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

IVO DIEGO DE LIMA SILVA

DESENVOLVIMENTO DE FILMES ATIVOS ANTIMICROBIANOS E ANTIOXIDANTES DE PVA ADITIVADO COM EXTRATOS VEGETAIS DE PLANTAS DO SERTÃO

Recife
2021

IVO DIEGO DE LIMA SILVA

DESENVOLVIMENTO DE FILMES ATIVOS ANTIMICROBIANOS E ANTIOXIDANTES DE PVA ADITIVADO COM EXTRATOS VEGETAIS DE PLANTAS DO SERTÃO

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Materiais da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para obtenção do título de doutor em Ciências de Materiais. Área de concentração: Materiais não metálicos.

Orientadores: Prof.ª Dr.ª Glória Maria Vinhas e Prof.ª Dr.ª Andréa Monteiro S. Silva Brito
Co-orientador: Prof. Dr. Fernando Hallwass

Recife
2021

Catalogação na fonte
Bibliotecária Monick Raquel Silvestre da S. Portes, CRB4-1217

S586d Silva, Ivo Diego de Lima
Desenvolvimento de filmes ativos antimicrobianos e antioxidantes de PVA aditivado com extratos vegetais de plantas do sertão / Ivo Diego de Lima Silva. – 2021.
122 f.: il., fig., tab.

Orientadora: Glória Maria Vinhas.
Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Pernambuco. CCEN, Ciência de Materiais, Recife, 2021.
Inclui referências, apêndice e anexos.

1. Materiais não metálicos. 2. Extratos vegetais. I. Vinhas, Glória Maria (orientadora). II. Título.

620.19 CDD (23. ed.) UFPE- CCEN 2021 - 173

IVO DIEGO DE LIMA SILVA

DESENVOLVIMENTO DE FILMES ATIVOS ANTIMICROBIANOS E ANTIOXIDANTES DE PVA ADITIVADO COM EXTRATOS VEGETAIS DE PLANTAS DO SERTÃO

Tese apresentada ao Programa de Pós- Graduação em Ciência de Materiais daUniversidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência de Materiais.

Aprovada em: 19/04/2021.

BANCA EXAMINADORA

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

_____
Profª. Drª. Yêda Medeiros Bastos de Almeida (Examinadora Interna)
Universidade Federal de Pernambuco

_____
Profª. Drª. Laura Hecker de Carvalho (Examinadora Externa)
Universidade Federal de Campina Grande

_____
Profª. Drª. Andréa Lopes Bandeira Delmiro Santana (Examinadora Externa)
Universidade Federal de Pernambuco

_____
Profª. Drª. Cristiani Viegas Brandão Grisi (Examinadora Externa)
Universidade Federal da Paraíba

Com todo amor, dedico este trabalho aos meus pais, Severina Nunes de Lima Silva e José Cordeiro da Silva Neto, que me apoiaram em todos os momentos da minha vida acadêmica.

AGRADECIMENTOS

A Deus por me dar coragem e determinação para seguir em frente em toda minha caminhada acadêmica;

À minha mãe Severina Nunes e o meu pai José Cordeiro que me apoiaram em toda minha vida. Sempre me deram força para continuar e sem eles não estaria aqui terminando mais essa etapa;

À minha namorada Simone Barbosa pela paciência e incentivo;

Aos meus amigos Paulo Rogério, Cleyton Vanut, Ronnie Edson e José Augusto pelo apoio;

Aos meus orientadores: Glória Vinhas, Andréa Monteiro e Fernando Hallwass pela paciência e os conhecimentos compartilhados durante esse período;

Aos meus amigos de laboratório Michelle Félix, Carla Fabiana, Karina Carvalho, Gelsoneide Gois, Sônia Garcia, Viviane Caetano e Paulo Victor, pertencentes ao Laboratório de Petroquímica que contribuíram indiretamente para essa etapa;

Ao Laboratório de Materiais Poliméricos e Caracterização (LMPC); Laboratório de Bioprocessos, Laboratório de Petroquímica e ao Grupo de Instrumentação em Análises Química (GIAQ) da Unidade Acadêmica de Serra Talhada/UFRPE pelos equipamentos fornecidos;

À Fundação de Amparo à Ciência e Tecnologia do Estado de Pernambuco (FACEPE) pela bolsa de doutorado;

Ao Programa de Pós-graduação em Ciência de Materiais da Universidade Federal de Pernambuco pela minha formação;

Ao Núcleo de Química Analítica Avançada de Pernambuco (NUQAAPE/FACEPE) APQ 0346-1.06/14 por fornecer a estrutura para a utilização do software licenciado The Unscrambler.

RESUMO

As embalagens ativas são sistemas de acondicionamento produzidos para interagir com os alimentos e proporcionar o aumento do seu tempo de prateleira, acarretando benefícios para os consumidores e os produtores. Entre os tipos de embalagens ativas, estão os sistemas liberadores de agentes com propriedades antimicrobianas e antioxidantes. Os agentes ativos mais utilizados são conservantes de origem sintética, entretanto, essas substâncias podem ocasionar prejuízos à saúde do consumidor. Assim surgiram novas pesquisas para a substituição por compostos de origem natural, que são considerados mais seguros. Portanto, a investigação de espécies que apresentem substâncias com propriedades antimicrobiana e antioxidantes equiparável aos aditivos sintéticos é de grande relevância. Desse modo, se faz necessário a investigação de compostos presentes nos diversos biomas do planeta, entre eles a caatinga, que é um ecossistema pouco explorado e que apresenta grande riqueza na sua flora. Neste trabalho foram desenvolvidos filmes incorporados com extratos de plantas pertencentes ao Sertão do Pajeú (amburana de cambão, angico de caroço, cajueiro, jurema preta e pau ferro) para aplicações em embalagens ativas. A composição dos grupos dos flavonoides e outros compostos fenólicos foram investigadas através da espectroscopia no UV/VIS. A capacidade antioxidante total pelo método de redução, atividade antioxidante por captura de radicais livres e atividade antimicrobiana foram determinadas para os extratos vegetais e filmes de PVA aditivados. Os filmes poliméricos puro e com os extratos vegetais, também foram caracterizados pelas técnicas de espectroscopia no infravermelho (FTIR), difração de raios X, calorimetria diferencial exploratória (DSC), análise termogravimétrica (TGA), permeabilidade ao vapor de água e transparência. Os extratos vegetais apresentaram potencialidade pelos dois métodos como um bom agente antioxidante. A partir da atividade antimicrobiana foi constatado que todos os extratos vegetais apresentaram potencialidade inibitória contra a espécie *Staphylococcus aureus* e houve resultados promissores para a atividade antioxidante em ambos os métodos utilizados. Em virtude dos extratos exibirem potencialidade antioxidante e antimicrobiana similares como agente ativo, foi decidido incorporar todas as espécies na matriz polimérica de álcool polivinílico (PVA) nas concentrações de 1 e 5% (m/m). A adição do extrato vegetal não provocou alterações na transparência dos filmes, exceto para a

formulação com amburana de cambão na concentração de 5%. A espectroscopia no infravermelho (FTIR) associada à análise dos componentes principais (PCA) evidenciaram diferenças entre os espectros obtidos, podendo indicar a incorporação dos extratos vegetais na matriz polimérica. A partir das técnicas de DSC, DRX e TGA foi constatado que a adição dos extratos vegetais provocou um decréscimo no grau de cristalinidade, uma diminuição da entalpia de fusão e um aumento da temperatura de transição vítrea e estabilidade térmica do PVA. Para a permeabilidade ao vapor de água nota-se um aumento para todas as formulações quando comparados aos filmes de PVA puro. Para avaliação antimicrobiana e antioxidantes dos filmes foram obtidos valores mais promissores para as formulações de PVA aditivado com extratos de cajueiro e pau ferro na concentração de 5% m/m. Portanto, os filmes desenvolvidos apresentaram grande potencialidade para serem aplicados no acondicionamento de alimentos perecíveis.

Palavras-chave: álcool polivinílico; extratos vegetais; embalagem ativa; caatinga; sertão do Pajeú.

ABSTRACT

Active packaging is a packaging system designed to interact with food and increase its shelf life, resulting in benefits for consumers and producers. Among the types of active packaging are agent releasing systems with antimicrobial and antioxidant properties. The most widely used active agents are preservatives of synthetic origin, however, these substances can cause damage to the health of the consumer, so new research has emerged to replace them with compounds of natural origin, which are considered safer. Therefore, the investigation of species that present substances with antimicrobial and antioxidant properties comparable to synthetic additives is of great relevance. Therefore, it is necessary to investigate compounds present in the various biomes of the planet, including the caatinga, which is a barely explored ecosystem and has a great richness in its flora. In this work, films incorporated with plant extracts belonging to the Sertão do Pajeú (amburana de cambão, angico de caroço, cashew tree, jurema preta e pau ferro) were developed for applications in active packaging. The composition of the flavonoid and phenolic groups was investigated using UV/VIS spectroscopy. The total antioxidant capacity by the reduction method, antioxidant activity by free radical capture and antimicrobial activity were determined for plant extracts and PVA films with additives. The pure polymeric films and with plant extracts, were also characterized by the techniques such as infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction, exploratory differential calorimetry (DSC), thermogravimetric analysis (TGA), water vapor permeability and transparency. The plant extracts showed potential by both methods as a good antioxidant agent. From the antimicrobial activity, it was found that all plant extracts showed inhibitory potential against the species Staphylococcus aureus, and promising results for antioxidant activity were also noted, in both methods used. Because all extracts exhibit similar antioxidant and antimicrobial potential as an active agent, it was decided to incorporate all extracts in the polymeric matrix of polyvinyl alcohol (PVA) in concentrations of 1 and 5% (w/w). The addition of the plant extract did not cause changes in the transparency of the films, except for the formulation with amburana de cambão at a concentration of 5%. Infrared spectroscopy (FTIR) associated with the Principal Components analysis (PCA) showed differences between the spectra obtained, which may indicate the incorporation of plant extracts in the polymeric matrix. From the DSC, DRX and TGA techniques, it was found that the addition of plant extracts caused a decrease in the degree of crystallinity, a

decrease in the melting enthalpy and an increase in the transition temperature and thermal stability of the PVA was also evidenced. For water vapor permeability, an increase is noted for all formulations when compared to pure PVA films. For the antimicrobial and antioxidant evaluation of the films, more promising results were obtained for the PVA formulations added with cashew and pau ferro at a concentration of 5% w/w. Therefore, the films developed showed great potential to be applied in the packaging of perishable foods.

Keywords: polyvinyl alcohol; plant extracts; active packaging; caatinga; sertão do Pajeú.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Reações de formação do PVA.....23

Figura 2 – Imagem ilustrativa do funcionamento de uma embalagem ativa antimicrobiana. 27

Figura 3 – Imagem da espécie Anadenanthera colubrina (Vell.) Brenan var. Cebil (Griseb.) Von Reis Alt. 37

Figura 4 – Imagem da espécie Anacardium occidentale Linn. (cajueiro).....38

Figura 5 – Árvore de Jurema preta. 39

Figura 6 – Espécie Caesalpinia ferrea (Pau ferro).....40

Figura 7 – Espécie Comminphora leptophloeos (amburana de cambão). ...41

Figura 8 – Esquema do sistema de extração pelo método sohxlet.....44

Figura 9 – Espectros de infravermelho dos extratos vegetais produzidos. ..55

Figura 10 – Halos de inibição dos extratos vegetais para a espécie Staphylococcus aureus.....62

Figura 11 – Aspectos visuais dos filmes de PVA puro e incorporado com extrato vegetal de angico de caroço (AC), amburana de cambão (AM), cajueiro (CJ), jurema preta (JP) e pau ferro (PF).....63

Figura 12 – Espectro FTIR do filme de PVA puro. 65

Figura 13 – Espectros FTIR dos filmes aditivados com extratos vegetais. 66

Figura 14 – Gráfico dos scores da PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com angico de caroço.....67

Figura 15 – Gráfico dos scores da PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com amburana de cambão. 68

Figura 16 – Gráfico dos scores da PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com cajueiro. 68

Figura 17 – Gráfico dos scores da PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com jurema preta.....69

Figura 18 – Gráfico das scores da PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com pau ferro.....69

Figura 19 – PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com extrato de angico de caroço; a. Loadings b. Espectro de infravermelho derivado do AC. 70

Figura 20 – PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com extrato de amburana de cambão; a. Loadings b. Espectro de infravermelho derivado do AM. 71
Figura 21 – PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com extrato de cajueiro. (a.) Loadings. (b.) Espectro de infravermelho derivado do CJ.... 72
Figura 22 – PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com extrato de jurema preta. (a.) Loadings. (b.) Espectro de infravermelho derivado do JP. 73
Figura 23 – PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com extrato de pau ferro. (a.) Loadings. (b.) Espectro de infravermelho derivado do PF.... 74
Figura 24 – Termogramas de DSC (a) 1º e (b)2° aquecimento dos filmes de PVA puro e aditivado com 1 e 5% (m/m) de extratos vegetais... 75
Figura 25 – Difratograma de raios-x do filme de PVA puro..... 77
Figura 26 – Difratogramas de raios-x do filme de PVA puro e incorporado com 1 e 5% (m/m) de extratos vegetais. 78
Figura 27 – TG e DTG dos filmes de PVA puro e incorporado com os extratos vegetais. 80
Figura 28 – Avaliação antimicrobiana dos filmes de PVA puro e aditivado com extratos vegetais..... 91

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Polímeros biodegradáveis de origem sintética ou natural. 23

Tabela 2 – Exemplos de alguns trabalhos da literatura com diversas aplicações utilizando o PVA. 24

Tabela 3 – Exemplos de pesquisas relacionadas a embalagens ativas com função antimicrobiana e/ou antioxidante. 31

Tabela 4 – Exemplos de extratos vegetais com propriedades antioxidantes e antimicrobianas. 33

Tabela 5 – Descrição de algumas espécies encontradas no bioma da caatinga. 35

Tabela 6 – Formulação dos filmes aditivados com extrato vegetal de plantas do sertão. 48

Tabela 7 – Rendimentos dos extratos vegetais. 54

Tabela 8 – Teor de flavonoides das espécies extraídas. 57

Tabela 9 – Teores de fenólicos para os extratos vegetais. 58

Tabela 10 – Capacidade antioxidante total dos extratos vegetais estudados. 60

Tabela 11 – Atividade antioxidante pelo método de DPPH dos extratos vegetais estudados. 61

Tabela 12 – Quantitativo do halo de inibição (mm) dos extratos vegetais contra a espécie Staphylococcus aureus. 62

Tabela 13 – Índices de transparência dos filmes PVA puro e aditivado com extratos vegetais nas concentrações de 1 e 5% (m/m). 64

Tabela 14 – Eventos térmicos obtidos pelo DSC dos filmes de PVA puro e aditivado com 1 e 5% (m/m) de extrato vegetal. 76

Tabela 15 – Parâmetros de tamanho do cristalito (D) e distância interplanar (d) nos filmes de PVA e incorporado com extratos vegetais. 79

Tabela 16 – Parâmetros térmicos dos filmes de PVA puro e aditivado com extratos vegetais. 81

Tabela 17 – Parâmetros mecânicos dos filmes de PVA puro e incorporado com extrato vegetal de angico de caroço na concentração de 1 e 5% m/m. 82

Tabela 18 – Parâmetros mecânicos dos filmes de PVA puro e incorporado com extrato vegetal de Amburana de Cambão (AM) na concentração de 1 e 5% m/m. 83
Tabela 19 – Parâmetros mecânicos dos filmes de PVA puro e incorporados com extrato vegetal de Cajueiro (CJ) na concentração de 1 e 5% m/m. 84
Tabela 20 – Parâmetros mecânicos dos filmes de PVA puro e incorporados com extrato vegetal de Jurema Preta (JP) na concentração de 1 e 5% m/m. 85
Tabela 21 – Parâmetros mecânicos dos filmes de PVA puro e incorporados com extrato vegetal de Pau Ferro (PF) na concentração de 1 e 5% m/m. 85
Tabela 22 – Resultados de permeabilidade ao vapor de água dos filmes de PVA puro e aditivado com 1 e 5% m/m de extrato vegetal. 87
Tabela 23 – Resultados de CAT e DPPH dos filmes aditivados com extratos vegetais..... 88

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AC	Extrato de Angico de caroço
AM	Extrato de Amburana de cambão
ATR	Reflectância total atenuada
CAT	Capacidade antioxidante total
CJ	Extrato de cajueiro
DSC	Calorimetria diferencial exploratória
DPPH	2,2- difenil-1-picril-hidrazil
DRX	Difração de raios X
EGA	Equivalente a ácido gálico
EQU	Equivalente a quercetina
FTIR	Espectrometria de infravermelho com transformada de Fourier
JP	Extrato de Jurema Preta
PC1	1ª componente principal
PC2	2ª componente principal
PCA	Análise de componentes principais
PCL	Poli(caprolactona)
PF	Extrato vegetal de pau ferro
PHB	Poli(3-hidroxibutirato)
PVA	Álcool polivinílico
$\mathbf{T_c}$	Temperatura de cristalização
$\mathbf{T_{endset}}$	Temperatura final de degradação
$\mathbf{T_g}$	Temperatura de transição vítrea
$\mathbf{T_{máx}}$	Temperatura de degradação máxima
$\mathbf{T_{onset}}$	Temperatura de início de degradação
TGA	Análise termogravimétrica

T_m	Temperatura de fusão
UV/VIS	Espectroscopia Ultravioleta/Visível
X_c	Grau de cristalinidade
ΔH_f	Variação de entalpia de fusão

SUMÁRIO

1	**INTRODUÇÃO**	**19**
2	**OBJETIVOS**	**21**
2.1	OBJETIVO GERAL	21
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
3	**FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA**	**22**
3.1	POLÍMEROS BIODEGRADÁVEIS	22
3.2.1	*Álcool polivinílico (PVA)*	23
3.3	EMBALAGENS ATIVAS	26
3.3.1	*Embalagens ativas antimicrobianas*	26
3.3.2	*Embalagens ativas antioxidantes*	27
3.3.3	*Estudos realizados sobre embalagens ativas antimicrobianas e antioxidantes*	28
3.3.4	*Extratos vegetais*	32
3.4	PLANTAS REGIONAIS DO SERTÃO	34
3.4.1	*Angico de caroço*	36
3.4.2	*Cajueiro*	38
3.4.3	*Jurema preta*	39
3.4.4	*Pau ferro*	40
3.4.5	*Amburana de cambão*	41
4	**MATERIAIS E MÉTODOS**	**43**
4.1	MATERIAIS	43
4.2	PREPARAÇÃO DO EXTRATO VEGETAL	43
4.2.1	*Extração por método sohxlet*	43
4.3	CARACTERIZAÇÃO DOS EXTRATOS VEGETAIS	45
4.3.1	*4.3.1 Espectroscopia por infravermelho (FTIR)*	45
4.3.2	*Flavonoides totais*	45
4.3.3	*Fenólicos totais*	46
4.3.4	*Capacidade antioxidante total (fosfomolibdênio)*	46
4.3.5	*Atividade antioxidante pelo método 2,2- difenil- 1- picril-hidrazil (DPPH)*	47
4.3.6	*Atividade antimicrobiana por difusão em disco*	47

4.4 PREPARAÇÃO DOS FILMES POLIMÉRICOS 48
4.5 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES POLIMÉRICOS 49
4.5.1 Espectroscopia por infravermelho (FTIR) 49
4.5.2 Análise das componentes principais (PCA) 49
4.5.3 Transparência 49
4.5.4 Ensaio mecânico em tração 50
4.5.5 Difração de raios-X (DRX) 50
4.5.6 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) 51
4.5.7 Análise Termogravimétrica (TGA) 51
4.5.8 Permeabilidade ao vapor de água 51
4.5.9 Atividade antioxidante dos filmes poliméricos 52
4.5.10 Atividade antimicrobiana dos filmes poliméricos 52
4.5.11 Análise estatística 52
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO 54
5.1 CARACTERIZAÇÃO DOS EXTRATOS VEGETAIS 54
5.1.1 Rendimento dos extratos vegetais 54
5.1.2 Espectroscopia por infravermelho (FTIR) 54
5.1.3 Flavonoides totais 56
5.1.4 Fenólicos totais 57
5.1.5 Capacidade antioxidante total (CAT) 59
5.16 Atividade antioxidante pelo método 2,2- difenil- 1- picril-hidrazil (DPPH) 60
5.1.7 Atividade antimicrobiana por difusão em disco 61
5.2 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES POLIMÉRICOS 63
5.2.1 Aspectos macroscópicos 63
5.2.2 Transparência *64*
5.2.3 Espectroscopia no infravermelho (FTIR) 65
5.2.4 Calorimetria diferencial exploratória (DSC) 75
5.2.5 Difração de raios X (DRX) 77
5.2.6 Análise termogravimétrica (TGA) 79
5.2.7 Ensaio mecânico de tração 82
5.2.8 Permeabilidade ao vapor de água 87
5.2.9 Atividade antioxidante dos filmes 88

5.2.10 *Atividade antimicrobiana dos filmes*..... 90
6 CONCLUSÃO 93
7 PERSPECTIVAS FUTURAS 96
REFERÊNCIAS 97
APÊNDICE A - CURVAS DE TENSÃO X DEFORMAÇÃO DOS FILMES DE PVA PURO E ADITIVADOS COM OS EXTRATOS VEGETAIS 115
ANEXO A - PUBLICAÇÕES NECESSÁRIA PARA DEFESA DE TESE 118
ANEXO B - PUBLICAÇÕES 121

1 INTRODUÇÃO

As embalagens tradicionais foram desenvolvidas com o objetivo de atuar como barreira protetora do meio externo e interagir o mínimo possível com o alimento acondicionado (AZEREDO, FARIA e AZEREDO, 2000). Entretanto, essas características não são mais suficientes para os novos consumidores, que estão cada vez mais preocupados e exigentes por produtos ambientalmente corretos, saudáveis, sofisticados e que proporcionem maior segurança alimentar (SOARES et al., 2009). Ao longo dos anos, tem emergido a necessidade de novos materiais que prolonguem o tempo de vida útil dos alimentos (SOARES et al., 2009). Como resultado surgiram os novos conceitos de embalagens: as embalagens ativas.

A embalagens ativas, ao contrário das convencionais, apresentam interações intencionais com os alimentos que evitam a sua degradação. Entre elas, estão as modificadoras da atmosfera do produto embalado ou libertadoras de agentes ativos, como, antimicrobianos e antioxidantes (SOARES et al., 2009).

As embalagens ativas antimicrobianas e antioxidantes apresentam grande potencialidade para aumentar o tempo de prateleira dos alimentos e favorecem a diminuição de conservantes que são adicionados diretamente aos produtos, que geralmente diminuem a qualidade dos alimentos e podem comprometer a saúde dos consumidores, em razão de serem produtos sintéticos e com potencialidades cancerígenas (MORAES et al., 2007).

Nesse contexto, aditivos ativos atóxicos e, preferencialmente de origem natural, também vêm sendo investigados com o propósito de viabilizar uma melhor segurança aos alimentos (MURIEL-GALET et al., 2015; STRATAKOS et al., 2015). Desse modo, a utilização de óleos essenciais e extratos vegetais tem se intensificado.

A procura por novos compostos que apresentem propriedades antimicrobianas e antioxidante equiparável aos sintéticos é um desafio para os pesquisadores e para isso deve-se investigar a vegetação de diversos biomas.

A Caatinga é um bioma exclusivamente brasileiro que predomina no Nordeste brasileiro, entre o qual está o sertão do Pajeú, localizado no interior do estado de Pernambuco (MARIA e AVANCINI, 2013), caracterizado pelo baixo índice de incidência de chuva e altas temperaturas. Apesar dessas condições adversas, existem nesse bioma, diversas vegetações ricas em compostos fitoquímicos com várias

aplicações médicas (PEREIRA JÚNIOR et al., 2014). Dentre as espécies vegetais pertencentes a esse bioma, destaca-se a amburana de cambão, o angico de caroço, o cajueiro, a jurema preta e o pau ferro. Todos com grande potencialidade para aplicação como agentes antimicrobianos e antioxidantes em embalagens ativas biodegradáveis.

Entre as novas tecnologias do setor de embalagens estão os polímeros biodegradáveis que sofrem degradação a partir do ataque microbiológico. Após o seu descarte, esses materiais são decompostos em semanas ou meses, evitando o acúmulo dos materiais no ambiente (FRANCHETTI e MARCONATO, 2006).

A partir dessa problemática, surgem estudos que procuram substituir os polímeros não biodegradáveis por biodegradáveis, mantendo as propriedades mecânicas, térmicas e de processamento dos polímeros sintéticos (RAI et al., 2021; Zhong et al., 2020; BRITO et al., 2011). Dentre eles, pode-se destacar o álcool polivinílico que é um polímero biodegradável sintético, hidrofílico, biodegradável, não tóxico, biocompatível e que apresenta boa capacidade de formação de filmes.

.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver filmes ativos com propriedades antimicrobianas e antioxidantes utilizando extratos vegetais de plantas oriundas da região do Sertão do Pajeú do estado de Pernambuco, como agente ativo para a conservação de alimentos perecíveis.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obter os extratos vegetais de angico de caroço, cajueiro, jurema preta, pau ferro e umburana de cambão, bem como otimizar o processo de extração avaliando o seu rendimento;
- Avaliar a quantidade dos grupos químicos (flavonoides, fenólicos) presentes nos extratos vegetais;
- Avaliar a atividade antimicrobiana dos extratos vegetais;
- Avaliar a atividade antioxidante dos extratos vegetais;
- Determinar as propriedades mecânicas dos filmes através do ensaio mecânico em tração;
- Determinar as propriedades estruturais dos filmes por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR);
- Avaliar a incorporação dos extratos vegetais nos filmes poliméricos utilizando a análise de componentes principais (PCA) como complemento da técnica de FTIR;
- Avaliar as propriedades óticas dos filmes através das análises de transparência;
- Determinar as propriedades térmicas, através da técnica de calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análise termogravimétrica (TGA);
- Avaliar a permeabilidade ao vapor de água dos filmes;
- Avaliar a potencialidade antioxidante dos filmes aditivados com os extratos vegetais;
- Avaliar a potencialidade antimicrobiana dos filmes ativos.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

As embalagens tradicionais são sistemas passivos e apenas apresentam a função de barreira física ao meio externo, interagindo o mínimo possível com os alimentos para manter a sua integridade (AZEREDO, FARIA e AZEREDO, 2000; MORAES et al., 2007). As embalagens tiveram uma grande relevância para o desenvolvimento da indústria alimentícia, pois foram as principais responsáveis pelo sucesso de distribuição de alimentos e crescimento econômico desse setor.

As embalagens tradicionais não são mais suficientes para atender às demandas dos consumidores que, cada vez são mais exigentes e necessitando assim de embalagens mais modernas, práticas, que preservem a vida útil dos alimentos e que sejam ambientalmente corretas (SOARES et al, 2009).

Buscando atender a essas novas exigências têm surgido diversas pesquisas na área de materiais poliméricos biodegradáveis aplicados em embalagens seguras e com propriedades físicas e químicas similares às dos plásticos de origem fóssil (ANDRADE et al., 2018; IULIANELLI et al., 2018; OLLIER et al., 2018).

3.1 POLÍMEROS BIODEGRADÁVEIS

Atualmente a maior parte dos materiais plásticos produzidos a partir de fontes fósseis são resistentes à degradação natural e, quando descartados no meio ambiente, acarretam o acúmulo desse material contaminando tanto o meio terrestre quanto o aquático (BUCCI, TAVARES e SELL, 2007). Para isso tem sido recomendada a substituição desses polímeros de origem petrolífera, por polímeros ecologicamente mais corretos que sejam biodegradados em qualquer ecossistema sem prejuízo ao meio ambiente (BRITO et al., 2011).

Os polímeros biodegradáveis são materiais que possuem a capacidade de sofrer decomposição a partir da ação de micro-organismos de ocorrência natural (bactérias, fungos e algas). Uma vez estando em condições favoráveis de biodegradação, podem ser consumidos em semanas ou meses (BRITO et al., 2011). A biodegradação desses polímeros gera na produção de produtos, como: dióxido de carbono, metano, componentes celulares e/ou outros compostos, dependendo das condições de exposição desses materiais (FRANCHETTI e MARCONATO, 2006).

Os polímeros biodegradáveis podem ser provenientes de fonte sintética ou natural. A Tabela 1 apresenta a classificação da origem de alguns polímeros biodegradáveis (BRITO et al., 2011).

Tabela 1 – Polímeros biodegradáveis de origem sintética ou natural.

Fonte natural	Fonte sintética
Amido	Policaprolactona (PCL)
Celulose	Poliesteramidas
Poli(3-hidroxibutirato) - PHB	Co-poliésteres alifáticos
Quitosana	Co-poliésteres aromáticos
	Álcool polivinílico (PVA)

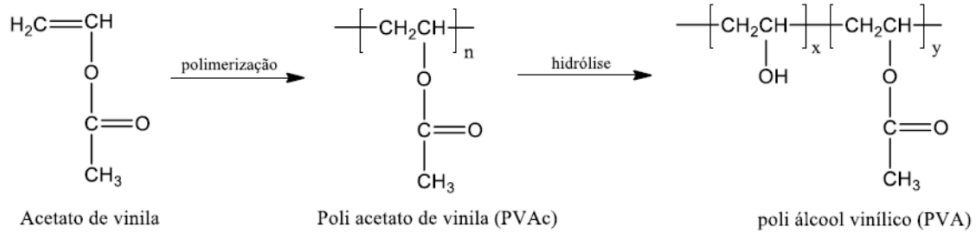
Fonte: O autor

Entre os polímeros biodegradáveis tem recebido destaque o álcool polivinílico (PVA), visto que é um dos materiais poliméricos que apresentam grande versatilidade em aplicações, atraindo para o seu uso em diversas áreas (PEREIRA, 2017).

3.2.1 *Álcool polivinílico (PVA)*

O álcool polivinílico (PVA) é um polímero de origem sintética, obtido a partir da polimerização do monômero de acetato de vinila, que produz o poli(acetato de vinila) (PVAc). Posteriormente os grupos de acetato são hidrolisados e formam uma cadeia com grupos de hidroxilas (Figura 1). No entanto, esse processo ocorre de uma forma incompleta, uma vez que, o PVA pode apresentar diversos graus de hidrólises (JUVENCIO, 2017).

Figura 1 – Reações de formação do PVA.



Fonte: Jodar (2014).

O PVA é um polímero biodegradável, não cancerígeno, biocompatível e com boa capacidade formadora de filmes (TRIPATHI, MEHROTRA e DUTTA, 2009; ANDRADE, GONZÁLEZ-MARTÍNEZ e CHIRALT, 2020; TSURKO et al., 2017). Apresenta excelentes propriedades de resistência à tração, flexibilidade, barreira a oxigênio, hidrofilicidade e alta estabilidade química (GONZÁLEZ-MARTÍNEZ e CHIRALT, 2020; LEE et al., 2020; ABRAL et al., 2020). As características do PVA são influenciadas pelo seu grau de polimerização, grau de hidrólise, distribuição dos grupos hidroxila, estereorregularidade e a sua cristalinidade (PEREIRA, 2017).

O álcool polivinílico devido às suas propriedades físico-químicas e facilidade de processamento é bastante promissor para aplicações em produtos nos setores farmacêuticos, biomédicos, industriais, comerciais e alimentícios (CARVALHO et al., 2019). A Tabela 2 destaca alguns trabalhos da literatura que utilizam o PVA para a formulação de novos produtos em diversas áreas.

Tabela 2 – Exemplos de alguns trabalhos da literatura com diversas aplicações utilizando o PVA.

Produto	Aplicação	Referência
Hidrogel de PVA e quitosana com nanopartículas de prata	Herbicida	Kaur, Goyal e Agnihotri, 2021
Nanofibras de PVA incorporado com peptídeos CHAT para terapia gênica localizada	Biomédica	Mulholland et al., 2021
Eletrólitos em gel sólido composto por PVA/Bórax dopados com óxido de zinco (ZnO)	Supercapacitores	Demirel et al., 2020
Hidrogel de PVA e lignina superabsorventes de água	Retenção de água no solo ou remoção corantes poluentes	Wu et al., 2019
Concreto emborrachado	Engenharia	Wang et al.,

incorporado com fibras de PVA para melhoramentos das propriedades mecânicas e de durabilidade.		2018
Produção de filmes de PVA e sericina com atividade antimicrobiana.	Biomédica (curativos)	He et al., 2017
Compósitos verdes de PVA com nanocristais de celulose e nanopartículas de Fe_3O_4	Biomédica e embalagens	Roohani et al., 2016
Fabricação de filmes foto-reticulados de ácido hialurônico (HA) e poli (álcool vinílico) contendo grupos estirilpiridínio (PVA-SbQ)	Embalagens	Bai et al., 2015
Nanofibras híbridas de PVa/grafeno produzidas por eletrofiação com propriedades elétricas	Nanoeletrônica (eletrodos transparentes ou supercapacitores)	Ramalingam et al., 2014
Bandeja biodegradáveis com propriedade antimicrobiana de PVA/bagaço de mandioca aditivado com óleos essenciais.	Embalagens	Debiagi et al., 2014

Fonte: O autor (2021).

Além dessas aplicações, pode-se destacar ainda o setor alimentício, onde tem crescido o interesse por novas tecnologias de embalagens que conservem os alimentos por mais tempo, entre elas, estão as embalagens com função ativa.

3.3 EMBALAGENS ATIVAS

Os alimentos podem ter seu prazo de validade reduzido drasticamente quando não se adiciona nenhum tipo de conservante químico ao alimento processado. Pode-se citar como exemplo, a indústria da carne, pois seus produtos tem altas concentrações lipídicas que podem levar os alimentos a oxidação e ocasionar a sua deterioração (DOMÍNGUEZ et al., 2018; CHEN et al., 2019). A degradação dos alimentos também pode ocorrer pela contaminação por micro-organismos (SOARES et al. 2009).

