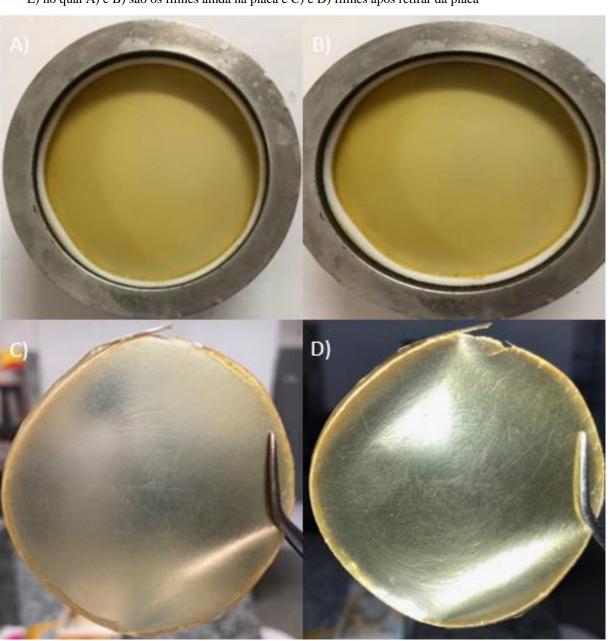
A necessidade da utilização de um segundo polímero é muito importante quando o objetivo do trabalho é a produção de filmes de xilana, isso ocorre devido a esse carboidrato ser pouco solúvel em água o que impossibilita a formação de filmes contínuos (ALEKHINA et al., 2014). Trabalhos utilizando apenas xilana na formulação dos filmes, esses filmes apresentaram rachaduras e não formaram filmes contínuos, o que impossibilitou a utilização da mesma (GABRIELII et al., 2000; LUCENA et al., 2017).

A xilana é um polímero que possui sua estrutura ramificada contendo diversos açucares e substituintes, dependendo da fonte agrícola que a mesma foi obtida, que são ligadas a cadeia principal da xilose (KAYSERILIOGLU et al., 2003). Esta estrutura heterogênea pode ser eficaz para estabilização da estrutura complexa na formação dos filmes (LUCENA, 2014). A xilana obtida pelo sabugo de milho promove filmes mais elásticos e menos rígidos a rupturas, quando comparados a os outros filmes que são produzidos pela xilana extraída de outras fontes agrícolas (KAYSERILIOGLU et al., 2003).

Quando observado as características macroscópicas dos filmes, é verificado que nenhuma das formulações apresentaram bolhas em sua estrutura, o filme F10 (Figura 6) foi o que apresentou maior elasticidade e fragilidade a ruptura dos quatro filmes selecionados. O filme F11 (Figura 7) não apresentou nenhuma rachadura e bolhas, sendo resistente a ruptura,

também foi observado que os filmes F12 (Figura 8) e F13 (Figura 9) apesar de não apresentarem bolhas, os mesmos possuiam maior quantidade de riscos em sua estrutura e isso pode ser devido ao aumento da quantidade de xilana presente nesses filmes. Já o filme F13 foi o único que apresentou bordas com pequenas rachaduras, porém essas rachaduras não estavam presentes em outras partes dos filmes, assim não comprometendo a sua estrutura.

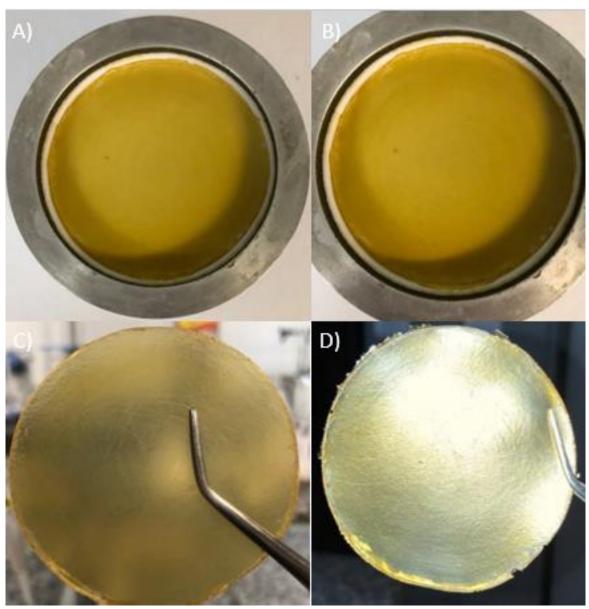
**Figura 6:** Filme à base de xilana (X) e Eudragit<sup>®</sup> S-100 (E) tendo a composição de F10 (0,15 X e 0,13 E) no qual A) e B) são os filmes ainda na placa e C) e D) filmes após retirar da placa



D)

**Figura 7:** Filme à base de xilana (X) e Eudragit<sup>®</sup> S-100 (E) tendo a composição de F11 (0,15 X e 0,15 E) no qual A) e B) são os filmes ainda na placa e C) e D) filmes após retirar da placa

**Figura 8:** Filme à base de xilana e Eudragit<sup>®</sup> S-100 tendo a composição de F12 (0,30 X e 0,13 E) no qual A) e B) são os filmes ainda na placa e C) e D) filmes após retirar da placa



**Figura 9:** Filme à base de xilana e Eudragit<sup>®</sup> S-100 tendo a composição de F13 (0,30 X e 0,15 E) no qual A) e B) são os filmes ainda na placa e C) e D) filmes após retirar da placa

# 5.2 Caracterização dos filmes

#### 5.2.1 Espessura

A espessura é um parâmetro muito importante a ser estudado, pois a mesma influencia nas propriedades mecânicas e na permeabilidade ao vapor de água (CARVALHO, 1998; SOBRAL, 2000) e quando controlado permite a uniformidade (HENRIQUE; CEREDA; SARMENTO, 2008; VICENTINO et al., 2011), porém o método de *casting* apesar de ser mais vantajoso, não permite um controle total da espessura do filme (HENRIQUE; CEREDA; SARMENTO, 2008)

A média da espessura dos filmes com diferentes concentrações dos polímeros variou de 0,07-0,12mm (tabela 3), no qual os filmes que possuíram maior concentração dos polímeros apresentaram maior espessura, como também foi visto por Lucena et al (2017), no qual filmes que contém maior concentração de xilana possuiram maior espessura.

Através da análise de variância: um critério (p=0.0017), observa-se diferença significativa entre as amostras F10 e F12, F10 e F13 e nas amostras F11 e F13, ou seja, houve diferença entre filmes que possuíam maior e menor concentrações dos polímeros (tabela 4).

Tabela 4: Média das medidas de espessuras dos filmes

Formulações	Espessura
F10	$0.072 \pm 0.012$ a
F11	$0.082 \pm 0.014^{ extsf{a}, extsf{b}}$
F12	$0,11 \pm 0,012^{b,c}$
F13	$0.127 \pm 0.014^{\circ}$

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem ao nível de p  $\leq 0.05$ 

Visto que nosso trabalho não variou a concentração de glicerol na formação do filme, esse foi excluído como influenciador da espessura dos filmes.

# 5.2.2 Solubilidade dos filmes em água

A solubilidade é um dos parâmetros mais importantes do filme, pois dependendo da finalidade que terá o mesmo, pode-se desenvolver filmes com maior solubilidade em água ou menor solubilidade em água (KAYSERILIOGLU et al, 2003). A solubilidade desse filme é referente a absorção de água na própria estrutura do filme (COSTA, 2017). Uma alta solubilidade afeta as suas propriedades mecânica e de barreira (AZEREDO et al., 2012).

A solubilidade foi de 100% para todos os filmes, dados divergentes do que foi encontrado por LUCENA et al. (2017), no qual os filmes compostos por xilana/gelatina possuiuam uma variação de 52,52% a 97,37% de acordo com a quantidade de xilana presente, filmes contendo menor quantidades de xilana possuiam uma maior solubilidade, isso se da possivelmente devido à estrutura heterogênea e a cadeia longa da xilana, o que permite que o processo de cristalização seja mais lento, e assim torna os grupos hidrolisáveis mais acessíveis (OLIVERA, 2007).

