

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

P

P

E

Q



DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO
DE POLI (BUTILENO ADIPATO-CO-TEREFTALATO) (PBAT) E
FIBRA DE CACTO (*OPUNTIA STRICTA* HAW) ADITIVADO
COM ÓLEO ESSENCIAL DE CRAVO

Gabrielly Thayse da Silva Vasconcelos

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Yêda Medeiros Bastos de Almeida

Coorientadora: Prof.^a Dr.^a Glória Maria Vinhas

PPEQ - Programa de Pós-Graduação
em Engenharia Química
Cidade Universitária- Recife – PE
CEP. 50640-901
Telefax: 0-xx-81- 21268717

Recife

2023

GABRIELLY THAYSE DA SILVA VASCONCELOS

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO DE POLI
(BUTILENO ADIPATO-CO-TEREFTALATO) (PBAT) E FIBRA DE CACTO
(*OPUNTIA STRICTA* HAW) ADITIVADO COM ÓLEO ESSENCIAL DE CRAVO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Química da Universidade Federal de
Pernambuco, como requisito parcial à obtenção
do título de Mestre em Engenharia Química.

Área de concentração: Engenharia de Processos
Químicos e Bioquímicos

Orientador(a): Prof.^a Dr^a Yêda Medeiros Bastos de Almeida

Coorientador(a): Prof.^a Dr^a Glória Maria Vinhas

Recife

2023

Catlogação na fonte
Bibliotecário Gabriel Luz, CRB-4 / 2222

- V331d Vasconcelos, Gabrielly Thayse da Silva.
Desenvolvimento e caracterização do compósito de poli (butileno adipato-co-tereftalato) (PBAT) e fibra de cacto (opuntia stricta haw) aditivado com óleo essencial de cravo / Gabrielly Thayse da Silva Vasconcelos, 2023.
96 f.: il.
- Orientador: Prof.^a Dr.^a Yêda Medeiros Bastos de Almeida
Coorientador(a): Prof.^a Dr.^a Glória Maria Vinhas
Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco.
CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. Recife, 2023.
Inclui referências.
1. Engenharia Química. 2. Compósito. 3. Embalagens ativas. 4. PBAT 5. Fibras de cacto. 6. Óleo essencial I. Almeida, Yêda Medeiros Bastos de (Orientadora). II. Vinhas, Glória Maria (Coorientadora) III. Título.

660.2 CDD (22. ed.)

UFPE

BCTG / 2023 259

GABRIELLY THAYSE DA SILVA VASCONCELOS

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO DE POLI
(BUTILENO ADIPATO-CO-TEREFTALATO) (PBAT) E FIBRA DE CACTO
(OPUNTIA STRICTA HAW) ADITIVADO COM ÓLEO ESSENCIAL DE CRAVO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Pernambuco, Centro Acadêmico de Tecnologia e Geociências, como requisito para a obtenção do título de Mestra em Engenharia Química. Área de concentração: Engenharia de Processos Químicos e Bioquímicos.

Aprovado em: 25 / 08 / 2023.

BANCA EXAMINADORA

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

Profa. Dra. Jenyffer Medeiros Campos Guerra (Examinadora Interna)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Marcos Gomes Ghislandi (Examinador Interno)
Universidade Federal Rural de Pernambuco

AGRADECIMENTOS

A Deus, pelo dom da vida e pela oportunidade de realizar mais um projeto, assim como por tudo que Ele tem me proporcionado!

À minha família e ao meu noivo, por todo apoio, amor, incentivo e presença em todas as etapas da minha vida!

Ao Laboratório de Petroquímica e ao Laboratório de Combustíveis do Instituto de Pesquisa em Petróleo e Energia, LITPEG - UFPE; ao Laboratório de Microbiologia Industrial do Departamento de Engenharia Química da UFPE; à Central Analítica – DQF/UFPE; ao Departamento de Engenharia de Materiais da UFPE; ao Departamento de Física da UFPE; ao Núcleo de Estudos em Fisiologia e Pós-colheita (NEFP) de Serra Talhada; agradeço a todos pela infraestrutura, disponibilidade e acolhimento.

Às minhas orientadoras, Prof.^a Dra. Yêda Medeiros Bastos de Almeida e Prof.^a Dra Glória Maria Vinhas, pelos conhecimentos compartilhados, conselhos, comprometimento e disponibilidade sempre que solicitadas. Pela confiança e apoio durante essa jornada que se tornou muito mais gratificante por tê-las ao meu lado.

Aos meus colegas de curso e de laboratório, em especial à Michelle Andrade, Mariana Alves, Anna Raffaella, Ivo Diego, Grazielle Rozendo, Gisely Alves, Ranielly Batista, Fernanda Sobreira e Raiane Santos, por toda cooperação e afeto, os quais contribuíram bastante nos resultados alcançados.

Aos membros da banca examinadora, agradeço.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro.

RESUMO

O crescente interesse da indústria de embalagens flexíveis pela otimização dos seus produtos tem direcionado estudos no sentido de aprimorar as suas propriedades físicas, químicas e bioativas, assim como condicioná-los a características sustentáveis, através de novas formulações e condições de processo. Nesse sentido, o presente trabalho teve por objetivo produzir e caracterizar compósitos poliméricos ativos para investigar sua possível aplicação em embalagens de alimentos, utilizando o poli(butileno adipato co-tereftalato) (PBAT) como matriz, fibras de cacto como material de reforço e óleo essencial de cravo-da-índia como agente ativo antimicrobiano e antioxidante. As amostras foram preparadas pela técnica de mistura e fusão, em um reômetro de torque, variando-se o teor de fibras (10% e 20% v/v) e 10% v/v de óleo. As análises realizadas foram microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), análise termogravimétrica (TGA), calorimetria exploratória diferencial (DSC), ensaio mecânico de tração, atividade antimicrobiana e atividade antioxidante. A partir das imagens obtidas por MEV foi possível identificar que os compósitos produzidos apresentaram uma adesão fibra-matriz satisfatória, com exceção da composição contendo 20% de fibras, a qual apresentou região com remoção do material fibroso. O ensaio mecânico indicou que o acréscimo das fibras reduziu a tensão máxima na ruptura do PBAT em até 25% e a elongação na ruptura em cerca de 90%, e houve aumento do módulo de elasticidade em 200%, porém os valores permaneceram adequados para a aplicação em embalagens alimentícias flexíveis. Já a incorporação do óleo essencial promoveu uma maior elongação em relação ao compósito contendo 10% de fibras e a diminuiu para as amostras com 20%, minimizando em pequenas proporções os outros parâmetros, para ambas concentrações. Em relação às propriedades térmicas, as análises por DSC e TGA indicaram que tanto a inserção das fibras de cacto quanto a do óleo essencial de cravo não comprometeram a estabilidade térmica do polímero, nem alteraram de forma significativa seu ponto de fusão (variação de até 2,1%) e índice de cristalinidade (em até 7,2%). A avaliação da atividade antimicrobiana frente às bactérias *E. coli* demonstrou que os compósitos contendo o agente ativo apresentaram potencial de inibição, em até 48 h. A análise do potencial antioxidante das amostras revelou que os compósitos aditivados com o OEC foram capazes de inibir os radicais livres DPPH em até 40,86%. Com base nesses resultados, pode-se inferir que o material em estudo apresenta potencial para aplicação como compósito ativo, sendo possível reduzir o volume de PBAT utilizado na produção em até 20%, mantendo-se suas características mecânicas e térmicas dentro das especificações e incorporando ações antimicrobiana e antioxidante.

Palavras-chave: compósito; embalagens ativas; PBAT; fibras de cacto; óleo essencial.

ABSTRACT

The growing interest of the flexible packaging industry for the optimization of their products has directed studies towards improving their physical, chemical and bioactive properties, as well as conditioning them to sustainable characteristics, through new formulations and process conditions. In this sense, the present work aimed to produce and characterize active polymeric composites to investigate their possible application in food packaging, using the poly(butylene adipate co-terephthalate) (PBAT) as matrix, cactus fibers as reinforcement material and clove essential oil as antimicrobial and antioxidant active agent. The samples were prepared by the mixing and melting technique, in a torque rheometer, varying the fiber content (10% and 20% v/v) and 10% v/v the oil. The analyses performed were scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), thermogravimetric analysis (TGA), differential exploratory calorimetry (DSC), mechanical tensile test, antimicrobial activity and antioxidant activity. From the images obtained by SEM it was possible to identify that the composites produced presented a satisfactory fiber-matrix adhesion, with the exception of the composition containing 20% of fibers, which presented a region with removal of the fibrous material. The mechanical test indicated that the addition of fibers reduced the maximum stress at rupture of PBAT in up to 25% and the elongation at rupture in about 90%, and there was an increase in the modulus of elasticity in 200%, but the values remained suitable for application in flexible food packaging. The incorporation of essential oil promoted a higher elongation in relation to the composite containing 10% of fibers and decreased it for the samples with 20%, minimizing in small proportions the other parameters, for both concentrations. Regarding the thermal properties, the DSC and TGA analyses indicated that both the insertion of the cactus fibers and the clove essential oil did not compromise the thermal stability of the polymer, nor did they significantly alter its melting point (variation of up to 2,1%) and crystallinity index (in up to 7,2%). The evaluation of the antimicrobial activity against *E. coli* bacteria demonstrated that the composites containing the active agent presented inhibition potential, in up to 48 h. Analysis of the antioxidant potential of the samples revealed that the composites added with OEC were able to inhibit DPPH free radicals by up to 40,86%. Based on these results, it can be inferred that the material under study presents potential for application as active composite, being possible to reduce the volume of PBAT used in the production by up to 20%, keeping its mechanical and thermal characteristics within the specifications and incorporating antimicrobial and antioxidant actions.

Keywords: composite; active packaging; PBAT; cactus fibers; essential oil.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura do PBAT com as regiões aromáticas (BT) e alifáticas (BA).....	15
Figura 2 - Classificação das fibras vegetais.....	22
Figura 3 - Cacto da espécie <i>Opuntia stricta</i> (Haw.)	25
Figura 4 - Amostras obtidas a partir do reômetro de torque, (a) PBAT puro, (b) PBAT + 10% FC, (c) PBAT + 20% FC, (d) PBAT + 10% FC + 10% OEC; (e) PBAT + 20% FC + 10% OEC.....	39
Figura 5 - Corpos de prova (a) PBAT puro, (b) PBAT + 10% FC, (c) PBAT + 20% FC, (d) PBAT + 10% FC + 10% OEC; (e) PBAT + 20% FC + 10% OEC.....	40
Figura 6 - Imagens da MEV a 250x (a) PBAT, (b) PBAT + 10% FC, (c) PBAT + 20% FC, (d) PBAT + 10% FC + 10% OEC; (e) PBAT + 20% FC + 10% OEC..	41
Figura 7 - Espectros de infravermelho para o OEC, o PBAT puro e aditivado com as fibras e com o óleo.....	43
Figura 8 - Espectro ampliado na região de interesse para PBAT + 10% FC + 10% OEC....	46
Figura 9 - Espectro ampliado na região de interesse para PBAT + 20% FC + 10% OEC....	46
Figura 10 - Curvas de TGA para as composições de PBAT puro, PBAT+FC e PBAT+FC+OEC.....	47
Figura 11 - Curvas da DTG para todas as composições.....	48
Figura 12 - Curvas de DSC para o PBAT puro e seus compósitos.....	50
Figura 13 - Fluxo de calor em função da temperatura (a) a partir do resfriamento e (b) a partir do 2º aquecimento.....	50
Figura 14 - Gráfico Tensão x Deformação dos compósitos produzidos.....	56
Figura 15 - Halos de inibição, (a) <i>E. coli</i> e (b) <i>S. aureus</i>	57
Figura 16 - Absorbâncias médias dos meios contendo cada amostra testada, a 24h e 48h...	58
Figura 17 - 1) Branco; 2) Padrão (<i>E. coli</i>); 3) Meio contendo PBAT/FC10/OEC (48h).....	58

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades mecânicas de algumas fibras sintéticas e naturais.....	20
Tabela 2 - Composição das amostras estudadas.....	32
Tabela 3 - Bandas características para o PBAT.....	44
Tabela 4 - Bandas características para o óleo essencial de cravo.....	44
Tabela 5 - Principais bandas características para fibras de cacto.....	45
Tabela 6 - Dados da análise termogravimétrica para o PBAT puro e seus compósitos.....	48
Tabela 7 - Valores obtidos a partir das curvas de resfriamento e do segundo aquecimento para o PBAT e seus compósitos.....	51
Tabela 8 - Valores médios obtidos para as propriedades mecânicas.....	53
Tabela 9 - Diâmetro dos halos de inibição para os microrganismos testados.....	57
Tabela 10 - Absorbâncias médias das soluções e porcentagens de inibição do DPPH pelas amostras.....	60

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

BA	Butileno adipato
BT	Butileno tereftalato
DSC	Calorimetria diferencial exploratória
DTG	Termogravimetria Derivada
FTIR	Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier
GC-MS	Cromatografia gasosa com espectrômetro de massa
HATR	Reflectância total atenuada horizontal
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
PBAT	Poli (butileno adipato-co-tereftalato)
PEAD	Polietileno de alta densidade
PEBD	Polietileno de baixa densidade
PLA	Poli (ácido láctico)
T _c	Temperatura de cristalização
Tdeg. máx	Temperatura de degradação máxima
Tendset	Temperatura final de degradação
TGA	Análise termogravimétrica
T _m	Temperatura de fusão
Tonset	Temperatura de início de degradação
UATR	Reflectância total atenuada universal
X _c	Grau de cristalinidade
ΔH	Variação de entalpia
ΔH_c	Entalpia de cristalização
ΔH_m	Entalpia de fusão

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	12
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	15
2.1	PBAT - POLI (BUTILENO ADIPATO-CO-TEREFTALATO)	15
2.2	COMPÓSITOS POLIMÉRICOS.....	18
2.2.1	<i>FIBRAS VEGETAIS</i>	21
2.2.1.1	<i>FIBRAS DE CACTO</i>	24
2.3	EMBALAGENS ALIMENTÍCIAS.....	26
2.3.1	<i>EMBALAGENS ATIVAS</i>.....	28
2.3.2	<i>ÓLEO ESSENCIAL DE CRAVO-DA-ÍNDIA</i>.....	29
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	31
3.1	MATERIAIS.....	31
3.2	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL.....	31
3.2.1	<i>PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS POLIMÉRICOS</i>.....	32
3.2.2	<i>CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS</i>.....	32
3.2.2.1	<i>ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....</i>	33
3.2.2.2	<i>ATIVIDADE ANTIMICROBIANA</i>	33
3.2.2.3	<i>ATIVIDADE ANTIOXIDANTE</i>	33
3.2.2.3.1	<i>Método da Capacidade Antioxidante Total (CAT).....</i>	34
3.2.2.3.2	<i>Método da capacidade de sequestro do radical livre 2,2 - difenil - 1- picril-hidrazil (DPPH).....</i>	34
3.2.3	<i>CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS</i>.....	35
3.2.3.1	<i>MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....</i>	35
3.2.3.2	<i>ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....</i>	36
3.2.3.3	<i>ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA).....</i>	36
3.2.3.4	<i>CALORIMETRIA DIFERENCIAL EXPLORATÓRIA (DSC).....</i>	36
3.2.3.5	<i>ENSAIO MECÂNICO DE TRAÇÃO.....</i>	37
3.2.3.6	<i>ATIVIDADE ANTIMICROBIANA</i>	37

3.2.3.7	ATIVIDADE ANTIOXIDANTE.....	38
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	39
4.1	ASPECTO VISUAL DOS COMPÓSITOS POLIMÉRICOS.....	39
4.2	MEV.....	40
4.3	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	43
4.4	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA.....	47
4.5	CALORIMETRIA DIFERENCIAL EXPLORATÓRIA (DSC).....	49
4.6	ENSAIO MECÂNICO.....	53
4.7	ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DO OEC E DOS COMPÓSITOS.....	56
4.8	ATIVIDADE ANTIOXIDANTE DO OEC E DOS COMPÓSITOS.....	60
5	CONCLUSÃO E PERSPECTIVAS.....	62
	REFERÊNCIAS	64
	APÊNDICE A – PROCEDIMENTO DE OBTENÇÃO DAS FIBRAS DE CACTO.....	76
	APÊNDICE B – DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE MÉDIA DAS FIBRAS DE CACTO.....	77
	APÊNDICE C – ESPECTROS DE FTIR DO PBAT, DO OEC E DA FC.....	79
	ANEXO A – FICHA TÉCNICA DO ECOFLEX F BLEND C1200 DISPONIBILIZADA PELO FORNECEDOR.....	81

1 INTRODUÇÃO

Ao longo dos anos, os materiais poliméricos adquiriram uma importância significativa para a sociedade, de modo que é difícil imaginar o nosso cotidiano sem a existência desta classe de materiais. Dos plásticos de uso geral aos de alto desempenho, dos polímeros biodegradáveis aos condutores de eletricidade, das fibras especiais aos plásticos de engenharia, os polímeros estão presentes em todos os aspectos da atividade humana (Rabello, 2021). No entanto, este amplo crescimento em suas aplicações também alavancou a preocupação com a preservação ambiental devido à condição de não biodegradabilidade da maioria desses materiais e o seu descarte indevido, forçando a indústria na direção de buscar alternativas sustentáveis (Besco *et al.*, 2013; Al-Oqla; Sapuan, 2014).

O Brasil, um dos países com maior riqueza natural, se destaca na expansão da indústria alimentícia, tanto na exportação quanto na comercialização local, e como consequência há alta demanda pela utilização de polímeros para embalagens de seus produtos. Vale ressaltar que a embalagem de um produto é utilizada no intuito de protegê-lo do ambiente externo, seja da ação do calor, da luz, da umidade, dos microrganismos ou de outros agentes. Geralmente, esta barreira é inerte, isto é, possui apenas ação protetora física, sendo considerada uma embalagem convencional. No entanto, se esta embalagem interage de alguma forma com o produto, promovendo a melhoria ou conservação de suas propriedades, é considerada uma embalagem ativa (Biji *et al.*, 2015; Restuccia *et al.*, 2010).

Dentre os tipos de embalagens ativas, destaca-se a embalagem ativa antimicrobiana, a qual é desenvolvida com o objetivo de inibir ou retardar o crescimento microbiano nos alimentos. Essa ação é obtida através da adição de agentes ativos na embalagem, sendo utilizados preferencialmente agentes naturais, como óleos essenciais e extratos vegetais, cuja atuação pode aumentar o tempo de prateleira do produto (Herasmozos *et al.*, 2019; Woranuch; Yoksan; Akashi, 2015).

Outra vertente de caráter relevante a ser considerada na produção de embalagens diz respeito às suas propriedades mecânicas, as quais indicam, por exemplo, a capacidade de um material resistir aos impactos e ao rompimento quando submetido a forças externas. Nesse sentido, os compósitos constituem uma opção com boas perspectivas para a indústria, visto que, em sua maioria, apresentam essas propriedades com resultados superiores aos polímeros.

Adicionalmente, tem-se como ponto positivo seus benefícios ecológicos, quando a sua matriz e o reforço aplicado são biodegradáveis (Azevedo *et al.*, 2016; Lopes, 2017).

Levando-se em consideração o aspecto da sustentabilidade, busca-se que uma embalagem seja biodegradável, e se possível, compostável. Tendo em vista que uma boa parte do plástico coletado ainda é destinado para os aterros, é imprescindível a busca por alternativas que gerem menor volume de poluentes, seja pela substituição dos materiais não biodegradáveis ou pela introdução de aditivos de origem natural ou capazes de sofrer biodegradação (Rydz *et al.*, 2018).

