



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA NATUREZA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DE MATERIAIS

Pedro Henrique Pessoa

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE EMBALAGEM ATIVA DE POLI (BUTILENO
ADIPATO *co*-TEREFTALATO) ADITIVADA COM ÓLEO ESSENCIAL DE CAPIM
LIMÃO (*Cymbopogon citratus*).**

Recife
2019

Pedro Henrique Pessoa

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE EMBALAGEM ATIVA DE POLI (BUTILENO ADIPATO *co*-TEREFTALATO) ADITIVADA COM ÓLEO ESSENCIAL DE CAPIM LIMÃO (*Cymbopogon citratus*).

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Materiais do Centro de Ciências Exatas e da Natureza da Universidade Federal de Pernambuco para a obtenção do título de mestre em Ciência de Materiais.

Área de Concentração: Materiais não metálicos.

Orientadora: Profa. Dra. Glória Maria Vinhas

Coorientadora: Profa. Dra. Yeda Medeiros Bastos de Almeida

Recife
2019

Catálogo na fonte
Bibliotecária Arabelly Ascoli CRB4-2068

P475s Pessoa, Pedro Henrique
Síntese e caracterização de embalagem ativa de poli (butileno adipato co-tereftalato) aditivada com óleo essencial de capim limão (*Cymbopogon citratus*) / Pedro Henrique Pessoa. – 2019.
78 f.: fig., tab.

Orientadora: Glória Maria Vinhas
Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CCEN. Ciência de Materiais. Recife, 2019.
Inclui referências e anexo.

1. Materiais não metálicos. 2. Poli (butileno adipato-co-tereftalato). 3. Embalagem ativa. 4. Óleo essencial de capim limão. I. Vinhas, Glória Maria (orientadora). II. Título.

620.19 CDD (22. ed.) UFPE-CCEN 2020-19

Pedro Henrique Pessoa

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE EMBALAGEM ATIVA DE POLI (BUTILENO ADIPATO *co*-TEREFTALATO) ADITIVADA COM ÓLEO ESSENCIAL DE CAPIM LIMÃO (*Cymbopogon citratus*).

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Materiais do Centro de Ciências Exatas e da Natureza da Universidade Federal de Pernambuco para a obtenção do título de mestre em Ciência de Materiais.

Área de Concentração: Materiais não metálicos.

Data de aprovação: 15/07/2019

BANCA EXAMINADORA:

Profa. Dra. Glória Maria Vinhas
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE
(Orientadora)

Profa. Dra. Daniela Maria do Amaral Ferraz Navarro
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE
(Examinadora externa)

Prof. Dr. Fernando Hallwass
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE
(Examinador interno).

AGRADECIMENTOS

À Deus, por me dar saúde e me permitir chegar até aqui.

Aos meus pais e irmãos (Francisco, Célia, Francicelia, Lucas, Carol e Clara) por todo o amor e incentivo dado ao longo do período de pesquisa.

A Prof^a. Dr^a. Glória Vinhas, por ter me acolhido e me orientado com carinho apesar de todos os obstáculos pessoais que vivenciei durante o mestrado.

A Prof^a. Dr^a. Yeda Medeiros e Prof^a. Dr^a. Viviane Fonseca por toda orientação, paciência e sugestões dadas ao longo da realização deste trabalho.

A Leônidas Neto, por todo o apoio e companheirismo durante todo esse período acadêmico.

A Augusto Borges, Tiago Lopes, Ingrid Suely, Lhaira Barreto, Karina Carvalho, Camila Nunes, Carlos Lacerda e Anderson Andrade que surgiram como anjos na minha vida, obrigado pelo apoio tanto relativo à pesquisa desenvolvida em laboratório quanto a amizade que construímos ao longo desse período. Vocês fizeram as longas tardes e noites de trabalho serem menos maçantes.

A toda equipe do LMPC e LPQ-LITPEG, pelo apoio estrutural e conhecimentos compartilhados durante o desenvolver de toda a pesquisa. Ao LAC, DEN, LCI e Central Analítica pela realização das análises.

Agradecimento especial aos meus amigos Jéssica Maciel, Allison Anjos, Rodrigo Lopes, Rodrigo Régis, André Maciel, Daniel Albuquerque, Pedro Rubem e João Neto que me ajudaram com conselhos e mostraram-se presentes nos momentos que achei que não iria conseguir.

A todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

“Educação não transforma o mundo. Educação muda as pessoas. Pessoas transformam o mundo.” (FREIRE, 1979)

RESUMO

O presente trabalho visa desenvolver embalagens ativas de poli (butileno adipato co-tereftalato) (PBAT) aditivadas com óleo essencial de capim limão e avaliar suas propriedades químicas, térmicas, mecânicas, antimicrobianas e de permeabilidade ao vapor de água. O óleo essencial foi adicionado aos filmes em concentrações de 5, 10 e 15%. O óleo essencial apresenta na sua composição geraniol (36,89%), citral (35,68%) e cis-verbenol (20,02%) como componentes majoritários, onde o citral e o geraniol apresentam atividade antimicrobiana já conhecida na literatura. Os filmes foram analisados por Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e por uso da técnica de análise de componentes principais (PCA) foi possível confirmar a incorporação do óleo essencial de capim limão nos filmes de PBAT. Os filmes aditivados com 15% de óleo essencial apresentaram boa inibição frente a bactéria *Staphylococcus Aureus* durante análise *in situ* contendo queijo muçarela. As propriedades térmicas do polímero não foram alteradas pela adição de óleo essencial. As propriedades mecânicas de tensão na força máxima e módulo de elasticidade sofreram redução estatisticamente significativa em seus valores com o aumento das concentrações de óleo essencial, tornando os filmes menos rígidos e mais elásticos. A permeabilidade ao vapor de água apresentou aumento significativo para adições acima de 5% de óleo essencial. Pode-se concluir que a adição de óleo essencial de capim limão ao PBAT tornou o filme capaz de inibir crescimento microbiano, tornando-o uma opção promissora para uso como embalagem ativa antimicrobiana.

Palavras-chave: Poli (butileno adipato-co-tereftalato) (PBAT). Embalagem ativa. Óleo essencial de capim limão.

ABSTRACT

The aim of the present work is to develop active poly (butylene adipate co-terephthalate) (PBAT) packages supplemented with lemon grass essential oil and to evaluate its chemical, thermal, mechanical, antimicrobial and water vapor permeability properties. The essential oil was added to the films in concentrations of 5, 10 and 15%. The essential oil contains geraniol (36.89%), citral (35.68%) and cis-verbenol (20.02%) as major components, where citral and geraniol present antimicrobial activity already known in the literature. The films were analyzed by Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) and by the use of the main component analysis technique (PCA) it was possible to confirm the incorporation of lemon grass essential oil in PBAT films. The films supplemented with 15% of essential oil showed good inhibition against *Staphylococcus Aureus* bacteria during in situ analysis containing mozzarella cheese. The thermal properties of the polymer were not altered by the addition of essential oil. The mechanical properties of tension at maximum strength and modulus of elasticity were statistically significantly reduced in their values with the increase of essential oil concentrations, making the films less rigid and more elastic. The water vapor transmission rate analysis presented significant increase for additions above 5% of essential oil. It can be concluded that the addition of lemon grass essential oil to PBAT has made the film capable of inhibiting microbial growth, making it a promising option for use as active antimicrobial packaging.

Keywords: Poly (butylene adipate-co-terephthalate) (PBAT). Active packaging. Lemon grass essential oil.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estrutura molecular do PBAT	21
Figura 2 – Capim limão	26
Figura 3 – Estrutura química do citral.....	26
Figura 4 – Estrutura química do geraniol	27
Figura 5 – Teste de atividade antimicrobiana pelo método de disco-difusão em água	33
Figura 6 – Cromatograma do óleo essencial de capim limão.....	39
Figura 7 – Espectro de infravermelho para o óleo essencial de capim limão.....	41
Figura 8 – Espectro de infravermelho para o filme de PBAT puro	43
Figura 9 – Espectro de infravermelho comparativo entre o PBAT puro e os filmes aditivados com 5%, 10% e 15% de OECL	44
Figura 10 – Gráfico de escores PC1 X PC2 do PBAT puro e filmes contendo OECL.....	45
Figura 11 – Gráfico de pesos do PBAT puro e filmes contendo OECL	45
Figura 12 – Curva termogravimétrica do filme de PBAT e dos filmes aditivados com OECL.....	48
Figura 13 – Gráfico de DTG do filme de PBAT e dos filmes aditivados com OECL.....	48
Figura 14 – Curvas de DSC dos filmes de PBAT puro e aditivados com óleo essencial de capim limão	50
Figura 15 – Atividade antimicrobiana do filme de PBAT aditivado com 15% de óleo essencial de capim limão.....	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição dos filmes de PBAT puro e PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão (OECL)	35
Tabela 2 – Composição do óleo essencial de capim limão obtida por CG-MS	39
Tabela 3 – Bandas de absorção característicos do óleo essencial de capim limão	42
Tabela 4 – Bandas de absorção característicos do PBAT	43
Tabela 5 – Dados do ensaio mecânico dos filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão	46
Tabela 6 – Parâmetros de DSC dos filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão	50
Tabela 7 – Parâmetros de PVA dos filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão	51

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ASTM	American society for testing and materials
CG-MS	Cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas
DSC	Calorimetria diferencial exploratória
FTIR	Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier
LDPE	Polietileno de baixa densidade
OECL	Óleo essencial de capim limão
PBAT	Poli (butileno adipato co-tereftalato)
PCA	Análise de componentes principais
PCL	Poli(ϵ -caprolactona)
PHAs	Polihidroxialcanoatos
PLA	Poli(ácido láctico)
PVA	Permeabilidade ao vapor de água
PVA	Poli(vinil álcool)
T_0	Temperatura de degradação final
T_c	Temperatura de cristalização
TGA	Análise termogravimétrica
T_f	Temperatura de fusão
X_c	Grau de cristalização
ΔH_f	Entalpia de fusão

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	15
2.1	EMBALAGENS ATIVAS	15
2.2	EMBALAGENS ATIVAS ANTIMICROBIANAS	15
2.3	POLÍMEROS BIODEGRADÁVEIS	17
2.4	POLI (BUTILENO ADIPATO-CO-TEREFTALATO) – PBAT	20
2.5	ÓLEOS ESSENCIAIS	24
2.5.1	Óleo essencial de capim limão.....	25
2.6	ANÁLISE DE COMPONENTES PRINCIPAIS (PCA).....	30
3	OBJETIVOS	31
3.1	OBJETIVO GERAL	31
3.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	31
4	MATERIAIS E MÉTODOS	32
4.1	MATERIAIS	32
4.2	MÉTODOS	32
4.2.1	Caracterização do óleo essencial de capim limão.....	32
4.2.1.1	Cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massas	32
4.2.1.2	Avaliação da atividade antimicrobiana do óleo essencial de capim limão pelo método de disco-difusão em ágar.....	33
4.2.2	Preparação dos filmes poliméricos	33
4.2.3	Caracterização dos filmes poliméricos	35
4.2.3.1	Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).....	35
4.2.3.2	Análise de componentes principais (PCA)	35
4.2.3.3	Ensaio Mecânico de Tração	36
4.2.3.4	Análise Termogravimétrica (TGA)	36
4.2.3.5	Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC)	36
4.2.3.6	Permeabilidade ao Vapor de Água (PVA)	37
4.2.3.7	Análise da Atividade Antimicrobiana do filme	38
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	39
5.1	CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE CAPIM LIMÃO	39
5.1.1	Cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massas	39
5.1.2	Avaliação da atividade antimicrobiana do óleo essencial de capim limão pelo método de disco-difusão em ágar	40
5.1.3	Espectroscopia de infravermelho com transformada de fourier (FTIR)	41

5.2	CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES POLIMÉRICOS	42
5.2.1	Espectroscopia de infravermelho com transformada de fourier (FTIR)	42
5.2.2	Análise de componentes principais (PCA).....	45
5.2.3	Ensaio mecânico de tração	46
5.2.4	Análise termogravimétrica (TGA).....	47
5.2.5	Calorimetria diferencial exploratória (DSC)	49
5.2.6	Permeabilidade ao vapor de água (PVA)	51
5.2.7	Análise da atividade antimicrobiana.....	52
6	CONCLUSÃO.....	54
7	PERSPECTIVAS	55
	REFERÊNCIAS	56
	ANEXO A – Ficha técnica do ECOFLEX ® F BLEND C1200.....	67

1 INTRODUÇÃO

Com os avanços tecnológicos na área de polímeros, os mesmos ganharam participação em diversos segmentos industriais, como os produtos têxteis, embalagens, produtos eletrônicos, entre outros. No segmento de embalagens esses materiais se destacam tanto quantitativamente como qualitativamente (JAGADEESH et al., 2013). Contudo, esse fato tem gerado preocupações com relação ao consumo de matérias-primas fósseis e o aumento da poluição ambiental ocasionado pelo seu descarte (WANG, 2015).

Para minimizar o impacto ambiental, uma das alternativas é a substituição dos polímeros convencionais por polímeros biodegradáveis (FECHINE, 2013; PACHEKOSKI et al., 2014). Esses últimos têm origem em fontes naturais renováveis, podem ser sintetizados por microrganismos, como também podem ser produzidos sinteticamente através de combustíveis fósseis. Tais materiais têm ganhado destaque como matéria-prima para produção em diversas áreas, tal como seu uso em embalagens na indústria alimentícia, por serem economicamente viáveis (SIRVIÖ et al., 2013).

Diferente dos polímeros tradicionais, que levam décadas ou até séculos para se decompor na natureza, os polímeros biodegradáveis sofrem processo de degradação por microrganismos do meio ambiente de forma mais rápida, se decompondo em semanas a meses. Em condições ideais de crescimento, esses microrganismos tornam o processo de degradação bem mais eficiente, produzindo resíduos não tóxicos (FECHINE, 2013; RHIM; PARK; HA, 2013).

O polímero biodegradável poli(butileno adipato co-tereftalato) (PBAT), por exemplo, sofre degradação quando em contato com microrganismos do solo (BASF, 2011). É um material bastante flexível, hidrofóbico, possuindo boas características térmicas e mecânicas, o que possibilita seu uso em embalagens de alimentos, em especial em embalagens ativas (BASF, 2011; WENG et al., 2013).

As embalagens alimentícias tradicionais têm por finalidade não interagir com os alimentos, proteger contra contaminação, perdas, facilitar o transporte e distribuição dos mesmos (SARANTÓPOULOS et al., 2016). Entre os maiores desafios estão prolongar o tempo de prateleira dos alimentos, garantir sua

segurança microbiológica, tais como suas propriedades de cor, sabor e valor nutricional (BATTISTI et al., 2017).

Assim, ao se desenvolver embalagens que mantenham essas propriedades nos produtos, surgiram as embalagens ativas. Nelas são adicionados aditivos ativos à matriz polimérica de forma a garantir algumas propriedades melhoradas como barreira ao oxigênio e a água, inibição de crescimento microbiano, entre outras, reduzindo assim modificações de natureza física, química e biológica no produto a ser armazenado e/ou transportado (KHANEGHAH; HASHEMI; LIMBO, 2018).

Dentre as embalagens ativas, temos as embalagens ativas antimicrobianas. Nesse tipo específico de embalagem, um agente ativo antimicrobiano é inserido na matriz polimérica para inibir o crescimento de determinados tipos de microrganismos (KHANEGHAH; HASHEMI; LIMBO, 2018).

Com base nesse contexto, estudos recentes mostram que óleos essenciais extraídos de plantas e especiarias vêm sendo utilizados como conservantes naturais, pois esses possuem compostos químicos em sua composição que inibem o crescimento dos microrganismos, podendo assim, aumentar o tempo de prateleira dos alimentos, não causando problemas de saúde ao consumidor (DEBIAGI et al., 2014; HEON-JOO et al., 2015, ZHANG et al., 2016). Dessa forma, pertencente a esse grupo temos o óleo essencial de capim limão (*Cymbopogon citratus*), cujos componentes principais são promissores agentes antimicrobianos para a produção de embalagens ativas antimicrobianas (GUERRA-ROSAS et al., 2017; GUPTA et al., 2017).

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 EMBALAGENS ATIVAS

As embalagens ativas possuem importante função na preservação dos alimentos, além de servir como uma barreira inerte ao ambiente externo. Elas possuem diversas aplicações, tais como servir de barreira de oxigênio e odores estranhos, emissão de dióxido de carbono, radiação ultravioleta, reduzir a absorção ou perda de umidade do alimento, sistemas de alívio de pressão, apresentar propriedades antimicrobianas, entre outras (AGRIOPOULOU, 2016; SIRIPATRAWAN; VITCHAYAKITTI, 2016).

Geralmente são classificadas em duas formas: Embalagens não migratórias, quando não há migração de componentes da embalagem para fora ou para o alimento; e as embalagens de liberação ativa, que permitem a migração controlada dos compostos ativos no ambiente externo da embalagem ou mesmo na superfície do alimento (KHANEGHAH; HASHEMI; LIMBO, 2018).

Existem também duas maneiras pelas quais os componentes ativos provenientes das embalagens atuam nos alimentos: Quando há liberação desses componentes para o interior da embalagem, e quando a própria embalagem absorve as substâncias que podem causar degradação no alimento (WRONA; BENTAYEB; NERÍN, 2015).

As embalagens ativas podem ser utilizadas para o acondicionamento de legumes, frutas, queijos, carnes, peixes, cereais, massas, entre outros tipos de alimentos perecíveis. O tempo de degradação que ocorrerá dentro da embalagem dependerá do tipo de alimento e de como o mesmo é acondicionado desde o transporte aos supermercados até o seu uso final pelo consumidor (BRAGA; PERES, 2010).

2.2 EMBALAGENS ATIVAS ANTIMICROBIANAS

Embalagens ativas antimicrobianas possuem aditivos, com características antimicrobianas que reduzem o crescimento dos

microrganismos nos alimentos, aumentando a qualidade e a segurança dos mesmos, assim como seu tempo de prateleira (CHEN, 2018).

A velocidade em que a migração dos componentes ativos ocorre é muito importante para a eficiência de uma embalagem ativa antimicrobiana, devendo ser feita de forma controlada. Caso a migração aconteça de forma muito rápida, não haverá uma concentração mínima do composto ativo presente na embalagem que garantirá a inibição antimicrobiana (UZ; ALTINKAYA, 2011). O ideal é que o processo migratório dos componentes ativos presentes no filme polimérico aconteça de forma lenta para a superfície do alimento embalado, inibindo, assim, o crescimento dos microrganismos ao longo do tempo (MORAES et al., 2011).

Alguns métodos têm sido usados para o desenvolvimento de sistemas eficientes de embalagens ativas, como: i) a inclusão de sachês contendo compostos antimicrobianos voláteis; ii) a inclusão de compostos antimicrobianos voláteis ou não voláteis diretamente na cadeia polimérica; iii) o uso dos componentes antimicrobianos como revestimento ou, com efeito adsorativo nas superfícies do polímero em contato com o alimento; iv) a imobilização dos agentes antimicrobianos por métodos de ligação covalente ou iônica (LIMBO; KHANEGHAH, 2015).