Filmes contendo xilana e glúten de trigo mostraram-se resistentes, não perdendo sua integridade após 24 horas, sendo filmes resistentes a hidrólise devido a formação de uma rede polimérica proteína-polissacarídeo estável (KAYSERILIOGLU et al., 2003). Esse resultado demonstra que dependendo do polímero utilizado e a quantidade de xilana incorporada, ambos influenciam na solubilidade do filme (SAXENA; ELDER; RAGAUSKAS, 2011).

Os filmes que possuem maior solubilidade não são indicados para aplicações de revestimento de alimentos, pois eles podem ser solubilizados com maior facilidade (COSTA, 2017), não executando sua principal função que é a de proteção. Apesar da xilana ser um polímero insolúvel em água, a composição do filme de xilana, Eudragit® e glicerol mostrou-se instável em meio aquoso, caso essa propriedade não seja controlada, os mesmos serão impossibilitados de executar sua principal função.

#### 5.2.3 Opacidade

As propriedades ópticas são parâmetros importantes tanto para o setor comercial quanto para propriedades de acondicionamento dos produtos (LUCENA et al., 2017). Filmes que revestem alimentos que possuem elevado brilho e transparência são ideais para comercialização (SAKANAKA, 2007), visto que permite uma melhor visualização do produto a ser comprado.

A transmitância de luz dos filmes variou de 20.10 – 32.40% no comprimento de onda de 500nm, sendo o menor valor referente ao filme F13 e o maior F11. Já no comprimento de onda de 600nm a transmitância teve uma variação de 31.50 – 52.4% para os mesmos filmes. Para o comprimento de onda 500nm, os filmes não possuíram diferença significativa, obtendo um p=0.4383, dado obtido através do teste estatístico analise de variância: um critério. O mesmo teste foi utilizado para o filme no comprimento de onda de 600nm, também não sendo significativo (p=0.8835).

Para nossos dados a xilana não influenciou na opacidade dos filmes, diferindo dos resultados encontrados por LUCENA et al., (2017) no qual utilizou filmes compostos por xilana e gelatina, no qual a quantidade de xilana influenciou nessa variável, filmes com maior quantidade de xilana possuíam transmitância de 74,05% (F3) para comprimento de onda de 500nm e 82,28% (F3) para comprimento de onda de 600nm.

#### **5.2.4** Biodegradabilidade

O teste de biodegradabilidade dos filmes foi estudado utilizando o método de avaliação de perda de massa ao longo do tempo (GUOHUA et al., 2006). Os filmes foram feitos em triplicata e com 10 (dez) dias da montagem do experimento, já não era possível encontrar nenhuma amostra dos filmes que foram submetidos ao teste, assim os resultados demostram que filmes de xilana e Eudragit possuem alta biodegradabilidade, como foi visto para filmes de xilana e gelatina que se degradaram em aproximadamente 15 (quinze) dias (LUCENA et al., 2017).

A degradação ou biodegradação de filmes é um processo complexo que consiste na modificação química ou física do material e é dependente das condições do meio (calor, umidade e radiação), tipos de microrganismos (principalmente fungos e bactérias) e da estrutura do polímero utilizado (OLIVEIRA, 2007). A xilana é utilizada como fonte de carbono por várias espécies de bactérias e fungos que produzem um conjunto complexo de enzimas que possibilitam a decomposição desse carboidrato (UFFEN, 1997).

A xilana é um polímero que possui na sua formação unidades de D-xilopiranose que estão unidas por ligações glicosídicas β-(1→4) em sua cadeia principal, porém a grande maioria das D-xilanas possuem outros açúcares em suas cadeias laterais, tais como o ácido 4-O-metil-D-glicurônico, O-acetil-L-arabionose, L-arabinose e ácido D-glicurônico (GARCIA; GANTER; CARVALHO, 2000), essas cadeiras laterais podem favorecer o processo de degradação da xilana (LUCENA et al., 2014).

Guohua et al., (2006) produziu filme contendo apenas amido de milho metilado (MCS), outro contendo apenas poli (álcool vinílico) (PVA) e outro filme contendo os dois polímeros a fim de avaliar a biodegradabilidade dos mesmos, foi visto que o filme contendo apenas o amido foi degradado rapidamente nos 15 (quinze) dias iniciais do experimento, para filmes de MSC e PVA, foi visto que a degradação do mesmo foi de 45 dias e o filme de PVA mostrou-se resistente a degradação.

# 5.2.5 Analise Microscópica

A fim de identificar possíveis rugosidades e imperfeições nos filmes, os mesmos foram observados no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os quatro filmes (figura 10) apresentaram rachaduras/riscos na sua estrutura e também apresentaram rugosidades indicando um problema na miscibilidade entre os polímeros, porém é visível que toda a xilana e Eudragit<sup>®</sup> foram solúveis, não apresentando nenhuma partícula no filme. Os filmes apresentaram algumas deformidades na sua estrutura.

### BBD ### 16.8 ### WD 15.3 #

Figura 10: Imagens do MEV dos filmes de xilana e Eudragit<sup>®</sup> (A) F10, (B) F11, (C) F12 e (D) F13

FONTE: AUTOR

Essa rugosidade também foi observada em filme de carboximetilxilana utilizando lipídeos como seu adtivido, isso ocorreu devido as partículas lipídicas se reterem de forma descontinua na matriz polimérica, o que formou grande quantidade de vazios dando origem as rugosidades (QUEIRÓS, 2015). Também foi relatado rugosidades semelhantes em filmes contendo o polissacarídeo sulfato de condroitina e Eudragit ® RS 30D, no qual essas rugosidades eram influenciadas pela concentração do polissacarídeo (BUNHAK et al., 2007a)

# 5.2.6 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia de absorção na região do infravermelho é uma das técnicas mais utilizadas para identificação de interações entre compostos químicos devido a sua simplicidade e praticidade (ZARONI, 2006; SILVA, 2009). Cada grupo funcional possui uma frequência característica que pode ser identificada no espectro, grupos de átomos dão origem a bandas que ocorrem mais ou menos na mesma frequência, possibilitando assim a identificação da estrutura molecular (ZARONI, 2006).

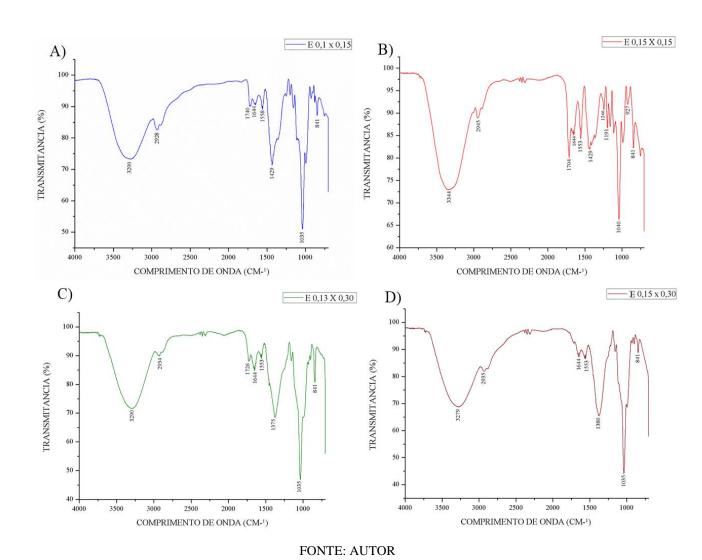
Na figura 11 foi assinalada as principais bandas de absorção correspondente aos principais grupos funcionais presentes nas estruturas das amostras analisadas, a finalidade da utilização desta técnica foi de investigar a interação entre os polímeros (xilana e Eudragit<sup>®</sup>), juntamente com seu plastificante (glicerol) na formação do filme. As bandas foram assinaladas com os valores que são encontrados na literatura (SUN et al., 1998; SUN et al., 2005; OLIVEIRA et al 2010; OLIVEIRA et al., 2012).