O poli(butileno adipato co-tereftalato) (PBAT) é um polímero termoplástico biodegradável que possui excelentes propriedades para soluções em embalagens, cujas características mecânicas são semelhantes ao polietileno de baixa densidade, além de ser aprovado pela *Food and Drug Administration* (FDA), agência federal americana que controla e supervisiona a segurança nos alimentos e fármacos (BASF, 2013). Este polímero tem sido tema de investigação para a produção de embalagens ativas com incorporação de diferentes agentes, destacando-se os óleos essenciais e extratos vegetais (Cardoso *et al.*, 2017; Finzi-Quintão *et al.*, 2018; Andrade *et al.*, 2020).

Um agente ativo de elevada atividade antimicrobiana é o cravo-da-índia, cientificamente conhecido como *Syzygium aromaticum*, o qual é um vegetal com diversas propriedades medicinais, apresentando aroma bastante específico. O óleo essencial extraído de suas folhas, botões florais e outras partes da planta apresenta em sua composição diversos constituintes, os quais lhe conferem inúmeras propriedades, tais como antimicrobiana, anti-inflamatória e antioxidante (Affonso *et al.*, 2012).

O cacto, pertencente à família *Cactaceae* e oriundo de regiões áridas e semi-áridas, é uma planta de aspecto espinhoso com propriedades fitoquímicas e estruturais, cujas aplicações podem incluir, por exemplo, o uso de suas fibras como material de reforço em compósitos. No entanto, o escasso conhecimento a respeito do comportamento e envelhecimento dessas fibras tem se apresentado como um desafio à sua utilização nas aplicações estruturais e direcionado a academia no sentido de investigá-lo (Kunyanga; Vellingiri; Imungi, 2014; Lahouaria *et al.*, 2018).

Com base na consulta em plataformas digitais de pesquisa (SciELO, Science Direct, portal da CAPES) relacionando PBAT, compósitos e agentes ativos, não foi encontrada, até o

presente momento, nenhuma pesquisa com o uso de fibra de cacto como agente de reforço em PBAT, com aplicação do óleo essencial de cravo-da-índia como aditivo funcional para esse compósito. Dessa forma, o desenvolvimento e estudo de compósitos biodegradáveis com matriz polimérica de PBAT e a inserção de fibras de cacto como carga e de óleo essencial de cravo-da-índia como aditivo antimicrobiano e antioxidante, apresenta-se como um campo de pesquisa inovador com boas expectativas de viabilidade para desenvolvimento de soluções para embalagem com melhores propriedades mecânicas e atividades antimicrobiana e antioxidante.

O principal objetivo deste trabalho é produzir e caracterizar compósitos ativos antimicrobianos e antioxidantes de poli(butileno adipato co-tereftalato), reforçados com fibra de cacto e aditivados com óleo essencial de cravo-da-índia como agente ativo.

Os objetivos específicos são:

- a) avaliar a ação antimicrobiana do óleo essencial de cravo-da-índia contra bactérias Gram negativa e Gram positiva, e a sua ação antioxidante;
- b) preparar compósitos ativos antimicrobianos e antioxidantes com matriz de PBAT, reforço de fibras de cacto e óleo essencial de cravo como aditivo, em diferentes proporções de fibras;
- c) caracterizar as matérias-primas empregadas a partir da Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR);
- d) caracterizar os compósitos obtidos a partir da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), análises térmicas, ensaio mecânico de tração, atividade antimicrobiana e potencial antioxidante, de modo a poder avaliá-los como materiais promissores com atividades antimicrobiana e antioxidante, com possível aplicação na indústria de embalagens de alimentos.

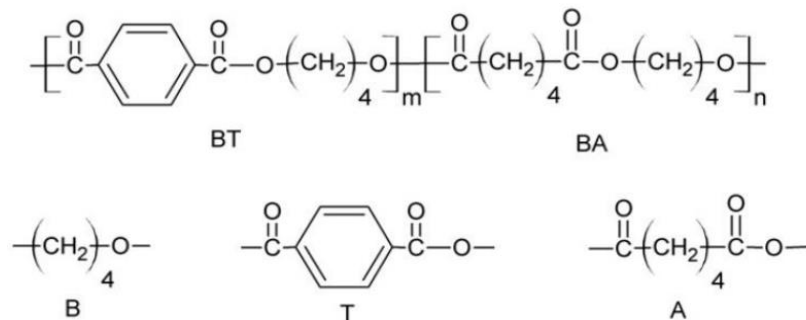
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Nesta seção, traz-se uma fundamentação com base em artigos científicos, livros e materiais de fornecedores, dos principais temas relacionados a este trabalho.

2.1 POLI (BUTILENO ADIPATO-CO-TEREFTALATO) - PBAT

Poli(butileno adipato-co-tereftalato) (PBAT), desenvolvido pela empresa alemã BASF em 1998 e comercialmente conhecido como ECOFLEX® (Figura 1), consiste em um copoliéster formado por unidades monoméricas de 1,4-butanodiol, ácido tereftálico e ácido adípico (BASF, 2021; BASF, 2013).

Figura 1 - Estrutura do PBAT com as regiões aromáticas (BT) e alifáticas (BA).



Fonte: Adaptado de KIJCHAVENGKUL *et al.*, 2011.

Legenda: B=1,4 Butanodiol; T= Ácido Tereftálico; A = Ácido Adípico;
BT= Butileno Tereftalato; BA= Butileno Adipato.

De acordo com a BASF (2013), este plástico caracteriza-se como biodegradável e apresenta propriedades mecânicas análogas às do polietileno de baixa densidade, possuindo excelentes propriedades para preparação de embalagens por extrusão. Entre as suas propriedades mecânicas, destacam-se a alta elasticidade e a boa resistência à fratura e ao desgaste, além de apresentar boa processabilidade, do mesmo modo que outros termoplásticos sintéticos (Shahlari; Lee, 2012).

Ainda segundo a empresa e a Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico, pode-se acrescentar as seguintes características: estrutura semicristalina, de aparência transparente à translúcida, com faixa de fusão entre 100 e 120 °C (BASF, 2013; BASF, 2016).

Sua temperatura de transição vítrea é de aproximadamente $-22\text{ }^{\circ}\text{C}$, apresentando estabilidade térmica aceitável até $230\text{ }^{\circ}\text{C}$, com decomposição a partir de $280\text{ }^{\circ}\text{C}$. Além disso, possui boa capacidade de processamento em linhas de embalagens obtidas por sopro e propriedades de barreira superiores às encontradas para o polietileno, fazendo com que alcance excelentes respostas para aplicações em embalagens de alimentos (Malinowski, 2016; Muller, 2005).

O PBAT é certificado como biodegradável e compostável pelas normas europeia (DIN EN 13432:2000), americana (ASTM D 6400:1999) e japonesa (GreenPla:2000) (BASF, 2013). Sob condições controladas de compostagem, estudos indicaram que, em um período de 100 dias, 90% do carbono presente na sua cadeia polimérica foi transformado em dióxido de carbono (Muller, 2005). Siegenthaler *et al.* (2011) monitoraram o processo degradativo, pela exposição do polímero em um meio contendo microrganismos, e constataram que este evento é decorrente da hidrólise da cadeia polimérica. Vale ressaltar que a degradabilidade do PBAT está associada à estrutura alifática da cadeia, formada pelas unidades de butileno adipato (BA), e as propriedades mecânicas e de estabilidade, estão associadas ao butileno tereftalato (BT) (Shahlari; Lee, 2012).

Além disso, o PBAT possui também certificação para ter contato com alimentos pelas normas europeia e americana, EU Directive 2002/72/EC e US *food contact notification* FCN 907, respectivamente (BASF, 2013). Pesquisas na área de embalagens alimentícias ativas vêm sendo realizadas a fim de avaliar o comportamento deste polímero incorporado com óleos essenciais (Andrade *et al.*, 2020).

Em relação às suas aplicações, por ser biodegradável e compostável, o PBAT vem sendo bastante utilizado na agricultura, com vida útil de aproximadamente 1 ano (Kijchavengkul *et al.*, 2010; BASF, 2013; Savadekar; Kadam; Mhaske, 2015). A BASF aponta que este termoplástico apresenta propriedades importantes para ser aplicado como embalagens para alimentos, horticultura, agricultura, produtos de higiene, aplicações domésticas, bem como para recipientes para armazenamento de biodiesel (BASF, 2013; Muller, 2005).

No entanto, este polímero também apresenta algumas desvantagens, tais como: baixo grau de cristalinidade (aproximadamente 14%), taxa de cristalização lenta (em média de $0,5$ a $1,5\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$), baixo módulo de elasticidade (cerca de 50 MPa), baixa resistência à tração (em média 10 MPa) e custo elevado. Apesar desses parâmetros apresentarem valores suficientes para a aplicação do PBAT como embalagem, contudo limitam o seu uso na Engenharia, como por exemplo em materiais estruturais, assim como na área médica, tornando-o base de estudo com foco em melhorias para essas propriedades a partir da inserção de cargas, como por

exemplo o desenvolvimento de compósitos de PBAT com nanopartículas de argila ou fibras (Fukushima *et al.*, 2012; Sousa *et al.*, 2019; Ferreira *et al.*, 2019).

Fukushima *et al.* (2012) produziram materiais à base de PBAT e três diferentes tipos de nanopartículas minerais: montmorilonita, mica e sepiolita, a 5 e 10% em massa, em um misturador interno. As análises a que foram submetidos revelaram que a adição das cargas ao PBAT resultou em materiais com excelentes propriedades termomecânicas e maior grau de cristalinidade, em relação ao polímero puro. Além disso, testes de citotoxicidade apontaram que o uso dessas argilas como enchimento em PBAT gerou materiais com boa biocompatibilidade, assegurando seu uso para aplicações médicas e industriais, incluindo embalagens.

Azevedo *et al.* (2016) processaram compósitos com matriz de PBAT/Amido, aplicando como carga a casca de arroz (CA). Os materiais foram preparados a 10, 20 e 30% de CA, utilizando-se extrusora de dupla rosca e misturador interno. A avaliação das propriedades mecânicas revelou que, independentemente da técnica aplicada, a resistência ao impacto diminuiu significativamente com o aumento do teor de casca de arroz, de maneira que os resultados para as amostras contendo 30% de carga foram, aproximadamente, 33% dos valores obtidos para a blenda pura, enquanto que a resistência à tração alcançou valores superiores, aumentando em 25%. Além disso, imagens de microscopia indicaram que a adesão carga/matriz foi satisfatória.

Andrade *et al.* (2020) desenvolveram embalagens ativas de PBAT com a incorporação de óleo essencial de laranja, empregando-se a técnica de *solution casting* utilizando o clorofórmio como solvente, e verificaram a eficácia contra a bactéria *E. coli*. Com base em medições da densidade óptica em um meio contendo os microrganismos e as amostras produzidas, foi possível constatar a ação do óleo, reduzindo assim a taxa de crescimento desse microrganismo. Os resultados das análises térmicas obtidos por DSC (Calorimetria Diferencial Exploratória) e TGA (Análise Termogravimétrica) identificaram que a adição do óleo de laranja na estrutura polimérica do PBAT não comprometeu a estabilidade térmica do polímero. Em relação às propriedades mecânicas, observou-se que os valores da tensão máxima na ruptura e alongação na ruptura sofreram uma diminuição, contudo as amostras apresentaram resistência suficiente para seu uso como embalagem.

Scaffaro *et al.* (2022) estudaram compósitos poliméricos constituídos por PBAT e fibras da palmeira-anã *Chamaerops humilis*, avaliando suas características morfomecânicas. Os materiais foram processados via extrusão, em seis diferentes composições, variando-se a

origem das fibras (caule ou folhas) e suas porcentagens, sendo estas de 5, 10 e 20%, e, posteriormente, foram moldados por compressão e analisados. A avaliação das propriedades mecânicas dos compósitos identificou incrementos consideráveis de rigidez com o acréscimo das fibras (até 300%, em relação ao polímero puro), combinados com resistência duas vezes superior e boa retenção de elasticidade (de até 33%), atribuindo a esses biocompósitos excelente viabilidade para determinadas aplicações, como uso em painéis automotivos. Segundo os pesquisadores, esses resultados podem apresentar como possível justificativa as interações entre domínios aromáticos das unidades de lignina do vegetal e de tereftalato do PBAT.

2.2 COMPÓSITOS POLIMÉRICOS

Os materiais compósitos são definidos como materiais heterogêneos e multifásicos, sendo compostos por pelo menos dois materiais distintos com propriedades complementares, orientadas pelo princípio da ação combinada (Callister, 2002). Esse princípio estabelece que as melhores combinações de materiais são resultantes de uma escolha racional de dois materiais com características diferentes para uma composição resultante cujo desempenho seja superior aos constituintes individuais. As fases que constituem os compósitos são denominadas de matriz, a qual é responsável por conferir a estrutura principal, e fase dispersa, também conhecida como carga, reforço ou enchimento (Berins, 1991; Matthews E Rawlings, 1994; Marinucci, 2019; Fornari Junior, 2017).

A conformação estrutural de um compósito baseia-se, principalmente, na busca pela otimização de suas propriedades mecânicas associadas aos reforços. A definição da escolha destes, por sua vez, considera alguns pontos, tais como o desempenho pretendido, o custo e a técnica de fabricação empregada. Outro aspecto que não pode ser desprezado é o impacto ambiental que estes materiais podem apresentar quando descartados (Marinucci, 2019; Lopes, 2017).

Considerando-se sua classificação, podem ser divididos como: reforçados por partículas (partículas grandes ou por dispersão), estruturais (laminados ou painéis sanduíche) e reforçados por fibras (contínuas ou descontínuas). As propriedades dos componentes, a distribuição do reforço, as naturezas da interface fibra/matriz e a morfologia dos compósitos serão responsáveis por definir o comportamento e as características específicas desses materiais (Lopes, 2017).

Nos compósitos denominados poliméricos, a matriz é constituída por um polímero ou blenda polimérica. Os polímeros aplicados podem ser termorrígidos, termoplásticos ou elastômeros. Contudo, devido às suas características de reprocessamento, reciclagem e resistência a ataques químicos, os termoplásticos tem apresentado maior taxa de aplicação como matriz (Matthews; Rawlings, 1994; Lopes, 2017).

Em relação aos reforços, pode-se destacar entre os que são comumente aplicados e/ou estudados as fibras, tais como a fibra de vidro, de carbono, de aramida e as fibras vegetais, sendo estas últimas ambientalmente sustentáveis. A aplicação desses tipos de reforços tem apresentado elevado crescimento nos últimos anos, devido à combinação do seu bom desempenho e versatilidade com os benefícios de seu baixo custo e processamento simples. Os compósitos poliméricos, ao combinar as propriedades dos polímeros com as da fase dispersa, têm substituído gradualmente materiais tradicionais, como cerâmicas, madeira e metais (Lopes, 2017; Marinucci, 2019).

As fibras de vidro apresentam boas propriedades elásticas, alta resistência à tração e baixo custo, as de carbono são caracterizadas por excelente resistência mecânica e módulo elástico elevado e as do tipo aramida possuem boa resistência mecânica e módulo de elasticidade intermediário, conforme pode ser observado na Tabela 1. As fibras vegetais têm, no entanto, propriedades variáveis, a depender de diversos fatores, tais como condições ambientais a que estão expostas, parte da planta da qual foram extraídas, processos de extração, composição química, tratamentos químicos a que são submetidas, entre outros (Marinucci, 2019; Lopes, 2017; Sanjay; Yogesh, 2017).

A Tabela 1 contém dados das propriedades mecânicas das fibras sintéticas citadas e de cinco fibras vegetais. Ao compará-las pode-se perceber que as fibras naturais avaliadas apresentam resistência à tração e módulo de elasticidade inferiores às outras fibras, no entanto, os valores de alongação na ruptura são similares ou superiores.

Tabela 1 - Propriedades mecânicas de algumas fibras sintéticas e naturais.

Tipo de Fibra	Resistência à tração (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)	Elongação na ruptura (%)
Fibra de vidro	3.033 - 4.585	72.000 - 85.000	4,8 - 5,7
Fibra de carbono	2.350 - 4.100	238.000 - 358.000	0,6 - 1,5
Fibra de aramida	2.760	62.000 - 117.000	2,5 - 3,6
Fibra de algodão	264 - 654	4.980 - 10.920	3 – 7
Fibra de fio de lã	120 – 174	2.340 - 3.420	25 – 35
Fibra de seda	252 – 528	7.320 - 11.220	20 – 25
Fibra de linho	300 – 900	24.000	2,7 - 3,2
Fibra de juta	342 – 672	43.800	1,7 - 1,8

Fonte: MARINUCCI, 2019; LOPES, 2017.

A aplicabilidade de fibras vegetais em biocompósitos vem sendo estudada, visando-se avaliar sua influência em relação às características do material e viabilidade para diversas aplicações, bem como mecanismos para melhoria das suas propriedades, como por exemplo, o tratamento alcalino das fibras (Ligowski; Santos; Fujiwara, 2015; Fornari Junior, 2017; Sanjay *et al.*, 2018; Tsou *et al.*, 2022).

Um biocompósito consiste em um material compósito no qual pelo menos um dos constituintes é um derivado natural, sendo assim, sua composição é bastante diversificada, e nesse contexto, técnicas espectroscópicas e microscópicas, assim como a avaliação de propriedades físicas e químicas, são relevantes para o estudo e compreensão do seu comportamento (Rudin; Choi, 2013; Fornari Junior, 2017).

Ligowski, Santos e Fujiwara (2015) processaram compósitos a partir de polímeros reciclados (PEAD - polietileno de alta densidade e PS - poliestireno) e fibras de bagaço de cana-de-açúcar, com teores de 30 e 50 % destas, aplicando-se as técnicas de extrusão e prensagem. Os materiais obtidos com matriz de PEAD exibiram resistência à flexão com uma tensão máxima aplicada de 45 MPa (para 50% de fibra) e de 39 MPa (para 30% de fibra), valores estes superiores aos obtidos para o PS como matriz. Como base de comparação, os pesquisadores indicaram que compósitos constituídos por polímeros e madeira (com 60% de serragem) possuem resistência à flexão de aproximadamente 32 MPa, e o MDF, de 36 MPa, concluindo-

se assim que os compósitos obtidos apresentaram bons resultados. Além disso, os corpos de prova de polietileno, para ambas as proporções de fibras, resultaram em amostras mais impermeáveis na presença de água quando comparadas às obtidas com poliestireno.

Costa *et al.* (2021) desenvolveram compósitos com matrizes de poli(tereftalato de etileno) (PET), poliamida-6 (PA6) e suas misturas, introduzindo cinzas de casca de arroz (RHA) como material de enchimento. O estudo das propriedades morfológicas indicou através das micrografias de MEV a adesão parcial da carga às matrizes e a ocorrência de aglomeração de partículas, aumentando-se o tamanho do aglomerado com o teor das cinzas. Além disso, a partir da análise de FTIR investigou-se o deslocamento das bandas de absorção da blenda após a adição de RHA, atribuindo-se a dispersão seletiva do enchimento à formação de ligações de hidrogênio.

Falcão e colaboradores (2022) estudaram o efeito da incorporação de diferentes cargas (argila organofílica e palha de milho) nas propriedades reológicas, mecânicas, térmicas, e de permeabilidade a gases e vapores da policaprolactona (PCL) processada em misturador interno de laboratório. Os resultados da reometria de torque indicaram que a estabilidade térmica do polímero não foi comprometida. Em relação às características mecânicas, os compósitos apresentaram maior resistência à tração, maior rigidez e menor alongamento, comparados ao polímero puro. Adicionalmente, a incorporação dos reforços na matriz reduziu a permeabilidade aos gases oxigênio e dióxido de carbono, confirmando o potencial desses materiais para uso na indústria de embalagens.