Um novo conceito de embalagens ativas, conhecido como embalagens ativas responsivas, está sendo desenvolvido baseado em mecanismos de ativação específica. Nesse conceito, a liberação dos agentes ativos antimicrobianos pode ser ativada mediante mudanças que ocorram no alimento ou no ambiente em que a embalagem se encontra. Um exemplo de sistema de embalagem ativa responsiva utilizando água como gatilho seria o de embalagens alimentícias selantes para frutas e vegetais. Neste caso a embalagem contendo um filme solúvel em água liberaria aditivos antimicrobianos no alimento após a formação de umidade dentro da embalagem (BROCKGREITENS; ABBAS, 2016).

O aspecto interessante do uso da embalagem ativa antimicrobiana é que o aditivo fica inserido na embalagem e não é adicionado no alimento, como acontece com o uso constante de conservantes químicos como ácido benzoico,

ácido sórbico, nisina, entre outros. O uso desses conservantes têm despertado uma enorme preocupação na sociedade devido aos riscos à saúde que tais substâncias podem oferecer. Como forma de eliminar esses problemas, aditivos naturais estão sendo estudados como forma de substituir os conservantes químicos, como é o caso dos óleos essenciais (CARDOSO et al., 2017). E para o caso das embalagens ativas os aditivos são incorporados nas embalagens e não diretamente nos alimentos.

Várias pesquisas continuam sendo realizadas para aplicações de embalagens ativas com ênfase nas propriedades antimicrobianas. Muitas delas utilizando filmes e/ou blendas poliméricas biodegradáveis (amido de mandioca, PHB, quitosana, PBAT, celulose, entre outros) aditivados com óleos essenciais naturais, como óleo de limão, orégano, canela, entre outros (WANG et al., 2015; WRONA et al., 2015; MALLARDO et al., 2016).

Mesmo com os benefícios que integram o uso desse tipo de embalagens em diversos tipos de alimentos, para que elas possam de fato ser embalagens que sirvam como formas alternativas e menos poluentes em relação as embalagens tradicionais, é necessário que além do fator antimicrobiano outros quesitos sejam levados em consideração, tais como: facilidade de matéria prima, custo razoável, facilidade de processamento do polímero, atender as exigências de segurança alimentar para embalagens de alimentos e que sua degradação forneça compostos de fácil gerenciamento e disposição. (FARIA; PACHECO, 2011).

2.3 POLÍMEROS BIODEGRADÁVEIS

Os polímeros degradáveis são materiais que ao serem descartados após o uso podem sofrer degradação por microrganismos do meio ambiente. De acordo com a Norma D883-00 (2000) da *American Society for Testing and Materials* (ASTM), esses polímeros se definem por serem materiais cujo processo degradativo primário sejam favorecidos por microrganismos naturais do meio ambiente resultando em CO₂, CH₄ e compostos atóxicos de baixa massa molar.

A degradabilidade desse tipo de polímero é altamente influenciada por condições do meio ambiente em que o mesmo se encontra após o descarte. Fatores como umidade, pH, oxigênio, nutrientes necessários para ação de microrganismos, entre outros, são essenciais para que a degradabilidade ocorra de forma eficiente. (FRANCHETTI; MARCONATO, 2006; DAMBRÓS et al., 2014).

De acordo com sua rota de obtenção, estrutura, propriedades e aplicações, os polímeros biodegradáveis são classificados em dois grandes grupos: os agro-polímeros (ou derivados da biomassa ou de aminoácidos) e os biopoliésteres (de origem microbiológica ou produzidos sinteticamente de monômeros naturais ou sintéticos) (MYASOEDOVA, 2017).

Os agro-polímeros incluem os produtos originados da biomassa, como os polissacarídeos (amido, celulose, quitosana e pectina) e proteínas (proteína animal e vegetal).

Já os biopoliésteres se classificam em três grupos principais (REDDY et al., (2013); RHIM; PARK; HA, (2013); MYASOEDOVA, 2017):

- i) Obtidos de extração a partir de microrganismos, como os polihidroxicanoatos (PHAs) e a celulose bacteriana;
- ii) Síntese de monômeros bioderivados a partir da biotecnologia, como o (poli ácido láctico) (PLA);
- iii) Produzidos a partir de produtos petrolíferos ou monômeros sintéticos, como o poli (vinil álcool) (PVA), poli(ϵ -caprolactona) (PCL), co-poliésteres alifáticos e aromáticos.

Atualmente existe um considerável interesse no uso e na otimização de processos que envolvem os polímeros biodegradáveis como uma alternativa as poliolefinas, como o polietileno, para aplicações no ramo de embalagens. A resistência dos polímeros convencionais a degradação ambiental levantou uma série de questões envolvendo a poluição na terra, no ar e especialmente a poluição marítima (ROCHMAN et al. 2013).

A obtenção de polímeros de fontes naturais tem sido explorada por mais de duas décadas. Em sua primeira geração, a produção de biopolímeros

utilizou o cultivo e o uso de grãos comestíveis como matéria-prima, como o milho e a batata. Contudo, o grande uso das terras para produção de comida mudou o foco para uma segunda geração de biopolímeros, agora produzidos com o auxílio da biotecnologia (BABU et al., 2013; SHELDON, 2014). A atual abordagem para produção de plásticos de origem natural inclui a completa utilização da biomassa para a produção de novos compostos utilizando-se de processos sustentáveis e a chamada química verde (SHELDON, 2014). Mas, vale salientar que são polímeros com propriedades semelhantes aos de origem petroquímica, não são biodegradáveis, apenas sua fonte é de recurso renovável.

Alguns polímeros de origem natural são facilmente encontrados como o colágeno e a quitosana. O interesse mundial em polímeros de origem natural tem crescido nos últimos anos não apenas devido ao desejo de substituir os polímeros de origem petroquímica, mas também como consequência dos avanços inovadores da biotecnologia. Atualmente é possível se encontrar polímeros fabricados industrialmente a partir da fermentação bacteriana por fontes renováveis, como a celulose bacteriana. (BABU et al., 2013; GALIANO et al., 2018).

Além da área de embalagens alimentícias, os polímeros biodegradáveis também são usados em aplicações na área farmacêutica e na engenharia de tecidos, como liberação controlada de fármaco, substituição óssea, reparo de fraturas ósseas, uso em cartilagens, entre outros (BASTIOLI, 2011; FUKUSHIMA et al., 2013.)

O uso de polímeros biodegradáveis, contudo, tem sido limitado por dificuldade de processamento, alto custo de fabricação, sensibilidade a umidade e/ou reduzidas propriedades de barreira e condutividade (REDDY et al., 2013).

Atualmente, os poliésteres formados a partir dos ácidos hidrocarbônicos formam a principal classe de polímeros biodegradáveis. Dentre eles encontram-se o PCL – (poli (ϵ -caprolactona), o PLA – poli (ácido láctico) e o PHB (poli (hidroxibutirato)). Possuem geralmente um alto custo de fabricação,

mas as facilidades de produção os tornam muito interessantes comercialmente. (CASARIN et al., 2013).

Nesta conjectura, o PBAT surge como um promissor polímero biodegradável para a produção de embalagens ativas, tendo em vista que o mesmo possui características de processamento semelhantes ao do polietileno de baixa densidade (LDPE) (MUROI et al., 2016; RODRIGUES, et al., 2016).

2.4 POLI (BUTILENO ADIPATO-CO-TEREFTALATO) – PBAT

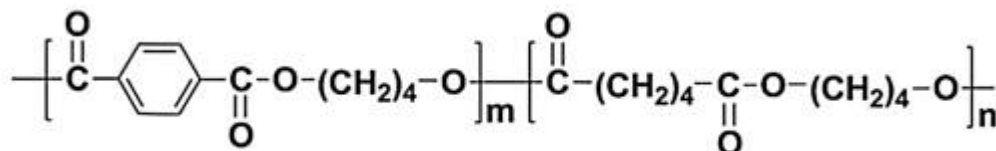
O Poli(butileno adipato co-tereftalato) (PBAT), comercialmente conhecido como Ecoflex® F Blend C1200 e produzido pela empresa BASF, é um copoliéster alifático-aromático sintético e biodegradável. Foi produzido pela primeira vez em 1995 com o objetivo de combinar boas propriedades mecânicas como elasticidade e tenacidade, boas propriedades térmicas, biodegradabilidade, além de apresentar compatibilidade com polímeros de origem renovável. Porém apresenta baixas propriedades de barreira a vapor e gases, o que dificulta seu uso como embalagem industrial (AMASS; TIGHE, 1998; VROMAN; TIGHZERT, 2009; AL-ITRY et al., 2014).

É comercializado sob a forma de pellets de coloração branca, solúvel em solventes orgânicos e tem sido muito utilizado na agricultura e na indústria, como o seu uso para recobrimento do solo em plantações assim como a produção de filmes para embalagens (WENG et al., 2013). Foi o primeiro polímero a ser reconhecido por diversas normas internacionais como um polímero comercial que se degrada completamente no meio ambiente (Norma Americana ASTM 6400, Norma Europeia EN 13432, Norma Japonesa *GreenPla*, Norma Chinesa GB/T, Selo do BPI – *Biodegradable Products Institute*) (HARADA, 2011).

O PBAT é sintetizado pela policondensação entre o 1,4-butanodiol e uma mistura de ácido adípico e ácido tereftálico (VROMAN; TIGHZERT, 2009). Sua estrutura química possui dois co-monômeros diferentes: um é o butileno tereftalato, que é derivado do ácido tereftálico com o 1,4-butanodiol, e o outro co-monômero é o butileno adipato, que apresenta ductilidade e é produzido a

partir do ácido adípico e o 1,4-butanodiol (HERRERA, 2002). A Figura 1 mostra a estrutura molecular do PBAT.

Figura 1 - Estrutura molecular do PBAT.



Fonte: Herrera, 2002.

O PBAT pode formar blendas poliméricas com outros polímeros e assim melhorar suas características. Estudos foram realizados onde o mesmo foi adicionado ao PLA, PBS, PHBV e proteína de milho (CGM). (JAVADI et al., 2010; MUTHURAJ; MISRA; MOHANTY, 2014; REDDY; MISRA; MOHANTY, 2014; ZHANG; DIAO et al. 2016; SHANKAR; RHIM, 2018).

As características apresentadas pelo PBAT se originam das propriedades de cada unidade de butileno tereftalato e butileno adipato. Essas unidades juntas originam uma estrutura mista e pouco organizada, criando regiões amorfas, com presença de heteroátomos e carbonilas, reduzindo assim propriedades como cristalinidade e ponto de fusão. Tal desordem estrutural em polímeros biodegradáveis é o fator que favorece sua degradação por ataques enzimáticos de microrganismos nessas regiões (WANG et al., 2015; RODRIGUES et al., 2016).

O mecanismo biodegradativo dos poliésteres alifáticos-aromáticos ocorre tanto nos meios enzimático como no hidrolítico, nos quais o primeiro é dominante quando o poliéster passa pelo processo de compostagem (SAADI et al. 2013). A quebra primária na cadeia principal do poliéster, com a separação dos co-monômeros, ocorre em presença de enzimas específicas que são excretadas por microrganismos tais como bactérias ou fungos, onde os fragmentos residuais desse processo serão usados pelos microrganismos como fonte de energia (MÜLLER; KLEEBERG; DECKWER, 2001).

O processo biodegradativo ocorre em duas etapas distintas: a primeira sendo a despolimerização das cadeias pelas reações enzimáticas

extracelulares; e a segunda sendo a mineralização, quando os microrganismos utilizam os fragmentos residuais do polímero e o convertem em biomassa, água, CO₂, CH₄ e sais minerais (MARKARIAN, 2008).

Estudos sobre o PBAT vêm sendo desenvolvidos ao longo dos últimos anos. Bilck, Grossmann, Yamashita (2010) desenvolveram filmes biodegradáveis de amido de mandioca/PBAT nas cores preto e branco para recobrimento do solo em plantações produtoras de morangos. Tal recobrimento protege a planta de pragas além de manter a umidade do solo e melhorar a qualidade da colheita impedindo que os frutos entrem em contato direto com o solo. Foram avaliadas as propriedades mecânicas, permeabilidade ao vapor de água e isotermas de adsorção dos filmes. A massa média dos morangos frescos foi medida para avaliar as diferenças no uso de filmes comerciais e biodegradáveis. Também foi avaliada a biodegradação dos filmes em solo. O filme de PBAT mostrou pequenas fissuras na sua estrutura após cinco semanas em contato com a superfície do solo, e oito semanas depois, suas propriedades mecânicas e de sorção a água foram reduzidas. No entanto, tais mudanças não ocasionaram influencia na qualidade e quantidade dos morangos produzidos.

Venkatesan, Rajeswari (2015) produziram filmes finos transparentes de nanopartículas de dióxido de silício (SiO₂) preenchidas por compósitos de PBAT através do método de *solvent casting*, utilizando clorofórmio como solvente. Foram avaliadas as propriedades mecânicas e antimicrobianas das nanopartículas nos filmes de PBAT sintetizados. As características morfológicas foram analisadas por espectroscopia com transformada de Fourier (FTIR) e difração de raios X. Microscopia eletrônica de varredura mostrou uma dispersão homogênea das nanopartículas de SiO₂ na matriz de PBAT. A tensão na força máxima aumentou significativamente com a adição de nanopartículas em comparação aos filmes de PBAT puro. O ângulo de contato das amostras aditivadas aumentou, enquanto que a permeabilidade ao oxigênio diminuiu. Os filmes aditivados mostraram bom efeito inibitório contra as bactérias *Escherichia coli* e *Staphylococcus Aureus*.

Zehetmeyer et al. (2015) estudaram filmes de PBAT incorporados com diferentes concentrações de nisina processados por extrusão. As propriedades estruturais, morfológicas, térmicas, mecânicas e antimicrobianas foram analisadas. A microscopia eletrônica de varredura mostrou uma morfologia heterogênea quando quantidades elevadas de nisina eram adicionadas. Não foram observadas alterações significativas nas propriedades térmicas dos filmes. Os filmes apresentaram inibição contra a bactéria gram-positiva *Listeria monocytogenes*. Não houve alterações na tensão na força máxima das amostras, contudo houve aumento significativo no módulo de elasticidade e deformação na ruptura, tornando os filmes menos elásticos.

Em outro estudo, Deng et al. (2018) sintetizaram blendas de PBAT/PLA e avaliaram suas viscosidades durante a fusão, propriedades térmicas, cristalinidade, propriedades mecânicas e sua morfologia de fases. A partir das viscosidades relativas, durante a fusão foi possível calcular a fração de volume no qual uma estrutura co-contínua é formada. O valor previsto foi de 19% em massa de PBAT e esse valor foi confirmado pelos resultados das propriedades mecânicas, onde a resistência na ruptura mostrou um considerável aumento de 10% para 300% quando a composição varia entre 10% e 20% em massa de PBAT. A estrutura de fase co-contínua também foi validada através de microscopia eletrônica de varredura.

Tavares et al. (2018) avaliaram a resistência a descamação de blendas de PBAT/Lignina Kraft como embalagem laminada para alimentos. Os filmes foram sintetizados em proporções de 1, 3, 5 e 10% em peso de Lignina Kraft. A avaliação da descamação foi realizada através de um *peel-test*, um teste mecânico que mede a força de adesão de filmes finos aderidos a um substrato. Os resultados do teste de análise mecânica dinâmica e medição de ângulo de contato indicaram que a miscibilidade e o ângulo de contato aumentaram com a adição da Lignina Kraft. O estudo concluiu que a blenda pode ser utilizada como uma solução sinérgica para embalagem de alimentos devido às características mecânicas, de resistência a descamação e biodegradabilidade do PBAT.

2.5 ÓLEOS ESSENCIAIS

Nos últimos anos, houve um aumento do uso de plantas aromáticas medicinais e seus óleos essenciais em pesquisas científicas e aplicações industriais (EMMANUEL et al., 2016). Óleos essenciais são líquidos aromáticos, oleosos, voláteis e com odor característico extraídos de materiais de origem vegetal como flores, sementes, folhas, frutas, raízes, madeiras, ervas, brotos, entre outros. Eles são constituídos por uma mistura de complexos componentes que podem variar tanto em suas composições químicas individuais como em suas concentrações. (BRENES; ROURA, 2010).

Os componentes dos óleos essenciais são sintetizados pelas plantas como metabólitos secundários e possuem grande participação na defesa contra agentes patógenos e predadores (ASBAHANI et al., 2015). Inúmeros óleos essenciais não apenas servem como aditivos cosméticos ou alimentícios, como também apresentam propriedades antimicrobianas e antioxidantes (BOZIN et al., 2007; LIU et al., 2009).

Nos óleos essenciais existem duas classes principais de compostos: os terpenos e os fenilpropenos. Os terpenos são subdivididos de acordo com o número de agrupamentos de estruturas de cinco carbonos conhecidas como isoprenos, podendo assim assumir as formas de monoterpenos ($C_{10}H_{16}$), sesquiterpenos ($C_{15}H_{24}$) e diterpenos ($C_{20}H_{32}$) (LEE, 2004).

A composição dos óleos essenciais varia de forma considerável de acordo com diferentes fatores, como a manufatura, época de colheita, região e tipo de material vegetal (WANG et al., 2008). Esta complexa composição presente nos óleos essenciais oferece um amplo espectro de aplicações para variadas áreas como a indústria alimentícia, agricultura e no campo farmacêutico (TUREK; STINTZING, 2013).

Os monoterpenóides presentes nos óleos essenciais possuem propriedades que os tornam promissoras opções para o seu uso como agentes antibacterianos e antifúngicos. Além disso, vários compostos naturais presentes em plantas e óleos essenciais vegetais possuem efeitos antimutagênicos e antígeno-tóxicos (GUPTA et al., 2002; MEZZOUG et al., 2007; BACANLI et al., 2017; RUIZ et al., 2017).

As propriedades antimicrobianas dos óleos essenciais vêm sendo estudadas nos últimos anos. Cardoso et al. (2017) e colaboradores desenvolveram filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de orégano para embalagens de filetes de peixe. Suas propriedades antimicrobianas, antioxidantes e bioativas foram analisadas. O óleo essencial de orégano não afetou as propriedades térmicas do polímero, mas as propriedades mecânicas de tensão na força máxima, módulo de elasticidade e alongamento na ruptura sofreram redução em seus valores com teores elevados de óleo, tornando o material mais elástico e com menor rigidez. Tanto a permeabilidade ao vapor de água como o efeito antioxidante aumentaram com o aumento do teor de óleo essencial nos filmes. Os filmes aditivados apresentaram inibição aos coliformes totais e *Staphylococcus Aureus*.

Hernández-López et al. (2019) e colaboradores sintetizaram por extrusão blendas de PBAT/PLA aditivados com óleo essencial de pinho. Algumas formulações também foram aditivadas com quitosana. A análise de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier indicou compatibilidade entre as blendas pela possível interação entre os grupos carbonila do PBAT com o PLA. Os resultados das análises térmicas e das propriedades mecânicas mostraram que houve uma parcial miscibilidade entre as blendas, indicando que o efeito plastificante do óleo essencial forneceu melhoras na mobilidade, flexibilidade, diminuiu a rigidez e o grau de cristalização nas blendas.