A figura 11 mostra o espectro de infravermelho dos filmes no qual possui demarcado suas principais bandas que caracterizam cada polímero. É possível observar as seguintes bandas de absorção que caracterizam a xilana, de 3279 cm<sup>-1</sup> a 3344 cm<sup>-1</sup> podem ser atribuídas ao estiramento de O-H associada a grupos polares ligados através de ligação de hidrogênio intra e intermolecular (SUN et al., 2005b). Também é observado a banda de 2928 cm<sup>-1</sup> a 2945 cm<sup>-1</sup> que podem ser indicativas de estiramento das vibrações devido aos grupos CH<sub>2</sub> e CH<sub>3</sub> (OLIVEIRA et al., 2010). A banda 1644 cm<sup>-1</sup> que está presente em todos os filmes pode estar relacionada ao alongamento do H-O-H, que ocorre principalmente no estado amorfo (KACURAKOVA et al., 1998). A banda 1035 cm<sup>-1</sup> presente no F10, F12 e F13 está associada a hemiceluloses e é atribuída ao estiramento C-O de álcool primário, assim como a banda 1045 cm<sup>-1</sup> presente na F11 e por fim, a banda 841 cm<sup>-1</sup> presente em todos os filmes está relacionada

a ligações β-glicosídicas entre unidades de açucares em hemiceluloses (ROBERT et al., 2005; SUN et al., 2005b; OLIVEIRA et al., 2010).

Por sua vez, de acordo com a literatura quando observado o espectro do Eudragit<sup>®</sup> S100 visualizam-se bandas características de vibração de C=O de ácido carboxílico esterificado em 1704 cm<sup>-1</sup> a 1740 cm<sup>-1</sup>, já a banda 2928 cm<sup>-1</sup> a 2945 cm<sup>-1</sup> pode ser atribuída a vibrações características de grupos metil que é confirmado pela presença da banda 1429 cm<sup>-1</sup> nos filmes F10 e F11, já no filme F12 foi visto na banda 1375 cm<sup>-1</sup> e 1380 cm<sup>-1</sup> nos filmes F13 também atribuída a deformação angular de CH<sub>2</sub> (COLOMÉ, 2006).

Figura 11: Espectro na região do infravermelho das amostras A) F10, B) F11, C) F12 e D)13

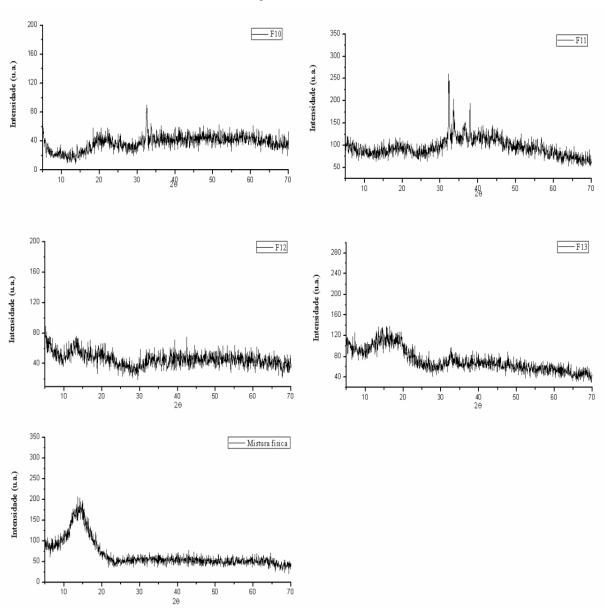


#### 5.2.7 Difratometria de raios-X (DRX)

A difratometria de raios-X é um dos métodos utilizados para caracterização estrutural dos materiais utilizados, também possibilitando identificar a interação entre o feixe de raios-x incidente e os elétrons dos átomos componentes da amostra em análise através da percepção de fótons difratados (SILVA, 2009). A difratometria de raios-x permite a determinação do grau de cristalinidade residual que alguns materiais amorfos podem possuir (YU, 2001). Por sua vez, esta técnica além de caracterizar a amostra, pode fornecer se ela será mais solúvel ou menos solúvel, visto que sólidos amorfos são, geralmente, absorvidos mais rapidamente que sólidos em seu estado cristalino (STULZER et al., 2007).

De acordo com o difratograma obtido para os filmes (figura 12), a predominância de halos amorfos e presença de poucos picos de cristalinidade, sendo presente apenas nos filmes F10 e F11, sendo esses como filmes com comportamento amorfo com leve grau de cristalinidade, já os filmes F12, F13 e a mistura física (xilana e Eudragit<sup>®</sup>) não possuíram esse comportamento, apenas sendo definidos como amorfo. Isso ocorre devido ao fato que os polímeros dificilmente formam cristais perfeitos, devido à baixa probabilidade de ocorrer arranjos em suas cadeias de forma regular, principalmente quando esses possuem massas moleculares elevadas (FLORENCE; ATTWOOD, 2003).

**Figura 12**: Difratograma dos filmes de xilana e Eudragit® com diferentes proporções de xilana e Eudragit®



FONTE: AUTOR

# 5.2.8 Calorimetria exploratória diferencial (DSC) e termogravimetria (TG/DTG)

Com a finalidade de estudar a ocorrência de interação entre os componentes utilizados para a produção dos filmes e o comportamento térmico dos mesmos, foi utilizado as técnicas de termogravimetria (TG) e calorimetria explanatória diferencial (DSC). A calorimetria explanatória diferencial tem como finalidade medir o fluxo de calor entre a amostra e a referência enquanto é submetida a uma variação controlada de temperatura, já a análise termogravimétrica tem como objetivo estudar a variação de massa das amostras em relação a temperatura (COSTA, 2017).

O DSC tem como princípio a comparação entre a taxa de fluxo de calor da amostra e de um material inerte de referência, os quais são aquecidos e esfriados a mesma taxa (QUEIRÓS, 2015). A absorção ou a liberação de calor da amostra, causam uma alteração no fluxo de calor o qual é registado como um pico, sua direção indica se o evento é endotérmico ou exotérmico (BILIADERIS, 1983).

Como pode ser visualizado na figura 13, em todos os filmes desenvolvidos foi registrado um pico exotérmico na faixa de temperatura de 100°C a 135°C, o que é característico da desidratação dos filmes, este resultado está de acordo com o que foi visto na análise de TG. A partir da temperatura de 135°C, o fluxo de calor é tendencialmente crescente correspondendo às reações endotérmicas resultantes da decomposição da xilana, Eudragit e glicerol.

----F10 440.42 °C 441,99 °C -0.5 Fluxo de calor (mW/mg) Fluxo de calor (mW/mg) -1.0 -1,5 -2,0 200 30 Temperatura (°C) 200 300 Temperatura (°C) F12 442,68 ℃ 439,63 °C 273,02°C 184.24 °C Fluxo de calor (mW/mg) Fluxo de calor (mW/mg) 113,32 300 200 300 Temperatura (°C)

**Figura 13:** Curvas de DSC dos filmes composto por xilana e Eudragit<sup>®</sup> com diferentes proporções de xilana e Eudragit<sup>®</sup>

FONTE: AUTOR

Os resultados obtidos no estudo do TG para os filmes produzidos são mostrados na figura 14. As curvas termogravimétricas (TG) representam a perda de massa em porcentagem em função da temperatura, à qual a amostra submetida neste estudo foi escolhida a gama de temperatura entre 0 a 500°C. Este método permite identificar, com melhor exatidão, as temperaturas iniciais e finais de perda de massa (IONASHIRO, 2004).

Analisando os resultados apresentados na figura 14, pode-se verificar que todos os filmes exibem várias etapas de degradação térmica, sendo algumas semelhantes e outras diferentes. No caso dos filmes submetidos ao teste, verifica-se três etapas de perda mais evidentes, a primeira etapa ocorre numa gama de temperatura que varia aproximadamente entre 80°C a 130°C, o que pode ser relacionado a perda de água que está presente para produção dos filmes, a qual pode estar ligada quimicamente e fisicamente aos constituintes do filme (REDDY; RHIM, 2014; QUEIRÓS, 2015). Pode-se salientar uma perda de massa mais

acentuada nos filmes F10 e F11 com perda de 20%, o filme que teve menor perda foi o F12 com 10% e em seguida o F13 com perda de 15% da sua massa.