Para tanto, utiliza-se os conservantes químicos para aumentar o tempo de vida dos alimentos. Estes conservantes são adicionados diretamente nos produtos e em doses algumas vezes inadequadas que a longo prazo podem acarretar problemas a saúde dos consumidores (CAMO, BELTRÁN e RONCALÉS, 2008). Consequentemente, tem-se procurado alternativas para a redução desses conservantes químicos e uma das vias é a utilização de aditivos nas formulações das embalagens, originando um novo conceito de embalagens, as denominadas de embalagens ativas.

As embalagens ativas são inversas às tradicionais, pois nesse tipo de material ocorrem interações com os alimentos que são capazes de prolongar a vida útil dos produtos embalados. Existem diversos tipos de embalagens ativas, entre elas, as absorvedoras de oxigênio, etileno, umidade, dióxido de carbono e odores e existem as que liberam substâncias ativas, como por exemplo: dióxido de carbono, compostos antioxidante e compostos antimicrobianos (VERMEIREN, et al., 1999).

Esse novo material acaba sendo mais interessante quando os aditivos que estão nas formulações dessas embalagens são naturais. Dentre as embalagens com funções libertadoras de agentes ativos destacam-se as embalagens ativas antimicrobianas e antioxidantes.

3.3.1 *Embalagens ativas antimicrobianas*

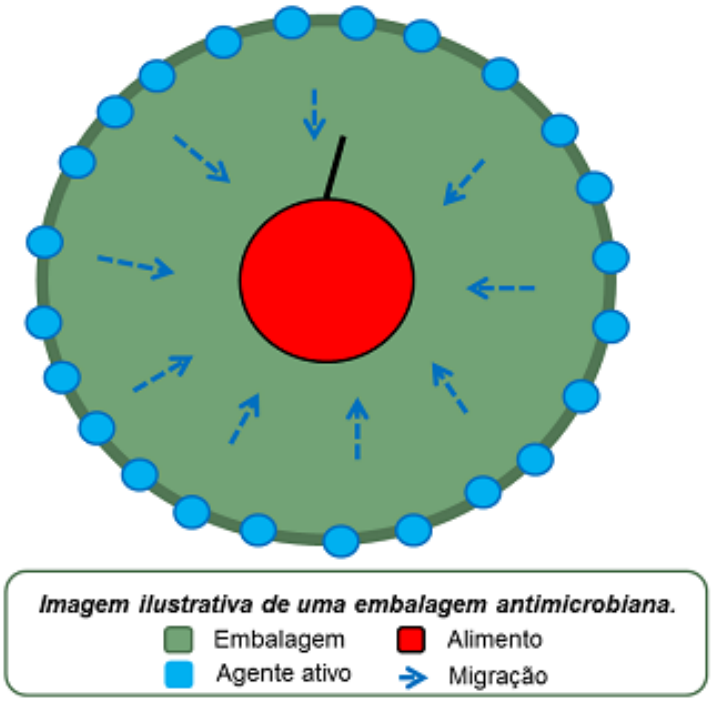
As embalagens ativas com função antimicrobiana apresentam grande potencialidade, pois evitam ou reduzem o crescimento dos micro-organismos que provocam a deterioração dos alimentos e, portanto, o agente ativo pode prolongar o seu tempo de vida útil (REALINI e MARCOS, 2014). Esse tipo de sistema é capaz de

interferir na fase de crescimento microbiano (fase lag) e inibi-lo, em virtude da migração dos agentes ativos para o alimento.

Esse tipo de embalagem é bastante promissor, pois evita a alta concentração de conservantes inseridos diretamente nos alimentos, uma vez que são incorporados na matriz polimérica ou são colocados em sachês ou em forma de etiquetas no interior das embalagens e liberados com uma taxa controlada (SOARES et al. 2009).

A migração do agente ativo antimicrobiano (Figura 2), para o alimento embalado, pode ocorrer por difusão, dissolução ou por equilíbrio e pode ser afetada por diversos fatores: método de produção dos filmes, temperatura, polaridade, volatilidade das substâncias, propriedades dos alimentos e a interação entre o agente ativo e o polímero (TAWAKKAL, CRAN e BIGGER, 2016).

Figura 2 – Imagem ilustrativa do funcionamento de uma embalagem ativa antimicrobiana.



Fonte: SILVA (2015).

3.3.2 *Embalagens ativas antioxidantes*

As embalagens ativas com função antioxidante são sistemas com mecanismos semelhantes aos antimicrobianos, da qual, os agentes ativos devem migrar do filme para a superfície do alimento evitando as reações de oxidação e aumentando o tempo

de prateleira (SOARES et al., 2009), uma vez que as reações de oxidação são umas das principais causas de deterioração dos alimentos com alto teor de lipídios (SANTANA et al. 2013).

Os agentes ativos antioxidantes podem atuar de diferentes formas com o intuito de evitar o processo de oxidação, como: inibir as reações de oxidação provocadas pelos radicais livres; evitar a produção de radicais livres; interromper as reações em cadeia da auto-oxidação lipídica; ativação do oxigênio singlete; inibir enzimas que podem provocar a aceleração da reação e a adição de agentes redutores que provocam maior estabilidade (LEÓN, 2015).

3.3.3 *Estudos realizados sobre embalagens ativas antimicrobianas e antioxidantes*

Devido à grande potencialidade desses tipos de embalagens para a conservação de alimentos perecíveis têm crescido as pesquisas nessa temática.

Tunç e Duman (2011) produziram filmes nanocompósitos de metilcelulose, carvacrol e montmorilonita para aplicação em embalagens ativas com propriedades antimicrobianas. Foram realizadas as seguintes técnicas de caracterização: difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise termogravimétrica (TGA) e atividade antimicrobiana pelo método de microatmosfera. Os autores perceberam através do DRX e MEV que os filmes eram compostos por nanoestruturas. A utilização dos aditivos forneceu um aumento na estabilidade térmica do polímero. No que ser refere à atividade antimicrobiana, perceberam que o carvacrol auxiliou na inibição dos micro-organismos estudados (*Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*).

Dannenberg et al. (2017) desenvolveram filmes de acetato de celulose aditivado com óleo essencial de pimenta rosa. Os autores avaliaram a atividade antimicrobiana dos filmes, utilizando as técnicas de difusão em disco, dispersão em meio líquido e o crescimento *in situ* em queijos fatiados tipo muçarela, contra os micro-organismos *Staphylococcus aureus*, *Listeria monocytogenes*, *Escherichia coli* e *Salmonella typhimurium*. Os autores perceberam que as concentrações utilizadas (2, 4 e 6%) foram eficazes contra *Listeria monocytogenes e Staphylococcus aureus* em todos os meios avaliados. Para a técnica de dispersão em meio líquido somente a

Escherichia coli apresentou sensibilidade ao óleo essencial e para o método *in situ* foi efetivo apenas para o micro-organismos da espécie *Salmonella typhimurium.*

Mulla et al. (2017) desenvolveram filmes de polietileno linear de baixa densidade (PELBD) com superfície tratada com ácido crômico e revestido com óleo essencial de cravo da índia. Nos filmes foram avaliadas as propriedades: de barreira, óticas, mecânicas térmicas, morfológicas e a atividade antimicrobiana. Foi comprovado que ocorreu a incorporação do óleo essencial no filme de PELBD através da espectroscopia de infravermelho (FTIR). A adição do óleo essencial provocou mudanças na coloração dos filmes (amarelado), pelo ensaio mecânico perceberam que os filmes ficaram mais frágeis, por consequência do tratamento de ácido crômico que afetou a estrutura do polímero. Através do MEV observaram que os filmes, após o tratamento, apresentaram rugosidade e pontos de corrosão. Para a atividade antimicrobiana, o óleo essencial de cravo da índia apresentou uma forte atividade, inibindo os micro-organismos *Salmonella Typhimurium* e *Listeria monocytogenes*.

Priyadarshi et al. (2018) estudaram as propriedades de filmes de quitosana aditivado com óleo essencial de semente de damasco. Para tanto, realizaram as análises de espectroscopia por infravermelho (FTIR), microscopia eletrônica de varredura (MEV), ensaio mecânico, permeabilidade ao vapor de água e atividade antimicrobiana e antioxidante pelo método 2,2-Difenil-1-picrilhidrazil (DPPH). Os autores perceberam que a adição do óleo essencial provocou um aumento na barreira ao vapor de água. Em relação ao ensaio mecânico, observaram um aumento no alongamento e para as propriedades antimicrobianas e antioxidantes obteve-se excelentes resultados quando comparados com o filme de quitosana puro.

Jamróz e Kucharek (2018) produziram filmes de amido/gelatina/ágar aditivado com óleo essencial de lavanda. Os autores utilizaram as seguintes técnicas de caracterização: espessura, densidade, solubilidade em água, absorção de água e grau de intumescimento, propriedades mecânicas, atividade antioxidante e antimicrobiana. A espessura do filme aumentou após a adição do óleo essencial, a solubilidade, absorção e o grau de intumescimento diminuíram com o aumento da concentração do óleo essencial. Para as propriedades mecânicas perceberam que o aumento da adição do óleo diminuiu a resistência a tração, entretanto, o alongamento permaneceu inalterado. A atividade antioxidante apresentou resultados significativos com o aumento da concentração do óleo essencial. A análise microbiológica

confirmou propriedades antimicrobianas contra os micro-organismo *Staphylococcus aureus*.

Andrade et al. (2020) produziram filmes por *casting* de poli(butileno adipato-co-tereftalato) – PBAT incorporado com óleo essencial de laranja (OEA) nas concentrações de 5, 10 e 15% (m/m). De acordo com os autores não foi verificado alterações na estabilidade térmica do polímero e temperatura de fusão, mas houve aumento na temperatura de cristalização. Os filmes apresentaram diminuição nas propriedades mecânicas. Foi verificado uma migração do OEA para o inóculo, reduzindo a taxa de crescimento de *E. coli*, observada através da medida de absorbância. Foi constatado que o uso de PBAT/OEA pode ser uma alternativa promissora para uso como embalagem ativa.

Além das pesquisas científicas mencionadas anteriormente é importante destacar alguns trabalhos que utilizam o PVA como matriz polimérica para estudo em aplicações de embalagens ativas antimicrobianas e/ou antioxidantes.

Estevez-Areco et al. (2018) desenvolveram, por eletrofiação, fibras de poli(álcool vinílico) – PVA incorporados com extrato vegetal de alecrim para aplicação em embalagem alimentícia com proteção antioxidante. Os autores caracterizaram o teor de fenólicos totais e a eficiência de atividade antioxidante para o extrato de alecrim. As fibras de PVA/Alecrim mostraram um teor de polifenol de (15,4 ± 0,5) mg de ácido gálico equivalente por gramas de fibras (mgEAG/g) e alcançaram uma atividade antioxidante de (120 ± 8) μmoles equivalente de Trolox/g de fibras (μmol ET/ g), apresentando valores promissores como agente antioxidante. O ensaio de liberação para diversos meios simulantes apresentaram potencialidade para produtos alimentares hidrofílicos e ácidos.

Singh, Gaikwad e Lee (2018) produziram, por *casting,* filmes de PVA com nanocristal de celulose extraído de algas marinhas (CNC) aditivado com extrato vegetal de folhas de manjericão nas concentrações de 5, 10 e 20% (m/v). De acordo com os autores, o extrato de manjericão colaborou para o melhoramento das propriedades de resistência a tração e a permeabilidade ao vapor de água. A presença do CNC aumentou a estabilidade térmica dos filmes. Para a atividade antioxidante foi observado um aumento proporcional à concentração do extrato vegetal (com eficácia de aproximadamente 18 a 42%). Para a atividade antimicrobiana, constataram uma zona de inibição para a espécie Gram positiva *Bacillus cereus*.

Kanatt (2020) desenvolveu filmes ativos e inteligentes de PVA e gelatina incorporado com extrato de folha de amaranto (EFA) para verificar o teor de frescor da carne de peixe e frango, além de atuar com um agente antioxidante e antimicrobiano. Para o extrato de amaranto foi constatada a alta concentração de compostos fenólicos e potencialidade como antioxidante. Para os filmes foi observado maior proteção contra a luz ultravioleta, redução da solubilidade em água e permeabilidade ao vapor de água e melhores propriedades mecânicas. O autor constatou a potencialidade dos filmes produzidos, uma vez que verificou a mudança de sua coloração com a diminuição da qualidade do alimento, devido à alteração do pH do meio. Também foi observada a eficiência da atividade antioxidante e antimicrobiana. Esses resultados implicaram na conservação das amostras de carnes embaladas, visto que o ensaio dos filmes puros tinha uma vida útil de 3 dias, enquanto aqueles em filmes ativos se deterioravam após 12 dias.

A Tabela 3 apresenta mais algumas pesquisas relacionadas as embalagens ativas com função antimicrobiana e antioxidante.

Tabela 3 – Exemplos de pesquisas relacionadas a embalagens ativas com função antimicrobiana e/ou antioxidante.

Matriz	Agente ativo	Aplicação	Referência
PVA/Quitosana	Nanopartícula de prata e extrato de eucalipto	Atividade antioxidante e antimicrobiana	Nwabor et al., 2020.
PVA	Nanopartícula de α-tocoferol	Atividade antioxidante	Carvalho et al., 2019.
Polietileno de baixa densidade (PEBD)	Nanopartícula de óxido de grafeno	Atividade antimicrobiana	Silva-Leyton et al., 2019.
PLA	Antioxidantes fenólicos sintéticos	Atividade antioxidante	Jamshidian et al., 2012.
Hidroxipropilmetilcelulose (HPMC)	Nanopartícula de prata	Atividade antimicrobiana	Moura, Mattoso e Zucolotto, 2012.
Metilcelulose	Extrato de maqui (*Aristotelia chilensis*)	Atividade antioxidante	Dicastillo et al., 2016.
Poli(hidroxibutirato-co-hidroxivalerato) (PHBV)	Óleo essencial de orégano	Atividade antimicrobiana	Costa et al., 2020.
Amido de mandioca	Óleo essencial de capim limão	Atividade antimicrobiana	Mendes et al., 2020.
Polietileno tereftalato (PET) / polipropileno (PP)	α-tocoferol	Atividade antioxidante	Franco, Incarnato e De Marco, 2019.

Poli(etileno-co-acetato de vinila) - EVA	Antocianina e extrato vegetal de alecrim	Atividade antioxidante, antimicrobiana e embalagens inteligentes	Eskandarabadi et al., 2019.
Amido comercial	Carvacrol	Atividade antimicrobiana	Gaglio et al., 2021.
PVA/gelatina	Nanopartículas de ZnO, TiO_2	Atividade antimicrobiana	Azizi-Lalabadi et al., 2020.
Goma de guar	Óleo essencial de laranja e/ou curcumina	Atividade antimicrobiana	Aydogdu et al., 2020.
Gelatina e quitosana	Eugenol e óleo essencial de gengibre	Atividade antioxidante	Bonilla et al., 2018.
PVC	Nanopartículas de prata	Atividade antimicrobiana	Braga et al., 2018.

Fonte: O autor (2021).

3.3.4 *Extratos vegetais*

A escolha dos agentes ativos é de grande importância, pois esses são os responsáveis pelo desempenho da embalagem ativa. Atualmente, os conservantes mais utilizados pela indústria alimentícia nos alimentos ou nas embalagens são de origem sintética (SANTANA et al.,2013). Entre eles, estão o butil hidroxianisol (BHA), butil hidroxitolueno (BHT) e terc-butil hidroquinona (TBHQ) que são empregados para inibir as reações de oxidação dos alimentos (SANTANA et al., 2013). Já para inibir a contaminação de micro-organismos são utilizados: sais de prata, sorbatos, benzoatos, propionatos, ozônio, peróxido, dióxido de enxofre, antibióticos, zeólito de prata, entre outros (BRAGA e PERES, 2010).

A utilização desses conservantes sintéticos podem provocar danos à saúde dos consumidores, além de diminuir a qualidade dos alimentos (POLONIO e PERES, 2009).

O uso de extratos vegetais na indústria alimentícia tem se apresentado bastante promissor devido à sua potencialidade de atuar como uma alternativa aos produtos químicos e agentes com propriedades antimicrobianas e antioxidantes de origem sintética (PERUMALLA e HETTIARACHCHY, 2011). Assim, a aplicação de produtos vegetais, como, os óleos essenciais e extratos vegetais, estão ganhando mais espaço para uma possível substituição desses aditivos.

Os extratos vegetais geralmente são considerados seguros para a utilização em alimentos (CODEVILLA et al., 2015), a depender do solvente extrator e das substâncias extraídas. Por isso, além de considerar as propriedades funcionais dos compostos extraídos, eficácia, custo, disponibilidade e alteração organolépticas nos alimentos, a toxicidade destes extratos devem ser avaliados (CODEVILLA et al., 2015; PERUMALLA e HETTIARACHCHY, 2011).

As propriedades funcionais dos extratos são devido à presença de determinados compostos químicos existentes na sua composição, como: quinonas, flavonóis, alcaloides, lectinas, polifenóis, carotenoides e flavonoides (CODEVILLA et al., 2015; PERUMALLA e HETTIARACHCHY, 2011).

Os extratos vegetais podem ser obtidos através da extração por solvente, que é um processo químico eficiente de obtenção de óleo e\ou o extrato vegetal sem alterar as propriedades químicas. Atualmente, os solventes mais usados são: os derivados de petróleo, como n-hexano e benzeno, e outros, como álcoois metílico, etílicos e propílicos, cetona, pentano e diversos solventes cloratos.

Na literatura encontra-se diversos trabalhos comprovando a eficiência antimicrobiana e antioxidante dos extratos vegetais, conforme apresentado na Tabela 4.

Tabela 4 – Exemplos de extratos vegetais com propriedades antioxidantes e antimicrobianas.

Extrato vegetal	Tipo de atividade	Aplicação	Referência
Extratos de canela (*Cinnamomum zeylanicum*), cravo (*Syzygium aromaticum*), gengibre (*Zingiber officinale*) e cúrcuma	Antifúngico	Fungicida	El-Samawaty et al., 2021.
Extrato vegetal de café, cacau e canela	Antioxidante	Embalagens ativas	Moraczewski et al., 2020.
Extrato vegetal de *Euclea racemosa*	Antimicrobiana	Biomédica	Fatima et al., 2021.
Extratos de folhas de maracujá doce (*P. alata*), araçá (*P. cattleianum*), alecrim (*R. officinalis*) e orégano (*O. vulgare*).	Antioxidante	Biomateriais	Ponzilacqua et al., 2019.

Extrato vegetal de *Fagonia indica*	Antioxidante	Conservação de alimentos	Khaliq, Ramzan e Baloch, 2019.
Glycyrrhiza uralensis, *Solvia miltiorrhiza*, *Paeonia suffruticosa*, *Spirodela polyrrhiza*, *Areca catechu* var. *dulcíssima*, *Cornus officinalis*, *Alpinia officinarum*, *Nelumbo nucifera* e *Cinnamomun cassia*	Antioxidante	Farmacêutico	Lee et al., 2003
Melissa officinalis,Lavandula latifólia e *Origanum vulgare*	Antioxidante	Alimentícia	Gayoso et al., 2018.
Cinnamomum javanicum	Antioxidante e antimicrobiano	Conservação de alimentos	Yuan et al., 2017.
Estudo com extratos vegetais de 59 espécies de plantas	Antimicrobiano	Farmacêutico	Roumy et al., 2020.
Extratos da casca da fruta de macadâmia e mirtilo	Antimicrobiano	Embalagens ativas	Saberi et al., 2017.
Extrato vegetal de *Pistacia lentiscus L.*	Antimicrobiano	Embalagens ativas	Djebari et al., 2021.
Extrato vegetal de *Eugenia uniflora L.*	Antifúngico e antioxidante	Embalagens ativas	Chakravartula et al., 2020.

Fonte: O autor (2021).

3.4 PLANTAS REGIONAIS DO SERTÃO

A biodiversidade dos diversos setores geográficos pode ser considerada uma importante fonte de informação e de aquisição de substâncias químicas que podem proporcionar diversos avanços para a saúde humana (POLICARPO et al., 2018). Dessa forma evidencia-se a importância de estudar cada bioma e beneficiar-se responsavelmente de seus diversos recursos. O Brasil apresenta diversos tipos de biomas com características e vegetações distintas, entre eles está a Caatinga.

A Caatinga é um bioma exclusivamente brasileiro e predomina na região do semiárido, onde estão catalogadas cerca 2240 espécies de vegetais e animais pertencentes a essa região, sendo que 481 espécies são tipicamente desse ecossistema (MARIA e AVANCINI, 2013).

O semiárido é caracterizado pela baixa incidência de chuvas, elevadas temperaturas e o solo prevalentemente cristalino (pouco permeável), entretanto, acumula uma enorme riqueza na sua fauna e flora, mesmo com as condições adversas (MARIA e AVANCINI, 2013). Apesar dessa grande riqueza é o bioma brasileiro mais desvalorizado e mal investigado botanicamente (PEREIRA JÚNIOR et al., 2014).

A região da caatinga apresenta diversas espécies de vegetais com potencialidade de uso fitoterápico, conforme apresenta a Tabela 5.

Tabela 5 – Descrição de algumas espécies encontradas no bioma da caatinga.

Família/espécie	**Nome popular**	**Indicação**	**Parte utilizada**
ANACARDIACEAE *Myracrodruom urundeuva Allemão.*	Aroeira	Inflamação, problemas estomacais, doenças do aparelho respiratório, cicatrizante	Casca, folhas
Spondias mombin L.	Cajazeira	Problemas de pressão arterial	Sementes
APOCYNACEAE Rauvolfia ligustrina Willd.	Arrebenta bucho	Dor de dente	Líquido leitoso do fruto
ARECACEAE Syagrus cearensis Noblick.	Catolé	Complicações renais, problemas de visão	Raiz, líquido do fruto
BIGNONIACEAE *Dolichandra quadrivalvis (Jacq.) L. G. Lohmann.*	Cipó pé de lagartixa	Cisto no ovário	Folhas
Handroanthus impetiginosus (Mart. ex DC.) Mattos.	Pau d'arco roxo	Problemas estomacais, inflamação, doenças do aparelho respiratório	Casca
Handroanthus serratifolius (Vahl.) S. O. Grose.	Pau d'arco amarelo	Inflamações, doenças do aparelho espiratório	Casca
Jacaranda jasminoides (Thunb.) Sandwith.	Caroba	DST, inflamação	Cascas e folhas
BORAGINACEAE *Heliotropium indicum L.*	Fedegoso	Doenças do aparelho respiratório	Flor
CACTACEAE *Cereus jamacaru DC*.	Cardeiro	Problemas estomacais, complicações renais,	Raiz, caule

		mordida de cobra	
EUPHORBIACEAE *Cnidoscolus urens (L.) Arthur*	Urtiga branca	Inflamação, câncer de próstata	Raiz
Croton blanchetianus Baill	Marmeleiro	Problemas gastrointestinais	Casca
Tragia volibilis L.	Urtiga	Tônico	Raiz
Jatropha mollissima (Pohl) Baill	Pinhão bravo	Dor de dente, verrugas	Látex da folha
Sapium argutum (Müll. Arg.) Huber.	Burra leiteira	Rachaduras nos pés	Látex do caule
RAMNACEAE *Zizipus joazeiro Mart*.	Juazeiro	Anticárie, inflamação, problemas do couro cabeludo	Entrecasca, raiz
SAPINDACEAE *Solanum paniculatum L.*	Jurubeba	Doenças do aparelho respiratório, anemia, tônico, problemas no fígado	Fruto, raiz, flor
RUBIACEAE *Genipa americana L.*	Jenipapo	Colesterol, problemas estomacais, diabetes, nervosismo, osteoporose, anemia, tônico	Fruto
Tocoyema bullata (Vell.) Mart.	Jenipapo bravo	Lesões osteomusculares	Casca
NYCTAGINACEAE *Passiflora cincinnata Mart.*	Maracujá mochila	Inflamações externas, problemas cardíacos	Folhas

Fonte: Adaptado de Cordeiro e Félix (2014).

Entre as diversidades de espécies presentes no bioma da caatinga estão: *Anadenanthera colubrina (Vell.) Brenan var. Cebil (Griseb.) Von Reis Alt*. (Angico de caroço), *Anacardium occidentale* (cajueiro), *Mimosa hostilis* (Jurema preta), *Caesalpinia leiostachya (Benth.) Ducke (Caesalpinioideae)* (Pau ferro) e *Commiphora leptophloeos* (Amburana de cambão) que serão estudadas nessa presente pesquisa.

3.4.1 *Angico de caroço*

A espécie *Anadenanthera colubrina* (Vell.) *Brenan var. Cebil (Griseb.) Von Reis Alt.* faz parte da subfamília *Mimosaideae (Leguminosae)* (Figura 3). É um tipo de

vegetal arbóreo que pode ser encontrado em diversos biomas, entre eles, a Caatinga, popularmente conhecido como angico (NEPOMUCENO et al., 2007).

O angico de caroço é uma árvore de grande porte que pode chegar a ter entre 4 a 7 metros de altura na região da caatinga (10 a 20 metros em outras regiões), pode apresentar a circunferência do caule de 30 a 50 centímetros, que é revestido por uma casca grossa, rugosa e que contêm acúleos esparsos (CASTRO, 2011).

Figura 3 – Imagem da espécie *Anadenanthera colubrina (Vell.) Brenan var. Cebil (Griseb.) Von Reis Alt.*

Fonte: O autor (2021).

Foram realizadas algumas investigações sobre a composição química do angico que resultou na presença de um novo tipo de flavonoide denominado anadantoflavona. Esse vegetal também apresenta os seguintes metabolitos secundários: alusol, lupenona, lupeol, ácido betulínico, amirina, sitosterol, estigmasterol, apigenina, ácido 4-hidroxibenzóico e ácido cinâmico (GUTIERREZ-LUGO et al., 2004).

De acordo com Albuquerque et al. (2007), o angico de caroço apresenta potencialidade para o tratamento de anemia, tosse, asma, bronquite, coqueluche, pulmão, gripe, inflamações em geral, câncer, lesão, difteria, fissuras em pé e gastrite.

Na literatura encontra-se trabalhos que buscam comprovar a atividade antimicrobiana e antioxidante dos extratos vegetais de angico para aplicações em fitoterápicos (SANTANA, 2011; CASTRO, 2011).

3.4.2 *Cajueiro*

A espécie *Anacardium occidentale Linn.* pertence à família Anacardiaceae, conhecida comumente cajueiro. O cajueiro (Figura 4) é originário do Brasil e pode ser encontrado facilmente no Nordeste brasileiro (SILVA et al., 2007; JAISWAL et al., 2017).

Figura 4 – Imagem da espécie Anacardium occidentale Linn. (cajueiro).

Fonte: O autor (2021)

O cajueiro é bastante utilizado como fitoterápico, destacando em aplicações para dores de dente, anti-inflamatório, bronquites artrites, cólicas intestinais, icterícia, contra diabetes, asma e antioxidante (SILVA et al., 2007; BAPTISTA, 2018; JAISWAL et al., 2016).

Existem estudos que revelam a composição fitoquímica do cajueiro, e relatam a presença de vários compostos, como, glicosídeos, glicose e flavonoides (JAISWAL et al., 2016). Nos óleos essenciais obtidos do caju pode-se encontrar compostos dos grupos dos ésteres, terpenos, hidrocarbonetos, ácidos carboxílicos, aldeídos, álcoois, cetonas, lactonas e norisoprenóides (BICALHO et al., 2000).

Alguns estudos sobre óleos essenciais e extratos vegetais do cajueiro apontam a sua potencialidade para inibir os micro-organismos da espécie *Staphylococcus aureus* (PEREIRA et al., 2015). No trabalho de TREVISAN et al. (2009) observou-se que o extrato de cajueiro apresentou ótima potencialidade para inibir o micro-organismos de *Staphylococcus aureus* resistentes a penicilina.

3.4.3 *Jurema preta*

A jurema preta (*Mimosa tenuiflora*) (Figura 5) pertence à família *Leguminosae* e subfamília *Mimosoidae*, comumente encontrada na Caatinga sendo utilizada para a forragem e tornando-se uma das importantes fontes de alimentação animal da região, também é bastante utilizada para a produção de carvão (BEZERRA et al., 2008).

Figura 5 – Árvore de Jurema preta.

Fonte: O autor (2021).

A jurema preta apresenta potencialidade para tratamento de feridas, parasitas e problemas gastrointestinais, também pode ser utilizado para inibir micro-organismos, como a *Staphylococcus aureus* (PEDONE-BONFIM et al., 2018; BEZERRA et al., 2008).

As propriedades fitoquímicas estão relacionadas a presença dos grupos químicos dos taninos e flavonoides, esses compostos possivelmente são responsáveis pela sua atividade antimicrobiana (BEZERRA et al., 2008).

3.4.4 *Pau ferro*

A *Caesalpinia ferrea,* bastante conhecida popularmente como pau-ferro (Figura 6), é uma arvore que apresenta altura entre 10-20 metros, tronco liso, escuras e com a presença de manchas brancas (LENHARD, SCALON e NOVELINO, 2010).

Figura 6 – Espécie *Caesalpinia ferrea* (Pau ferro)

Fonte: O autor (2021).

De acordo com SILVA (2014), o pau ferro é conhecido na medicina popular e aplicado para tratamento antidiabético, expectorante cicatrizante, anti-diarréico, anti-térmico, antitumorais, anti-inflamatório e analgésico.

Essas propriedades se devem a composição química presente no caule e nas folhas, em especial, aos grupos dos flavonoides, taninos, esteroides, saponinas, cumarina, fenóis e ácido gálico (SILVA, 2014). A casca, sementes, frutos e raízes são utilizados para emagrecimento, como purificador de toxinas no organismo e no combate à anemia (LENHARD, SCALON e NOVELINO, 2010).

3.4.5 *Amburana de cambão*

A *comminphora leptophloeos* (Figura 7) é uma árvore de pequeno porte que pode ter a espessura da casca do caule até 0,63 cm de espessura, as cascas externas são aparentemente lisas, lustrosas e desprende-se em lâminas delgadas, são bastante conhecidas pelas denominações imburana, imburana-de-cambão, umburana ou amburana (PEREIRA, 2016).

Figura 7 – Espécie *Comminphora leptophloeos* (amburana de cambão).

Fonte: O autor (2021).

A amburana é uma espécie pertencente a Caatinga e de acordo com Pereira (2016) não existem estudos sobre o potencial biológico dos seus extratos, apenas pesquisas relacionadas aos seus óleos essenciais para aplicações antimicrobianas.

Entretanto, o gênero *Comminphora* está associado a mais de 150 espécies que são encontradas em diversas partes do planeta, como, nordeste da África, sul da Arábia e Índia. Para essas espécies existem diversos estudos fitoquímicos que caracterizaram a sua composição química, e relataram a presença de mais de 300 compostos. Entre eles, estão o grupo dos flavonoides, esteroides, monoterpenos, lignanas de cadeias alifáticas (ASHRY et al.,2003; HANUS et al. 2005; LANGENHEIM, 2003; VOLLESEN, 1989; PEREIRA, 2016).

O gênero *comminphora* apresenta propriedades antitumorais, anti-inflamatória, características hipolipemiantes, atividade antimicrobiana (*Pseudomonas aeruginosa, Fusarium culmorum, Phytophtora cryptogea* e *Alternaria solani*) e atividade antioxidante (PEREIRA, 2016).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

O material vegetal (angico de caroço, cajueiro, jurema preta, pau ferro e umburana de cambão) foi obtido no município de Serra Talhada localizado na região do sertão do Pajeú do estado de Pernambuco. As cascas do caule dos vegetais foram expostas ao sol para a sua secagem. Posteriormente, as cascas foram trituradas com auxílio de um moinho de facas com o intuito de aumentar a área superficial do material.

Para o desenvolvimento da pesquisa também foi necessário utilizar: etanol PA (Química Moderna), metanol PA (Vetec), Reagente Folin-Ciocalteau (Êxodo Científica), carbonato de cálcio (Vetec), molibdato de amônio (Synth), fosfato de sódio monobásico (Vetec), ácido sulfúrico (Química Moderna), ácido ascórbico (Vetec), ácido gálico (Nuclear), cloreto de alumínio (Dinâmica) e quercetina (Sigma Aldrich).

Para a preparação dos filmes utilizou-se o álcool polivinílico (PVA) da marca Neon (lote 31599) de peso molecular 104.500,00 g/mol e grau de hidrólise 88,0%.

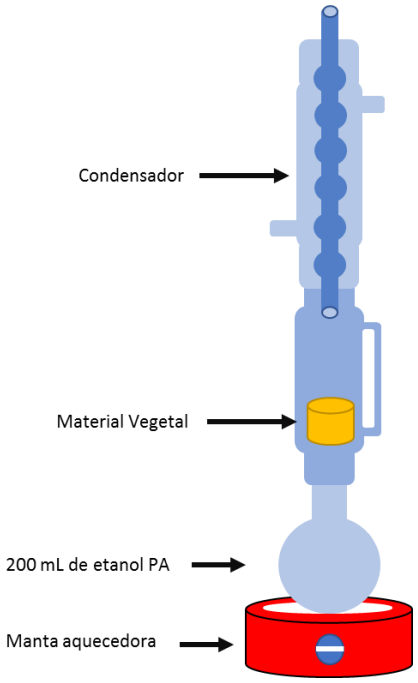
4.2 PREPARAÇÃO DO EXTRATO VEGETAL

4.2.1 Extração por método sohxlet

As extrações para cada vegetal (angico de caroço, cajueiro, jurema preta, pau ferro e umburana de cambão) foram realizadas em triplicatas e em três diferentes tempos (4, 6 e 8 horas) para a avaliação do seu rendimento.

Inicialmente pesou-se aproximadamente 20,000g do material vegetal triturado e colocou-se em cartuchos confeccionados com papel de filtro de 24 cm de diâmetro e inseriu-se o cartucho na câmara do sohxlet. Em seguida, adicionou-se 200 mL de etanol PA, em um balão de fundo redondo de volume de 250 mL. Posteriormente montou o sistema, de acordo com o esquema da Figura 8.

Figura 8 – Esquema do sistema de extração pelo método sohxlet.



Fonte: O autor (2021).