2.2.1 FIBRAS VEGETAIS

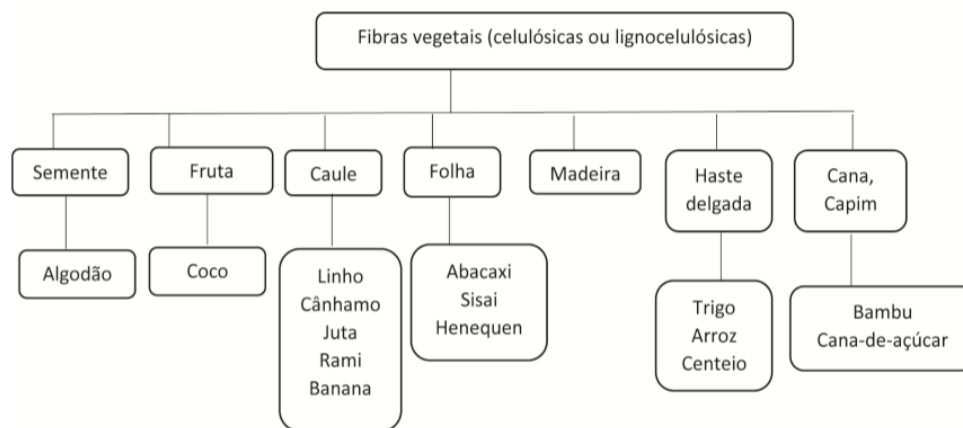
As fibras vegetais consistem em uma estrutura vegetal resultante de um arranjo ligninocelulósico constituído por três polímeros principais, sendo estes a celulose, a hemicelulose e a lignina, os quais em conjunto propiciam simultaneamente as propriedades de tração, flexão e alongamento ao vegetal (Fornari Junior, 2017).

A celulose, cujas cadeias apresentam maior massa molecular, constitui a composição majoritária das fibras, sendo o responsável primário por sua forma estrutural e alongada, conferindo-lhe rigidez. As macromoléculas de massa molecular intermediária, denominadas hemiceluloses, atuam como uma conexão entre as cadeias celulósicas, formando prolongamentos laterais da celulose. Já a terceira estrutura polimérica, a lignina, embora de

tamanho inferior, possui uma configuração interligada entre si, preenchendo os espaços vazios entre a celulose e a hemicelulose, e consequentemente, empacotando toda a formação estrutural (Fornari Junior, 2017; Ligowski; Santos; Fujiwara, 2015).

Contudo, além desses compostos, a estrutura pode conter ainda, em menores proporções, proteínas, ceras ou gorduras, pectina, sílica, açúcar e sal. Vale ressaltar que essa composição química apresentará variações com base, principalmente, no tipo de vegetal e nas condições naturais, como solo e clima. Em relação à sua classificação (Figura 2), esta é estabelecida de acordo com a parte do vegetal de onde são extraídas as fibras, sendo as provenientes do caule as mais utilizadas como fase dispersa em compósitos poliméricos (Fornari Junior, 2017; Lopes, 2017).

Figura 2 - Classificação das fibras vegetais.



Fonte: LOPES, 2017.

A aplicação de fibras vegetais como agente de reforço em compósitos apresenta elevado potencial econômico devido à sua expressiva disponibilidade e origem renovável, sendo biodegradável, reciclável e contribuindo para a fixação de carbono na natureza. Também podem ser associadas às fibras outras vantagens como baixo custo, densidade inferior comparativamente às fibras sintéticas, baixa natureza abrasiva, reduzindo o desgaste de equipamentos durante o processamento, e propriedades mecânicas geralmente satisfatórias, destacando seu uso nas indústrias mecânica, civil, automobilística, de embalagens para alimentos, entre outras (Mattoso *et al.*, 1996; Beg; Pickering, 2008; Lopes, 2017; Calegari; Oliveira, 2016).

Algumas estruturas fibrosas de plantas, como por exemplo, rami, sisal, juta, bambu e banana, devido às suas características, têm substituído as fibras sintéticas convencionais, como a fibra de vidro, na fabricação de compósitos poliméricos. No entanto, algumas desvantagens também devem ser consideradas, tais como alta absorção de umidade, baixa molhabilidade pelo polímero e incompatibilidade com algumas matrizes poliméricas. Estes problemas, por sua vez, podem ser reduzidos por tratamentos físicos ou químicos ao se aplicar nas fibras, por exemplo, tratamento por plasma, anidrido maleico ou hidróxido de sódio (Sanjay *et al.*, 2018; Beg; Pickering, 2008; Marconcini *et al.*, 2007, Lopes, 2017).

Os processos produtivos desses materiais são desenvolvidos, majoritariamente, em duas etapas. Primeiramente, as fibras são incorporadas à matriz em extrusoras ou misturadores e, posteriormente, ocorre a sua moldagem no formato do produto final requerido, através do processo de injeção ou prensagem, por exemplo. A formulação de um material constituído por polímero e fibras vegetais exige uma boa compatibilidade entre estes, visto que a transferência de carga da matriz para a fibra ocorre através da interface entre elas. Quando a interação fibra/matriz é baixa, a interface se torna a região mais frágil do material, desenvolvendo falhas nessa área e comprometendo a qualidade final do compósito (Lopes, 2017; Li; Hu; Yu, 2008).

É importante ressaltar que para a seleção do polímero e da fibra deve-se considerar ainda, como um dos aspectos primordiais, a janela de temperatura do processamento do polímero e da degradação da fibra, pois faz-se necessário que esta não degrade durante o processo. As matrizes poliméricas termoplásticas mais empregadas no desenvolvimento de compósitos são o polipropileno (PP), o polietileno de baixa densidade (PEBD) e o polietileno de alta densidade (PEAD). Já o poliéster insaturado é o polímero termorrígido mais aplicado na fabricação desses materiais (Lopes, 2017).

Mulinari, Guedes e Simba (2017) avaliaram o comportamento mecânico e térmico de compósitos de polietileno de baixa densidade (PEBD) reforçados com fibras de palmeira, em concentrações de 5, 10, 15 e 20% (m/m). As misturas foram realizadas em um misturador termocinético e, em seguida, foram injetadas para a obtenção dos corpos de prova. Os resultados indicaram que o reforço diminuiu a estabilidade térmica do polímero, entretanto, dentro de valores aceitáveis. Em relação às propriedades mecânicas, os materiais desenvolvidos apresentaram maior resistência à tração, flexão e impacto comparando-se ao polímero puro, viabilizando o uso desse compósito para determinadas aplicações do PEBD e obtendo-se, assim, um material com redução de até 20% de polímero sintético.

Sanjay *et al.* (2018) promoveram uma revisão detalhada de trabalhos na literatura e investigaram propriedades mecânicas e outras caracterizações em compósitos de fibras naturais. Os resultados, em sua maioria, apontaram que as propriedades desses materiais são comparáveis às dos compósitos de fibras sintéticas no que se refere à resistência à tração e à resistência ao impacto. No entanto, algumas desvantagens também puderam ser confirmadas, como o excesso de absorção de água e propriedades térmicas inferiores. Segundo os autores, vários elementos interferem nas características finais obtidas, como a origem da fibra (caule, fruto, folha, etc), o tipo e orientação do reforço (pó, fibra curta ou fibra contínua; unidirecional ou multidirecional), grupos químicos funcionais, índice de cristalinidade e condição da fibra (*in natura* ou tratada superficialmente), fração de carga adicionada ao compósito e a técnica de fabricação (laminação manual, moldagem por compressão, moldagem por injeção, etc).

Ferreira *et al.* (2019) investigaram compósitos biodegradáveis com matriz de PBAT e três fibras naturais diferentes como reforços, extraídas de plantas da floresta amazônica (*Croton lanjouwensis* - Fibra C; *Malvastrum tomentosum* - Fibra M; *Trema micranta* - Fibra T). Os materiais poliméricos foram preparados por processo de mistura e fusão. Observou-se que todas as amostras apresentaram maior módulo de elasticidade comparadas ao polímero puro, variando-se os valores com o tipo de fibra. A adição das Fibras M e T aumentou em 70 e 72%, respectivamente, o módulo de elasticidade do PBAT, enquanto que para as amostras contendo a Fibra C houve um aumento de 48%. Com base nessa pesquisa, concluíram que as fibras naturais estudadas podem ser utilizadas como material de enchimento para obtenção de compósitos com propriedade mecânica otimizada e ecologicamente corretos.

2.2.1.1 FIBRAS DE CACTO

O cacto, da família *Cactaceae* (Figura 3), caracteriza-se como uma planta suculenta abundante em regiões áridas e semiáridas de muitos países, como Brasil, México, Bolívia, Argentina, Estados Unidos, Itália, Israel e África do Sul (Mohamed-Yasseen, Y.; Barringer, S.A.; Splittstoesser, 1996). Dentre suas principais aplicações pode-se citar o consumo humano, como hortaliça ou fruto, a proteção do solo, a alimentação animal (forragem) e a produção de mucilagem. Seu material fibroso, presente em diversas partes do vegetal, possui potencial para utilização, por exemplo, em materiais compósitos, no entanto, o desempenho dessas fibras ainda

é pouco conhecido, como seu processo de envelhecimento, fazendo-se necessário estudos mais específicos (Sáenz; Sepúlveda; Matsuihiro, 2004).

Figura 3 - Cacto da espécie *Opuntia stricta* (Haw.)



Fonte: <https://www.preservons-la-nature.fr/flore/taxon/8164.html>
Acesso em: 01/06/2022.

Bouakba *et al.* (2013) executaram a extração de maneira ecologicamente sustentável de fibras de cacto da espécie *Opuntia ficus - Indica*, obtendo três arquiteturas distintas em termos de morfologia microestrutural, e produziram biocompósitos constituídos por matriz de poliéster e reforçados com as fibras selecionadas, cuja fração mássica foi de 25%. As fibras e os compósitos foram testados mecanicamente, submetendo-os a cargas de tração e flexão. Os materiais fibrosos extraídos da camada externa do tronco, de menor porosidade e maior densidade de fibrilas, apresentaram o módulo de tração mais alto comparado às outras duas topologias, sendo então selecionados como agentes de reforço para o estudo. Com base nos resultados, o ensaio mecânico apontou que os compósitos apresentaram melhor desempenho mecânico quando comparados ao polímero puro, tendo-se que a relação rigidez à flexão/tração das amostras assemelhou-se à dos compósitos de madeira/polipropileno, enquanto que o módulo de flexão foi similar aos compósitos de tecido de sisal/polipropileno.

Lahouaria *et al.* (2018) desenvolveram remos de canoa à base de fibras vegetais extraídas do Cacto Nopal (figueira-da-índia) e resina epóxi, como uma proposta de ferramenta simples e eficaz para remo e canoagem. Diferentes métodos de extração das fibras foram aplicados em conjunto, obtendo-se três arquiteturas fibrilares distintas, correspondentes a três diferentes partes do tronco da planta. Os biocompósitos produzidos, nos quais se introduziram como agentes de reforços duas das configurações fibrosas, foram submetidos a testes mecânicos para estimar suas propriedades mecânicas. De acordo com as análises, foi observado que os

compósitos preparados a partir das fibras extraídas do núcleo externo do tronco, apresentaram maiores módulos de elasticidade e tensões máximas, em relação ao polímero.

2.3 EMBALAGENS ALIMENTÍCIAS

Por volta da segunda metade do século XX, a produção de embalagens plásticas para a indústria de alimentos, desenvolvidas a partir de fontes fósseis, alavancaram devido à sua alta viabilidade econômica e de aplicação. Embalagens alimentícias, de forma geral, possuem várias funções, tais como proteção, informação e conveniência, no entanto, dentre essas características, desempenha seu papel principal atuando na proteção dos alimentos contra agentes externos (umidade, temperatura, microrganismos, etc.) (Otoni *et al.*, 2017; Corrales; Fernandez; Han, 2014).

Os polímeros termoplásticos, tais como o polietileno (PE), o polipropileno (PP), o poli(tereftalato de etileno) (PET), o poli(cloreto de vinila) (PVC) e o poliestireno (PS), se destacam na produção desses materiais em larga escala. O PE pode ser polimerizado por diferentes rotas químicas, o que resulta em pequenas variações nas suas propriedades. É um dos termoplásticos com maior disponibilidade e baixo custo, sendo caracterizado por apresentar boa resistência mecânica e química, porém baixa resistência ao calor. Contudo, seu processamento ocorre a temperaturas relativamente baixas (de 20 a 300°C, a depender do processo empregado). O PP, PET, PVC e PS também apresentam alta aplicabilidade na indústria de embalagens, sendo que o PVC e o PS possuem rigidez superior quando comparados ao polietileno; já o PET e o PP produzem materiais dúcteis, assim como o PE (Fornari Junior, 2017; Lopes, 2017; Rabello, 2021).

Os comportamentos mecânico, térmico e de barreira a gases e vapores devem ser cuidadosamente considerados na seleção do polímero, pois determinam a garantia da performance mecânica, da estabilidade térmica e da permeabilidade a vapores e gases pretendidas para a embalagem, e a consequente proteção do alimento contra agentes que possam alterar suas propriedades organolépticas e condições de consumo. Ajustes das características específicas de cada material podem ocorrer pela aditivação de compostos químicos em sua composição ou de reforços em sua estrutura, como é o caso dos compósitos poliméricos (Rabello, 2021; Vianna *et al.*, 2021; Lopes, 2017).

O descarte desses polímeros não biodegradáveis, no entanto, tem gerado ao longo dos anos uma preocupação com os impactos negativos sobre o meio ambiente, o que tem conduzido a academia e a indústria em busca de alternativas que utilizem fontes renováveis, ou com potencial de biodegradabilidade, como matéria-prima para a fabricação das embalagens. Os polímeros naturais, como polissacarídeos, proteínas e lipídeos, por exemplo, apresentam potencial para suprir essa necessidade, substituindo de forma satisfatória alguns materiais que não sofrem decomposição a curto ou médio prazo (Mohamed; El-Sakhawy; El-Sakhawy, 2020; Vieira *et al.*, 2011). Pode-se destacar os poliésteres de alquila, como o Poli (ácido láctico) (PLA), o qual constitui um exemplo de biopolímero bastante viável para a produção de embalagens flexíveis biodegradáveis (Garlotta, 2002; Lima *et al.*, 2021).

Outra alternativa, que também tem apresentado alta capacidade para substituir as embalagens convencionais, é a utilização de polímeros biodegradáveis sintéticos, desenvolvidos com o objetivo de atender tanto às questões ambientais quanto de processabilidade e aplicação, como o Poli (butileno adipato-co-tereftalato) (PBAT). Esse polímero, no entanto, tem apresentado certa limitação de uso devido ao seu custo, associado à sua produção. Contudo, pode-se amenizar esse ponto negativo advindo do fator mercadológico, incorporando-se na matriz polimérica reforços biodegradáveis que, em conjunto ao PBAT, atendam às necessidades da aplicação (BASF, 2013; Scaffaro *et al.*, 2022).

Além da preocupação com o meio ambiente, outra problemática relevante no contexto da indústria alimentícia é a necessidade da conservação das propriedades dos alimentos pelo maior tempo possível, garantindo-se a segurança do alimento e o aumento do tempo de prateleira dos produtos, satisfazendo-se assim as exigências da legislação, da indústria e do consumidor. Avanços nas pesquisas direcionadas a esse fator têm resultado no desenvolvimento de novas embalagens que cumpram esse objetivo, destacando-se as denominadas embalagens ativas (Cardoso *et al.*, 2017; Roy; Rhim, 2021; Moraes Filho *et al.*, 2022). Estas embalagens possuem por finalidade preservar por mais tempo as propriedades organolépticas e as condições para consumo dos alimentos, apresentando alto potencial para reduzir a aplicação de aditivos no alimento, sendo aplicado o agente ativo na embalagem e ocorrendo a sua migração de forma gradativa (Sharma *et al.*, 2021; Schaefer; Cheung, 2018).

2.3.1 EMBALAGENS ATIVAS

Embalagens ativas podem ser definidas como embalagens aditivadas com algum composto sintético ou natural, o qual interage com o produto mantendo as suas propriedades, qualidade e a segurança de consumo por um prazo superior ao padrão (Fang *et al.*, 2017).

A depender do tipo de agente ativo incorporado, pode-se agregar diversas funções, tais como antimicrobiana, antioxidante, controle de umidade, absorção de oxigênio, absorção de etileno, liberação e/ou absorção de sabores e odores, entre outras (Verruck *et al.*, 2020). Pode-se destacar entre os agentes ativos os compostos bactericidas, os fungicidas, as enzimas, os ácidos orgânicos, os extratos naturais, os óleos vegetais e os óleos essenciais (Dainelli *et al.*, 2008).

O componente ativo pode ser aplicado de diferentes formas na embalagem, desde o uso de sachês ou almofadas contendo o agente, os quais são inseridos entre a embalagem e o produto, até o revestimento ou adsorção do composto químico na superfície interna da embalagem, ou a incorporação do agente ativo em sua própria composição. Além disso, o mecanismo de ação pode ocorrer pelos processos de absorção ou de liberação. Entre as embalagens em que os compostos ativos são liberados, pode-se destacar as embalagens antimicrobianas e antioxidantes (Robertson, 2012; Pires *et al.*, 2014; Cardoso *et al.*, 2022).

As embalagens antimicrobianas referem-se àquelas nas quais os aditivos são substâncias capazes de inibir ou controlar o crescimento microbiano. Já as embalagens antioxidantes caracterizam-se por conter agentes que apresentam potencial para suprimir os mecanismos de ação de espécies reativas, retardando ou eliminando as reações de degradação oxidativa. Considerando a busca por minimizar o uso de compostos sintéticos para esses fins, os quais apresentam potencial de ocasionar efeitos adversos à saúde, um dos agentes ativos antimicrobianos e antioxidantes naturais são os óleos, destacando-se os essenciais (Atarés; Chiralt, 2016; Barbosa *et al.*, 2021; Cardoso *et al.*, 2022; Vianna *et al.*, 2021).

Os óleos essenciais são misturas líquidas de compostos voláteis e lipofílicos extraídos de folhas, raízes, caules, sementes ou cascas de frutas, através de técnicas como hidrodestilação, destilação a vapor, hidrodifusão e extração por solvente (Khorshidian *et al.*, 2018; Aziz *et al.*, 2018). A maioria desses óleos possuem ações antioxidantes e antimicrobianas, sendo estas últimas resultantes da presença de componentes que têm a capacidade de alterar a permeabilidade da membrana externa dos microrganismos e/ou inibir enzimas importantes para

o seu crescimento e sobrevivência; já aquelas são promovidas por compostos com potencial de capturar e eliminar radicais livres, por exemplo. Além disso, muitos óleos essenciais, tais como de cravo-da-índia, canela, laranja, tomilho, hortelã e pimenta, possuem aprovação e são regulamentados pela FDA para uso como aditivos na indústria de alimentos (Moraes Filho *et al.*, 2022; Lima *et al.*, 2021; Peixoto *et al.*, 2023; Sharma *et al.*, 2021; Vianna *et al.*, 2021; FDA, 2022).

Cardoso *et al.* (2017) investigaram filmes de PBAT aditivados com óleo essencial de orégano e reportaram que este sistema demonstrou ser eficiente para aplicação como embalagens ativas para a preservação de filé de peixe, sendo possível controlar o crescimento microbiano neste tipo de alimento e ampliar sua vida útil em até 10 dias, sob refrigeração. Pode-se destacar também que as propriedades essenciais do PBAT não foram afetadas com a adição do óleo essencial, e, portanto, sua aplicação como embalagem ativa de alimentos pode ser reconhecida como adequada.