F10 F11 DTG 110 0,2 100 100 Perda de massa (%) Perda de massa (%) 80 -0,2 60 60 50 -0,4 40 30 100 300 400 400 300 500 Temperatura (°C) Temperatura (°C) DTG - 0,00 F13 F12 DTG 100 100 0,0 Perda de massa (%) 80 70 80 -0,2 60 70 50 40 60 30 300 400 100 400 Temperatura (°C)

**Figura 14**: Termograma dos filmes de xilana e Eudragit<sup>®</sup> com diferentes proporções de xilana e Eudragit<sup>®</sup>

FONTE: AUTOR

A segunda etapa, também foi comum para todos os filmes, iniciando-se a temperatura de 200°C a 300°C, esta etapa é normalmente atribuída a volatização do glicerol que está presente na matriz do filme (REDDY; RHIM, 2014; QUEIRÓS, 2015). Nesta etapa foi verificado perdas diferenciadas nos filmes, para os filmes F10, F11 e F13 foi visto uma perda maior de aproximadamente 30% da sua massa, já o filme F12 teve a menor perda com 20%. O terceiro pico de perda ocorreu na faixa de temperatura 300°C a 500°C, tendo uma perda de massa de 20% de massa nos filmes F10 e F11, 10% para o filme F12 e 25% para o filme F13.

Pode-se notar que o filme que mostrou uma menor perda de massa foi o filme F12, visto que o mesmo teve uma perda de massa de 40%, já os filmes F10, F11 e F13 possuíram perda

de 70% da sua massa. Porém essas perdas foram até a temperatura de 500°C como pode ser visto na figura 14.

Como foi visto por Silva (2009) ao realizar a análise térmica da mistura física dos polímeros foi visto que a TG da mesma, apresentou dois picos, um na faixa de 200°C e 300°C que era atribuída a xilana, e o segundo pico na faixa de 300°C a 600°C que foi atribuída ao Eudragit<sup>®</sup>, mostrando que não houve interação entre ambos os polímeros, devido ao comportamento individual deles.

## 5.3 Aplicação em frutas

#### 5.3.1 Perda de Massa

As uvas foram submetidas ao teste de perda de massa a fim de avaliar a eficiência dos diferentes filmes como barreira de perda de água e, consequentemente, reduzir a perda de massa durante o seu armazenamento em temperatura ambiente. Foi selecionado as formulações de xilana e Eudragitr<sup>®</sup> que foram submetidas nos testes anteriores, porém a formulação F13 não foi submetida a esse teste devido a problemas na amostragem do experimento.

A perda de massa de um fruto ocorre principalmente devido à perda de água, o que significa que quanto maior for a perda de massa, maior é a passagem de vapor d'água (VICENTINO et al., 2011), o que leva ao murchamento da fruta e por consequência a qualidade do produto (LEMOS et al., 2007). A redução da perda de massa pode promover um possível aumento da vida de prateleira das frutas (VICENTINO et al., 2011).

A análise de variância fatorial a x b mostrou que houve efeito significativo para o período de armazenamento sobre a perda de massa (p = 0.001), e para a concentração das corbeturas (p = 0.021), porém não houve interação entre os fatores analisados. Esses dados também foram vistos por Lucena (2014) quando utilizou xilana e gelatina para revestimento de uvas, porém apenas foi significativo no período de armazenamento.

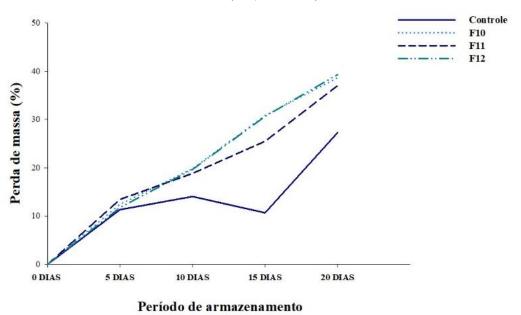
Ao analisar a perda de massa das uvas revestidas com o filme e o controle, pode-se notar que todas apresentaram uma perda de massa ao longo do seu armazenamento, porém o controle no 15° dia possuiu uma perda menor que nos outros dias como pode ser visto na figura 15. Ao comparar o controle e os filmes, foi visto que houve diferença significativa entre o controle e os filmes F10 e F12, sendo esses os filmes que possuíram maior perda de massa, 38,63% e 39,31% respectivamente.

O filme F11 começou com a maior perda de massa dentre os filmes, porém ao decorrer do armazenamento, o mesmo teve uma diminuição na porcentagem de perda de massa, sendo

esse o filme que possuiu melhor resultado na contenção da perda de massa, terminando no 20° dia com uma perda de 37,01% como pode ser visto na tabela 5. O filme F12 foi o que apresentou maior perda, chegando a perder 39,31% da sua massa no 20° dia.

Os filmes no presente trabalho não se mostraram eficazes em evitar a perda de massa das uvas, tendo suas perdas de massa maiores do que foi vista por Lucena (2014), no qual apresentou perda de 25,64% (F18) e 25,92% (F17), corroborando assim com o teste de solubilidade, no qual esses filmes mostraram-se mais resistentes a água. No caso dos filmes presentes neste estudo, todos possuíram alta solubilidade, o que implicaria na proteção das uvas na perda de água.

**Figura 15**: Valores médios de perda de massa ao longo do período de armazenamento em temperatura ambiente das uvas revestidas (F10, F11 e F12) e do controle



**Tabela 5:** Valores médios de perda de massa (%) de uvas revestidas com cobertura de xilana e Eudragit<sup>®</sup> em diferentes concentrações e do controle armazenados em temperatura ambiente

Período de Armazenamento (dias)	Controle	F10	F11	F12
5	11.33 <sup>a.c</sup>	12.45 <sup>b</sup>	13.45 <sup>b.c</sup>	11.78 <sup>b</sup>
10	14.06 <sup>a.c</sup>	19.8 <sup>b</sup>	18.84 <sup>b.c</sup>	19.66 <sup>b</sup>
15	10.68 <sup>a.c</sup>	30.82 <sup>b</sup>	25.49 <sup>b.c</sup>	30.64 <sup>b</sup>
20	27.29 <sup>a.c</sup>	38.63 <sup>b</sup>	37.01 <sup>b.c</sup>	39.31 <sup>b</sup>

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem ao nível de p ≤ 0,05

Fakhouri et al., (2007) ao analisar a perda de massa de uvas Crimson que foram cobertas por filmes constituídos por gelatina e amido de diversas fontes e submetidas a refrigeração, notaram que a perda de massa de uvas revestidas com gelatina e amido de arroz ao 22° foi de 7,81%, já o controle atingiu uma perda de 13,24%, demonstrando assim, a eficiência da utilização de biofilmes, discordando aos resultados encontrados no presente estudo.

Os filmes compostos por xilana e Eudragit<sup>®</sup> S100 não se mostraram eficazes em diminuir a perda de massa de uvas em temperatura ambiente durante o armazenamento, isso pode ser explicado, pois, de acordo com Davanço (2007), as coberturas e biofilmes feitos de polissacarídeos apresentam boa barreira a gases (O<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub>), mas não a água, provavelmente relacionada a alta polaridade deste tipo de filme.

## 5.3.2 Determinação de Acidez Titulável

A acidez de um fruto é determinada pela presença dos ácidos orgânicos que servem de substrato para respiração, os mesmos são encontrados dissolvidos nos vacúolos das celulas seja na forma livre, como combinado com sais, ésteres e glicosídeos (LEMOS, 2006). Os principais ácidos que determinam a maturação da uva é o ácido tartárico, málico e cítrico, podendo ser encontrados em toda as partes da videira (BLOUIN; GUIMBERTEAU, 2000; RIZZON; SGANZERLA, 2007). A presença desses ácidos orgânicos não contribuem apenas para acidez do fruto, mas também seu aroma caracteristico, isso ocorre devido a volaticidade dos mesmos (LEMOS, 2006).