Após a montagem do sistema, a manta foi aquecida até a temperatura de ebulição do etanol e aguardou-se a primeira gota do solvente condensar sobre o cartucho do vegetal para o início da contabilização do tempo de extração. Os extratos vegetais foram armazenados sob refrigeração.

4.2.2 Avaliação do rendimento

Para o cálculo do rendimento dos compostos vegetais foi adotada uma adaptação da metodologia de Oliveira et al. (2016) que consiste em algumas etapas após a extração do material.

Inicialmente foi necessário medir o volume final obtido da extração com o auxílio de uma proveta, em seguida, retirou-se 1 mL da solução e adicionou-se em um vidro de relógio previamente pesado, colocou-se o sistema em uma estufa com circulação de ar na temperatura de 70°C para a evaporação do etanol. Posteriormente pesou-se o vidro de relógio até a obtenção de massa constante.

Para o cálculo do rendimento foi necessário a utilização das equações 1 e 2. A Equação 1 trata do cálculo proporcional da massa total extraída e a Equação 2 refere-se ao rendimento percentual relativo à massa de material vegetal triturado.

$$Massa\ total\ de\ extrato = massa\ do\ extrato\ seco\ (1\ mL) x\ Volume\ total \quad (1)$$

$$Rendimento\ (\%) = \frac{Massa\ Total\ extraída}{Massa\ da\ casca\ do\ vegetal}\ x\ 100 \quad (2)$$

4.3 CARACTERIZAÇÃO DOS EXTRATOS VEGETAIS

4.3.1 Espectroscopia por infravermelho (FTIR)

Para a avaliação das estruturas químicas presentes nos extratos vegetais estudados, foi utilizado o espectrofotômetro de infravermelho da *Shimadzu IRTracer 100* com acessório de reflectância total atenuada (ATR). Para a realização da leitura espectroscópica foi gotejado o extrato etanólico no cristal de diamante do acessório e aguardou-se a evaporação do álcool etílico para o início do escaneamento da amostra. As leituras foram realizadas através dos seguintes parâmetros: região do infravermelho médio na faixa de 4000 a 700 cm^{-1}, resolução de 4 cm^{-1} e 45 varreduras.

4.3.2 Flavonoides totais

Para a realização do teste de teor de flavonoides, foi utilizada a metodologia de Oliveira et al. (2016).

Inicialmente, foram preparadas soluções metanólicas dos extratos vegetais secos na concentração de 1000 $\mu g.mL^{-1}$ e de cloreto de alumínio 5% (m/v). Depois, em um tubo de ensaio, foram adicionados 2 mL da solução do extrato, 1 mL da solução metanólica de cloreto de alumínio e 2 mL de metanol PA. Para o branco, foram utilizados 2 mL de metanol PA no lugar da solução do extrato vegetal.

Após a solução permanecer em repouso por 30 minutos, na ausência de luz, foram feitas as leituras em espectrofotômetro UV/Vis no comprimento de onda de 420 nm. Todas as análises foram feitas em quintuplicatas.

A curva de calibração foi realizada utilizando a quercetina nas concentrações de 1,58; 3,17; 6,35; 12,70; 25,40; 50,80 μg mL^{-1} como padrão e os teores de flavonoides totais foram determinados a partir da equação obtida (y=41,895x – 1,0000, R=0,993).

4.3.3 Fenólicos totais

Primeiramente foi preparada uma solução do extrato vegetal (1000 μg mL^{-1}). Posteriormente, em tubos de ensaio, foram colocados 8 mL de água destilada, 0,5 mL do reagente Folin-Ciocalteau e 0,5 mL do extrato vegetal. Os tubos foram agitados durante 3 minutos e depois foi adicionado 1 mL de uma solução saturada de carbonato de cálcio e a solução mantida em repouso por 60 minutos.

Foi utilizado o ácido gálico PA (3,125; 6,25; 12,5; 50; 100; 150 μg mL^{-1}) como padrão de referência para construir uma curva de calibração, por meio da qual obtém-se a equação referente a inclinação da reta (y=147,8x + 2,639, R=0,991) utilizada para o cálculo do teor de fenólicos totais.

As medidas foram realizadas em um espectrofotômetro UV/VIS no comprimento de onda de 720 nm. Para o branco foi substituído a fração correspondente ao extrato ou ácido gálico por etanol PA. O experimento foi realizado na ausência de luz e em triplicata.

4.3.4 Capacidade antioxidante total (fosfomolibdênio)

A capacidade antioxidante total dos extratos foi determinada pelo método de fosfomolibdênio a partir da metodologia proposta por Nibir et al. (2017).

Para esse ensaio foram adicionadas aos tubos de ensaio, alíquotas de 0,3 mL do extrato vegetal, na concentração de 200 μg mL^{-1} em metanol, juntamente com 3 mL de uma solução reagente composta de ácido sulfúrico (0,6 mol L^{-1}, fosfato de sódio (28 mmol L^{-1}) e molibdato de amônio (4 mmol L^{-1}). Para o branco foi utilizado 0,3 mL

de metanol PA para substituir a alíquota de extrato vegetal, e para o padrão, uma solução metanólica de ácido ascórbico (200 µg mL^{-1}).

Os tubos de ensaio foram fechados e mantidos em banho térmico a 95°C por 90 min. Após o resfriamento, a leitura das absorbâncias foi feita em espectrofotômetro UV/Vis no comprimento de onda de 695 nm. Foram realizadas triplicatas para todas as amostras.

A capacidade antioxidante das amostras foi expressa em Atividade Antioxidante Relativa (AAR), em relação aos padrões, de acordo com a Equação 3.

$$AAR\ (\%) = \frac{(Abs.amostra - Abs.branco)}{(Abs.\ padrão - Abs.branco)}\ x\ 100 \quad (3)$$

4.3.5 Atividade antioxidante pelo método 2,2- difenil- 1- picril-hidrazil (DPPH)

A determinação da atividade antioxidante foi realizada utilizando a metodologia adaptada de Brand-Williams (1995). Inicialmente preparou-se a solução dos extratos vegetais na concentração de 1000 µg mL^{-1}. Posteriormente pesou-se 2,5 mg de DPPH e adicionou-se a um balão volumétrico de 100 mL com uma solução de metanol 80% (v/v) até atingir o menisco. Após foi inserido 3,9 mL da solução de DPPH em tubos de ensaios cobertos por papel alumínio e 0,1 mL da solução do extrato vegetal. O sistema foi mantido em repouso por 30 minutos ao abrigo da luz. Efetuou-se as leituras em um espectrofotômetro UV/VIS no comprimento de onda de 515 nm. Os ensaios foram realizados em triplicata e, para o controle, foi adicionado 0,1 mL da solução de metanol 80% (v/v) substituindo o extrato vegetal. A porcentagem de inibição foi calculada utilizando a equação 4.

$$\%\ Inibição\ DPPH = \frac{Abs_{controle} - Abs_{amostra}}{Abs_{controle}}\ x\ 100 \quad (4)$$

4.3.6 Atividade antimicrobiana por difusão em disco

Antes de avaliar a atividade antimicrobiana nos extratos vegetais realizou-se um procedimento de secagem em estufa operando a 80°C, durante um período de 24 horas, do extrato etanólico para obtenção do material seco. Esse procedimento foi realizado para eliminar uma possível interferência do etanol na avaliação seguinte.

Para a avaliação antimicrobiana dos extratos vegetais de angico de caroço, cajueiro, jurema preta, pau ferro e umburana de cambão, foram utilizadas as seguintes bactérias: *Escherichia coli, Enterobacter aerogenes* e *Staphylococcus aureus.*

O meio ágar nutritivo foi previamente esterilizado e inserido em placas de Petri que então foram inoculados com 0,1 mL de suspensão bacteriana (10^{-5} na escala de MacFarland). Após esses procedimentos foram perfurados poços no meio nutritivo e adicionados os extratos vegetais secos.

Posteriormente, as placas foram incubadas durante 24 horas na temperatura de 30ºC. Após o período de incubação foi realizada a medida do halo de inibição com o auxílio de um paquímetro. As análises foram todas realizadas em triplicata.

4.4 PREPARAÇÃO DOS FILMES POLIMÉRICOS

Os filmes poliméricos de álcool polivinílico (PVA) foram preparados a partir do método de evaporação do solvente (*solution casting*). Incialmente pesou-se a massa referente ao PVA (Tabela 6) e adicionou-se 50 mL de água destilada, agitou-se o sistema durante 60 minutos na temperatura de 85°C e a solução filmogênica foi resfriada até a temperatura ambiente.

Em seguida, adicionou-se a fração do extrato vegetal, previamente solubilizado em 20 mL em etanol PA na solução polimérica de PVA durante 15 minutos em temperatura ambiente em agitação. Verteu-se a solução em placas de petri (diâmetro 15 cm), após evaporação do solvente em estufa na temperatura de 50°C por 24 horas, o filme foi formado.

Tabela 6 – Formulação dos filmes aditivados com extrato vegetal de plantas do sertão.

Amostras	**PVA (g)**	**Extrato vegetal (g)**
PVA puro	1,500	0,000
PVA + 1% Extrato	1,485	0,015
PVA + 5% Extrato	1,425	0,075
PVA + 10% Extrato	1,350	0,150
PVA + 15% Extrato	1,275	0,225

Fonte: O autor (2021).

4.5 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES POLIMÉRICOS

4.5.1 Espectroscopia por infravermelho (FTIR)

Para a avaliação da incorporação dos extratos vegetais nos filmes poliméricos de PVA foi utilizada a espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), equipamento da marca Perkin Elmer, utilizando o acessório de Refletância Total Atenuada (ATR). Nas seguintes condições: região do infravermelho médio na faixa de 4000 a 650 cm^{-1}, resolução de 4 cm^{-1} e 16 varreduras.

4.5.2 Análise das componentes principais (PCA)

A PCA foi utilizada como complemento da análise de espectroscopia de infravermelho utilizando as mesmas condições mencionadas no subtópico 4.5.1. As amostras foram medidas em quintuplicata para cada formulação dos filmes poliméricos. Os espectros foram tratados utilizando o software The Unscrambler versão 9.7. A região escolhida foi entre 4000-650 cm^{-1} e aplicado a 1ª derivada (Savitzky–Golay) com 21 pontos de suavização e polinômio de 2ª ordem visando corrigir a interferência dos ruídos.

4.5.3 Transparência

O ensaio de transparência dos filmes de PVA puro e aditivado com os extratos vegetais foi realizado através do espectrofotômetro de UV/VIS utilizando uma adaptação da metodologia de Han e Floros (1997). Inicialmente recortou-se as amostras em triplicatas nas dimensões de 0,9 x 3,0 cm. Foram realizadas as medidas de espessuras dos filmes recortados, em seguida inseriu-se em uma cubeta de quartzo e realizou-se as leituras de transmitância no comprimento de onda de 600 nm. Para o branco foi realizada a leitura da cubeta vazia. A transparência foi determinada utilizando a equação 5.

$$Transparência = \frac{\log T}{x} \quad (5)$$

Em que T é a transmitância (%) no comprimento de onda de 600 nm; x é a espessura dos filmes (mm).

4.5.4 Ensaio mecânico em tração

Para a realização do teste mecânico em tração foi utilizado o equipamento universal da marca SHIMADZU – Linha AGS-X 10 kN seguindo a norma da ASTM D882-12 (2012), na temperatura ambiente e sem controle de umidade, aderindo os seguintes procedimentos: dimensões do corpo de prova 100x15 mm, distância entre as garras de 50 mm e velocidade do ensaio de 12,5 mm/min.

Foram realizados os testes em tração para os filmes de PVA puro e aditivado com os extratos vegetais nas concentrações de 1% e 5% (m/m). Utilizou-se 3 filmes de cada formulação, sendo que para cada formulação foram utilizados 10 corpos de prova.

4.5.5 Difração de raios-X (DRX)

A análise de difração de raios X (DRX) foi obtida através dos parâmetros propostos por Spagnol et al. (2018). Foi utilizado um difratograma de raios X com uma tensão aplicada de 40 kV e uma corrente de 30 mA (radiação CuKα= 1,5418 Å), na faixa de 2θ = 10-50° e uma velocidade de $2°.min^{-1}$.

Para o tamanho do cristalito (t) foi utilizado a Equação 6 descrita por Costa (2012).

$$t = \frac{0{,}9 \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \quad (6)$$

Onde λ é o comprimento de onda da radiação (1,5418 Å), β é a largura do pico à meia altura em radianos e θ é o ângulo de intensidade máxima do pico (2θ ≈ 20°).

O espaçamento interplanar foi calculado pela substituição do ângulo de espalhamento, 2θ, do pico mais intenso na equação de Bragg (Equação 7) como descrito por Martins (2015).

$$d = \frac{\lambda}{2.sen.\theta} \quad (7)$$

4.5.6 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Foram avaliados os eventos térmicos das amostras de PVA puro e aditivado com as concentrações de 1 e 5% (m/m), utilizando a técnica de calorimetria exploratória diferencial (DSC), no equipamento da marca Mettler Toledo, modelo 1 STARe System. A massa da amostra (5-10 mg) foi introduzida no cadinho de alumínio sob atmosfera de nitrogênio com um fluxo de 50 mL/min. Para a análise térmica foi utilizada a faixa de temperatura de 30°C até 260°C com taxa de aquecimento de 20°C/min.

4.5.7 Análise Termogravimétrica (TGA)

Para a análise termogravimétrica foi utilizado o equipamento da marca Mettler Toledo do modelo TGA2. As análises foram realizadas em uma faixa de temperatura entre 30-700 °C utilizando uma taxa de aquecimento de 25 °C/min, sob atmosfera inerte de nitrogênio a um fluxo de 50 mL/min.

4.5.8 Permeabilidade ao vapor de água

Em um recipiente cilíndrico (2,9 cm de diâmetro) foi adicionado cloreto de cálcio deixando um espaço vazio de aproximadamente 1,5 cm entre o sal e a abertura do recipiente. Os filmes poliméricos foram vedados na abertura do recipiente evitando qualquer entrada de ar.

Em seguida, os sistemas foram acondicionados em dessecadores na presença de uma solução saturada de cloreto de sódio (75% umidade relativa). As massas dos recipientes foram medidas durante um período de 8 dias em intervalos fixos de tempo.

Para calcular a velocidade ou taxa de transmissão do vapor de água (TPVA) foi empregada a Equação 8.

$$TPVA = \frac{\Delta_m}{\Delta_t . A} \quad (8)$$

Onde ∆m é a variação de massa, ∆t é o tempo durante o qual ∆m ocorreu e A é a área. Por fim, a permeabilidade ao vapor de água (PVA) foi obtida utilizando a Equação 9.

$$PVA = \frac{\Delta_m}{\Delta_t . A} . \frac{X}{\Delta_P} \quad (9)$$

Onde $\Delta m/\Delta t$ é a massa 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).

4.5.9 Atividade antioxidante dos filmes poliméricos

As amostras dos filmes poliméricos aditivados com o extrato vegetal, de massa aproximadamente 100 mg, foram imersos em 12 mL de água e levadas ao banho termostático a 50 °C por 30 minutos. Após esse período, as amostras foram filtradas, sendo o sobrenadante analisado quanto a capacidade antioxidante total e a atividade antioxidante pelo método de captura de radicais livres (DPPH), conforme foi descrito, respectivamente, nas subseções 4.3.4 e 4.3.5.

4.5.10 Atividade antimicrobiana dos filmes poliméricos

A atividade antimicrobiana dos filmes poliméricos foi realizada utilizando a metodologia adaptada de Andrade et al. (2020). Incialmente, foi inoculado 1% (v/v) de uma suspensão bacteriana de *Staphylococcus aureus* de turbidez 0,4 na escala de MacFarland em um tubo de ensaio com 20 mL do meio de cultura Luria-Bertani (LB), previamente esterilizado. Sob condições estéreis, foi adicionado um corpo de prova do filme polimérico (4x4 cm) ao tubo de ensaio com o meio de cultura.

Em seguida, os tubos foram incubados na temperatura de 35°C. As análises foram realizadas em 0, 24, 48 e 72 horas após incubação e a densidade óptica medida a 600 nm. Os ensaios para todas as formulações dos filmes foram realizados em triplicata. As leituras de absorbância foram realizadas em um espectrofotômetro de UV/VIS da marca EDUTEC (Brasil).

Para a realização do branco das leituras de todas as formulações, as condições do ensaio foram repetidas como descrito anteriormente, entretanto, não houve a inoculação dos microrganismos, permanecendo o meio de cultura estéril com os filmes poliméricos.

4.5.11 Análise estatística

Os dados das propriedades mecânicas, transparência, permeabilidade ao vapor de água e atividade antioxidante dos filmes foram realizados por meio de análise de

variância (ANOVA) no software Statistica, versão 10. O teste de Duncan foi utilizado para determinar as diferenças a um nível de significância de 5% ($p \leq 0,05$).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DOS EXTRATOS VEGETAIS

5.1.1 *Rendimento dos extratos vegetais*

O rendimento para cada extrato vegetal extraído é mostrado na Tabela 7. Entre as cinco espécies estudadas, percebe-se que o extrato bruto de cajueiro apresentou o maior rendimento em massa seca, cerca de 22,50%.

Tabela 7 – Rendimentos dos extratos vegetais.

	Rendimento pelo tempo de extração		
Amostras	**4 horas (%)**	**6 horas (%)**	**8 horas (%)**
Amburana de cambão	$14,74^{a} \pm 0,74$	$15,52^{a} \pm 1,06$	$17,52^{a} \pm 2,93$
Angico de caroço	$15,30^{a} \pm 2,19$	$16,88^{a} \pm 0,95$	$16,62^{a} \pm 1,14$
Cajueiro	$22,50^{a} \pm 0,69$	$23,90^{a} \pm 0,30$	$23,25^{a} \pm 1,13$
Jurema preta	$12,13^{a} \pm 1,40$	$15,11^{b} \pm 0,47$	$15,35^{b} \pm 0,90$
Pau ferro	$15,19^{a} \pm 1,96$	$21,05^{b} \pm 2,52$	$20,53^{b} \pm 1,18$

Médias seguidas de letras iguais na **horizontal** não diferem significativamente ($p<0,05$) pelo teste de Duncan. **Fonte:** (Autor, 2021)

O teste estatístico de Duncan foi aplicado para avaliar o tempo ideal para as extrações de cada espécie. Observando a Tabela 7, pode-se perceber que para as espécies de amburana de cambão, angico de caroço e cajueiro o tempo ideal padrão para a extração é de 4 horas, pois após esse tempo não houve aumento estatisticamente significativo no rendimento. Já para os extratos de jurema preta e pau ferro obteve-se o melhor rendimento após 6 horas de extração.

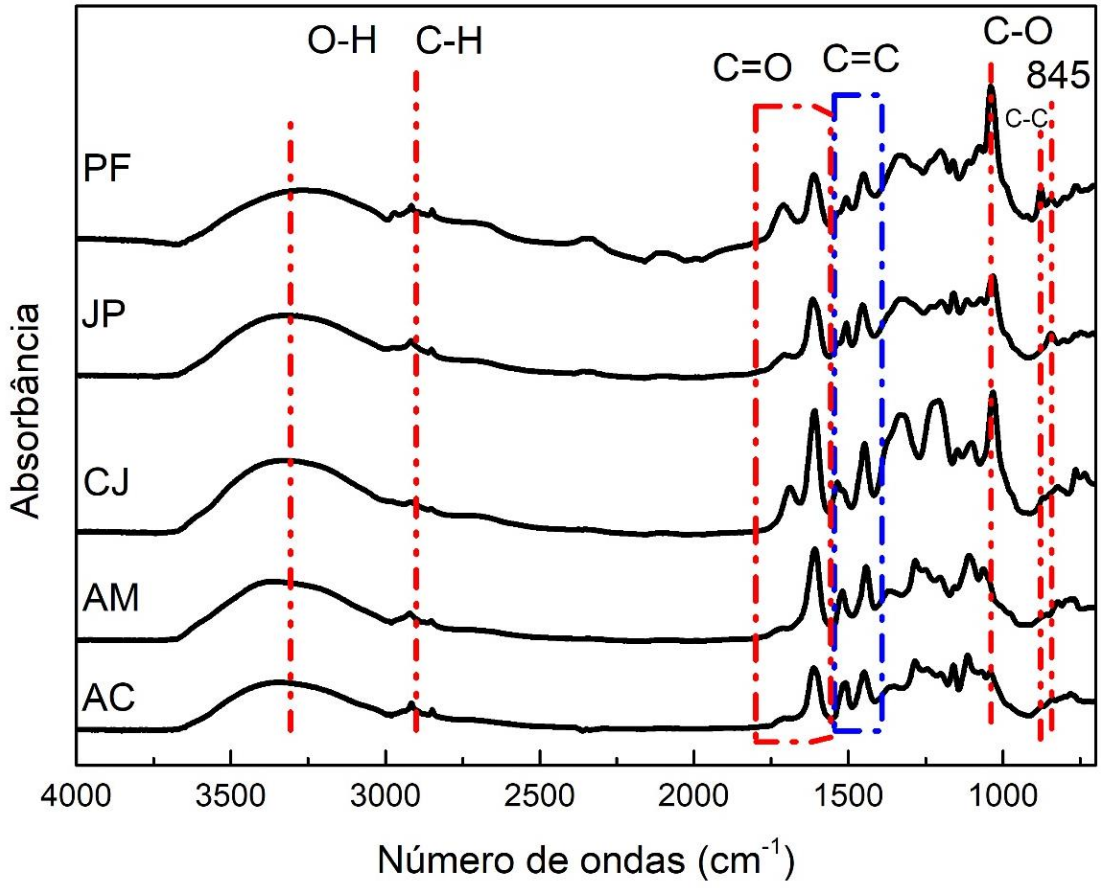
Segundo Oliveira (2014), a exposição dos materiais vegetais a um tempo excessivo em temperaturas altas pode acarretar a degradação térmica dos componentes presentes nas espécies, ou seja, pode diminuir a eficiência do extrato vegetal, comprometendo sua atividade pois muitos de seus compostos químicos são sensíveis à temperatura.

5.1.2 *Espectroscopia por infravermelho (FTIR)*

A espectroscopia por infravermelho (FTIR) é uma técnica analítica capaz de identificar os grupos funcionais nas estruturas químicas orgânicas. Em vista disso, a

análise de FTIR foi utilizada para identificar os grupos químicos presentes nos extratos vegetais produzidos. A Figura 9 apresenta os espectros de infravermelho dos extratos de angico de caroço (AC), amburana de cambão (AM), cajueiro (CJ), jurema preta (JP) e pau ferro (PF).

Figura 9 – Espectros de infravermelho dos extratos vegetais produzidos.



Fonte: (Autor, 2021)

A Figura 11 mostra que os espectros no infravermelho apresentam semelhanças em alguns picos característicos dos extratos vegetais, independente da sua espécie. Essa semelhança está associada às classes de compostos químicos presentes na formulação de cada extrato vegetal, como os fenólicos, entre eles, os flavonoides.

De acordo com Patle et al. (2020) e Oliveira et al. (2016) o pico observado aproximadamente entre 3000-3600 cm^{-1} está associado à presença de grupos funcionais, como o álcool, ácidos carboxílicos e carboidratos. A vibração em 2920 e 2850 cm^{-1} é referente ao alongamento assimétrico e simétrico do etanol que foi

utilizado como solvente e às ligações CH_2 e CH_3 presentes nos compostos dos extratos vegetais.

A banda aproximadamente em 1706 e 1609 cm^{-1} representa o alongamento do grupo carbonila (C=O) que se dá possivelmente pela presença de flavonoides e lipídeos (OLIVEIRA et al., 2016; PATLE et al., 2020).

Os picos de média intensidade entre 1600-1450 cm^{-1} pode ser atribuídos às vibrações C=C pertencente aos anéis aromáticos dos compostos químicos presentes nos extratos vegetais, como as classes dos fenólicos (AGATONOVIC-KUSTRIN et al., 2020; OLIVEIRA et al., 2016).

As bandas observadas em 1043 cm^{-1} podem ser atribuídas às vibrações de alongamento de C-O e à deformação -OH de álcoois terciários. As vibrações em 872 cm^{-1} podem estar relacionadas à deformação das ligações C-H no anel aromático dos compostos e o pico em 845 cm^{-1} é característico dos terpenos (AGATONOVIC-KUSTRIN et al., 2020; OLIVEIRA et al., 2016; PATLE et al., 2020).

5.1.3 *Flavonoides totais*

Os flavonoides são uma classe de compostos naturais de estrutura fenólica variável, que se diferenciam através de sua estrutura química e características particulares. São denominados de vitamina P e possuem uma sequência de propriedades farmacológicas que podem atuar no organismo humano trazendo benefícios à saúde. Eles podem ser encontrados em frutas, vegetais, grãos, flores, chá e vinho (BEHLING et al., 2004).

O teor de flavonoides totais das espécies de amburana de cambão, angico de caroço, cajueiro, jurema preta e pau ferro para os tempos ideais de extração está descrito na Tabela 8.

Tabela 8 – Teor de flavonoides das espécies extraídas.

Amostras	Flavonoides	
	µg mL^{-1}	**mgEQU/g**
Amburana de cambão	17,75^{d} ± 0,46	17,75
Angico de caroço	7,76^{a} ± 0,22	7,76
Cajueiro	10,41^{b} ± 0,32	10,41
Jurema preta	11,90^{c} ± 0,13	11,90
Pau ferro	10,54^{a} ± 0,40	10,54

Médias seguidas de letras iguais na **vertical** não diferem significativamente (p<0,05) pelo teste de Duncan. **Fonte:** (Autor, 2021).

Todos os extratos vegetais apresentaram flavonoides na sua composição, entretanto, o extrato vegetal de amburana de cambão apresentou um maior teor dessa classe química (17,75 µg.ml^{-1}).

A presença dos flavonoides na composição dos extratos vegetais é importante devido às suas propriedades antioxidantes. Os flavonoides atuam como sequestradores efetivos de radicais livres e são responsáveis por quelar os íons metálicos, protegendo assim os alimentos da peroxidação lipídica e dos radicais livres (BEHLING et al. 2004).

5.1.4 Fenólicos totais

Os compostos fenólicos são um grupo químico formados por um ou mais anéis aromáticos que apresentam em sua estrutura uma hidroxila e que são capazes de quelar metais ou capturar radicais livres. A ação antioxidante desta classe pode ser explicada pela presença dos elétrons π que auxiliam na estabilização do radical formado pela oxidação do fenol ao perder um átomo de hidrogênio (SANTOS, 2006).

A Tabela 9 apresenta os teores de fenólicos totais para os extratos vegetais em estudo.

Tabela 9 – Teores de fenólicos para os extratos vegetais.

Amostras	Fenólicos	
	µg mL^{-1}	**mgEAG/g**
Amburana de cambão	43,84^{a} ± 6,82	438,4
Angico de caroço	30,98^{b} ± 9,49	309,8
Cajueiro	40,49^{a,b} ± 7,21	404,9
Jurema preta	33,56^{b}± 3,56	335,6
Pau ferro	46,44^{a} ± 9,36	464,4

Médias seguidas de letras iguais na **vertical** não diferem significativamente (p<0,05) pelo teste de Duncan.

Fonte: (Autor, 2021).

A partir da Tabela 9 é possível constatar que os extratos vegetais de amburana de cambão e pau ferro apresentaram diferença significativa dessa classe química em comparação aos outros extratos, uma vez que contém as maiores concentrações de fenólicos totais.

Na literatura foram encontrados alguns estudos sobre os teores de fenólicos totais dos extratos vegetais de amburana de cambão, angico de caroço, cajueiro, jurema preta e pau ferro.

Pereira (2016), verificou o perfil fitoquímico, dos extratos vegetais de amburana de cambão em cinco variações de solvente (metanol, clorofórmio, ciclo-hexano, acetato de etila e aquoso). O autor obteve o maior teor de compostos fenólicos no extrato em meio aquoso com 33,64 mg EAG/g, que foi inferior ao teor de fenólicos totais obtido em nosso estudo.

Weber Sobrinho (2010) obteve extratos vegetais e quantificou os fenólicos para o extrato hidroalcoólico de angico de caroço oriundo da mesma região desse presente trabalho (Serra Talhada-PE), cujo teor de fenólicos foi 177,85 mgEAG/g, resultado inferior ao encontrado quando comparado aos valores da Tabela 9.

Cruz (2013) determinou o teor de fenólicos totais de 678 mgEAG/g para o extrato etanólico de jurema preta. O valor obtido por Cruz (2013) é superior ao obtido no presente estudo.

Sampaio et al. (2009) obtiveram extratos dos frutos secos e triturados de pau ferro em solução hidro metanólica 80% (v/v), utilizando a técnica de infusão por 72 h.

Os autores quantificaram os fenólicos pelo método do Azul da Prússia e obtiveram um conteúdo de 7,3%. A concentração encontrada é superior aos resultados obtidos neste estudo, pois 464,4 mgEAG/g corresponde a 4,64% do extrato presente.

Monteiro (2016) quantificou os polifenóis totais pelo espectrômetro de UV/VIS do extrato aquoso da casca do cajueiro de diversas regiões, diante disso, foram encontrados valores entre 15,41 a 22,47%. É possível afirmar que os valores observados por Monteiro (2016) foram mais elevados do que o obtido nessa presente pesquisa, uma vez que convertendo 40,49 µg/mL obtêm-se uma porcentagem de aproximadamente 4,05% de fenólicos.

Essas variações da composição dos extratos vegetais ocorrem devido aos metabolitos secundários, uma vez que os princípios ativos da planta são produzidos a partir de um mecanismo de defesa do vegetal, quando ela se encontra em condições de estresse fisiológico (falta de nutrientes e água), fatores ambientais (clima) e proteção contra predadores ou micro-organismos patógenos (OETTING, 2005).

Existem outros fatores que podem influenciar na concentração dos compostos químicos presentes na formulação dos extratos vegetais, como o tipo e/ou a polaridade do solvente extrator, método de extração e variação das partes das plantas escolhidas para a extração. Através destas afirmações pode-se concluir que essas alterações se devem aos fatores bióticos e abióticos dos materiais coletados.

5.1.5 Capacidade antioxidante total (CAT)

O ensaio da capacidade antioxidante total pelo método de fosfomolibdênio é baseado na redução de molibdênio VI em V, na presença de algumas substâncias antioxidantes, formando um complexo verde (PRIETO et al., 1999).

Esse método compara a atividade entre uma substância isolada padrão e um extrato composto por diversos tipos de substâncias, formando uma mistura complexa de componentes químicos, através da qual ocorre um sinergismo (BALESTRIN et al., 2008).

A Tabela 10 apresenta a capacidade antioxidante total dos extratos vegetais de amburana de cambão, angico de caroço, cajueiro, jurema preta e pau ferro. O extrato do cajueiro apresentou o maior potencial antioxidante (75,33 %) em relação aos outros extratos vegetais que variaram entre 26,16 e 42,22%.

Negri, Possamai e Nakashima (2009) conseguiram provar a atividade antioxidante da espécie *Maytenus ilicifolia* Mart. (espinheira-santa) pelo método de redução do molibdênio, os autores constataram uma CAT de 30% e indicaram um potencial ação antioxidante desse extrato vegetal.

Relacionando os resultados obtidos com o trabalho dos autores pode-se perceber que os extratos de cajueiro, amburana de cambão, angico de caroço e pau ferro apresentaram uma capacidade antioxidante superior, portanto, evidenciando um provável indicativo de uma potencialidade para a aplicação dos mesmos como agentes ativos que podem funcionar como aditivo antioxidantes para embalagens.

Tabela 10 – Capacidade antioxidante total dos extratos vegetais estudados.

Amostras de extrato	Inibição (%)
Amburana de cambão	40,87^{a} ± 4,85
Angico de caroço	41,77^{b} ± 7,52
Cajueiro	75,33^{c} ± 7,21
Jurema preta	26,16^{a} ± 3,80
Pau ferro	42,22^{a} ± 5,27

Médias seguidas de letras iguais na **vertical** não diferem significativamente (p<0,05) pelo teste de Duncan.

Fonte: O autor (2021).

5.1.6 Atividade antioxidante pelo método 2,2- difenil- 1- picril-hidrazil (DPPH)

O ensaio de inibição de radicais DPPH é baseado na transferência de elétrons de uma substância antioxidante para uma oxidante, uma vez que os agentes antioxidantes doam um hidrogênio para a molécula de DPPH, capturando o seu radical livre (TIVERON, 2010).

A Tabela 11 apresenta os percentuais de inibição dos radicais livres através da utilização dos extratos vegetais.

Tabela 11 – Atividade antioxidante pelo método de DPPH dos extratos vegetais estudados.

Amostras	Atividade antioxidante (%)
Amburana de cambão	84,35^{a} ± 0,56
Angico de caroço	85,16^{a} ± 0,93
Cajueiro	87,71^{b} ± 0,45
Jurema Preta	86,08^{c} ± 0,13
Pau ferro	87,90^{b} ± 0,29

Médias seguidas de letras iguais na **vertical** não diferem significativamente (p<0,05) pelo teste de Duncan.
Fonte: O autor (2021).

Observando a Tabela 11 percebe-se que os extratos de cajueiro e pau ferro apresentaram estatisticamente os maiores índices de atividade antioxidante em comparação as demais espécies. No entanto, é importante destacar que os outros extratos vegetais também obtiveram valores percentuais acima de 80%.