Conforme Sharma *et al.* (2021), a adição de óleos essenciais, tais como de tomilho, canela, orégano, cravo e gengibre, na produção de embalagens, tem resultado em produtos com melhores ações de barreira e propriedades ópticas, além de atividade antibacteriana e antioxidante, como consequência da migração de seus compostos ativos. Moraes Filho *et al.* (2022) produziram embalagens ativas a partir de PBAT e óleos essenciais de cravo e de canela como agentes antimicrobianos, nas concentrações de 2, 4 e 8% (m/m). Os resultados apontaram que ambos os agentes inibiram a ação microbiana quando presentes na estrutura polimérica, sendo que para o óleo de cravo a inibição foi apenas a 8%. Além disso, as propriedades mecânicas (tensão máxima na ruptura, módulo de elasticidade e alongação na ruptura) permaneceram adequadas para uso como embalagem.

2.3.2 ÓLEO ESSENCIAL DE CRAVO-DA-ÍNDIA

O cravo-da-índia (*Syzygium aromaticum*) é uma espécie vegetativa oriunda da Indonésia, pertencente ao gênero *Syzygium*, à família *Myrtaceae*, ordem *Myrtales*, classe *Magnoliopsida*. Devido ao seu aroma bastante característico e propriedades farmacológicas, esta especiaria é usada pela sociedade desde a antiguidade e vem sendo base de inúmeros estudos, os quais identificaram em sua composição vários compostos ativos, como ácidos

orgânicos, glicosídeos e compostos fenólicos (Affonso *et al.*, 2012; Xu *et al.*, 2016; Rahman *et al.*, 2022).

O óleo essencial do cravo-da-índia, substância aromática volátil extraída e refinada do cravo, pode ser obtido de diversas partes da planta, tais como as flores (15 – 20 %), os caules (5 – 7 %) e as folhas (1 – 4 %), através de técnicas como hidrodestilação e destilação a vapor. Aprovado pelo FDA, estudos indicam que seus constituintes principais são o eugenol, o β -cariofileno e o acetato de eugenol, sendo o componente majoritário o eugenol, o qual representa aproximadamente de 80 a 97% da composição do óleo, conforme análises de GC-MS, e é o responsável por sua atividade antimicrobiana. Além disso, este óleo apresenta uma ampla gama de propriedades biológicas, tais como antioxidante, antifúngica, anticancerígena, anestésica e efeitos antiprotzoários (Rahman *et al.*, 2022; Sharma *et al.*, 2022; Jiang *et al.*, 2022; Xu *et al.*, 2016; Affonso *et al.*, 2012).

Lima *et al.* (2021) produziram embalagens de PLA, Poli (ácido láctico), aditivadas com óleos essenciais de cravo, laranja e canela, pela técnica de *solution casting*, e avaliaram sua possível aplicação como embalagem ativa. As propriedades das amostras foram medidas, e foi possível observar que o polímero incorporado com o óleo essencial de cravo apresentou excelente atividade antimicrobiana contra a *Escherichia coli* (*E. coli*), identificada pela técnica de contagem padrão em placa, através da qual observou-se que não houve nenhum crescimento bacteriano. Além disso, a adição dos óleos acarretou uma pequena alteração do perfil de degradação térmica do PLA, porém sem comprometer a sua estabilidade térmica.

Roy e Rhim (2021) desenvolveram um compósito funcional à base de gelatina/ágar integrado com emulsão Pickering de óleo essencial de cravo estabilizado com nanofibras de celulose, para aplicação na área de embalagens. Com base nas caracterizações realizadas, constatou-se que a incorporação da emulsão melhorou em pequenas proporções a resistência mecânica das amostras e aumentou ligeiramente a permeabilidade ao vapor de água, apresentando estabilidade térmica praticamente inalterada, em relação à gelatina/ágar sem aditivação. Adicionalmente, agregou-se ao material elevada atividade antioxidante e excelentes propriedades de barreira à radiação ultravioleta, sem prejuízos à sua transparência. Esses resultados demonstraram-se satisfatórios para o objetivo proposto e fomentaram o estudo de óleos essenciais incorporados aos compósitos.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para o desenvolvimento da pesquisa, as principais matérias-primas utilizadas e o delineamento experimental aplicado estão descritos nos subtópicos a seguir.

3.1 MATERIAIS

As principais matérias-primas utilizadas para a produção dos compósitos estão apresentadas abaixo:

- Polímero: Poli(butileno adipato-co-tereftalato) (PBAT) em *pellets*, adquirido da empresa BASF, de nome comercial ECOFLEX® F BLEND C1200, com densidade de 0,8 a 1,4 g.cm⁻³ (BASF, 2016).
- Fibras do cacto *Opuntia stricta* (Haw.) (FC) doadas pelo NEFP (Núcleo de Estudos em Fisiologia e Pós-colheita) de Serra Talhada – Pernambuco. O processo de extração aplicado pelo grupo de pesquisa está relatado no Apêndice A. As fibras possuem densidade média de 0,998±0,008 g.cm⁻³, determinada pelo método descrito no Apêndice B. O seu comprimento variou, em média, entre 0,43 mm e 5,47 mm (com média de 2,40±1,45 mm).
- Óleo essencial de Cravo-da-Índia (OEC) extraído das folhas da espécie *Syzigium aromaticum*, adquirido da LASZLO.

3.2 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

Os subtópicos a seguir descrevem as etapas de produção e caracterização dos compósitos desenvolvidos, assim como a caracterização por FTIR das matérias-primas e os princípios ativos do OEC. A princípio, os compósitos poliméricos foram processados, caracterizando-se em seguida as matérias-primas aplicadas e as amostras obtidas do processamento.

3.2.1 PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS POLIMÉRICOS

As amostras foram produzidas por processos de mistura e fusão em reômetro de torque da marca Thermo Scientific, modelo HAAKE PolyLab QC. A temperatura de mistura foi programada em 145 °C, a velocidade de rotação em 60 rpm, com tempo de permanência de 12 min. Em seguida, frações suficientes de cada amostra foram recortadas e moldadas por injeção para o ensaio mecânico e a análise antimicrobiana, em injetora Thermo Scientific, modelo Haake MiniJet II, com os seguintes parâmetros: temperatura do fundido a 135 °C, temperatura do molde a 35 °C, tempo de recalque de 10 segundos e pressão de prensagem de 650 bar.

Foram processadas amostras de PBAT puro, PBAT + Fibra de cacto (PBAT + FC) e PBAT + Fibra de cacto + Óleo essencial de cravo (PBAT + FC + OEC), nas proporções de 10 e 20% (v/v) de fibra de cacto e 10% (v/v) de óleo essencial, sendo este percentual de óleo essencial calculado em relação ao volume total de PBAT e fibras. Vale ressaltar que a escolha desses teores foi realizada com base em trabalhos anteriores, nos quais essas concentrações de óleo e de fibras demonstraram desempenho satisfatório para outros materiais semelhantes (Lima, 2018; Andrade, 2018; Scaffaro *et al.*, 2022).

As composições das amostras (Tabela 2) foram definidas com base no volume máximo permitido para o processamento no reômetro, o qual corresponde a 70% da sua capacidade total. Esta, por sua vez, é de 69 cm³.

Tabela 2 - Composição das amostras estudadas.

Amostras	PBAT (g)	FC (g)	OEC (g)	Massa total (g)
PBAT	60,86	-	-	60,86
PBAT + 10% FC	54,77	4,82	-	59,59
PBAT + 20% FC	48,69	9,64	-	58,33
PBAT + 10% FC + 10 % OEC	54,77	4,82	5,14	64,73
PBAT + 20% FC + 10 % OEC	48,69	9,64	5,14	63,47

Fonte: A autora (2022).

3.2.2 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS

As matérias-primas foram caracterizadas conforme descrito nos subtópicos a seguir.

3.2.2.1 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

O OEC e a FC foram analisados por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) com acessório de Reflectância Total Atenuada (ATR), com transmitância na região de 4000 cm^{-1} a 650 cm^{-1} , com 16 varreduras e resolução de 4 cm^{-1} , em um espectrômetro Spectrum 400 (Perkin Elmer) do Laboratório de Combustíveis (LAC) do Instituto de Pesquisa em Petróleo e Energia (LITPEG/UFPE).

3.2.2.2 ATIVIDADE ANTIMICROBIANA

A atividade antimicrobiana do óleo essencial foi avaliada pela técnica de disco-difusão em ágar conforme metodologia descrita por Silva *et al.* (2019), para verificação de sua capacidade inibitória contra duas espécies bacterianas (uma gram-positiva e outra gram-negativa): *Staphylococcus Aureus* (*S. aureus*) e *Escherichia coli* (*E. coli*), respectivamente. O meio de cultura, Ágar Nutritivo, foi preparado em placa de Petri estéril.

Após a solidificação do meio de cultura, uma alíquota de 0,1 mL da suspensão da bactéria com uma concentração em torno de $1,5 \times 10^8$ bactérias.mL⁻¹, de acordo com a escala nefelométrica de McFarland (tubo nº 0,5), foi espalhada sobre ele, e em seguida, foi inserido assepticamente o disco de papel de filtro impregnado com a amostra, colocando-o no centro da superfície do meio de cultura inoculado.

O teste foi realizado em duplicata, e utilizou-se duas placas de controle, cada uma com os microrganismos de uma das espécies inoculados, porém sem a presença do óleo. Por fim, as placas foram incubadas a 35 °C por 48 horas, e após este período, mediu-se os halos de inibição com o auxílio de régua/escalímetro.

3.2.2.3 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE

O óleo essencial de cravo-da-índia foi avaliado pelos métodos da capacidade antioxidante total (CAT), determinada pela técnica de fosfomolibdênio a partir da metodologia adaptada de Nibir *et al.* (2017), e da capacidade de sequestro do radical livre 2,2-difenil-1-

picril-hidrazil (DPPH), aplicando-se metodologia baseada em Brand-Williams, Cuvelier e Berset (1995), com adaptações.

3.2.2.3.1 Método da Capacidade Antioxidante Total (CAT)

Para a realização deste ensaio, a princípio, adicionou-se em tubos de ensaio alíquotas de 0,3 mL do óleo essencial, na concentração de $200 \mu\text{g.mL}^{-1}$ em etanol, com 3 mL de uma solução reagente composta por ácido sulfúrico ($0,6 \text{ mol.L}^{-1}$), fosfato de sódio (28 mmol.L^{-1}) e molibdato de amônio (4 mmol.L^{-1}). Para o branco foi utilizado 0,3 mL de etanol P.A. para substituir a alíquota de óleo essencial, e para o padrão, uma solução etanólica de ácido ascórbico ($200 \mu\text{g.mL}^{-1}$). Vale ressaltar que para ambos os tubos (contendo o branco e o padrão), as medições das absorbâncias foram aplicadas diretamente na Equação 1, sem obtenção de curva padrão.

Em seguida, 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 realizada em espectrofotômetro UV/VIS da marca EDUTECH (Brasil) no comprimento de onda de 695 nm. Os ensaios foram realizados em triplicatas. A capacidade antioxidante das amostras foi expressa em Atividade Antioxidante Relativa (AAR), de acordo com a Equação 1.

$$AAR (\%) = \frac{Abs_{amostra} - Abs_{branco}}{Abs_{padrão} - Abs_{branco}} \times 100 \quad (1)$$

Onde: $Abs_{amostra}$ é a absorbância da amostra a 695 nm, Abs_{branco} é a absorbância do branco a 695 nm e $Abs_{padrão}$ é a absorbância do padrão (ácido ascórbico) a 695 nm.

3.2.2.3.2 Método da capacidade de sequestro do radical livre 2,2 - difenil - 1- picril-hidrazil (DPPH)

Inicialmente, preparou-se uma solução de DPPH, transferindo-se 2,5 mg de DPPH para um balão volumétrico de 100 mL, e utilizando-se o etanol P.A. como solvente. Após, foram inseridos 4 mL da solução preparada e 10 μL do óleo essencial de cravo-da-índia em um tubo

de ensaio coberto por papel alumínio. O sistema foi mantido em repouso por 30 minutos ao abrigo da luz. Para o controle, utilizou-se etanol P.A. em substituição ao óleo essencial. Finalmente, as leituras das absorbâncias foram efetuadas em um espectrofotômetro UV/VIS da marca EDUTEC (Brasil) no comprimento de onda de 517 nm. O ensaio foi realizado em triplicata e a porcentagem de inibição foi calculada utilizando a equação 2.

$$\% \text{ Inibição DPPH} = \frac{Abs_{controle} - Abs_{amostra}}{Abs_{controle}} \times 10 \quad (2)$$

Onde: $Abs_{amostra}$ é a absorbância da amostra a 517 nm e $Abs_{controle}$ é a absorbância do controle a 517 nm.

3.2.3 CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS

Os compósitos produzidos foram caracterizados conforme descrito nos subtópicos a seguir.

3.2.3.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada para avaliar a superfície de fratura dos compósitos. Inicialmente, as amostras foram fraturadas utilizando-se nitrogênio líquido. Em seguida, elas foram metalizadas com ouro, a 5 mA e 20 nm de espessura, por 2 min, em equipamento da marca Sanyu Electron, modelo SC-701 Quick coater. Finalmente, elas foram analisadas em microscópio TESCAN – MIRA3, com fonte FEG de alto brilho e alto vácuo a 10 kV.

3.2.3.2 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

As amostras foram analisadas por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) com acessório de Reflectância Total Atenuada Horizontal (HATR) empregando-se as mesmas condições submetidas para análise do óleo essencial de cravo e da fibra de cacto.

3.2.3.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

O ensaio de TGA foi realizado em equipamento Mettler Toledo, modelo 1STAR e System, sob fluxo de nitrogênio com vazão de 50 mL.min⁻¹. As medidas foram registradas no intervalo de temperatura de 35 a 600 °C, a uma taxa de aquecimento de 20 °C.min⁻¹, em cadinhos de alumina, com massa da amostra pesando entre 3 e 10 mg.

3.2.3.4 CALORIMETRIA DIFERENCIAL EXPLORATÓRIA (DSC)

As curvas de DSC foram obtidas na faixa de temperatura de 0 a 200 °C, utilizando-se equipamento Mettler Toledo, modelo 1STAR e System, sob atmosfera de nitrogênio (50 mL.min⁻¹). As amostras foram pesadas e seladas em cadinhos de alumínio, sendo submetidas a três estágios: o primeiro, no qual houve o aquecimento das amostras de 0 a 200 °C com razão de aquecimento de 30 °C.min⁻¹ e duração de aproximadamente 7 min, com o intuito de apagar a história térmica do polímero; o segundo estágio, onde ocorreu o resfriamento de 200 a 0 °C (cerca de 20 min); e o terceiro, um segundo aquecimento de 0 a 200 °C, com um tempo de 20 min, em média. Estas últimas etapas foram realizadas com razão de resfriamento/aquecimento de 10 °C.min⁻¹.

Os resultados dos graus de cristalinidade (Xc), temperatura de fusão (Tm), temperatura de cristalização (Tc) e entalpia de fusão (ΔH_m) e cristalização (ΔH_c) foram obtidos por meio do programa INTEGRAL versão 3 ®, 2010, desenvolvido na Universidade Federal de Campina

Grande, pelo professor Eduardo Luis Canedo. O grau de cristalinidade está expresso na Equação 3, na qual se baseou o cálculo.

$$X_c = \frac{\Delta H_m - \Delta H_c}{\Delta H_{m\infty}} \quad (3)$$

Sendo: ΔH_m a entalpia de fusão, ΔH_c a entalpia associada aos cristais durante a etapa de aquecimento e $\Delta H_{m\infty}$ a entalpia teórica do PBAT 100 % cristalino, que é obtida da literatura e corresponde a 114 J.g⁻¹ (Pereira; Morales, 2014).

3.2.3.5 ENSAIO MECÂNICO DE TRAÇÃO

As propriedades mecânicas dos materiais poliméricos produzidos (módulo elástico, tensão máxima na ruptura e alongação ou alongamento na ruptura) foram medidas utilizando-se um equipamento de ensaios estáticos da Emic, célula Trd 22, carga de 500 N e velocidade de tração de 50 mm/min., em temperatura ambiente e sem controle de umidade. O teste foi realizado em 5 corpos de prova (CP), para cada composição, sendo a produção destes baseada na norma ASTM D638:2014 CP tipo V.

Os valores registrados no equipamento foram expressos em MPa tanto para a tensão máxima na ruptura quanto para o módulo de elasticidade, e em % para a alongação.

A análise estatística dos resultados do ensaio mecânico foi realizada utilizando-se o software Statistica, com tratamento dos dados por meio de teste estatístico de Duncan, para determinação da diferença no nível de significância de 5 % ($p < 0,05$).

3.2.3.6 ATIVIDADE ANTIMICROBIANA

O ensaio de avaliação da atividade antimicrobiana dos compósitos baseou-se na metodologia proposta por Dobre e colaboradores (2012). Preparou-se o meio de cultura Luria-Bertani (LB), para o inóculo do microrganismo (*E. coli*), atingindo uma turbidez de 0,5 na escala de McFarland. O ensaio foi realizado em duplicata.

As amostras foram recortadas em formato quadrado medindo 2 x 2 cm² e, em seguida, esterilizadas em UV por 10 min, em cada lado de sua superfície. Posteriormente, sob condições estéreis, inseriu-se em tubos de ensaio as amostras e 20 mL de LB com 1% (v/v) do microrganismo. O sistema foi incubado em estufa com temperatura em torno de 35°C. As leituras de absorbância foram realizadas em 24 e 48 h após a incubação, tendo-se a densidade óptica medida em 600 nm, em um equipamento UV-VIS da marca EDUTECH pertencente ao Laboratório de Petroquímica (LPQ) do Instituto de Pesquisa em Petróleo e Energia (LITPEG/UFPE).

3.2.3.7 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE

Esta análise foi desenvolvida utilizando-se metodologia adaptada de Brand-Williams, Cuvelier e Berset (1995), em quadruplicata. Inicialmente, preparou-se 100 mL de uma solução etanólica de DPPH, utilizando-se 2,5 mg do DPPH e etanol P.A. Em seguida, inseriu-se em tubos de ensaio 1 g da amostra e 12 mL de água destilada, sendo colocados em banho-maria por 30 minutos, a 50 °C. Posteriormente, foram inseridos em novos tubos de ensaio 3,9 mL da solução de DPPH e 0,1 mL da solução preparada com a amostra, sendo eles cobertos por papel alumínio e mantidos em repouso ao abrigo da luz. A leitura das absorbâncias foi realizada após 30 minutos de reação a 517 nm, em espectrofotômetro UV-visível da marca QUIMIS. A solução etanólica de DPPH foi aplicada como controle e a ação de captura do radical DPPH foi expressa por meio da porcentagem de inibição (% de Inibição), de acordo com a Equação 2.