Devido a oxidação do fruto no ciclo dos ácidos tricarboxílicos, a tendência é que ocorra uma diminuição do teor dos ácidos orgânicos devido ao processo de respiração ou da sua conversão em açúcares, pois nesta fase ocorre maior demanda energética pelo aumento do metabolismo (CHITARRA; CHITARRA, 1990; BRODY, 1996; LEMOS, 2006). Assim, a variação da acidez do fruto pode indicar o estado de maturação, já que a acidez diminui em relação ao avanço da maturação, porém em alguns casos, pode haver um pequeno aumento nos valores em decorrer da maturação (LEMOS, 2006).

A acidez é usualmente calculada com base no principal ácido que esta presente no fruto, resultando assim a porcentagem de acidez titulável e nunca o total, isso ocorre devido a alguns ácidos orgânicos serem voláteis, o que impede sua detecção (CHITARRA; CHITARRA, 1990; LEMOS, 2006).

A determinação da acidez titulável foi realizada com as mesmas uvas que foram utilizadas na avaliação da perda de massa, a análise de variância mostrou que não houve diferença significativa entre os tratamentos e o controle (F=0.4454, p=0.7270).

Esse mesmo resultado foi visto por Lucena (2014) que analisou a acidez titulável de uvas revestidas com biofilme de xilana e gelatina em diferentes concentrações em temperatura ambiente. Lemos (2006) utilizou pimentões revestidos com biofilme composto por fécula de mandioca em diferentes concentrações, em temperatura ambiente e também foi visto que não ocorreu diferença significativa entre os tratamentos.

A tabela 6 mostra as médias que foram obtidas para os tratamentos durante o periodo de armazenamento, foi visto que ocorreu oscilação nos valores médios de acidez titulável no decorrer do experimento, esses resultados também foram encontrados por Lucena (2014) que observou que as uvas possuiam uma oscilação, não apresentando uma regularidade na variação do teor de acidez titulável. A acidez das uvas pode apresentar grandes variações em função da condição do armazenamento, cultivo e tipo de uva (BOTELHO et al., 2003). Esse fato também foi encontrado por Vila (2004) ao utilizar goiabas, foi visto que a acidez teve um aumento e em seguida decréscimo durante o periodo de armazenamento e por Lemos (2006) ao utilizar pimentões.

Os filmes nas concentrações que foram estudadas não foram eficazes no controle da atividade respiratoria, visto que o índice de acidez titulável sugere o consumo de ácidos orgânicos no processo de respiração por meio de sua oxidação no ciclo do ácido tricarboxílico (CHITARRA; CHITARRA, 1990; LEMOS, 2006; LUCENA, 2014).

**Tabela 6**: Valores médios de ácido tartárico (g) por 100g de fruto das uvas revestidas com filmes de xilana e Eudragit<sup>®</sup> em diferentes concentrações de xilana e Eudragit<sup>®</sup> armazenadas em temperatura ambiente.

Período de Armazenamento (dias)								
Tratamentos	0	5	10	15	20			
Controle	0,700 <sup>a</sup>	0,615 <sup>a</sup>	1,100 <sup>a</sup>	1,200 <sup>a</sup>	1,250 <sup>a</sup>			
F10	0,850 <sup>a</sup>	$0,850^{a}$	0,966 <sup>a</sup>	1,025 <sup>a</sup>	1,100 <sup>a</sup>			
F11	$0,700^{a}$	0,533 <sup>a</sup>	0,916 <sup>a</sup>	1,125 <sup>a</sup>	0,825 <sup>a</sup>			
F12	$0,550^{a}$	$0,683^{a}$	1,025 <sup>a</sup>	1,075 <sup>a</sup>	1,150 <sup>a</sup>			

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem ao nível de p < 0.05

# 6 CONCLUSÃO

Foram produzidos treze filmes com xilana e Eudragit<sup>®</sup>S 100, porém apenas quatro foram selecionados por apresentarem melhores aspectos. Os filmes produzidos mostraram-se resistentes a ruptura, homogêneos, brilhosos e sem a presença de rachaduras, com exceção da formulação F13 que apresentou pequenas rachaduras nas bordas. Com o aumento da concentração de xilana foi verificado que os filmes apresentaram variação na sua transparência (menos transparente), em seu brilho (mais brilhosos) e nos riscos (mais riscos).

Em relação a solubilidade, todos os filmes do presente estudo apresentaram uma alta solubilidade em água, sendo de 100% para todos os filmes. A biodegradabilidade total de todos os filmes ocorreu com 10 (dez) dias da montagem do experimento. Esses resultados mostram que os filmes produzidos por xilana e Eudragit<sup>®</sup> S100 possuem alta solubilidade e biodegradabilidade.

As análises do estado físico das partículas (DRX, FT-IR e DSC/TG) mostraram que os polímeros não interagem formando novas ligações, sendo mostrado as caracteristicas de cada polímero nas analises.

Os filmes formados por xilana e Eudragit<sup>®</sup> que foram aplicados ás uvas mantidas em temperatura ambiente, não foram efetivos na contenção da perda de massa ao decorrer do período de armazenamento, sendo as uvas do controle a que tiveram menor perda de massa, porém a diferença não foi significativa para o filme F11, sendo esse o filme que posusiu menor perda.

Na análise de acidez titulável das uvas não foi encontrado diferença estatística significativa entre os diferentes tratamentos e o controle, ou seja, os filmes não foram eficientes no controle da atividade respiratória das uvas.

O presente estudo mostrou xilana extraída de sabugo de milho, associado a outro polimero, o Eudragit<sup>®</sup> S100, são capazes de produzir filmes, e apesar dos mesmos não serem estáveis para revestimento de alimento, os filmes contendo ambos polimeros mostraram bons resultados, o que pode estimular o desenvolvimento de novas pesquisas para melhorar suas propriedades a fim de aplica-lo em diversos setores, até mesmo no alimentício.

# 7 REFERÊNCIA

ALEKHINA, M. et al. Carboxymethylation of alkali extracted xylan for preparation of biobased packaging films. **Carbohydrate polymers**, v. 100, p. 89-96, 2014.

AMBROSI, A. et al. The application of conducting polymer nanoparticle electrodes to the sensing of ascorbic acid. **Analytica Chimica Acta**, v. 609, n. 1, p. 37-43, 2008.

ARENAS, A. M. Z. Filme biodegradável à base de fécula de mandioca como potencial indicador de mudança de pH. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo, 2012.

AVELLA, M. et al. Biodegradable starch/clay nanocomposite films for food packaging applications. **Food chemistry**, v. 93, n. 3, p. 467-474, 2005.

ARVANITOYANNIS, I.; BILIADERIS, C. G. Physical properties of polyol-plasticized edible blends made of methyl cellulose and soluble starch. **Carbohydrate polymers**, v. 38, n. 1, p. 47-58, 1999.

AZEREDO, H. M. C. et al. Tensile and water vapour properties of calcium- crosslinked alginate- cashew tree gum films. **International journal of food science & technology**, v. 47, n. 4, p. 710-715, 2012.

BAO, Y. et al. Fabrication of cellulose nanowhiskers reinforced chitosan-xylan nanocomposite films with antibacterial and antioxidant activities. **Carbohydrate polymers**, v. 184, p. 66-73, 2018.

BILIADERIS, C. G. Differential scanning calorimetry in food research—a review. **Food Chemistry**, v. 10, n. 4, p. 239-265, 1983.

BIRYOL, D. et al. High-throughput dietary exposure predictions for chemical migrants from food contact substances for use in chemical prioritization. **Environment international**, v. 108, p. 185-194, 2017.

BLOUIN, J.; GUIMBERTEAU, G. Maturation et maturité des raisins. Éditions Féret, 2000.

BRAUNEGG, G.; BONA, R.; KOLLER, M. Sustainable polymer production. **Polymer-plastics technology and engineering**, v. 43, n. 6, p. 1779-1793, 2004.

BRODY, A. L. et al. Envasado de alimentos en atmósferas controladas, modificadas ya vacío. Acribia,, 1996.