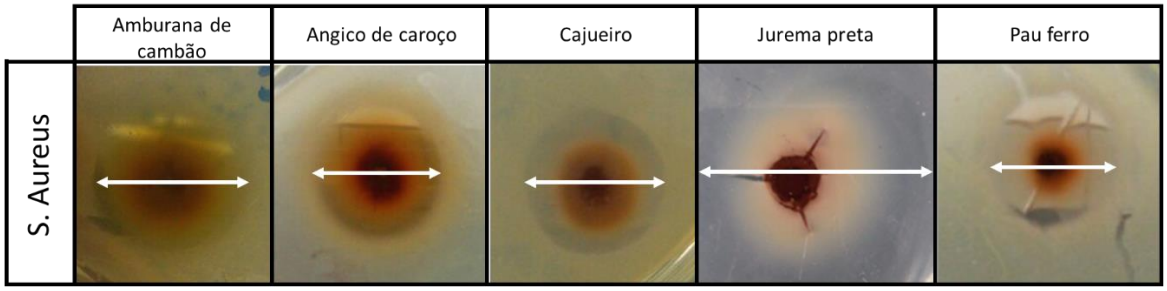
Na literatura existem trabalhos que investigam a atividade antioxidante pelo método de DPPH dos extratos das espécies estudadas nessa presente pesquisa, no qual foram observados índices aproximadamente entre 68,12 a 97% de inibição dos radicais livres, corroborando os valores aqui obtidos e reforçando a capacidade desses extratos de atuar como agentes antioxidantes naturais (ROCHA et al.,2011; CHAVES et al.,2008; CRUZ, 2013; SILVA, 2014; PEREIRA, 2016; BAPTISTA, 2018).

5.1.7 Atividade antimicrobiana por difusão em disco

A atividade antimicrobiana dos extratos vegetais de amburana de cambão, angico de caroço, cajueiro, jurema preta e pau ferro foram avaliadas pelo método de difusão em disco, perante as espécies bacteriológicas de *Escherichia coli, Enterobacter aerogenes e Staphylococcus aureus.*

Nessa avaliação percebeu-se que não houve halos de inibição para os micro-organismos, *Escherichia coli* e *Enterobacter aerogenes,* constatando que os extratos não apresentam atividade antimicrobiana para essas espécies Gram negativas. Já para a espécie Gram positiva, *Staphylococcus aureus* foram observados halos de inibição para todos os extratos vegetais estudados, como apresentado na Figura 10.

Figura 10 – Halos de inibição dos extratos vegetais para a espécie *Staphylococcus aureus*.



Fonte: O autor (2021).

A Tabela 12 apresenta os valores obtidos dos halos de inibição dos extratos vegetais para a espécie *Staphylococcus aureus*. A maior inibição apresentada foi para os extratos vegetais de cajueiro e pau ferro, ambos com halo de inibição de 18 mm. O menor halo foi característico da jurema preta (9,8 mm).

Tabela 12 – Quantitativo do halo de inibição (mm) dos extratos vegetais contra a espécie *Staphylococcus aureus*.

Amostras	Halo (mm)
Amburana de cambão	15,0
Angico de caroço	18,0
Cajueiro	16,0
Jurema Preta	9,8
Pau ferro	18,0

Fonte: O autor (2021).

Entretanto, todas espécies vegetais apresentaram halos superiores a 2 mm e, de acordo com OSTROSKY et al. (2008), podemos classificar o microrganismo, *Staphylococcus aureus,* como sensível aos extratos vegetais, portanto, apresentando potencialidade como agente ativo antimicrobiano.

A ação antimicrobiana para a espécie *Staphylococcus aureus* (Gram-positiva) está relacionada à menor complexidade química da sua parede celular que apresenta menor teor de lipídeos e ausência de uma membrana externa, diferentemente das bactérias gram-negativas (PENTEADO, et al., 2016).

Foram encontrados alguns relatos na literatura que estudaram a atividade antimicrobiana dos extratos vegetais das mesmas espécies apresentados nesse presente estudo e constatou-se que também houve inibição para essa espécie de

micro-organismo patógeno (PEREIRA et al., 2015; MAGALHÃES et al., 2015; PEDONE-BONFIM et al., 2018; BEZERRA et al., 2008; ARAÚJO et al., 2015).

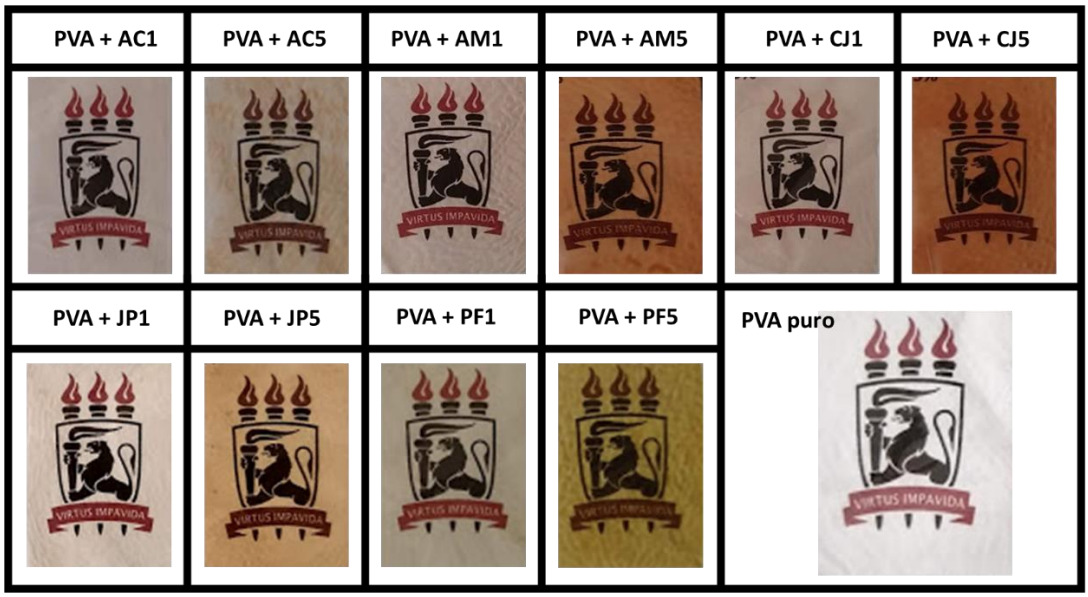
5.2 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES POLIMÉRICOS

Devido aos extratos vegetais de amburana de cambão, angico de caroço, cajueiro, jurema preta e pau ferro apresentarem potencialidade antioxidante e antimicrobiana similares, foram preparados filmes de álcool polivinílico (PVA) com todos esses extratos vegetais e suas propriedades foram avaliadas.

5.2.1 Aspectos macroscópicos

As amostras dos filmes de PVA puro e aditivados com os extratos vegetais nas concentrações de 1 e 5% (m/m) foi posicionado em cima da imagem impressa do brasão da universidade, com a finalidade de perceber a transparência do filme (Figura 11).

Figura 11 – Aspectos visuais dos filmes de PVA puro e incorporado com extrato vegetal de angico de caroço (AC), amburana de cambão (AM), cajueiro (CJ), jurema preta (JP) e pau ferro (PF).



Fonte: O autor (2021).

A partir das imagens pode-se perceber que os filmes incorporados com os extratos vegetais apresentam diferenças visuais significativas nas colorações em relação ao filme de PVA puro. Também foi percebido que o aumento da concentração

dos aditivos na matriz polimérica implica no acréscimo da tonalidade de cor característica dos extratos vegetais.

Os filmes poliméricos produzidos pela técnica *casting*, independente da concentração e do tipo de extrato vegetal, exibiram boa homogeneidade, superfície lisa, boa maleabilidade e ausência de fratura, apesar da mudança de coloração os filmes apresentaram transparência visual em todas as formulações.

5.2.2 Transparência

A Tabela 13 apresenta os resultados obtidos de transparência dos filmes de PVA puro e aditivado com 1 e 5% m/m dos extratos vegetais. Foi utilizado o teste estatístico de Duncan com intervalo de confiança de 95% para verificar se houve mudanças significativas na transparência dos filmes com o aumento da concentração, para isso deve-se avaliar horizontalmente os índices da Tabela 13.

Tabela 13 – Índices de transparência dos filmes PVA puro e aditivado com extratos vegetais nas concentrações de 1 e 5% (m/m).

Amostras	**Transparência (%/mm^{-1})**		
	Concentração do extrato		
	0% (m/m)	**1% (m/m)**	**5% (m/m)**
PVA + AC	24,36^{a}±2,65	21,94^{a,b}±2,47	18,65^{b}±0,70
PVA + AM	24,36^{a}±2,65	25,13^{a}±3,10	21,95^{a}±2,85
PVA + CJ	24,36^{a}±2,65	20,58^{a}±1,85	22,94^{a}±0,45
PVA + JP	24,36^{a}±2,65	24,91^{a}±0,89	21,96^{a}±2,49
PVA + PF	24,36^{a}±2,65	22,02^{a}±1,80	20,58^{a}±1,85

Médias seguidas de letras iguais na **horizontal** não diferem significativamente (p>0,05) pelo teste de Duncan.
Fonte: O autor (2021).

A partir dessa análise percebe-se que os filmes incorporados com amburana de cambão (AM), cajueiro (CJ), jurema preta (JP) e pau ferro (PF) não apresentaram mudanças significativas nas propriedades de transparência em relação ao PVA puro, independente das concentrações utilizadas (1 e 5% m/m). Para os filmes incorporados com angico de caroço (AC) foi observado um decréscimo mais significativo na transparência para a concentração de 5% m/m do respectivo extrato vegetal.

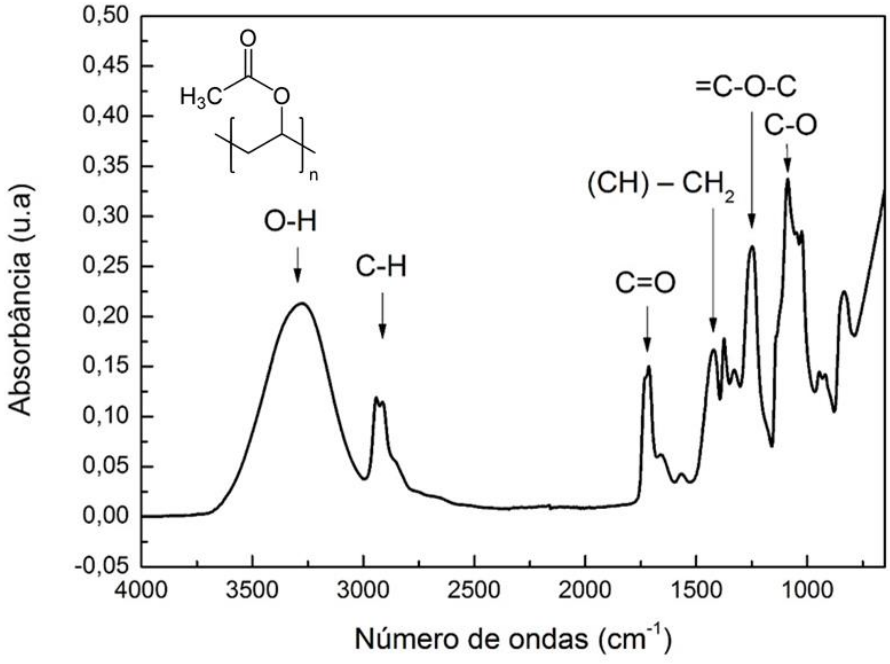
De acordo com a literatura pode-se afirmar que os filmes de PVA puro apresentam boa transmissividade óptica (LIU et al. 2013). A transparência é uma propriedade desejável aos filmes com aplicações para embalagens, uma vez que é interessante que o produto embalado seja visto pelo consumidor (EL ACHABY et al., 2017; LIN et al.,2020). Diante disso, é importante destacar que todas as formulações desenvolvidas no presente trabalho conservaram os resultados característicos do PVA puro, com exceção dos filmes de PVA/AC 5%. Entretanto, é possível constatar pela avaliação dos aspectos visuais que os filmes dessa formulação ainda apresentam um boa transparência, ou seja, permite a passagem de luz, uma vez que se pode visualizar os objetos através do corpo de prova.

Lin et al. (2020) constataram que a transparência é influenciada pela microestrutura interna e a dispersão dos componentes na matriz polimérica. Assim, infere-se que o índice de transparência possivelmente está associado a alta dispersão dos extratos vegetais entre as estruturas do PVA.

5.2.3 Espectroscopia no infravermelho (FTIR)

O espectro do filme do álcool polivinílico (PVA) com as principais bandas características destacadas está apresentado na Figura 12.

Figura 12 – Espectro FTIR do filme de PVA puro.

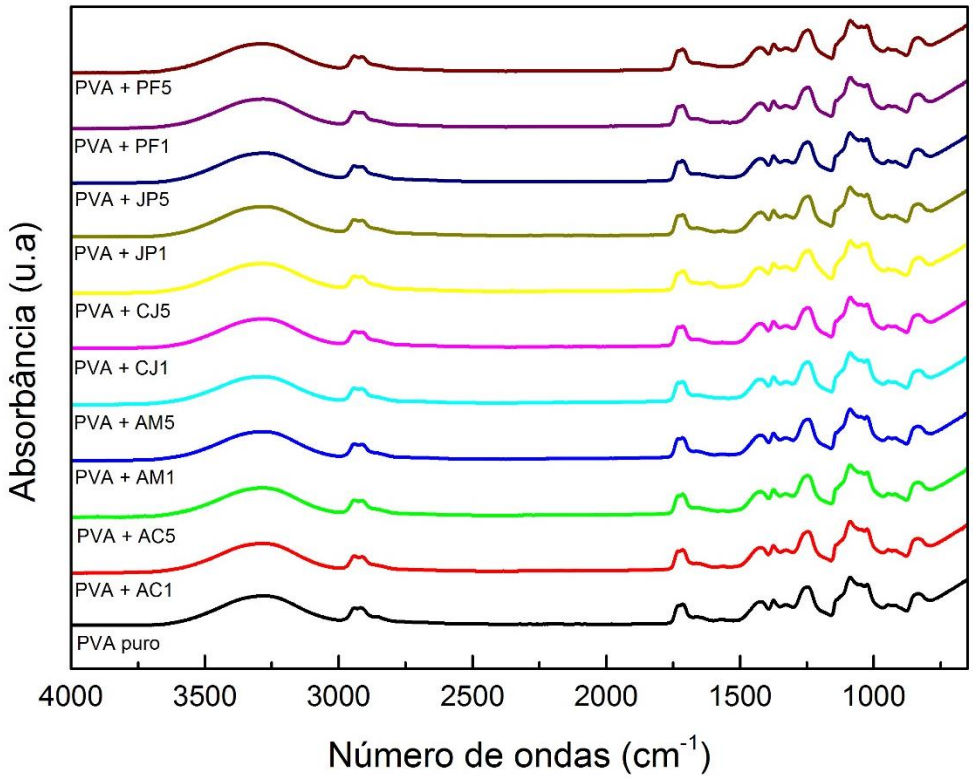


Fonte: O autor (2021).

No gráfico estão identificadas as principais bandas das ligações químicas pertencentes ao polímero. A banda larga observada entre 3500-3200 cm^{-1} pertence ao estiramento das ligações O-H, as bandas em 1650 e 1320 cm^{-1} são atribuídas aos estiramentos C=O e C-O dos grupos acetato remanescentes do PVA, o pico entre 2937-2870 cm^{-1} está relacionado ao estiramento C-H, o da região entre 1461-1417 cm^{-1} pertence ao dobramento (CH)-CH_2 e a banda de 1254 cm^{-1} é referente ao estiramento =C-O-C (COSTA JUNIOR e MANSUR, 2008; RASIA, 2014).

A Figura 13 apresenta os espectros dos filmes de PVA puro e aditivados com 1 e 5% (m/m) dos extratos vegetais.

Figura 13 – Espectros FTIR dos filmes aditivados com extratos vegetais.



Fonte: O autor (2021).

Não foram observadas diferenças significativas das bandas características do PVA após a adição dos extratos vegetais, independente da concentração incorporada. Esse comportamento possivelmente é ocasionado pela semelhança das bandas características entre os extratos vegetais e o PVA e também pela baixa concentração do aditivo.

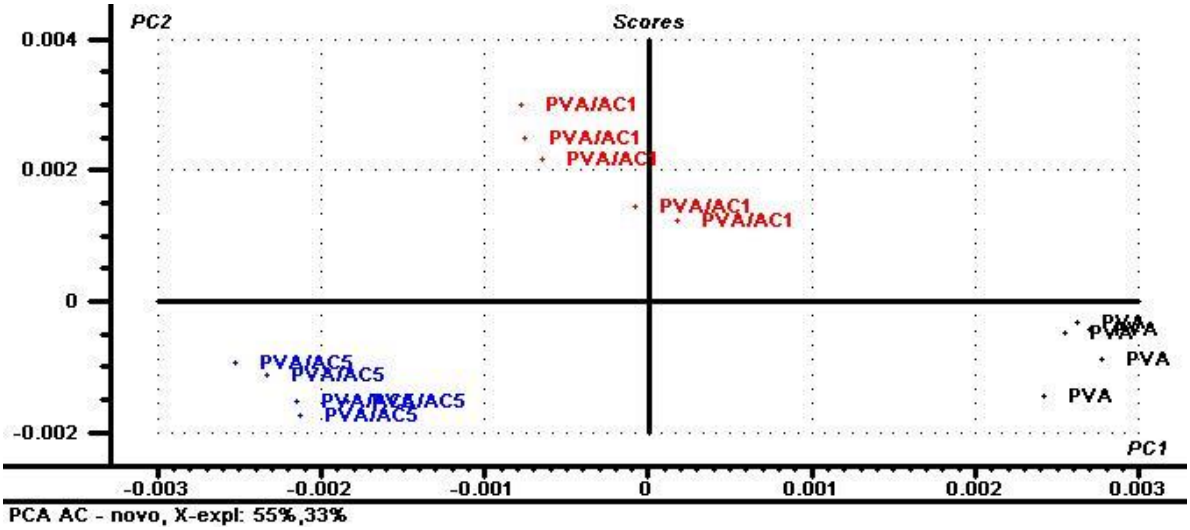
Portanto, um tratamento estatístico se faz necessário. Desta forma, utilizou-se a análise de componentes principais (PCA) para predizer uma possível diferenciação

entre as formulações dos filmes, por meio de uma pequena diferença nas vibrações químicas ocasionada pela presença do material vegetal que pode deslocar levemente as bandas características do PVA.

A PCA é uma técnica estatística de reconhecimento de padrão que utiliza uma matriz de dados complexos e o torna de mais fácil compreensão, seu objetivo é verificar semelhanças e diferenças entre amostras (NASCIMENTO et al., 2010). Através dessa técnica, o conjunto de dados espectrais é visualizado em um novo sistema de eixos, denominados componentes principais (PC), que permite a visualização desses dados em poucas dimensões (SOUZA e POPPI, 2011).

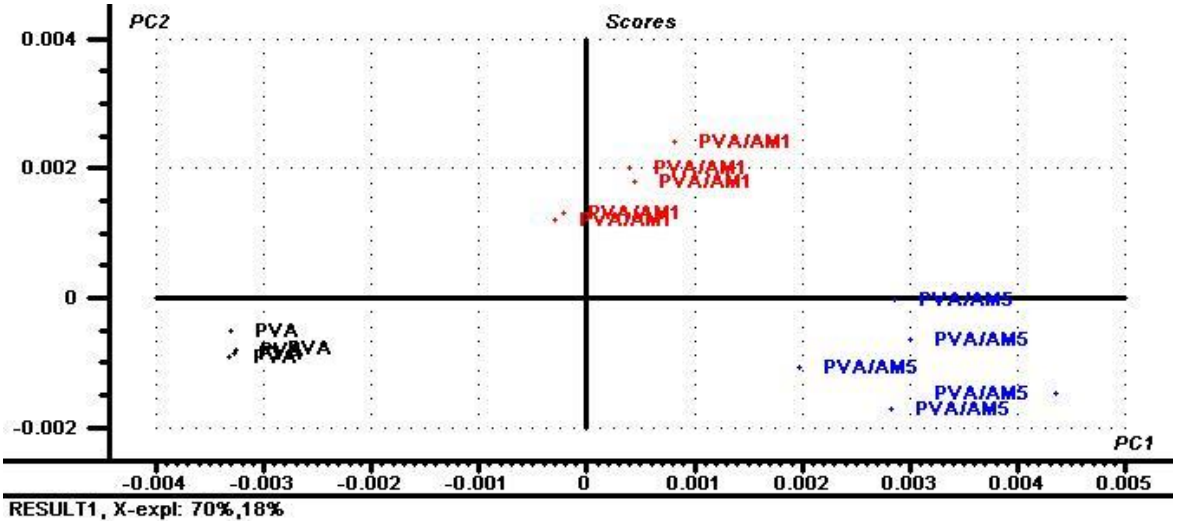
As Figuras 14, 15, 16, 17 e 18 apresentam os gráficos dos scores da análise de componentes principais dos espectros de FTIR dos filmes de PVA aditivados com os distintos extratos vegetais. Para todos os dados multivariados dos espectros de infravermelho foram aplicados a 1ª derivada com janelas de suavização de 21 pontos, polinômio de 2ª ordem e utilizadas apenas duas componentes principais para explicar as suas informações.

Figura 14 – Gráfico dos scores da PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com angico de caroço.



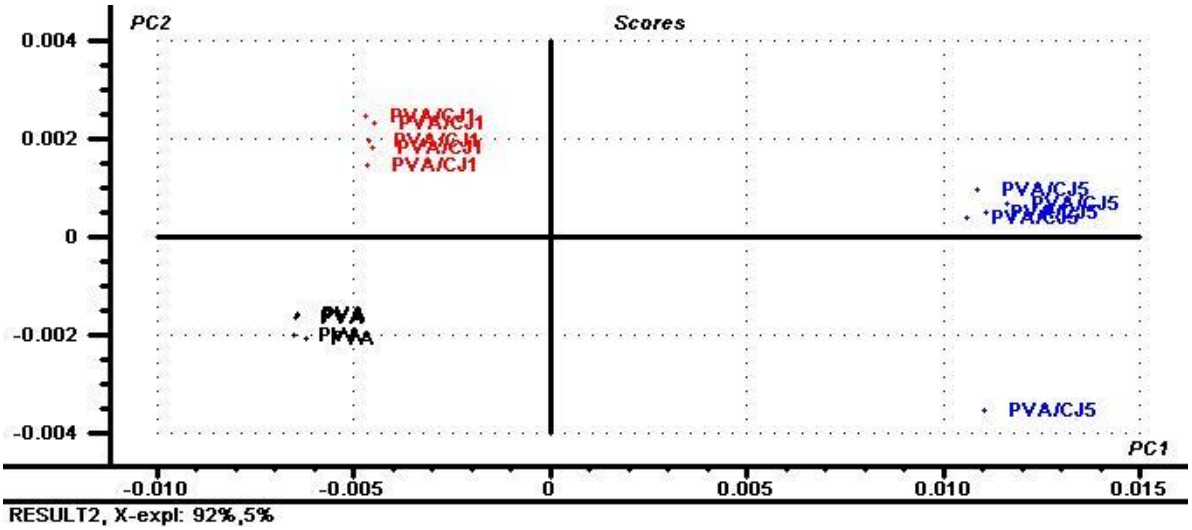
Fonte: O autor (2021).

Figura 15 – Gráfico dos scores da PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com amburana de cambão.



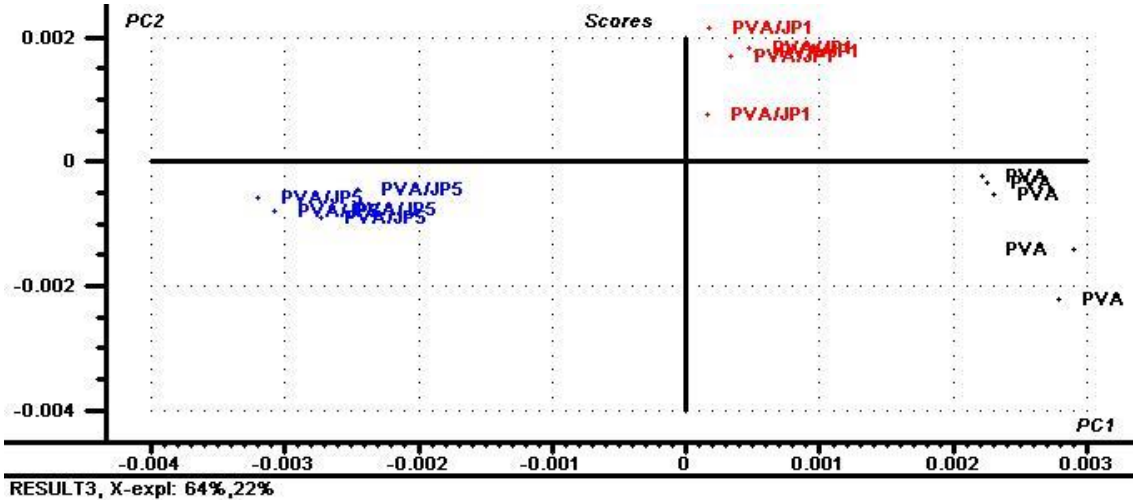
Fonte: O autor (2021).

Figura 16 – Gráfico dos scores da PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com cajueiro.



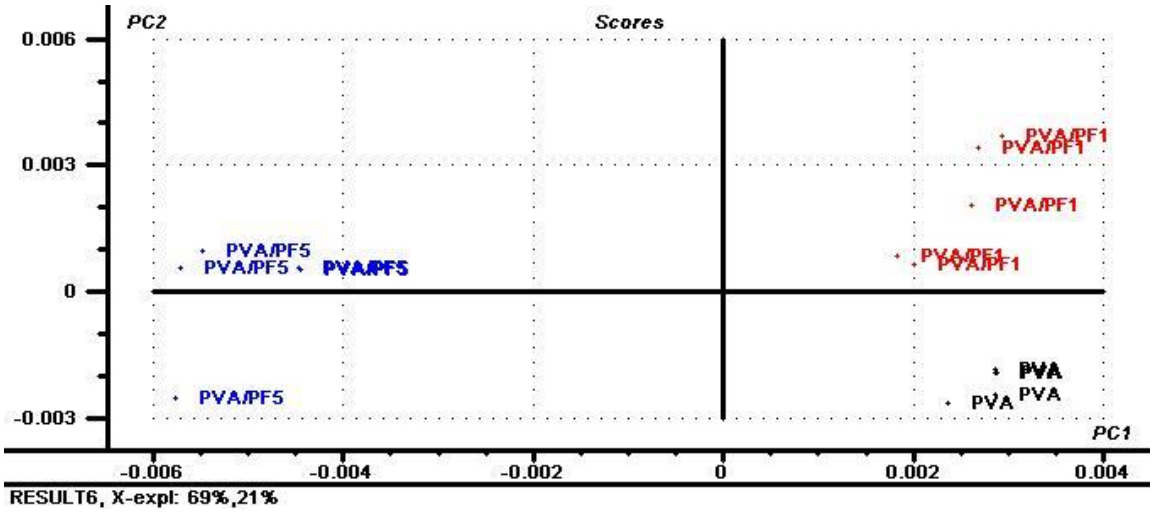
Fonte: O autor (2021).

Figura 17 – Gráfico dos scores da PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com jurema preta.



Fonte: O autor (2021).

Figura 18 - Gráfico das scores da PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com pau ferro.



Fonte: O autor (2021).

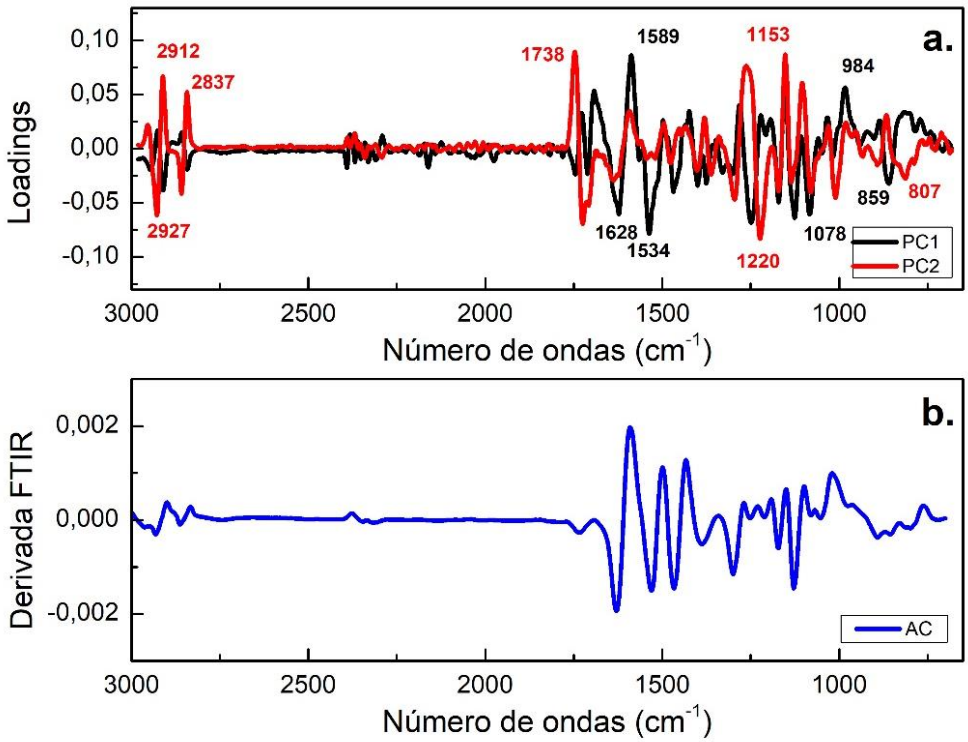
Foi observado que todos os gráficos dos scores apresentaram a formação de três agrupamentos distintos, entre os filmes de PVA puro, concentração de 1% e 5% m/m de cada extrato vegetal. Uma vez que, houve a presença desses agrupamentos pode-se indicar uma diferenciação das bandas espectrais das formulações entre os filmes incorporados com os extratos vegetais comparados aos filmes de PVA puro.

Para a complementação dos resultados obtidos a partir dos gráficos dos scores é necessário avaliar os loadings das análises de componentes principais desenvolvidas.

Valderrama et al. (2015) relatam que os gráficos dos scores são responsáveis por carregar as informações da matriz multivariada decomposta numa região do espaço multidimensional com intuito de reduzir a dimensionalidade dos dados experimentais, enquanto para os loadings são atribuídas as informações sobre as variáveis, dado que a sua função é apresentar quais regiões da matriz multivariada mais contribuem para a diferenciação entre as amostras, visto no gráfico dos scores.

A Figura 19a apresenta o gráfico dos loadings dos filmes de PVA puro e aditivado com o extrato vegetal de angico de caroço, enquanto a Figura 19b, exibe para efeito de comparação, o espectro de infravermelho derivado com as mesmas condições utilizadas para a construção do modelo PCA (1ª derivada com janela de suavização de 21 pontos e polinômio de 2ª ordem).

Figura 19 – PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com extrato de angico de caroço; a. Loadings b. Espectro de infravermelho derivado do AC.



Fonte: O autor (2021).

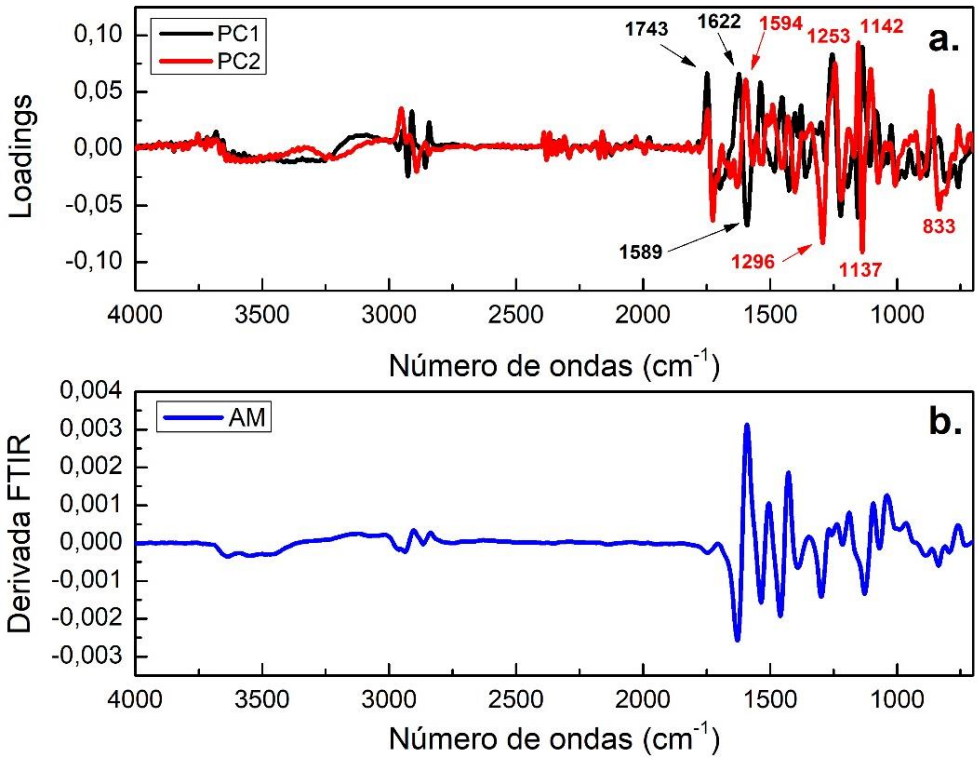
As principais regiões que mais colaboraram para a diferenciação entre as amostras estudadas apresentam-se no gráfico dos loadings (Figura 19a) com os picos de valores mais positivos e/ou negativos.

Foram destacados nos loadings as bandas características do extrato vegetal de angico de caroço. Para a primeira componente principal (PC1), foram encontradas as bandas nas regiões de 1628, 1589, 1534,1078, 984 e 856 cm^{-1}. Para a segunda componente principal (PC2) foram evidenciados os picos em 2927, 2912, 2837, 1738,1153, 1208 e 807 cm^{-1}.

A partir do gráfico é possível notar que em grande maioria dos picos mais intensos observados nos loadings, podem ser atribuídos a bandas distintas (Figura 19b) do extrato de angico de caroço.

A Figura 20 apresenta os gráficos dos loadings (Figura 20a) para os filmes de PVA puro e aditivados e o espectro derivado de infravermelho do extrato vegetal de amburana de cambão (Figura 20b).

Figura 20 – PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com extrato de amburana de cambão; a. Loadings b. Espectro de infravermelho derivado do AM.