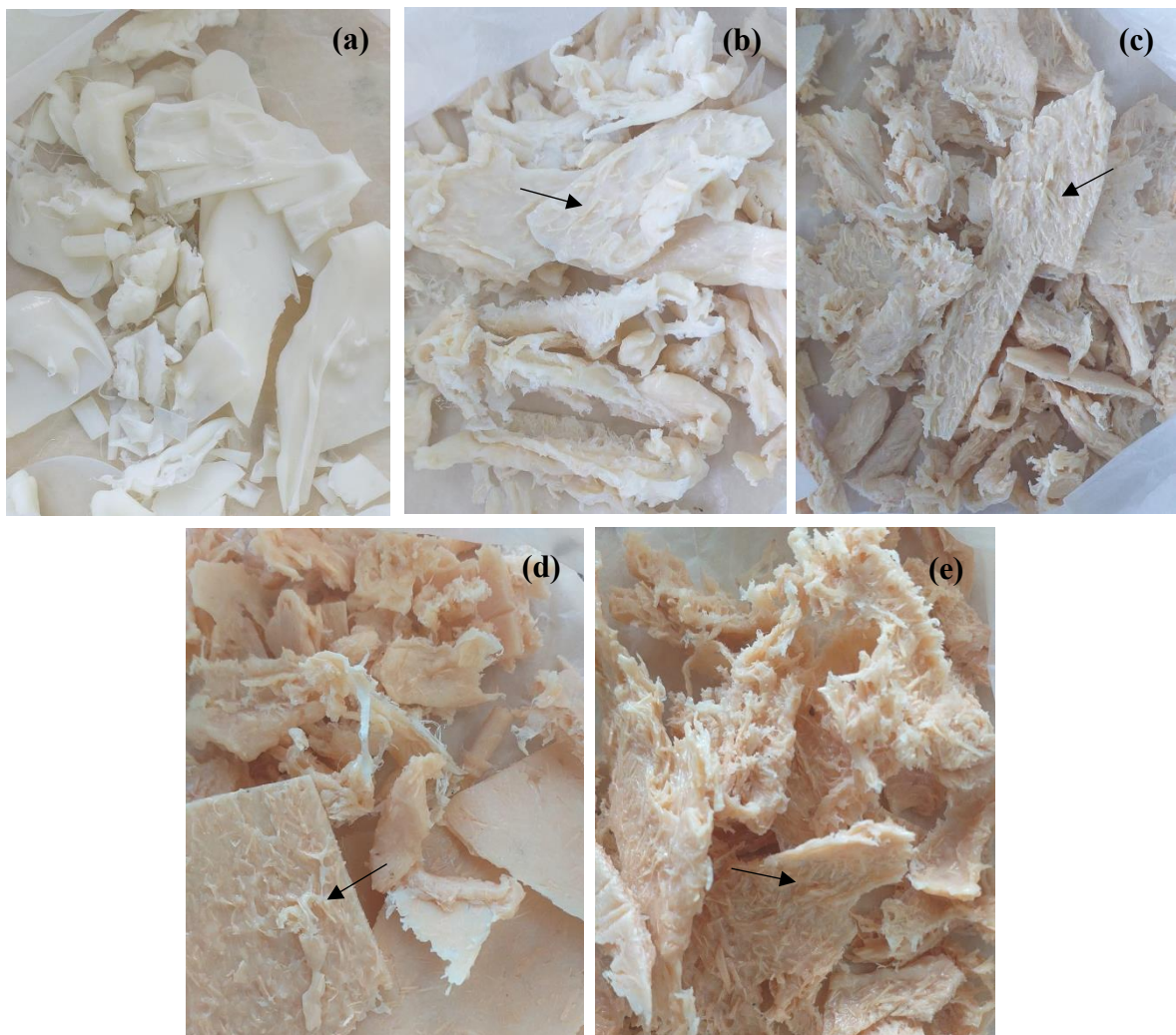
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, os resultados referentes às metodologias descritas na seção 3 são apresentados e discutidos.

4.1 ASPECTO VISUAL DOS COMPÓSITOS POLIMÉRICOS

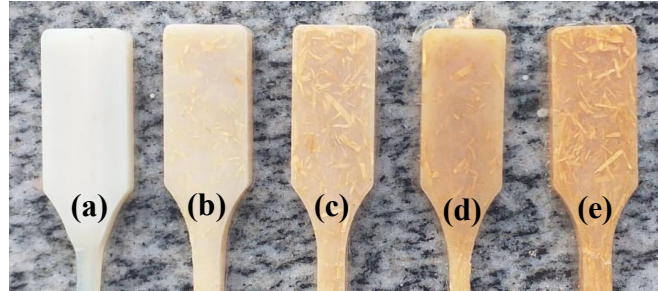
As amostras obtidas após o processamento das matérias-primas no reômetro de torque e os corpos de prova conformados para o ensaio mecânico estão apresentados nas Figuras 4 e 5 (as imagens foram fotografadas pela autora, sem ampliação).

Figura 4 - Amostras obtidas a partir do reômetro de torque, (a) PBAT puro, (b) PBAT + 10% FC, (c) PBAT + 20% FC, (d) PBAT + 10% FC + 10% OEC; (e) PBAT + 20% FC + 10% OEC.



Fonte: A autora (2022).

Figura 5 - Corpos de prova (a) PBAT puro, (b) PBAT + 10% FC, (c) PBAT + 20% FC, (d) PBAT + 10% FC + 10% OEC; (e) PBAT + 20% FC + 10% OEC.



Fonte: A autora (2022).

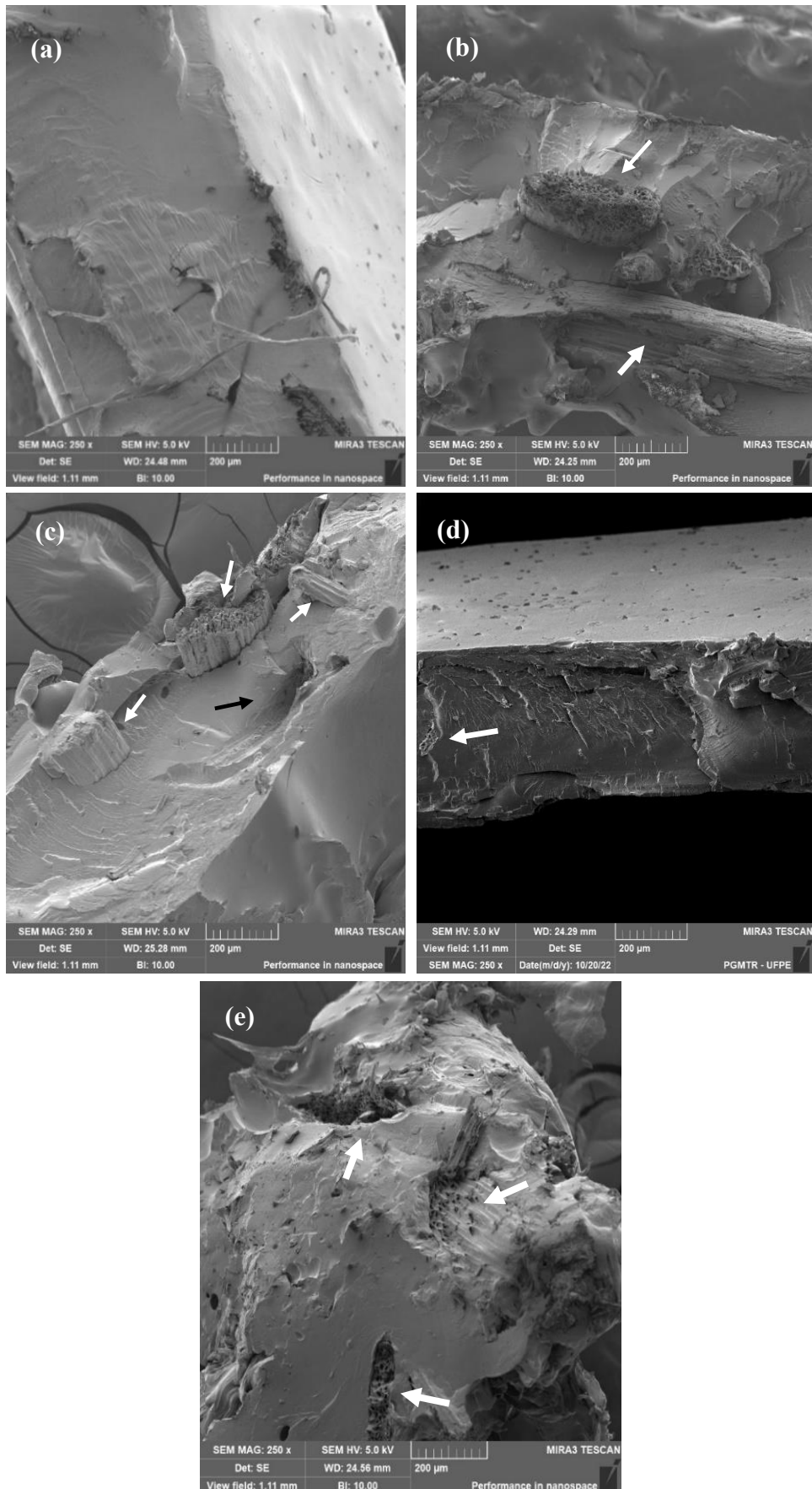
Pode-se observar, a partir das Figuras 4 (a) e 5 (a), que as amostras de PBAT exibiram coloração branca, enquanto que a aditivação das fibras tornou-as um pouco amareladas, podendo-se visualizar a presença do material fibroso na matriz polimérica, conforme indicado pelas setas (Figuras 4 (b) a 4 (e)). As Figuras 4 (d), 4 (e), 5 (d) e 5 (e) expõem que o acréscimo do OEC culminou na obtenção de compósitos com coloração amarelada mais intensa em comparação às demais amostras. Além disso, as amostras se apresentaram resistentes ao manuseio.

A partir das Figuras 5 (b) a 5 (e) pode-se verificar uma dispersão irregular das fibras, com algumas regiões dos corpos de prova contendo uma maior quantidade de fibras por área, em comparação a outras regiões do compósito.

4.2 MEV

As imagens obtidas através da microscopia, nas regiões de fratura, para cada amostra, podem ser observadas na Figura 6.

Figura 6 - Imagens da MEV a 250x (a) PBAT, (b) PBAT + 10% FC, (c) PBAT + 20% FC, (d) PBAT + 10 % FC + 10% OEC, (e) PBAT + 20% FC + 10% OEC.



Fonte: A autora (2022).

A Figura 6(a) apresenta a imagem de MEV para o PBAT puro, podendo-se identificar sua superfície lisa, característica de um material uniforme sem cargas adicionadas. Para os compósitos produzidos, verifica-se aspectos diferentes nas imagens, devido à inserção das fibras (Figuras 6(b) a 6(e)). Para as amostras contendo apenas 10% de FC pode-se observar a presença das fibras na matriz polimérica, com possível adesão parcial do material fibroso ao PBAT (Figura 6(b)). Já para a composição contendo 20% de FC (Figura 6(c)), identifica-se uma região com provável material fibroso removido (indicada por seta preta). Porém, pode-se observar também a presença de fibras que permaneceram aderidas ao polímero, mesmo que parcialmente (setas brancas).

Para os compósitos incorporados com o OEC, as Figuras 6(d) e 6 (e) sugerem que a aditivação do óleo não comprometeu a interação do reforço com o PBAT, o que pode ser constatado a partir das fibras indicadas pelas setas, as quais permaneceram na matriz polimérica. As micrografias obtidas para todas as composições não são suficientes para um estudo mais específico da adesão interfacial entre a fibra e o polímero, porém se identifica a presença tanto de fibras contidas na matriz quanto de áreas com defeito, após a fratura do material.

Nunes *et al.* (2018) produziram biocompósitos de poli (butileno adipato-co-tereftalato)/amido termoplástico/mesocarpo de babaçu, por fusão em um reômetro de torque. Ao avaliar suas propriedades morfológicas por MEV, observaram uma adesão parcial entre a matriz e o enchimento, o que corroborou com o estudo das propriedades mecânicas, o qual indicou que a incorporação das fibras diminuiu a resistência à tração do polímero. Esses resultados já eram esperados pelos pesquisadores, visto que as fibras utilizadas eram micronizadas, apresentando tendência a se aglomerar e a absorver umidade.

As fibras de cacto aplicadas possuíam comprimentos baixos e variáveis (entre 0,43 mm e 5,47 mm, com média de $2,40 \pm 1,45$ mm), o que pode ter contribuído na possível adesão parcial e comprometido a molhabilidade entre as fibras e o PBAT, além da possibilidade de aglomeração das fibras em algumas regiões do compósito.

Tsou *et al.* (2022) produziram compósitos biodegradáveis de PBAT com colmo de milho, nas concentrações de 15, 30, 45 e 60% da carga, pela técnica de fusão em um misturador interno, e avaliaram sua morfologia por MEV. As micrografias das superfícies das seções fraturadas dos compósitos indicaram a presença de defeitos e baixa compatibilidade entre as

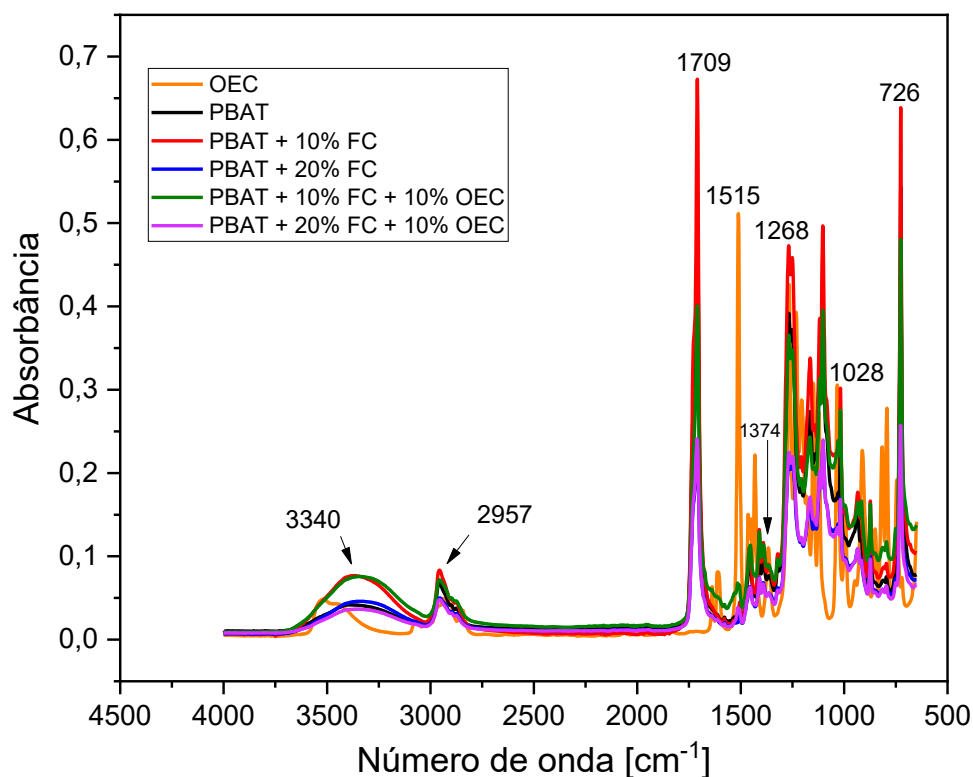
duas fases, de forma que as amostras foram facilmente fraturadas sob tensão no ensaio mecânico realizado, apresentando redução da resistência à tração com o aumento do teor do colmo de milho.

Semelhantemente a esses estudos, uma baixa compatibilidade entre o PBAT e as fibras de cacto deve ter prejudicado a transferência de carga da matriz para o reforço, acarretando a diminuição da tensão máxima na ruptura do material avaliada no ensaio mecânico e o fazendo romper mais facilmente quando submetido à mesma tensão.

4.3 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

A Figura 7 apresenta os espectros de infravermelho das amostras de OEC, PBAT puro e aditivado com as fibras e com o óleo, com a indicação dos principais picos.

Figura 7 - Espectros de infravermelho para o OEC, o PBAT puro e aditivado com as fibras e com o óleo.



Fonte: A autora (2022).

As principais bandas obtidas no espectro do PBAT (inserido no Apêndice C) estão apresentadas na Tabela 3, que indica as atribuições referentes às bandas e suas respectivas

vibrações em número de onda. Esses resultados estão em concordância com os dados da literatura (Andrade *et al.*, 2020; Barbosa *et al.*, 2021; Moraes Filho *et al.*, 2022). Analogamente, a Tabela 4 contém as bandas características encontradas para o óleo essencial de cravo, cujo espectro pode também ser visualizado no Apêndice C (Lima *et al.*, 2021; Moraes Filho *et al.*, 2022; Jiang *et al.*, 2022).

Tabela 3 - Bandas características para o PBAT.

Número de onda (cm ⁻¹)	Atribuições das bandas
2957, 2874	Rotação -CH ₂ , Estiramentos -CH ₃ , -CH ₂
1709	Estiramento -C=O da ligação éster
1454, 1374	Deformação angular do -CH ₃ e modo de torção fora do plano -CH ₂
1268, 1103	Estiramento -C-O-
873	Modo de torção fora do plano =C-H do anel benzênico
726	Rotação do grupo metilênico -CH ₂

Fonte: A autora, 2022; MORAES FILHO *et al.*, 2022; ANDRADE *et al.*, 2020; BARBOSA *et al.*, 2021.

Tabela 4 - Bandas características para o óleo essencial de cravo.

Número de onda (cm ⁻¹)	Atribuições das bandas
3486	Estiramento -OH
2938	-CH dos grupos metil e metileno
1515	Estiramento -C=C- do anel aromático do eugenol
1265	Estiramento -C-O-
1033	Estiramento -C-O-C- de éter aromático
793, 745	-CH do anel aromático e rotação -CH ₂

Fonte: A autora, 2022; LIMA *et al.*, 2021; MORAES FILHO *et al.*, 2022; JIANG *et al.*, 2022.

Pode-se observar que os picos encontrados para o PBAT e o OEC corroboram com os que são comumente identificados em seus espectros de infravermelho. Verifica-se também, na Figura 7, que dentre os principais picos identificados para o óleo essencial de cravo, destaca-se o pico em 1515 cm⁻¹, o qual está associado ao eugenol, composto majoritário encontrado neste óleo (Lima *et al.*, 2021).

A Tabela 5 contém as principais bandas para o espectro das fibras de cacto (Apêndice C).

Tabela 5 - Principais bandas características para fibras de cacto.

Número de onda (cm^{-1})	Atribuições das bandas	Espécie Química
3340	Estiramento -OH	Celulose e lignina
2930	Estiramento simétrico C-H	Polissacarídeos
1730	Estiramento -C=O- não conjugada	Hemicelulose
1610	Vibração do anel aromático e estiramento -C=O-	Lignina
1506	Vibração do anel aromático	Lignina
1378	Deformação simétrica do -CH	Celulose e hemicelulose
1235	Vibração assimétrica -C-O-C-	Celulose e hemicelulose
1028	Estiramento do anel glicosídico	Celulose

Fonte: A autora, 2022; ROCHA; MULINARI, 2014; OLIVEIRA *et al.*, 2018.

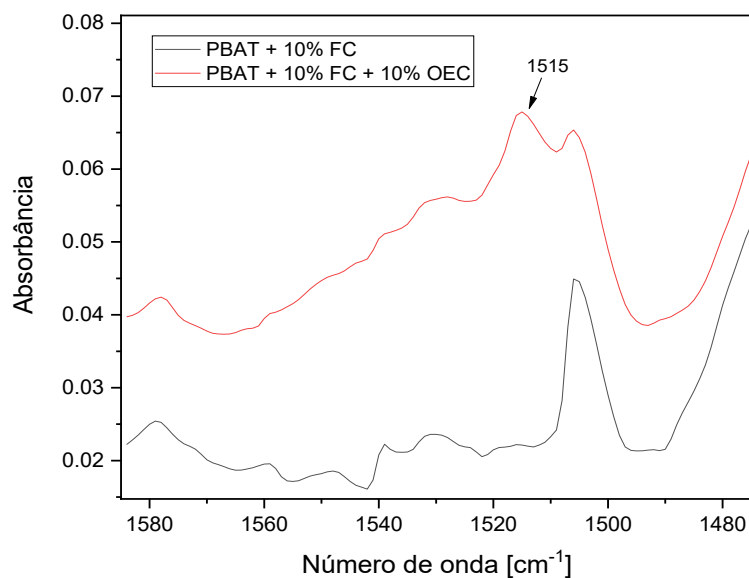
Pode-se identificar, a partir da Figura 7, que os picos obtidos para os compósitos com 10% e 20% de fibras de cacto apresentaram espectro similar ao PBAT puro, de forma que a maioria dos picos estão situados praticamente nas mesmas regiões. Isso era esperado, já que as principais bandas do PBAT e das fibras de cacto, em sua maioria, apresentaram valores dos números de onda próximos, como pode ser observado nas Tabelas 3 e 5 (nas regiões: 2957 - 2930 cm^{-1} ; 1730 - 1709 cm^{-1} ; 1378 - 1374 cm^{-1} ; 1268 - 1235 cm^{-1}), indicando a presença de grupos químicos e modos vibracionais semelhantes, tais como os estiramentos -C=O-, -CH e -CH₂.