BUNHAK, E. J. et al. Influência do sulfato de condroitina na formação de filmes isolados de polimetacrilato: avaliação do índice de intumescimento e permeabilidade ao vapor d'água. **Quim. Nova**, v. 30, n. 2, p. 312-317, 2007a.

BUNHAK, E. J. et al. Laboratório de Tecnologia Farmaceutica. Influência do sulfato de condroitina na formação de filmes isolados de etilcelulose. Avaliação das características de hidratação e permeabilidade. **Lat. Am. J. Pharm**, v. 26, n. 1, p. 89-95, 2007b.

CAPOROSSI, L; PAPALEO, B. Bisphenol A and metabolic diseases: challenges for occupational medicine. **International journal of environmental research and public health**, v. 14, n. 9, p. 959, 2017.

CARVALHO, R. A. de et al. Desenvolvimento e caracterização de biofilmes a base de gelatina. 1998.

CHEN, G. Introduction of Bacterial Plastics PHA, PLA, PBS, PE, PTT, and PPP. In: **Plastics from bacteria**. Springer, Berlin, Heidelberg, 2010. p. 1-16.

CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de frutos e hortaliças: fisiologia e manuseio**. Lavras: Esal/Faepe, 1990.

CHIVRAC, F. et al. Micromechanical modeling and characterization of the effective properties in starch-based nano-biocomposites. **Acta Biomaterialia**, v. 4, n. 6, p. 1707-1714, 2008.

CHOURASIA, M. K.; JAIN, S. K. Pharmaceutical approaches to colon targeted drug delivery systems. **J Pharm Pharm Sci**, v. 6, n. 1, p. 33-66, 2003.

COLLINS, T.; GERDAY, C.; FELLER, G. Xylanases, xylanase families and extremophilic xylanases. **FEMS microbiology reviews**, v. 29, n. 1, p. 3-23, 2005. COSTA, L. A. Elaboração e caracterização de filmes biodegradáveis à base de amido de semente de jaca incorporados com antocianinas. 2017.

COLOMÉ, Letícia Marques. Micropartículas contendo pantoprazol sódico: Preparação, Caracterização Físico-Química e Avaliação Anti-Ulcerativa in vivo e da Absorção Intestinal ex vivo. 2006.

CRIPPA, A.; SYDENSTRICKER, T. H. D.; AMICO, S. C. Desempenho de filmes multicamadas em embalagens termoformadas. Polímeros (São Carlos): ciência e tecnologia. São Carlos, SP. vol. 17, n. 3 (jul./sep. 2007), p. 188-193, 2007.

DAVANÇO, T.; TANADA-PALMU, P.; GROSSO, C. Filmes compostos de gelatina, triacetina, ácido esteárico ou capróico: efeito do pH e da adição de surfactantes sobre a funcionalidade dos filmes. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n. 2, 2007.

DAVIS, G.; SONG, J. H. Biodegradable packaging based on raw materials from crops and their impact on waste management. **Industrial crops and products**, v. 23, n. 2, p. 147-161, 2006.

DELGADO, J. F. et al. Development of innovative biodegradable films based on biomass of Saccharomyces cerevisiae. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 36, p. 83-91, 2016.

DENAVI, G. et al. Effects of drying conditions on some physical properties of soy protein films. **Journal of Food Engineering**, v. 90, n. 3, p. 341-349, 2009.

EBRINGEROVÁ, A.; HROMÁDKOVÁ, Z. The effect of ultrasound on the structure and properties of the water-soluble corn hull heteroxylan. **Ultrasonics sonochemistry**, v. 4, n. 4, p. 305-309, 1997.

EBRINGEROVA, A.; HEINZE, T. Xylan and xylan derivatives—biopolymers with valuable properties, 1. Naturally occurring xylans structures, isolation procedures and properties. **Macromolecular rapid communications**, v. 21, n. 9, p. 542-556, 2000.

EL MAGHRABY, G. M; ELZAYAT, E. M; ALANAZI, F. K. Investigation of in situ gelling alginate formulations as a sustained release vehicle for co-precipitates of dextromethrophan and Eudragit S 100. **Acta Pharmaceutica**, v. 64, n. 1, p. 29-44, 2014.

ESCALANTE, A. et al. Flexible oxygen barrier films from spruce xylan. **Carbohydrate Polymers**, v. 87, n. 4, p. 2381-2387, 2012.

FAKHOURI, F. M. et al. Filmes e coberturas comestíveis compostas à base de amidos nativos e gelatina na conservação e aceitação sensorial de uvas Crimson. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n. 2, p. 369-375, 2007.

FARRIS, S. et al. Development of polyion-complex hydrogels as an alternative approach for the production of bio-based polymers for food packaging applications: a review. **Trends in food science & technology**, v. 20, n. 8, p. 316-332, 2009.

FARIAS, M. G. Elaboração e caracterização de filmes de amido e polpa de acerola por casting, extrusão termoplástica e termoprensagem. 2016.

FECHINE, G. J. M. A era dos polímeros biodegradáveis. **Plástico Moderno**, v. 423, p. 28-38, 2010.

FERREIRA, V. F.; ROCHA, D. R.; SILVA, F. C. Potencialidades e oportunidades na química da sacarose e outros açúcares Potentiality and opportunity in the chemistry of sucrose and other sugars. **Química Nova**, v. 32, n. 3, p. 623-638, 2009.

FLORENCE, A. T.; ATTWOOD, D. **Princípios Físico-Químicos em Farmácia Vol. 4**. Edusp, p 22-66. 2003.

FRANCHINI, M. et al. Health effects of exposure to waste incinerator emissions: a review of epidemiological studies. **Annali dell'Istituto superiore di sanità**, v. 40, n. 1, p. 101-115, 2004.

FUCIC, A. et al. Potential Health Risk of Endocrine Disruptors in Construction Sector and Plastics Industry: A New Paradigm in Occupational Health. **International journal of environmental research and public health**, v. 15, n. 6, 2018.

GABAS, V. G. S; CAVALCANTI, O. A. Influência da adição da goma arábica em filmes isolados de polímero acrílico: estudo das propriedades de intumescimento e de permeabilidade. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 39, n. 4, p. 440-448, 2003.

GABRIELII, I. et al. Separation, characterization and hydrogel-formation of hemicellulose from aspen wood. **Carbohydrate Polymers**, v. 43, n. 4, p. 367-374, 2000.

GALDEANO, M. C. **Filmes e laminados biodegradáveis de amido de aveia com diferentes plastificantes, produzidos por casting e extrusão. 2007**. Tese de Doutorado. Tese (Doutorado em Ciência de Alimentos) –Universidade Estadual de Londrina. Londrina.

GALLO, F. et al. Marine litter plastics and microplastics and their toxic chemicals components: the need for urgent preventive measures. **Environmental Sciences Europe**, v. 30, p. 1-14, 2018.

GALLOWAY, T. S. Micro-and nano-plastics and human health. In: **Marine anthropogenic litter**. Springer, Cham, 2015. p. 343-366.

GALLOWAY, T. S.; LEWIS, Ceri N. Marine microplastics spell big problems for future generations. **Proceedings of the National Academy of Sciences**, v. 113, n. 9, p. 2331-2333, 2016.

GARCIA, R. B.; GANTER, J. L. M. S.; CARVALHO, R. R. Solution properties of D-xylans from corn cobs. **European Polymer Journal**, v. 36, n. 4, p. 783-787, 2000.

GEYER, R.; JAMBECK, J. R.; LAW, K. Lavender. Production, use, and fate of all plastics ever made. **Science advances**, v. 3, n. 7, p. e1700782, 2017.

GOKSU, E. I. et al. Production and characterization of films from cotton stalk xylan. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 55, n. 26, p. 10685-10691, 2007.

GOMES, A. A. S. Otimização da Técnica de Extração e Caracterização de Xilana de Sabugo de Milho no Estado da Paraíba. 2014. (MONOGRAFIA)

GONTARD, N.; GUILBERT, S.; CUQ, J. L. Edible wheat gluten films: influence of the main process variables on film properties using response surface methodology. **Journal of food science**, v. 57, n. 1, p. 190-195, 1992.

