

JHEIZON FEITOZA DO NASCIMENTO SOUZA

QUALIDADE DE BIOFILMES POLIMÉRICOS MEDIANTE ARMAZENAMENTO DA  
MUCILAGEM DE CACTOS DE *NOPALEA* E *OPUNTIA*

Serra Talhada-PE

2023

JHEIZON FEITOZA DO NASCIMENTO SOUZA

QUALIDADE DE BIOFILMES POLIMÉRICOS MEDIANTE ARMAZENAMENTO DA  
MUCILAGEM DE CACTOS DE *NOPALEA* E *OPUNTIA*

Dissertação apresentada à Universidade Federal Rural de Pernambuco, Unidade Acadêmica de Serra Talhada, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Produção Vegetal, para obtenção do título de Mestre em Produção Vegetal.

Orientador: Prof. Dr. Adriano do Nascimento Simões  
Co-orientadora: Profa. Dra. Andréa Monteiro Santana Silva Brito

Serra Talhada - PE

2023

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

---

S729q

Souza, Jheizon Feitoza do Nascimento

Qualidade de biofilmes poliméricos mediante armazenamento da mucilagem de cactos de Nopalea e Opuntia /  
Jheizon Feitoza do Nascimento Souza. - 2023.  
49 f. : il.

Orientador: Adriano do Nascimento Simoes.

Coorientadora: Andrea Monteiro Santana Silva Brito.

Inclui referências.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, Programa de Pós-Graduação em Produção Vegetal  
, Serra Talhada, 2023.

1. Biofilme. 2. Microscopia eletrônica de varredura. 3. Análise termogravimétrica. I. Simoes, Adriano do  
Nascimento, orient. II. Brito, Andrea Monteiro Santana Silva, coorient. III. Título

CDD 581.15

---

JHEIZON FEITOZA DO NASCIMENTO SOUZA

QUALIDADE DE BIOFILMES POLIMÉRICOS MEDIANTE ARMAZENAMENTO DA  
MUCILAGEM DE CACTOS DE *NOPALEA* E *OPUNTIA*

Dissertação apresentada à Universidade Federal Rural de Pernambuco, Unidade Acadêmica de Serra Talhada, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Produção Vegetal, para obtenção do título de Mestre em Produção Vegetal.

APROVADO em 24/02/2023.

Banca Examinadora

---

Prof. Dr. Adriano do Nascimento Simões – UAST/UFRPE  
Orientador

---

Profa. Dra. Andréa Monteiro Santana Silva Brito – UAST/UFRPE  
Co-orientadora, Examinadora Externa

---

Profa. Dra. Glória Maria Vinhas – CTG/UFPE  
Examinadora Externa

À Deus, por ter suprido e permitido todos os meus passos. Aos meus pais, Arlete Lopes do Nascimento Souza e Francisco Feitosa de Souza, por terem sempre me incentivado a não desistir dos meus sonhos.

**Dedico**

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, ao meu tão bom e grande Deus, que me deu forças e me manteve de pé quando eu não acreditava que podia e me ajudou em todos os momentos, abrindo as portas necessárias para que eu estivesse aqui hoje. Não há descrição cabível que expresse o quanto sou grato por tão grandes coisas que o Senhor me proporcionou. Então, sem dúvidas, o mérito da realização deste trabalho é inteiramente Dele.

Aos meus pais, Francisco e Arlete por todo o apoio, confiança e investimento em mim. Ser o primeiro membro da nossa família, desde meus avós a chegar ao ensino superior, e ter o privilégio de chegar ao fim de um mestrado, foi e é honroso. Devo e deverei sempre a vocês, são minha vida e isso é por vocês.

Ao meu orientador, Adriano Simões por todo o conhecimento proporcionado e compartilhado, agradeço por ter aceitado trabalhar comigo mesmo sem conhecer nada ao meu respeito. Mesmo as vezes que tivemos pensamentos divergentes, sempre houve parceria e preciso destacar sua influência no meio acadêmico para mim. Obrigado por ter acreditado em meu potencial e ter investido em mim.

Ao grupo de pesquisa em que estou quase desde o início da minha graduação, o Núcleo de Estudos em Fisiologia e Pós-colheita em Frutas, Hortaliças e Flores (NEFP); durante esse tempo foi muito aprendizado e troca de experiências, em especial aos colegas Lúcio José e Lady Daiane, sempre dispostos a ajudar e prontos a servir, sou grato por vocês. Assim como à Lucas Pierre que me acompanhou em parte dos experimentos, Ariel Nogueira, Mayara Tavares e outros que também sempre deram apoio, e ao nosso Fred Louredo, meu obrigado.

Ao Programa de Pós-graduação em Produção Vegetal (PGPV), as pessoas maravilhosas que conheci nesse lugar que se tornou minha casa dentro da UFRPE - UAST, em especial a membros da minha turma a qual em pouco tempo desenvolvi grande apreço; Amanda Teresa, João Pedro Alves, Kaique Salvador, Thamilla Menezes e Wagner Martins, sentirei falta de vocês.

Aos meus amigos de sempre, Paulo César Júnior que está por aqui desde quando eu me entendo por gente; Ialle Dayane, que apareceu no meio do caminho, mas amo muito; Luciana Azevedo, que é uma pessoa ímpar e do coração enorme; minha estimada prima Carol

Nascimento com quem partilho algumas das lutas da carreira acadêmica e os demais que não foram aqui descritos, mas que são importantes; eu os amo, obrigado por tudo.

À UFRPE/UAST, pelas instalações junto ao programa de mestrado (PGPV) e por sua resiliência, grato por tudo.

À CAPES pelo fomento a pesquisa e manutenção da minha bolsa, foi de grande importância para meu desenvolvimento acadêmico e apego a ciência (Processo 88887.611794/2021-00).

Ao grupo de Agrometeorologia no Semiárido (GAS), pelo fornecimento de matéria prima para o estudo, não apenas eu, mas todo o NEFP agradece a parceira conosco.

Ao grupo de Instrumentação e Análises Químicas (GIAQ) e NUQAAPE/FACEPE (PRONEX APQ-0346-1.06/14) pelo apoio nas medidas de infravermelho das amostras.

Ao Instituto de Pesquisa em Petróleo e Energia (LITPEG) pelo apoio na realização das análises termogravimétricas nas amostras.

A banca pela disponibilidade em avaliar o trabalho.

A todos aqueles que contribuíram direta ou indiretamente com meu trabalho e minha carreira científica, a todos o meu OBRIGADO.

Faça sempre a próxima coisa.

(Elisabeth Elliot)

## RESUMO

A formação de biofilmes poliméricos formulados com mucilagem necessita da estabilidade de alguns parâmetros que interferem em seu potencial filmogênico. No entanto, trabalhos com mucilagem utilizam cladódios frescos, mas pouco se sabe sobre a qualidade do polissacarídeo quanto ao seu tempo adequado de armazenamento. Com isso, objetivou-se avaliar a estabilidade físico-química da mucilagem e de biofilmes poliméricos formulados logo após a extração e ao longo de dez meses com a mucilagem de palma forrageira das espécies *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw – OEM, cujo armazenamento foi realizado com ausência de luz, em temperatura média de 26.5 °C e umidade relativa (UR) de 41.3%. O estudo do armazenamento da mucilagem de MIU e OEM e de seus filmes poliméricos mostrou que, o armazenamento foi bem-sucedido e aplicável por oito meses, cooperando com a necessidade industrial. Dentre as espécies, MIU apresentou maior capacidade de retenção de água e óleo e poder de inchaço. Além disso, os filmes de MIU contiveram maior resistência, espessura e permeabilidade; e menores valores de transparência e solubilidade. Ambas as espécies possuem potencial para produção de filmes. Contudo, os resultados deste trabalho apresentam como mais adequada a espécie *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck.

**Palavras-chave:** Biofilme, Microscopia eletrônica de varredura, Análise termogravimétrica.

## ABSTRACT

The formation of polymeric biofilms formulated with mucilage requires the stability of some parameters that interfere with their filmogenic potential. However, mucilage studies use fresh clades, but little is known about the quality of the polysaccharide as to its adequate storage time. The objective of this study was to evaluate the physical-chemical stability of mucilage and polymeric biofilms formulated immediately after extraction and over ten months with forage palm mucilage of the species *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU and *Opuntia stricta* (Haw.) Haw – OEM, whose storage was performed with no light, at an average temperature of 26.5 °C and relative humidity (RH) of 41.3%. The study of MIU and OEM mucilage storage and their polymeric films showed that, the storage was successful and applicable for eight months, cooperating with industrial need. Among the species, MIU presented higher water and oil retention capacity and swelling power. In addition, MIU films contained greater strength, thickness and permeability; and lower values of transparency and solubility. Both species have potential for film production. However, the results of this study present as more appropriate the species *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck.

**Keywords:** Biofilm, Scanning electron microscopy, Thermogravimetric analysis.

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 1.** Média percentual do tamanho dos grãos da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (A) e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw (B). .....28
- Figura 2.** Teor de umidade e permeabilidade a vapor d'água em função do tempo (A e C) e entre as espécies (B e D), e Solubilidade em água nos filmes obtidos com a mucilagem *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU, e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de 26.5 °C e UR de 41.3%. As barras representam o desvio padrão da média. Valores com letras diferentes apresentam diferença significativa ( $P < 0.05$ ). .....32
- Figura 3.** Massa residual e curvas DTG de filmes à base de mucilagem de palma forrageira *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio (0) e após o armazenamento de 10 meses (10). Os picos DTG representam a temperatura de degradação a cada estágio.....33
- Figura 4.** Aspecto visual e micrografias da mucilagem (Quadro 1) e dos biofilmes provenientes da mucilagem de palma forrageira (Quadro 2). Imagens macro em A e B, com aproximação de 10x em C e D e aproximadas em 85x e 380x em E e F, G e H (Quadro 2), respectivamente. Inicial corresponde ao início e Final, após 10 meses (Quadro 2). *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck – MIU (A, C, E, G) e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw – OEM (B, D, F, H). Obs.: Regiões circuladas representam a presença de poros ou fissuras nos polímeros. ....35
- Figura 5.** Espectro de infravermelho com curvas médias da mucilagem de MIU (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) e OEM (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw), e de seus filmes resultantes, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de 26.5 °C e UR de 41.3%; e comparação com os espectros do plastificante utilizado (glicerol) e do aditivo a matriz (lactato de cálcio). .....36
- Figura 6.** Biplots da análise de componentes principais com base em médias padronizadas de variáveis da mucilagem (A) e dos filmes (B) imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses para as espécies estudadas *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM. Nota: SAP: solubilidade em água; FEN: compostos fenólicos totais; FTIR: espectroscopia de infravermelho; WAT: capacidade de retenção de água; OIL: capacidade de retenção de óleo; INCH: poder de inchaço; GRA: granulometria; COD: condutividade; DES: densidade; CAR: carboidratos solúveis totais; SA: solubilidade em água; PER: permeabilidade a vapor d'água; ESP: espessura; TMAX: tensão máxima; FTIR: espectroscopia de infravermelho; L: luminosidade; TU: teor de umidade; CH: chroma; TRA: transparência. ....38

## LISTA DE TABELAS

**Tabela 1.** Acidez total titulável (% de ácido cítrico), condutividade elétrica ( $\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) e densidade ( $\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ), carboidratos totais ( $\text{g}\cdot(100\text{g})^{-1}$  MS) e compostos fenólicos totais ( $\text{g}\cdot(100\text{g})^{-1}$  MS) na mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de  $26.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  e umidade relativa (UR) de 41.3%...27

**Tabela 2.** Granulometria na mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de  $26.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  e UR de 41.3%.....28

**Tabela 3.** Capacidade de retenção de água e óleo (g) da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de  $26.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  e UR de 41.3%. Poder de Inchaço ( $\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ) e Solubilidade (%) da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio. ....29

**Tabela 4.** Transparência (%) e espessura (mm) nos filmes poliméricos obtidos com a mucilagem *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU, e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de  $26.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  e UR de 41.3%.....30

**Tabela 5.** Resistência a tração (MPa) nos filmes obtidos com a mucilagem *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU, e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de  $26.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  e UR de 41.3%. ....32

**Tabela 6.** Cor em luminosidade padrão ( $L^*$ ) e chroma ( $C^*$ ) nos filmes poliméricos obtidos com a mucilagem *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU, e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de  $26.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  e UR de 41.3%.....34