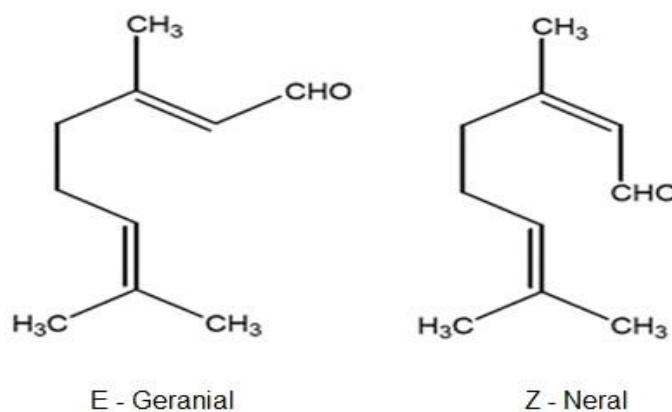
2.5.1 Óleo essencial de capim limão

O capim limão (*Cymbopogon citratus*) é uma planta bastante cultivada e utilizada nas regiões tropicais do planeta. Possui fortes propriedades aromáticas e cítricas, o que faz com que o capim limão seja muito consumido em forma de chás ou como tempero na culinária asiática, conferindo aroma e sabor aos pratos daquela região (AJAYI et al., 2016).

Figura 2 - Capim limão.

Fonte: Shahzadi, 2017.

O óleo essencial de capim limão (OECL) é usado em processos alimentícios na incorporação de odor e sabor, em repelentes, em perfumes e na indústria química e cosmética. Pertencente à família das gramíneas, o capim limão apresenta aproximadamente entre 1-2% de óleo essencial em relação a massa das folhas. Seu forte odor de limão é associado a presença de grande quantidade de citral, também conhecido como lemonal, que existe como dois aldeídos isoméricos, o geranial (citral A) e o neral (citral B), que apresentam conformações (E) e (Z), respectivamente (SHAHI et al., 2005). A Figura 3, a seguir, mostra a estrutura química do citral.

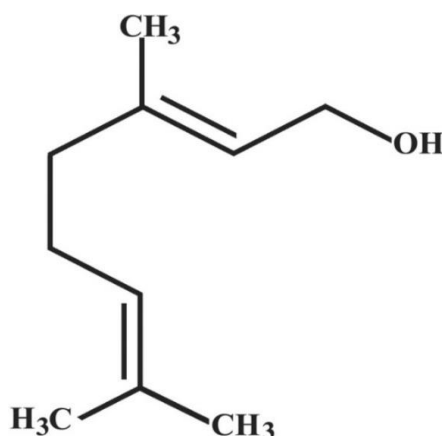
Figura 3 - Estrutura química do citral.

Fonte: ALAM et al., 2018.

Ambos os isômeros do citral existem simultaneamente na mistura. O citral possui muita versatilidade em aplicações e é utilizado como matéria-prima para produção de determinados compostos, como a síntese da vitamina A, da ionona, e do beta caroteno. Além do citral, o OECL apresenta em sua composição o geraniol, acetato de geranil, e monoterpenoides, com o mirceno e o limoneno (OLOYEDE, 2009).

O geraniol (Figura 4) é um álcool e monoterpenóide acíclico comumente presente em óleos essenciais do capim limão, citrinos, gerânio, entre outras. É geralmente utilizado em shampoos, cosméticos, sabonetes, devido a seu odor refinado. O geraniol apresenta conformação (E), já o nerol, seu isômero correspondente, apresenta conformação (Z). Há muitos estudos sobre o mesmo e seus efeitos em atividades biológicas. O geraniol apresenta efeitos antimutagênicos, anticancerígenos, além de também inibir o crescimento de fungos e bactérias (SI et al., 2006; GATEVA, et al., 2019).

Figura 4 - Estrutura química do geraniol.



Fonte: SAFAEPOUR et al., 2009.

O citral foi aprovado pela Comissão Europeia para utilização como agente aromatizante em alimentos por não ocasionar riscos à saúde humana (BURT, 2004).

Estudos em amostras de óleo essencial de capim limão mostram que o mesmo possui propriedades antimicrobianas, antioxidantes, antifúngicas, anti-inflamatórias e até anticancerígenas. Matasyoh et al. (2011) avaliaram as propriedades antifúngicas do óleo essencial de capim limão em cinco espécies de fungos do gênero *Aspergillus* (*Aspergillus flavus*, *Aspergillus parasiticus*,

Aspergillus ochraceus, *Aspergillus niger* e *Aspergillus fumigatus*), produtores de micotoxinas encontradas em alimentos. O óleo foi extraído por hidrodestilação e posteriormente foi analisado pela técnica de cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG-MS). A amostra apresentou como componentes majoritários o geranial, o neral e o mirceno. Testes antifúngicos mostraram que o óleo apresentou inibição para todas as cinco espécies do gênero *Aspergillus*, e que a inibição era diretamente proporcional a concentração de óleo utilizada.

Oloyede (2009) avaliou a atividade antimicrobiana de folhas de *Cymbopogon citratus* extraídas por água e por etanol. A atividade antimicrobiana foi avaliada através do método de disco difusão contra quatro espécies de bactérias (*Bacillus aureus*, *Escherichia coli*, *Salmonella typhi* e *Staphylococcus aureus*). O extrato a base de etanol apresentou alta sensibilidade contra todas as bactérias testadas na ordem de sensibilidade *Staphylococcus aureus* > *Salmonella typhi* > *Bacillus aureus* > *Escherichia coli*. Enquanto, o extrato a base de água foi mais eficiente contra a *Salmonella typhi*, nas concentrações avaliadas. As folhas de *Cymbopogon citratus* podem ser então consideradas seguras e promissoras para alimentação e uso terapêutico.

Villaverde et al. (2013) e colaboradores realizaram ensaios *in vitro* sobre efeitos do óleo essencial de capim limão em contato com células humanas de melanoma (SK-MEL 147) e queratinócitos (HaCaT). A atividade antioxidante do óleo também foi avaliada. O óleo em concentração de 1µl de extrato por ml de meio de cultura apresentou atividade antioxidante eficiente. Todas as concentrações em estudo apresentaram inibição para as células cancerígenas após 24h de tratamento, com indução de apoptose, necrose e autofagia, de acordo com as concentrações testadas. Em relação aos queratinócitos, o óleo não apresentou efeito inibitório citotóxico e proliferativo dessas células. Resultados mostram que o óleo pode conter componentes que atuam com efeito anticancerígeno. Porém novas pesquisas devem ser realizadas para se identificar tais compostos e como funciona o seu mecanismo de ação.

O capim limão vem sendo utilizado nos últimos anos como aditivo para formulação de filmes poliméricos. Yang, Song (2016) estudaram a

aplicabilidade de filmes de PLA aditivados com OECL em diferentes concentrações (1, 2 e 3%) para uso em embalagens de salsichas de porco. As propriedades mecânicas de resistência à tração e alongamento na ruptura foram avaliadas, assim como a permeabilidade ao vapor de água. O teste de atividade antimicrobiana dos filmes em contato com a bactéria *Listeria monocytogenes* foi realizado através do método de disco difusão, utilizando-se pedaços circulares de filmes de 10 mm. Entre as amostras estudadas, os filmes com 2% de OECL apresentaram melhores resultados mecânicos e antimicrobianos, sendo assim utilizados em teste de atividade antimicrobiana da bactéria previamente citada em contato com salsichas de porco, onde os mesmos apresentaram uma redução de células viáveis de 1,46 UFC/g em comparação as amostras de controle.

Resianingrum et al. (2016) e colaboradores avaliaram as características de filme comestível de amido incorporado com OECL. As concentrações do óleo essencial utilizadas foram 0,25%, 0,5%, 0,75% e 1%. As características analisadas incluíram espessura, permeabilidade ao vapor de água, resistência a tração, alongamento e atividade antimicrobiana. Os resultados mostraram que a adição de OECL aumentou a espessura, resistência a tração e atividade antimicrobiana dos filmes avaliados. A permeabilidade ao vapor de água dos filmes comestíveis não foi afetada pela adição de óleo essencial.

Riquelme, Herrera, Matiacevich (2017) avaliaram o efeito das condições de processamento e armazenamento nas propriedades mecânicas e atividade antimicrobiana de filmes ativos a base de alginato encapsulados com OECL. Os filmes foram obtidos através de emulsões formadoras de filmes com diferentes tamanhos de gotas (2,9 µm e 0,43 µm), contendo 1% m/m de alginato, 1% m/m de sorbitol, 0,75-1,35% m/m de caseinato de sódio, 0,5% m/v de OECL e 0,02% m/m de carbonato de cálcio. Cada filme foi caracterizado em suas propriedades físicas e atividade antimicrobiana em contato com *Escherichia coli* e *Botrytis cinerea*. O tamanho das gotas das emulsões formadoras de filmes afetou significativamente as propriedades dos filmes, sendo mais efetivo para os filmes formados a partir de gotas de tamanhos maiores. Altas concentrações de caseinato de sódio afetaram a cor e a opacidade dos filmes. As condições de armazenamento também afetaram a

atividade antimicrobiana dos filmes, com a maior inibição observada a 4 °C, obtendo seus maiores percentuais após 15 dias de armazenamento, demonstrando a liberação do princípio ativo de forma controlada.

Até o presente momento (03/07/2018) não foram encontrados estudos sobre a formulação de filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão nas principais ferramentas de pesquisa utilizando-se as seguintes palavras chave: PBAT, *cymbopogon citratus*, lemon grass essential oil, óleo essencial de capim limão, tornando assim o presente trabalho de conteúdo inédito.

2.6 ANÁLISE DE COMPONENTES PRINCIPAIS (PCA)

A análise de componentes principais é uma técnica multivariada largamente utilizada na quimiometria para descrever a relação entre variáveis de resposta e explicar a variação total dos dados por meio de ferramentas matemáticas e estatísticas (BEEBE; PELL; SEASHOLTZ, 1998). O uso da PCA é muito útil quando as variáveis estudadas estão altamente correlacionadas (positivamente ou negativamente), ou quando se possui um grande número de variáveis independentes. Com a redução de dimensões, é possível agrupar amostras de acordo com suas características semelhantes (SYMS, 2019).

O uso da PCA associada a espectroscopia no infravermelho médio com transformada de fourier (FTIR) vem sendo largamente utilizada na identificação de padrões de óleos vegetais comestíveis e na análise de parâmetros físico-químicos de qualidade. Os espectros de infravermelho possuem informações que vão além das absorções das bandas, podendo atuar como impressões digitais das amostras quando estudados em sua totalidade. Como as bandas apresentadas são proporcionais a concentração, a FTIR torna-se um eficiente método para análises qualitativas (SOUZA; POPPI, 2011). A PCA já foi utilizada em outros estudos envolvendo formulação de filmes aditivados com óleo essencial de modo a se confirmar a incorporação do óleo na matriz polimérica. Giaquinto et al. (2017) utilizou a ferramenta para comprovar a incorporação de óleo de canola em filmes de PHB enquanto que Andrade (2018) conseguiu comprovar a incorporação de óleo essencial de laranja em filmes de PBAT.

3 OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

De acordo com a contextualização apresentada, o objetivo desse trabalho foi desenvolver e caracterizar filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão, avaliando a influência do óleo nas propriedades físicas, químicas e térmicas dos filmes sintetizados. Dessa forma, pretende-se suprir os requisitos de uma embalagem ativa antimicrobiana, inibindo o crescimento de microrganismos mais comuns presentes nos alimentos.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Dentre os objetivos específicos estão:

- i) Caracterizar o óleo essencial de capim limão por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG-MS), espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e avaliar sua atividade antimicrobiana através do teste de disco difusão;
- ii) Caracterizar os filmes de PBAT puros e aditivados com OECL por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), ensaio de tração, análise termogravimétrica (TGA), calorimetria diferencial exploratória (DSC), permeabilidade ao vapor de água (PVA) e análise da atividade antimicrobiana do filme.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

O PBAT utilizado foi fornecido sob o nome comercial de ECOFLEX® F BLEND C1200 pela empresa BASF Industrial S/A (ficha técnica em anexo). O óleo essencial de Capim Limão (*Cymbopogon citratus*) da marca Arte dos Aromas. O Clorofórmio P.A. com 99,8% de pureza utilizado como solvente orgânico da marca Neon. O cloreto de Cálcio P.A. utilizado como agente higroscópico da marca Dinâmica. Os microrganismos utilizados nos testes de atividade antimicrobiana foram cultivados como cepas de *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*, fornecidos pelo laboratório de Microbiologia Industrial do Departamento de Engenharia Química da UFPE.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Caracterização do óleo essencial de capim limão

4.2.1.1 Cromatografia Gasosa Acoplada com Espectrometria de Massas (CG-MS)

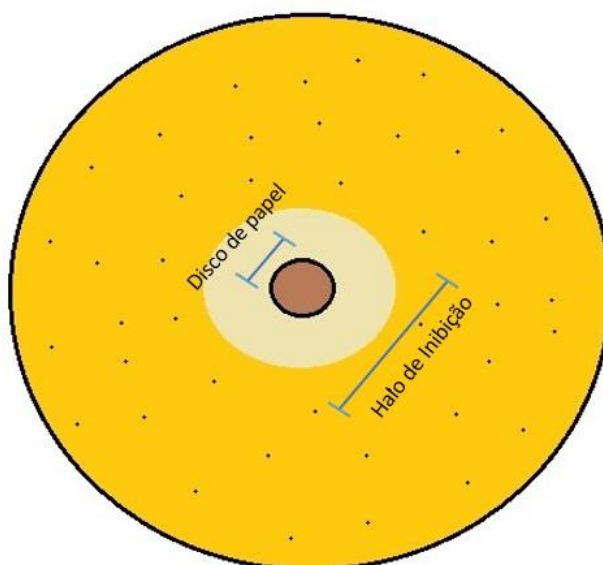
Foi utilizado um cromatógrafo gasoso modelo Trace 1300 acoplado com espectrômetro de massa modelo ISQ Single Quadrupole, ambos da marca ThermoScientific. As condições operacionais foram: temperatura do detector foi de 250°C; temperatura do injetor de 240°C; gás hélio foi utilizado como gás de arraste a uma taxa de 2 mL/min; injeções splitless de 1 µL; A temperatura do forno foi de 70°C, com rampa de aquecimento 15°C/min até 120°C, seguido de rampa de aquecimento de 10°C/min até 180°C e então rampa final de aquecimento de 20°C/min até 250°C onde permaneceu por 3 minutos. O equipamento utilizado pertence a Central Analítica do Departamento de Química Fundamental da UFPE.

4.2.1.2 Avaliação da atividade antimicrobiana do óleo essencial de capim limão pelo método de disco-difusão em ágar

A avaliação da atividade antimicrobiana do óleo essencial de capim limão foi realizada utilizando-se culturas jovens de cepas de *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*. O método utilizado foi o de disco-difusão em meio sólido, onde os discos de papel foram esterilizados a 121 °C por 15 minutos.

Os discos foram imersos em óleo essencial de capim limão e dispostos em placas de Petri com meio ágar nutritivo e previamente inoculadas com 0,1 mL de suspensão bacteriana (10^{-4} na escala MacFarland). As placas foram, em seguida, incubadas em estufa por 48hs a 30 °C. Após esse período, utilizando-se um micrômetro, os halos de inibição foram medidos. As medidas foram feitas em duplicatas. A Figura 5 a seguir mostra um esquema para o método de disco-difusão:

Figura 5 - Teste de atividade antimicrobiana pelo método de disco-difusão em ágar.



4.2.2 Preparação dos filmes poliméricos

Os filmes poliméricos foram sintetizados pelo método *Solution Casting*. Durante a preparação foram utilizados PBAT, óleo essencial de capim limão (OECL) e clorofórmio como solvente orgânico.

Os filmes foram produzidos em quatro proporções distintas: filmes de PBAT puro; filmes de PBAT com 5% (m/m) de OECL; filmes de PBAT com 10% (m/m) de OECL; filmes de PBAT com 15% (m/m) de OECL.

Para os filmes de PBAT puro foi feita uma solução, dissolvendo 2,0 g de PBAT na forma de “pellets” em 60 mL de clorofórmio em um béquer, sob agitação magnética, durante 30 minutos. A solução foi disposta em uma placa de Petri de 15 cm de diâmetro, devidamente identificada e o solvente foi evaporado após 72 horas a temperatura ambiente, sem o controle de umidade.

Após a total evaporação do solvente o filme foi removido com o auxílio de uma pinça e acondicionado em um envelope de papel.

Para os filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão foram pesados 1,9; 1,8 e 1,7g de PBAT na forma de “pellets” (correspondendo respectivamente as formulações de 5, 10 e 15% de óleo) em 45 mL de clorofórmio em um béquer, sob agitação durante 30 minutos em um mixer com auxílio de uma barra magnética.

Foram pesados 0,1; 0,2 e 0,3g de óleo essencial de capim limão (correspondendo respectivamente as formulações de 5, 10 e 15% de óleo) em um béquer, e o óleo essencial foi transferido para a solução de PBAT previamente dissolvida em 15 mL de clorofórmio como solução de arraste. As soluções permaneceram por 15 minutos sob agitação.

Posteriormente foram transferidas para placas de Petri de 15 cm de diâmetro, devidamente identificadas, e o solvente foi evaporado por 72 horas em temperatura ambiente, sem o controle de umidade. Após a total evaporação do solvente o filme foi removido com o auxílio de uma pinça e acondicionado em um envelope de papel.

A Tabela 1 a seguir apresenta as massas relativas dos componentes para os variados tipos de filmes poliméricos sintetizados.

Tabela 1 - Composição dos filmes de PBAT puro e PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão (OECL).

Filme Polimérico	Massa PBAT (g)	Massa OECL (g)
PBAT Puro	2,00	0,00
PBAT + OECL (5%)	1,90	0,10
PBAT + OECL (10%)	1,80	0,20
PBAT + OECL (15%)	1,70	0,30

4.2.3 Caracterização dos filmes poliméricos

4.2.3.1 Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

O óleo essencial de capim limão e os filmes de PBAT puro e aditivados com 5, 10 e 15% de óleo essencial de capim limão foram caracterizados por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier, com o objetivo de se verificar a presença dos grupos funcionais dos compostos orgânicos presentes nas amostras, como também para se confirmar a incorporação do óleo essencial de capim limão ao filme.

Os espectros foram obtidos utilizando-se um Espectrômetro Spectrum 400 FT-IR/ FT-NIR – Perkin Elmer, com acessório ATR (Reflexão total atenuada) em temperatura ambiente, com resolução de 4 cm^{-1} , na faixa de 4000 a 650 cm^{-1} empregando-se o total de 16 scans. O equipamento utilizado pertence ao Laboratório de Combustíveis da UFPE.

4.2.3.2 Análise de componentes principais (PCA)

De forma a complementar a espectroscopia de infravermelho, a análise de componentes principais foi utilizada para se investigar a presença do óleo essencial nos filmes poliméricos. A partir das leituras espectroscópicas para os filmes, foram analisados dois pontos para cada formulação de filme para construção do modelo PCA. O software The Unscrambler 9.7 foi utilizado para se obter uma matriz de dados multivariado.