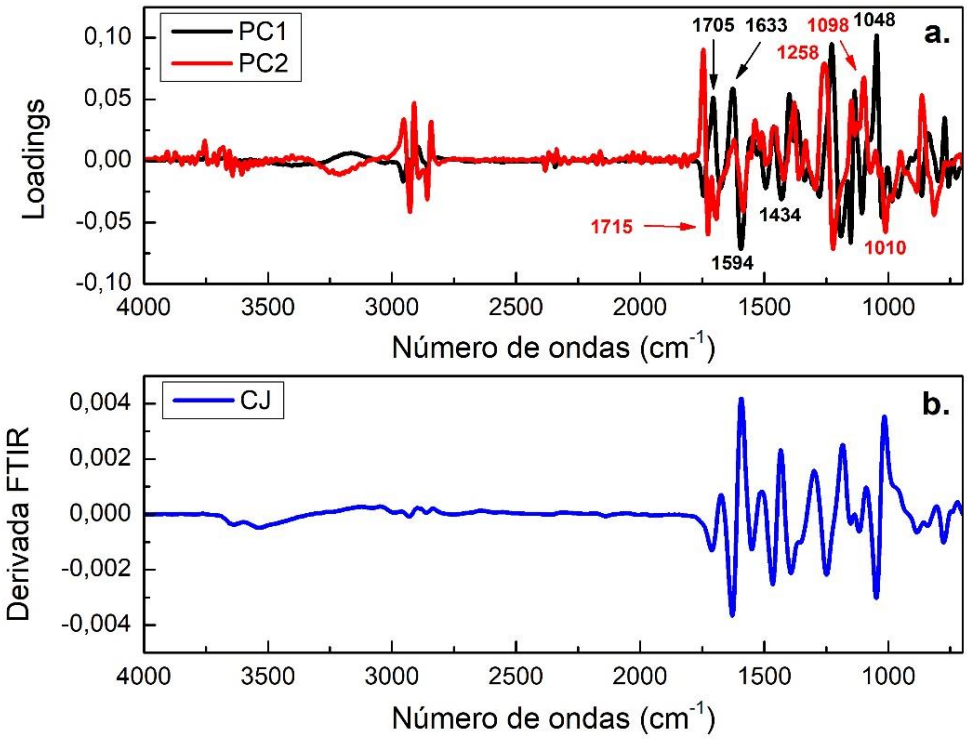
Fonte: O autor (2021).

Baseado no gráfico de infravermelho derivado, pode-se observar que algumas bandas características do extrato vegetal de amburana de cambão são coincidentes aos apresentados nos loadings.

Entre elas, na primeira componente principal (PC1), estão as regiões em 1743, 1622, 1589, 1253 e 1142 cm^{-1}. Para a segunda componente principal encontra-se em 1594, 1296, 1266, 1142,1137 e 833 cm^{-1}.

A Figura 21 apresenta o gráfico dos loadings dos filmes de PVA puro e incorporado com agente ativo (Figura 21a) e o espectro derivado do extrato vegetal de cajueiro (Figura 22b).

Figura 21 – PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com extrato de cajueiro. (a.) Loadings. (b.) Espectro de infravermelho derivado do CJ.

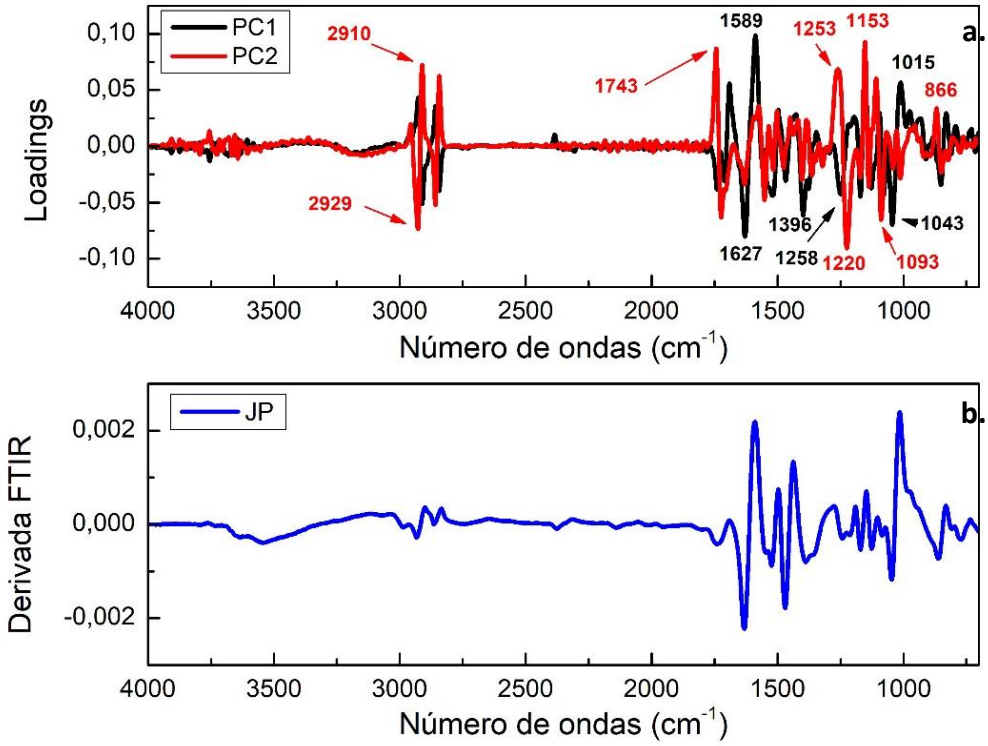


Fonte: O autor (2021).

As bandas coincidentes do extrato vegetal de cajueiro, em comparação com o gráfico dos loadings na primeira componente principal (PC1) foram nas regiões de 1705, 1633, 1594, 1434 e 1048 cm^{-1}. Para a segunda componente principal encontrou-se os picos em 1715, 1258, 1098 e 1010 cm^{-1}.

O gráfico dos loadings dos filmes de PVA puro, PVA/JP1 e PVA/JP5 pode ser observado na Figura 22a e o espectro derivado do extrato vegetal de jurema preto encontra-se na Figura 22b.

Figura 22 – PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com extrato de jurema preta. (a.) Loadings. (b.) Espectro de infravermelho derivado do JP.

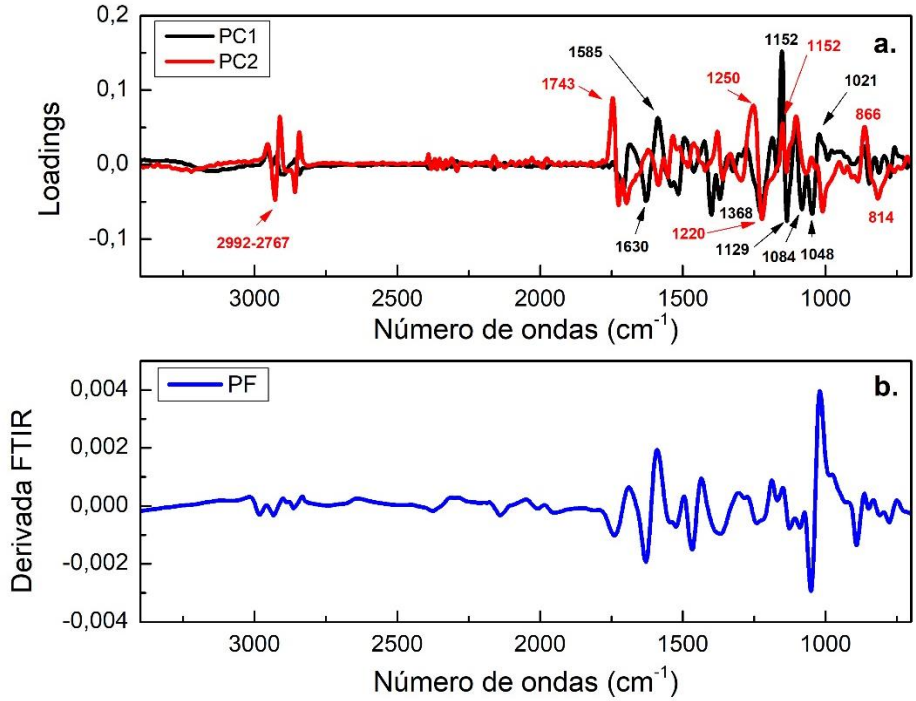


Fonte: O autor (2021).

Os picos coincidentes ao extrato vegetal de jurema preta estão destacados no gráfico dos loadings. Para a PC1 têm–se as bandas em 1627, 1589, 1396, 1258, 1043 e 1015 cm^{-1}. Em relação a PC2 evidencia-se as regiões de 2929, 2910, 1743, 1253, 1220, 1153, 1093 e 866 cm^{-1}.

A Figura 23 apresenta os gráficos dos loadings da PCA dos filmes de PVA puro e incorporados com extrato vegetal de pau ferro nas concentrações de 1 e 5% m/m (Figura 23a) e o espectro derivado a partir do FTIR do extrato de PF (Figura 24b).

Figura 23 – PCA dos filmes de PVA puro e aditivado com extrato de pau ferro. (a.) Loadings. (b.) Espectro de infravermelho derivado do PF.



Fonte: O autor (2021).

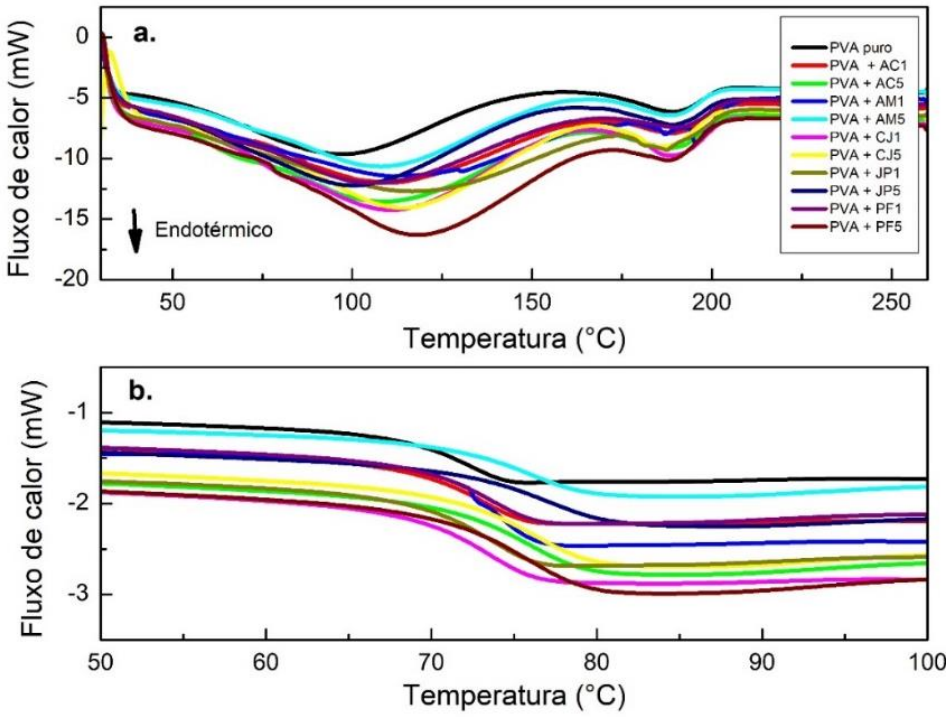
A partir do gráfico dos loadings pode-se notar que foram destacados os principais picos referentes as regiões coincidentes ao espectro derivado do extrato vegetal de pau ferro. A primeira componente principal (PC1) apresenta as bandas de 1630, 1585, 1368, 1152, 1129, 1084,1048 e 1021 cm-1. Para a PC2 evidencia-se os sinais em 2992-2767, 1743, 1220, 1250, 1152, 866 e 814 cm^{-1}.

Em todos os espectros dos filmes de PVA com os extratos (Figuras 19-23) é possível perceber que a maioria dos picos com sinais mais positivos e/ou negativos eram coincidentes aos picos característicos dos extratos vegetais. Em função disso, é possível inferir que a diferenciação dos agrupamentos no gráfico das scores (Figuras 16-20), são característicos das classes químicas comuns às espécies de extratos vegetais que foram usados nas formulações dos filmes. Portanto, através da análise das componentes principais pode-se confirmar a incorporação dos extratos vegetais na matriz de PVA.

5.2.4 Calorimetria diferencial exploratória (DSC)

A Figura 24 mostra as curvas de DSC do 1º (Figura 24a.) e 2° aquecimento (Figura 24b.) dos filmes de PVA puro e incorporado com 1 e 5% m/m dos extratos vegetais de angico de caroço, amburana de cambão, cajueiro, jurema preta e pau ferro.

Figura 24 – Termogramas de DSC (a) 1º e (b)2° aquecimento dos filmes de PVA puro e aditivado com 1 e 5% (m/m) de extratos vegetais.



Fonte: O autor (2021).

Na Figura 18a podem ser observados dois eventos térmicos característicos do PVA que corrobora a análise de DSC encontrada na literatura (KUMAR et al., 2018).

O primeiro evento térmico entre 97-118 °C é atribuído à evaporação da água adsorvida nos filmes. O segundo evento térmico (189,2-191,7 °C) é referente à fusão do material polimérico. As faixas de temperatura dos eventos térmicos encontradas do PVA foram similares àquelas encotradas no estudo de Kumar et al. (2018).

A Figura 24b apresenta o termograma de DSC referente ao segundo aquecimento. Foi observado um evento térmico de segunda ordem referente a transição vítrea relativo ao processo de relaxamento estrutural da região amorfa dos filmes poliméricos desenvolvidos, entre as temperaturas de 71,4 - 75,4 °C, conforme

citado na literatura (KLEPIĆ et al., 2020; EL-SHAMY, 2019). A Tabela 14 apresenta os parâmetros detalhados de DSC para cada evento térmico observado.

Tabela 14 – Eventos térmicos obtidos pelo DSC dos filmes de PVA puro e aditivado com 1 e 5% (m/m) de extrato vegetal.

Amostras	T_g (°C)	ΔH_m (J/g)	T_m (°C)	X_c (%)
PVA	72,8	22,8	189,2	14,1
PVA + AC1	72,1	12,9	189,7	12,9
PVA + AC5	75,2	17,3	189,4	10,7
PVA + AM1	73,4	11,8	187,3	7,4
PVA + AM5	75,3	17,6	189,0	10,9
PVA + CJ1	72,3	20,1	189,2	12,5
PVA + CJ5	75,5	18,2	187,2	11,3
PVA + JP1	72,1	13,2	187,6	8,2
PVA + JP5	76,3	18,8	189,3	11,7
PVA + PF1	72,8	14,0	191,7	8,7
PVA + PF5	75,4	11,0	189,2	6,8

Fonte: O autor (2021).

As temperaturas de transição vítrea (T_g) foram similares para os filmes incorporados com os extratos vegetais na concentração de 1% m/m quando comparado ao filme de PVA puro. Para os filmes aditivados na concentração de 5% foi observado um leve aumento da temperatura da T_g (2-3°C). Para a temperatura de fusão (T_m) dos filmes poliméricos incorporados com os extratos vegetais não foram observadas alterações relevantes quando comparado ao PVA puro.

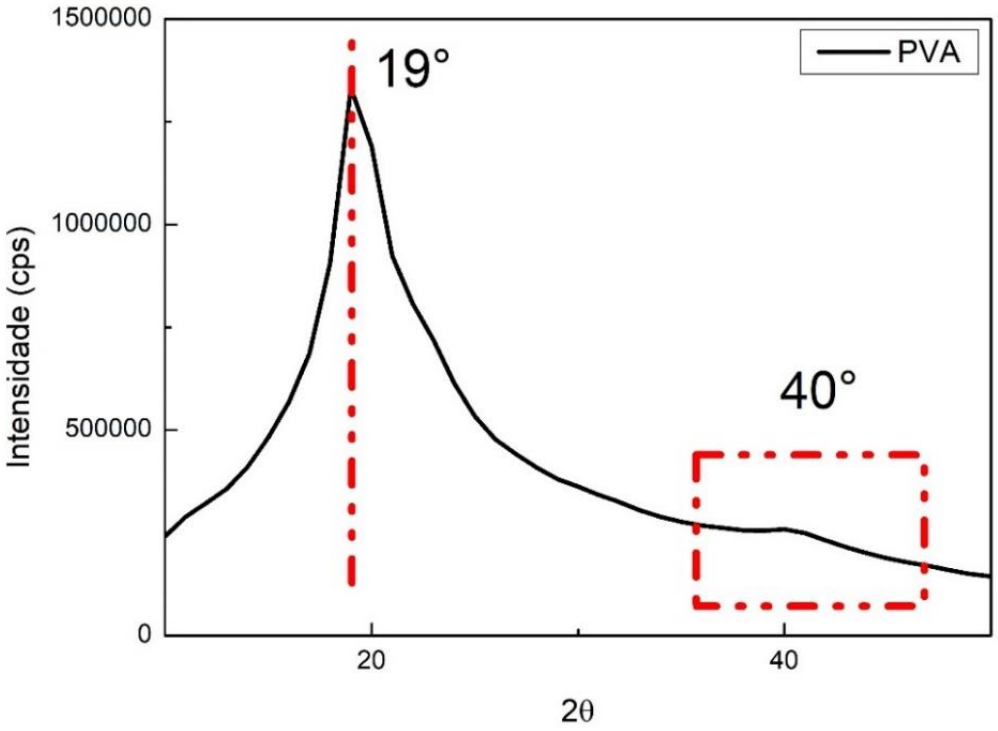
Em relação a entalpia de fusão, verificou-se que o aumento da concentração dos extratos vegetais provocou uma diminuição na entalpia de fusão. Esse resultado mostra que será necessário menos energia para fundir o material polimérico à medida que se aumenta a quantidade percentual de extrato vegetal. A diminuição da entalpia é um indício para a redução do grau de cristalinidade (PETCHWATTANA e NAKNAEN, 2015) que pode ser observado ao o PVA puro aos filmes de PVC/extratos, como ilustrado na Tabela 14.

É provável que a redução da cristalinidade tenha sido ocasionada pela presença dos componentes polares e apolares presentes nos extratos vegetais utilizados que provavelmente penetraram entre as estruturas do PVA e diminuíram as interações das cadeias poliméricas nas fases cristalinas.

5.2.5 Difração de raios X (DRX)

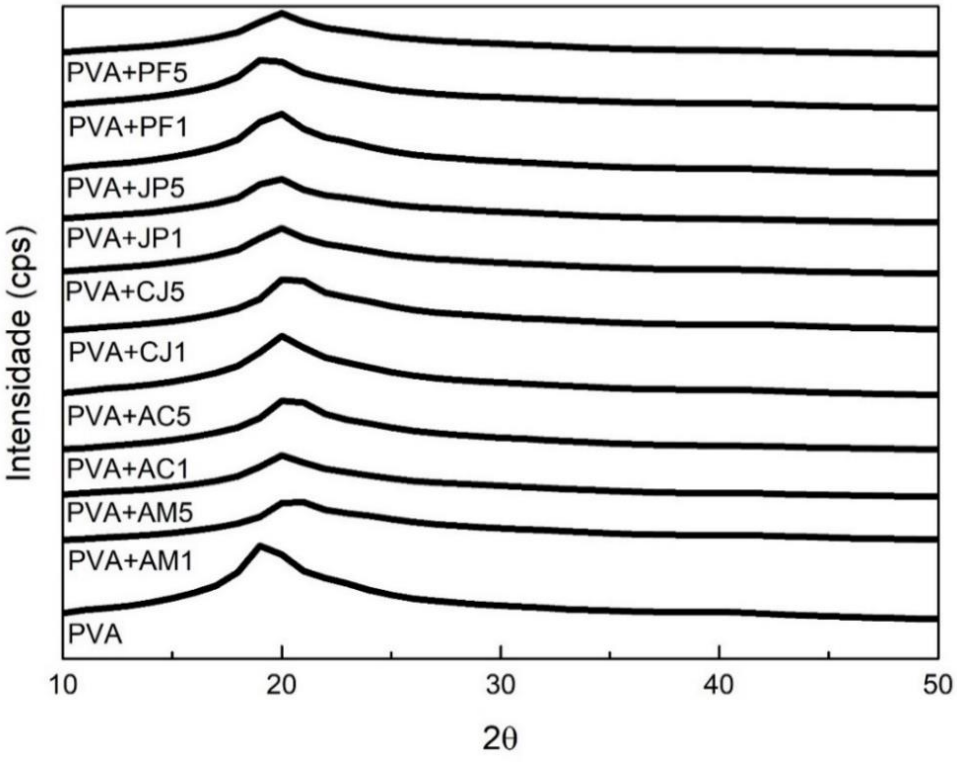
A caracterização dos filmes poliméricos por difração de raios X é utilizada para determinar a sua estrutura cristalina, uma vez que permite estabelecer se um material tem caráter amorfo ou cristalino. Desse modo, os filmes PVA puro e aditivados com os extratos vegetais de plantas da caatinga foram estudados por essa técnica. Os difratogramas dos filmes produzidos estão apresentados nas Figuras 25 e 26.

Figura 25 – Difratograma de raios-x do filme de PVA puro.



Fonte: O autor (2021).

Figura 26 – Difratogramas de raios-x do filme de PVA puro e incorporado com 1 e 5% (m/m) de extratos vegetais.



Fonte: O autor (2021).

A partir do difratograma do PVA puro (Figura 25) é possível observar a presença de dois picos de difração. Um pico mais intenso na região de 19° pertencente ao plano cristalográfico (110), e outro aproximadamente na região de 40° referente ao plano cristalográfico (220), conforme relatado na literatura (SOLIMAN e ABOUHASWA, 2020; MOSTAFA, 2021).

Devido aos picos mais alargados que foram observados no difratograma e o grau de cristalinidade calculado pela técnica de DSC é possível constatar o caráter semicristalino dos filmes poliméricos obtidos. De acordo com Kiro, Bajpai e Bajpai (2017), a natureza semicristalina dos filmes de PVA ocorre devido à forte interação intermolecular entre as suas macromoléculas.

Para os difratogramas dos filmes incorporados com os extratos de plantas da caatinga (Figura 26) é possível perceber um decréscimo da sua intensidade quando comparado ao DRX do filme de PVA puro. Esse comportamento indica a diminuição do grau de cristalinidade dos filmes após a adição dos extratos vegetais, portanto, o

DRX se apresenta concordante com o grau de cristalinidade calculado a partir da análise térmica de DSC.

Os resultados dos cálculos de tamanho de cristalito e distância interplanar obtidos a partir dos difratogramas dos filmes de PVA puro e aditivado com os extratos vegetais podem serem observados na Tabela 15.

Tabela 15 – Parâmetros de tamanho do cristalito (D) e distância interplanar (d) nos filmes de PVA e incorporado com extratos vegetais.

Amostras	D (nm)	d (Å)
PVA puro	1,15	4,45
PVA + AC1	1,07	4,17
PVA + AC5	1,11	4,27
PVA + AM1	0,97	4,04
PVA + AM5	0,96	4,19
PVA + CJ1	1,13	4,14
PVA + CJ5	0,98	4,24
PVA + JP1	0,92	4,29
PVA + JP5	1,06	4,36
PVA + PF1	1,07	4,39
PVA + PF5	0,97	4,25

Fonte: O autor (2021).

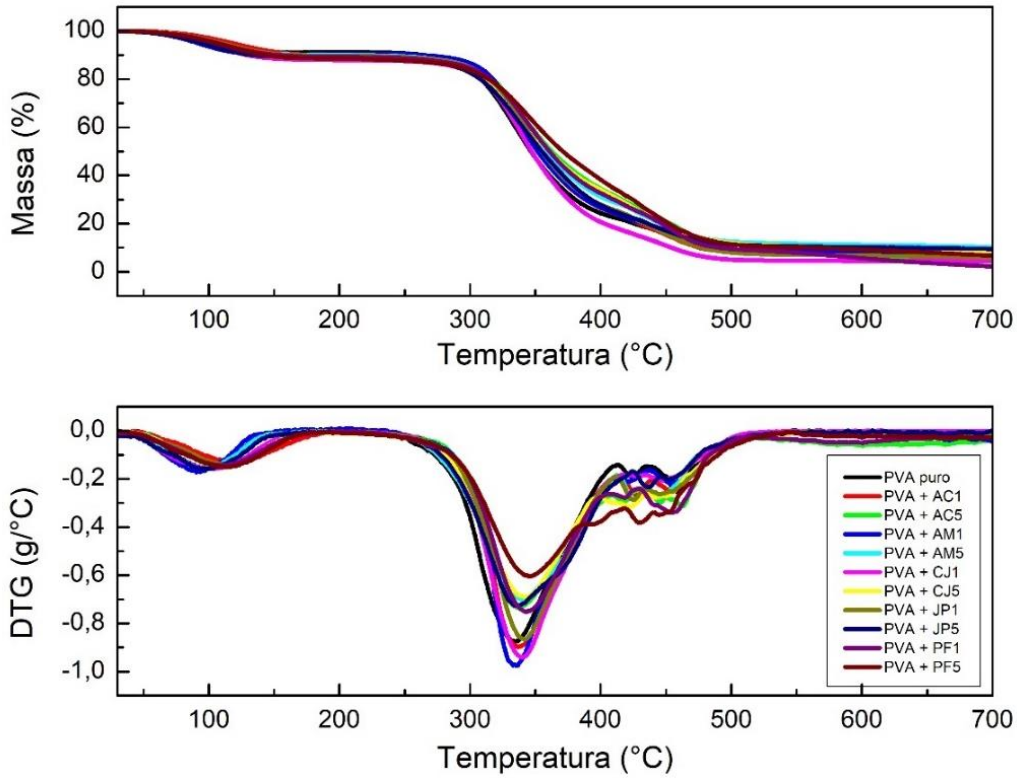
De acordo com a Tabela 15 percebe-se que ocorreu uma pequena diminuição do tamanho de cristalito e da distância interplanar nos filmes incorporados com os extratos vegetais quando comparado com o PVA puro. O decréscimo do tamanho dos cristalitos dos filmes aditivados com os extratos vegetais implica no aumento da amorfosidade das estruturas do PVA (RAGAB, AHMAD e RADWAN, 2016).

5.2.6 Análise termogravimétrica (TGA)

O estudo da estabilidade térmica dos materiais poliméricos é de grande importância para avaliação das condições de processamento.

A Figura 27 e a Tabela 16 apresentam os parâmetros da estabilidade térmica dos filmes produzidos de PVA puro e incorporado com os extratos vegetais.

Figura 27 – TG e DTG dos filmes de PVA puro e incorporado com os extratos vegetais.



Fonte: O autor (2021).

O gráfico de TGA dos filmes de PVA apresentam 3 estágios de degradação térmica, confirmando os resultados encontrados na literatura (MALLAKPOUR e BARATI, 2014; BHAT et al., 2020). O primeiro estágio entre 64-150°C é referente à evaporação da água residual, principalmente a água, remanescente do processo de produção dos filmes. O segundo estágio (302-379°C) é atribuído as reações de desidratação da estrutura do PVA. O terceiro estágio (428-485°C) é referente a decomposição dos resíduos de polieno para produzir carbono e hidrocarbonetos.

Os resultados para a temperatura de degradação inicial (T_{onset}), temperatura de degradação final (T_{endset}) e temperatura de degradação máxima ($T_{máx}$) estão apresentados na Tabela 16.

Tabela 16 – Parâmetros térmicos dos filmes de PVA puro e aditivado com extratos vegetais.

Amostras	1º Estágio			2°Estágio			3° Estágio		
	T_{onset} (°C)	T_{endset} (°C)	$T_{máx}$ (°C)	T_{onset} (°C)	T_{endset} (°C)	$T_{máx}$ (°C)	T_{onset} (°C)	T_{endset} (°C)	$T_{máx}$ (°C)
PVA puro	72	121	97	302	371	336	449	474	460
PVA + AC1	82	150	126	309	372	337	422	467	426
PVA + AC5	77	146	116	309	376	346	425	472	430
PVA + AM1	69	111	91	312	368	336	474	485	455
PVA + AM5	66	122	92	302	379	342	422	467	427
PVA + CJ1	64	135	103	308	374	341	442	478	445
PVA + CJ5	73	140	117	305	374	337	431	467	440
PVA + JP1	78	141	116	310	373	342	419	473	422
PVA + JP5	70	126	101	308	377	342	425	465	434
PVA + PF1	77	142	109	309	374	343	448	472	455
PVA + PF5	76	145	116	310	375	346	428	469	430

Fonte: O autor (2021).

Ao observar a Tabela 16 pode-se perceber que para o primeiro estágio de perda de massa ocorreu um aumento da temperatura máxima de degradação ($T_{máx}$) para os filmes aditivados com os extratos vegetais comparados ao filme de PVA puro, com exceção dos filmes incorporados com extrato de amburana de cambão. O aumento da temperatura no primeiro estágio implica que água apresenta maior interação com os componentes dos filmes aditivados, portanto, necessitando de uma maior energia térmica para evaporar totalmente da matriz polimérica.

Para os valores de temperatura inicial de degradação (T_{onset}), temperatura de degradação final (T_{endset}) e para a temperatura máxima de degradação ($T_{máx}$) no segundo estágio, foi notado uma tendência de acréscimo dessas temperaturas para todos os filmes aditivados com os extratos vegetais. Esse fato indica maior estabilidade térmica para os filmes formulados com os extratos vegetais.

O aumento da temperatura de degradação do polímero quando incorporado com o extrato vegetal possivelmente está relacionado à diminuição das interações moleculares entre as cadeias poliméricas, em consequência do fortalecimento das interações por ligação de hidrogênio entre os componentes do extrato vegetal e a

matriz polimérica (MEDINA-JARAMILLO et al., 2016) aumentando a estabilidade térmica dos filmes contendo os extratos vegetais.

5.2.7 Ensaio mecânico de tração

Os ensaios mecânicos dos filmes poliméricos produzidos nesse estudo foram realizados para observar a influência dos extratos vegetais das plantas da caatinga nas propriedades de resistência a tração, deformação específica e módulo de elasticidade nos filmes de PVA. Esse efeito dos extratos vegetais nos parâmetros mecânicos foi comparado por formulação, levando em consideração a espécie da planta do extrato vegetal em comparação ao PVA puro, conforme pode ser observado nas Tabelas de 17 a 21. Para esse estudo foi aplicado o teste estatístico de Duncan para avaliar as mudanças significativas (p>0,05) nas propriedades mecânicas.

Koteswararao et al. (2019) produziram filmes de PVA incorporado com nanopartículas de sulfeto de cádmio, em diversas concentrações. Os autores obtiveram valores mecânicos para os filmes de PVA puro de 33,20 MPa para o módulo de elasticidade e 17,03 MPa para a resistência a tração. Os resultados obtidos nesse presente estudo foram similares aos de Koteswararao et al. (2019), em que foi obtido o valor de 14,99 MPa para a resistência a tração e 29,79 MPa para o módulo de elasticidade para o filme de PVA puro.

Tabela 17 – Parâmetros mecânicos dos filmes de PVA puro e incorporado com extrato vegetal de angico de caroço na concentração de 1 e 5% m/m.

Amostras	Resistência a tração (MPa)	Deformação específica (%)	Módulo de elasticidade (MPa)
PVA puro	$14,99^{a}$±2,05	$174,34^{a}$±26,22	$29,79^{a}$±6,04
PVA/AC1	$19,18^{b}$±1,62	$233,96^{b}$±12,46	$22,98^{b}$±0,26
PVA/AC5	$17,38^{b}$±1,75	$102,87^{c}$±4,81	$29,82^{a}$±2,01

Médias seguidas de letras iguais na **vertical** não diferem significativamente (p>0,05) pelo teste de Duncan.
Fonte: O autor (2021).

A partir dos resultados do teste de tração apresentados na Tabela 17 foi percebido que ocorreu um aumento significativo da resistência a tração dos filmes de PVA aditivado com o extrato de angico de caroço em comparação ao filme puro. Foi

notado também que não ocorreu mudança significativa da resistência a tração entre as concentrações (1 e 5% m/m) dos filmes com o angico de caroço.

Para a deformação específica foi observado que os filmes na concentração de 1% m/m apresentaram um acréscimo significativo em relação ao filme de PVA puro. Entretanto, para os filmes de 5% m/m ocorreu uma diminuição dessa propriedade.

O módulo de elasticidade dos filmes com o extrato de AC exibiu uma diminuição significativa na concentração de 1% m/m, no entanto, para a formulação de 5% m/m não foi constatada uma mudança significativa comparado ao PVA puro.

Os resultados obtidos no ensaio de tração para os filmes incorporados com o extrato vegetal de amburana de cambão podem ser observados na Tabela 18.

Tabela 18 – Parâmetros mecânicos dos filmes de PVA puro e incorporado com extrato vegetal de Amburana de Cambão (AM) na concentração de 1 e 5% m/m.

Amostras	Resistência a tração (MPa)	Deformação específica (%)	Módulo de elasticidade (MPa)
PVA puro	$14,99^{a}$±2,05	$174,34^{a}$±26,22	$29,79^{a}$±6,04
PVA/AM1	$18,41^{b}$±1,92	$216,56^{b}$±16,58	$22,75^{b}$±1,56
PVA/AM5	$17,14^{b}$±0,99	$206,54^{b}$±10,31	$26,77^{a,b}$±0,86

Médias seguidas de letras iguais na **vertical** não diferem significativamente (p>0,05) pelo teste de Duncan.
Fonte: O autor (2021).

Na Tabela 18, foi verificado que ocorreu um aumento significativo da resistência a tração dos filmes incorporados com o extrato vegetal de amburana de cambão (AM), independente da concentração utilizada. Contudo, entre as concentrações do extrato vegetal (AM) nos filmes poliméricos não foi notado uma diferença significativa desse parâmetro mecânico.

Em relação a deformação específica foi observado um comportamento similar a resistência a tração. Foi notado um aumento da propriedade dos filmes aditivados em comparação a matriz de PVA puro e entre as concentrações de AM não ocorreu alterações significativas.

Para o módulo de elasticidade foi percebido um decréscimo significativo para os filmes com concentração de 1% m/m do extrato vegetal. Os resultados obtidos para

os filmes com 5% m/m de extrato vegetal apresentaram semelhanças com os filmes de PVA puro e aditivado com 1% de AM.