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>15</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>16</b>
2.1	CACTÁCEAS E A PALMA FORRAGEIRA.....	16
2.2	MUCILAGEM E SUA COMPOSIÇÃO .....	16
2.3	FILMES E REVESTIMENTOS COMESTÍVEIS .....	18
<b>3</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>19</b>
3.1	EXTRAÇÃO DA MUCILAGEM E CARACTERIZAÇÃO DE SUAS PROPRIEDADES ÓPTICAS, FÍSICO-QUÍMICAS E TECNOLÓGICAS .....	19
3.1.1	Rendimento.....	19
3.1.2	Acidez titulável total, condutividade elétrica, densidade, carboidratos e compostos fenólicos .....	20
3.1.3	Granulometria.....	21
3.1.4	Capacidade de retenção de água e de óleo .....	21
3.1.5	Poder de inchaço e solubilidade .....	22
3.2	FORMULAÇÃO DO FILME E ESTUDO DE SUAS PROPRIEDADES ÓPTICAS, FÍSICO-QUÍMICAS, MECÂNICAS E ESTRUTURAIS.....	23
3.2.1	Aspecto visual, fotomicrografias e cor .....	23
3.2.2	Transparência, espessura, teor de umidade, solubilidade em água e permeabilidade a vapor d'água.....	23
3.2.3	Resistência e degradação por temperatura.....	25
3.3	ESPECTROFOTOMETRIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) .....	25
3.4	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E ANÁLISE ESTATÍSTICA .....	26
<b>4</b>	<b>RESULTADOS .....</b>	<b>27</b>
4.1	ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DA MUCILAGEM .....	27
4.1.1	Propriedades físico-químicas.....	27
4.1.2	Propriedades tecnológicas .....	29
4.2	PROPRIEDADES DOS FILMES A BASE DE MUCILAGEM .....	30
4.2.1	Propriedades físico-químicas.....	30

4.2.2	Propriedades mecânicas e térmicas .....	32
4.3	PROPRIEDADES ÓPTICAS .....	33
4.4	ESPECTROFOTOMETRIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) E ANÁLISE DE COMPONENTES PRINCIPAIS (PCA).....	36
<b>5</b>	<b>DISCUSSÃO .....</b>	<b>39</b>
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO.....</b>	<b>44</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>45</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de novos biomateriais a partir de subprodutos agrícolas e resíduos é uma tendência global e um dos principais desafios do novo milênio visando promover a proteção ambiental através da química verde e design inovador, além da aplicação de produtos ecológicos. A mucilagem é um interessante biopolímero que vem sendo aplicado nas indústrias de alimentos, cosméticas e farmacêuticas (RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ et al., 2014) e que garante a manutenção das características organolépticas dos alimentos por mais tempo (SANDOVAL et al., 2019). Visando as características da matéria-prima e sua produção, além de sua disponibilidade não homogênea em território brasileiro, extrações da mucilagem em larga escala podem ser necessárias, tendo como alvo o armazenamento. Contudo, estudos que avaliem sua durabilidade quando armazenada, para produção de biomateriais são incipientes.

A característica de elasticidade da mucilagem e sua capacidade de formar rede molecular lhe atribui potencial para aplicação em embalagens de alimentos como biofilmes poliméricos comestíveis ou revestimentos, aumentando sua vida de prateleira e atribuindo valor ao produto (ALLEGRA et al., 2017; MORAIS et al., 2019). O grande desafio para elaboração de biofilmes utilizando a palma forrageira são condições ambientais (GHERIBI et al., 2018), manejo (SOUZA et al., 2022) e a variabilidade genética, pois diferentes gêneros resultam em mucilagens com diferentes propriedades (ARAÚJO et al., 2021) e conseqüentemente, filmes poliméricos diferentes (SANDOVAL et al., 2019). Além disso, é observado que ensaios com a mucilagem em pó são feitos com ela recém extraída (DAMAS et al., 2017; ARAÚJO et al., 2021; GHERIBI et al., 2018; SANDOVAL et al., 2019), mas a viabilidade do armazenamento é ainda desconhecida. Essas informações são aplicáveis diretamente a indústria na identificação de um período de armazenamento ideal para manutenção das propriedades filmogênicas da mucilagem e na formulação de biofilmes com base em cada gênero ou mesmo em cada clone.

Nesse sentido, embora a literatura mostre o uso em potencial de mucilagem de palma forrageira para elaboração de biofilmes e revestimentos, ainda existem lacunas importantes, para se otimizar e economizar o processo de fabricação, e melhorar o potencial filmogênico dos biofilmes de diferentes clones de palma forrageira. Desse modo, objetivou-se avaliar a estabilidade físico-química de mucilagem armazenada para produção de biofilmes poliméricos formulados com a mucilagem de diferentes espécies de palma forrageira.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 CACTÁCEAS E A PALMA FORRAGEIRA

Com ampla distribuição em todo o mundo, as cactáceas têm abundância em regiões de clima árido e semiárido. Estas, possuem cerca de 125 gêneros e 2000 espécies, com evidência nas Américas (ORTEGA-BAES; GODÍNEZ-ALVAREZ, 2006). O Brasil é o terceiro maior centro diverso da família Cactaceae, com 35 gêneros e 237 espécies, aproximadamente, distribuídas em todo o seu território (ORTEGA-BAES; GODÍNEZ-ALVAREZ, 2006).

Bem difundida no México, a palma forrageira foi introduzida no Brasil no final do século XIX e é a opção agrícola com maior potencial no nordeste do país, com número superior a 400 mil hectares (SANTOS et al., 2016). As principais espécies introduzidas e cultivadas no Brasil são *Opuntia ficus indica* (L.) Mill e *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck, cuja produção ocorre principalmente nos estados de Alagoas, Pernambuco e Paraíba (PEREIRA et al., 2015a). A palma forrageira foi inserida nesses locais devido a sua adaptabilidade a regiões de climas áridos e semiáridos, muitos dos requisitos de produção são encontrados na região nordeste (EDVAN et al., 2013; PEREIRA et al., 2015a).

Em geral, os cactos apresentam alto desenvolvimento e capacidade de produção, mesmo sob condições de estresse hídrico em decorrência do seu tipo de metabolismo, proporcionando adaptabilidade a fatores abióticos (HARTZELL; BARTLETT; PORPORATO, 2018). Além disso, estas possuem adaptações fisiomorfológicas que caracterizam a resistência deste tipo de vegetação as altas temperaturas mesmo com baixo potencial hídrico local; cutícula espessa, presença de mucilagem, raízes superficiais, presença de espinhos em lugar de folhas e caule fotossintetizante são algumas destas adaptações (EDVAN et al., 2013; PEREIRA et al., 2015a). Um mecanismo específico e eficaz para armazenar água e nutrientes no período de chuvas, para uso no período de escassez hídrica, característico das cactáceas é o metabolismo ácido das crassuláceas, este permite a redução da perda de água pela transpiração com a abertura estomática noturna para a captação de CO<sub>2</sub> (SOUZA FILHO et al., 2016).

### 2.2 MUCILAGEM E SUA COMPOSIÇÃO

O interesse científico em polímeros naturais como a mucilagem de palma forrageira tem sido crescente devido a sua obtenção ser derivada de fontes renováveis. Nos últimos 10 anos, o número de artigos publicados relacionados a mucilagem de cactos no mundo teve aumento

gradativo, com maior número de publicações nos anos de 2019 e 2020; nessa década foram publicados aproximadamente 145 artigos, cujo México se destaca com maior número de publicações, seguido pelos EUA e Brasil (Dados retirados da base de dados Web of Science).

A mucilagem é definida como um heteropolissacarídeo de estrutura ramificada de alto peso molecular (SEPÚLVEDA et al., 2007; VALDÉS; GARRIGÓS, 2016). Sua aparência é translúcida e amorfa, e apresenta características como: viscosidade, elasticidade, propriedades emulsificantes e capacidade de retenção hídrica, sendo classificada pela indústria como hidrocolóide (CONTRERAS-PADILLA et al., 2015). Ao estudarem as propriedades físico-químicas e reológicas (escoamento e deformação do fluido) da mucilagem, foi observado que apresenta pH ligeiramente ácido e uma dependência acentuada da viscosidade em função da temperatura, força iônica e do pH; e possui comportamento de fluido não-newtoniano, com elevadas propriedades elásticas (CONTRERAS-PADILLA et al., 2016).

Quanto a composição da mucilagem, é constituída por vários monossacarídeos como galactose, arabinose, ácido galacturônico e glicose (ESPINO-DÍAZ et al., 2010). Em contrapartida, a mucilagem de *Opuntia cochenillifera* (L.) Miller contém em média 40% de carboidratos; 7,4% de proteína bruta; 1,6% de nitrogênio; 0,4% de fósforo; 1,2% de potássio; 1,85% de cálcio e 0,35% de magnésio. Os valores aproximados de condutividade elétrica foram 2,3; 4,9 e 5,4 mS cm<sup>-1</sup> e pH variando entre 4,8 e 5,0 (MONRROY et al., 2017). (SEPÚLVEDA et al., 2007) ao caracterizarem a mucilagem de *Opuntia spp* observaram que o peso seco tinha em média 5,6% de umidade; 7,3% de proteína; 37,3% de cinzas; 1,14% de nitrogênio; 9,86% de cálcio e 1,55% de potássio. Embora, como mostrado por (GHERIBI; KHWALDIA, 2019), a mucilagem sofre influência do método utilizado para a realização da extração. DUBEUX et al., (2021) relata que *N. cochenillifera* geralmente apresenta maior matéria seca, assim como maiores concentrações de carboidratos solúveis em água e de matéria orgânica digerível *in vitro* e menor proteína bruta quando comparada com *O. ficus-indica*.

A mucilagem de cactos tem uma grande versatilidade de usos já descritos na literatura, em áreas como a indústria farmacêutica, cosmética, a construção civil e a biorremediação (DI LORENZO et al., 2017; NHARINGO; MOYO, 2016; VENTOL et al., 2011). Quando hidratada, a mucilagem de cactos origina soluções viscosas (caracteriza resistência ao escoamento do fluido), isso ocorre devido a sua matriz polimérica que contém propriedades filmogênicas e elásticas (CONTRERAS-PADILLA et al., 2015). Conseqüentemente, este composto natural pode atuar como barreira à transferência de água, o que lhe atribui destaque para a indústria de alimentos com aplicação na elaboração de revestimentos comestíveis e

biofilmes (PRAJAPATI et al., 2013), além de potencialmente substituir as embalagens plásticas derivadas do petróleo (GHERIBI et al., 2018).

### 2.3 FILMES E REVESTIMENTOS COMESTÍVEIS

Com a crescente demanda por produtos de impacto reduzido ao meio ambiente, indústrias diversas em todo o mundo têm buscado alternativas ao uso de contaminantes e poluentes, visando a gestão sustentável dos recursos ainda dispostos nas reservas naturais, sem que para isso haja prejuízo da saúde humana. Segundo (GHERIBI; KHWALDIA, 2019), desde meados do século 20 revestimentos alternativos já eram utilizados com o intuito de minimizar a perda de peso e realçar o brilho das frutas e vegetais.

Grandes investimentos têm sido feitos em busca de novas tecnologias para conservação de alimentos, como a produção de embalagens biodegradáveis ou filmes comestíveis como alternativa sustentável ao uso de derivados do petróleo (ASSIS; BRITTO, 2014). Polissacarídeos, proteínas e lipídios (ESPINO-DÍAZ et al., 2010) são biocompostos inseridos nesse cenário, que conferem a tais embalagens inteligente fácil produção e baixo custo. O uso dessas tecnologias visa prolongar a durabilidade de alimentos pós-colheita, proporcionando perda de umidade, controle de permeabilidade dos gases, atividade microbiana e integridade estrutural dos tecidos (GHERIBI; KHWALDIA, 2019).

Como constatado por (DAMAS et al., 2017), filmes produzidos a base da mucilagem de frutos de *Cereus hildmannianus* apresentam um grande potencial para o desenvolvimento de revestimentos comestíveis. (MORAIS et al., 2019) ao estudarem a mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck para a elaboração de revestimentos comestíveis, obtiveram resultados que sugerem que o revestimento comestível a base da mucilagem, é promissor para a aplicação em raízes de inhame minimamente processadas, devido a tendência de redução da desidratação e manutenção das características organolépticas do produto. Além disso, a adição de plastificantes como glicerol, sorbitol e polietilenoglicol, tem se mostrado promissora para a elaboração de filmes a base de palma forrageira. A adição de plastificantes é importante, pois garante integridade física e atribui resistência aos filmes (GHERIBI et al., 2018). Segundo DEL-VALLE et al., (2005), revestimentos e filmes comestíveis com boas propriedades mecânicas podem ser de forma substancial substitutos de embalagens sintéticas, com viés sustentável e ecológico, por não se tratar de um produto composto e/ou derivado de subprodutos do petróleo.

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 EXTRAÇÃO DA MUCILAGEM E CARACTERIZAÇÃO DE SUAS PROPRIEDADES ÓPTICAS, FÍSICO-QUÍMICAS E TECNOLÓGICAS

A coleta dos cladódios ocorreu em uma área de cultivo do Centro Internacional de Referência de Estudos Agrometeorológicos de Cactos e outras Plantas Forrais, no município de Serra Talhada, PE (7°59 'S; 38°15 'W e 431 m). Segundo o sistema de classificação Köppen, o clima da região é do tipo BShw (ALVARES et al., 2013). A precipitação média anual é de 642 mm, a temperatura média do ar é de 24.8 °C, a umidade relativa é de 62% e a demanda atmosférica por água é superior a 1.800 mm por ano (PEREIRA et al., 2015b).