4.2.3.3 Ensaio Mecânico de Tração

Seguindo a norma da ASTM 882-12 (ASTM INTERNATIONAL, 2012), o teste mecânico de tração foi realizado com os filmes de PBAT puro e aditivados com óleo essencial de capim limão. A máquina universal do laboratório de Petroquímica- LITIPEG, da marca EMIC 500, foi utilizada nos. Foram utilizados nove corpos de prova para cada tipo de formulação dos filmes estudados.

Utilizaram-se os seguintes parâmetros para execução do teste: velocidade da garra de 5 mm/s; distância inicial entre as garras de 40 mm e dimensão do corpo de prova de 2,5 x 7,5 cm. O teste estatístico de Duncan foi aplicado aos resultados para avaliar as mudanças estatisticamente significativas.

4.2.3.4 Análise Termogravimétrica (TGA)

Os filmes de PBAT puro e incorporados com 5, 10 e 15% de OECL foram avaliados pela análise termogravimétrica, com o objetivo de se quantificar as taxas de perda de massa. O ensaio foi realizado em uma termobalança da marca Shimadzu DTG 60H do Laboratório de Polímeros e Nanoestruturas do Departamento de Energia Nuclear da UFPE. Foram pesados aproximadamente 20mg das amostras, a faixa de temperatura utilizada foi de 50 a 600 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C/min sob atmosfera de nitrogênio.

4.2.3.5 Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC)

A técnica de Calorimetria Diferencial Exploratória foi utilizada para se analisar os dados térmicos dos filmes de PBAT puro e incorporado com 5, 10 e 15% de OECL, com auxílio do equipamento da marca Mettler Toledo modelo 1 Star^e System do Laboratório de Petroquímica - LITIPEG. As amostras foram introduzidas em cadinhos de alumínio sobre atmosfera de nitrogênio com fluxo de 50 mL/min. A faixa de temperatura utilizada na análise foi de 25 a 190 °C. As curvas obtidas foram tratadas com os softwares SigmaPlot 12.3 e Integral

1B® para obtenção dos parâmetros térmicos de interesse. As análises foram realizadas no Laboratório de Cromatografia Instrumental da UFPE.

4.2.3.6 Permeabilidade ao Vapor de Água (PVA)

A permeabilidade ao vapor de água para os filmes de PBAT puro e aditivados com 5, 10 e 15% de óleo essencial de capim limão foi determinada seguindo método gravimétrico padrão E96-95 da American Society for Testing and Materials (ASTM INTERNATIONAL, 2014), descrito por Fráguas et al. (2015), onde foi utilizado um gradiente de umidade relativa (UR) de 75% a 25°C.

Para sua realização, foi preparada uma solução de 75% de umidade relativa de cloreto de sódio (NaCl), e a mesma foi adicionada a um dessecador. Em seguida, foram utilizados frascos de 30 mL com 3 cm de diâmetro, em que se adicionou cloreto de cálcio (CaCl_2), deixando-se um espaço de 1,5 cm entre o agente higroscópico e a abertura superior dos tubos. Cobriu-se a abertura dos tubos com os filmes a serem analisados, de forma a garantir uma completa vedação dos tubos. Os recipientes foram então inseridos ao dessecador e foi realizado um vácuo.

Durante um período de 8 dias, as amostras foram pesadas e um novo vácuo foi feito sempre que as mesmas fossem recolocadas no dessecador. A análise foi realizada em triplicada para cada tipo de filme sintetizado.

A equação para o cálculo da permeabilidade ao vapor de água é mostrada abaixo:

$$WVP = \frac{\Delta m}{A \Delta t} \frac{X}{\Delta P} \quad \text{Equação 1}$$

Onde WVP é a permeabilidade ao vapor de água, $\Delta m/\Delta t$ é o peso do ganho de umidade por unidade de tempo (g/s), X é a espessura média do filme (mm), A é a área da superfície do filme exposta (m^2) e ΔP é a diferença de pressão do vapor de água entre os dois lados do filme (Pa).

4.2.3.7 Análise da Atividade Antimicrobiana do filme

Para a realização da análise da atividade antimicrobiana do filme, foi utilizada uma matriz alimentícia de queijo muçarela obtido comercialmente e amostras de filme incorporado com 15% de óleo essencial. As amostras dos filmes utilizados tinham área de 4x4 cm e espessura de 0,2 mm.

A metodologia utilizada foi originalmente descrita por Dannenberg et al. (2017) e otimizada por Andrade (2018) para ensaio de atividade antimicrobiana *in situ*. Inicialmente, os filmes foram esterelizados em reator de luz ultravioleta por 15 min cada lado. Em seguida, as amostras de queijo foram cortadas em condições de assepsia e inoculadas em uns dos lados do queijo com solução bacteriana de 0,1 mL (0,5 na escala MacFarland) de *S. aureus*. As amostras de filme foram colocadas em contato com o lado contaminado do queijo. Posteriormente, as amostras foram armazenadas em sacos plásticos ziplock previamente esterelizados e acondicionados a 4°C.

As amostras de filme/queijo dos dias a serem analisados foram lavadas com 9 mL de solução peptonada e em seguida, 1 mL desta solução foi retirada para preparo de suspensões em série de dez diluições em solução peptonada (0,1%). Em placas de Petri de tamanho 80x15mm e numeradas em duplicata para cada diluição, foi adicionado 1 mL de cada suspensão e, em seguida, foi adicionado o ágar nutritivo. Essas placas foram armazenadas em incubadora durante 48 horas a 35°C. Após esse período de tempo, o método de contagem de células viáveis foi utilizado para quantificação da bactéria *Staphylococcus aureus*. O procedimento foi realizado nos dias 0, 3, 6, 9 e 12.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE CAPIM LIMÃO

5.1.1 Cromatografia Gasosa Acoplada com Espectrometria de Massas (CG-MS)

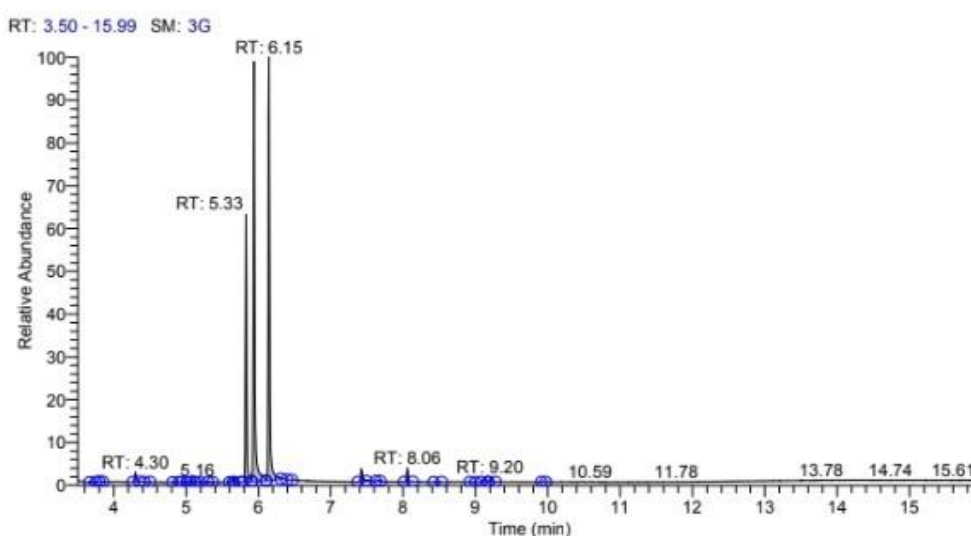
A Tabela 2 e o cromatograma (Figura 6) a seguir informam a composição dos principais componentes existentes no óleo essencial do capim limão.

Observando-se os resultados do CG-MS, foi constatada a presença de Geraniol, Citral e Cis-Verbenol como os compostos majoritários presentes no OECL.

Tabela 2 - Composição do óleo essencial de capim limão obtida por CG-MS.

Composto	(%)
Geraniol	36,89
Citral	35,68
Cis-Verbenol	20,02
Acetado de Linalina	1,70
β -cariofileno	1,34
Outros compostos	4,37

Figura 6 - Cromatograma do óleo essencial de capim limão.



O geraniol e o citral estão listados entre os componentes presentes no óleo extraído de folhas da planta colhidas na estufa da Universidade de Fort Hare, na África do Sul, o Citral apresentou variação de 30,07% a 78,61%, enquanto o Geraniol apresentou variação na composição entre 1,14% a 5,35% (AJAYI et al., 2016). Em outro estudo, o Cis-Verbenol é citado com composição variando entre 0,15% e 0,18%, em óleo extraído em amostras da planta colhidas em uma plantação no departamento de horticultura ornamental da Universidade de Banha, Egito (MOHAMED HANAA et al., 2017).

Variações climáticas, componentes do solo, local de cultivo, umidade, temperatura e o tipo de extração podem influenciar consideravelmente a composição química dos óleos essenciais. Logo, por uso da análise de CG-MS foi possível identificar os principais componentes para o OECL, Geraniol e Citral, que possuem papel antimicrobiano conhecido na literatura (SINGH, 2012; GUPTA et al., 2017). A partir desses resultados e antes da síntese dos filmes poliméricos, foi realizado um teste de atividade antimicrobiana e espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) do OECL puro, cujos resultados serão mostrados mais adiante.

5.1.2 Avaliação da Atividade Antimicrobiana do Óleo Essencial de Capim Limão pelo Método de Disco-Difusão em Ágar

Verificou-se que o óleo essencial de capim limão apresentou inibição para o crescimento microbiano das duas bactérias estudadas, com diâmetro médio de halo no valor de 13 ± 1 mm para *Escherichia Coli* e $24,5 \pm 0,5$ mm para *Staphylococcus Aureus*.

Para a avaliação dos halos de inibição provenientes do teste de disco-difusão, de acordo com o National Committee for Clinical Laboratory Standards (CLSI, 2015), temos que os mesmos são considerados: resistentes para diâmetro igual ou menor que 14 mm, intermediário para diâmetro entre 15 e 19 mm e sensível para diâmetro superior a 20 mm.

Com os resultados obtidos, os halos de inibição se mostraram resistentes para a bactéria *Escherichia Coli*, enquanto se apresentou sensível para a bactéria *Staphylococcus Aureus*, indicando que apenas a bactéria

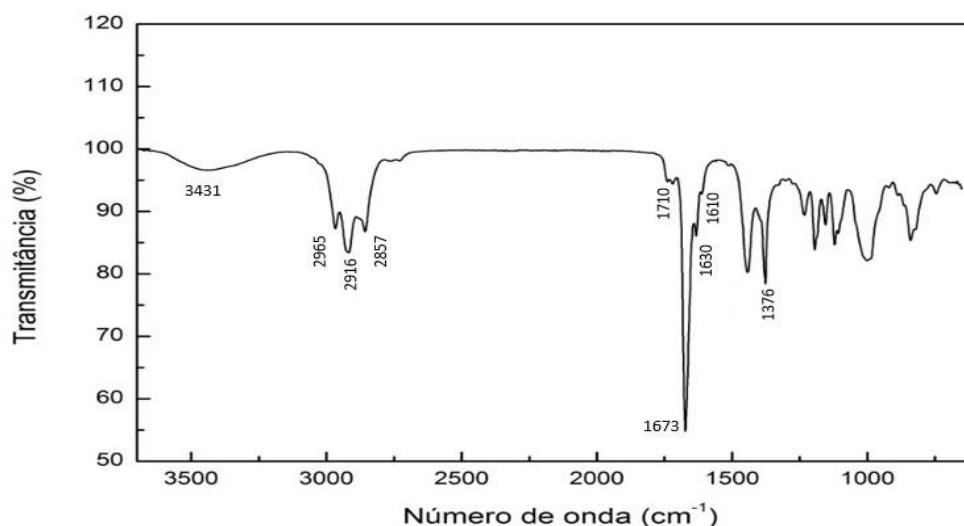
Staphylococcus Aureus apresentou considerável inibição aos componentes majoritários do OECL.

Tais resultados corroboram os estudos onde o Citral atua como agente inibidor frente a *Staphylococcus Aureus*. Extratos de capim limão contendo grande volume de citral foram responsáveis pela inibição de uma série de bactérias, apresentando maior inibição para *Staphylococcus Aureus* dentre os microrganismos avaliados (OLOYEDE, 2009). Em outro estudo, o Citral conseguiu demonstrar eficiência na inibição contra isolados clínicos de *Staphylococcus Aureus* com resistência a medicamentos antibióticos como Meticilina e Vancomicina (GUPTA et al., 2017).

5.1.3 Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

Para se corroborar os resultados obtidos por CG-MS para o OECL, foi realizada a análise de espectroscopia de infravermelho do óleo essencial de capim limão para se identificar as bandas características de seus principais componentes. A Figura 7 a seguir mostra o espectro gerado.

Figura 7 - Espectro de infravermelho para o óleo essencial de capim limão.



O espectro FTIR do OECL, cujos componentes majoritários previamente identificados são geraniol (36,89 %), citral (35,68 %) e cis-verbenol (20,02 %), apresentou: bandas em 3431 e 1376 cm^{-1} associadas à presença do grupo

hidroxila ($-\text{OH}$) do geraniol e cis-verbenol; bandas em 2965, 2916 e 2857 cm^{-1} , associadas aos modos vibracionais de estiramento das ligações $\text{C}(\text{sp}^3)\text{--H}$; bandas em 1710 e 1673 cm^{-1} , associadas à presença da conjugação entre uma insaturação ($\text{C}=\text{C}$) e uma carbonila ($\text{C}=\text{O}$) no citral; e bandas em 1630 e 1610 cm^{-1} , associadas aos modos vibracionais de estiramento das insaturações presentes nas moléculas dos componentes do OECL.

Tais resultados corroboram o espectro do óleo essencial de capim limão identificado por Shahzadi (2017), que identificou as principais bandas que podem ser observadas na Tabela 3.

Tabela 3 - Bandas de absorção característicos do óleo essencial de capim limão.

Óleo essencial de capim limão (<i>Cymbopogon citratus</i>)	
Número de onda (cm^{-1})	Grupo funcional
3476, 1376	$-\text{OH}$
2967, 1445	$-\text{CH}$
2917, 1710	$\text{C}=\text{O}$
1650, 1613, 1153	$-\text{CH}=\text{CH}-$

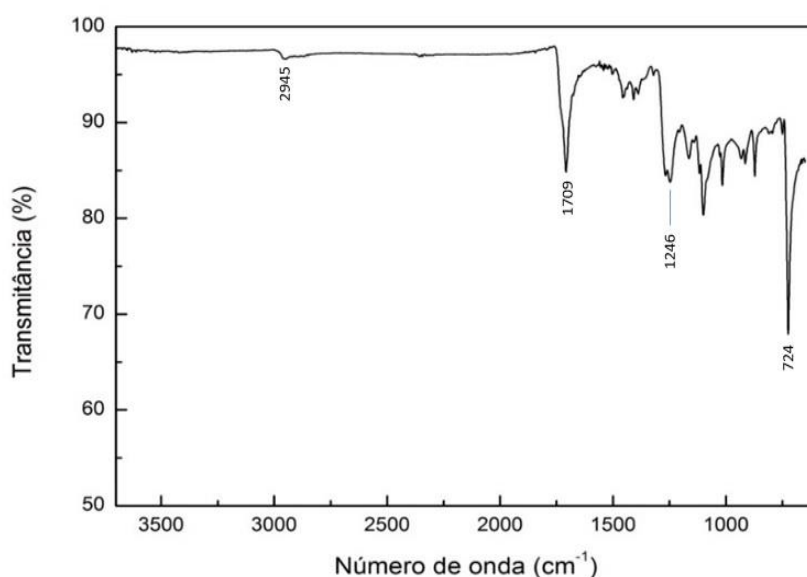
Fonte: Adaptado de Shahzadi, 2017.

Com isso, podemos confirmar a presença de grupos característicos presentes no citral, geraniol, e cis-verbenol, componentes majoritários do óleo essencial de capim limão utilizado na presente pesquisa.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES POLIMÉRICOS

5.2.1 Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

O espectro de infravermelho para o filme de PBAT puro analisado pode ser observado na Figura 8 a seguir.

Figura 8 - Espectro de infravermelho para o filme de PBAT puro.

Em relação ao espectro FTIR do PBAT: a banda em 2945 cm^{-1} está relacionada aos modos vibracionais de estiramento das ligações C(sp³)-H; a banda em 1709 cm^{-1} indica a presença da carbonila do grupo éster; a banda em 1246 cm^{-1} está relacionada ao modo vibracional de estiramento da ligação C-O do grupo éster; e a banda em 724 cm^{-1} indica a presença de quatro grupos metileno (CH₂) ligados consecutivamente.

Tais resultados corroboram o espectro do PBAT puro detectado por Kijchavengkul et al. (2008). Bandas de características similares para o polímero puro também foram observados em outros estudos (NOBREGA et al., 2012; CHEN et al., 2016). A Tabela 4 a seguir mostra as principais bandas e grupos funcionais correspondentes para o PBAT encontradas na literatura.

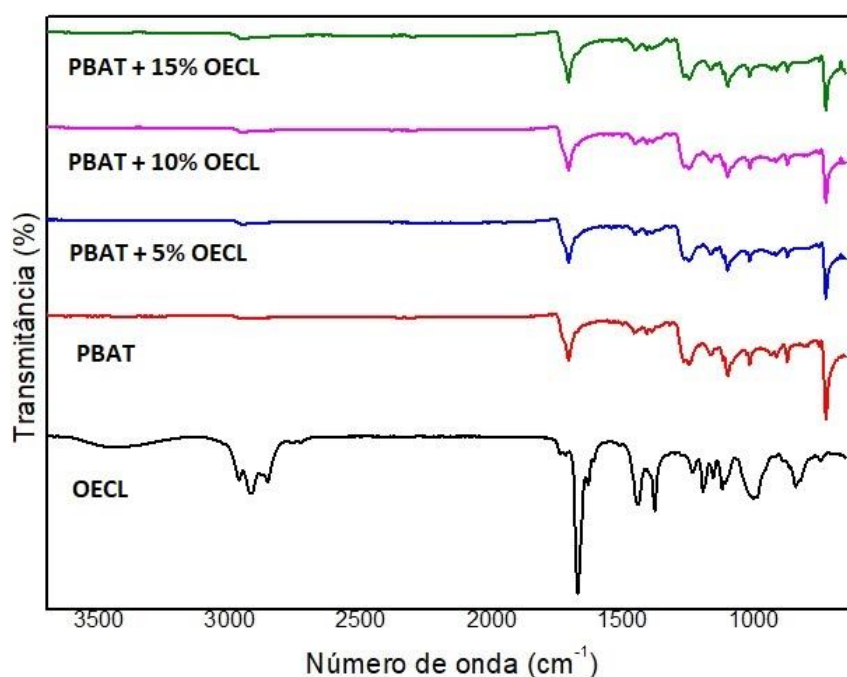
Tabela 4 - Bandas de absorção característicos do PBAT.

PBAT (Poli(Butileno adipato co-tereftalato))	
Número de onda (cm^{-1})	Grupo funcional
3450	-OH
3000	-CH
1715	C=O
1260	C-O
1090 – 800	C ₆ H ₆
720	(-CH ₂ -) ₄

Fonte: Adaptado de Nobrega, et al., 2012.