Os parâmetros mecânicos de resistência a tração, deformação específica e módulo de elasticidade obtidos no ensaio de tração para os filmes incorporados com o extrato vegetal de cajueiro podem ser observados na Tabela 19.

Tabela 19 – Parâmetros mecânicos dos filmes de PVA puro e incorporados com extrato vegetal de Cajueiro (CJ) na concentração de 1 e 5% m/m.

Amostras	Resistência a tração (MPa)	Deformação específica (%)	Módulo de elasticidade (MPa)
PVA puro	$14,99^{a}$±2,05	$174,34^{a}$±26,22	$29,79^{a}$±6,04
PVA/CJ1	$17,73^{b}$±0,86	$204,21^{b}$±8,23	$24,15^{b}$±3,55
PVA/CJ5	$24,31^{c}$±0,94	$235,50^{c}$±23,03	$44,02^{c}$±2,98

Médias seguidas de letras iguais na **vertical** não diferem significativamente (p>0,05) pelo teste de Duncan.
Fonte: O autor (2021).

Os resultados adquiridos de resistência a tração e deformação específica dos filmes de PVA incorporados com extrato vegetal de cajueiro (CJ) apresentaram um acréscimo significativo dessa propriedade, proporcional ao aumento da concentração do agente ativo.

Para o módulo de elasticidade pode ser observado uma diminuição significativa para os filmes de formulação de PVA/CJ1. Entretanto, para os filmes de concentração de 5% (PVA/CJ5) foi mostrado um acréscimo dessa propriedade.

Os resultados obtidos no teste mecânico de tração para os filmes aditivados com o extrato vegetal de jurema preta podem ser observados na Tabela 20.

Tabela 20 – Parâmetros mecânicos dos filmes de PVA puro e incorporados com extrato vegetal de Jurema Preta (JP) na concentração de 1 e 5% m/m.

Amostras	Resistência a tração (MPa)	Deformação específica (%)	Módulo de elasticidade (MPa)
PVA puro	$14,99^{a}$±2,05	$174,34^{a}$±26,22	$29,79^{a}$±6,04
PVA/JP1	$17,72^{b}$±0,87	$224,71^{b}$±20,94	$24,45^{b}$±1,55
PVA/JP5	$18,25^{b}$±1,64	$205,91^{b}$±16,82	$27,30^{a,b}$±0,99

Médias seguidas de letras iguais na **vertical** não diferem significativamente (p>0,05) pelo teste de Duncan.
Fonte: O autor (2021).

Na Tabela 20, foi notado um aumento significativo para as propriedades de resistência a tração e deformação específica dos filmes incorporados com extrato vegetal de jurema preta quando comparados aos filmes de PVA puro. No entanto, não foi observado diferença significativa dessas propriedades entre as concentrações do extrato vegetal utilizado.

Verificou-se um decréscimo significativo do módulo de elasticidade para os filmes aditivados com 1% m/m do extrato de jurema preta e para os filmes com 5% m/m foi verificado semelhanças dos valores entre as formulações de PVA puro e PVA/JP1.

A Tabela 21 apresenta os resultados do ensaio mecânico de tração para os filmes de PVA puro e incorporados com extrato vegetal de pau ferro.

Tabela 21 – Parâmetros mecânicos dos filmes de PVA puro e incorporados com extrato vegetal de Pau Ferro (PF) na concentração de 1 e 5% m/m.

Amostras	Resistência à tração (MPa)	Deformação específica (%)	Módulo de elasticidade (MPa)
PVA puro	$14,99^{a}$±2,05	$174,34^{a}$±26,22	$29,79^{a}$±6,04
PVA/PF1	$16,21^{a}$±1,14	$207,54^{b}$±13,75	$24,66^{b}$±1,70
PVA/PF5	$12,70^{b}$±1,76	$179,96^{a}$±18,50	$24,57^{b}$±2,26

Médias seguidas de letras iguais na **vertical** não diferem significativamente (p>0,05) pelo teste de Duncan.
Fonte: O autor (2021).

A partir da Tabela 21 é possível verificar uma diminuição significativa da resistência a tração para os filmes de PVA/PF5. Para os filmes de PVA/PF1 não foi observada modificação significativa desse parâmetro.

Para a deformação específica foi notado uma mudança significativa, apenas para a formulação PVA/PF1, uma vez que ocorreu o aumento do valor dessa propriedade quando comparada ao PVA puro.

Em relação ao módulo de elasticidade foi observado um acréscimo significativo para os filmes incorporados com o extrato vegetal de pau ferro. No entanto, não foi notado uma alteração significativa entre as formulações de PVA/PF1 e PVA/PF5.

No geral, as curvas de tensão x deformação obtidas do ensaio mecânico em tração de todas as formulações produzidas nesse presente estudo apresentaram comportamento elástico, específico de materiais poliméricos, conforme observado no Apêndice A. É possível perceber um acréscimo do valor da tensão, proporcional à deformação (comportamento elástico) até o limite de escoamento, posteriormente, ocorre uma diminuição do seu valor (comportamento plástico) (ANDRADE, 2018).

Para a resistência à tração, foi observado uma tendência de obter-se valores superiores (com exceção do extrato vegetal de pau ferro na concentração de 5% m/m) entre as formulações dos filmes aditivados com os extratos vegetais quando comparado ao filme de PVA puro. O aumento na resistência à tensão dos filmes aditivados pode estar relacionado com a possibilidade de um rearranjo estrutural na matriz polimérica causado pela adição do extrato, promovendo um aumento nas propriedades de tensão (ATARÉS e CHIRALT, 2016). Com isso, os resultados obtidos indicam que o extrato tornou os filmes mais resistentes mecanicamente.

No geral, foi observado uma redução do módulo de elasticidade para os filmes incorporados com extratos vegetais na concentração de 1% m/m e para a formulação PVA/PF5. O decréscimo do módulo de elasticidade está relacionado a substituição parcial das interações fortes que existem entre as estruturas dos polímeros por interações secundárias mais fracas que permitem a mobilidade das cadeias (SHEN et al., 2014).

5.2.8 Permeabilidade ao vapor de água

A taxa de permeação ao vapor de água é influenciada por alguns fatores, como: a cristalinidade, a presença de defeitos superficiais e/ou estruturais, e a relação hidrofóbica/hidrofílica entre os componentes da formulação dos filmes (LUDUEÑA, VÁZQUEZ e ALVAREZ, 2012; VERSINO e GARCÍA, 2014).

A Tabela 22 apresenta os resultados da taxa de permeabilidade ao vapor de água (WVP) nos filmes de PVA puro e aditivado com os extratos vegetais. Para a avaliação dos resultados foi utilizado o teste estatístico de Duncan com intervalo de confiança de 95% (p>0,05) e para isso deve-se avaliar horizontalmente os índices da Tabela 22.

Tabela 22 – Resultados de permeabilidade ao vapor de água dos filmes de PVA puro e aditivado com 1 e 5% m/m de extrato vegetal.

Amostras	**Permeabilidade ao vapor de água ($g\ h^{-1}\ m^{-1}\ Pa^{-1}$) $x10^{-8}$**		
	Concentração de extrato		
	PVA Puro	**1% (m/m)**	**5% (m/m)**
PVA + AC	$9,91^{a}$±0,82	$10,55^{a}$±1,03	$15,43^{b}$±1,84
PVA + AM	$9,91^{a}$±0,82	$23,73^{b}$±1,41	$24,26^{b}$±2,13
PVA + CJ	$9,91^{a}$±0,82	$17,84^{b}$±2,13	$11,83^{c}$±1,36
PVA + JP	$9,91^{a}$±0,82	$13,12^{b}$±1,53	$15,50^{c}$±1,42
PVA + PF	$9,91^{a}$±0,82	$14,15^{b}$±0,79	$16,51^{c}$±1,74

Médias seguidas de letras iguais na **horizontal** não diferem significativamente (p>0,05) pelo teste de Duncan.
Fonte: O autor (2021).

Para os filmes de PVA aditivados com extrato vegetal de angico de caroço na concentração de 1% m/m foi notado que não ocorreu diferença significativa no parâmetro de permeabilidade ao vapor de água comparado com a matriz de PVA puro. Em relação ao filme polimérico incorporado na concentração de 5% m/m ocorreu um aumento significativo da permeabilidade ao vapor de água.

Já para os filmes incorporados com o extrato vegetal de amburana de cambão (AM) foi percebido que houve um aumento significativo da permeabilidade ao vapor em ambas as concentrações utilizadas comparadas ao filme puro, entretanto, não houve diferenciação significativa da permeabilidade entre as concentrações de 1 e 5% m/m.

O filme incorporado com extrato de cajueiro na concentração de 1% obteve um aumento significativo comparado ao PVA puro. Para a concentração de 5% ocorreu decréscimo em relação ao filme com 1% do extrato, entretanto, em relação ao filme de PVA de puro ainda se mostrou com valor superior.

Para as demais formulações dos filmes poliméricos foi observado um comportamento similar, uma vez que a permeabilidade ao vapor de água aumentou significativamente com o acréscimo da concentração dos extratos vegetais nos filmes.

De acordo com Ramos et al. (2012) o acréscimo da permeabilidade ao vapor de água pode ser atribuído ao aumento do volume livre das estruturas das macromoléculas poliméricas referente à modificação das interações ocasionada pela presença do aditivo na sua cadeia.

5.2.9 Atividade antioxidante dos filmes

Os resultados dos ensaios antioxidantes dos filmes de PVA incorporados com os extratos vegetais pelos métodos de captura de radicais livres da molécula de DPPH e capacidade antioxidante total (CAT) pela redução do fosfomolibdênio VI em V estão apresentados na Tabela 23.

Tabela 23 – Resultados de CAT e DPPH dos filmes aditivados com extratos vegetais.

Amostras	CAT	DPPH
	Eficiência (%)	Eficiência (%)
PVA + AC1	$32,75^{c}\pm6,41$	$34,12^{a}\pm4,60$
PVA + AC5	$64,79^{f}\pm3,03$	$87,48^{d}\pm4,15$
PVA + AM1	$43,28^{d,e}\pm1,62$	$45,32^{b}\pm5,08$
PVA + AM5	$49,44^{e}\pm2,57$	$63,24^{c}\pm5,76$
PVA + CJ1	$22,04^{b}\pm1,57$	$95,55^{d,e}\pm2,47$
PVA + CJ5	$75,23^{g}\pm9,03$	$98,91^{e}\pm0,49$
PVA + JP1	$27,93^{b,c}\pm0,74$	$50,10^{b}\pm9,78$
PVA + JP5	$42,26^{d}\pm1,62$	$93,87^{d,e}\pm2,13$
PVA + PF1	$13,57^{a}\pm1,62$	$30,23^{a}\pm0,90$
PVA + PF5	$73,00^{g}\pm3,31$	$94,99^{d,e}\pm1,12$

Fonte: O autor (2021).

Ao observar a Tabela 23 pode-se perceber que pela técnica CAT os filmes aditivados com os extratos vegetais de pau ferro e cajueiro, ambos na concentração de 5% m/m, foram significativamente mais eficientes, já que os valores obtidos foram 73,00% e 75,23%, respectivamente. Já para o filme PVA/PF1 foi notado a menor capacidade antioxidante (13,57%) entre todas as formulações desenvolvidas.

Na literatura não foram encontradas pesquisas que produzam filmes poliméricos com a incorporação de extratos vegetais com as mesmas espécies dessa presente pesquisa. Entretanto, para efeito comparativo da potencialidade antioxidante dos filmes produzidos serão utilizadas referências com outro tipo de extrato vegetal ou substância química com aplicações antioxidantes.

Sakthiguru e Sithique (2020) desenvolveram uma blenda com diferentes proporções em massa de quitosana e gelatina (1:3, 1:1, 3:1) incorporado a uma solução de alantoína (0.5 mL, 5%). No estudo foi medido a capacidade antioxidante total pelo método de redução da molécula de fosfomolibdênio. A concentração da solução filmogênica foi variada entre 10-500 µg/mL em meio reagente. Foi observado que para a concentração de 500 µg/mL da solução filmogênica obteve-se uma maior CAT de aproximadamente 72%. Os autores constataram uma boa potencialidade antioxidante dos biocompósitos produzidos. Esses valores foram semelhantes aos encontrados nos filmes de formulação PVA/PF5 e PVA/CJ5.

Para a atividade antioxidante pelo método de captura de radicais livres foi constatado uma maior eficiência estatisticamente significativa para os filmes de PVA/CJ5 (98,91%). Em seguida, têm-se as formulações PVA/CJ1, PVA/JP5 e PVA/PF5, com eficiência de captura de radicais livres de 95,55, 93,87 e 94,99%, respectivamente. Já os filmes PVA/CJ5 e PVA/AC5 (com eficiência de 87,48%) apresentaram resultados semelhantes. A menor atividade antioxidante foi obtida para os filmes PVA/AC1 com 34,12% e PVA/AC5 com 30,23%.

Riaz et al. (2020) desenvolveram filmes de carboximetilcelulose (CMC) incorporado com o extrato vegetal de cebolinha chinesa (*Allium tuberosum*) nas concentrações de 1, 3 e 5% (m/m). Foi verificado a potencialidade antioxidante pelo método DPPH e obtiveram valores de atividade entre 29-53%. O aumento da eficiência ocorreu proporcionalmente ao acréscimo da concentração do extrato nos filmes de CMC. Os autores afirmaram que independente da concentração, os filmes produzidos apresentaram boa atividade antioxidante.

Comparando o presente estudo com a pesquisa de Riaz et al. (2020), percebe-se que algumas das formulações desenvolvidas neste trabalho apresentaram valores para a eficiência de captura de radicais livres semelhantes (entre 29-53%) e em grande parte foram superiores.

Portanto, através dos resultados obtidos para as atividades antioxidantes dos filmes de PVA incorporado com os extratos vegetais foram notados valores promissores que indicam que os filmes desenvolvidos apresentam potencial para a aplicações em embalagens com função antioxidante para a conservação dos alimentos.

De acordo com Abreu, Rodriguez e Cruz (2012) a oxidação é o principal fator que determina o prazo de vida útil dos alimentos. Uma vez iniciada a reação de oxidação, a presença de substâncias sensíveis poderá acelerá-la, como em um processo em cadeia.

Como visto nos resultados, os extratos vegetais podem contribuir para a desaceleração da oxidação devido à presença de grupos químicos, como os flavonoides e fenólicos na sua formulação, que são responsáveis por capturar os radicais livres e impedir o favorecimento dessas reações.

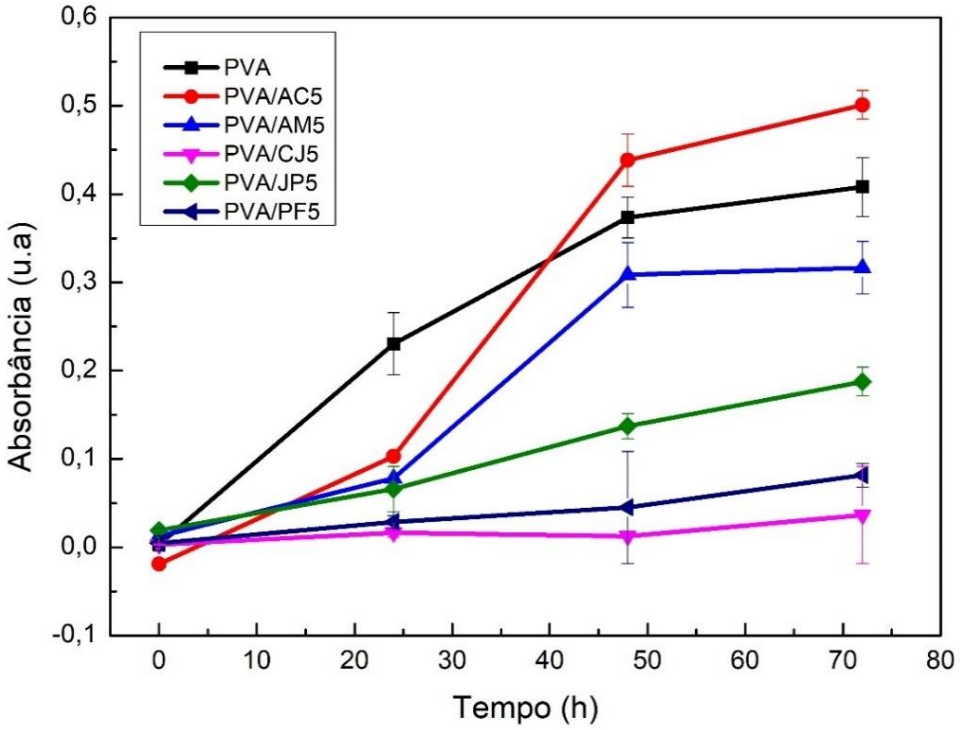
5.2.10 Atividade antimicrobiana dos filmes

A atividade antimicrobiana dos filmes de PVA puro e aditivado com os extratos vegetais foi avaliada qualitativamente por meio da medição da densidade óptica. De acordo com Andrade et al. (2020) a densidade óptica dos ensaios está associado ao crescimento microbiológico nos meios de cultura. Isto significa que quanto maior a absorbância obtida, maior a concentração de micro-organismos.

Baseado nos ensaios das atividades antioxidantes, percebeu-se que os filmes aditivados na concentração de 5% m/m dos extratos vegetais, independente da espécie, apresentaram valores superiores quando comparados àqueles contendo 1%m/m de extrato vegetal. Por isso, para o teste da atividade antimicrobiana foram escolhidas as formulações com melhores resultados.

Os valores obtidos do ensaio antimicrobiano durante o período de 72 horas para os filmes de PVA puro e incorporado com 5% m/m dos extratos vegetais podem ser observados na Figura 28.

Figura 28 – Avaliação antimicrobiana dos filmes de PVA puro e aditivado com extratos vegetais.



Fonte: O autor (2021).

A partir do gráfico pode-se constatar que durante as primeiras 24 horas do ensaio foi observado uma inibição do crescimento microbiológico para todos os filmes incorporados com os extratos vegetais.

Percebe-se que no final do ensaio antimicrobiano, os filmes aditivados com a espécie de cajueiro e pau ferro exibiram os melhores resultados de inibição do crescimento da *Staphylococcus aureus*, uma vez que apresentaram menores valores absorbância. Em 70h de incubação, a inibição de crescimento do PVA/CJ5 e PVA/PF5, comparada ao PVA puro, foram aproximadamente de 91 e 80%, respectivamente.

Os filmes incorporados com amburana de cambão (AM) e jurema preta (JP) também apresentaram, em 70h de incubação, menor absorbância do que a dos filmes de PVA puro, com índices de inibição de 24 e 54%, respectivamente. Porém, para os filmes com angico de caroço ocorreu um aumento da absorbância em

aproximadamente 20% em relação ao PVA puro, o que indica um maior crescimento da espécie *Staphylococcus aureus* no meio de cultura.

Após 48 horas de incubação, os filmes da formulação com angico de caroço (AC) apresentaram valores superiores ao de PVA puro, ou seja, não foi capaz de inibir o crescimento microbiológico por um maior período.

De acordo com Staroszczyk et al. (2020) a ação antimicrobiana é influenciada pela composição química e concentração de substâncias presentes nos extratos vegetais, entre os quais estão os fenólicos, que é o principal grupo de compostos responsáveis pela atividade antimicrobiana. Os autores também afirmam que o perfil fenólico de cada extrato depende dos fatores bióticos e abióticos das plantas que implicam no desempenho antimicrobiano.

Desse modo, pode-se atribuir a inibição do crescimento microbiológico dos extratos de amburana de cambão, cajueiro, jurema preta e pau ferro ao perfil dos fenólicos presentes na sua composição.

Com base nos ensaios antimicrobianos é possível afirmar que os extratos vegetais possuem potencialidade (destacando-se as espécies de pau ferro e cajueiro) para aplicações como embalagens com propriedades antimicrobianas para a conservação dos alimentos.

6 CONCLUSÃO

As principais conclusões referentes aos estudos sobre as caracterizações dos extratos vegetais de amburana de cambão, angico de caroço, cajueiro, jurema preta e pau ferro, e para os filmes de álcool polivinílico aditivado com 1 e 5% (m/m) dos extratos vegetais, realizadas nesse trabalho, são apresentadas a seguir:

A análise de rendimento constatou que os melhores tempos que apresentam o maior rendimento, são 4 horas para os extratos de amburana de cambão, angico de caroço e cajueiro e 6 horas para os extratos de jurema preta e pau ferro. A determinação deste tempo é importante pois os extratos vegetais devem permanecer o menor tempo possível em exposição ao calor para evitar a degradação térmica do material vegetal, consequentemente, evitando a inativação e/ou redução das suas propriedades antimicrobianas e antioxidantes.

Para o teor de flavonoides verificou-se que o extrato vegetal de amburana de cambão apresentou a maior concentração (17,75% m/m) desse grupo químico, um dos responsáveis pela atividade antioxidante dos materiais.

Para o teor de fenólicos totais observou-se que os extratos vegetais de amburana de cambão, cajueiro e pau ferro apresentaram as maiores concentrações dessa classe química, indicando uma potencialidade para a atividade antioxidante, devido a essa classe apresentar compostos capazes de capturar radicais e/ou quelar metais.

A capacidade antioxidante total pelo método (CAT) de redução do molibdênio constatou-se que o extrato vegetal de cajueiro apresentou a maior potencialidade de atividade (75,33%). Entretanto, para os outros extratos amburana de cambão, angico de caroço e pau ferro também foi verificado uma potencialidade, devido a apresentar índices de CAT superiores a 30%.

Para a atividade antioxidante pelo método de captura dos radicais da 2,2-difenil-1-picril-hidrazil (DPPH) notou-se que os extratos vegetais de cajueiro e pau ferro apresentaram excelentes percentagem de inibição dos radicais livres, verificando a maior potencialidade para esses extratos. No entanto, as outras espécies vegetais também apresentaram índices promissores de atividade antioxidante quando comparado com os valores obtidos da literatura.

A atividade antimicrobiana pelo método de difusão em disco verificou que para a espécies *Escherichia coli e Enterobacter aerogenes* não houve inibição do crescimento microbiológico em nenhum dos extratos vegetais estudados. Já para as espécies de *Staphylococcus aureus* houve a presença do halo de inibição para todos os extratos vegetais, destacando-se os extratos vegetais de angico de caroço e pau ferro que apresentaram o maior halo de inibição (18 mm).

Em consequência das caracterizações dos materiais vegetais foi decidido aplicar todas as espécies dos extratos vegetais em matrizes de álcool polivinílico (PVA) e verificar a sua influência nas propriedades mecânicas, térmicas, estruturais e também a potencialidade antimicrobiana e antioxidante nos filmes poliméricos.

Para avaliação dos aspectos visuais dos filmes de PVA foi notado diferença na coloração conforme o aumento da concentração dos extratos vegetais. Os filmes produzidos apresentaram boa homogeneidade, superfície lisa, boa maleabilidade e ausência de fraturas e transparência. A partir da avaliação de transparência é possível constatar que não houve alteração significativa na transparência para os filmes poliméricos aditivados com os extratos vegetais, exceto para a formulação de PVA/AC5.

Utilizando a análise de espectroscopia por infravermelho (FTIR) foi possível caracterizar os principais picos pertencentes ao PVA, entretanto, para os filmes aditivados não foi possível verificar a presença de novas bandas pertencentes aos extratos vegetais. Para isso, foi utilizado como complementação da técnica de FTIR a análise de componentes principais (PCA) para verificar as diferenças entre as formulações dos filmes. A partir disso, foi possível indicar uma incorporação dos extratos vegetais na matriz polimérica.

A partir da análise de DSC é possível verificar o decréscimo da entalpia de fusão e grau de cristalinidade dos filmes com o aumento da concentração dos extratos vegetais, esse resultado também pode ser constatado pela técnica de DRX. A temperatura de transição vítrea foi superior para os filmes na concentração de 5% m/m. Observando os resultados de TGA nota-se que ocorreu um aumento da temperatura de degradação térmica dos filmes incorporados com os extratos vegetais, independente da concentração.

Para o ensaio mecânico verificou-se um acréscimo da resistência à tração para os filmes aditivados com os extratos vegetais, exceto para a formulação PVA/PF5. Em relação ao módulo de elasticidade foi notado um decréscimo dos valores para os filmes na concentração de 1% m/m. Para a permeabilidade ao vapor de água foi obtido valores superiores quando comparados aos filmes de PVA puro.

As avaliações antioxidantes e antimicrobiana dos filmes incorporados apresentaram valores promissores para os filmes incorporados na concentração de 5% m/m, principalmente para as formulações PVA/CJ5 e PVA/PF5.

De modo geral, pode-se concluir que os resultados obtidos nessa presente pesquisa revelam que os extratos vegetais de plantas oriundas da caatinga apresentam potencialidade para aplicações como embalagens ativas antimicrobianas e antioxidantes, podendo destacar-se os extratos vegetais de cajueiro e pau ferro, no qual apresentaram os maiores índices de inibição microbiológica e de oxidação, assim produzindo um novo tipo de embalagem ativa valorizando o bioma da Caatinga.

7 PERSPECTIVAS FUTURAS

Como perspectivas para estudos futuros, temos:

- Avaliar a composição química dos extratos vegetais por cromatografia;
- Avaliar a atividade antimicrobiana dos filmes de PVA incorporado com os extratos vegetais de cajueiro e pau ferro;
- Avaliar o efeito da esterilização radiolítica e térmica nas propriedades mecânicas e térmicas dos filmes de PVA e extratos vegetais;
- Avaliar a migração do óleo da matriz polimérica para um meio simulante alimentício;

REFERÊNCIAS

ABRAL, H.; ATMAJAYA, A.; MAHARDIKA, M.; HAFIZULHAQ, F.; KADRIADI; HANDAYANI, D.; SAPUAN, S. M.; ILYAS, R. A. Effect of ultrasonication duration of polyvinyl alcohol (PVA) gel on characterizations of PVA film. **Journal of Materials Research and Technology**, [S.L.], v. 9, n. 2, p. 2477-2486, mar. 2020.

ABREU, D. A. P.; RODRIGUEZ, K. V.; CRUZ, J. M. Extraction, purification and characterization of an antioxidant extract from barley husks and development of an antioxidant active film for food package. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 13, p. 134-141, 2012.

AGATONOVIC-KUSTRIN, S.; DOYLE, E.; GEGECHKORI, V.; MORTON, D. W. High-performance thin-layer chromatography linked with (bio)assays and FTIR-ATR spectroscopy as a method for discovery and quantification of bioactive components in native Australian plants. **Journal Of Pharmaceutical And Biomedical Analysis**, [S.L.], v. 184, maio 2020.

ALBUQUERQUE, U. P.; MEDEIROS, P. M.; ALMEIDA, A. L. S.; MONTEIRO, J. M.; LINS NETO, E. M. F.; MELO, J. G.; SANTOS, J. P. Medicinal plants of the caatinga (semi-arid) vegetation of NE Brazil: A quantitative approach. Journal of Ethnopharmacology, v. 114, n. 3, p. 325–354, 2007.

ANDRADE, M. F.; GOIS, G. S.; GARCIA, S. M. S.; SILVA, I. D. L.; CAETANO, V. F.; ALMEIDA, Y. M. B.; MELO, T. J. A.; VINHAS, G. M. Active Packaging Using Orange Oil Incorporated into PBAT Biodegradable Films. **Materials science forum (online)**, 2018.

ANDRADE, J.; GONZÁLEZ-MARTÍNEZ, C.; CHIRALT, A.. Effect of carvacrol in the properties of films based on poly (vinyl alcohol) with different molecular characteristics. **Polymer Degradation And Stability**, [S.L.], v. 179, p. 109282, set. 2020.

ANDRADE, M. F.; SILVA, I. D. L.; SILVA, G. A.; CAVALCANTE, P. V. D.; SILVA, F. T.; ALMEIDA, Y. M. B.; VINHAS, G. M.; CARVALHO, L. H. A study of poly (butylene adipate-co-terephthalate)/orange essential oil films for application in active antimicrobial packaging. **LWT - Food Science and Technology**, v. 125, 2020.

ARAÚJO, E. R. D.; OLIVEIRA, D. C.; SOARES, T. C.; LANGASSNER, S. M. Z.; TAVARES, J. C. M.; SILVA, D. G. K. C. Avaliação do Potencial Antimicrobiano de Extrato Hidroalcoólico e Aquoso da Espécie *Anadenanthera colubrina* Frente à Bactérias Gram Negativa e Gram Positiva. **Biota Amazônia**, [s.l.], v. 5, n. 3, p.66-71, 2015.

ASHRY, E. S.; RASHED, N.; SALAMA, O. M.; SALEH, A. Components, therapeutic value and uses of myrrh. **Pharmazie,** 8, 163–168, 2003.

ASTM - **American Society for Testing and Materials – D882-12: Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting**. In: Annual book of ASTM standards, Philadelphia, 2012.

ATARÉS, L.; CHIRALT, A. Essential oils as additives in biodegradable films and coatings for active food packaging. **Trends in Food Science and Technology**, v. 48, p. 51–62, 2016.

AZEREDO, H. M. C.; FARIA, J. A. F.; AZEREDO, A. M. C. Embalagens ativas para alimentos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, [s.l.], v. 20, n. 3, p.337-341, dez. 2000.

AZIZI-LALABADI, M.; EHSANI, A.; GHANBARZADEH, B.; DIVBAND, B. Polyvinyl alcohol/gelatin nanocomposite containing ZnO, TiO2 or ZnO/TiO2 nanoparticles doped on 4A zeolite: microbial and sensory qualities of packaged white shrimp during refrigeration. **International Journal Of Food Microbiology**, [S.L.], v. 312, p. 108375, jan. 2020.

AYDOGDU, A.; RADKE, C. J.; BEZCI, S.; KIRTIL, E. Characterization of curcumin incorporated guar gum/orange oil antimicrobial emulsion films. **International Journal Of Biological Macromolecules**, [S.L.], v. 148, p. 110-120, abr. 2020.

BAI, H.; SUN, Y.; XU, J.; DONG, W.; LIU, X. Rheological and structural characterization of HA/PVA-SbQ composites film-forming solutions and resulting films as affected by UV irradiation time. **Carbohydrate Polymers**, [S.L.], v. 115, p. 422-431, jan. 2015.

BHAT, S. A.; ZAFAR, F.; MONDAL, A. H.; MIRZA, A. U.; MOHD, Q.; HAQ, R.; NISHAT, N. Efficient removal of Congo red dye from aqueous solution by adsorbent films of polyvinyl alcohol/melamine-formaldehyde composite and bactericidal effects. **Journal of Cleaner Production**, v. 255, p. 1-15, 2020.

BALESTRIN, L.; DIAS, J. F. G.; GOMES, M. O.; DALL'STELLA, D. S. G.; DALLARMI, M. M. Contribuição ao estudo fitoquímico de *Dorstenia multiformis Miquel (Moraceae)* com abordagem em atividade antioxidante. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 18, n. 2, p. 230-235, 2008.

BEHLING, E. B.; SENDÃO, M. C.; FRANCESCATO, H. D. C.; ANTUNES, L. M. G.; BIANCHI, M. de L. P.; Flavonoide quercetina: aspectos gerais e ações biológicas.

Alim. Nutr., v. 15, n. 3, p. 285-292, 2004.

BAPTISTA, A. B. **Extrato de folhas de caju (*Anacardium occidentale* L.) e de cajuí (*Anacardium microcarpum D*.): prospecção fitoquímica, atividade antioxidante, antimicrobiana e antiinflamatória, *in vitro* e *in vivo***. 2018. 99 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência da Nutrição, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2018.

BEZERRA, D. A. C. **Estudo Fitoquímico, Bromatológico e Microbiológico de *Mimosa tenuiflora (Wild) Poiret e Piptadenia stipulacea (Benth) Ducke***. Dissertação (Mestrado em Sistemas Agrosilvopastoris no Semi-Arido). Universidade Federal de Campina Grande, p. 63, 2008.

BICALHO, B.; PEREIRA, A.S.; NETO, F.R.A.; PINTO, A.C.; REZENDE, C.M. Application of High-Temperature Gas Chromatography-Mass Spectrometry to the *Investigation of Glycosidically Bound Components Related to Cashew Apple (Anacardium occidentale L. Var. nanum*) Volatiles. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Rio de Janeiro, v.48, n.4, p.1167-1174, Apr.2000.

BONILLA, J.; POLONI, T.; LOURENÇO, R. V.; SOBRAL, P. J. A. Antioxidant potential of eugenol and ginger essential oils with gelatin/chitosan films. **Food Bioscience**, [S.L.], v. 23, p. 107-114, jun. 2018.

BRAGA, L. R.; PERES, L. Novas tendências em embalagens para alimentos: revisão. **B. Ceppa**, Curitiba, v. 28, n. 1, p.69-84, jun. 2010.

BRAGA, L. R.; RANGEL, E. T.; SUAREZ, P. A. Z.; MACHADO, F. Simple synthesis of active films based on PVC incorporated with silver nanoparticles: evaluation of the thermal, structural and antimicrobial properties. **Food Packaging And Shelf Life**, [S.L.], v. 15, p. 122-129, mar. 2018.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a Free Radical Method to Evaluate Antioxidant Activity. **LWT - Food Science and Technology**, v. 28, p. 25–30, 1995.

BRITO, G. F.; AGRAWAL, P.; ARAÚJO, E. M.; MÉLO, T. J. A. Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, vol. 6.2, p.127-139, 2011.

BUCCI, D. Z.; TAVARES, L. B. B.; SELL, I. Biodegradation and physical evaluation of PHB packaging. **Polymer Testing**, [s.l.], v. 26, n. 7, p.908-915, out. 2007.

CAMO, J.; BELTRÁN, J. A.; RONCALÉS, P. Extension of the display life of lamb with

an antioxidant active packaging. **Meat Science**, v. 80, n. 4, p. 1086–1091, 2008.

CARVALHO, S. M.; NORONHA, C. M.; ROSA, C. G.; SGANZERLA, W. G.; BELLETTINI, I. C.; NUNES, M. R.; BERTOLDI, F. C.; BARRETO, P. L. M. PVA antioxidant nanocomposite films functionalized with alpha-tocopherol loaded solid lipid nanoparticles. **Colloids And Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [S.L.], v. 581, p. 123793, nov. 2019.