A mucilagem foi obtida de acordo com ARAÚJO et al., (2021), com algumas modificações. Cladódios de palma forrageira, *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU (100004) e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM (200016), com tamanho médio de 100-230mm e obtidos da região do terço-médio da planta foram colhidos, pesados, lavados em água corrente e a epiderme foi retirada. O parênquima aquífero restante foi triturado em um multiprocessador (Philips Walita, ri7775, Barueri, Brasil) com álcool etílico (99.8% P.A.) na proporção de 2:3 (material vegetal:álcool) e homogeneizado. Sucessivas lavagens com etanol foram realizadas para a retirada das clorofilas restantes e obtenção de um precipitado o mais esbranquiçado possível. O precipitado foi seco em estufa a 55 °C por 48 h. Após isso, a mucilagem seca foi pulverizada utilizando um micro moinho (Tecnal, Tipo Willye, TE-648), obtendo-se um pó esbranquiçado. Quando necessário, parte do pó obtido foi hidratado na concentração de 4% p/v (4.0000 g de pó para 100mL de água destilada) para realização de análises na mucilagem. A mucilagem obtida foi dividida e analisada logo após a extração (mês 0), e com intervalos de 2 meses até que se completassem 10 meses (2, 4, 6, 8 e 10 meses), seu armazenamento foi realizado com ausência de luz, em temperatura média de 26.5 °C e umidade relativa (UR) de 41.3%.

##### 3.1.1 Rendimento

O rendimento agroindustrial foi calculado por meio da seguinte fórmula:

$$RCF = \frac{Mf (g)}{Mi (g)} * 100$$

Em que: RCF = Rendimento do cladódio fresco, %; Mf = Massa da mucilagem em pó, g; Mi = Massa do cladódio fresco, g.

### 3.1.2 Acidez titulável total, condutividade elétrica, densidade, carboidratos e compostos fenólicos

A acidez titulável total foi realizada segundo ASTELLO-GARCÍA et al., (2015), com algumas modificações; utilizando solução aquosa de hidróxido de (NaOH) 0,1 N e Equivalente grama do ácido cítrico 64.02. Foi utilizado solução de fenolftaleína 1%. Os resultados foram calculados pela fórmula a seguir e expressos em % de ácido cítrico.

$$ATT = \frac{N \times V \times Eq \text{ ácido cítrico}}{v}$$

Em que: ATT = Acidez titulável total (% de ácido cítrico); N = normalidade da solução de hidróxido de sódio (0,1 N); V = Volume da amostra de NaOH usado na titulação (mL); Eq = Equivalente grama do ácido cítrico (64.02); v = Volume da amostra utilizada (mL).

A Condutividade elétrica foi realizada através do uso de um condutivímetro (TECNAL, Tec-4MP, Piracicaba, Brasil). Em que o sensor foi inserido diretamente nas amostras de mucilagem hidratada e realizada a leitura. Os resultados foram expressos em mS cm<sup>-1</sup>.

A densidade foi realizada com uso de picnômetro de vidro com termômetro. 1 grama de mucilagem foi pesada em balança analítica (BIOPRECISA, FA2104N, Curitiba, Brasil), a mucilagem foi levemente hidratada a fim de evitar resultados não legítimos, e então inserida no picnômetro. O picnômetro foi completado com água e o sistema fechado com o termômetro. O sistema (picnômetro + termômetro + amostra + água) foi pesado e a temperatura coletada. Também foi pesado o sistema (picnômetro + termômetro + água), necessário para o cálculo. Os resultados foram calculados pela fórmula a seguir e expressos em g.mL<sup>-1</sup>.

$$Ds = \frac{MS}{[(Pic + H_2O) + (MS)] - (Pic + H_2O + M)} \times \frac{1}{D_{H_2O}}$$

Em que: Ds = Densidade da mucilagem seca (g.mL<sup>-1</sup>); MS = Massa da mucilagem seca (g); Pic = Massa do picnômetro com termômetro (g); H<sub>2</sub>O = Água; M = Mucilagem; D<sub>H<sub>2</sub>O</sub> = Densidade absoluta da água em função da temperatura.

O conteúdo de carboidratos solúveis foi obtido conforme metodologia descrita por DUBOIS et al., (1956), com modificações. A mucilagem hidratada (2 mL) foi centrifugada (Hettich, MIKRO 220, Berlim, Alemanha) a 10000 rpm, a 4 °C por 21 min. Uma alíquota de

10 µL do extrato bruto da amostra foi adicionada a 490 µL de água deionizada, 500 µL de fenol 5% e 2.5 mL de ácido sulfúrico concentrado a 98.08% que foi colocada em tubos de ensaio e agitados. Posteriormente, os tubos ficaram em repouso por 10 min em bandeja contendo água a temperatura ambiente. Após decorrido o tempo, as leituras foram realizadas em espectrofotômetro (Modelo libra S8, Biochrom, Cambridge, Inglaterra) à 490 nm. O branco foi constituído por 500 µL de água deionizada, 500 µL de fenol 5% e 2.5 mL de ácido sulfúrico concentrado a 98.08%. Os resultados foram expressos em  $\text{g} \cdot (100 \text{ g})^{-1}$  de matéria seca e quantificados com base na equação obtida para a curva padrão, cujo carboidrato de referência foi a glicose.

A determinação do teor de compostos fenólicos totais foi realizada de acordo com JARAMILLO-FLORES et al., (2003) com algumas modificações. O volume de 2 mL da mucilagem hidratada foi levado a uma centrífuga (Hettich, MIKRO 220, Berlim, Alemanha) a 10000 rpm, a 4 °C por 21 min. Uma alíquota de 250 µL do sobrenadante foi combinado com 250 µL de reagente de Folin Ciocalteu (1N). A mistura foi homogeneizada em vórtex (TECNAL, AP56, Araraquara, Brasil) e permaneceu em repouso por 2 min. Em seguida foi adicionado 500 µL de carbonato de sódio a 20% (p/v), e a mistura permaneceu em repouso por mais 10 min. Por fim as leituras foram realizadas em espectrofotômetro (Biochrom, Libra S8, Cambridge, Inglaterra) a 757 nm. Para a construção da curva analítica foi utilizada uma solução padrão de ácido gálico, nas concentrações de 0, 20, 40, 60, 80 e 100 µg. mL<sup>-1</sup>. A quantidade de polifenóis totais foi expressa em  $\text{g} \cdot (100 \text{ g})^{-1}$  de matéria seca.

### 3.1.3 Granulometria

A determinação do tamanho dos grãos de mucilagem foi realizada com uso de peneiras granulométricas (ASTM 35, 60 e 270). Amostras de 5.0000 g de mucilagem foram pesadas com uso de balança semi-analítica (OHAUS - 4100g/0.01g) e passadas pelas peneiras com agitação manual. Foi pesado o que ficou retido em cada uma das malhas.

### 3.1.4 Capacidade de retenção de água e de óleo

A capacidade de retenção de água (CRA) foi estimada pelo método descrito por ANDRADE VIEIRA et al., (2021), com modificações. Amostras de mucilagem (0.2000 g) foram adicionados a 10 mL de água destilada em tubos Falcon, mantidos por 1 h em temperatura

ambiente e agitados por 5 s a cada 15 min. Foram depois centrifugados a 5.000 rpm por 20 min. O sobrenadante foi descartado e o material dos tubos foi colocado em estufa, a 55 °C para secar a água restante por 30 min. A CRA foi expressa como a quantidade de água retida em peso de mucilagem (g), calculada pela equação abaixo:

$$\text{CRA (g. g}^{-1}\text{)} = \frac{\text{Peso da mucilagem seca}}{\text{Peso inicial da mucilagem}}$$

A capacidade de retenção de óleo (CRO) foi medida de acordo com a metodologia de ANDRADE VIEIRA et al., (2021), com modificações. Amostras de 0.1000 g de mucilagem foram adicionadas a 10 mL de óleo de soja em tubos Falcon e agitados a 200 rpm em incubadora (TECNAL, modelo TE - 420) por 1 h. A mistura foi centrifugada a 5.000 rpm por 15 min, o sobrenadante foi descartado e o precipitado foi seco em estufa a 55 °C por 24 h. A CRA foi calculada e os resultados foram expressos em gramas de óleo adsorvido por grama de mucilagem, como segue:

$$\text{CRO (g. g}^{-1}\text{)} = \frac{\text{Peso da mucilagem seca}}{\text{Peso inicial da mucilagem}}$$

### 3.1.5 Poder de inchaço e solubilidade

Foi utilizado a metodologia de VIEIRA et al., (2020), com algumas modificações. Para isso; 0.1250 g do pó da mucilagem foi hidratado com 10 mL de água destilada e aquecido em banho maria a 40, 50, 60, 70 e 80 °C por 10 min. Logo após, foi misturado em água gelada (10 °C) por 5 min e centrifugada por 15 min a 3000 rpm a 25 °C. O sobrenadante foi coletado e mantido em estufa a 55 °C até o peso constante. Logo após, ambas as frações (precipitado e sobrenadante) secos em estufa, foram pesados e realizados os cálculos apresentados nas equações 1 e 2.

$$(1) \quad \text{Poder de inchaço [g. g}^{-1}\text{de mucilagem]} = \frac{\text{msw}}{\text{mo} - \text{ms}}$$

$$(2) \quad \text{Solubilidade [\% em g. (100 g)}^{-1}\text{de mucilagem]} = \frac{\text{ms}}{\text{mo}} \times 100\%$$

Em que: ms = massa (g) do sobrenadante seco; mo = peso (g) da amostra e msw = massa (g) do precipitado.

## 3.2 FORMULAÇÃO DO FILME E ESTUDO DE SUAS PROPRIEDADES ÓPTICAS, FÍSICO-QUÍMICAS, MECÂNICAS E ESTRUTURAIS.

Para a elaboração dos filmes poliméricos foi seguida a metodologia proposta por BRITO et al., (2022), com modificações. O pó resultante da extração e armazenado para estudo por 10 meses, foi também utilizado para elaboração de biofilmes, estes também foram estudados com intervalo de 2 meses até o décimo mês. Para tanto, a mucilagem foi hidratada na proporção de 4% p/v (4.0000 g de pó para 100 mL de água destilada) para formação de uma emulsão. A esta foi adicionado glicerol (plastificante) e lactato de cálcio na concentração padrão de 60% e 2%, respectivamente. A emulsão foi aquecida a 70 °C por 10 min. O material foi levado à estufa a 55 °C por 24 h para secagem e, em seguida o biofilme polimérico formado foi retirado e armazenado para a realização das análises.

### 3.2.1 Aspecto visual, fotomicrografias e cor

Observações comparativas e visuais foram realizadas com fotografias do material feitas em smartphone (Apple Iphone XR). Também foram realizadas fotografias no microscópio óptico com lente de aumento de 4 vezes.

A cor foi obtida através de um colorímetro (RS - 232 com saída serial RGB - 1002) com valores obtidos no sistema RGB. Os dados obtidos pelo colorímetro foram divididos por 4 para adequação a escala RGB (0 - 255) e então, convertidos na escala de cores CIE L\*, a\*,b\* (ALVARENGA PINTO COTRIM; MOTTIN; AYRES, 2016a). Em que L\* corresponde a variações na luminosidade da amostra (0 a 100, mais escura a mais clara), a\* corresponde a variações de verde (- a) a vermelho (+ a), e b\* é atribuída a variações entre azul (- b) a amarelo (+ b). A conversão de valores foi realizada usando software on-line disponível em um site público: <http://www.easyrgb.com/en/convert.php#Result>. Posteriormente, o conjunto de dados de a\* e b\* foi convertido e expresso em valores de saturação de Chroma (C\*) de acordo com a metodologia de ESPINO-DÍAZ et al., (2010), em que:

$$C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2}$$

### 3.2.2 Transparência, espessura, teor de umidade, solubilidade em água e permeabilidade a vapor d'água

A transparência foi determinada com uso de segmentos retangulares dos filmes colocados em cubetas de um espectrofotômetro, de forma perpendicular ao caminho percorrido pela luz para obtenção da absorvância à 600 nm. Uma cubeta vazia foi utilizada como controle. Para obtenção da transparência, a absorvância foi convertida em transmitância com a seguinte fórmula:

$$T = 10^{(2-\text{absorbância})}$$

Para determinação da transparência. A transmitância foi determinada de acordo com a fórmula:

$$\text{Transparência} = \frac{\log T}{x}$$

Em que: Transparência = %T / mm; T = transmitância (%); x = espessura do filme (mm).

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

O teor de umidade foi aferido com corte dos filmes obtido em áreas de 1,0 x 1,0 cm e pesados; após isso, foram levados à estufa por 24 h a 55 °C até peso constante (peso da amostra seca). A pesagem final dos fragmentos determinou o teor de umidade dos biofilmes, calculado pela fórmula:

$$TU = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100$$

Em que: TU = Teor de umidade (%); M<sub>i</sub> = Massa inicial dos fragmentos (g); M<sub>f</sub> = Massa final dos fragmentos (g).