Os espectros de infravermelho para os filmes de PBAT aditivados com 5%, 10% e 15% de OECL, são mostrados na Figura 9 a seguir, onde os mesmos são comparados com os espectros do polímero puro e do óleo puro.

Figura 9 - Espectro de infravermelho comparativo entre o PBAT puro e os filmes aditivados com 5%, 10% e 15% de OECL.



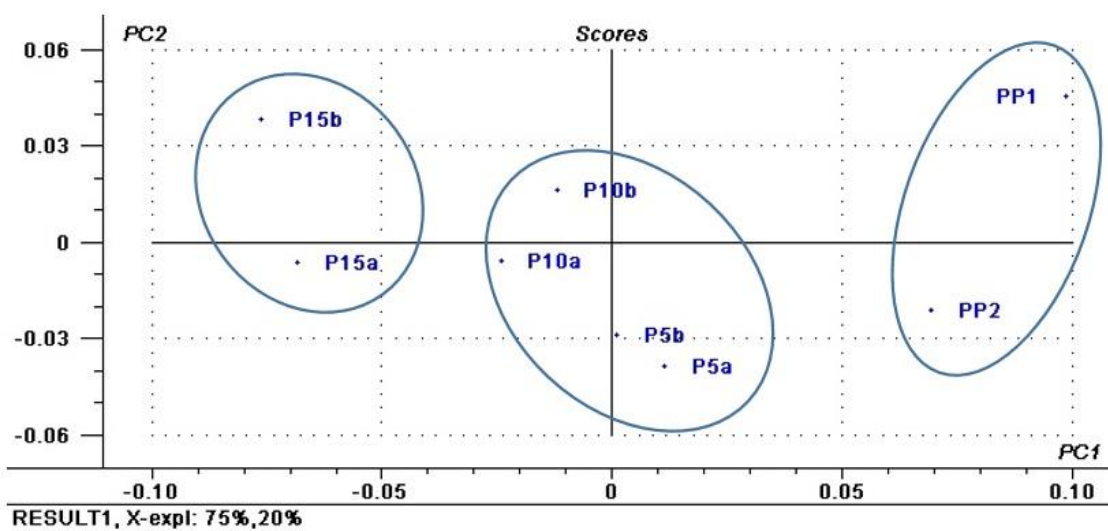
Não foi possível observar mudanças significativas entre as bandas características do filme de PBAT puro com os filmes aditivados com OECL. Tal característica pode ser atribuída a presença de sobreposição de bandas entre o polímero e o óleo, já que ambos compartilham bandas características semelhantes, assim como a baixa concentração de óleo essencial pode ter causado um efeito mascarador em alguns picos.

Para comprovar a incorporação do OECL à matriz polimérica foi feita uma Análise de Componentes Principais (PCA), já que visualmente não se percebem diferenças entre os sistemas poliméricos, mesmo que os teores de OECL sejam distintos.

5.2.2 Análise de Componentes Principais (PCA)

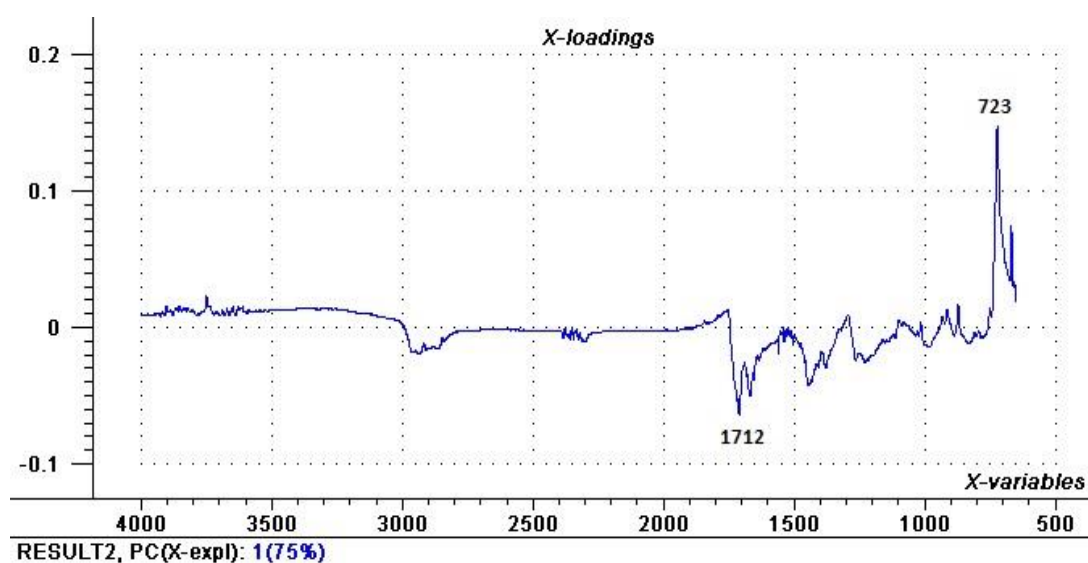
Na Figura 10 temos o gráfico de escores de PC1 versus PC2, obtido a partir dos espectros dos filmes de PBAT puro e filmes aditivados com óleo essencial de capim limão, enquanto que na Figura 11 temos o gráfico de pesos de PC1.

Figura 10 - Gráfico de escores PC1 x PC2 do PBAT puro e filmes contendo OECL.



Obs.: onde PP1 e PP2 são filmes de PBAT puro; P5a e P5b são filmes de PBAT com 5% de OECL; P10a e P10b são filmes de PBAT com 10% de OECL; P15a e P15b são filmes de PBAT com 15% de OECL.

Figura 11 - Gráfico de pesos do PBAT puro e filmes contendo OECL.



Podemos observar na Figura 11 a classificação das amostras em 3 grupos. A variabilidade dos dados explicada por PC1 e por PC2 é, respectivamente, de 75 e 20 %. Dessa maneira, elas juntas explicam 95% dessa variabilidade. A PC1 foi capaz de classificar as amostras (da direita para a esquerda) em ordem crescente de teor de óleo essencial. A partir do gráfico de pesos foi possível distinguir as bandas responsáveis pela formação dos grupamentos pelas absorções observadas em 1712 cm^{-1} (presença da carbonila do grupo éster existente no PBAT e no OECL) e 724 cm^{-1} (dobramento dos grupos metilênicos exclusivos do PBAT), confirmando a incorporação do óleo essencial de capim limão na matriz polimérica.

5.2.3 Ensaio Mecânico de Tração

A Tabela 5 a seguir mostra os resultados do ensaio mecânico nos filmes com ênfase na tensão da força máxima e no módulo de elasticidade do material.

Tabela 5 - Dados do ensaio mecânico dos filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão.

Biofilme	Tensão na força máxima (MPa)	Módulo de Elasticidade (MPa)
PBAT	$10,8 \pm 0,5^a$	53 ± 2^a
PBAT +5% OECL	$8,6 \pm 0,4^b$	37 ± 5^b
PBAT +10% OECL	$9,4 \pm 0,2^c$	46 ± 2^c
PBAT + 15% OECL	$9,5 \pm 0,1^c$	48 ± 1^c

^{a,b,c} mostra que são significativamente diferentes com um $p < 0,05$.

Em relação a propriedade de tensão na força máxima, que indica o quanto um corpo de prova é capaz de suportar uma força aplicada, observamos que com a adição de OECL em todas as concentrações ocasionou uma redução significativa ($p < 0,05$) em relação ao PBAT puro. Porém, a partir de 10% de óleo não houve alterações significativas de tensão na força máxima.

Segundo Cardoso et al. (2017), os valores médios de tensão na força máxima sofrem leve redução devido a incorporação de óleo essencial na matriz polimérica, onde tal diminuição pode ser atribuída a formulação específica do

óleo essencial utilizado, a forma como o mesmo é disperso no polímero assim como a espessura dos filmes podem contribuir para tais variações.

A formação de ligações mais fracas entre o polímero e o óleo essencial na estrutura dos filmes aditivados, quando comparadas as ligações de maior magnitude existente na cadeia polimérica do material puro também podem ocasionar uma diminuição nos valores de tensão na força máxima (SHEN et al., 2014).

O módulo de elasticidade das amostras aditivadas em todas as concentrações de OECL apresentaram redução significativa ($p < 0,05$) em relação ao PBAT puro. As amostras aditivadas com 5% de OECL apresentaram uma maior diminuição no módulo de elasticidade. A partir de 10% de óleo não houve alterações significativas para esta propriedade. Devido às reduções apresentadas em relação ao módulo de elasticidade, observamos que o óleo essencial adicionou um efeito plastificante aos filmes.

A adição de óleo essencial nos filmes e sua relação com o efeito plastificante pode ser ocasionado devido à diminuição das interações entre grupamentos poliméricos durante a movimentação das cadeias no alongamento produzido no ensaio de tração (HOSSEINI et al., 2015).

Óleos essenciais com características antimicrobianas tendem a interagir bem com a matriz polimérica. Tais aditivos migram para as áreas amorfas do polímero, regiões altamente desorganizadas. Com altos teores de óleo, o mesmo passa a interagir também com a estrutura cristalina do material, e assim ocasionando uma diminuição nos valores de suas propriedades (SUNG et al., 2014).

5.2.4 Análise Termogravimétrica (TGA)

A Figura 12 a seguir mostra a curva de TGA dos filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão. É possível observar nas curvas termogravimétricas a perda de massa em função da temperatura, assim como a estabilidade térmica do PBAT com diferentes concentrações de óleo essencial.

Figura 12 - Curva termogravimétrica do filme de PBAT e dos filmes aditivados com OECL.

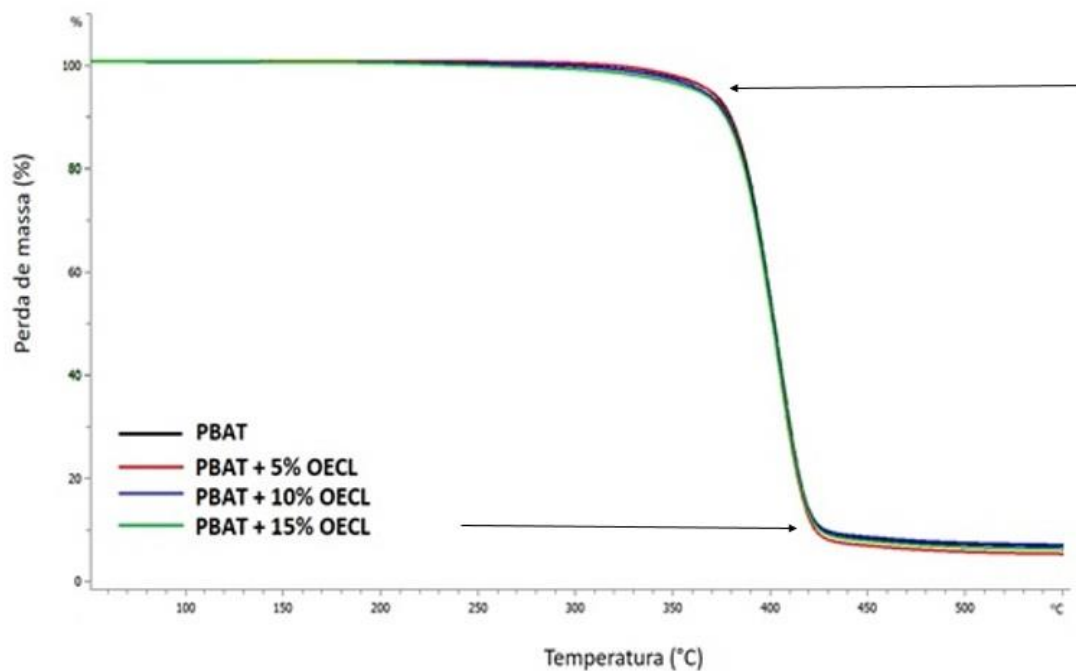
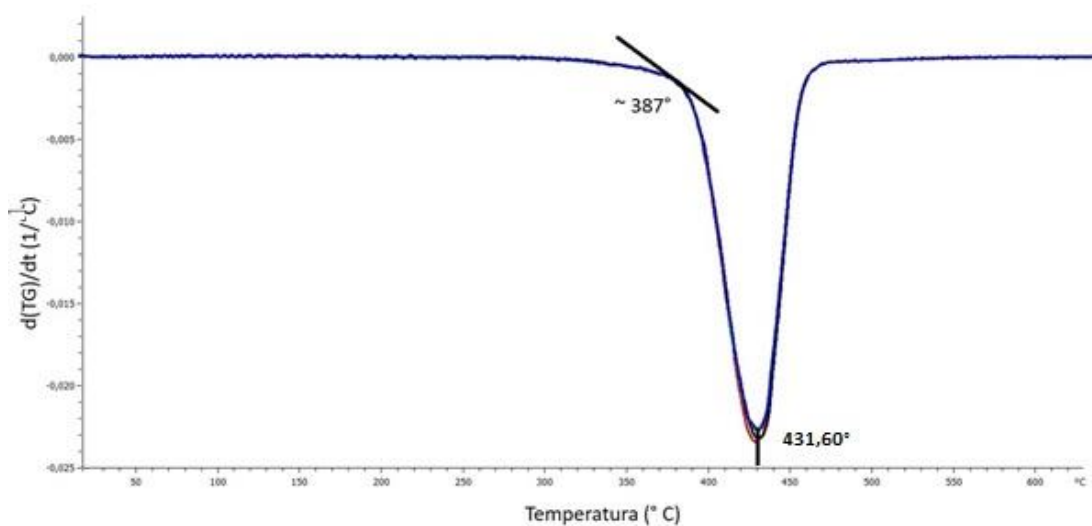


Figura 13 - Gráfico de DTG do filme de PBAT e dos filmes aditivados com OECL.



A partir das curvas de TGA foi possível observar que a adição de óleo essencial ao PBAT não ocasionou mudanças na estabilidade térmica do

polímero. A degradação ocorrendo em uma única etapa para todos os filmes analisados, entre 385 e 435 °C, com aproximadamente 95% de perda de massa em todas as amostras. A partir do gráfico de DTG (figura 18) obtemos a temperatura de degradação inicial (T_0) de aproximadamente 387° C e temperatura de degradação máxima de 431,60° C.

Os dados corroboram os encontrados para o PBAT puro na literatura, onde Ibrahim et al. (2011) relata que o polímero apresenta estágio de degradação inicial entre 340 a 400 °C, faixa onde ocorre a decomposição do copoliéster alifático ácido adípico e 1,4-butanodiol.

Estudos de Marques et al. (2015) e Zehetmeyer et al. (2016) reiteram a temperatura aproximada de estabilidade do polímero na faixa previamente citada, mostrando assim que a adição de OECL não modificou a estabilidade térmica do material.

5.2.5 Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC)

A Figura 14 a seguir mostra as curvas de DSC para os filmes de PBAT puro e aditivados com OECL, enquanto que a Tabela 6 apresenta os dados relativos a temperatura de cristalinidade (T_c), temperatura de fusão (T_f), grau de cristalinidade (X_c) e entalpia de fusão (ΔH_f), obtidos através de informações existentes nas curvas, utilizando-se a entalpia teórica do polímero 100 % cristalino, 114 J.g⁻¹ (HERRERA, 2002).

Figura 14 - Curvas de DSD dos filmes de PBAT puro e aditivados com óleo essencial de capim limão.

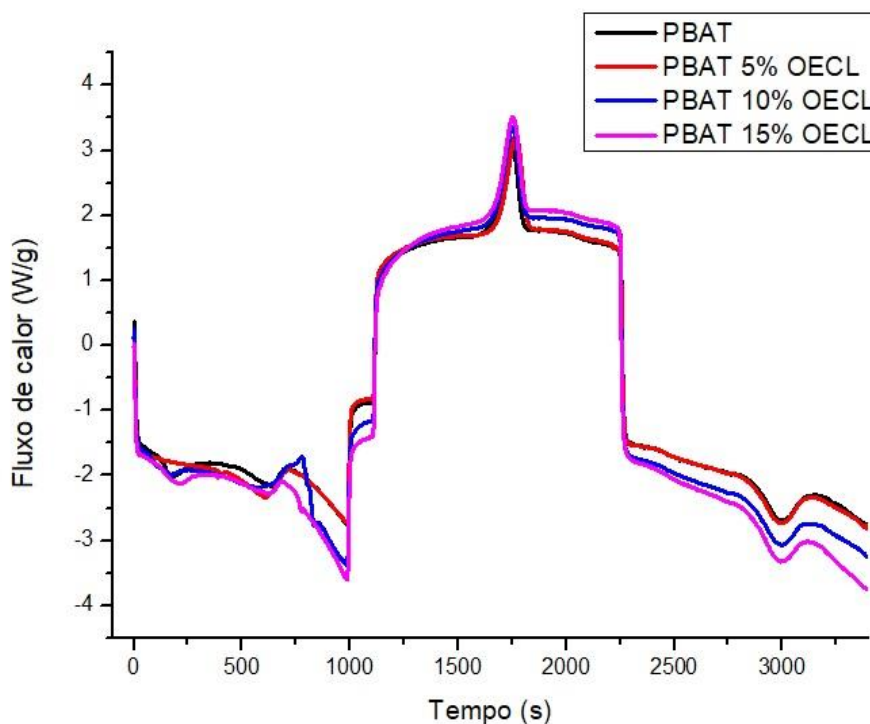


Tabela 6 - Parâmetros de DSC dos filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão.

Biofilme	T _c (°C)	T _f (°C)	ΔH _f (J/g)	X _c (%)
PBAT	84,0	123,3	11,8	14,8
PBAT +5% OECL	80,7	123,2	12,3	15,2
PBAT +10% OECL	83,0	122,4	11,5	15,0
PBAT + 15% OECL	82,9	123,4	11,5	15,5

T_c (°C) – Temperatura de cristalização; T_f (°C) – Temperatura de fusão;
ΔH_f (J/g) – Entalpia de fusão; X_c (%) – Grau de cristalinidade.

As temperaturas de cristalização (T_c) das amostras aditivadas apresentaram uma leve redução em comparação ao PBAT puro, com maior redução de 84,0° C para 80,7° C para o filme aditivado com 5% de óleo essencial. Para esse mesmo percentual de OECL, a temperatura de fusão (T_f) e entalpia de fusão (ΔH_f) não apresentaram alterações significativas com a adição de óleo a matriz polimérica, assim como o percentual de cristalinidade (X_c) apresentou variação não significativa, com um leve aumento de 14,8% do PBAT puro para 15,2%.

Os filmes de PBAT com percentuais de 10 e 15 % de OECL não apresentaram variações significativas nos valores observados para as temperaturas de cristalização e fusão, entalpia de fusão e percentual de cristalinidade, com o filme aditivado com 15% apresentando um leve aumento não significativo no percentual de cristalinidade de 14,8% do PBAT puro para 15,5%.

As temperaturas de fusão e taxa de cristalização para o polímero encontram-se de acordo com a literatura para o PBAT (AL-ITRY et al., 2014; COSTA et al., 2017). Contudo, as temperaturas de cristalização se apresentaram em média 10 °C acima dos valores médios encontrados por Costa et al. (2017) e 10 °C abaixo dos valores da T_c encontrados por Palsikowski (2015) para o polímero puro, mostrando que a temperatura de cristalização do polímero pode variar possivelmente devido a fatores relacionados ao processo de polimerização.