CASTRO, V. T. N. A. **Atividade Antioxidante e Antimicrobiana de** *Anadenanthera collubrina (Vell.)* **Brenan e incorporação em gel dermatológico.** 2011. 74 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências Farmacêuticas, Departamento de Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2011., 2008.

CHAVES, M. H.; CITÓ, A. M. G. L.; LOPES, J. A. D.; COSTA, D. A.; OLIVEIRA, C. A. A.; COSTA, A. F.; BRITO JUNIOR, E. M. Fenóis totais, atividade antioxidante e constituintes químicos de extratos de *Anacardium occidentale L., Anacardiaceae*. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, [s. l], v. 20, n. 1, p.106-112, ago. 2008.

CHAKRAVARTULA, S. S. N.; LOURENÇO, R. V.; BALESTRA, F.; BITTANTE, A. M. Q. B.; SOBRAL, P. J. A.; ROSA, M. Influence of pitanga (*Eugenia uniflora L.*) leaf extract and/or natamycin on properties of cassava starch/chitosan active films. **Food Packaging And Shelf Life**, [S.L.], v. 24, p. 100498, jun. 2020.

CHEN, H.; MA, Y.; MCDONALD, T. P.; WANG, Y. Development of active packaging film containing bioactive components encapsulated in β -cyclodextrin and its application. **Food Hydrocolloids,** v. 90, p. 360–366, 2019.

CODEVILLA, C. F.; BAZANA, M. T.; SILVA, C. B.; BARIN, J. S.; MENEZES, C. R. Nanoestruturas contendo compostos bioativos extraídos de plantas. **Ciência e Natura**, v. 37, n. 2, p. 142–151, 2015.

CORDEIRO, J. M. P.; FÉLIX, L. P. Conhecimento botânico medicinal sobre espécies vegetais nativas da caatinga e plantas espontâneas no agreste da Paraíba, Brasil. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, [s.l.], v. 16, n. 31, p.685-692, 2014.

COSTA, D. R. **Hidrogéis de PVA-NaCMC para aplicações em curativos.** 2012. 39 f. Monografia - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.

COSTA JUNIOR, E. S.; MANSUR, H. S. PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE BLENDAS DE QUITOSANA/POLI(ÁLCOOL VINÍLICO) RETICULADAS QUIMICAMENTE COM GLUTARALDEÍDO PARA APLICAÇÃO EM ENGENHARIA

DE TECIDO. **Quim. Nova**, [s. l], v. 31, n. 6, p.1460-1466, 2008.

COSTA, R. C.; DAITX, T. S.; MAULER, R. S.; SILVA, N. M.; MIOTTO, M.; CRESPO, J. S.; CARLI, L. N. Poly(hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate)-based nanocomposites for antimicrobial active food packaging containing oregano essential oil. **Food Packaging And Shelf Life**, [S.L.], v. 26, p. 100602, dez. 2020.

CRUZ, M. P. **ISOLAMENTO E IDENTIFICAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS DE** *Mimosa hostilis BENTH*. 2013. 204 f. Tese (Doutorado) - Curso de Química Orgânica, Instituto de QuÍmica, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2013.

DANNENBERG, G. da S.; FUNCK, G. D.; CRUXEN, C. E. S.; MARQUES, J. L. 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.

DEBIAGI, F.; KOBAYASHI, 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**, [S.L.], v. 52, p. 664-670, jan. 2014.

DEMIREL, S.; AKGUN, M. R.; TOPKAYA, R.; KOCYIGIT, A.; CICEK, K. Fabrication and electrochemical properties of flexible ZnO doped PVA-Borax based solid-gel electrolytes. **Inorganic Chemistry Communications**, [S.L.], v. 122, p. 108268, dez. 2020.

DICASTILLO, C. L.; RODRÍGUEZ, F.; GUARDA, A.; GALOTTO, M. J. Antioxidant films based on cross-linked methyl cellulose and native Chilean berry for food packaging applications. **Carbohydrate Polymers**, [S.L.], v. 136, p. 1052-1060, jan. 2016.

DJEBARI, S.; WRONA, M.; BOUDRIA, A; SALAFRANCA, J.; NERIN, C.; BEDJAOUI, K.; MADANI, K. Study of bioactive volatile compounds from different parts of *Pistacia lentiscus L.* extracts and their antioxidant and antibacterial activities for new active packaging application. **Food Control**, [S.L.], v. 120, p. 107514, fev. 2021.

DOMÍNGUEZ, R.; BARBA, F .J.; GÓMEZ, B.; PUTNIK, P.; KOVAČEVIĆ, D. B.; PATEIRO, M.; SANTOS, E. M.; LORENZO, J. M. Active packaging films with natural antioxidants to be used in meat industry: A review. **Food Research International**, v. 113, n. July, p. 93–101, 2018.

EL ACHABY, M.; MIRI, EL MIRI, N.; ABOULKAS, A.; ZAHOUILY, M.; BILAL, E.; BARAKAT, A.; SOLHY, A. Processing and properties of eco-friendly bio-nanocomposite films filled with cellulose nanocrystals from sugarcane bagasse.

International Journal Of Biological Macromolecules, [S.L.], v. 96, p. 340-352, mar. 2017.

EL-SAMAWATY, A. E. M.A.; EL-WAKIL, D. A.; ALAMERY, S.; MAHMOUD, M. M. H. Potency of plant extracts against *Penicillium* species isolated from different seeds and fruits in Saudi Arabia. **Saudi Journal Of Biological Sciences**, [S.L.], v. , p. 1-9, mar. 2021.

EL-SHAMY, A. G. Composite (PVA/Cu nano) films: two yield points, embedding mechanism and thermal properties. **Progress In Organic Coatings**, [S.L.], v. 127, p. 252-259, fev. 2019.

ESKANDARABADI, S. M.; MAHMOUDIAN, M.; FARAH, K. R.; ABDALI, A.; NOZAD, E.; ENAYATI, M. Active intelligent packaging film based on ethylene vinyl acetate nanocomposite containing extracted anthocyanin, rosemary extract and ZnO/Fe-MMT nanoparticles. **Food Packaging And Shelf Life**, [S.L.], v. 22, p. 100389, dez. 2019.

ESTEVEZ-ARECO, S.; GUZ, L.; CANDAL, R.; GOYANES, S. Release kinetics of rosemary (Rosmarinus officinalis) polyphenols from polyvinyl alcohol (PVA) electrospun nanofibers in several food simulants. **Food Packaging And Shelf Life**, [S.L.], v. 18, p. 42-50, dez. 2018.

FATIMA, A.; YASIR, S.; KHAN, M. S.; MANAN, S.; ULLAH, M. W.; UL-ISLAM, M. Plant extract-loaded bacterial cellulose composite membrane for potential biomedical applications. **Journal Of Bioresources And Bioproducts**, [S.L.], v. 6, n. 1, p. 26-32, fev. 2021.

FRANCO, P; INCARNATO, L.; MARCO, I. Supercritical CO_2 impregnation of α-tocopherol into PET/PP films for active packaging applications. **Journal Of Co2 Utilization**, [S.L.], v. 34, p. 266-273, dez. 2019.

FRANCHETTI, S. M. M.; MARCONATO, J. C. Polímeros biodegradáveis - uma solução parcial para diminuir a quantidade dos resíduos plásticos. **Química Nova**, [s.l.], v. 29, n. 4, p.811-816, jul. 2006.

GAGLIO, R.; BOTTA, L.; GAROFALO, G.; MICELI, A.; SETTANNI, L.; LOPRESTI, F. Carvacrol activated biopolymeric foam: an effective packaging system to control the development of spoilage and pathogenic bacteria on sliced pumpkin and melon. **Food Packaging And Shelf Life**, [S.L.], v. 28, p. 100633, jun. 2021.

GAYOSO, L.; ROXO, M.; CAVERO, R. Y.; CALVO, M. I.; ANSORENA, D.; ASTIASARÁN, I.; WINK, M. Bioaccessibility and biological activity of Melissa officinalis

, Lavandula latifolia and Origanum vulgare extracts: influence of an in vitro gastrointestinal digestion. **Journal Of Functional Foods**, [S.L.], v. 44, p. 146-154, maio 2018.

GUTIERREZ-LUGO, M. T.; DESCHAMPS, J. D.; HOLMAN, T. R.; SUAREZ, E.; TIMMERMANN, B. N. Lipoxygenase inhibition by anadanthoflavone, a new flavonoid from the aerial parts of *Anadenanthera colubrina*. **Planta Medica**, v. 70, n. 3, p. 263–265, 2004.

HAN, J. H.; FLOROS, J. D. Casting Antimicrobial Packaging Films and Measuring Their Physical Properties and Antimicrobial Activity. **Journal of Plastic Film & Sheeting**, v. 13, n. 4, p. 287–298, 1997.

HANUS, L. O.; REZANKA, T.; DEMBITSKY, V. M.; MOUSSAIEFF, *A. Myrrh - Commiphora* Chemistry. **Biomedical Papers** 149, 3–28, 2005.

HE, H.; CAI, R.; WANG, Y.; TAO, G.; GUO, P.; ZUO, H.; CHEN, L.; LIU, X.; ZHAO, P.; XIA, Q. Preparation and characterization of silk sericin/PVA blend film with silver nanoparticles for potential antimicrobial application. **International Journal Of Biological Macromolecules**, [S.L.], v. 104, p. 457-464, nov. 2017.

IULIANELLI, G. C. V. et al. Influence of TiO2nanoparticle on the thermal, morphological and molecular characteristics of PHB matrix. **Polymer Testing**, v. 65, n. November 2017, p. 156–162, 2018.

JAISWAL, Y. S.; TATKE, P. A.; GABHE, S. Y.; VAIDYA, A. B. Antidiabetic activity of extracts of *Anacardium occidentale Linn.* leaves on n-streptozotocin diabetic rats. **Journal Of Traditional And Complementary Medicine**, [s.l.], v. 7, n. 4, p.421-427, out. 2017.

JAMRÓZ, E.; KUCHAREK, M. Investigation of the physical properties , antioxidant and antimicrobial activity of ternary potato starch-furcellaran-gelatin fi lms incorporated with lavender essential oil. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 114, p. 1094–1101, 2018.

JUVENCIO, L. R. F. **Preparação e caracterização de filme de PVA/quitosana/colágeno visando a aplicação como curativo cutâneo**. 2017. 68 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências dos Materiais, Departamento de Ciências dos Materiais, Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, 2017.

KANATT, S. R.. Development of active/intelligent food packaging film containing Amaranthus leaf extract for shelf life extension of chicken/fish during chilled storage.

Food Packaging And Shelf Life, [S.L.], v. 24, p. 100506, jun. 2020.

KAUR, R.; GOYAL, D.; AGNIHOTRI, S. Chitosan/PVA silver nanocomposite for butachlor removal: fabrication, characterization, adsorption mechanism and isotherms. **Carbohydrate Polymers**, [S.L.], v. 262, p. 117906, jun. 2021.

KHALIQ, G.; RAMZAN, M.; BALOCH, A. H. Effect of Aloe vera gel coating enriched with *Fagonia indica* plant extract on physicochemical and antioxidant activity of sapodilla fruit during postharvest storage. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 286, p. 346-353, jul. 2019.

KIRO, A.; BAJPAI, J.; BAJPAI, A.K.. Designing of silk and ZnO based antibacterial and noncytotoxic bionanocomposite films and study of their mechanical and UV absorption behavior. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, [S.L.], v. 65, p. 281-294, jan. 2017.

KLEPIĆ, M.; SETNIČKOVÁ, K.; LANČ, M.; ŜÁK, M.; IZÁK, P.; DENDISOVÁ, M.; FUOCO, A.; JANSEN, J. C.; FRIESS, K. Permeation and sorption properties of CO_2-selective blend membranes based on polyvinyl alcohol (PVA) and 1-ethyl-3-methylimidazolium dicyanamide ([EMIM][DCA]) ionic liquid for effective CO2/H2 separation. **Journal Of Membrane Science**, [S.L.], v. 597, mar. 2020.

KOTESWARARAO, J.; SATYANARAYANA, S. V.; MADHU, G. M.; VENKATESHAM, V. Estimation of structural and mechanical properties of Cadmium Sulfide/PVA nanocomposite films. **Heliyon**, [S.L.], v. 5, n. 6, p. 1-7, jun. 2019.

KUMAR, S.; KRISHNAKUMAR, B.; SOBRAL, A. J. F. N.; KOH, J. Bio-based (Chitosan/PVA/ZnO) nanocomposites film: Thermally stable and photoluminescence material for removal of organic dye. **Carbohydrate Polymers**, v. 205, p. 559-564, 2018.

LANGENHEIM, J.H. Plant Resins: Chemistry, Evolution, Ecology and Ethnobotany. **Timber Press**, Portland, Cambridge, 2003.

LEE, H.; YOU, J.; JIN, H.; KWAK, H. W. Chemical and physical reinforcement behavior of dialdehyde nanocellulose in PVA composite film: a comparison of nanofiber and nanocrystal. **Carbohydrate Polymers**, [S.L.], v. 232, p. 115771, mar. 2020.

LEE, S. E.; HWANG, H. J.; HA, J. S.; JEONG, H. S.; KIM, J. H. Screening of medicinal plant extracts for antioxidant activity. **Life Sciences**, [S.L.], v. 73, n. 2, p. 167-179, maio 2003.

LENHARD, N. R.; SCALON, S. P. Q.; NOVELINO, J. O. Crescimento inicial de mudas

de pau ferro (*Caesalpinia ferrea MART. ex Tul. var. leiostachya Benth*.) sob diferentes regimes hídricos. **Ciênc. Agrotec.**, Lavras, v. 4, n. 34, p.870-877, 2010.

LEÓN, J. S. S. **Caracterização química e estabilidade oxidativa de produto reestruturado de frango sob a ação de embalagem ativa adicionada de extratos de resíduos agroindustriais.** 2015. 128 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2015.

LIN, D.; ZHENG, Y.; WANG, X.; HUANG, Y.; NI, L.; CHEN, X.; WU, Z.; HUANG, C.; YI, Q.; LI, J. Study on physicochemical properties, antioxidant and antimicrobial activity of okara soluble dietary fiber/sodium carboxymethyl cellulose/thyme essential oil active edible composite films incorporated with pectin. **International Journal Of Biological Macromolecules**, [S.L.], v. 165, p. 1241-1249, dez. 2020.

LIU, D.; SUN, X.; TIAN, H.; MAITI, S.; MA, Z. Effects of cellulose nanofibrils on the structure and properties on PVA nanocomposites. **Cellulose**, [S.L.], v. 20, n. 6, p. 2981-2989, 13 out. 2013.

LUDUEÑA, L.; VÁZQUEZ, A.; ALVAREZ, V. Effect of lignocellulosic filler type and content on the behavior of polycaprolactone based eco-composites for packaging applications. Carbohydrate Polymers, v. 87(1), p. 411–421, 2012.

MAGALHÃES, L. S.; PUSSENTE, C. G.; AZEVEDO, L. R.; CRESPO, J. M. R. S. Avaliação da atividade antibacteriana do extrato de *Caesalpinia ferrea Martius* e desenvolvimento de uma formulação fitocosmética. **Revista CientÍfica da Faminas**, Muriaé, v. 11, n. 1, p.27-43, abr. 2015.

MALLAKAPOUR, S.; BARATI, A. A straightforward preparation and characterization of novel poly(vinyl alcohol)/organoclay/silver tricomponent nanocomposite films. **Progress in Organic Coatings**, v. 77, p. 1629-1634, 2014.

MARIA, P.; AVANCINI, M. Caatinga : um bioma entre a devastação e a conservação. **Com ciência**, 149, 2013.

MEDINA-JARAMILLO, C.; GUTIÉRREZ, T. J.; GOYANES, S.; BERNAL, C.; FAMÁ, L. Biodegradability and plasticizing effect of yerba mate extract on cassava starch edible films. **Carbohydrate Polymers**, v. 151, p. 150–159, 2016.

MENDES, J.F.; NORCINO, L.B.; MARTINS, H.H.A.; MANRICH, A.; OTONI, C.G.; CARVALHO, E.e.N.; PICCOLI, R.H.; OLIVEIRA, J.e.; PINHEIRO, A.C.M.; MATTOSO, L.H.C.. Correlating emulsion characteristics with the properties of active starch films loaded with lemongrass essential oil. **Food Hydrocolloids**, [S.L.], v. 100, p. 105428,

mar. 2020.

MONTEIRO, R. P. M. **Desenvolvimento de perfis cromatográficos típicos e quantificação de polifenois das folhas e cascas de *Anacardium occidentale***. 2009. 130 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2016.

MORACZEWSKI, K.; PAWŁOWSKA, A.; STEPCZYńSKA, M.; MALINOWSKI, R.; KACZOR, D.; BUDNER, B.; GOCMAN, K.; RYTLEWSKI, P. Plant extracts as natural additives for environmentally friendly polylactide films. **Food Packaging And Shelf Life**, [S.L.], v. 26, p. 100593, dez. 2020.

MORAES, A. R. F.; GOUVEIA, L. E. R.; SOARES, N. F. F.; SANTOS, M. M. S.; GONÇALVES, M. P. J. C. Desenvolvimento e avaliação de filme antimicrobiano na conservação de manteiga. C**iência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 27, p.33-36, ago. 2007.

MOSTAFA, A. M. Preparation and study of nonlinear response of embedding ZnO nanoparticles in PVA thin film by pulsed laser ablation. **Journal Of Molecular Structure**, [S.L.], v. 1223, p. 1-7, jan. 2021.

MOURA, M. R.; MATTOSO, L. H. C.; ZUCOLOTTO, V. Development of cellulose-based bactericidal nanocomposites containing silver nanoparticles and their use as active food packaging. **Journal Of Food Engineering**, [S.L.], v. 109, n. 3, p. 520-524, abr. 2012.

MULHOLLAND, E.J.; MCERLEAN, E.M.; DUNNE, N.; MCCARTHY, H.O.. Design of a novel electrospun PVA platform for gene therapy applications using the CHAT peptide. **International Journal Of Pharmaceutics**, [S.L.], v. 598, p. 120366, abr. 2021.

MULLA, M.; AHMED, J.; AL-ATTAR, H.; CASTRO-AGUIRRE, E.; ALI ARFAT, Y.; AURAS, R. Antimicrobial efficacy of clove essential oil infused into chemically modified LLDPE film for chicken meat packaging. **Food Control**, v. 73, p. 663–671, 2017.

MURIEL-GALET, V.; CRAN, M. J.; BIGGER, S. W.; HERNÁNDEZ-MUÑOZ, P.; GAVARA, R. Antioxidant and antimicrobial properties of ethylene vinyl alcohol copolymer films based on the release of oregano essential oil and green tea extract components. **Journal Of Food Engineering**, [s.l.], v. 149, p.9-16, mar. 2015.

NASCIMENTO, J. A.; DIONÍSIO, A. G.; NASCIMENTO, E. C. L.; FREITAS, S. K. B.; ARAÚJO, M. C. U. Screening analysis of wines using flow-batch analyzer, UV-VIS spectroscopy and chemometrics. **Química Nova**, v. 33(2), p. 351–357, 2010.

NEGRI, M. L. S.; POSSAMAI, J. C.; NAKASHIMA, T. Atividade antioxidante das folhas de espinheira-santa - *Maytenus ilicifolia Mart. ex Reiss.*, secas em diferentes temperaturas. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, [s. l], v. 19, n. 2, p.553-556, jun. 2009.

NEPOMUCENO, C. F.; RIOS, A. P. S.; QUEIROZ, S. R. O. D.; PELACINI, C. R.; SANTANA, J. R. F. Controle da abscisão foliar e morfogênese in vitro em culturas de *Anadenanthera colubrina (Vell.) Brenan var. cebil (Griseb) Altschul*. **Sociedade de Investigações Florestais**, [s. l], v. 31, n. 5, p.967-975, 2007.

NIBIR, Y. M.; SUMIT, A. F.; AKHAND, A. A.; AHSAN, N.; HOSSAIN, M. S. Comparative assessment of total polyphenols, antioxidant and antimicrobial activity of different tea varieties of Bangladesh. **Asian Pacific Journal Of Tropical Biomedicine**, [s.l.], v. 7, n. 4, p.352-357, abr. 2017.

NWABOR, Ozioma Forstinus; SINGH, Sudarshan; PAOSEN, Supakit; VONGKAMJAN, Kitiya; VORAVUTHIKUNCHAI, Supayang Piyawan. Enhancement of food shelf life with polyvinyl alcohol-chitosan nanocomposite films from bioactive Eucalyptus leaf extracts. **Food Bioscience**, [S.L.], v. 36, p. 100609, ago. 2020.

OETTING, L. L. **Extratos vegetais como promotores do crescimento de leitões recém-desmamados.** 2005. 80 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência Animal e Pastagens, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

OLIVEIRA, R. N.; MANCINI, M. C.; OLIVEIRA, F. C. O.; PASSOS, T. M.; QUILITY, B.; THIRÉ, R. M. S. M.; MCGUINNESS, G. B. FTIR analysis and quantification of phenols and flavonoids of five commercially available plants extracts used in wound healing. **Revista Matéria**, v. 21(3), p. 767-779, 2016.

OLIVEIRA, V.B.; ZUCHETTO, M.; OLIVEIRA, C.F.; PAULA, C.S.; DUARTE, A.F.S.; MIGUEL, M.D.; MIGUEL, O.G. Efeito de diferentes técnicas extrativas no rendimento, atividade antioxidante, doseamentos totais e no perfil por *clae-dad de dicksonia sellowiana (presl.). Hook, dicksoniaceae.* **Rev. Bras. Pl. Med.**, v.18, n.1, p.230-239, 2016.

OLIVEIRA, D. S. **NOVA METODOLOGIA PARA EXTRAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS DE VINHO TINTO E AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DOS EXTRATOS OBTIDOS.** 2014. 149 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2014.

OLLIER, R. P. et al. Effect of clay treatment on the thermal degradation of PHB based nanocomposites. **Applied Clay Science**, v. 163, n. March, p. 146–152, 2018.

OSTROSKY, E. A.; MIZUMOTO, M. K.; LIMA, M. E. L.; KANEKO, S. O . N.; FREITAS, B. R. Métodos para avaliação da atividade antimicrobiana e determinação da concentração mínima inibitória (CMI) de plantas medicinais. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, [s. l], v. 18, n. 2, p.301-307, mar. 2008.

PATLE, T. K.; SHRIVAS, K.; KURREY, R.; UPADHYAY, S.; JANGDE, R.; CHAUHAN, R. Phytochemical screening and determination of phenolics and flavonoids in *Dillenia pentagyna* using UV–vis and FTIR spectroscopy. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, [S.L.], v. 242, p. 1-10, dez. 2020.

PEDONE-BONFIM, M. V. L.; SILVA, D. K. A.; SILVA-BATISTA, A. R.; OLIVEIRA, A. P.; ALMEIDA, J. R. G. S.; YANO-MELO, A. M.; MAIA, L. C. Mycorrhizal inoculation as an alternative for the sustainable production of *Mimosa tenuiflora* seedlings with improved growth and secondary compounds content. **Fungal Biology**, [s.l.], v. 122, n. 9, p.918-927, 2018.

PEDROSO, M. G. V. **Estudo comparativo de colágeno hidrolisado e comercial com adição de PVA.** 2009. 70 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Química Analítica, Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2009.

PENTEADO, J. O.; VOLCÃO, L. M.; RAMOS, D. F.; SILVA-JÚNIOR, M.; MUCCILLO-BAISCH, A. L. Atividade antimicrobiana de extratos de *Ilex paraguariensis*. **Revista de Epidemiologia e Controle de Infecção**, [s.l.], v. 1, n. 1, p.1-10, 6 out. 2016.

PEREIRA, A. P. C. **CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E POTENCIAL BIOLÓGICO DE METABOLITOS SECUNDÁRIOS DE** *Commiphora leptophloeos (Mart.) J.B.Gillett*. 2016. 106 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciências Biológicas, Centro de Ciências Biológicas, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2016.

PEREIRA, A. V.; AZEVEDO, T. K. B.; HIGINO, S. S. S.; SANTANA, G. M.; TREVISAN, L. F. A.; AZEVEDO, S. S.; PEREIRA, M. V.; DE PAULA, A. F. R.. Taninos da casca do Cajueiro: atividade antimicrobiana. **Agropecuária Técnica**, [s. l], v. 36, n. 1, p.121-127, 2015.

PEREIRA, L. C. L. **DESENVOLVIMENTO DE FILMES ATIVOS ANTIOXIDANTES DE PVA INCORPORADO COM EXTRATO DO FARELO DA AMÊNDOA DE CACAU**. 2017. 61 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia e Ciência de Alimentos, Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Itapetinga, 2017.

PEREIRA JÚNIOR, R. L.; ANDRADE, A. P.; ARAÚJO, K. D.; BARBOSA, A. S.; BARBOSA, F. M. Espécies da Caatinga como Alternativa para o Desenvolvimento de

Novos Fitofármacos Caatinga Species as an Alternative to the Development of New Phytochemicals. **Floresta e Ambiente**, v. 21, n. 4, p. 509–520, 2014.

PERUMALLA, A. V. S.; HETTIARACHCHY, N. S. Green tea and grape seed extracts - Potential applications in food safety and quality. **Food Research International**, v. 44, n. 4, p. 827–839, 2011.

PETCHWATTANA, N.; NAKNAEN, P. Utilization of thymol as an antimicrobial agent for biodegradable poly(butylene succinate). **Materials Chemistry And Physics**, [S.L.], v. 163, p. 369-375, ago. 2015.

POLICARPO, I. S.; VASCONCELLOS, A.; CHAVES, T. P.; RAIMUNDO, J. P.; MEDEIROS, A. C. D.; COUTINHO, H. D. M.; ALVES, R. R. N. Transference of bioactive compounds from support plants to the termites Constrictotermes cyphergaster (Isoptera). **Science of the Total Environment**, v. 639, p. 921–928, 2018.

POLÔNIO, M. L. T.; PERES, F. Consumo de aditivos alimentares e efeitos à saúde: desafi os para a saúde pública brasileira. **Cad. Saúde Pública**, [s. l], v. 8, n. 25, p.1653-1666, ago. 2009.

PONZILACQUA, B.; ROTTINGHAUS, G. e.; LANDERS, B. R.; OLIVEIRA, C. A. F. Effects of medicinal herb and Brazilian traditional plant extracts on in vitro mycotoxin decontamination. **Food Control**, [S.L.], v. 100, p. 24-27, jun. 2019.

PRIETO, P., PINEDA, M., AGUILAR, M., Spectrophotometric Quantitation of Antioxidant Capacity through the Formation of a Phosphomolybdenum Complex: Specific Application to the Determination of Vitamin E1. **Analytical Biochemistry**, v. 269, p. 337-341, 1999.

PRIYADARSHI, R.; KUMAR, B.; DEEBA, F.; KULSHRESHTHA, A.; NEGI, Y. S. Chitosan films incorporated with Apricot (Prunus armeniaca) kernel essential oil as active food packaging material. **Food Hydrocolloids**, v. 85, n. March, p. 158–166, 2018.

RAGAB, H. M.; AHMAD, F.; RADWAN, S. N. Change spectroscopic studies and optimization electrical properties of PVP/PEO doped copper phthalocyanines. **Physica B: Condensed Matter**, [S.L.], v. 502, p. 97-102, dez. 2016.

RAI, P.; MEHROTRA, S.; PRIYA, S.; GNANSOUNOU, E.; SHARMA, S. K. Recent advances in the sustainable design and applications of biodegradable polymers. **Bioresource Technology**, [S.L.], v. 325, p. 124739, abr. 2021.

RAMALINGAM, K. J.; DHINESHBABU, N.R.; SRITHER, S.R.; SARAVANAKUMAR, B.; YUVAKKUMAR, R.; RAJENDRAN, V. Electrical measurement of PVA/graphene nanofibers for transparent electrode applications. **Synthetic Metals**, [S.L.], v. 191, p. 113-119, maio 2014.

RAMOS, M.; JIMENEZ, A.; PELTZER, M.; GARRIGOS, M. C. Characterization and antimicrobial activity studies of polypropylene films with carvacrol and thymol for active packaging. **Journal of Food Engineering**, v. 109, n. 3, p. 513–519, 2012.

RASIA, Gisele Marschner. **Síntese e funcionalização de hidrogéis de poli(álcool vinílico)**. 2014. 140 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência dos Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Rio Grande do Sul, 2014.

REALINI, C. E.; MARCOS, B. Active and intelligent packaging systems for a modern society. **Meat Science**, [s.l.], v. 98, n. 3, p.404-419, nov. 2014.

RIAZ, A.; LAGNIKA, C.; LUO, H.; NIE, M.; DAI, Z.; LIU, C.; ABDIN, M.; HASHIM, M. M. H.; LI, D.; SONG, J. Effect of Chinese chives (*Allium tuberosum*) addition to carboxymethyl cellulose based food packaging films. *Carbohydrate Polymers*, v. 235, 2020.

ROCHA, T. J. M.; SANTOS, K. C. B. S.; NASCIMENTO FILHO, B. P.; NOÉ, B. D. R; NASCIMENTO, H. F.; SANTOS, A. F. Atividade antioxidante dos extratos de *Anacardium occidentale* & *Glycyrrhiza glabra* pela captura do radical livre DPPH. **Revista de Biologia e Farmácia**, [s. l], v. 6, n. 2, p.11-19, 2011.

ROOHANI, M.; SHABANIAN, M.; KORD, B.; HAJIBEYGI, M.; KHONAKDAR, H. A. New functional Fe_3O_4 nanoparticles utilizing as adjuvant in the green PVA/cellulose whiskers nanocomposite. **Thermochimica Acta**, [S.L.], v. 635, p. 17-25, jul. 2016.

ROUMY, V.; MACEDO, J. C. R.; BONNEAU, N.; SAMAILLIE, J.; AZAROUAL, N.; ENCINAS, L. A.; RIVIÈRE, C.; HENNEBELLE, T.; SAHPAZ, S.; ANTHERIEU, S. Plant therapy in the Peruvian Amazon (Loreto) in case of infectious diseases and its antimicrobial evaluation. Journal Of Ethnopharmacology, [S.L.], v. 249, p. 112411, mar. 2020.

SABERI, B.; CHOCKCHAISAWASDEE, S.; GOLDING, J. B.; SCARLETT, Christopher J.; STATHOPOULOS, Costas E.. Characterization of pea starch-guar gum biocomposite edible films enriched by natural antimicrobial agents for active food packaging. **Food And Bioproducts Processing**, [S.L.], v. 105, p. 51-63, set. 2017.

SAKTHIGURU, N.; SITHIQUE, M. A. Fabrication of bioinspired

chitosan/gelatin/allantoin biocomposite film for wound dressing application. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 152, p. 873-883, 2020.

SAMPAIO, F. C.; PEREIRA, M. S.; DIAS, C. S.; COSTA, V. C. O., CONDE, N. C. O.; BUZALAF, M. A. R. In vitro antimicrobial activity of Caesalpinia ferrea Martius fruits against oral pathogens. **Journal of Ethnopharmacology**, 124, 289-294, 2009.

SANTANA, A. L. B. D. **Estudo Química, Antitermítico e Antifúngico da madeira de lei** *Anadenanthera colubrina (Vell.) Brenan var. Cebil (Griseb) von Reis Alt.* **(Angico-de-caroço)**. 2011. 308 f. Tese (Doutorado) - Curso de Química, Departamento de Química Fundamental, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2011.

SANTANA, M. C. C. B.; MACHADO, B. A. S.; SILVA, T. N.; NUNES, I. L.; DRUZIAN, J. I. Incorporação de urucum como aditivo antioxidante em embalagens biodegradáveis a base de quitosana. **Ciência Rural**, v. 43, n. 3, p. 544–550, 2013.

SANTOS, A. B. **Atividade Antioxidante de Extratos Vegetais da Flora Brasileira: Estudo com Ressonância Paramagnética Eletrônica (RPE) e Teoria do Funcional da Densidade (TFD).** 2006. 102 f. Tese (Doutorado) - Curso de Física Aplicada A Medicina e Biologia, Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto, São Paulo, 2006.

SHEN, L.; ZHANG, X.; LIU, M.; WANG, Z. 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.

SILVA. J. G.; SOUZA, I. A.; HIGINO, J. S.; SIQUEIRA-JUNIOR, J. P.; PEREIRA, J. V; PEREIRA, M. S. V. Atividade antimicrobiana do extrato de *Anacardium occidentale* Linn. em amostras multiresistentes de *Staphylococcus aureus*. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, p. 572-577, Out./Dez, 2007.

SILVA-LEYTON, R.; QUIJADA, R.; BASTÍAS, R.; ZAMORA, N.; OLATE-MOYA, F.; PALZA, H. Polyethylene/graphene oxide composites toward multifunctional active packaging films. **Composites Science And Technology**, [S.L.], v. 184, p. 107888, nov. 2019.

SILVA, F. A. **SIMBIOSE MICORRÍZICA ARBUSCULAR EM PAU-FERRO** *(Libidibia ferrea (Mart. ex Tul.) L. P. Queiroz var. ferrea)* **VISANDO MAXIMIZAÇÃO DA PRODUÇÃO DE FITOQUÍMICOS FOLIARES COM POTENCIAL MEDICINAL**. 2014. 73 f. Tese (Doutorado) - Curso de Biologia de Fungos, Departamento de Micologia, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2014.

SINGH, S.; GAIKWAD, K. K.; LEE, Y. S. Antimicrobial and antioxidant properties of polyvinyl alcohol bio composite films containing seaweed extracted cellulose nano-crystal and basil leaves extract. **International Journal Of Biological Macromolecules**, [S.L.], v. 107, p. 1879-1887, fev. 2018.

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; **Química Nova**, v. 35(1), p. 223-229, 2011.