No entanto, pode-se observar também na Figura 7, com a adição de 10% de FC ao PBAT, a banda larga referente ao grupamento hidroxila em cerca de 3340 cm^{-1} , o qual é geralmente encontrado em abundância em fibras vegetais, podendo ser um indicativo da presença das fibras nas amostras ou de água absorvida pelas fibras (Balaji; Nagarajan, 2017). Também vale ressaltar que alguns picos encontrados no espectro das fibras de cacto (Tabela 5) e não característicos do PBAT (picos em 1610, 1506 e 1028 cm^{-1}) não foram identificados ou se apresentaram muito discretamente nos espectros dos compósitos.

Para os materiais aditivados com o óleo essencial de cravo, também é possível verificar na Figura 7, picos similares às demais amostras (nas regiões: 3486 - 3340 cm^{-1} ; 2957 - 2938

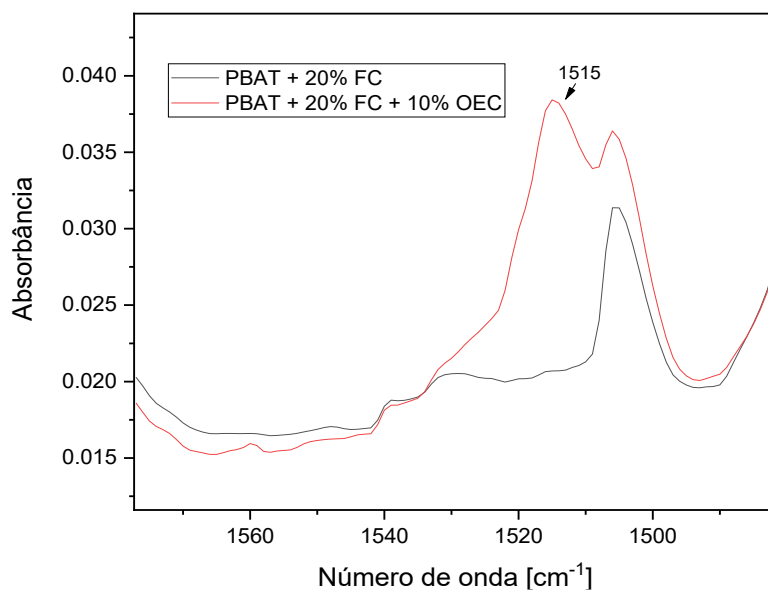
cm^{-1} ; 1268 - 1265 cm^{-1} ; 1033 - 1028 cm^{-1}). Contudo, percebe-se o surgimento de uma banda tênue na faixa de 1509 a 1520 cm^{-1} , a qual pode ser melhor visualizada nas Figuras 8 e 9. O pico correspondente a essa banda (1515 cm^{-1}) é encontrado no espectro do OEC de forma intensa, caracterizando o eugenol e apresentando-se como um indício de sua incorporação no compósito (Lima *et al.*, 2021).

Figura 8 - Espectro ampliado na região de interesse para PBAT + 10%FC + 10%OEC.



Fonte: A autora (2022).

Figura 9 - Espectro ampliado na região de interesse para PBAT + 20%FC + 10%OEC.



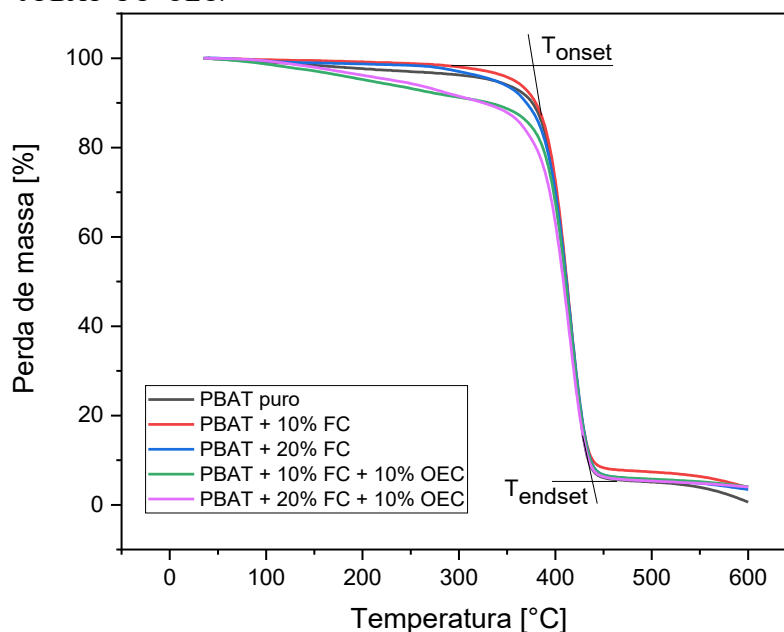
Fonte: A autora (2022).

Como pode ser observado nas Figuras 8 e 9, o acréscimo do OEC aos compósitos resultou na formação deste pico em 1515 cm^{-1} , antes inexistente. Verifica-se a presença de outro pico adjacente, no entanto, este é encontrado tanto nas amostras que contêm o óleo quanto nas que não o contêm.

4.4 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA

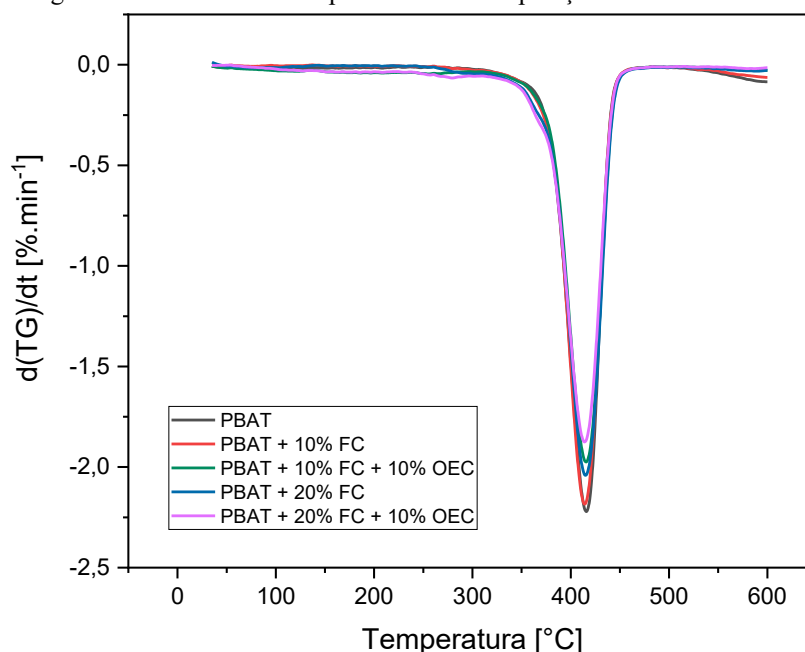
Nas Figuras 10 e 11, estão apresentadas as curvas de TGA e da DTG do PBAT puro e dos seus compósitos. Com a análise termogravimétrica, é possível avaliar a estabilidade térmica do polímero a partir de sua perda de massa em função do aumento da temperatura, para os diferentes teores de fibras e de óleo.

Figura 10 - Curvas de TGA para as composições de PBAT puro, PBAT+FC e PBAT+FC+OEC.



Fonte: A autora (2022).

Figura 11 - Curvas da DTG para todas as composições.



Fonte: A autora (2022).

Identifica-se, a partir da Figura 10, que a degradação do PBAT, puro e aditivado, ocorreu em apenas um estágio com elevada perda de massa, em torno de 370°C a 450°C, o que pode ser confirmado a partir das curvas DTG (Figura 11), as quais apresentaram apenas um pico. Andrade *et al.* (2020) e Moraes Filho *et al.* (2022) em seus estudos acerca da degradação térmica do PBAT frente à adição de óleos essenciais, constataram o mesmo comportamento, observando-se apenas um estágio de degradação na mesma faixa de temperatura.

As temperaturas de degradação inicial (T_{onset}), de degradação final (T_{endset}), de degradação máxima ($T_{\text{deg.máx}}$) e o resíduo das amostras estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Dados da análise termogravimétrica para o PBAT puro e seus compósitos.

Composição	T_{onset} (°C)	T_{endset} (°C)	$T_{\text{deg.máx}}$ (°C)	Resíduo (%)
PBAT	376	438	416	0,87
PBAT + 10% FC	376	436	414	3,79
PBAT + 20% FC	374	437	415	3,51
PBAT + 10% FC + 10% OEC	369	437	416	4,06
PBAT + 20% FC + 10% OEC	367	437	414	4,01

Fonte: A autora (2022).

Com base nos valores apresentados na Tabela 6, pode-se identificar a permanência ou uma discreta diminuição (de até 2 °C) nas temperaturas de degradação inicial, final e máxima do PBAT acrescido apenas das fibras, visto que a faixa de temperatura de degradação de fibras de cacto se encontra em torno de 350 °C (Balaji; Nagarajan, 2017).

Para os compósitos incorporados com o óleo essencial de cravo pode-se constatar alterações um pouco mais expressivas nos valores da T_{onset} , em relação ao compósito isento do óleo. Observa-se a diminuição da T_{onset} em 7 °C tanto para a amostra de PBAT + 10% FC quanto para o PBAT + 20% FC, enquanto que as T_{endset} e $T_{\text{deg.máx}}$ permaneceram praticamente inalteradas.

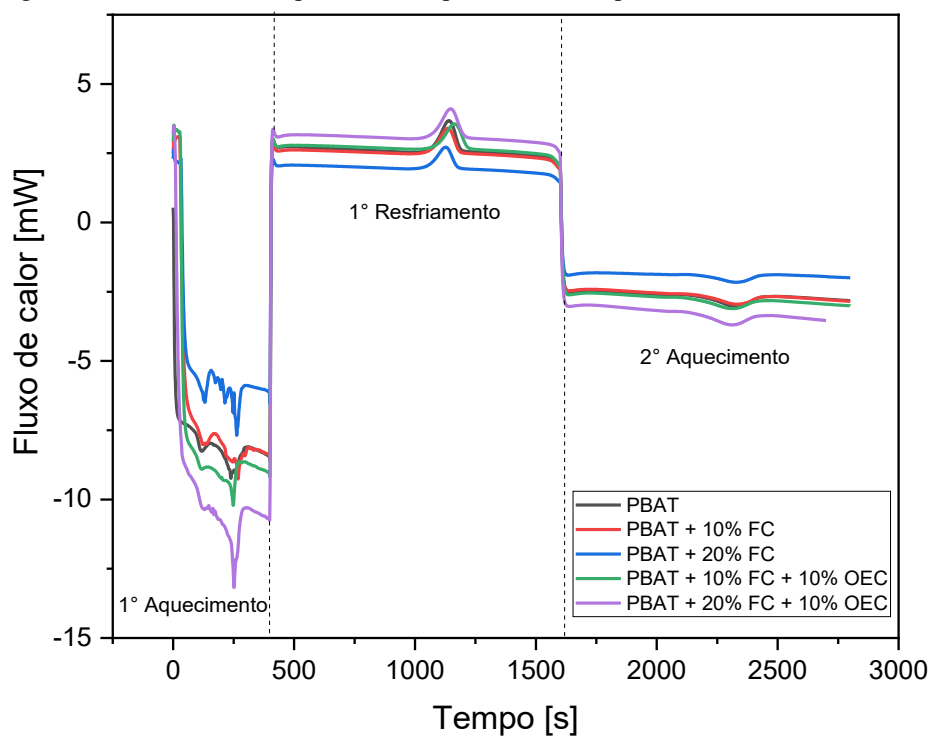
Estes resultados mostram que o óleo interferiu na temperatura inicial de degradação térmica do compósito, contudo sem acarretar prejuízo considerável à estabilidade térmica do material. Moraes Filho *et al.* (2022) ao estudarem a estabilidade térmica do PBAT aditivado com óleo essencial de cravo, nas proporções de 2, 4 e 8% (m/m) de óleo, identificaram que as temperaturas avaliadas no processo de degradação foram mantidas praticamente constantes, tendo-se uma leve redução das temperaturas para as amostras contendo 8% do aditivo. Com base nessa análise pode-se dizer que, provavelmente, um maior teor de OEC, conforme aplicado no presente trabalho, acarrete alterações um pouco mais relevantes, tal como observado nos valores da T_{onset} .

Além disso, verifica-se a partir da Tabela 6, que as porcentagens de resíduos detectados ao final da degradação aumentaram, como consequência da adição das fibras e do óleo ao PBAT. No entanto, esses valores não ultrapassaram 5% da massa total inicial, de forma que todas as amostras apresentaram uma perda de massa acima de 90%.

4.5 CALORIMETRIA DIFERENCIAL EXPLORATÓRIA (DSC)

A Figura 12 apresenta os gráficos do fluxo de calor em função do tempo, os quais mostram as etapas de aquecimento e resfriamento, para todas as amostras analisadas.

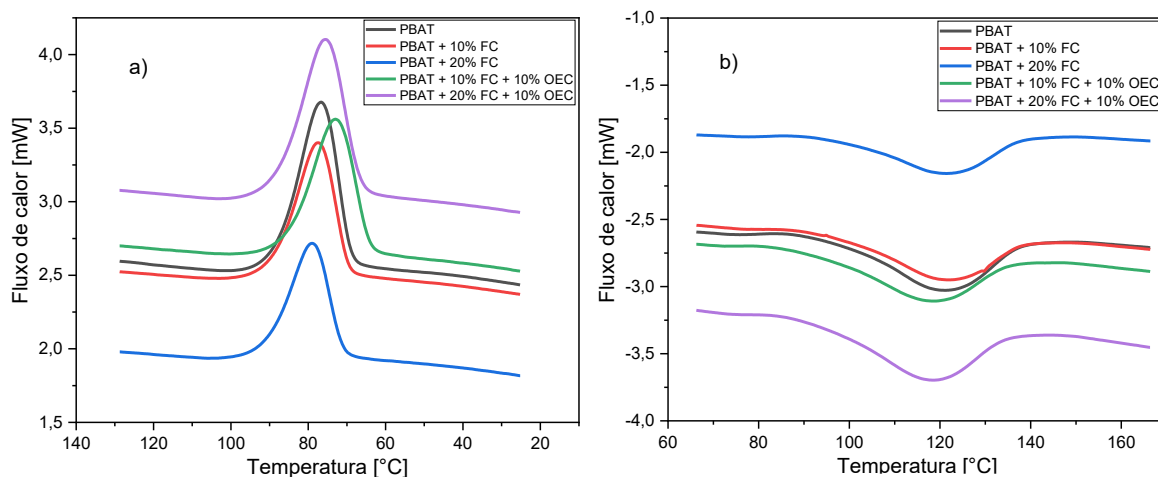
Figura 12 - Curvas de DSC para o PBAT puro e seus compósitos.



Fonte: A autora (2022).

A Figura 13 apresenta as curvas relacionadas ao pico de cristalização e ao pico de fusão, em função da temperatura. Os dados obtidos a partir dos gráficos estão apresentados na Tabela 7.

Figura 13 - Fluxo de calor em função da temperatura (a) a partir do resfriamento e (b) a partir do 2° aquecimento.



Fonte: A autora (2022).

Tabela 7 - Valores obtidos a partir das curvas de resfriamento e do segundo aquecimento para o PBAT e seus compósitos.

Composição	T_c (°C)	ΔH_c (J.g⁻¹)	X_c (%)	T_m (°C)	ΔH_m (J.g⁻¹)
PBAT	76,69	18,57	16,29	120,83	13,97
PBAT + 10% FC	77,50	19,14	16,79	121,47	13,69
PBAT + 20% FC	79,00	19,91	17,47	122,09	13,45
PBAT + 10% FC + 10% OEC	72,94	19,32	16,95	118,28	14,31
PBAT + 20% FC + 10% OEC	75,56	19,61	17,20	118,70	14,05

Fonte: A autora (2022).

Legenda: Temperatura de cristalização (T_c), grau de cristalinidade (X_c), temperatura de fusão (T_m) e entalpias de fusão (ΔH_m) e de cristalização (ΔH_c).

O primeiro aquecimento, o qual pode ser visualizado na Figura 12, teve por objetivo a eliminação da história térmica do polímero, e, portanto, nenhum dado foi calculado a partir deste aquecimento. Na Figura 12, verifica-se também, durante a rampa de resfriamento, a formação dos picos de cristalização; e no 2º aquecimento, a obtenção dos picos de fusão. A Figura 13 apresenta esses mesmos picos em função da temperatura.

Identifica-se que as amostras analisadas apresentaram faixas de cristalização no intervalo de 110°C a 50°C (Figura 13(a)), e de fusão na faixa de 80°C a 150°C (Figura 13(b)), sem deslocamento dos picos, com exceção do pico de cristalização para o compósito PBAT + 10% FC + 10 % OEC, e dos picos de fusão para o PBAT + 10% FC + 10 % OEC e o PBAT + 20% FC + 10 % OEC. Essa observação pode ser confirmada a partir da Tabela 7, que apresentou para as temperaturas de cristalização e de fusão do PBAT + 10% FC + 10 % OEC e do PBAT + 20% FC + 10 % OEC variação de até 4,9%, em relação ao PBAT puro. Ainda assim, os valores da T_m mantiveram-se dentro da faixa de fusão para o PBAT, indicada pelo fabricante (ANEXO A) e por estudos desse polímero (BASF, 2013; Shahlari; Lee, 2012; Andrade *et al.*, 2020).

Avaliando-se a influência do acréscimo das fibras e do óleo ao PBAT, observa-se uma tendência ao aumento da T_m e da T_c acrescentando-se as fibras, e de sua diminuição ao adicionar o OEC, contudo em pequenas proporções. Em relação ao grau de cristalinidade, verifica-se um incremento em seu valor para todos os compósitos, quando comparado ao polímero puro, porém sem alterações expressivas (de até 7,2%).

Uma possível justificativa para os comportamentos relacionados às temperaturas, considerando-se o acréscimo das fibras, é a interação do polímero com o material fibroso, o que

deve ter provocado a redução da mobilidade das cadeias poliméricas devido à estrutura complexa das fibras, com seu arranjo lignocelulósico. Dessa forma, pode-se depreender que se fez necessário ao PBAT absorver maior quantidade de energia para fundir e liberar menos energia para cristalizar, em função da adição das fibras, aumentando assim sua temperatura de fusão e de cristalização, como pode ser observado para as amostras de PBAT/FC10 e de PBAT/FC20 (Fukushima *et al.*, 2012; Savadekar; Kadam; Mhaske, 2015).

Já a presença do óleo no compósito ocasionou o efeito inverso, visto que as interações fortes entre os monômeros do PBAT devem ter sido parcialmente substituídas por ligações mais fracas com as moléculas do OEC, promovendo dessa forma a redução da T_c e da T_m do material (Moraes Filho *et al.*, 2022; Andrade *et al.*, 2020).