A solubilidade em água foi realizada com fragmentos de 1.0 cm<sup>2</sup> dos biofilmes, secos em estufa a 55 °C por 24 h, foram resfriados à temperatura ambiente em dessecador, pesados e imersos em 12.5 mL de água destilada a 25 °C, durante 30 min. Após isso, os fragmentos não dissolvidos foram armazenados na estufa por 24 h a 55 °C, colocados no dessecador para esfriar e pesados ao final do processo. A solubilidade em água foi determinada pela fórmula:

$$SA = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100$$

Em que: SA = Solubilidade em água (%); M<sub>i</sub> = Massa inicial dos fragmentos (g); M<sub>f</sub> = Massa final dos fragmentos (g).

A permeabilidade foi medida de acordo com a metodologia proposta por SUKHIJA; SINGH; RIAR, (2019a), com algumas modificações. Amostras dos filmes foram posicionadas de forma a tampar copos de 20 mL de polipropileno contendo cerca de 15 g de carbonato de

cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), para obter aproximadamente 10 mm de distância entre o carbonato e a amostra. Os copos foram então colocados em dessecador com temperatura e umidade relativa monitoradas a 25 °C e 70% UR. O transporte de vapor d'água foi determinado pelo peso ganho nos copos e as inclinações (mudanças de peso em função do tempo) foram calculadas por regressão linear ( $R^2 > 0.99$ ). A permeabilidade ao vapor d'água ( $\text{g m}^{-2} \text{ d kPa}$ ) foi calculada de acordo com a fórmula:

$$\text{WVP} = \frac{\text{WVTR} \times X}{\Delta p}$$

Em que: WVTR = taxa de transmissão de vapor d'água ( $\text{g/m}^2 \text{ d}$ ) definida como a inclinação ( $\text{g/d}$ ) dividida pela área de transferência ( $\text{m}^2$ ); X = espessura do filme (m);  $\Delta p$  (kPa) = diferença de pressão de vapor d'água parcial através do filme. ( $\Delta p = p (\text{RH}_2 - \text{RH}_1) = 2.22 \text{ kPa}$ , em que p é a pressão de vapor de saturação da água a 25 °C,  $\text{RH}_2 = 70\%$  e  $\text{RH}_1 = 0\%$ ).

### 3.2.3 Resistência e degradação por temperatura

A resistência à tração (TS), foram realizadas usando uma máquina de tração (IMPAC, IP-AEL-A-50, São Paulo, Brasil) de acordo com o método proposto por GHERIBI et al., (2018), com modificações. Para cada formulação de filme, 3 tiras de filme retangulares (20 mm x 70 mm) foram testadas a uma velocidade de cabeça de 100 mm/min usando um grampo duplo com uma separação de 50 mm.

A estabilidade térmica dos filmes foi avaliada por TGA usando o equipamento TGA 2 (Mettler Toledo). O experimento foi realizado sob atmosfera de nitrogênio com varreduras de aquecimento de 35 a 600 °C e a uma taxa de aquecimento de 10 °C por min para cada amostra.

## 3.3 ESPECTROFOTOMETRIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

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

### 3.4 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os experimentos foram conduzidos em delineamento inteiramente casualizado (DIC) com 3 repetições. As análises foram conduzidas em triplicatas, e os dados foram submetidos aos testes de normalidade e teste de Tukey a 5% de probabilidade com o auxílio do *software* R versão 4.2.1. Os gráficos foram elaborados utilizando o *software* Sigma Plot versão 14. Para a análise de componentes principais (PCA), foi usada a ferramenta de *software* R (R CORE TEAM, 2022) na qual os meios dos dados das propriedades estudadas foram decompostos em conjuntos de vetores ortogonais. Os resultados da matriz de correlação foram exibidos em biplots com sua distribuição no espaço de ordenações, variâncias e correlação de Pearson. Os gráficos foram criados usando o *software* SigmaPlot versão 14 (Systat Software Inc., 2020) e o OriginLab versão 8.5.

## 4 RESULTADOS

### 4.1 ESTABILIDADE FÍSICO-QUÍMICA DA MUCILAGEM

Houve efeito de interação para a condutividade elétrica, compostos fenólicos, granulometria, capacidade de retenção de água e óleo. Não foi observada diferença significativa no rendimento agroindustrial, densidade, carboidratos solúveis totais, acidez titulável total, poder de inchaço e solubilidade.

#### 4.1.1 Propriedades físico-químicas

A acidez total titulável da mucilagem não diferiu entre as espécies estudadas; como também, a acidez não mudou após 10 meses de armazenamento (Tabela 1). Por outro lado, a condutividade elétrica e a densidade da espécie OEM apresentaram valores significativamente maiores em relação a MIU (Tabela 1). No armazenamento, a condutividade elétrica, a densidade, os carboidratos totais e os compostos fenólicos totais reduziram significativamente, independente da espécie estudada (Tabela 1). Além disso, OEM apresentou maiores valores de carboidratos, enquanto MIU apresentou valores maiores de compostos fenólicos (Tabela 1).

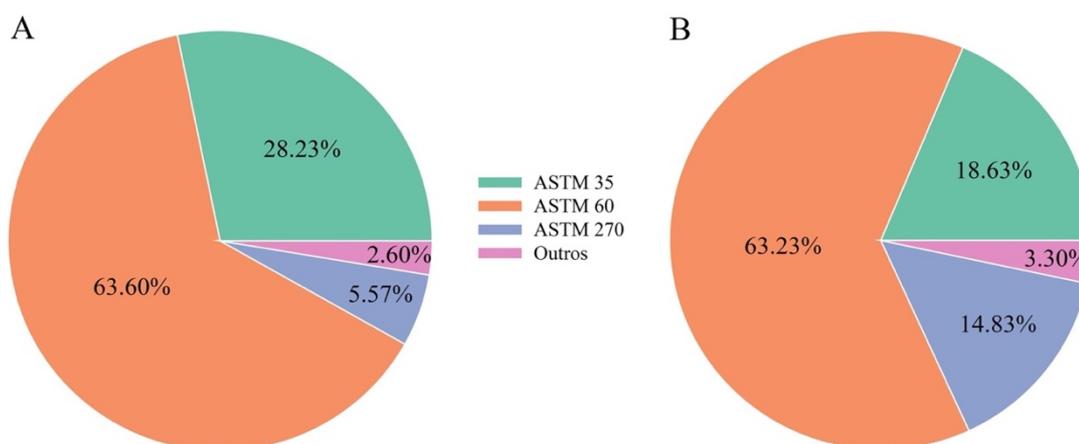
**Tabela 1.** Acidez total titulável (% de ácido cítrico), condutividade elétrica ( $\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) e densidade ( $\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ), carboidratos totais ( $\text{g}\cdot(100\text{ g})^{-1}$  MS) e compostos fenólicos totais ( $\text{g}\cdot(100\text{ g})^{-1}$  MS) na mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de  $26.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  e umidade relativa (UR) de 41.3%.

Propriedades físico-químicas		Tempo (meses)					
		Início (0)	2	4	6	8	10
Acidez titulável total	MIU	0.26Aa	0.26Aa	0.26Aa	0.26Aa	0.26Aa	0.26Aa
	OEM	0.26Aa	0.26Aa	0.26Aa	0.26Aa	0.26Aa	0.26Aa
Condutividade elétrica	MIU	978.4Bb	846.6Db	819.9Eb	910.4Cb	853.1Db	1365Aa
	OEM	1117Ba	1036Da	1076Ca	988.6Ea	1033Da	1346Ab
Densidade	MIU	0.673Ab	0.609Ab	0.618Ab	0.636Ab	0.603Ab	0.618Ab
	OEM	0.934Aa	0.932Aa	0.906Aa	0.923Aa	0.931Aa	0.933Aa

Carboidratos solúveis totais	MIU	20.1Ab	19.7ABb	17.4ABCb	19.0ABb	16.6Cb	19.0BCb
	OEM	30.6Aa	27.9ABa	28.1ABCa	27.7ABa	25.1Ca	24.4BCa
Compostos fenólicos totais	MIU	3.39Aa	3.17Aa	2.22Ca	1.78Da	1.81Da	2.71Ba
	OEM	3.16Ab	2.87Bb	2.05Ca	1.23Db	1.37Db	1.28Db

\* Valores com letras diferentes entre as colunas apresentam diferença significativa ( $P < 0.05$ ). Letras maiúsculas para o tempo (meses) e minúsculas para a espécie do modelo vegetal.

Para a granulometria da mucilagem das espécies estudadas, na malha de 0.50 mm, foi observado que ocorreu um decréscimo no quantitativo de partículas ao longo do tempo de armazenamento (Tabela 2). Diferentemente, nas duas outras malhas (0.250 mm e 0.053 mm), que aumentaram ao longo dos meses. Adicionalmente, a malha ASTM 60 (0.250 mm) detém mais de 60% dos grãos mucilaginosos em ambas as espécies (Figura 1).



**Figura 1.** Média percentual do tamanho dos grãos da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (A) e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw (B). As ASTM 35, 60 e 270, correspondem aos diâmetros 0.5, 0.250, 0.053 mm, respectivamente.

**Tabela 2.** Granulometria na mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de 26.5 °C e UR de 41.3%. As ASTM 35, 60 e 270, correspondem aos diâmetros 0.5, 0.250, 0.053 mm, respectivamente.

Granulometria (g)		Tempo (meses)					
		Início (0)	2	4	6	8	10
ASTM 35	MIU	1.47Ca	2.08Aa	1.72Ba	1.03Ea	1.03Ea	1.17Da
	OEM	0.97Bb	1.38Ab	0.84Db	0.81Db	0.67Eb	0.92Cb

ASTM 60	MIU	3.14Db	2.61Fb	2.98Eb	3.50Ba	3.60Aa	3.35Ca
	OEM	3.23BCa	2.93Da	3.36Aa	3.18BCb	3.25Bb	3.15Cb
ASTM 270	MIU	0.24Bb	0.16Cb	0.18Cb	0.30Bb	0.28Bb	0.44Ab
	OEM	0.57Da	0.48Ea	0.67Ca	0.83Ba	0.96Aa	0.85Ba

\* Valores com letras diferentes entre as colunas apresentam diferença significativa ( $P < 0.05$ ). Letras maiúsculas para o tempo (meses) e minúsculas para a espécie do modelo vegetal.

#### 4.1.2 Propriedades tecnológicas

A mucilagem de OEM ou MIU mostraram estabilidade em relação a capacidade de retenção de água e óleo até os 8 meses de armazenamento (Tabela 3). Além disso, a espécie MIU apresentou, independente do tempo de armazenamento, maiores valores médios de capacidade de retenção de água e óleo (Tabela 3).

Quanto ao poder de inchaço, percebe-se que a mucilagem de ambas as espécies incha com aumento da temperatura, sempre apresentando os valores de inchaço maiores para a espécie MIU quando comparada a OEM (Tabela 3). A solubilidade da mucilagem de MIU decai com o aumento da temperatura até 60 °C, depois volta a subir; oposto ao observado para OEM que aumenta até a mencionada temperatura, e depois decresce (Tabela 3).

**Tabela 3.** Capacidade de retenção de água e óleo ( $\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ) da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de 26.5 °C e UR de 41.3%. Poder de Inchaço ( $\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ) e Solubilidade (%) da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio.

Propriedades tecnológicas (1)		Tempo (meses)					
		Início (0)	2	4	6	8	10
Capacidade de retenção de água	MIU	13.64Aa	12.93BCa	14.09Aa	12.79Ca	13.52ABa	6.74Da
	OEM	7.29Ab	7.15Ab	7.23Ab	7.01Ab	7.30Ab	4.57Bb
Capacidade de retenção de óleo	MIU	8.45Aa	8.36Aa	7.24Aa	7.85Aa	7.37Aa	7.48Aa
	OEM	5.13ABb	5.07ABb	5.24ABb	4.85ABb	6.14Ab	4.37Bb

Propriedades tecnológicas (2)		Temperatura				
		40 °C	50 °C	60 °C	70 °C	80 °C

Poder de inchaço	MIU	18.88Ba	18.80Ba	17.51Ba	21.06Ba	25.32Aa
	OEM	11.97Bb	11.82Bb	10.40Bb	12.07Bb	16.01Ab
Solubilidade	MIU	22.64Aa	19.84Aa	18.03Aa	23.23Aa	23.33Aa
	OEM	15.95Aa	21.47Aa	21.28Aa	14.16Aa	18.32Aa

\* Valores com letras diferentes entre as colunas apresentam diferença significativa ( $P < 0.05$ ). Letras maiúsculas para o tempo (meses) e minúsculas para a espécie do modelo vegetal (Análises 1). Letras maiúsculas para a temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ ) e minúsculas para a espécie do modelo vegetal (Análises 2).

## 4.2 PROPRIEDADES DOS FILMES A BASE DE MUCILAGEM

Foi verificado interação significativa para a cor (chroma), espessura, transparência, resistência a tração e solubilidade em água. Não houve efeito de interação para o teor de umidade, permeabilidade ao vapor d'água e luminosidade.