GONTARD, N; GUILBERT, S; CUQ, J. L. Water and glycerol as plasticizers affect mechanical and water vapor barrier properties of an edible wheat gluten film. **Journal of food science**, v. 58, n. 1, p. 206-211, 1993.

GROH, K. J. et al. Overview of known plastic packaging-associated chemicals and their hazards. **Science of The Total Environment**, 2018.

GUILBERT, S.; CUQ, B.; GONTARD, N. Recent innovations in edible and/or biodegradable packaging materials. **Food Additives & Contaminants**, v. 14, n. 6-7, p. 741-751, 1997.

GUOHUA, Z. et al. Water resistance, mechanical properties and biodegradability of methylated-cornstarch/poly (vinyl alcohol) blend film. **Polymer Degradation and stability**, v. 91, n. 4, p. 703-711, 2006.

HABIBI, Y.; VIGNON, M. R. Isolation and characterization of xylans from seed pericarp of Argania spinosa fruit. **Carbohydrate Research**, v. 340, n. 7, p. 1431-1436, 2005.

HALDEN, R. U. Plastics and health risks. **Annual review of public health**, v. 31, p. 179-194, 2010.

HENRIQUE, C. M.; CEREDA, M. P.; SARMENTO, S. B. S. Características físicas de filmes biodegradáveis produzidos a partir de amidos modificados de mandioca. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 1, 2008.

HROMADKOVA, Z; KOVÁČIKOVÁ, J.; EBRINGEROVÁ, A. Study of the classical and ultrasound-assisted extraction of the corn cob xylan. **Industrial Crops and Products**, v. 9, n. 2, p. 101-109, 1999.

IONASHIRO, M. Princípios básicos da termogravimetria e análise térmica diferencial/calorimetria exploratória diferencial. **Araraquara, Brasil: Giz Editorial**, 2004.

JAMBECK, J. R. et al. Plastic waste inputs from land into the ocean. **Science**, v. 347, n. 6223, p. 768-771, 2015.

KACURAKOVA, M. et al. FT-IR study of plant cell wall model compounds: pectic polysaccharides and hemicelluloses. **Carbohydrate polymers**, v. 43, n. 2, p. 195-203, 2000.

KAYSERILIOĞLU, B. Ş. et al. Use of xylan, an agricultural by-product, in wheat gluten based biodegradable films: mechanical, solubility and water vapor transfer rate properties. **Bioresource technology**, v. 87, n. 3, p. 239-246, 2003.

KECHICHIAN, V. et al. Natural antimicrobial ingredients incorporated in biodegradable films based on cassava starch. **LWT-Food Science and Technology**, v. 43, n. 7, p. 1088-1094, 2010.

KESHAVARZ, T.; ROY, I.. Polyhydroxyalkanoates: bioplastics with a green agenda. **Current opinion in microbiology**, v. 13, n. 3, p. 321-326, 2010.

KESTER, J. J; FENNEMA, O. R. Edible films and coatings: a review. **Food technology** (USA), 1986.

KOLLER, M. Poly (hydroxyalkanoates) for food packaging: Application and attempts towards implementation. **Applied food biotechnology**, v. 1, n. 1, p. 3-15, 2014.

KOLYBABA, M. et al. Biodegradable polymers: past, present, and future. In: **ASABE/CSBE North Central Intersectional Meeting**. American Society of Agricultural and Biological Engineers, 2006.

KROCHTA, J. M.; BALDWIN, E. A.; NISPEROS-CARRIEDO, M. O. Edible coatings and films to improve food quality. Technomic Publ. Co., 1994.

KROCHTA, J. M. and Mulder-Johnston, C. D.. Edible and biodegradable polymer films: challenges and opportunities. Food Technology 51(2): 61-73. 1997.

LAHL, U; ZESCHMAR-LAHL, B. Risk based management of chemicals and products in a circular economy at a global scale (risk cycle), extended producer responsibility and EU legislation. **Environmental Sciences Europe**, v. 25, n. 1, p. 3, 2013.

LANCELLOTTI, A. Bioplastics in Brazil: Beyond the Green Speech. **Frost & Sullivan**, 2010.

LANDIM, A. P. M. et al. Sustentabilidade quanto às embalagens de alimentos no Brasil. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 26, 2015.

LEMOS, O. L. Utilização de biofilmes comestíveis na conservação pós-colheita do pimentão 'Magali R'. **Vitória da Conquista: Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia.** 2006.

LEMOS, O. L. et al. Utilização de biofilme comestível na conservação de pimentão Magali R'em duas condições de armazenamento. **Bragantia**, p. 693-699, 2007.

LITHNER, D; LARSSON, Å; DAVE, G. Environmental and health hazard ranking and assessment of plastic polymers based on chemical composition. **Science of the Total Environment**, v. 409, n. 18, p. 3309-3324, 2011.

LUCENA, C. A. A. Desenvolvimento e caracterização de filmes de xilana e gelatina para obtenção de formulações farmacêuticas transdérmicas. 2014.

LUCENA, C. A. A. et al. Desenvolvimento de biofilmes à base de xilana e xilana/gelatina para produção de embalagens biodegradáveis. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 27, 2017.

LUCKACHAN, G. E.; PILLAI, C. K. S. Biodegradable polymers-a review on recent trends and emerging perspectives. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 19, n. 3, p. 637-676, 2011.

LUNA, C. B. B. et al. Desenvolvimento de blendas poliméricas visando à tenacificação dos polímeros: uma revisão. **Semina: Ciências Exatas e Tecnológicas**, v. 36, n. 1, p. 67-80, 2015.

MADAN, J.; S ARGADE, N.; DUA, K.. Formulation and evaluation of transdermal patches of donepezil. **Recent patents on drug delivery & formulation**, v. 9, n. 1, p. 95-103, 2015.

MALI, S. et al. Barrier, mechanical and optical properties of plasticized yam starch films. **Carbohydrate Polymers**, v. 56, n. 2, p. 129-135, 2004.

MALI, S; GROSSMANN, M. V. E; YAMASHITA, F. Filmes de amido: produção, propriedades e potencial de utilização. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 31, n. 1, 2010.

MENDES, J. F. Extrusão de filmes biodegradáveis de amido de milho termoplástico adicionado de quitosana plastificada. 2017.

MIKKONEN, K. S.; TENKANEN, M. Sustainable food-packaging materials based on future biorefinery products: Xylans and mannans. **Trends in Food Science & Technology**, v. 28, n. 2, p. 90-102, 2012.

MILLER, K. S.; KROCHTA, J. M. Oxygen and aroma barrier properties of edible films: A review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 8, n. 7, p. 228-237, 1997.

MORAES, J.O. et al. Propriedades de filmes de amido incorporados de nanoargilas e fibras de celulose. 2009.

NORTH, E. J.; HALDEN, R. U. Plastics and environmental health: the road ahead. **Reviews** on environmental health, v. 28, n. 1, p. 1-8, 2013.

OLIVEIRA, T. M. Desenvolvimento e avaliação de filme biodegradável de polietileno incorporado de amido de grão-de-bico (Cicer arietinum L.). **Viçosa: Universidade Federal de Viçosa.**, 2007.

OLIVEIRA, E. E. et al. Xylan from corn cobs, a promising polymer for drug delivery: Production and characterization. **Bioresource technology**, v. 101, n. 14, p. 5402-5406, 2010.

PATRA, C. N. et al. Pharmaceutical significance of Eudragit: A review. **Future Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 3, n. 1, p. 33-45, 2017

PAUL, Donald R.; BUCKNALL, Clive B. Polymer blends. Wiley, 2000.

PELISSARI, F. M. et al. Antimicrobial, mechanical, and barrier properties of cassava starch—chitosan films incorporated with oregano essential oil. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 57, n. 16, p. 7499-7504, 2009.

PRADE, Rolf A. Xylanases: from biology to biotechnology. **Biotechnology and Genetic Engineering Reviews**, v. 13, n. 1, p. 101-132, 1996.

QUEIRÓS, L. C. C. Utilização de Xilanas no Fabrico de Filmes/Revestimentos Para o Setor Alimentar. Tese de Doutorado.