Os valores de X_c, apresentados na Tabela 7, demonstram que as FC e o OEC não influenciaram significativamente na modificação desse parâmetro, provavelmente pelo fato da fibra utilizada não possuir uma rigidez e interação com o polímero suficientes para atuar como agente nucleante, e a concentração de OEC não ter sido suficiente para tornar o compósito mais amorfo (Rocha; Mulinari, 2014; Ferreira *et al.*, 2019; Andrade *et al.*, 2020). No entanto, percebe-se uma leve tendência de aumento dos valores com a adição das fibras.

Rocha e Mulinari (2014) e Ferreira *et al.* (2019), ao estudarem compósitos reforçados por fibras vegetais, indicaram que esse reforço apresenta potencial de elevar o grau de cristalinidade do material, devido à alta rigidez que geralmente possuem. Em relação à influência dos óleos essenciais, Moraes Filho *et al.* (2022) observaram uma tendência do óleo essencial de cravo em reduzir o grau de cristalinidade do PBAT, associando-se esse fato às interações mais fracas entre o polímero e o óleo. No presente trabalho, não se observou influência do OEC para modificação do grau de cristalinidade do compósito, possivelmente por não ter ocorrido interações químicas favoráveis a isso.

Em relação às entalpias de cristalização e de fusão dos compósitos, elas também permaneceram praticamente inalteradas, comparando-se aos valores do PBAT. Esse resultado era esperado, visto que os outros parâmetros térmicos também apresentaram baixas oscilações. Pode-se avaliar, portanto, com base nos comportamentos observados, que a adição das fibras e do óleo essencial não acarretou prejuízos à fusão e cristalização do material.

4.6 ENSAIO MECÂNICO

A Tabela 8 apresenta os valores da tensão na ruptura, módulo de elasticidade e alongação na ruptura, com seus respectivos desvios-padrão.

Tabela 8 - Valores médios obtidos para as propriedades mecânicas.

Composição	Tensão na ruptura (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)	Elongação na ruptura (%)
PBAT	12,43 ^a ± 0,51	34,40 ^a ± 0,56	774,47 ^a ± 71,81
PBAT + 10% FC	9,41 ^c ± 0,47	60,68 ^b ± 3,45	243,55 ^b ± 127,68
PBAT + 20% FC	9,30 ^{b,c} ± 0,12	98,35 ^d ± 5,92	104,21 ^d ± 25,07
PBAT + 10% FC + 10% OEC	8,55 ^d ± 0,56	53,64 ^c ± 4,36	421,03 ^c ± 76,19
PBAT + 20% FC + 10% OEC	8,74 ^{b,d} ± 0,14	89,24 ^e ± 4,34	72,80 ^d ± 15,06

Fonte: A autora (2022).

Letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas entre os valores, de acordo com o teste de Duncan ($p < 0,05$).

Pode ser constatado, a partir da Tabela 8, que os valores para todas as propriedades estudadas variaram significativamente ($p < 0,05$), com o aumento da concentração de fibras e com a incorporação do óleo. Verifica-se que a tensão na ruptura e a alongação na ruptura das amostras diminuíram, em relação ao PBAT puro, em até cerca de 31% e 90%, respectivamente. No entanto, houve aumento do módulo de elasticidade do compósito em até 200%, favorecendo assim a rigidez do material produzido.

Avalia-se que a adição das FC ao polímero (PBAT + 10% FC e PBAT + 20% FC) promoveu a diminuição da tensão na ruptura em até 25%, em relação ao polímero sem fibras. Desse comportamento constata-se que de um modo geral, possivelmente, a adesão interfacial entre as fibras e o polímero não foi elevada e, portanto, a transferência de tensão do PBAT para as fibras de cacto foi insatisfatória, como sugerido nas micrografias de MEV (Fornari Junior, 2017). Verifica-se também que essa adição aumentou o módulo de elasticidade e diminuiu a alongação na ruptura do PBAT.

Em relação à incorporação do óleo, observa-se, ao comparar-se com as amostras contendo apenas o PBAT e FC, a minimização da tensão na ruptura em até 9% e do módulo de elasticidade em cerca de 12%. Já em relação à alongação, para os compósitos reforçados com

10% de fibras, o acréscimo do OEC provocou o aumento desse parâmetro em 73%, em média. Em contrapartida, para a composição contendo 20% de FC, houve diminuição em cerca de 30%.

Esses comportamentos observados devem ter como principais razões as características específicas de cada matéria-prima utilizada e as interações existentes entre elas quando produzido o compósito. As fibras vegetais, por exemplo, são materiais rígidos, e dessa forma, sua incorporação na matriz polimérica resulta, em geral, na produção de compósitos com módulos de elasticidade superiores, enquanto que o acréscimo do óleo tende a diminuí-los, conforme os resultados obtidos (Rocha; Mulinari, 2014; Ferreira *et al*, 2019; Andrade *et al*, 2020; Moraes Filho *et al*, 2022).

Outros fatores importantes relacionados à atuação das fibras como material de reforço residem na forma como estas são introduzidas na matriz polimérica, aleatoriamente ou com uma orientação pré-definida, o método de processamento aplicado, bem como seu comprimento, concentração e compatibilidade com o polímero, os quais devem ser estudados para cada compósito específico. Estudos indicam que a definição prévia de uma orientação das fibras na matriz, o que também determinará a técnica de processamento mais adequada, têm resultado na produção de compósitos com melhor desempenho mecânico. Além disso, a determinação do comprimento e da concentração de fibras que resultam em um material com melhor performance é um diferencial para o alcance do resultado pretendido (Joseph; Medeiros; Carvalho, 1999; Lopes, 2017; Mulinari; Guedes; Simba, 2017; Scaffaro *et al*, 2022).

Azevedo *et al*. (2016), ao produzirem e caracterizarem compósitos obtidos a partir de PBAT, amido e casca de arroz, adicionaram esta carga com tamanhos de partículas entre 275,0 e 512,5 μm . Identificaram por MEV uma boa interação interfacial entre os constituintes do compósito e, por meio do ensaio mecânico, melhores resultados da resistência à tração com a aplicação da carga. Os autores concluíram que a molhabilidade satisfatória das partículas de casca de arroz pela matriz polimérica foi o principal fator responsável pelo aumento da resistência à tração do polímero, uma vez que deve ter promovido a transferência de esforço da matriz para o agente de reforço.

Como no presente trabalho as FC foram adicionadas sem uma direção pré-definida e com comprimentos variáveis (comprimento médio de $2,40 \pm 1,45$ mm), esses aspectos podem ter influenciado na redução da tensão na ruptura do material em estudo. As micrografias obtidas por MEV, por exemplo, indicaram uma adesão possivelmente parcial entre as fibras e o

polímero, sendo possível observar o material fibroso aparentemente aderido ao PBAT, porém com a presença de defeitos em algumas regiões. Uma das justificativas para esse comportamento pode residir na variabilidade do comprimento e da direção das fibras na matriz polimérica, apresentando-se como um dos prováveis motivos da redução da tensão na ruptura (Rocha; Mulinari, 2014).

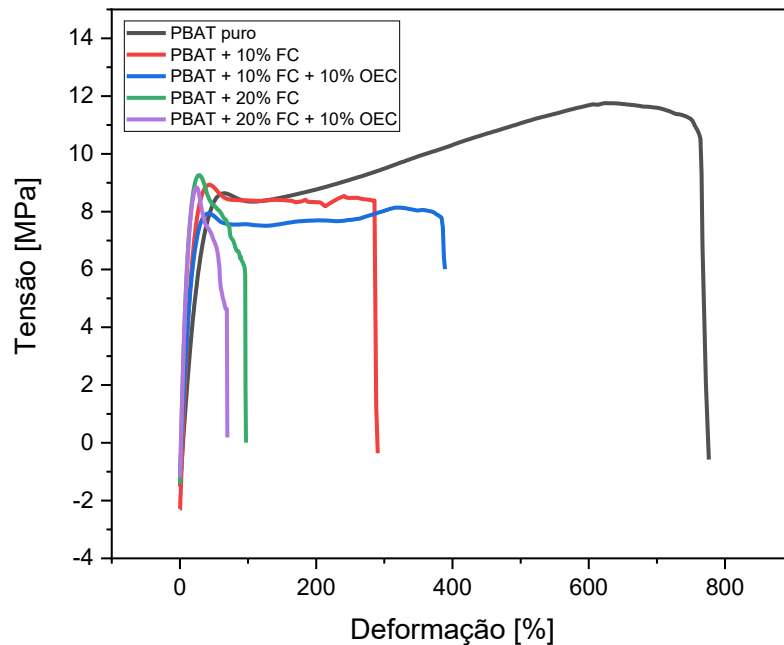
Em relação à influência do OEC, com base em algumas pesquisas envolvendo PBAT e óleos essenciais, percebe-se a tendência da adição do agente ativo em reduzir a tensão máxima na ruptura e o módulo de elasticidade do polímero, confirmando os resultados aqui apresentados (Ferreira; Souza; Rosa, 2021; Moraes Filho *et al.*, 2022). Andrade *et al.* (2020) avaliaram as propriedades mecânicas de embalagens ativas de PBAT aditivado com óleo essencial de laranja, nas proporções de 5%, 10% e 15% (m/m). Para as amostras incorporadas com 10% do óleo essencial, a tensão na ruptura reduziu de $9,573 \pm 0,489$ MPa (PBAT puro) para $8,138 \pm 0,358$ MPa, e o módulo elástico decresceu de $49,267 \pm 0,315$ MPa para $41,780 \pm 0,754$ MPa, comportamentos estes similares ao observado para o compósito aditivado do OEC.

Vale ressaltar, como já destacado anteriormente, que a incorporação do OEC ao compósito acarretou diferentes comportamentos em relação à elongação na ruptura, para cada teor de fibras. Ao se acrescentar esse aditivo na matriz com menor teor de fibras (10%), ocorreu um aumento na referida propriedade, em relação ao compósito sem o óleo. Uma possível razão para este incremento na capacidade de deformação do material é a substituição parcial de interações do polímero com a fibra por interações com o óleo, conferindo uma perda de elongação menos efetiva, em relação ao PBAT puro (Sung *et al.*, 2014; Sanjay *et al.*, 2018).

Contudo, para os corpos de prova com 20% de FC, a incorporação minimizou a elongação. Uma explicação pertinente é que, para este quantitativo maior de fibras, o óleo não foi capaz de interagir com a matriz de forma a melhorar o alongamento do compósito, podendo inclusive ter ocorrido a sorção do OEC pelo material fibroso (Zheng *et al.*, 2015).

A Figura 14 apresenta os gráficos da Tensão x Deformação das amostras, os quais indicam que todos os compósitos mantiveram o comportamento elástico até se atingir o limite de escoamento e, em seguida, assumir o comportamento plástico até a queda final da tensão com a ruptura do material, conforme esperado.

Figura 14 - Gráfico Tensão x Deformação dos compósitos produzidos



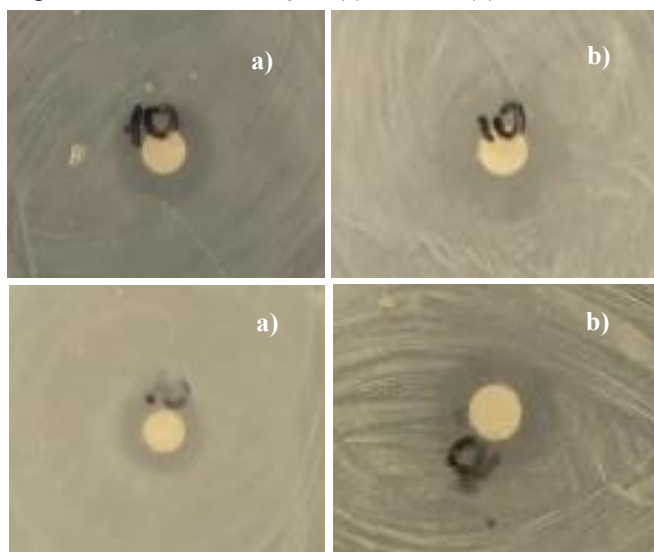
Fonte: A autora (2022).

Vale ressaltar que em relação ao uso de materiais poliméricos em diversas aplicabilidades, incluindo embalagens, e consequentemente de compósitos com essa matriz, faz-se necessário que a tensão na ruptura seja superior a 3,5 MPa (Kim; Lee; Park, 1995). Os resultados da tensão na ruptura obtidos no ensaio foram superiores para todas as amostras analisadas, possibilitando assim seu uso como embalagens que suportam essas tensões.

4.7 ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DO OEC E DOS COMPÓSITOS

A partir da análise da ação antimicrobiana do óleo, aplicando-se a técnica de disco-difusão, após as 48 h, foi observado o desenvolvimento de halos de inibição conforme a Figura 15, cujos diâmetros estão apresentados na Tabela 9.

Figura 15 - Halos de inibição, (a) *E. coli* e (b) *S. aureus*



Fonte: A autora (2022).

Tabela 9 - Diâmetro dos halos de inibição para os microrganismos testados.

Bactéria	Diâmetro do halo (mm)
<i>E. coli</i>	$6,50 \pm 0,25$
<i>S. aureus</i>	$6,25 \pm 0,25$

Fonte: A autora (2022).

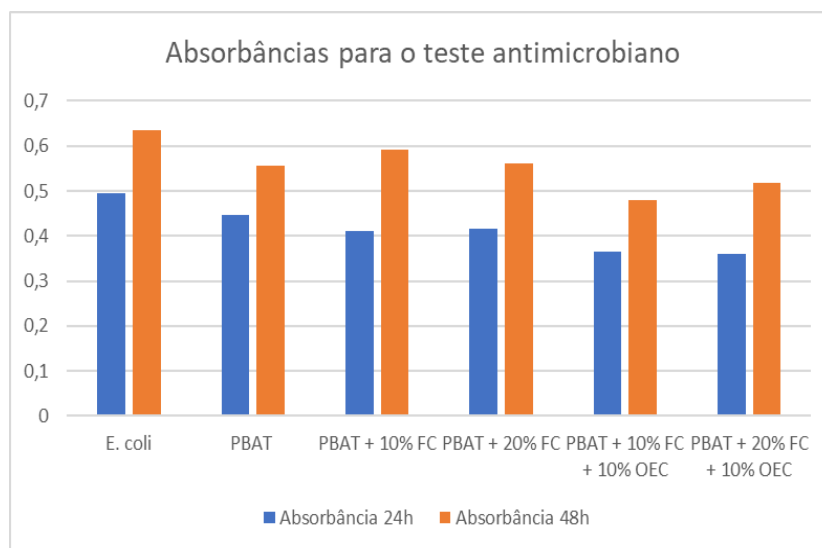
Pode-se constatar, avaliando-se os diâmetros medidos para os halos de inibição formados (Tabela 9), que para os microrganismos testados, o óleo de cravo apresentou potencial inibitório, porém classificando-se como resistente. De acordo com o *National Committee for Clinical Laboratory Standards* (CLSI, 2018), os diâmetros dos halos formados no teste de disco-difusão podem ser classificados, quanto à sua atividade, como sendo resistentes, para diâmetro igual ou menor à 14 mm, intermediários, quando o diâmetro encontra-se entre 15 e 19 mm, e sensíveis, quando os diâmetros são maiores do que 20 mm. O método e local de extração do óleo podem influenciar na sua atividade antimicrobiana, de forma que outros óleos essenciais de cravo apresentam maior ação contra os microrganismos (Lima *et al.*, 2021).

No estudo desenvolvido por Moraes Filho e colaboradores (2022), o óleo essencial de cravo indicou atividade antimicrobiana semelhante quando submetido ao teste de disco-difusão, sendo capaz de inibir o crescimento das bactérias Gram positiva e Gram negativa testadas, porém com diâmetros resistentes. Nessa pesquisa, para a *E. coli*, os halos medidos foram de $6,5 \pm 2,1$ mm, e para a *S. aureus* os diâmetros foram de $10,0 \pm 0$ mm. Os valores superiores frente a *S. aureus* devem ter sido decorrentes do método de extração do óleo e condições de incubação,

sendo o tempo de incubação deste último (24h) inferior quando comparado com o tempo aplicado para os resultados apresentados na Tabela 9 (48h).

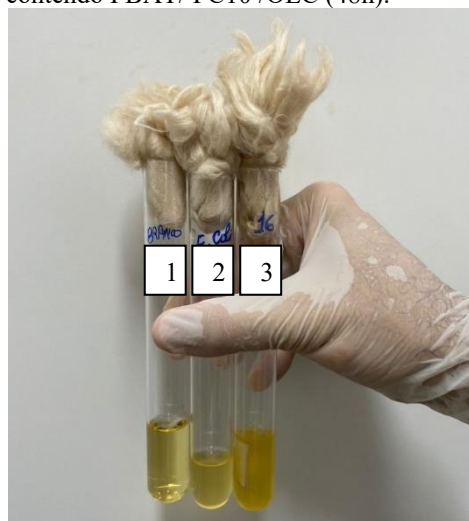
A Figura 16 apresenta as absorbâncias, determinadas por UV no comprimento de onda de 600 nm, dos meios contendo os microrganismos e as amostras produzidas, após 24 e 48 h. A Figura 17 expõe o meio contendo uma das amostras, em relação ao branco e ao padrão, após as 48h.

Figura 16 - Absorbâncias médias dos meios contendo cada amostra testada, a 24h e 48h.



Fonte: A autora (2022).

Figura 17 - 1) Branco; 2) Padrão (*E. coli*); 3) Meio contendo PBAT/ FC10 /OEC (48h).



Fonte: A autora (2022).

A partir desses dados, pode-se constatar que houve uma diminuição das absorvâncias dos meios contendo todas as amostras analisadas, em relação aos valores obtidos para o meio contendo apenas as bactérias, principalmente para as amostras incorporadas com o óleo essencial. Isso demonstra que o compósito atuou na inibição da *E. coli*, tanto a 24h quanto a 48h, visto que uma redução nas absorvâncias indica uma minimização da turbidez do meio e consequentemente do crescimento microbiano.

Observando-se a Figura 16 percebe-se que a adição das fibras diminuiu levemente a absorvância no período de 24h, em relação ao PBAT puro. No entanto, a 48h, verifica-se o aumento desse parâmetro, fazendo-se a mesma comparação, o que infere a ocorrência de um maior crescimento microbiano. Este fato pode ter sido ocasionado pela atuação de parte das fibras, que os microrganismos conseguiram ter acesso por ação de enzimas extracelulares, assumindo esse material como substrato (Alves *et al.*, 2016).

Já para os compósitos contendo o OEC identifica-se que, para ambas as concentrações de FC, a presença do óleo retardou o desenvolvimento das bactérias, confirmando seu potencial inibitório. Pode-se observar também que, atingindo-se as 24h, as absorvâncias para essas amostras foram análogas entre si, contudo, a 48h, os materiais contendo 10% de FC + 10% de OEC demonstraram maior capacidade antimicrobiana. A partir da Figura 17 é possível visualizar que o meio contendo a amostra já se apresenta um pouco turvo, indicando o crescimento microbiano. Contudo, ao se comparar os dados das absorvâncias medidas verifica-se que, em relação ao polímero puro, este desenvolvimento foi reduzido ou retardado.

Moraes Filho *et al.* (2022), ao avaliarem a atividade antibacteriana de embalagens de PBAT aditivado com óleo essencial de cravo, constataram viabilidade de ação para amostras contendo 8% do agente ativo, concentração próxima à aplicada na presente pesquisa (10%). De acordo com Lima e colaboradores (2021), tendo em vista que o óleo essencial do cravo-da-índia é constituído principalmente por eugenol, tem-se uma atuação eficaz na diminuição de bactérias. Isso ocorre porque o mecanismo primário de ação do eugenol, como bactericida, é a promoção da ruptura da membrana citoplasmática do microrganismo, aumentando a sua permeabilidade. Isto promove o extravasamento de íons e a perda excessiva de outros componentes celulares, incluindo as proteínas intracelulares, o que resulta na morte celular.