### 4.2.1 Propriedades físico-químicas

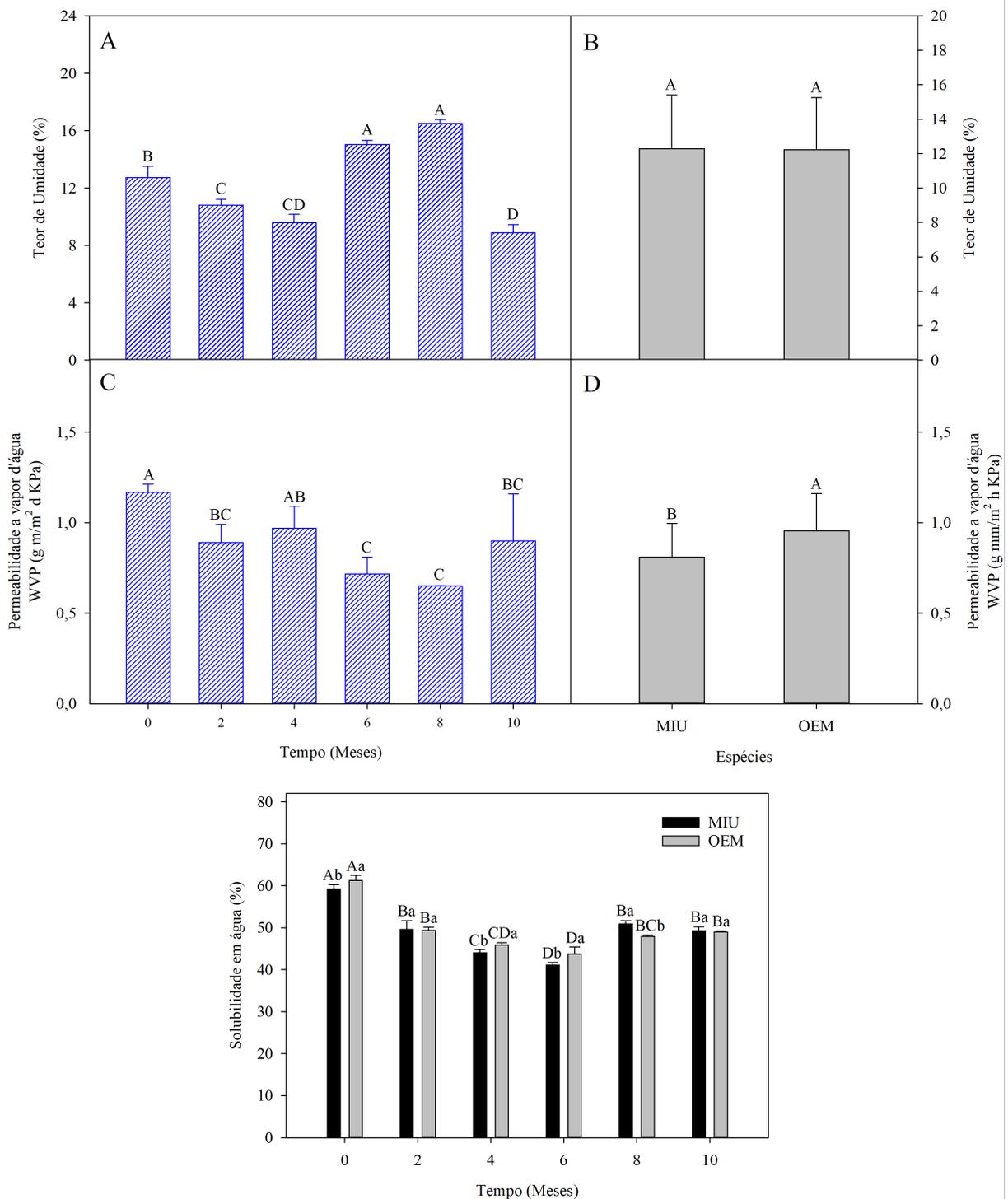
A transparência dos filmes de ambas as espécies, aumentou com os meses (Tabela 4). Por outro lado, a espessura diminuiu até o oitavo mês para OEM, enquanto MIU reduziu seus valores até o final do estudo (Tabela 4). Além disso, os filmes resultantes da mucilagem de MIU foram significativamente mais espessos (Tabela 4).

**Tabela 4.** Transparência (%T / mm) e espessura (mm) nos filmes poliméricos obtidos com a mucilagem *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU, e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de  $26.5^{\circ}\text{C}$  e UR de 41.3%.

Propriedades físico-químicas		Tempo (meses)					
		Início (0)	2	4	6	8	10
Transparência	MIU	5.21Cb	6.32BCa	5.81Ca	5.35Cb	7.08Ba	10.39Aa
	OEM	6.42Aa	7.09Aa	6.19Aa	6.87Aa	7.14Aa	7.17Ab
Espessura	MIU	0.38Aa	0.34Aa	0.38Aa	0.34Aa	0.27Ba	0.23Bb
	OEM	0.32ABb	0.27BCDb	0.32ABCb	0.27CDb	0.25Da	0.36Aa

\* Valores com letras diferentes entre as colunas apresentam diferença significativa ( $P < 0.05$ ). Letras maiúsculas para o tempo (meses) e minúsculas para a espécie do modelo vegetal.

Observou-se que o teor de umidade dos filmes foram máximos aos 8 meses e mínimos no décimo mês, independente da espécie estudada (Figura 2). Por outro lado, a permeabilidade diminuiu, chegando a valores mínimos aos 6 e 8 meses (Figura 2). Notou-se também que a permeabilidade foi maior para a espécie OEM (Figura 2). A solubilidade em água também acompanhou as quedas na permeabilidade a vapor de água (Figura 2).



**Figura 2.** Teor de umidade (A) e permeabilidade a vapor d'água (C) e entre as espécies (B e D), e Solubilidade em água nos filmes obtidos com a mucilagem *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU, e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de 26.5 °C e UR de 41.3%. As barras representam o desvio padrão da média. Valores com letras diferentes apresentam diferença significativa ( $P < 0.05$ ).

#### 4.2.2 Propriedades mecânicas e térmicas

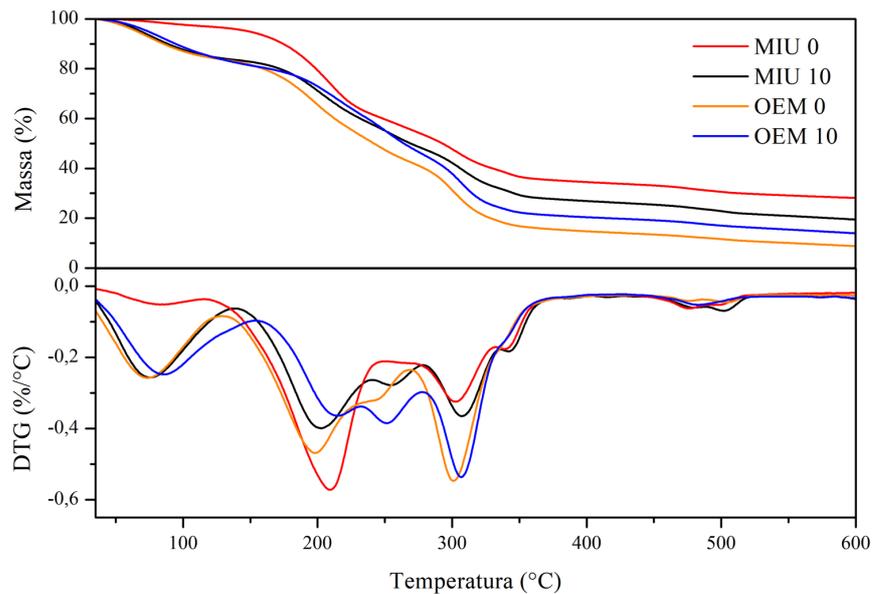
A mucilagem manteve bons resultados gerais por oito meses. A resistência a tração dos filmes a base da mucilagem de palma forrageira apresentou redução gradual dos valores, sendo MIU com valores significativamente maiores (Tabela 5). A espécie OEM apresentou um aumento nos primeiros meses, mas após o oitavo mês os valores decresceram (Tabela 5).

**Tabela 5.** Resistência a tração (MPa) nos filmes obtidos com a mucilagem *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU, e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de 26.5 °C e UR de 41.3%.

	Resistência a tração					
	Início (0)	Tempo (meses)				
	2	4	6	8	10	
MIU	3.41Ba	3.72Aa	2.69Ea	2.53Fa	3.03Da	3.20Ca
OEM	1.20Db	1.88Cb	2.13Ab	2.04ABb	2.14Ab	2.0BCb

\* Valores com letras diferentes entre as colunas apresentam diferença significativa ( $P < 0.05$ ). Letras maiúsculas para o tempo (meses) e minúsculas para a espécie do modelo vegetal.

Foi observado que os filmes de MIU tiveram menor perda de massa e sua degradação ocorreu em temperaturas superiores a OEM em todos os estágios de degradação (Figura 3). Quando submetidos ao aquecimento, ocorre a desidratação por retirada das moléculas de água, fragmentação e degradação da matriz do polímero (GHERIBI et al., 2019).



**Figura 3.** Massa residual e curvas DTG de filmes à base de mucilagem de palma forrageira *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio (0) e após o armazenamento de 10 meses (10). Os picos DTG representam a temperatura de degradação a cada estágio.

Nos filmes estudados, a termogravimetria foi realizada no início e ao final do experimento. A perda de massa das amostras ocorreu em 3 estágios devido a complexidades da matriz polissacarídica da mucilagem. O primeiro estágio apresentou 25% de perda de massa de OEM inicial e final e MIU final, enquanto MIU inicial apresentou 0,05%; em 73 e 86 °C, respectivamente. Esta se refere a perda de umidade dos filmes por evaporação. O segundo estágio apresentou perdas de 40% a 60% entre 200 e 210 °C, para MIU e OEM, respectivamente, e está relacionada a degradação das cadeias laterais da mucilagem. O terceiro e último estágio mostrou perdas de 60% da massa do polímero de OEM na faixa de 300 °C, enquanto MIU apresentou perdas de 35%; e essas perdas estão relacionadas a cadeia principal de monossacarídeos da mucilagem, sendo a faixa entre 250 e 350 °C em que ocorre desidratação dos anéis de monossacarídeos e a despolimerização (CAPITANI et al., 2016; MA et al., 2017).

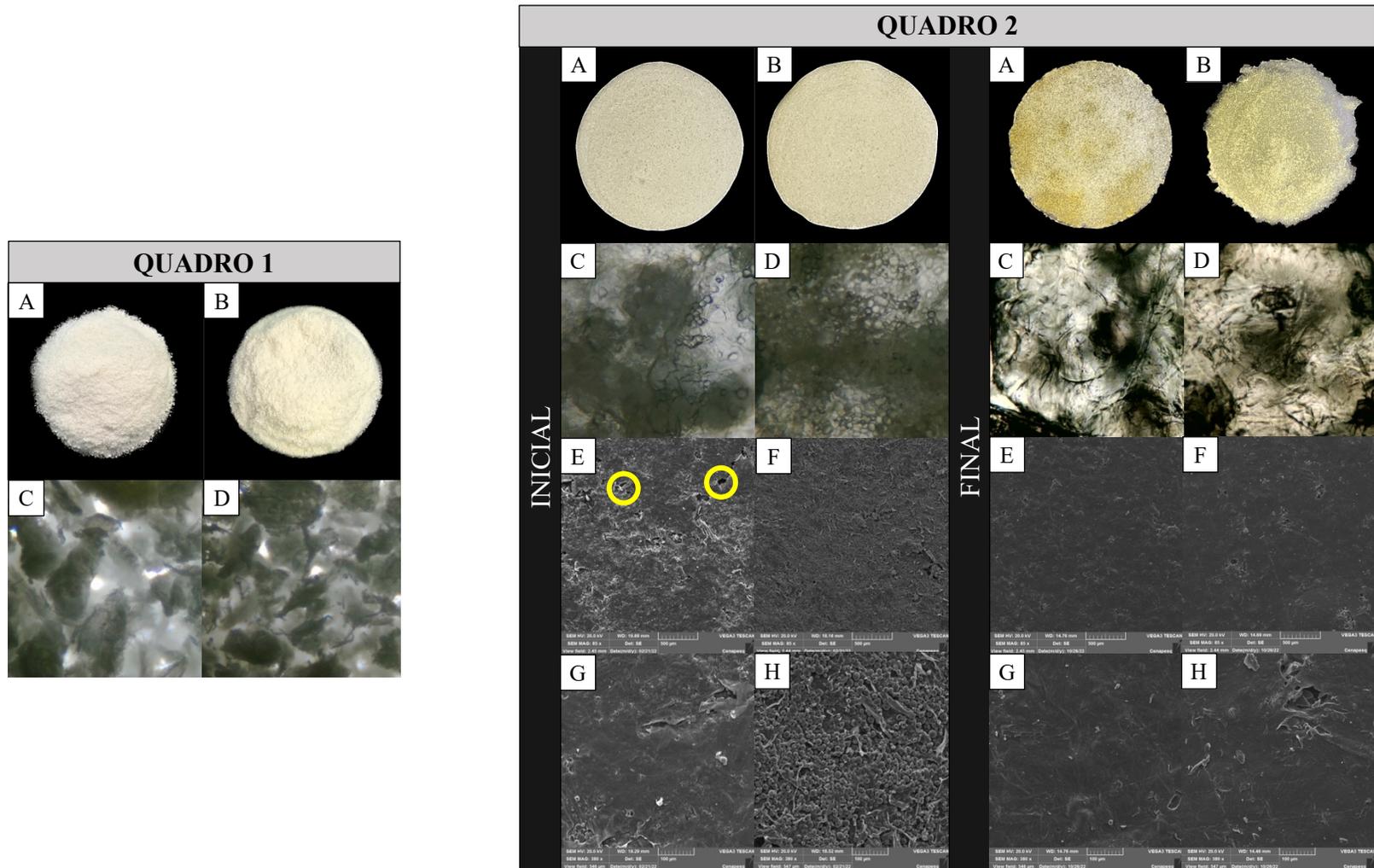
#### 4.3 PROPRIEDADES ÓPTICAS

A luminosidade aumentou significativamente até os 8 meses, independente da espécie (Tabela 6). Os valores de chroma aumentaram progressivamente ao longo do tempo para MIU, diferente de OEM que apresentou decaimento dos valores no armazenamento (Tabela 6).