5.2.6 Permeabilidade ao Vapor de Água (PVA)

Os resultados referentes à análise de permeabilidade ao vapor de água (PVA) dos filmes de PBAT puro e aditivados com óleo essencial de capim limão são mostrados a seguir na Tabela 7.

Tabela 7 - Parâmetros de PVA dos filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de capim limão.

Biofilme	PVA (g.h ⁻¹ .m ⁻¹ . Pa ⁻¹).10 ⁷
PBAT	3,9 ± 1,9 ^a
PBAT +5% OECL	4,1 ± 2,0 ^a
PBAT +10% OECL	6,6 ± 2,0 ^b
PBAT + 15% OECL	6,7 ± 1,9 ^b

Com a adição de 5% de OECL observamos que não houve aumento significativo no valor do PVA encontrado em comparação com o PBAT puro. Entretanto, nos filmes com teor de 10% e 15% de óleo essencial, se observa um aumento significativo da permeabilidade dos mesmos.

A adição de concentrações elevadas de óleo essencial pode causar um efeito negativo na integridade estrutural dos filmes através das interações dos componentes hidrofóbicos do óleo com a matriz polimérica podem aumentar a difusão de moléculas de água através do filme devido ao surgimento de fissuras ou poros, assim contribuindo para o aumento da permeabilidade (CARDOSO et al., 2017).

Outra possível explicação pode ser devido ao OECL não se ligar diretamente a matriz polimérica, mas se fixar nos espaços intermoleculares, ou seja, entre cadeias adjacentes. Como não existe uma interação direta entre o PBAT e o óleo, essas regiões podem não ser completamente preenchidas, ocasionando o aumento da permeabilidade (COOKSEY, 2005).

Segundo Resianingrum (2016) estudos realizados com a adição de baixas concentrações de OECL em filmes comestíveis de amido de mandioca não alterou suas propriedades de barreira, onde é sugerido que a adição de óleo essencial de capim limão em pequenas quantidades não causou alteração significativa nas propriedades hidrofóbicas dos filmes de amido de mandioca. Já de acordo com Brandelero, Almeida, Alfado (2015) estudos de formulação de blendas de amido/álcool polivinílico/alginato com a adição de 0,5% e 1% de OECL ocasionou um aumento na permeabilidade ao vapor de água, indicando que esse efeito é atribuído ao fato de que a PVA é controlada por dois processos diferentes, um sendo a afinidade química entre a água e a matriz polimérica, assim como processos estruturais ligados a fenômenos de difusão.

5.2.7 Análise da Atividade Antimicrobiana

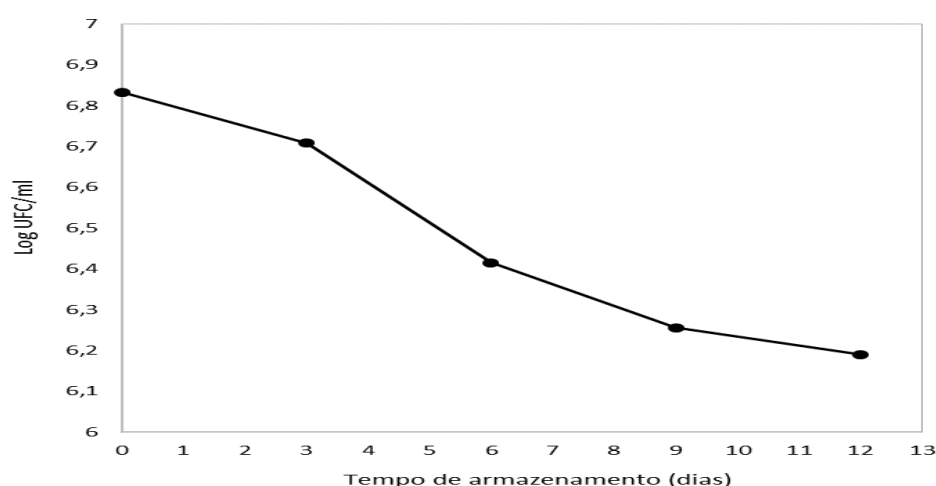
Para o ensaio de atividade antimicrobiana do queijo muçarela embalado com os filmes, foi escolhido o percentual de 15% do OECL, devido as seguintes razões:

- i) O filme aditivado com 15% OECL foi o que apresentou as propriedades mecânicas mais próximas as do PBAT puro, referentes aos ensaios de tensão e módulo de elasticidade.

- ii) As propriedades térmicas dos filmes aditivados não apresentaram mudanças significativas nas três formulações do OECL estudadas.
- iii) Os componentes majoritários do OECL foram identificados em pequenos percentuais.

O teste de atividade antimicrobiana *in situ* realizado em amostra comercial de queijo muçarela indicou que houve inibição do crescimento microbiano de *Staphylococcus Aureus* para o filme de PBAT aditivado com 15% de óleo essencial de capim limão, conforme mostra a Figura 15.

Figura 15 - Atividade antimicrobiana do filme de PBAT aditivado com 15% de óleo essencial de capim limão.



Ao primeiro contato do filme com o alimento, houve uma imediata diminuição do número de células viáveis de 8,17 Log UFC/ml, para 6,83 Log UFC/ml, como pode ser visto no gráfico acima. Ao decorrer do teste foi observada diminuição no número de células viáveis, chegando ao menor valor de 6,19 UFC/ml, no 12 dia de análise.

Tais resultados estão de acordo com o comportamento do geraniol e do citral como agentes inibidores de crescimento da bactéria *Staphylococcus Aureus* na literatura (OLOYEDE, 2009; GATEVA, et al., 2019; LONG et al., 2019), mostrando que os filmes aditivados com OECL possuem promissora atividade antimicrobiana para aplicação em embalagens para alimentos.

6 CONCLUSÃO

O óleo essencial de capim limão apresentou como componentes majoritários o geraniol (36,89%), citral (35,68%) e cis-verbenol (20,02%). O geraniol e o citral estão presentes em diversos estudos na literatura que demonstram suas propriedades antimicrobianas.

Os espectros de infravermelho do óleo essencial de capim limão e do PBAT puro apresentaram picos característicos similares aos encontrados na literatura. A análise de componentes principais (PCA) confirmou a incorporação do óleo essencial na matriz polimérica através da formação de grupamentos distintos para os filmes estudados.

As propriedades mecânicas dos filmes aditivados sofreram redução com o aumento da concentração de óleo essencial. O filme com 15% de OECL apresentou propriedades mais próximas a do PBAT puro.

As propriedades térmicas dos filmes se mantiveram próximas das relativas ao polímero puro, confirmando que a adição de óleo essencial não interferiu significativamente nas temperaturas de cristalização (T_c), grau de cristalização (X_c), temperatura de fusão (T_f) e entalpia de fusão (ΔH_f) dos filmes aditivados, assim como não houve alteração nas respectivas faixas de degradação térmica do material.

O filme aditivado com 15% de OECL apresentou inibição frente a bactéria *Staphylococcus Aureus* em contato com o queijo muçarela, garantindo ao filme promissor uso como embalagem ativa antimicrobiana em embalagens de alimentos perecíveis.

Em comparação a outros polímeros, o PBAT é conhecido por possuir baixa propriedade de barreira a gases. Contudo, o mesmo se apresentou capaz de manter sua propriedade natural de barreira a gases com a adição de 5% de OECL. Para valores superiores de óleo essencial adicionado, houve aumento considerável da permeabilidade ao vapor de água dos filmes.

7 PERSPECTIVAS

Como sugestões para futuros trabalhos estão: i) a formulação e avaliação das propriedades de filmes de PBAT com teor de óleo abaixo de 5%; ii) estudar o processamento de filmes de PBAT aditivados com OECL por extrusão; iii) a utilização de blendas de PBAT com outro polímero visando melhorar suas propriedades de barreira; iv) estudar as propriedades de filmes de PBAT formulados com os componentes majoritários puros (citral e geraniol); v) realizar uma análise complementar de cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massas para o óleo essencial e componentes majoritários isolados utilizando o fator de retenção (R.I.) para uma caracterização mais precisa.

REFERÊNCIAS

- AGRIOPOULOU, S. Active Packaging for Food Applications. **EC Nutrition**, v. 6, n. 2, p. 86–87, 2016.
- AJAYI, E.O.; SADIMENKO, A.P.; AFOLAYAN, A.J. GC-MS evaluation of *Cymbopogon citratus* (DC) Stapf oil obtained using modified hydrodistillation and microwave extraction methods. **Food Chemistry**, n. 209, p. 262-266, 2016.
- AL – ITRY, R.; LAMNAWAR, K.; MAAZOUZ, A. Reactive extrusion of PLA, PBAT with a multi-functional epoxide: Physico-chemical and rheological properties. **European Polymer Journal**, vol. 58, p. 90 - 102, 2014.
- ALAM, M. F., VARSHNEY, S., KHAN, M. A., LASKAR, A. A., & YOUNUS, H. In vitro DNA binding studies of therapeutic and prophylactic drug citral. **International Journal of Biological Macromolecules**, vol.113, p. 300–308, 2018.
- AMASS, W. A.; TIGHE, B. A review of biodegradable polymers: uses, current developments in the synthesis and characterization of biodegradable polyesters, blends of biodegradable polymers and recent advances in biodegradation studies. **Polym Int**, vol. 47(2), p. 89–144, 1998.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM D883-00. **Standard Terminology Relating to Plastics**, New York, 2000.
- ANDRADE, M. F. **Desenvolvimento de Embalagem Ativa Biodegradável de Poli (butileno adipato co-tereftalato) (PBAT) aditivada com óleo essencial de Laranja**. Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós Graduação em Ciência de Materiais da Universidade Federal de Pernambuco - PGMTR/UFPE, 2018.
- ASBAHANI, A. E.; MILADI, K; BADRI, W.; SALA, M.; ADDI, E. H. A.; CASABIANCA, H.; MOUSADIK, A. E.; HARTMANN, D.; JILALE, A.; RENAUD, F. N. R.; ELAISSARI, A. Essential oils: From extraction to encapsulation, **Int. J. Pharm.**, vol. 483, p. 220-243, 2015.
- ASTM INTERNATIONAL. ASTM D882: Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting. **ASTM Standards**, p. 12, 2012.
- ASTM INTERNATIONAL. ASTM E96-95: Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials. **ASTM Standards**, p. 1–13, 2014.
- BACANLI, M., BAŞARAN, A.A., BAŞARAN, N. The antioxidant, cytotoxic, and antigenotoxic effects of galangin, puerarin, and ursolic acid in mammalian cells. **Drug and Chemical Toxicology**, vol. 40, p. 256–262, 2017.

BASF, A. G. Ficha de informação de segurança de produto químico ecoflex® fbx 7011. **Basf**, 2011.

BASTIOLI, C. **Handbook of Biodegradable Polymers**, (2011).

BATTISTI, M. V.; CAMPANA-FILHO, S. P. Obtenção e caracterização de α -quitina e quitosanas de cascas de *Macrobrachium rosenbergii*. **Química Nova**, v. 31, n. 8, p. 2014–2019, 2008.

BEEBE, K. R.; PELL, R. J.; SEASHOLTZ, M. B. **Chemometrics: a practical guide**. Wiley: New York, 1998.

BILCK, A.P.; GROSSMANN, M.V.E.; YAMASHITA, F. Biodegradable mulch films for strawberry production. **Polym Test**, vol. 29, p. 471-476, 2010.

BOZIN, B., MIMICA-DUKIC, N., SAMOJLIK, I., JOVIN, E. Antimicrobial and antioxidant properties of rosemary and sage (*Rosmarinus officinalis* L. and *Salvia officinalis* L., lamiaceae) essential oils. **J Agric Food Chem**, v. 55, p. 7879-7885, 2007.

BRAGA, L. R.; PERES, L. Novas Tendências Em Embalagens Para Alimentos : Revisão. **B. CEPPA**, v. 28, n. 1, p. 69–84, 2010.

BRANDELERO, R. P. H.; ALMEIDA, F. M. DE; ALFARO, A. Microestrutura e propriedades de filmes de amido-álcool polivinílico-alginato adicionados de óleos essenciais de copaíba e capim limão. **Quím. Nova**, v. 38, n. 7, p. 910-916, 2015.

BRENES, A. AND E. ROURA. Essential oils in poultry nutrition: Main effects and modes of action. **Anim. Feed Sci. Technol**, v.158(1), p. 1-14, 2010.

BROCKGREITENS, J., ABBAS, A., 2016. Responsive food packaging: Recent progress and technological prospects. *Compr. Rev. Food Sci.* **Food Saf.** 15 (1), 3–15.

BURT, S. Essential oils: Their antibacterial properties and potential applications in foods – A review. **International Journal of Food Microbiology**, vol. 94, p. 223–253, 2004.

CARDOSO, L. G.; SANTOS, J. C. P.; CAMILLOTO, G. P.; MIRANDA, A. L.; DRUZIAN, J. I.; GUIMARÃES, A. G. Development of active films poly (butylene adipate-co-terephthalate) – PBAT incorporated with oregano essential oil and application in fish fillet preservation. **Industrial Crops and Products**, vol. 108, p. 388 – 397, 2017.

CASARIN, S. A. et al. Blendas PHB / Copoliésteres Biodegradáveis – Biodegradação em Solo TÉCNICO. **Polímeros**, v. 23, n. 1, p. 115–122, 2013.

CHEN, E.; HU, X.; GHEN, E.; WU, S.; MCCLEMENTS, S. L.; LI, B.; LI, Y. Preparation, characterization, and properties of chitosan films with Cinnamaldehyde nanoemulsions. **Food Hydrocolloids**, vol. 61, p. 662 – 671, 2016.

CHEN, H.; Li L.; YICHAO, M. A.; MCDONALD, T. P.; WANG, Y. Development of Active Packaging Film Containing Bioactive Components Encapsulated in Image 1-Cyclodextrin and Its Application, **Food Hydrocolloids** (2018), doi: 10.1016/j.foodhyd.2018.12.043.

CLSI. M02-A12 Performance Standards for Antimicrobial Disk Susceptibility Tests. **Clinical and Laboratory Standards Institute**, 2015.

COOKSEY, K. Effectiveness of antimicrobial food packaging materials. **Food Addit. Contam**, vol. 22, p. 980–987, 2005.

COSTA, A. R. M.; ALMEIDA, T. G.; SILVA, S. M. L.; CARVALHO, L. H.; PBAT/organoclay composite films: preparation and properties. **Polymer Bulletin**, vol. 06, p. 1 – 14, 2017.

DAMBRÓS, P.; CAPPELARI, K. P., POFFO, C.; WISBECK, E. Avaliação da biodegradação de polímeros por *Pleurotus djamor*. **Revista Brasileira de Ciências Ambientais**, n. 31, p. 21 - 29, 2014.

DANNENBERG, G. da S.; FUNCK, G. D.; CRUXEN, C. E. dos S.; MARQUES, J. de L.; SILVA, W. P. da; FIORENTINI, Â. M. Essential oil from pink pepper as an antimicrobial component in cellulose acetate film: Potential for application as active packaging for sliced cheese. **LWT - Food Science and Technology**, v. 81, p. 314–318, 2017.

DE SOUZA, A. M.; POPPI, R. J. Experimento didático de quimiometria para análise exploratória de óleos vegetais comestíveis por espectroscopia no infravermelho médio e análise de componentes principais: um tutorial, parte i. **Quím. Nova**, vol. 35, no. 1, p. 223-229, 2012.

DEBIAGI, F.; KOBVAHI, R. K. T.; NAKAZATO, G.; PANAGIO, L. A.; MALI, S. Biodegradable active packaging based on cassava bagasse, polyvinyl alcohol and essential oils. **Industrial Crops and Products**, vol. 52, p. 664 – 670, 2014.

DENG, Y.; YU, C.; WONGWIWATTANA, P.; THOMAS, N. L. Optimising Ductility of Poly(Lactic Acid)/Poly(Butylene Adipate-co-Terephthalate) Blends Through Co-continuous Phase Morphology. **Journal of Polymers and the Environment**, vol. 26(9), p. 3802–3816, 2018.

EMMANUEL, E., JENNIFER, M., TAMEKA, M., ISIAKA, M., WILLIAM, N., OLUSEGUN, E. Essential oil constituents, anticancer and antimicrobial activity of *Ficus mucoso* and *Casuarina equisetifolia* leaves. **Am. J. Essent. Oils Nat. Prod.**, v. 4, p. 01-06, 2016.

FARIA, F. P.; PACHECO, E. B. A. V. A reciclagem de plástico a partir de conceitos de Produção Mais Limpa. **A reciclagem**, v. 6, n. 3, p. 93–107, 2011.

FECHINE, G. J. M. Polímeros Biodegradáveis: tipos, mecanismo, normas e mercado mundial. **Ed. Mackenzie**, 2013.

FRÁGUAS, R. M.; SIMÃO, A. A.; FARIA, P. V.; QUEIROZ, E. de R.; OLIVEIRA JUNIOR, Ê. N. de; ABREU, C. M. P. de. Preparo e caracterização de filmes comestíveis de quitosana. **Polímeros**, v. 25, n. spe, p. 48–53, 2015.

FRANCHETTI, S. M. M.; MARCONATO, J. C. Polímeros Biodegradáveis - Uma solução parcial para diminuir a quantidade de resíduos plásticos. **Química Nova**, v. 29, n. 4, p. 811–816, 2006.

FREIRE, P. **Educação como prática da liberdade**. Rio de Janeiro: Paz e Terra, p. 84, 1979.

FUKUSHIMA, K.; WE, M-H.; RASYIDA, A.; YANG, M. C. PBAT based nanocomposites for medical and industrial applications. *Materials Science and Engineering*, **vol. 32, p. 1331 – 1351, 2012.**

GALIANO, F.; BRICEÑO, K.; MARINO, T.; MOLINO, A.; CHRISTENSEN K. V.; FIGOLI, A. Advances in biopolymer-based membrane preparation and applications. **Journal of Membrane Science**, vol. 564, p. 562-586, 2018.

GATEVA, S., JOVTCHEV, G., STANKOV, A., GEORGIEVA, A., DOBREVA, A., & MILEVA, M. The potential of geraniol to reduce cytotoxic and genotoxic effects of MNNG in plant and human lymphocyte test-systems. **South African Journal of Botany**, vol. 123, p. 170–179, 2019.

GIAQUINTO, C. D. M.; SOUZA, G. K. M. de; CAETANO, V. F.; VINHAS, G. M. Evaluation of the mechanical and thermal properties of PHB/canola oil films. **Polímeros**, vol. 27(3), 201-207, 2017.

GUERRA-ROSAS, M. I., MORALES-CASTRO, J., CUBERO-MÁRQUEZ, M. A., SALVIA-TRUJILLO, L., & MARTÍN-BELLOSO, O. Antimicrobial activity of nanoemulsions containing essential oils and high methoxyl pectin during long-term storage. **Food Control**, n. 77, p.131-138, 2017.

GUPTA, P.; PATELA, D. K.; GUPTA, V. K.; PALA, A.; TANDON, S.; DAROKAR, M.P. Citral, a monoterpenoid aldehyde interacts synergistically with norfloxacin against methicillin resistant *Staphylococcus aureus*. **Phytomedicine**, n. 34, p. 85-96, 2017.