STAROSZCZYK, H.; KUSZNIEREWICZ, B.; MALINOWSKA-PAńCZYK, E.; SINKIEWICZ, I.; GOTTFRIED, K.; KOŁODZIEJSKA, I. Fish gelatin films containing aqueous extracts from phenolic-rich fruit pomace. **LWT - Food Science and Technology**, [S.L.], v. 117, p. 1-9, jan. 2020.

SOARES, N. F. F.; SILVA, W. A.; PIRES; A. C. S.; CAMILLOTO, G. P.; SILVA, P. S. Novos desenvolvimentos e aplicações em embalagens de alimentos. **Revista Ceres**, v. 56, p.370-378, 2009.

SOLIMAN, T. S.; ABOUHASWA, A. S. Síntese e estrutural de nanopartículas de Cd 0,5 Zn 0,5 F_2O_4 e sua influência na estrutura e propriedades ópticas de filmes de álcool polivinílico. **J Mater Sci: Mater Electron**, v. 31, p. 9666–9674, 2020.

SPAGNOL, C.; FRAGAL, E.; WITT, M. A.; FOLLMAN, H. D. M.; SILVA, R.; RUBIRA, A. F. al. Mechanically improved polyvinyl alcohol-composite films using modified cellulose nanowhiskers as nano-reinforcement. **Carbohydrate Polymers**, [s.l.], v. 191, p.25-34, jul. 2018.

STRATAKOS, A. C.; DELGADO-PANDO, G.; LINTON, M.; PATTERSON M.; KOIDIS, A. Synergism between high-pressure processing and active packaging against Listeria monocytogenes in ready-to-eat chicken breast. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s.l.], v. 27, p.41-47, fev. 2015.

TAWAKKAL, I. S. M. A..; CRAN, M. J.; BIGGER, S. W.. Release of thymol from poly(lactic acid)-based antimicrobial films containing kenaffibres as natural filler. **LWT - Food Science and Technology**, [s.l.], v. 66, p.629-637, 2016.

TIVERON, A. P. **Atividade antioxidante e composição fenólica de legumes e verduras consumidos no Brasil.** 2010. 102 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

TREVISAN, L. F. A.; PEREIRA, A. V.; AZEVEDO, T. K.; PEREIRA, M. S. V.; PEREIRA,

M. V.; RODRIGUES, O. G.; LIMA, E. Q.; PEREIRA, J. V. Determinação dos padrões de resistência de *Staphylococcus aureus* aos extratos de plantas medicinais do nordeste brasileiro. **Agropecuária Técnica**, [s. l], v. 30, n. 1, p.42-47, 2009.

TRIPATHI, S.; MEHROTRA, G.K.; DUTTA, P.K.. Physicochemical and bioactivity of cross-linked chitosan–PVA film for food packaging applications. **International Journal Of Biological Macromolecules**, [S.L.], v. 45, n. 4, p. 372-376, nov. 2009.

TSURKO, E. S.; FEICHT, P.; HABEL, C.; SCHILLING, T.; DAAB, M.; ROSENFELDT, S.; BREU, J. Can high oxygen and water vapor barrier nanocomposite coatings be obtained with a waterborne formulation? **Journal Of Membrane Science**, [S.L.], v. 540, p. 212-218, out. 2017.

TUNÇ, S.; DUMAN, O. Preparation of active antimicrobial methyl cellulose/carvacrol/montmorillonite nanocomposite films and investigation of carvacrol release. **LWT - Food Science and Technology**, v. 44, n. 2, p. 465–472, 2011.

VERMEIREN, L.; DEVLIEGHERE, F.; VAN BESST, M.; DEBEVERE, J. Developments in the active packaging of food. **Trends in Food Science & Technology**, n. 10, p. 77-86, 1999.

Versino, F.; García, M. A. Cassava (*Manihot esculenta*) starch films reinforced with natural fibrous filler. **Industrial Crops and Products**, v. 58, p. 305–314, 2014.

VOLLESEN K. In Burseraceae. Flora of Ethiopia , vol 3, Hedberg I, Edwards S (eds). Universidade de Addis Ababa: Addis Ababa, 1989;442–478,1989.

WANG, J.; DAI, Q.; SI, R.; GUO, S. Investigation of properties and performances of Polyvinyl Alcohol (PVA) fiber-reinforced rubber concrete. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 193, p. 631-642, dez. 2018.

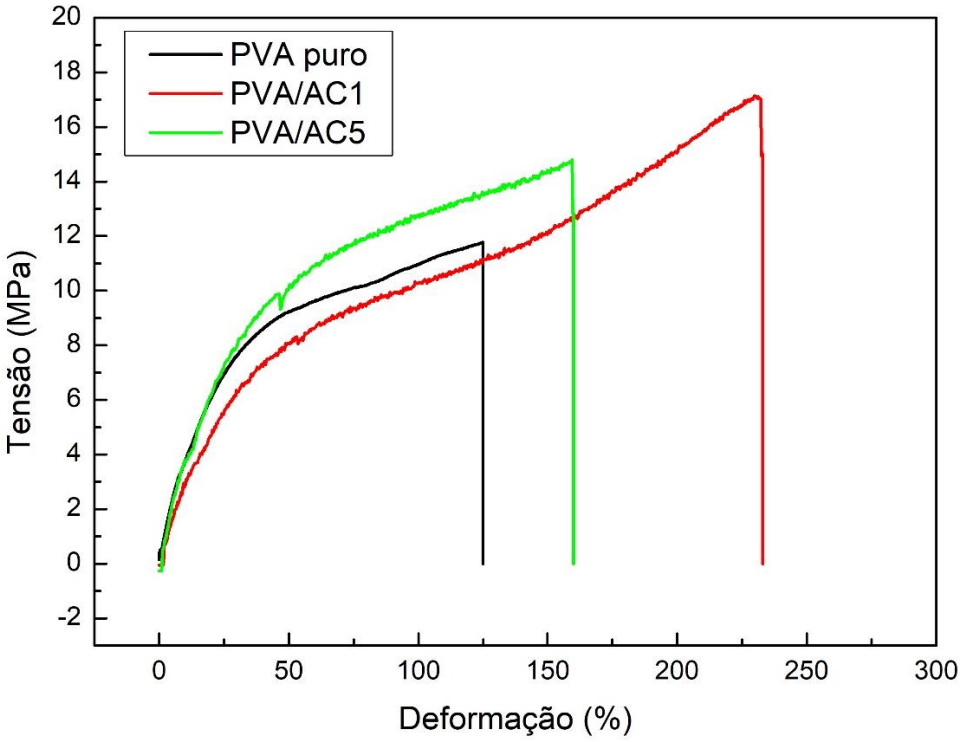
YUAN, W.; LEE, Hui W.; YUK, H. G. Antimicrobial efficacy of *Cinnamomum javanicum* plant extract against *Listeria monocytogenes* and its application potential with smoked salmon. **International Journal Of Food Microbiology**, [S.L.], v. 260, p. 42-50, nov. 2017.

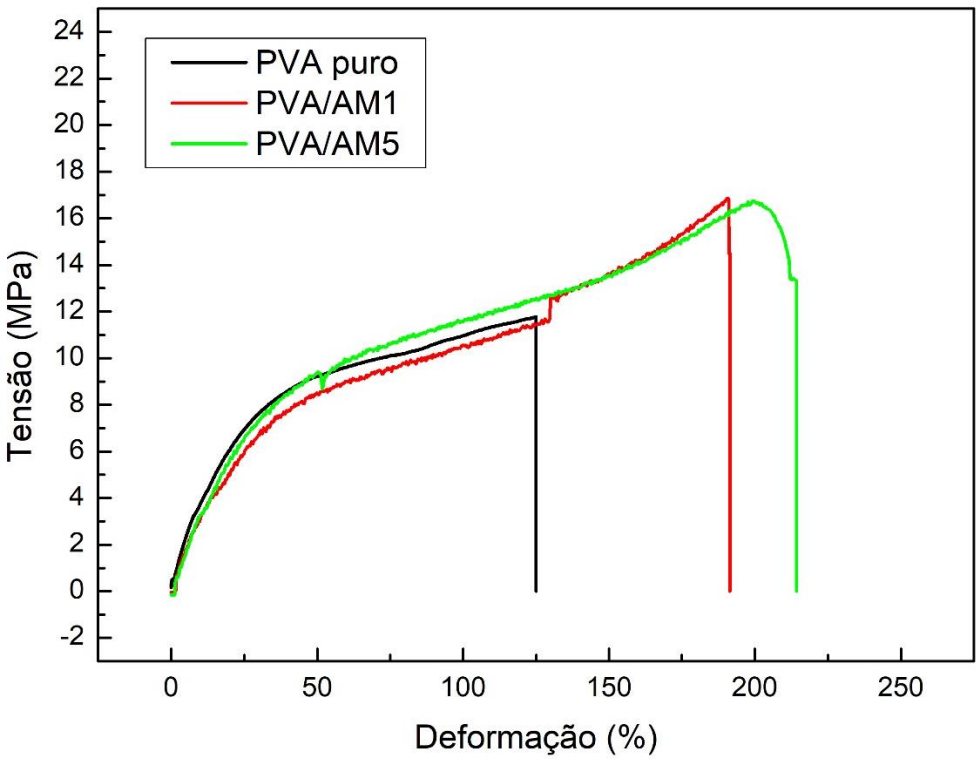
WEBER SOBRINHO, C. R. **Determinação da atividade antimicrobiana e citotóxica de extratos do caule de** *Anadenanthera colubrina (Vell.) Brenan var. Cebil (Griseb.) Von Reis Alt.* **(Angico-de-caroço)**. 2010. 111 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Patologia, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2010.

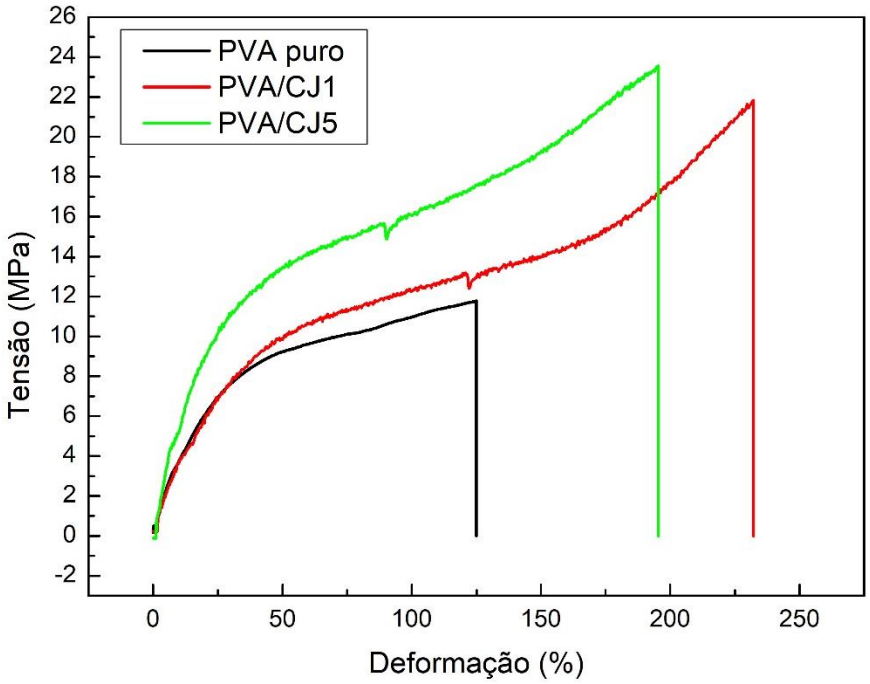
ZHONG, Y.; GODWIN, P.; JIN, Y.; XIAO, H. Biodegradable polymers and green-based

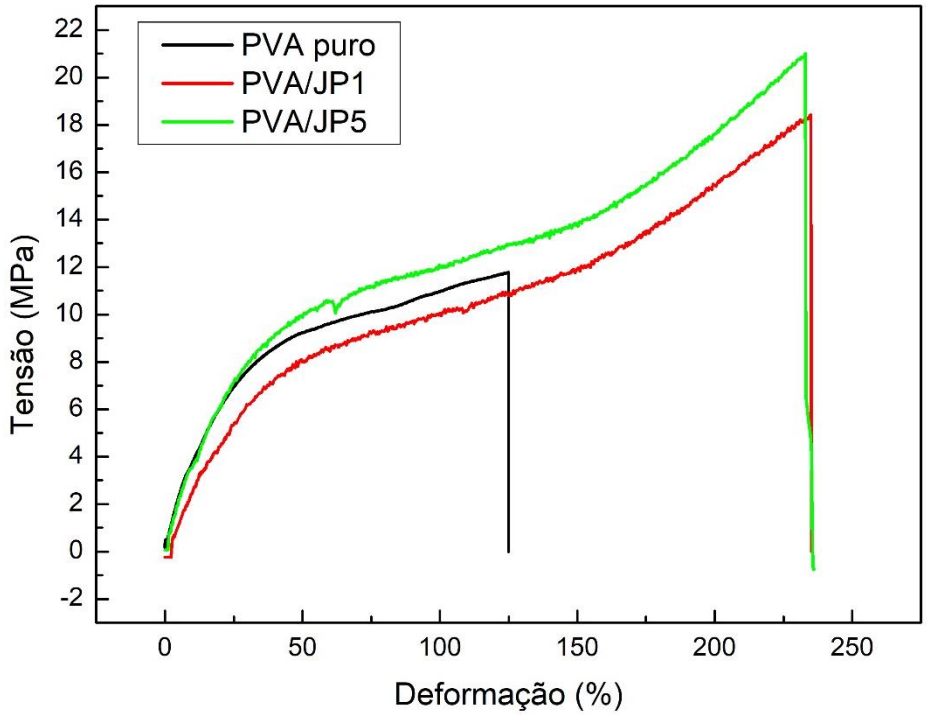
antimicrobial packaging materials: a mini-review. **Advanced Industrial And Engineering Polymer Research**, [S.L.], v. 3, n. 1, p. 27-35, jan. 2020.

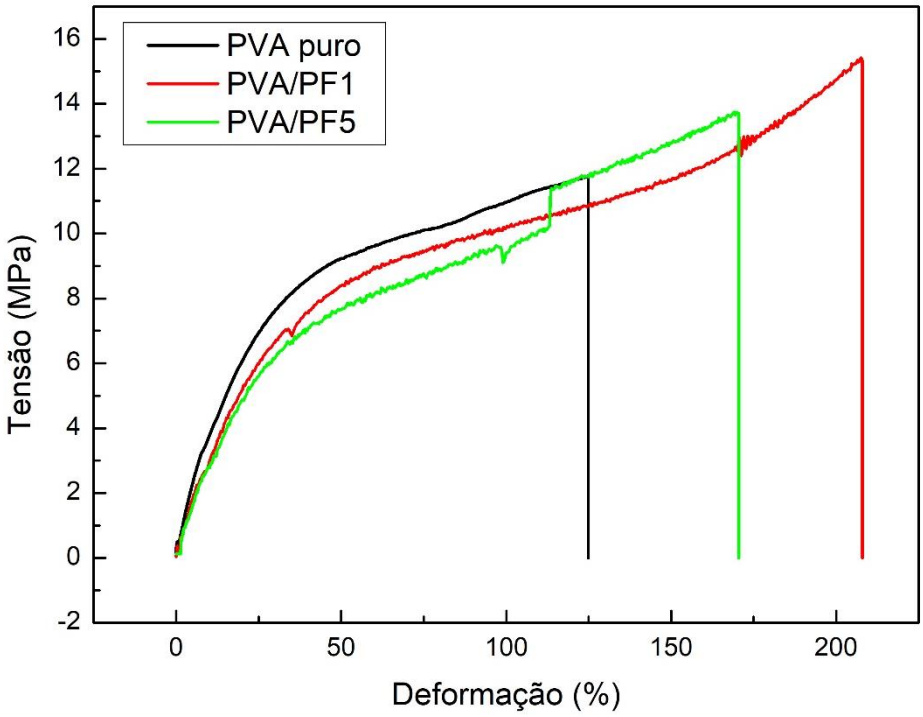
APÊNDICE A - CURVAS DE TENSÃO X DEFORMAÇÃO DOS FILMES DE PVA PURO E ADITIVADOS COM OS EXTRATOS VEGETAIS






PVA puro
PVA/CJ1
PVA/CJ5
Tensão (MPa)
Deformação (%)
26
24
22
20
18
16
14
12
10
8
6
4
2
0
-2
0
50
100
150
200
250


PVA puro
PVA/JP1
PVA/JP5
Tensão (MPa)
Deformação (%)
22
20
18
16
14
12
10
8
6
4
2
0
-2
0
50
100
150
200
250


PVA puro
PVA/PF1
PVA/PF5
Tensão (MPa)
Deformação (%)
16
14
12
10
8
6
4
2
0
-2
0
50
100
150
200

ANEXO A - PUBLICAÇÕES NECESSÁRIA PARA DEFESA DE TESE

LWT - Food Science and Technology 144 (2021) 111215

Contents lists available at ScienceDirect

LWT

journal homepage: www.elsevier.com/locate/lwt

Development of antioxidant active PVA films with plant extract of *Caesalpinia ferrea Martius*

Ivo Diego de Lima Silva [a,*], Luiz Emilio Pessoa Timeni de Moraes Filho [b], Viviane Fonseca Caetano [b], Michelle Félix de Andrade [b], Fernando Hallwass [c], Andréa Monteiro Santana Silva Brito [d], Glória Maria Vinhas [b]

[a] Postgraduate Program in Material Science (PGMtr) - Federal University of Pernambuco (UFPE), Recife, Brazil
[b] Department of Chemical Engineering, Federal University of Pernambuco, Recife, Brazil
[c] Department of Fundamental Chemistry, Federal University of Pernambuco, Recife, Brazil
[d] Academic Unit of Serra Talhada - Federal Rural University of Pernambuco, Serra Talhada, Brazil

ARTICLE INFO

Keywords:
PVA
Caesalpinia ferrea Martius
Antioxidant activity
Active packaging

ABSTRACT

In this work, antioxidant active films of poly (vinyl alcohol) – PVA incorporated with plant extract *of Caesalpinia ferrea Martius* (PF) were developed. The films were prepared through the solution casting technique. The concentrations of the plant extract used in the films were 0, 1 and 5% w/w. The analyses of phenolic and flavonoid content of the plant extracts resulted in 464.4 and 10.54 mgEQU/g, respectively. Antioxidant activity showed an index of 42.22 and 87.90% efficiency for free radical capture (DPPH) and total antioxidant capacity (TAC) techniques, respectively. Through the results of thermal analyses, a decrease in the degree of crystallinity and enthalpy of fusion were observed. An increase in thermal stability occurred after the incorporation of plant extract in the PVA matrix. For the mechanical test, an increase in tensile strength was noted. An increase was verified for water vapor permeability with the addition of plant extract. These films showed potentially antioxidant activities. It can be concluded that the incorporation of *Caesalpinia ferrea Martius* extract in the PVA had promising results, therefore, presenting an alternative for conventional passive packaging.

1. Introduction

The development of new packaging that preserves food in order to extend its shelf life with the guarantee of its safety and quality is a challenge for researchers and the industrial sector (Carvalho and Conte Junior, 2020; Lorenzo et al., 2014). Such materials are called active packaging, and can be formulated from polymers additivated with substances that tend to interact with the stability of the packaged product (Domínguez et al., 2018).

Active packaging is a system that interacts with food and is able to control the deterioration, especially of perishable foods (Andrade et al., 2020; Takala et al., 2017). There are several types of active packaging, such as: oxygen, ethylene, moisture, carbon dioxide and odor absorbers. There are also packages that release active substances in food, such as CO_2, antimicrobials, and antioxidants (Vermeiren et al., 1999).

The application of packaging that presents in its formulation active agents with antioxidant properties is of great importance to increase the shelf life of perishable foods because oxidation reactions cause food degradation. This degradation promotes changes in organoleptic properties in addition to the production of toxic compounds. Besides, alterations may occur on odor, flavor, texture and color, which impacts consumer's acceptance (Domínguez et al., 2018; Romani et al., 2020). Antioxidant active packaging systems are generally based on the incorporation of substances with antioxidant properties directly into the polymeric matrix (Ramos et al., 2014).

Active agents with antioxidant properties may be of synthetic or natural origin. However, some synthetic substances can cause harm to consumer's health (Gutiérrez-del-Río et al., 2018). Therefore, the use of natural products such as plant extracts are great substitutes, because their composition does not present aggressive substances to the human body, thus increasing food safety (Jafarzadeh et al., 2020; Djebari et al., 2020).

* Corresponding author. Cidade Universitária, Recife, PE, Brazil, Zip code: 50740-540, Integrated Laboratory of Technology in Oil, Gas and Biofuels (LITPEG). Federal University of Pernambuco (UFPE).
E-mail address: ivo.diego91@gmail.com (I.D.L. Silva).

https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111215
Received 10 November 2020; Received in revised form 23 February 2021; Accepted 28 February 2021
Available online 2 March 2021
0023-6438/© 2021 Elsevier Ltd. All rights reserved.

REVISTA MATÉRIA V.26 N.01

ISSN 1517-7076 artigos e12924, 2021

Avaliação das potencialidades dos extratos vegetais de jurema preta (*Mimosa tenuiflora)* e cajueiro (*Anacardium occidentale* L.*)* para uso em embalagens ativas antimicrobianas e antioxidantes

Evaluation of the potentials of jurema preta (*Mimosa tenuiflora)* and cajueiro (*Anacardium occidentale L.)* extracts for use in antimicrobials and antioxidants active packaging

Ivo Diego de Lima Silva [1], Flávia Suellen Melo de Oliveira [2], Michelle Felix de Andrade [2], Andréa Monteiro Santana Silva Brito [3], Fernando Hallwass [4], Glória Maria Vinhas [2]

[1] Programa de pós-graduação em Ciência de Materiais, Universidade Federal de Pernambuco (PGMtr-UFPE), Av. da Arquitetura S/N, CEP: 50740-540, Recife, Pernambuco, Brasil.
[2] Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Pernambuco (DEQ/UFPE), Av. dos Economistas S/N, CEP: 50740-590, Recife, Pernambuco, Brasil.
[3] Unidade Acadêmica de Serra Talhada, Universidade Federal Rural de Pernambuco (UAST/UFRPE), Av. Gregório Ferraz Nogueira S/N, CEP: 56909-535, Serra Talhada, Pernambuco, Brasil
[4] Departamento de Química Fundamental, Universidade Federal Rural de Pernambuco (DQF/UFPE), Av. da Arquitetura, 540, CEP: 50740-540, Recife, Pernambuco, Brasil.
e-mail: ivo.diego91@gmail.com, efsm.oliveira@outlook.com; gmvinhas@yahoo.com.br, mifelixsilva@hotmail.com, andrea.monteiros@ufrpe.br, hallwass@ufpe.br

RESUMO

As embalagens têm como função básica proteger o alimento e garantir a sua integridade comercial. Podem ser produzidas a partir de materiais biodegradáveis com funcionalidades específicas, tais como ação antimicrobiana e antioxidante. Além disso, pesquisas vêm sendo desenvolvidas de modo a substituir os aditivos sintéticos por outros naturais, como os extratos vegetais, devido aos compostos químicos presentes em suas misturas. O poli(butileno adipato *co*-tereftalato) - (PBAT) vem sendo extensivamente estudado como uma possível substituição aos polímeros convencionais devido à sua biodegradabilidade. Desse modo, o objetivo desse trabalho foi avaliar as potencialidades dos extratos vegetais de jurema preta (*Mimosa tenuiflora*) e cajueiro (*Anacardium occidentale Linn*), a fim de aplicá-los como aditivos em embalagens de PBAT com propriedades ativas antioxidantes e antimicrobianas. Os extratos foram obtidos pela técnica de extração Sohxlet em três diferentes tempos, 4, 6 e 8 horas, cujo melhor rendimento ocorreu nos tempos de 6 horas para jurema preta e 4 horas para cajueiro. No teste de presença de flavonóides o extrato de jurema preta apresentou maior concentração e no teste de fenólicos totais, utilizando o método de Folin-Ciocalteau, o cajueiro obteve maior concentração. Ambos os extratos apresentaram capacidades antioxidantes significativas pelos dois métodos, fosfomolibdênio e DPPH. cajueiro apresentou melhor halo de inibição frente ao *Staphylococcus aureus*, e, por isso, foi determinada a sua concentração mínima inibitória (CMI), 0,0170 $g.mL^{-1}$. Esse extrato foi incorporado ao PBAT, para o ensaio de migração no meio etanólico, por meio do qual foi determinado um modelo cinético e foi observado que a taxa de migração, 0,0167 $\mu g.mL^{-1}.min^{-1}$, foi reduzida em cerca de um dia, indicando bom potencial do extrato para esses tipos de embalagem.
Palavras-chave: embalagens ativas; embalagens antioxidantes; embalagens biodegradáveis; extratos vegetais; cinética de migração.

ABSTRACT

Autor Responsável: Ivo Diego de Lima Silva Data de envio: 22/07/2020 Data de aceite: 07/09/2020

10.1590/S1517-707620210001.1224

Polímeros
ISSN 1678-5169 (Online)
CC BY
https://doi.org/10.1590/0104-1428.09319

ORIGINAL ARTICLE

Development of active PHB/PEG antimicrobial films incorporating clove essential oil

Ivo Diego de Lima Silva[1]*, Michelle Félix de Andrade[2], Viviane Fonseca Caetano[3], Fernando Hallwass[4], Andréa Monteiro Santana Silva Brito[5] and Glória Maria Vinhas[3]

[1]Programa de Pós-graduação em Ciência de Materiais – PGMTR, Universidade Federal de Pernambuco – UFPE, Recife, PE, Brasil

[2]Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais – UAEMa, Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Campina Grande, PB, Brasil

[3]Departamento de Engenharia Química – DEQ, Universidade Federal de Pernambuco – UFPE, Recife, PE, Brasil

[4]Departamento de Química Fundamental – DQF, Universidade Federal de Pernambuco – UFPE, Recife, PE, Brasil

[5]Unidade Acadêmica de Serra Talhada – UAST, Universidade Federal Rural de Pernambuco – UFRPE, Serra Talhada, PE, Brasil

**ivo.diego@ufpe.br*

Abstract

In this work were developed and evaluated new antimicrobial films of polyhydroxybutyrate (PHB) additivated with polyethyleneglycol (PEG) and clove essential oil (CEO). The PHB/PEG/CEO films were prepared using the solution casting technique. The CEO concentrations varied between 0.0 and 15% (w/w), related to the total mass (1.4 g), without considering the solvent used. The CG-MS analysis showed that the major component of the CEO was eugenol (72.96%). The antimicrobial activity from the CEO was evaluated against three bacteria (*E. coli, E. aerogenes and S. aureus*). The migration of CEO in the films occurred with all tested simulants. Thermal analysis has shown that the addition of 15% w/w of the CEO causes the biggest changes in the chemical structure of the material, resulting in less energy during film processing. The mechanical data demonstrated that the addition of 15% w/w of the CEO results in more flexible films.

Keywords: *active packaging antimicrobial films, clove essential oil, Polyhydroxybutyrate, Polyethyleneglycol.*

How to cite: Silva, I. D. L., Andrade, M. F., Caetano, V. F., Hallwass, F., Brito, A. M. S. S., & Vinhas, G. M. (2020). Development of active PHB/PEG antimicrobial films incorporating clove essential oil. *Polímeros: Ciência e Tecnologia, 30*(2), e2020021. https://doi.org/10.1590/0104-1428.09319

1. Introduction

In the food industry, packaging are responsible for preserving food quality and safety[1-3]. They can be classified into passive, intelligent and active[4,5]. Recently, the attention to active packaging has been increased, due to its performance in changing the environmental conditions to maintain the sensory properties of the food, thus providing quality assurance, increasing its shelf life, in addition to hygiene and food safety[6,7,8]. Antimicrobial packaging is a kind of active packaging that is beneficial to the consumers and the food[9,10], which interfere in the lag period (growth period of the microorganisms) and inhibits microbial growth by the migration of the functional agents towards the food[11].

An ecologically friendly alternative for the production of antimicrobial packaging is the use of biodegradable polymers with natural antimicrobial agents. This combination can be an option to reduce the demand for degradable packaging

Polyhydroxybutyrate (PHB) is a well know biodegradable polymer used worldwide due to its crystalline structure, superior characteristics of aroma barrier, and water vapor permeability[9]. PHB is a thermoplastic polymer obtained from renewable natural sources that shown characteristics of biodegradability, biocompatibility, UV resistance and properties similar to the synthetic polypropylene[12-14]. However, the high crystallinity of PHB makes it very rigid and brittle, limiting its applications[15,16]. To overcome this limitation, plasticizers are added to the PHB. Poly (ethylene glycol) (PEG) is a polymer that can have a plasticizing effect when mixed with other polymers, in addition it is biodegradable and non-toxic[17]. According to the literature, PEG acts by decreasing intermolecular forces between PHB structures[18].

Regarding natural agents, there are essential oils (EO) that have been widely used in the food industry as natural antimicrobial agents in packaging material[19]. EOs are aromatic products of secondary plant metabolism, extracted

ANEXO B - PUBLICAÇÕES

Artigos publicados:

- ANDRADE, M. F.; **SILVA, I. D. L.**; SILVA, G. A.; CAVALCANTE, P. V. D. ; SILVA, F. T.; ALMEIDA, Y. M. B.; VINHAS, G. M.; CARVALHO, L. H. A study of poly(butylene adipate-co-terephthalate)/orange essential oil films for application in active antimicrobial packaging. LWT-Food science and technology, 2020.
- ALBUQUERQUE, RODRIGO M. B.; MEIRA, HUGO M.; **SILVA, I. D. L.**; SILVA, CLÁUDIO JOSÉ G.; ALMEIDA, FABÍOLA CAROLINA G.; AMORIM, JÚLIA D. P.; VINHAS, GLÓRIA M.; COSTA, ANDRÉA FERNANDA S.; SARUBBO, LEONIE A. Production of a bacterial cellulose/poly(3-hydroxybutyrate) blend activated with clove essential oil for food packaging. **Polymers & polymer composites**, 2020.
- COSTA, ANDRÉA FERNANDA DE S.; GALDINO JR, C. J. S.; MEIRA, H. M.; AMORIM, J. D. P.; **SILVA, I. D. L.**; GOMES, E. A. S.; SARUBBO, L. A. Production of Paper Using Bacterial Cellulose and Residue from the Sugar and Alcohol Industry. **Chemical engineering transactions**, 2020.
- **SILVA, I. D. L.**; ANDRADE, M. F. ; CAETANO, V. F. ; HALLWASS, F. ; BRITO, A. M. S. S. ; VINHAS, G. M. . Development of active PHB/PEG antimicrobial films incorporating clove essential oil. **Polímeros: ciência e Tecnologia**, 2020.
- PAULA, M. ; **SILVA, I. D. L.** ; DIONISIO, R. ; VINHAS, G. M. ; ALVES JUNIOR, S. Gamma irradiation effects on polycaprolactone/zinc oxide nanocomposite films. **Polímeros: ciência e Tecnologia**, v. 29, p. 1, 2019.
- ANDRADE, M. F.; GOIS, G. S.; GARCIA, S. M. S.; **SILVA, I. D. L.**; CAETANO, V. F.; ALMEIDA, Y. M. B.; MELO, T. J. A.; VINHAS, G. M. Active Packaging Using Orange Oil Incorporated into PBAT Biodegradable Films. **Materials science forum (online)**, 2018.
- COSTA, ANDRÉA FERNANDA DE S. ; DE AMORIM, JÚLIA D.P. ; ALMEIDA, FABÍOLA CAROLINA G. ; DE LIMA, **SILVA, I. D. L.**; DE PAIVA, SILVA SÉRGIO C. ; ROCHA, MARIA ALICE V. ; VINHAS, GLÓRIA M. ; SARUBBO, LEONIE A. Dyeing of bacterial cellulose films using plant-based natural dyes. **International**

journal of biological macromolecules, 2018.

- GARCIA, S. M. S.; ANDRADE, M. F.; **SILVA, I. D. L.**; ALVES, I. B. V.; ARAUJO, E. C.; ALVES JUNIOR, S.; ALMEIDA, Y. M. B.; VINHAS, GLÓRIA M. Chitosan, zinc oxide and pink pepper essential oil: potential properties and applications. **Revista de Enfermagem UFPE online**, 2018.
- GARCIA, S. M. S.; GOIS, G. S.; ANDRADE, M. F.; **SILVA, I. D. L.**; LIMA, J. C. C.; ALVES, I. B. V.; ALVES JUNIOR, S.; VINHAS, G. M. Nanobiocompósito de quitosana e nanowhiskers de celulose sob forma de hidrogel para curativo. **CIENTEC: Revista de ciência, tecnologia e humanidades do IFPE**, 2018.
- MYRNA, FLAVIA; OLIVEIRA, DINALDO C.; VINHAS, GLORIA; **SILVA, I. D. L.**; TEIXEIRA, MAGNO ; GALEMBECK, ANDRÉ . Reprocessing of Catheters Used for Coronary Angiography and Changes in the Polymeric Structures. **Cardiology research**, 2018.
- **SILVA, I. D. L.**; OLIVEIRA, F. S. M.; ANDRADE, M. F.; BRITO, A. M. S. S.; HALLWASS, F.; VINHAS, G. M. Avaliação das potencialidades dos extratos vegetais de jurema preta (Mimosa tenuiflora) e cajueiro (Anacardium occidentale L.) para uso em embalagens ativas antimicrobianas e antioxidantes. **Revista Matéria**,2021.
- VASCONCELOS, G. M. D.; SOUZA, K. C.; **SILVA, I. D. L.**; SILVA, A. C. P. F.; VINHAS, G. M. Produção e caracterização de celulose pela *Glucanoacetobacter hansenii* em meio contendo glicose ou manitol. **Revista Matéria**, 2020.
- ANDRADE, M. F.; **SILVA, I. D. L.**; MORAES FILHO, L. E. P. T.; ALMEIDA, Y. M. B.; CARVALHO, L. H.; VINHAS, G. M. Influence of gamma radiation on the properties of biodegradable PBAT- poly(butylene adipate co-terephthalate) active films with orange essential oil. **Macromolecular Symposia**, 2020.