**Tabela 6.** Cor em luminosidade padrão (L\*) e chroma (C\*) nos filmes poliméricos obtidos com a mucilagem *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU, e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de 26.5 °C e UR de 41.3%.

Propriedades ópticas		Tempo (meses)					
		Início (0)	2	4	6	8	10
Luminosidade	MIU	65.20Ca	73.50Ba	70.57Ba	85.45Aa	87.81Aa	69.36Ba
	OEM	58.05Cb	72.72Bb	70.03Bb	82.34Ab	86.03Ab	69.89Bb
Chroma	MIU	18.95BCb	19.24BCa	16.48Cb	21.20BCa	21.97ABb	26.63Aa
	OEM	27.65Aa	20.36Ba	20.26Ba	23.94ABa	25.90Aa	19.52Bb

\* Valores com letras diferentes entre as colunas apresentam diferença significativa ( $P < 0.05$ ). Letras maiúsculas para o tempo (meses) e minúsculas para a espécie do modelo vegetal.



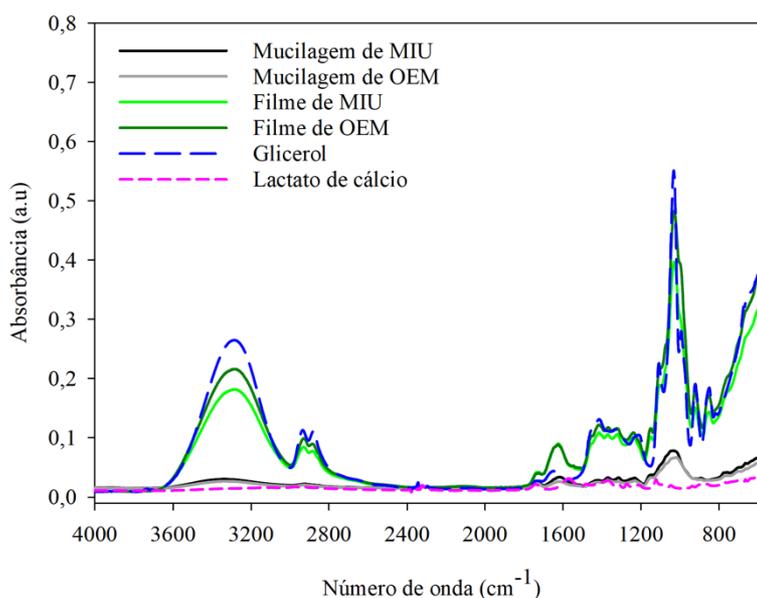
**Figura 4.** Aspecto visual e micrografias da mucilagem (Quadro 1) e dos biofilmes provenientes da mucilagem de palma forrageira (Quadro 2). Imagens macro em A e B, com aproximação de 10x em C e D e aproximadas em 85x e 380x em E e F, G e H (Quadro 2), respectivamente. Inicial corresponde ao início e Final, após 10 meses (Quadro 2). *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck – MIU (A, C, E, G) e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw – OEM (B, D, F, H). Obs.: Regiões circuladas representam a presença de poros ou fissuras nos polímeros.

A mucilagem extraída da espécie MIU apresentou coloração mais esbranquiçada em relação à espécie OEM, que apresentou uma tonalidade levemente amarelada (Figura 4 – Quadro 1, A e B). Quanto as fotomicrografias, OEM aparenta conter partículas ligeiramente menores, quando comparada a MIU (Figura 4 – Quadro 1, C e D).

Os filmes poliméricos resultantes de MIU apresentam coloração mais esbranquiçada em relação aos de OEM no início e ao final do estudo (Figura 4 – Quadro 2, Inicial A e B; Final A e B). Conforme aproximação da imagem aumenta, é visto nas imagens de MEV que os filmes de MIU são mais compactos e homogêneos; diferentemente do observado na base polimérica de OEM, que mostra partículas mais dispersas em sua matriz (Figura 4). Esses resultados se repetem ao final do estudo, mas os filmes poliméricos de ambas as espécies se tornaram mais homogêneos e densos.

#### 4.4 ESPECTROFOTOMETRIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) E ANÁLISE DE COMPONENTES PRINCIPAIS (PCA)

O comportamento espectral em infravermelho (FT-IR) das mucilagens de MIU e OEM no início do experimento e ao longo do armazenamento foi semelhante em ambas, sendo este comportamento também comum aos filmes formulados ao longo do tempo e em suas respectivas espécies. Com isso, foram utilizadas as curvas médias dos tratamentos estudados no armazenamento e foram adicionados os espectros dos componentes presentes na formulação dos filmes poliméricos (glicerol e lactato de cálcio) (Figura 5).

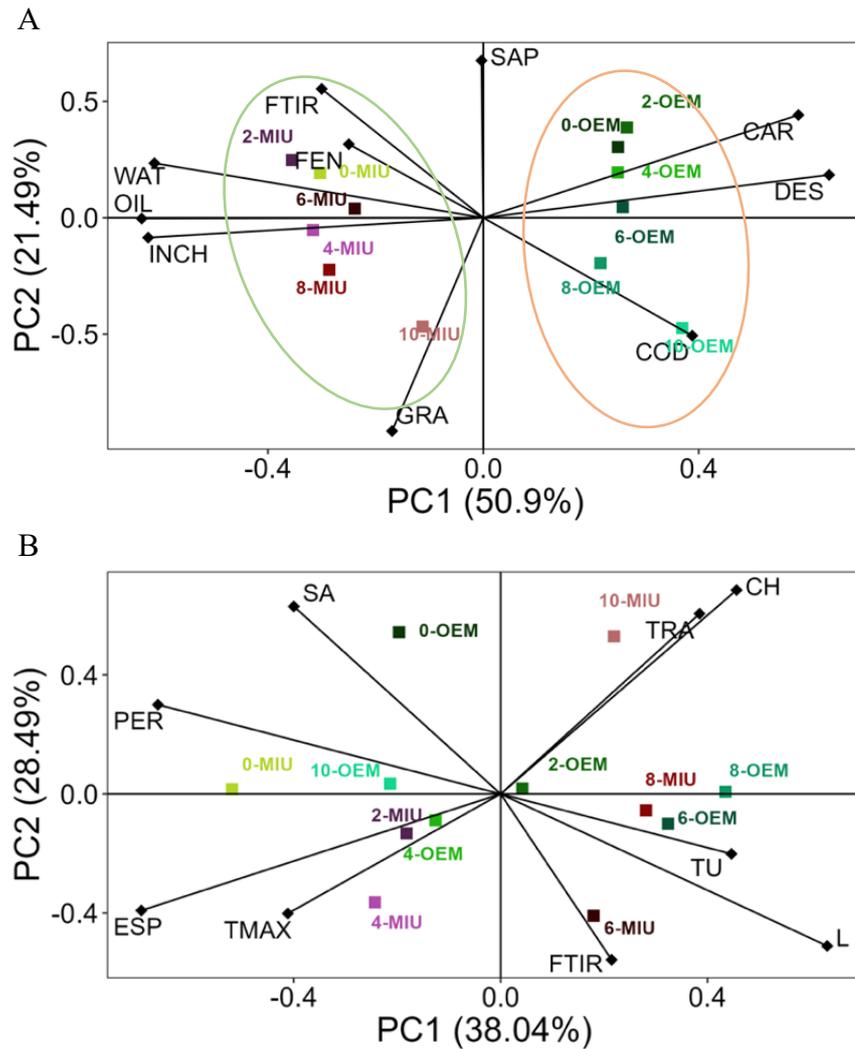


**Figura 5.** Espectro de infravermelho com curvas médias da mucilagem de MIU (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) e OEM (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw), e de seus filmes resultantes, imediatamente após a colheita do

cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses, armazenada com ausência de luz, em temperatura média de 26.5 °C e UR de 41.3%; e comparação com os espectros do plastificante utilizado (glicerol) e do aditivo a matriz (lactato de cálcio).

A PCA da mucilagem foi explicada por 72,55%, variação total que foi composta por duas componentes principais, sendo a PC1 com 50,93% com maiores contribuições das variáveis: compostos fenólicos totais (FEN), espectrofotometria de infravermelho (FTIR), capacidade de retenção de água (WAT) e óleo (OIL), e poder de inchaço (INCH); e correlacionado negativamente com carboidratos solúveis totais (CAR), densidade (DES) e condutividade (COD). Menores valores de CAR, DES e COD foram observados nas amostras de MIU e maiores valores de FEN, FTIR, WAT, OIL e INCH. A segunda componente principal (PC2) foi responsável por 21,62% da variância dos dados, principalmente devido a granulometria (GRA) e a solubilidade em água (SAP), que se correlacionam negativamente (Figura 6 - A).

A PCA dos filmes foi explicada por 66,53%, variação total que foi composta por duas componentes principais, sendo a PC1 com 38,04% com maiores contribuições das variáveis: espectrofotometria de infravermelho (FTIR), luminosidade (L), teor de umidade (TU), transparência (TRA) e chroma (CH); e correlacionado negativamente com solubilidade em água (SA), permeabilidade ao vapor d'água (PER), espessura (ESP) e resistência a tração (TMAX). Maiores valores de SA, PER, ESP e TMAX foram observados nas amostras de MIU com 0, 2 e 4 meses e OEM com 0, 4 e 10 meses, e maiores valores de TRA, CH, TU, L e FTIR aos 6, 8 e 10 meses de armazenamento da mucilagem de MIU e aos 2, 6 e 8 meses da mucilagem de OEM. A segunda componente principal (PC2) foi responsável por 28,49% da variância dos dados (Figura 6 - B).



**Figura 6.** Biplots da análise de componentes principais com base em médias padronizadas de variáveis da mucilagem (A) e dos filmes (B) imediatamente após a colheita do cladódio e após 2, 4, 6, 8 e 10 meses para as espécies estudadas *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM. Nota: SAP: solubilidade em água; FEN: compostos fenólicos totais; FTIR: espectroscopia de infravermelho; WAT: capacidade de retenção de água; OIL: capacidade de retenção de óleo; INCH: poder de inchaço; GRA: granulometria; COD: condutividade; DES: densidade; CAR: carboidratos solúveis totais; SA: solubilidade em água; PER: permeabilidade a vapor d'água; ESP: espessura; TMAX: tensão máxima; FTIR: espectroscopia de infravermelho; L: luminosidade; TU: teor de umidade; CH: chroma; TRA: transparência.

## 5 DISCUSSÃO

Os trabalhos utilizados na fabricação de biofilmes e revestimentos utilizando a mucilagem de cacto como matriz, tem crescido nos últimos anos (GHERIBI; KHWALDIA, 2019). O foco são os estudos ambientais e de manejo, assim como, no processo de extração de mucilagem e obtenção do filme, são, em grande maioria os mais estudados. A proposta do presente trabalho foi manter a mucilagem armazenada, para simular uma indústria de processamento de mucilagem, que pode necessitar armazenar a mucilagem por algum período antes de produzir o biofilme polimérico. O trabalho estudou dois modelos vegetais de palma forrageira, as espécies *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck - MIU e *Opuntia stricta* (Haw.) Haw - OEM, sendo o último, o mais citado na literatura, enquanto os estudos com MIU são incipientes, mas alguns autores já apontam o potencial da espécie no estudo de filmes (SOUZA et al., 2022).