GUPTA, S., CHAUDHURI, T., SETH, P., GANGULY, D.K., GIRI, A.K. Antimutagenic effects of black tea (World Blend) and its two active polyphenols theaflavins and thearubigins in Salmonella assays. **Phytotherapy Research**, vol. 16, p. 555–561, 2002.

HARADA, J. **Linha de Plásticos Biodegradáveis, Compostáveis e de Fontes Renováveis**, Normas. Disponível em: <http://moodle.stoa.usp.br/file.php/1066/2011/palestra_Julio_Harada_Biopolimeros.pdf>. Acesso em: 14 maio de 2018.

HEON – JOO, J.; KI-MOON, P.; JA, H. N.; SEA, C. M.; KI, H. P.; PAHN – SHICK, C.; JAEJOON, H. Development of anti-insect food packaging film containing a polyvinyl alcohol and cinnamon oil emulsion at a pilot plant scale. **Journal of Stored Products Research**, n. 6, p. 114 - 118, 2015.

HERNÁNDEZ-LÓPEZ, M.; CORREA-PACHECO, Z. N.; BAUTISTA-BAÑOS, S.; ZAVALA-AVEJAR, L.; BENÍTEZ-JIMÉNEZ, J. J.; SABINO-GUTIÉRREZ, M. A.; ORTEGA-GUDIÑO, P. Bio-based Composite Fibers from Pine Essential Oil and PLA/PBAT Polymer Blend. Morphological, Physicochemical, Thermal and Mechanical Characterization. **Materials Chemistry and Physics**, 2019, doi:10.1016/j.matchemphys.2019.01.034.

HERRERA, R.; FRANCO, L.; RODRIGUEZ-GALAN, A.; PUIGGALI, J. Characterization and degradation behaviour of poly(butylene adipate-co-terephthalate)s. **J Polym Sci Part A**, vol. 40(23), p. 4141–4157, 2002.

HERRERA, R.; FRANCO, L.; RODRIGUEZ-GALAN, A.; PUIGGALI, J. Characterization and degradation behavior of poly(butylene adipate-co-terephthalate). **Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry**. v. 40, 2002.

HOSSEINI, S. F. et al. Bio-based composite edible films containing *Origanum vulgare* L. essential oil. **Industrial Crops and Products**, v. 67, p. 403–413, 2015.

IBRAHIM, N.; RAHIM, N.; WAN YUNUS, W.; SHARIF, J. A study of poly vinyl chloride / poly (butylene adipate-co-terephthalate) blends. **J. Polym. Res.** vol. 18, n. 5, 2011.

JAGADEESH, D. et al. Preparation and Properties of Propylene Glycol Plasticized Wheat Protein Isolate Novel Green Films. **J Polym Environ**, v. 21, p. 930–936, 2013.

JAVADI, A.; KRAMSCHUSTER, A. J.; PILLA, S.; LEE, J.; GONG, S.; TURNG, L. Processing and Characterization of Microcellular PHBV/PBAT Blends. **Polym. Eng. Sci.**, vol. 50, p. 1440–1448, 2010.

KHANEHGAH, A. M.; HASHEMI, S. M. B.; LIMBO, S. Antimicrobial agents and packaging systems in antimicrobial active food packaging: An overview of approaches and interactions. **Food and Bioprocess Technology**, v. 11, p. 1–19, set. 2018.

KIJCHAVENGKUL, T.; R. AURAS; RUBINO, M. Measuring gel content of aromatic polyesters using FTIR spectrophotometry and DSC. **Polymer Testing**, v. 27, p. 55–60, 2008.

LEE, K.W., H. EVERTS, AND A.C. BEYNEN. Essential oils in broiler nutrition. **International J. Poult. Sci**, v. 3(12), p. 738-752, 2004.

LIMBO, S., MOUSAVI KHANEGHAH, A., 2015. Active packaging offoods and its combination with electron beam processing. In: Pillai, Shayanfar (Eds.), *Electron Beam Pasteurization and Complementary Food Processing Technologies*. **Woodhead Publishing**, Print Book. ISBN: 9781782421009.

LIN, S.; GUO, W.; CHEN, C.; MA, J.; WANG, B. Mechanical properties and morphology of biodegradable poly(lactic acid)/poly(butylene adipate-co-terephthalate) blends compatibilized by transesterification. **Mater Des**, vol. 36, p. 604–608, 2012.

LIU, D., HU, Z., LIU, Z., YANG, B., TU, W., LI, L. Chemical composition and antimicrobial activity of essential oil isolated from the cultured mycelia of ganoderma japonicum. **J Nanjing Med Univ**, v. 23, p. 168-172, 2009.

MALLARDO, S. et al. Poly (butylene succinate)-based composites containing β -cyclodextrin/d-limonene inclusion complex. **European Polymer Journal**, vol. 79, p. 82 – 96, 2016.

MARKARIAN, J. Biopolymers present new market opportunities for additives in packaging. **Plastics, Additives and Compounding**, vol. 10, p. 22-25, 2008.

MARQUES, M. V.; LUNZ, J.; AGUIAR, V.; GRAFOVA, I.; KEMELL, M.; VISENTIN, F.; SARTORI, A.; GRAFOV, A.; Thermal and Mechanical Properties of Sustainable Composites Reinforced with Natural Fibers. **J. Polym. Environ**, vol. 23, n. 2, p. 251 – 258, 2015.

MATASYOH, J. C.; WAGARA, I. N.; NAKAVUMA, J. L.; & KIBURAL, A. M. Chemical composition of Cymbopogon citratus essential oil and its effect on mycotoxigenic Aspergillus species. **African Journal of Food Science**, vol. 5(3), p. 138–142, 2011.

MEZZOUG, N., ELHADRI, A., DALLOUH, A., AMKISS, S., SKALI, N.S., ABRINI, J., ZHIRI, A., BAUDOUX, D., DIALLO, B., JAZIRI, E.M., IDAOMAR, M. Investigation of the mutagenic and antimutagenic effects of Origanum compactum essential oil and some of its constituents. **Mutation Research - Genetic Toxicology and Environmental**, vol. 629, p. 100–110, 2007.

MOHAMED HANAA, A.R.; SALLAM, Y.I.; EL-LEITHY, A.S.; SAFAA E. ALY. Lemongrass (Cymbopogon citratus) essential oil as affected by drying methods. **Annals of Agricultural Science**, n. 52, p. 113-116, 2012.

MORAES, A. R. F.; VIDIGALI, M. C. T. R.; SOARES, N. F. F.; MORAES, L. P.; MELO, N. R.; GONÇALVES, M. P. J. Desenvolvimento e avaliação de filme antimicrobiano aromatizado para aplicação em massa de pastel. **Ciência Rural**, vol. 41, p. 537 - 543, 2011.

MÜLLER, R.J.; KLEEBERG, I.; DECKWER, W.D. Biodegradation of polyesters containing aromatic constituents. **J Biotechnol**, vol. 86, p. 87-95, 2001.

MUROI, F.; TACHIBANA, Y.; KABAYASHI, Y.; SAKURAI, T.; KASUKA, K. Influences of poly (butylene adipate-co-terephthalate) on soil microbiota and plant growth. **Polymer Degradation and Stability**, vol. 129, p. 338 – 346, 2016.

MUTHURAJ, R.; MISRA, M.; MOHANTY, A. M. Biodegradable Poly(butylene succinate) and Poly(butylene adipate-co-terephthalate) Blends: Reactive Extrusion and Performance Evaluation. **J Polym Environ**, vol. 22, p. 336–349, 2014.

MYASOEDOVA, V. V. Agro-polymers and biopolyesters. **Russian Journal of General Chemistry**, vol. 87, no. 6, p. 1357–1363, 2017.

NOBREGA, M. M.; OLIVATO, J. B.; MÜLLER, C. M. O.; YAMASHITA, F. Biodegradable starch-based films containing saturated fatty acids: thermal, infrared and raman spectroscopic characterization. **Polímeros**, vol. 22, n. 5, 2012.

OLOYEDE, O. I. Chemical profile and antimicrobial activity of Cymbopon citratus leaves. **Journal of Natural Products**, vol. 2, p. 98–103, 2009.

PACHEKOSKI, W. M.; DALMOLIN, C.; AGNELLI, J. A. M. Blendas Poliméricas Biodegradáveis de PHB e PLA para Fabricação de Filmes. **Polímeros**, vol. 24, n. 4, p. 501 - 507, 2014.

PALSIKOWSKI, P. A. **Estudo do comportamento da biodegradação em solo de blendas compatibilizadas de PLA/PBAT e seus efeitos genotóxicos e mutagênicos**. Dissertação de Mestrado apresentada a Faculdade de Engenharia Química da Universidade Estadual de Campinas, 2015.

SHELDON, R. A. Green and sustainable manufacture of chemicals from biomass: state of the art, **Green Chem**, vol. 16, p. 950–963, 2014.

BABU, R. P.; O'CONNOR, K.; SEERAM, R. Current progress on bio-based polymers and their future trends, **Prog. Biomater**, vol. 2, p. 8, 2013.

REDDY M.M.; VIVEKANANDHAN S.; MISRA M.; BHATIA S.K.; MOHANTY A.K. Biobased plastics and bionanocomposites: current status and future opportunities. **Prog Polym Sci**, vol. 38, p. 1653-89, 2013.

REDDY, M. M.; MISRA, M.; MOHANTY, A. K. Biodegradable Blends from Corn Gluten Meal and Poly(butylene adipate-co-terephthalate) (PBAT): Studies on the Influence of Plasticization and Destructurization on Rheology, Tensile Properties and Interfacial Interactions. **J Polym Environ**, vol. 22, p. 167–175, 2014.

RESIANINGRUM, R. Characterization of cassava starch-based edible film enriched with lemongrass oil (*Cymbopogon citratus*). **Nusantara Bioscience**, vol. 8, p. 278-282, 2016.

RESIANINGRUM, R.; ATMAKA, W.; KHASANAH, L. U.; KAWIJI; UTAMI, R.; PRASEPTIANGGA, D. Characterization of cassava starch-based edible film enriched with lemongrass oil (*cymbopogon citratus*). **Nusantara Bioscience**, vol.8, n. 2, p. 278-282, 2016.

RHIM, J. W.; PARK, H. M.; HA, C. S. Bio-nanocomposites for food packaging applications. **Progress in Polymer Science**, vol. 38, p. 1629 – 1652, 2013.

RIQUELME, N.; HERRERA, M. L.; MATIACEVICH, S. Active films based on alginate containing lemongrass essential oil encapsulated: Effect of process and storage conditions. **Food and Bioproducts Processing**, vol. 104, p. 94-103, 2017.

ROCHMAN C.M.; BROWNE M.A.; HALPERN B.S.; HENTSCHEL B.T.; HOH E.; KARAPANAGIOTI H.K.; et al. Classify plastic waste as hazardous. **Nature** vol. 494, p. 169-71, 2013.

RODRIGUES, B. V. M. et al. Influence of low contents of superhydrophilic MWCNT on the properties and cell viability of electrospun poly (butylene adipate-co-terephthalate) fibers. **Materials Science and Engineering**, vol. 59, p. 782 – 791, 2016.

RODRIGUES, B. V. M. et al. Influence of low contents of superhydrophilic MWCNT on the properties and cell viability of electrospun poly (butylene adipate-co-terephthalate) fibers. **Materials Science and Engineering C**, v. 59, p. 782–791, 2016.

RUIZ, N.Q., CAMPO, Y.C., STASHENKO, E.E., FUENTES, J.L. Antigenotoxic effect against ultraviolet radiation-induced DNA damage of the essential oils from *Lippia* species. **Photochemistry and Photobiology**, vol. 93, p. 1063–1072, 2017.

SAADI, Z.; CESAR, G.; BEWA, H.; BENGUIGUI, L. Fungal degradation of poly(butylene adipate-co-terephthalate) in soil and in compost. **J Polym Environ**, vol. 21, p. 893-901, 2013.

SAFAEPOUR, M., SHAHVERDI, A. R., SHAHVERDI, H. R., KHORRAMIZADEH, M. R., GOHARI, A. R. Green synthesis of small silver nanoparticles using geraniol and its cytotoxicity against fibrosarcoma-wehi 164. **Avicenna Journal of Medical Biotechnology**, vol 1, n. 2, p. 111-115, 2009.

SARANTÓPOULOS, C. G. L.; COFCEWICZ, L. S; Embalagens ativas para produtos perecíveis. **Boletim de Tecnologia e Desenvolvimento de Embalagens**. vol. 28, n. 3, 2016.

SHAHI, A. K.; KAUL, M. K.; GUPTA, R.; DUTT, P.; CHANDRA, S.; QAZI, G. N. Determination of essential oil quality index by using energy summation indices in an elite strain of *Cymbopogon citratus* (DC) Stapf [RRL(J)CCA12]. **Flavour and Fragrance Journal**, vol. 20, p. 118–121, 2005.

SHAHZADI, M. P. Lemon Grass (*Cymbopogon citratus*). In: ALMUSAED, A.; AL-SAMARAE, S. M. S. (Ed.). **Grasses - Benefits, Diversities and Functional Roles**, IntechOpen, 2017. DOI: 10.5772/intechopen.69518. Disponível em: <<https://www.intechopen.com/books/grasses-benefits-diversities-and-functional-roles/lemon-grass-cymbopogon-citratus>> Acessado em: 10 de fev. 2019.

SHANKAR, S.; RHIM, J. Preparation of antibacterial poly(lactide)/poly(butylene adipate-co-terephthalate) composite films incorporated with grapefruit seed extract. **International Journal of Biological Macromolecules**, vol. 120, p. 846–852, 2018.

SHEN, L. et al. Transferring of red *Monascus* pigments from nonionic surfactant to hydrophobic ionic liquid by novel microemulsion extraction. **Separation and Purification Technology**, v. 138, p. 34–40, 2014.

SI, W., GONG, J., TSAO, R., ZHOU, T., YU, H., POPPE, C., JOHNSON, R., DU, Z. Antimicrobial activity of essential oils and structurally related synthetic food additives towards selected pathogenic and beneficial gut bacteria. **Journal of Applied Microbiology**, vol. 100, p. 296–305, 2006.

SINGH, D., KUMAR, T.R.S., GUPTA, V.K., CHATURVEDI, P. Antimicrobial activity of some promising plant oils, molecules and formulations. **Indian J. Exp. Biol**, n. 50, p. 714–717, 2012.

SIRIPATRAWAN, U.; VITCHAYAKITTI, W. Improving functional properties of chitosan films as active food packaging by incorporating with propolis. **Food Hydrocolloids**, v. 61, p. 695–702, dez. 2016.

SIRVIÖ, J. A.; LIIMATAINEN, H.; NIINIMÄKI, J.; HORMI, O. Sustainable packaging materials based on wood cellulose. **RSC Advances**, v. 3, n. 37, p. 16590–16596, 2013.

SUNG, S. et al. Effects of *Allium sativum* essence oil as antimicrobial agent for food packaging plastic film. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 26, p. 406–414, 2014.

SYMS, C. Principal Components Analysis. **Encyclopedia of Ecology (second version)**, v. 3, p. 566–573. 2019.

TAVARES, L. B.; ITO, N. M.; SALVADORI, M. C.; SANTOS, D. J. dos; ROSA, D. S. PBAT/kraft lignin blend in flexible laminated food packaging: Peeling resistance and thermal degradability. **Polymer Testing**, vol. 67, 2018. 10.1016/j.polymertesting.2018.03.004.

TUREK, C.; STINTZING, F. C. Stability of Essential Oils: A Review, **Compr. Rev. Food. Sci. F.**, vol. 12, p. 40-53, 2013.

UZ, M.; ALTINKAYA, S. A. Development of mono and multilayer antimicrobial food packaging materials for controlled release of potassium sorbate. **LWT - Food Science and Technology**, v. 44, p. 2302–2309, 2011.

VENKATESAN, R.; RAJESWARI, N. Preparation, Mechanical and Antimicrobial Properties of SiO₂/ Poly(butylene adipate-co-terephthalate) Films for Active Food Packaging. **Silicon.**, 2015. 10.1007/s12633-015-9402-8.

VILLAVERDE, J. M.; SANCHES, L.; TERRA, V. A.; CECCHINI, R.; CECCHINI, A. L.; LUIZ, R. C. Effects of essential oil from lemongrass (*Cymbopogon citratus* Stapf) on human melanoma (SK-MEL 147) and keratinocyte (HaCaT) cells. **Biosaúde**, vol. 15, n.1, 2013.

VROMAN, I.; TIGHZERT, L. Biodegradable polymers. **Materials**, vol. 2, p. 307–344, 2009.

WANG, H. WEI, D., ZHENG, A., XIAO, H. Soil burial biodegradation of antimicrobial biodegradable PBAT films. **Polymer Degradation and Stability**, vol. 116, p. 14 – 22, 2015.

WANG, H.F., WANG, Y.K., YIH, K.H. DPPH free-radical scavenging ability, total phenolic content, and chemical composition analysis of forty-five kinds of essential oils. **J Cosmet Sci**, v. 59, p. 509-522, 2008.

WENG, Y.X.; JIN, Y.J.; MENG, Q.Y.; WANG, L.; ZHANG, M.; WANG, Y.Z. Biodegradation behavior of poly(butylene adipate-coterephthalate) (PBAT), poly(lactic acid) (PLA), and their blend under soil conditions. **Polymer Testing**, vol. 32, p. 918 – 926, 2013.

WRONA, M.; BENTAYEB, K.; NERÍN, C. A novel active packaging for extending the shelf-life of fresh mushrooms (*Agaricus bisporus*). **Food Control**, v. 54, p. 200-207, 2015.

YANG, H.; SONG, K. B. Application of Lemongrass Oil Containing Polylactic Acid Films to the Packaging of Pork Sausages. **Korean J. Food Sci. An**, vol. 36, n. 3, p. 421-426, 2016.

ZEHETMEYER, G. Desenvolvimento e caracterização de embalagens ativas compostas de PBAT com incorporação de nisina. **Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul**. 2016.

ZEHETMEYER, G.; MEIRA, S. M. M.; SCHEIBEL, J. M.; OLIVEIRA, R. V. B. de; BRANDELLI, A.; SOARES, R. M. D. Influence of melt processing on biodegradable nisin-PBAT films intended for active food packaging applications. **J. Appl. Polym. Sci**, 2016, DOI: 10.1002/APP.43212.

ZHANG, M.; DIAO, X.; JIN, Y.; WENG, Y. Preparation and characterization of biodegradable blends of poly (3-hydroxybutyrate-co-3- hydroxyhexanoate) and poly (butylene adipate-coterephthalate). **J Polym Eng**, vol. 36(5), p. 473–480, 2016.

ZHANG, Y.; LIU, X.; WANG, Y.; JIANG, P.; SIEWYOUNG QUEK. Antibacterial activity and mechanism of cinnamon essential oil against *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*. **Food Control**, n. 59, P. 282 – 289, 2016.