RAFFIN, R. P. et al. Preparation, characterization, and in vivo anti-ulcer evaluation of pantoprazole-loaded microparticles. **European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics**, v. 63, n. 2, p. 198-204, 2006.

RIZZON, L. A.; SGANZERLA, V. M. A. Ácidos tartárico e málico no mosto de uva em Bento Gonçalves-RS. **Ciência Rural**, v. 37, n. 3, 2007.

QUEIRÓS, Lúcia da Conceição Cardoso. **Utilização de Xilanas no Fabrico de Filmes/Revestimentos Para o Setor Alimentar**. Tese de Doutorado.

REDDY, J. P.; RHIM, J. W. Characterization of bionanocomposite films prepared with agar and paper-mulberry pulp nanocellulose. **Carbohydrate Polymers**, v. 110, p. 480-488, 2014.

RIZZON, L. A.; SGANZERLA, V. M. A. Ácidos tartárico e málico no mosto de uva em Bento Gonçalves-RS. **Ciência Rural**, v. 37, n. 3, 2007.

RHIM, J. W.; PARK, H. M.; HA, C. S.. Bio-nanocomposites for food packaging applications. **Progress in polymer science**, v. 38, n. 10-11, p. 1629-1652, 2013.

ROBERT, P. et al. FT-IR investigation of cell wall polysaccharides from cereal grains. Arabinoxylan infrared assignment. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 53, n. 18, p. 7014-7018, 2005.

ROSA, D. S. et al. Biodegradabilidade e propriedades mecânicas de novas misturas poliméricas. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 11, n. 2, p. 82-88, 2001.

ROWE, R. C. et al. (Ed.). **Handbook of pharmaceutical excipients**. London: Pharmaceutical press, 2006.

RUBINSTEIN, A. Approaches and opportunities in colon-specific drug delivery. **Critical Reviews**<sup>TM</sup> in Therapeutic Drug Carrier Systems, v. 12, n. 2-3, 1995.

SAKANAKA, L. S. Confecção de filmes biodegradáveis por extrusão de blendas de amido termoplástico e polibutileno succinato co-adipato (PBSA). Tese de Doutorado. Universidade Estadual de Londrina. 2007.

SAREEN, R.; JAIN, N.; L DHAR, K. Development of colon specific microspheres of flurbiprofen for inflammatory bowel disease. **Current drug delivery**, v. 10, n. 5, p. 564-571, 2013.

SARIGIANNIS, D. A. Assessing the impact of hazardous waste on children's health: the exposome paradigm. **Environmental research**, v. 158, p. 531-541, 2017.

SAWADA, H.; DOI, Y.; FUKUDA, K. Biodegradable Plastics and Polymers. **Doi, Y**, p. 298, 1994.

SAXENA, A.; ELDER, T. J.; RAGAUSKAS, A. J. Moisture barrier properties of xylan composite films. **Carbohydrate Polymers**, v. 84, n. 4, p. 1371-1377, 2011.

SHAH, A. et al. Biological degradation of plastics: a comprehensive review. **Biotechnology advances**, v. 26, n. 3, p. 246-265, 2008.

SILVA, S. S. et al. Extração e caracterização de xilanas de sabugo de milho. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 2, p. 1-9, 1998.

SILVA, A. E. Micropartículas poliméricas à base de xilana e Eudragit® S-100 contendo mesalazina visando à liberação cólon-específica. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 2009.

SILVA, A. E. et al. Xylan, a promising hemicellulose for pharmaceutical use. In: **Products and Applications of Biopolymers**. InTech, 2012.

ŠIMKOVIC, I. et al. Quaternized and sulfated xylan derivative films. **Carbohydrate polymers**, v. 99, p. 356-364, 2014.

SIRACUSA, V. et al. Biodegradable polymers for food packaging: a review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 19, n. 12, p. 634-643, 2008.

SIRACUSA, V. et al. Poly (lactic acid)- modified films for food packaging application: Physical, mechanical, and barrier behavior. **Journal of applied polymer science**, v. 125, n. S2, p. E390-E401, 2012.

SHALLOM, D.; SHOHAM, Y. Microbial hemicellulases. **Current opinion in microbiology**, v. 6, n. 3, p. 219-228, 2003.

SHIMAZU, A. A; MALI, S; GROSSMANN, M. V. E. Efeitos plastificante e antiplastificante do glicerol e do sorbitol em filmes biodegradáveis de amido de mandioca. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 28, n. 1, 2007.

SOBRAL, P. J. A. Influência da espessura de biofilmes feitos a base de proteinas miofibrilares sobre suas propriedades funcionais. Área de Informação da Sede-Artigo em periódico indexado (ALICE), 2000.

SORRENTINO, A.; GORRASI, G.; VITTORIA, V. Potential perspectives of bionanocomposites for food packaging applications. **Trends in Food Science & Technology**, v. 18, n. 2, p. 84-95, 2007.

STULZER, H. K.; SILVA, M. A. S. Desenvolvimento e avaliação de comprimidos de captopril de liberação prolongada. **Latin American Journal of Pharmacy**, v. 26, n. 2, p. 259, 2007.

SUN, R. C. et al. Fractionation and characterization of polysaccharides from abaca fibre. **Carbohydrate Polymers**, v. 37, n. 4, p. 351-359, 1998.

SUN, X. F. et al. Characteristics of degraded hemicellulosic polymers obtained from steam exploded wheat straw. **Carbohydrate Polymers**, v. 60, n. 1, p. 15-26, 2005a.

SUN, X. F. et al. Physicochemical characterisation of residual hemicelluloses isolated with cyanamide-activated hydrogen peroxide from organosolv pre-treated wheat straw. **Bioresource technology**, v. 96, n. 12, p. 1342-1349, 2005b

TANADA-PALMU, P. S.; GROSSO, C. R. F. Effect of edible wheat gluten-based films and coatings on refrigerated strawberry (Fragaria ananassa) quality. **Postharvest biology and technology**, v. 36, n. 2, p. 199-208, 2005.

THARANATHAN, R. N. Biodegradable films and composite coatings: past, present and future. **Trends in Food Science & Technology**, v. 14, n. 3, p. 71-78, 2003.

UFFEN, R. L. Xylan degradation: a glimpse at microbial diversity. **Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology**, v. 19, n. 1, p. 1-6, 1997.

VANDAMME, T. F. et al. The use of polysaccharides to target drugs to the colon. **Carbohydrate polymers**, v. 48, n. 3, p. 219-231, 2002.

VICENTINO, S. L. et al. Filmes de amidos de mandioca modificados para recobrimento e conservação de uvas. **Química Nova**, v. 34, n. 8, p. 1309-1314, 2011.

VIÉGAS, L. P. Preparação e caracterização de filmes biodegradáveis a partir de amido com quitosana para aplicação em embalagens de alimentos.

VILA, M. T. R. Qualidade de goiaba 'Pedro Sato'armazenados sob refrigeração e atmosfera modificada por biofilme de fécula de mandioca. Lavras: Universidade Federal Lavras, 2004.

WHISTLER, R. L.; SMART, C. L. **Polysaccharide chemistry**. Academic Press: New York, 1953.

WORK, W. J. et al. Definition of terms related to polymer blends, composites, and multiphase polymeric materials (IUPAC Recommendations 2004). **Pure and applied chemistry**, v. 76, n. 11, p. 1985-2007, 2004.

YAMASHITA, F. et al. Filmes biodegradáveis para aplicação em frutas e hortaliças minimamente processadas. **Brazilian Journal of Food Technology (ITAL)**, p. 335-343, 2005.

YOO, J.; GIRI, N.; LEE, C. H. pH-sensitive Eudragit nanoparticles for mucosal drug delivery. **International journal of pharmaceutics**, v. 403, n. 1-2, p. 262-267, 2011.

YU, L. Amorphous pharmaceutical solids: preparation, characterization and stabilization. **Advanced drug delivery reviews**, v. 48, n. 1, p. 27-42, 2001.

ZARONI, Mariella. **Polissacarídeos no desenvolvimento de péletes de teofilina de liberação colônica**. 118f Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas), Universidade Federal do Paraná. 2006.