A matéria-prima do estudo foi resultante da bioprospecção de cladódios de MIU e OEM e o grande desafio na obtenção de mucilagem está relacionado ao rendimento, que, quando baixos, são desvantagens para a indústria pela inviabilidade econômica de sua produção. No presente estudo, o rendimento de ambas as espécies foi em média de 0.95% com base na massa fresca, resultado inferior ao encontrado por SOUZA et al., (2022), que apresentou cerca de 10% de rendimento na obtenção da mucilagem de MIU. Os resultados do presente trabalho são semelhantes aos obtidos por DICK et al., (2020), que apresentou 1.20%. Além disso, notou-se que o pó resultante da extração de MIU ficou com uma tonalidade mais embranquecida em relação a OEM (Figura 4 – Quadro 1, A e B), possivelmente devido a maior concentração de pigmentos em OEM em relação a MIU (ARAÚJO et al., 2021). O reflexo na mudança na cor da mucilagem foi observado nos biofilmes, em que MIU foi mais esbranquiçado (Figura 4 – Quadro 2, A e B Inicial), confirmado pelo maiores valores de luminosidade em relação à OEM (Tabela 6), estes valores são semelhantes aos vistos em *O. ficus-indica* (69 - 99 L\*) (LUNA-SOSA et al., 2020) e são valores altos, considerando que a escala tem como valor máximo 100 L\*; por outro lado, menores valores de chroma foram vistos para MIU (Tabela 6) e estes confirmam maior saturação de OEM, com a coloração verde amarelada ligada a expressividade desses resultados (ALVARENGA PINTO COTRIM; MOTTIN; AYRES, 2016). Além disso, houve diferença quanto a homogeneidade dos filmes, MIU foi mais homogênea que OEM. Fotomicrografias observadas na superfície por meio de MEV (microscopia eletrônica de varredura) e observados pontos não homogêneos no polímero de MIU em aproximação de 85

x. Essas pontas ou poros podem facilitar a troca gasosa mínima necessária (1 - 3% de oxigênio), evitando que, quando incorporadas aos alimentos, entrem em rotas anaeróbicas e fermentativas (DHALL, 2013). Todavia, com aproximação de 380 x, observa-se que a superfície de MIU está mais homogênea em relação a OEM, no qual aglomerados são perceptíveis, interferindo diretamente em outras propriedades dos filmes e sua usabilidade. Aos 10 meses, fotografias mostram expressiva redução da qualidade visual dos filmes, as mudanças foram vistas nas fotomicrografias por meio de MEV, apresentando aspecto gelatinoso e homogêneo, indicativo de redução gradual das propriedades da mucilagem.

A mucilagem contém importantes parâmetros físico-químicos que permitem sua possível adequação aos mais diversos usos (GHERIBI et al., 2018). A acidez não mudou em função de espécies, nem com o armazenamento da mucilagem (Tabela 1). Por outro lado, os carboidratos solúveis e compostos fenólicos totais caíram significativamente ao longo dos meses, independente da espécie estudada (Tabela 1). A mucilagem é um carboidrato complexo (DU TOIT et al., 2019) com estrutura polissacarídica pouco explorada, mas tem influência nas propriedades filmogênicas da mucilagem. O aumento de fitoquímicos como os compostos fenólicos têm aspecto negativo para propriedades filmogênicas, porque sua reação através de ligações éster com polissacarídeos como galactose e arabinose, podem aumentar as propriedades de barreira a água e reduzir seu potencial filmogênico (BRITO et al., 2022; KOŞARSOY AĞÇELI, 2022). Nos filmes formulados, houve variação ao longo dos meses para OEM e MIU, mas a última apresentou maior resistência e estabilidade térmica, podendo seus filmes serem adequados para aplicações como embalagem primária de alimentos (GHERIBI et al., 2018) e usos na indústria. A transparência aumentou ao passar dos meses, mas MIU apresentou menores valores e, proporcionalmente, houve redução da espessura dos filmes, com destaque dos maiores resultados em MIU. Menores valores de transparência são desejados para evitar a exposição aos raios UV, além de prevenir danos oxidativos como uma barreira contra o ambiente externo (LEE; LEE; HAN, 2020). Além disso, biofilmes ou filmes são relatados como duráveis quando mais espessos por, possivelmente, suportarem mais tempo quando aplicados a outras superfícies (BRITO et al., 2022). MIU também apresentou permeabilidade ao vapor d'água de seus filmes significativamente reduzida e com decréscimo ao passar dos meses, seus resultados foram inferiores a faixa relatada entre 1.27 e 5.29 g m/m<sup>2</sup> s kPa (KOŞARSOY AĞÇELI, 2022; SUKHIJA; SINGH; RIAR, 2019b). Devido a maior homogeneidade, os filmes de MIU garantem menor exposição do produto ao ambiente, sendo este um parâmetro desejável para a indústria de alimentos (XU et al., 2020). O teor de umidade

observado apresenta variações ao longo do tempo sem distinção entre as espécies, mas se mantém com valores semelhantes aos relatados, entre 8.2 e 15% (KOŞARSOY AĞÇELI, 2022); diferentemente da solubilidade em água, que apresentou resultados bem maiores em comparação aos relatados por Sukhija e colaboradores, cujo maior valor foi de 28% em seus tratamentos (SUKHIJA; SINGH; RIAR, 2019b).

A condutividade elétrica, bem relacionada a viscosidade, aumentou significativamente no armazenamento nas espécies estudadas, porém o incremento em MIU foi de 39.5%, enquanto OEM aumentou 20.5% (Tabela 1). A viscosidade interfere em consequentes aplicações da mucilagem para formulações poliméricas, pois é influenciada pela concentração de íons monovalentes e divalentes presentes na mucilagem (MONRROY et al., 2017). Com o desprendimento gradual de íons, há redução da viscosidade devido a desarranjos moleculares (DU TOIT et al., 2019) causados por cargas negativas em sistemas sem um contra-íon, causando repulsão intermolecular e expansão ou inchaço das moléculas (MEDINA-TORRES et al., 2000). O poder de inchaço e a solubilidade não foram avaliados ao longo do tempo, contudo, contém informações sobre a espécie mais bem condicionada. Foi observada uma correlação entre o aumento gradual do inchaço e o aumento de temperatura para as duas espécies, sendo MIU a que apresentou maiores resultados. A solubilidade dos filmes foi semelhante nas duas espécies. É relatado que o aumento de temperatura desencadeia aumento do inchaço e da solubilidade (PASHA et al., 2022) e pode estar relacionado a destruição de forças intermoleculares fracas de moléculas da mucilagem, causando aumento do aprisionamento de água pelas moléculas (ARUEYA; ALOBO; ARUEYA, 2017; SHENDE; MARATHE, 2015). No entanto, a mucilagem mostrou-se estável quanto a sua capacidade de retenção de água (CRA) e óleo (CRO) durante o estudo, mas MIU apresentou maiores valores. Os resultados apresentados para MIU e OEM são maiores que relatados para *O. ficus-indica*, que apresentou 7.81 g.g<sup>-1</sup> de CRA e 1.34 g.g<sup>-1</sup> de CRO (BAYAR; KRIAA; KAMMOUN, 2016) e estão relacionados a afinidade da mucilagem maior com água, como já relatado na literatura (ANDRADE VIEIRA et al., 2021), explicando a taxa reduzida de retenção de óleo. Esses resultados também podem estar associados aos grupos hidroxila presentes na mucilagem (GHERIBI; HABIBI; KHWALDIA, 2019), a presença de carboidratos (KIM et al., 2013) e outros integrantes que favorecem a interação entre mucilagem e água (BAYAR; KRIAA; KAMMOUN, 2016). Porém, no último mês houve queda significativa dos resultados na mucilagem de ambas as espécies quanto a CRA, indicativo da perda de qualidade do material em decorrência do tempo. Outra propriedade física da mucilagem determinada foi a densidade,

que se mostrou estável ao passar dos meses de armazenamento, mas OEM apresentou maiores valores (Tabela 1). Os resultados são próximos aos encontrados na literatura para *O. ficus-indica* e *O. stricta* ( $0.8 \text{ g.mL}^{-1}$ ) (GEBRESAMUEL; GEBRE-MARIAM, 2011). A mucilagem de MIU e OEM não apresentaram variação quanto ao tamanho de suas partículas em sua malha de maior concentração ( $0.250 \text{ mm}$ ), onde reuniram 63% de sua massa, concordante com a faixa relatada de 200 - 500  $\mu\text{m}$  (NABIL et al., 2020). Partículas moídas e peneiradas podem melhorar propriedades, além de sua qualidade organoléptica e fornece estabilidade a alimentos (LAZARIDOU; MARINOPOULOU; BILIADERIS, 2019; NABIL et al., 2020).

O perfil geral dos espectros das amostras da mucilagem e dos filmes submetidas ao tempo foram semelhantes, por isso, utilizou-se a curva média dos meses estudados nas diferentes espécies, que contiveram resultados semelhantes aos encontrados na literatura (DAMAS et al., 2017; RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ et al., 2014). As bandas entre 3400 e 3200  $\text{cm}^{-1}$  estão relacionadas às vibrações O-H de grupos de álcool e ácido carboxílico (-C(O)-OH) correlacionadas a pontes de hidrogênio e ligações OH entre moléculas, características comuns em moléculas de água (BRITO et al., 2022). Os picos observados em 2932  $\text{cm}^{-1}$  e 2888  $\text{cm}^{-1}$ , designada como alongamento C-H,  $\text{CH}_2$  e  $\text{CH}_3$  e porções de ácidos carboxílicos e aldeídos (GHERIBI; KHWALDIA, 2019; RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ et al., 2014). Além disso, a banda 1612  $\text{cm}^{-1}$  é atribuída ao  $\text{COO}^-$  (carboxilato íon) (RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ et al., 2014). Um conjunto de bandas com absorventes entre 1400 e 1240  $\text{cm}^{-1}$  pode ser atribuído aos grupos C-H ou -OH (CHOQUE-QUISPE et al., 2021). Além disso, observou-se maior intensidade na banda por volta de 1047  $\text{cm}^{-1}$ , observada como estiramento C-O correspondente a álcoois, ácidos carboxílicos, ésteres e éteres (GHERIBI et al., 2018). Picos resultantes de vibrações abaixo de 1200  $\text{cm}^{-1}$  estão relacionados a presença de carboidratos na mucilagem, mas sua identificação específica não ocorre devido a sua complexidade (BRITO et al., 2022). É possível visualizar o espectro semelhante dos filmes com o glicerol, o que apresenta a influência do glicerol sobre os filmes poliméricos. O Lactato de cálcio apresenta-se como uma curva com picos baixos perante as demais curvas observadas.

O presente estudo evidenciou a influência do armazenamento nas diferentes propriedades observadas na mucilagem e nos filmes, das espécies estudadas MIU e OEM. Na análise dos componentes principais (PCA) da mucilagem, é possível notar uma tendência de formação de grupos entre as espécies estudadas (Figura 6 - A); reforçando as mudanças entre as propriedades exploradas das duas espécies. O agrupamento de mais variáveis físico-químicas na mucilagem de OEM reforça a estabilidade da mucilagem dessa espécie. Contudo, a

mucilagem de MIU deteve maior capacidade de água e óleo (Tabela 3), poder de inchaço (Tabela 3) e maiores picos na espectroscopia de infravermelho (Figura 5). Isso pode sugerir que as propriedades tecnológicas dessa espécie são mais acentuadas e, portanto, melhores para uso na formação de bases poliméricas. Nos filmes, a PCA também apresenta uma tendência de formação de grupos entre os meses e as espécies estudadas (Figura 6 - B); reforçando as mudanças entre as propriedades. Nos meses iniciais MIU apresenta maiores resultados de variáveis importantes nas características dos filmes como resistência, espessura permeabilidade, que em função de seu decaimento ao passar do tempo, aos 6, 8 e 10 meses apresenta mudanças nos valores de cor (L e CH), transparência, teor de umidade e FTIR. Por outro lado, OEM não apresenta essa coesão dos resultados com o tempo, com alternância dos meses com valores mais altos, o que mostra certa instabilidade do material na formulação de filmes. Em consonância com os resultados observados para a mucilagem, o estudo dos filmes sugere que a mucilagem de MIU tem forte potencial para a formulação de filmes para aplicações diversas na indústria.

## 6 CONCLUSÃO

O estudo do armazenamento da mucilagem de MIU e OEM e de seus filmes indicou que o armazenamento foi bem-sucedido e aplicável por oito meses em nosso estudo, cooperando com a necessidade industrial. Dentre as espécies, a mucilagem de MIU apresentou maior capacidade de retenção de água e óleo e poder de inchaço, importantes propriedades tecnológicas. Além disso, os filmes de MIU contiveram maior resistência, espessura e permeabilidade a vapor d'água, além de menores valores de transparência e solubilidade; parâmetros importantes em biofilmes. Ambas as espécies possuem potencial para produção de filmes. Contudo, este trabalho apresenta *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck como mais adequada para fabricação de filmes poliméricos com base de cactos.