ANEXO A – Ficha técnica do ECOFLEX® F BLEND C1200

We create chemistry

Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico

página: 1/12

BASF Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico
Data / revisada: 09.05.2016
Produtor: ecoflex® F Blend C1200

Versão: 5.0

(30516354/SDS_GEN_BR/PT)
Data de Impressão 30.09.2016

1. Identificação do produto e da empresa**ecoflex® F Blend C1200**

Uso recomendado: somente para processos industriais

Empresa:
BASF S.A.
Av. Nações Unidas, 14.171
04794-000 Morumbi - São Paulo - SP, BRASIL
Telefone: +55 11 2039-2273
Número de fax: +55 11 2039-3131
Endereço de email: ehs-brasil@basf.com

Informação em caso de emergência:
Telefone: 0800-0112273 / +55 12 3128-1590

2. Identificação de perigos**Elementos do rótulo**De acordo com os critérios do GHS (ONU)

O produto não requer rotulagem de perigo de acordo com os critérios do GHS.

Conforme a diretiva 67/548/CE ou 1999/45/CE

De acordo com os Regulamentos da UE, o produto não é classificado como perigoso.

Classificação da substância ou misturaDe acordo com os critérios do GHS (ONU)

O produto não requer classificação de acordo com os critérios do GHS.

Outros perigos

página: 2/12

BASF Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico
 Data / revisada: 09.05.2016
 Produto: ecoflex® F Blend C1200

Versão: 5.0

(30516354/SDS GEN BR/PT)

Data de Impressão 30.09.2016

De acordo com os critérios do GHS (ONU)

Outros Perigos (GHS):

Nenhum risco específico conhecido, quando respeitadas as prescrições/ indicações de armazenamento e manuseio.

Avaliação PBT / vPvB:

O produto não satisfaz os critérios de PBT (persistente / bioacumulável / tóxico) e vPvB (muito Persistente / muito Bioacumulativo).

3. Composição/informação sobre os componentes

Mistura

Caracterização química

Preparação baseada em: poliéster, modificado(a)s

Ingredientes perigosos (GHS)

De acordo com os critérios do GHS (ONU)

tetrahidrofurano

número-CAS: 109-99-9
 Número CE: 203-726-8
 Número INDEX: 603-025-00-0

Flam. Liq.: Cat. 2
 Acute Tox.: Cat. 4 (oral)
 Eye Dam./Irrit.: Cat. 1
 Carc.: Cat. 2
 STOT SE: Cat. 3 (sonolência e vertigens)
 STOT SE: Cat. 3 (irritante para o sistema respiratório)
 H225, H318, H302, H336, H335, H351
 Não é considerado um ingrediente que contribui para o perigo de acordo como GHS, porém, apresenta limite de exposição ocupacional (ver capítulo 8)

estireno

BASF Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico
 Data / revisada: 09.05.2016
 Produto: **ecoflex® F Blend C1200**

Versão: 5.0

(30516354/SDS GEN BR/PT)

Data de impressão 30.09.2016

número-CAS: 100-42-5

Asp. Tox.: Cat. 1
 Flam. Liq.: Cat. 3
 Acute Tox.: Cat. 4 (Inalação-vapor)
 Skin Cor./Irrit.: Cat. 2
 Eye Dam./Irrit.: Cat. 2A
 Repr.: Cat. 2 (feto)
 STOT SE: Cat. 3 (irritante para o sistema respiratório)
 STOT RE (Aparelho auditivo): Cat. 1
 Aquatic Acute: Cat. 2
 Aquatic Chronic: Cat. 3
 H226, H319, H315, H332, H304, H335, H361, H372, H412, H401
 Não é considerado um ingrediente que contribui para o perigo de acordo como GHS, porém, apresenta limite de exposição ocupacional (ver capítulo 8)

4. Medidas de primeiros socorros

Indicações gerais:

Retirar a roupa contaminada.

Após inalação:

Em caso de inalação de produtos em decomposição, levar a vítima para um local arejado e colocá-la em repouso. Procurar assistência médica. Em caso de indisposição após a inalação de pó: respirar ar fresco e procurar auxílio médico.

Após contato com a pele:

Áreas atingidas pelo produto fundido/ derretido, devem ser arrefecidas imediatamente com água fria. Queimaduras provocadas por material fundido têm que ser tratadas clinicamente.

Após contato com os olhos:

Se atingir os olhos, lavar imediatamente com muita água durante 15 minutos. Em caso de irritação consultar o médico.

Após ingestão:

Enxaguar a boca e beber, posteriormente, água em abundância. Se ocorrerem dificuldades: Procurar assistência médica. Nunca induzir o vômito ou dar nada pela boca se a vítima estiver inconsciente ou com convulsões.

Indicações para o médico:

Sintomas: Não se conhece nenhuma reação particular do corpo humano ao produto.

Perigos: Nenhum perigo é esperado sob o uso pretendido e manejo adequado.

Tratamento: Tratamento sintomático (descontaminação, funções vitais), nenhum antídoto específico conhecido.

5. Medidas de combate a incêndio

Meios de extinção apropriados:

água pulverizada, espuma, pó extintor, dióxido de carbono

página: 4/12

BASF Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico
 Data / revisada: 09.05.2016
 Produto: **ecoflex® F Blend C1200**

Versão: 5.0

(30516354/SDS GEN BR/PT)

Data de Impressão 30.09.2016

Meios de extinção não apropriados:
 jato de água

Perigos específicos:
 monóxido de carbono, dióxido de carbono, tetrahidrofurano, fumos, negro de fumo, vapores nocivos para a saúde
 A formação de outros produtos de decomposição e oxidação depende das circunstâncias do incêndio. Em determinadas condições de combustão, não se exclui vestígios de outras substâncias tóxicas.

Indicações adicionais:
 O perigo depende dos produtos em combustão e das condições do incêndio. Possível formação de gases/vapores tóxicos em caso de incêndio. Eliminar os resíduos do incêndio e a água de extinção contaminada, observando a legislação local oficial.

Equipamento especial de proteção para os bombeiros:
 Usar um equipamento de respiração autónomo.

6. Medidas de controle para derramamento ou vazamento

Precauções pessoais, equipamentos de proteção e procedimentos de emergência

Precauções pessoais:
 Evitar a inalação. Manter afastadas fontes de ignição.

Precauções ao meio ambiente:
 Não são necessárias medidas especiais.

Métodos de limpeza:
 Varrer / remover com pá. Evitar formação de poeira. Assegurar ventilação adequada. Eliminar o material recolhido de acordo com as normas.

Outras informações relevantes: Risco de queda devido à presença do produto vazado/ derramado no piso, que se torna escorregadio.

7. Manuseio e armazenamento

Manuseio

Medidas técnicas:
 Evitar que a massa fundida atinja a pele. Evitar a inalação de poeiras/névoas/vapores. Chuveiros de emergência e Lava-olhos devem ser de fácil acesso. Manusear de acordo com as normas de segurança para produtos químicos.

Prevenção de incêndio e explosão:
 Evitar a formação de poeira. O pó pode formar uma mistura explosiva com o ar. Providenciar aspiração. Durante a trituração (moagem), há que ter em conta as medidas de segurança sobre perigos de explosão por formação de poeiras.

BASF Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico
Data / revisada: 09.05.2016
Produto: **ecoflex® F Blend C1200**

Versão: 5.0

(30516354/SDS GEN BR/PT)

Data de Impressão 30.09.2016

Precauções/ Orientações para manuseio seguro:

Providenciar uma aspiração/ventilação adequada junto das máquinas. Durante o trabalho nos sistemas de exaustão devem ser tomadas precauções especiais de segurança, pois substâncias perigosas podem acumular-se nos resíduos do sistema de exaustão. Evitar formação de poeira/acúmulo de poeira. Manusear de acordo com as normas de segurança para produtos químicos.

Medidas de higiene:

Evitar a inalação de poeiras. As mãos e o rosto devem ser lavados antes dos intervalos e no final do turno. Consulte a empresa de medidas de higiene para recomendações sobre testes de exposição e equipamentos de proteção individual.

Armazenamento

Condições de armazenamento adequadas: Proteger contra a umidade. Evitar calor extremo. Evitar todas as fontes de ignição: calor, faíscas, chama acesa. O produto deve ser armazenado de acordo com os requisitos do Regulamento (CE) n.º 2023/2006 Evitar contaminação com outras substâncias. Evitar o armazenamento com outras substâncias, especialmente com substâncias perigosas.

8. Controle de exposição e proteção individual**Parâmetros de controle específicos****Limites de exposição ocupacional:****100-42-5: estireno**

Valor TWA 20 ppm (ACGIH)

Valor STEL 40 ppm (ACGIH)

Valor TWA 328 mg/m³ ; 78 ppm (NR15)Valor TWA 328 mg/m³ ; 78 ppm (NR15)

Fonte de valor(es) limite: Brasil NR - 15, Port. 3214/78, anexo 11

Valor STEL 40 ppm (ACGIH)

Valor TWA 20 ppm (ACGIH)

Valor TWA 328 mg/m³ ; 78 ppm (NR15)

Fonte de valor(es) limite: Brasil NR - 15, Port. 3214/78, anexo 11

109-99-9: tetrahidrofurano

Valor STEL 100 ppm (ACGIH)

Efeito sobre a pele (ACGIH)
A substância pode ser absorvida pela pele.

Valor TWA 50 ppm (ACGIH)

Valor TWA 460 mg/m³ ; 156 ppm (NR15)
Fonte de valor(es) limite: Brasil NR - 15, Port. 3214/78, anexo 11

Equipamento de proteção individual

Proteção respiratória:

Proteção respiratória no caso de formação de poeira. Filtro de baixa capacidade de retenção para partículas sólidas (por exemplo: EN 143 ou 149, Tipo P1 ou FFP1).

Proteção das mãos:

Usar luvas de segurança para proteger do calor quando manusear massas fundidas (ex.: têxtil ou couro)

Proteção dos olhos:

Óculos de segurança com anteparos laterais (óculos com armação) (EN 166)

Proteção da pele e do corpo:

A proteção do corpo deve ser escolhida dependendo da atividade e possível exposição, por exemplo: avental, botas de proteção, roupa de proteção química (de acordo com a EN 14605 em caso de salpicos ou com a EN ISO 13982 em caso de formação de pó).

9. Propriedades físicas e químicas

Estado físico: sólido
(20 °C, 1.013 hPa)
Forma: granulado
Cor: Natural
Odor: odor característico leve, específico do produto
Limiar de odor: não determinado

Valor do pH: não aplicável

Temperaturas específicas ou faixas de temperaturas nas quais ocorrem mudanças de estado físico

Intervalo de ebulição:

Não se pode determinar.

Decomposição da

substância/produto

Intervalo de fusão: 100 - 120 °C

(DIN 53736)

BASF Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico
 Data / revisada: 09.05.2016
 Produto: **ecoflex® F Blend C1200**

Versão: 5

(30516354/SDS GEN BR/P
 Data de Impressão 30.09.20

Taxa de evaporação:

não aplicável O produto é um sólido
 não volátil.

Ponto de fulgor: > 280 °C

(ASTM D1929)

Temperatura de autoignição: > 400 °C

(ASTM D1929)

Limite de explosividade superior:

Como resultado da nossa
 experiência com este produto e
 nosso conhecimento de sua
 composição, não é esperado
 nenhum perigo se o produto for
 utilizado adequadamente e de
 acordo com o uso previsto.

Limite de explosividade inferior:

Como resultado da nossa
 experiência com este produto e
 nosso conhecimento de sua
 composição, não é esperado
 nenhum perigo se o produto for
 utilizado adequadamente e de
 acordo com o uso previsto.

Inflamabilidade:

não é altamente inflamável

Autoignição:

não apresenta autoignição

Decomposição térmica: > 280 °C

Para evitar decomposição térmica, não sobreaquecer.

Capacidade de auto-aquecimento: Não se trata de uma
 substância auto-inflamável.

Perigo de explosão: não explosivo

Características comburentes: sem propagação de fogo

Pressão de vapor:

não aplicável

Densidade relativa do vapor (ar):

não aplicável, O produto é um sólido
 não volátil.

Densidade: aprox. 0,8 - 1,4 g/cm³

(20 °C, 1.013 hPa)

Densidade relativa: aprox. 0,8 - 1,4

(20 °C, 1.013 hPa)

Densidade aparente: aprox. 500 - 1.000 kg/m³

(20 °C, 1.013 hPa)

(DIN 53466)

Solubilidade em água: não solúvel

(20 °C, 1.013 hPa)

Coefficiente de partição n-octanol/água (log Pow):

não aplicável

BASF Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico
Data / revisada: 09.05.2016
Produto: **ecoflex® F Blend C1200**

Versão: 5.0

(30516354/SDS GEN BR/PT)

Data de Impressão 30.09.2016

Viscosidade, dinâmica:

Dados não disponíveis.

Viscosidade, cinemática:

Não aplicável, pois o produto é sólido.

10. Estabilidade e reatividade

Instabilidade:

O produto é estável se armazenado e manuseado como descrito/indicado.

Condições a evitar:

Evitar calor extremo. Evitar todas as fontes de ignição: calor, faíscas, chama acesa.

Materiais ou substâncias incompatíveis:

agentes oxidantes fortes

Possível decomposição de produtos:

Em caso de carga prolongada e/ou térmica sobre o ponto de decomposição podem formar-se produtos perigosos de decomposição

11. Informações toxicológicas

Toxicidade aguda

Avaliação da toxicidade aguda:

Após uma única ingestão, praticamente não tóxico.

DL50 ratasana, masculino/feminino(oral): > 4.000 mg/kg (Regulamento OCDE 423)

Efeitos locais

Avaliação de efeitos irritantes:

Não é irritante para a pele. Não é irritante para os olhos. Com base em nossa experiência e na informação disponível, não são esperados efeitos adversos para a saúde se manipulado conforme recomendado.

Irritação primária da pele coelho: não irritante (OECD, Guideline 404)

Irritação ocular coelho: não irritante (OECD, Guideline 405)

Avaliação para outros efeitos agudos

Observações: Dados não disponíveis.

Sensibilização

Avaliação de efeitos sensibilizantes:

Não se detectou sensibilidade cutânea em ensaios com animais.

Teste Buehler modificado porquinho-da-índia: não sensibilizante (OECD, Guideline 406)

Toxicidade crônica

Avaliação da toxicidade após administração repetida:
Com base em nossa experiência e na informação disponível, não são esperados efeitos adversos para a saúde se manipulado conforme recomendado.

Toxicidade genética

Avaliação de mutagenicidade:
Em bactérias, a substância não demonstrou características de mutação genética.

Carcinogenicidade

Avaliação de carcinogenicidade:
Com base em nossa experiência e na informação disponível, não são esperados efeitos adversos para a saúde se manipulado conforme recomendado.

Toxicidade na reprodução

Avaliação de toxicidade na reprodução:
Com base em nossa experiência e na informação disponível, não são esperados efeitos adversos para a saúde se manipulado conforme recomendado.

Perigo por aspiração

Avaliação da toxicidade por aspiração:
Dados não disponíveis.

Outras indicações referentes à toxicidade

Com base em nossa experiência e na informação disponível, não são esperados efeitos adversos para a saúde se manipulado conforme recomendado.

12. Informações ecológicas

Efeitos ambientais, comportamentos e impactos do produto:

Ecotoxicidade

Avaliação da toxicidade aquática:
Existe uma alta probabilidade de que o produto não seja extremamente nocivo para os organismos aquáticos.
O produto não foi ensaiado. A indicação deriva da estrutura da substância.

Toxicidade em peixes:
CL50 > 100 mg/l, *Leuciscus idus*
Indicação bibliográfica.

Invertebrados aquáticos:
CE50 (48 h) > 100 mg/l, *Daphnia magna*

BASF Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico
Data / revisada: 09.05.2016
Produto: **ecoflex® F Blend C1200**

Versão: 5.0

(30516354/SDS GEN BR/PT)

Data de Impressão 30.09.2016

Indicação bibliográfica.

Plantas aquáticas:

CE50 > 100 mg/l, *Desmodesmus subspicatus*

Indicação bibliográfica.

Organismos vivos no solo:

(14 Dias), *Eisenia foetida* (OECD, Guideline 207, solo artificial)

Não se regista nenhum efeito na concentração mais alta analisada.

Plantas terrestres:

Triticum aestivum (OECD, Guideline 208)

Não se regista nenhum efeito na concentração mais alta analisada.

Mobilidade

Avaliação do transporte entre compartimentos ambientais:

Estudo não é necessário por razões científicas

Persistência e degradabilidade

Avaliação da biodegradabilidade e eliminação (H₂O):

O produto é biodegradável.

Indicações para a eliminação:

90 - 100 % formação de CO₂ do valor teórico (124 Dias) (ISO 14855) (aeróbio, solo)

Bioacumulação

Potencial de bioacumulação:

Devido à consistência do produto, assim como à sua baixa solubilidade em água, não é provável uma biodisponibilidade.

Indicações adicionais

Outras indicações sobre distribuição e destino ambiental:

Segundo os presentes conhecimentos, não são esperados efeitos ecológicos negativos.

13. Considerações sobre destinação final

Métodos de tratamento e disposição

Produto: Verificar a possibilidade de reciclagem.

Observar as prescrições legais locais e nacionais.

Restos de produtos: Verificar a possibilidade de reciclagem.

Observar as prescrições legais locais e nacionais.

Embalagem usada:

Embalagens usadas devem ser esvaziadas o melhor possível e ser eliminadas como a substância/o produto.

Embalagens completamente vazias podem ser entregues para reciclagem.

BASF Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico
 Data / revisada: 09.05.2016
 Produto: **ecoflex® F Blend C1200**

Versão: 5.0

(30516354/SDS_GEN_BR/PT)

Data de Impressão 30.09.2016

14. Informações sobre transporte

Transporte Terrestre

Rodoviário

Produto não perigoso segundo os critérios da regulamentação de transporte

Ferrovário

Produto não perigoso segundo os critérios da regulamentação de transporte

Transporte Fluvial

Produto não perigoso segundo os critérios da regulamentação de transporte

Transporte Marítimo

IMDG

Produto não perigoso segundo os critérios da regulamentação de transporte

Sea transport

IMDG

Transporte Aéreo

IATA/ICAO

Produto não perigoso segundo os critérios da regulamentação de transporte

Air transport

IATA/ICAO

15. Informações sobre regulamentações

Outras regulamentações

página: 12/12

BASF Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico

Data / revisada: 09.05.2016

Versão: 5.0

Produto: **ecoflex® F Blend C1200**

(30516354/SDS GEN BR/PT)

Data de Impressão 30.09.2016

Esta subsecção descreve Informação regulamentar aplicável que não está mencionada em outras secções desta ficha de segurança

16. Outras informações

Adicionalmente à Informação indicada na Ficha de Dados de Segurança, deve ser consultada a 'Informação Técnica' do produto

Linhas verticais na margem esquerda indicam alteração da versão atual.

Os dados contidos nesta publicação baseiam-se na nossa experiência e conhecimento atual, descrevendo o produto apenas considerando os requerimentos de segurança. Os dados não descrevem as propriedades do produto (especificação do produto). Não garante que certas propriedades ou a adequabilidade do produto para uma aplicação específica sejam deduzidos dos dados contidos na ficha de dados de segurança. É responsabilidade do receptor/ recetedor do produto assegurar que os direitos de propriedade, leis e regulamentações existentes sejam devidamente observados/ respeitados.