## REFERÊNCIAS

- ALLEGRA, A. et al. The effectiveness of *Opuntia ficus-indica* mucilage edible coating on post-harvest maintenance of 'Dottato' fig (*Ficus carica* L.) fruit. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 12, n. April, p. 135–141, 1 jun. 2017.
- ALVARENGA PINTO COTRIM, M.; MOTTIN, A. C.; AYRES, E. Preparation and Characterization of Okra Mucilage (*Abelmoschus esculentus*) Edible Films. **Macromolecular Symposia**, v. 367, n. 1, p. 90–100, 1 set. 2016.
- ALVARES, C. A. et al. Köppen's climate classification map for Brazil. 2013.
- ANDRADE VIEIRA, É. et al. Mucilages of cacti from Brazilian biodiversity: Extraction, physicochemical and technological properties. **Food Chemistry**, v. 346, p. 128892, 1 jun. 2021.
- ARAÚJO, Y. P. et al. Characterization of mucilage from clones of *Opuntia* and *Nopalea* prickly pear cactus harvested in different seasons in Brazilian semiarid. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 23, 2021.
- ARUEYA, G. L.; ALOBO, \*; ARUEYA, A. P. Physical, functional and chemical properties of *Grewia venusta* (ururu) mucilage extract Effect of *Grewia Venusta* FRESN Mucilage on the Proximate Composition, Physical and Sensory Properties. Physical, functional and chemical properties of *Grewia venusta* (ururu) mucilage extract. **International Food Research Journal**, v. 24, n. 5, p. 2107–2115, 2017.
- ASSIS, O. B. G.; BRITTO, D. DE. Revisão: coberturas comestíveis protetoras em frutas: fundamentos e aplicações. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 17, n. 2, p. 87–97, jun. 2014.
- ASTELLO-GARCÍA, M. G. et al. Chemical composition and phenolic compounds profile of cladodes from *Opuntia* spp. cultivars with different domestication gradient. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 43, p. 119–130, 1 nov. 2015.
- BAYAR, N.; KRIAA, M.; KAMMOUN, R. Extraction and characterization of three polysaccharides extracted from *Opuntia ficus indica* cladodes. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 92, p. 441–450, 1 nov. 2016.
- BRITO, F. A. L. DE et al. Preparation and characterization of a biodegradable film from cactus *Nopalea* sp. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 24, p. 185–202, 22 ago. 2022.
- CAPITANI, M. I. et al. Characterization of Biodegradable Films Based on *Salvia hispanica* L. Protein and Mucilage. **Food and Bioprocess Technology**, v. 9, n. 8, p. 1276–1286, 1 ago. 2016.
- CHOQUE-QUISPE, D. et al. Preparation and Chemical and Physical Characteristics of an Edible Film Based on Native Potato Starch and Nopal Mucilage. **Polymers 2021, Vol. 13, Page 3719**, v. 13, n. 21, p. 3719, 28 out. 2021.
- CONTRERAS-PADILLA, M. et al. Characterization of crystalline structures in *Opuntia ficus-indica*. **Journal of biological physics**, v. 41, n. 1, p. 99–112, 2015.

- CONTRERAS-PADILLA, M. et al. Physicochemical and rheological characterization of *Opuntia ficus mucilage* at three different maturity stages of cladode. **European Polymer Journal**, v. 78, p. 226–234, 2016.
- DAMAS, M. S. P. et al. Edible films from mucilage of *Cereus hildmannianus* fruits: Development and characterization. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 134, n. 35, p. 1–9, 2017.
- DEL-VALLE, V. et al. Development of a cactus-mucilage edible coating (*Opuntia ficus indica*) and its application to extend strawberry (*Fragaria ananassa*) shelf-life. **Food Chemistry**, v. 91, n. 4, p. 751–756, 2005.
- DHALL, R. K. Advances in Edible Coatings for Fresh Fruits and Vegetables: A Review. <http://dx.doi.org/10.1080/10408398.2010.541568>, v. 53, n. 5, p. 435–450, jan. 2013.
- DI LORENZO, F. et al. The polysaccharide and low molecular weight components of *Opuntia ficus indica* cladodes: Structure and skin repairing properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 157, p. 128–136, 10 fev. 2017.
- DICK, M. et al. Mucilage and cladode flour from cactus (*Opuntia monacantha*) as alternative ingredients in gluten-free crackers. **Food Chemistry**, v. 314, p. 126178, 1 jun. 2020.
- DU TOIT, A. et al. Rheological characterization of cactus pear mucilage for application in nutraceutical food products. **Acta Horticulturae**, v. 1247, p. 63–72, 2019.
- DUBEUX, J. C. B. et al. Cactus (*Opuntia* and *Nopalea*) nutritive value: A review. **Animal Feed Science and Technology**, v. 275, p. 114890, 1 maio 2021.
- DUBOIS, M. et al. Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. **Analytical Chemistry**, v. 28, n. 3, p. 350–356, 1 mar. 1956.
- EDVAN, R. et al. Biomass accumulation and root growth of cactus pear in different harvest periods. **Revista Acadêmica Ciência Animal**, v. 11, p. 373–381, 2013.
- ESPINO-DÍAZ, M. et al. Development and characterization of edible films based on mucilage of *Opuntia ficus-indica* (L.). **Journal of Food Science**, v. 75, n. 6, p. E347–E352, 1 ago. 2010.
- GEBRESAMUEL, N.; GEBRE-MARIAM, T. Comparative Physico-Chemical Characterization of the Mucilages of Two Cactus Pears (*Opuntia* Spp.) Obtained from Mekelle, Northern Ethiopia. **Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology**, v. 2012, n. 01, p. 79–86, 5 jan. 2011.
- GHERIBI, R. et al. Development of plasticized edible films from *Opuntia ficus-indica* mucilage: A comparative study of various polyol plasticizers. **Carbohydrate Polymers**, v. 190, n. February 2018, p. 204–211, 15 jun. 2018.
- GHERIBI, R. et al. Enhancement of the physical, mechanical and thermal properties of cactus mucilage films by blending with polyvinyl alcohol. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 22, 1 dez. 2019.

GHERIBI, R.; HABIBI, Y.; KHWALDIA, K. Prickly pear peels as a valuable resource of added-value polysaccharide: Study of structural, functional and film forming properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 126, p. 238–245, 1 abr. 2019.

GHERIBI, R.; KHWALDIA, K. Cactus mucilage for food packaging applications. **Coatings**, v. 9, n. 10, p. 1–19, 1 out. 2019.

HARTZELL, S.; BARTLETT, M. S.; PORPORATO, A. Unified representation of the C3, C4, and CAM photosynthetic pathways with the Photo3 model. **Ecological Modelling**, v. 384, p. 173–187, 24 set. 2018.

JARAMILLO-FLORES, M. et al. Effect of thermal treatment on the antioxidant activity and content of carotenoids and phenolic compounds of cactus pear cladodes (*Opuntia ficus-indica*). **journals.sagepub.com**, v. 9, n. 4, p. 271–278, 2003.

KIM, J. H. et al. Mucilage removal from cactus cladodes (*Opuntia humifusa* Raf.) by enzymatic treatment to improve extraction efficiency and radical scavenging activity. **LWT - Food Science and Technology**, v. 51, n. 1, p. 337–342, 1 abr. 2013.

KOŞARSOY AĞÇELI, G. A new approach to nanocomposite carbohydrate polymer films: Levan and chia seed mucilage. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 218, p. 751–759, 1 out. 2022.

LAZARIDOU, A.; MARINOPOULOU, A.; BILIADERIS, C. G. Impact of flour particle size and hydrothermal treatment on dough rheology and quality of barley rusks. **Food Hydrocolloids**, v. 87, p. 561–569, 1 fev. 2019.

LEE, J. S.; LEE, E. SIL; HAN, J. Enhancement of the water-resistance properties of an edible film prepared from mung bean starch via the incorporation of sunflower seed oil. **Scientific Reports 2020 10:1**, v. 10, n. 1, p. 1–15, 12 ago. 2020.

LUÍZA SANTOS VIEIRA, A. et al. Caracterização do amido isolado de diferentes cultivares de sorgo (*Sorghum bicolor* L. Moench). n. 5, p. 24704, 2020.

LUNA-SOSA, B. et al. Pectin-Based Films Loaded with Hydroponic Nopal Mucilages: Development and Physicochemical Characterization. **Coatings 2020, Vol. 10, Page 467**, v. 10, n. 5, p. 467, 10 maio 2020.

MA, Q. et al. Rheology of film-forming solutions and physical properties of tara gum film reinforced with polyvinyl alcohol (PVA). **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 677–684, 1 fev. 2017.

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

MONRROY, M. et al. Extraction and Physicochemical Characterization of Mucilage from *Opuntia cochenillifera* (L.) Miller. **Journal of Chemistry**, v. 2017, 2017.

MORAIS, M. A. DOS S. et al. Mucilage of spineless cactus in the composition of an edible coating for minimally processed yam (*Dioscorea* spp.). **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 13, n. 3, p. 2000–2008, 15 set. 2019.

NABIL, B. et al. Impact of particle size on functional, physicochemical properties and antioxidant activity of cladode powder (*Opuntia ficus-indica*). **Journal of Food Science and Technology**, v. 57, n. 3, p. 943–954, 1 mar. 2020.

NHARINGO, T.; MOYO, M. Application of *Opuntia ficus-indica* in bioremediation of wastewaters. A critical review. **Journal of Environmental Management**, v. 166, p. 55–72, 15 jan. 2016.

ORTEGA-BAES, P.; GODÍNEZ-ALVAREZ, H. Global diversity and conservation priorities in the cactaceae. **Biodiversity and Conservation**, v. 15, n. 3, p. 817–827, 13 mar. 2006.

PASHA, A. Z. et al. Evaluation of Modified Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.) Mucilage as a Potential Pharmaceutical Excipient. **Journal of Food Quality**, v. 2022, p. 1–12, 19 ago. 2022.

PEREIRA, P. D. C. et al. Growth evolution of cactus forage drip irrigated. **Revista Caatinga**, v. 28, n. 3, p. 184–195, 5 set. 2015a.

PEREIRA, P. D. C. et al. MORFOGÊNESE DA PALMA FORRAGEIRA IRRIGADA POR GOTEJAMENTO. **Revista Caatinga**, v. 28, n. 3, p. 184–195, 5 set. 2015b.

PRAJAPATI, V. D. et al. Pharmaceutical applications of various natural gums, mucilages and their modified forms. **Carbohydrate Polymers**, v. 92, n. 2, p. 1685–1699, 2013.

R CORE TEAM. **R: A Language and Environment for Statistical Computing**. Vienna, Austria, 2022. Disponível em: <<https://www.R-project.org/>>

RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ, S. et al. Extraction and characterization of mucilage from wild species of *Opuntia*. **Journal of Food Process Engineering**, v. 37, n. 3, p. 285–292, 2014.

SANDOVAL, D. C. G. et al. Formulation and characterization of edible films based on organic mucilage from Mexican *Opuntia ficus-indica*. **Coatings**, v. 9, n. 8, 2019.

SANTOS, T. DO N. et al. Potential for biofuels from the biomass of prickly pear cladodes: Challenges for bioethanol and biogas production in dry areas. **Biomass and Bioenergy**, v. 85, p. 215–222, 1 fev. 2016.

SEPÚLVEDA, E. et al. Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. **Journal of Arid Environments**, v. 68, n. 4, p. 534–545, 1 mar. 2007.

SHENDE, M. A.; MARATHE, R. P. Extraction of mucilages and its comparative mucoadhesive studies from hibiscus plant species. **World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences (WJPPS)**, v. 4, n. 3, p. 900–924, 2015.

SOUZA FILHO, P. F. et al. Simultaneous saccharification and fermentation of cactus pear biomass-evaluation of using different pretreatments. **Industrial Crops and Products**, v. 89, p. 425–433, 30 out. 2016.

SOUZA, L. D. C. et al. Size and harvest time of cladodes modulate the composition and physicochemical stability of prickly pear cactus mucilage. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 24, p. 220–241, 30 ago. 2022.

SUKHIJA, S.; SINGH, S.; RIAR, C. S. Development and characterization of biodegradable films from whey protein concentrate, psyllium husk and oxidized, crosslinked, dual-modified lotus rhizome starch composite. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 99, n. 7, p. 3398–3409, 1 maio 2019a.

SUKHIJA, S.; SINGH, S.; RIAR, C. S. Development and characterization of biodegradable films from whey protein concentrate, psyllium husk and oxidized, crosslinked, dual-modified lotus rhizome starch composite. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 99, n. 7, p. 3398–3409, 1 maio 2019b.

VALDÉS, A.; GARRIGÓS, M. C. Carbohydrate-based advanced biomaterials for food sustainability: A review. **Materials Science Forum**, v. 842, p. 182–195, 2016.

VENTOL, L. et al. Traditional organic additives improve lime mortars: New old materials for restoration and building natural stone fabrics. **Construction and Building Materials**, v. 25, n. 8, p. 3313–3318, 1 ago. 2011.

XU, L. et al. Preparation and characterization of antifungal coating films composed of sodium alginate and cyclolipopeptides produced by *Bacillus subtilis*. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 143, p. 602–609, 15 jan. 2020.