4.8 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE DO OEC E DOS COMPÓSITOS

Os resultados da atividade antioxidante do OEC pelos métodos CAT e DPPH revelaram um potencial moderado do OEC em reduzir o íon molibdênio, com uma atividade antioxidante relativa (AAR) de 36,53%, e um alto potencial em sequestrar radicais livres DPPH, com 97,10% de atividade de inibição.

Justus *et al.* (2018) analisaram o potencial antioxidante do óleo essencial de lavanda pelo método CAT, utilizando a técnica do fosfomolibdênio. O óleo essencial apresentou uma ligeira capacidade de reduzir o complexo de fosfomolibdênio, com AAR de 28,11%, valor próximo ao obtido para o OEC na presente pesquisa.

Radünz *et al.* (2019) avaliaram a atividade antioxidante do óleo essencial de cravo-da-índia (*Syzygium aromaticum*, L.) a partir do método de sequestro do radical DPPH de acordo com Brand-Wiliams *et al.* (1995), com modificações. A capacidade sequestradora de DPPH do óleo essencial de cravo foi de 94,86%, resultado semelhante ao obtido no presente estudo. Esta alta atividade foi atribuída ao provável efeito sinérgico entre compostos fenólicos.

A avaliação da potencialidade de ação antioxidante do PBAT puro, dos compósitos de PBAT + FC e PBAT + FC + OEC estão apresentadas na Tabela 10.

Tabela 10 - Absorbâncias médias das soluções e porcentagens de inibição do DPPH pelas amostras.

Amostra	% de inibição DPPH
CONTROLE	-
PBAT	5,64 ± 1,25
PBAT + 10% FC	12,41 ± 1,95
PBAT + 20% FC	16,54 ± 1,68
PBAT + 10% FC + 10% OEC	35,71 ± 1,95
PBAT + 20% FC + 10% OEC	37,97 ± 2,89

Fonte: A autora (2023).

Os valores das porcentagens de inibição do radical (Tabela 10) pela atuação das amostras indicam que a inserção das fibras ao PBAT provocou a agregação de atividade antioxidante ao material com o aumento do teor de fibras, alcançando-se 16,54 ± 1,68% de inibição, visto que as fibras vegetais possuem potencial antioxidante (Jiménez-Aguilar *et al.* 2015). Contudo, percebe-se um aumento mais expressivo dessa potencialidade ao se acrescentar

o OEC, atingindo-se até 40,86% de captura do radical DPPH para os compósitos contendo 20% de fibras e 10% de óleo. Isso já era esperado, tendo em vista a alta capacidade de inibição do radical apresentada pelo OEC puro. No entanto, percebe-se que esses resultados, apesar de satisfatórios, apresentaram baixo percentual de inibição quando comparado aos resultados do óleo puro. Provavelmente, esses valores da atividade antioxidante nos compósitos estão relacionados à baixa concentração de OEC ou à provável migração de pequeno percentual do óleo para a solução, durante os ensaios. Além disso, o PBAT, que é uma macromolécula, pode ter encasulado parte do óleo.

Heredia-Guerrero *et al.* (2018) estudaram o potencial antioxidante de compósitos de silicone-etilcelulose aditivados com óleo essencial de cravo, aplicando o método da eliminação do radical DPPH descrito por Brand-Williams, Cuvelier e Berset (1995) adaptado. As amostras contendo o óleo alcançaram até 100% de capacidade de inibição do radical após 1,5 h, enquanto que os compósitos isentos do aditivo apresentaram apenas cerca de 10%. Provavelmente, essa capacidade das amostras aditivadas em inibir completamente os radicais livres deve ser decorrente da composição química do óleo e do tempo reacional a que foram expostas.

Cardoso *et al.* (2022) avaliaram a atividade antioxidante de embalagens de PBAT aditivadas com óleo essencial de orégano (OEO), em diferentes concentrações de óleo, pelo método de sequestro do DPPH. A análise indicou que todas as amostras contendo o óleo apresentaram capacidade de capturar radicais DPPH, sendo os percentuais proporcionais à concentração de OEO. As inibições foram de 51,49%, 54,66% e 65,09%, para as concentrações de 2,5%, 5,0% e 7,5 % (m/m), respectivamente. Os pesquisadores relataram que a concentração de compostos fenólicos é um ponto importante para o desenvolvimento de embalagens com funções ativas, podendo-se destacar como principais responsáveis pela inibição dos radicais livres os terpenos aromáticos que contém grupos hidroxila. Dessa forma, outra razão para o potencial antioxidante obtido para as amostras contendo o OEC pode residir no teor de terpenos aromáticos presentes na composição do óleo.

Xiao *et al.* (2022) desenvolveram nanocompósitos de PBAT/nanopartículas de lignina (LNP)/óxido de zinco (ZnO), e avaliaram suas capacidades antioxidantes e antibacterianas para aplicação em embalagens ativas de alimentos. A potencialidade das amostras em capturar radicais livres foi examinada por meio do ensaio DPPH, obtendo-se até 32,7% de captura, resultado análogo ao apresentado para o PBAT + FC + OEC. Como conclusão, constataram a provável viabilidade do material desenvolvido em atuar como compósito ativo.

5 CONCLUSÃO E PERSPECTIVAS

O óleo essencial de cravo-da-índia apresentou atividade antimicrobiana contra *E. coli* e *S. aureus*, e alto potencial antioxidante ao capturar radicais livres DPPH. Além disso, os compósitos produzidos também apresentaram ações antimicrobiana e antioxidante, potencializadas principalmente pela presença do óleo essencial de cravo.

As micrografias obtidas por MEV apontaram uma possível adesão parcial entre o PBAT e as fibras de cacto, o que sugere que a transferência de esforço foi comprometida, corroborando com a diminuição da tensão máxima na ruptura do PBAT. A partir dos espectros de FTIR dos compósitos, foi possível observar o surgimento de uma banda tênue na região característica do eugenol no espectro das amostras contendo o OEC, indicando a incorporação do óleo.

O ensaio mecânico indicou que a fibra atuou como material de reforço, aumentando o módulo de elasticidade do PBAT em até 200%, apesar de ter promovido a redução da tensão máxima na ruptura e da elongação na ruptura do polímero. Já a presença do óleo acarretou a diminuição da T_{onset} do compósito na análise de degradação térmica, porém a estabilidade do material não foi afetada.

O compósito produzido apresentou viabilidade, em relação às propriedades estudadas, para possível aplicação na indústria de embalagens de alimentos, podendo-se reduzir o volume de PBAT utilizado na fabricação desses materiais em até 20%. Contudo, alguns parâmetros precisam ser otimizados para melhor desempenho do material em relação à aplicação desejada, como a concentração de fibras no compósito.

Como perspectivas propõe-se:

1. Realizar tratamento superficial das fibras de cacto;
2. Estudar as propriedades mecânicas das fibras de cacto;
3. Testar a atividade antimicrobiana e propriedades mecânicas dos compósitos com outras concentrações de fibras e óleo essencial, para averiguação da viabilidade de uso em embalagens alimentícias e em outras aplicações, em relação às concentrações já testadas;
4. Estudar a biodegradação e avaliar outras propriedades relevantes para a aplicabilidade pretendida, como permeabilidade ao vapor de água e toxicidade dos compósitos;
5. Empregar outras formas de processamento, como por exemplo a extrusão para preparação das amostras; definir uma orientação para as fibras na matriz polimérica, a

fim de melhorar sua dispersão, e estudar o comprimento da fibra adequado para otimização da performance mecânica do material;

6. Irradiar os compósitos com radiação gama e avaliar a estabilidade do material;
7. Elaborar compósitos com aplicação de blendas, sendo o PBAT o polímero principal, visando-se a redução do custo de produção.

REFERÊNCIAS

AFFONSO, R.S.; RENNÓ, M.N.; SLANA, G.B.C.A; FRANCA, T.C.C. **Aspectos Químicos e Biológicos do Óleo Essencial de Cravo da Índia**. Revista Virtual de Química, v. 4, n. 2, p.146- 161, 2012.

AL-OQLA, F.M.; SAPUAN, S.M. **Natural fiber reinforced polymer composites in industrial applications: Feasibility of date palm fibers for sustainable automotive industry**. *J Clean Prod.* v. 66, p. 347-354, 2014.

ALVES, A. R.; PASCOAL, L. A. F.; CAMBUÍ, G. B.; TRAJANO, J. S.; SILVA, C. M.; GLAYCIANE, G. C. **Fibra para ruminantes: Aspecto nutricional, metodológico e funcional**. PUBVET, v.10, n.7, p. 568-579, 2016.

ANDRADE, M.F. **Desenvolvimento de embalagem ativa biodegradável de Poli (Butileno Adipato co-Tereftalato) (PBAT) aditivada com óleo essencial de laranja**. Tese de Doutorado, Pós-Graduação em Ciência de Materiais – PGMTR, Universidade Federal de Pernambuco, 2018.

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, 109148, 2020.

ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D638-14 Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics**, 2014.

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

AZEVEDO, J. B.; VIANA, J. D.; CARVALHO, L.H.; CANEDO, E. L. **Caracterização de compósitos obtidos a partir de polímero biodegradável e casca de arroz utilizando duas técnicas de processamento**. Revista Matéria, artigo 11709, p. 391-406, 2016.

AZIZ, Z. A., AHMAD, A., SETAPAR, S. H. M., KARAKUCUK, A., AZIM, M. M., LOKHAT, D., RAFATULLAH, M., GANASH, M., KAMAL, M. A., ASHRAF, G. M. **Essential oils: Extraction techniques, pharmaceutical and therapeutic potential - a review**. Current Drug Metabolism, v. 19(13), p. 1100–1110, 2018.

BALAJI, A.N.; NAGARAJAN, K.J. **Characterization of alkali treated and untreated new cellulosic fiber from Saharan aloe vera cactus leaves.** Carbohydrate Polymers, v. 174, p. 200-208, 2017.

BARBOSA, R. F. S.; SOUZA, A. G.; RANGARI V.; ROSA, D. S. **The influence of PBAT content in the nanocapsules preparation and its effect in essential oils release.** Food Chemistry, v. 344, 2021.

BASF, **ecoflex® F Blend C1200 Biodegradable polyester for compostable film**, 2013. Disponível em: <<https://documents.basf.com/c32f5c099d8e29ac42869b975517bdbdda6e62f4>>. Acesso em: 19 de outubro de 2021.

BASF, **ecoflex® (PBAT): The Original since 1998 – Certified Compostable Plastic**, 2021. Disponível em: <https://plastics-rubber.basf.com/global/en/performance_polymers/products/ecoflex.html>. Acesso em: 19 de outubro de 2021.

BASF, **Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico - ecoflex® F Blend C1200**, 2016. Disponível em: <<https://documents.basf.com/96a3a98c1eb1a10e9945ee801373f477945e61bd>>. Acesso em: 19 de outubro de 2021.

BASF The Chemical Company. **Linha Basf de Biopolímeros Biodegradáveis e Compostáveis - Julio Harada.** Apresentação Plast Show. Associação Brasileira de Polímeros (ABPOL), 2008.

BEG, M. D. H.; PICKERING, K. L. **Reprocessing of wood fibre reinforced polypropylene composites. Part I: Effects on physical and mechanical properties.** Composites Part A, v. 39, p. 1091-1100, 2008.

BEG, M. D. H.; PICKERING, K. L. **Reprocessing of wood fibre reinforced polypropylene composites. Part II: Hygrothermal ageing and its effects.** Composites Part A, v. 39, p. 1565-1571, 2008.

BERINS, M. **Plastics Engineering Handbook.** Society of the Plastics Industry (SPI), 5th ed., p. 530, 1991.

BESCO, S.; BRISOTTO, M.; GIANONCELLI, A. **Processing and properties of polypropylene-based composites containing inertized fly ash from municipal solid waste incineration.** *J Appl Polym Sci.*, 130(6):41574164, 2013.

BIJI, K. B.; RAVISHANKAR, C. N.; MOHAN, C. O.; SRINIVASA GOPAL, T. K. **Smart packaging systems for food applications: a review.** Journal of Food Science and Technology, v. 52, n. 10, p. 6125-6135, 2015.

BOUAKBA, M.; BEZAZI, A.; BOBA, K.; SCARPA, F.; BELLAMY, S. **Cactus fibre/polyester biocomposites: Manufacturing, quasi-static mechanical and fatigue characterization.** Composites Science and Technology, v. 74, p. 150-159, 2013.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSSET, C. **Use of free radical method to evaluate antioxidant activity.** LWT - Food Science and Technology, v. 28, n. 1, p. 25–30, 1995.

CALEGARI, E. P.; OLIVEIRA, B. F. **Composites from renewable sources as an alternative for product development.** Sustentabilidade em Debate, v. 7, n. 1, p. 140-155, 2016.

CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e Engenharia de Materiais.** São Paulo, 5. ed., 2002.

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

CARDOSO, L. G.; SILVA, J. B. A.; SILVA, J. A.; CAMILLOTO, G. P.; SOUZA, C. O.; DRUZIAN, J. I.; GUIMARÃES, A. G. **Development and characterization of antioxidant and antimicrobial poly (butylene adipate-co-terephthalate) (PBAT) film incorporated with oregano essential oil and applied in sliced mozzarella cheese.** Annals of the Brazilian Academy of Sciences, v. 94, n. 4, 2022.

CEPLAMT. **MUCILAGENS.** Centro Especializado Em Plantas Aromáticas, Medicinais E Tóxica, Universidade Federal De Minas Gerais, 2016. Disponível em: <<https://www.ufmg.br/mhnpj/ceplamt/plantas-medicinais-na-escola/mucilagem/>>. Acesso em: 28 de dezembro de 2022.

CLSI. **M02 Performance Standards for Antimicrobial Disk Susceptibility Tests.** Clinical and Laboratory Standards Institute, 13th Edition, 2018.

CORRALES, M.; FERNANDEZ, A.; HAN, J. H. **Innovations in Food Packaging.** 2. ed. San Diego: Academic Press, 2014.

CORRÊA, KENNEDY CARLOS SILVA. **Sensor colorimétrico impresso e indicativo de altas intensidades de radiação solar à base de polímeros luminescentes**. Ouro Preto: Editora UFOP, 2019.

COSTA, A. R. M.; LIMA, J. C.; SANTOS, R.M.; HENRIQUE, M.; BARRETO, L.; CARVALHO, L. H.; ALMEIDA, Y. M. B. **Rheological, thermal and morphological properties of polyethylene terephthalate/polyamide 6/rice husk ash composites**. Journal of Applied Polymer Science, v. 138, n. 36, 2021.

CUNHA, P. A., ROQUE, O. R., NOGUEIRA, M. T. **Plantas aromáticas e óleos essenciais, composição e aplicações**. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 2012.

DAINELLI, D.; GONTARD, N.; SPYROPOULOS, D.; ZONDERVAN-VAN DEN BEUKEN, E.; TOBBACK, P. **Active and intelligent food packaging: legal aspects and safety concerns**. Trends in Food Science and Technology, v. 19, n. SUPPL. 1, 2008.

DOBRE, L. M. *et al.* **Modelling of sorbic acid diffusion through bacterial cellulose-based antimicrobial films**. Chemical Papers, v. 66, n. 2, p. 144-151, 2012.

FALCÃO, G. A. M.; ALMEIDA, T. G.; SOUSA, F. M.; JÚNIOR, L. P. C.; CARVALHO, L. H.; VINHAS, G. M.; ALMEIDA, Y. M. B. **Effect of organoclay and corn straw on the properties of polycaprolactone composite films**. Research, Society and Development, v. 11, n. 13, 2022.

FANG, Z.; ZHAO, Y.; WARNER, R. D.; JOHNSON, S. K. **Active and intelligent packaging in meat industry**. Trends in Food Science and Technology, v. 61, p. 60-71, 2017.

FDA. **Food Additive Status List**, 2022. Disponível em: <<https://www.fda.gov/food/food-additives-petitions/food-additive-status-list>>. Acesso em: 19 de dezembro de 2022.

FERREIRA, F. V.; PINHEIRO, I. F.; MARIANO, M.; CIVIDANE, L. S.; COSTA, J. C. M.; NASCIMENTO, N. R.; KIMURA, S. P. R.; NETO, J. C. M.; LONA, L. M. F. **Environmentally friendly polymer composites based on PBAT reinforced with natural fibers from the amazon forest**. Polymer Composites, v. 40, p. 3351-3360, 2019.

FERREIRA, R. R., SOUZA, A. G., ROSA, D. S. **Essential oil-loaded nanocapsules and their application on PBAT biodegradable films**. Journal of Molecular Liquids, v. 337, 116488, 2021.

FORNARI JUNIOR, C. C. M. **Fibras Vegetais Para Compósitos Poliméricos**. Ilhéus, Bahia: Editus, 2017.

FUKUSHIMA, K.; WU, M.-H.; BOCCHINI, S.; RASYIDA, A.; YANG, M.-C. **PBAT based nanocomposites for medical and industrial applications**. *Materials Science and Engineering: C*, v. 32, n 6, p.1331–1351, 2012.

GARLOTTA, D. **A literature review of poly (lactic acid)**. *Journal of Polymers and the Environment*, v. 9, n. 2, 2002.

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.

HEREDIA-GUERRERO, J. A.; CESERACCIU, L.; GUZMAN-PUYOL, S.; PAUL, U. C.; ALFARO-PULIDO, A.; GRANDE, C.; VEZZULLI, L.; BANDIERA, T.; BERTORELLI, R.; RUSSO, D.; ATHANASSIOU, A.; BAYER, I.S. **Antimicrobial, antioxidant, and waterproof RTV silicone-ethyl cellulose composites containing clove essential oil**. *Carbohydrate Polymers*, v. 192, p.150–158, 2018.

HERRERA-FRANCO, P. J.; VALADEZ-GONZÁLEZ, A. **A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites**. *Composites Part B: Engineering*, v. 36, n. 8, p. 597-608, 2005.

IBRAHIM, N. A.; RAHIM, N. M.; YUNUS, W. Z. W.; SHARIF, J. **A study of poly vinyl chloride/poly (butylene adipate-co-terephthalate) blends**. *Journal of Polymer Research*, v. 18, n. 5, p. 891–896, 2011.

ISO - INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 15105-1 Plastics – Film and sheeting – Determination of gas-transmission rate – Part 1: Differential-pressure methods**, 2007.

JARAMILLO, C. M. *et al.* **Biofilms based on cassava starch containing extract of yerba mate as antioxidant and plasticizer**. *Starch Journal*, v. 67, n. 1, p. 780–789, 2015.

JIANG, J.; WATOWITA, P.S.M.S.L.; CHEN, R.; SHI, Y.; GENG, J.-T.; TAKAHASHI, K.; LI, L.; OSAKO, K. **Multilayer gelatin/myofibrillar films containing clove essential oil: Properties, protein-phenolic interactions, and migration of active compounds**. *Food Packaging and Shelf Life*, v. 32, p. 1-9, 2022.

JIMÉNEZ-AGUILAR, D. M.; LÓPEZ-MARTÍNEZ, J. M.; HERNÁNDEZ-BRENES, C.; GUTIÉRREZ-URIBE, J. A.; WELTI-CHANES, J. **Dietary fiber, phytochemical composition and antioxidant activity of Mexican commercial varieties of cactus pear**. *Journal of Food Composition and Analysis*, v. 41, p. 66–73, 2015.

JOSEPH, K.; MEDEIROS, E. S.; CARVALHO, L. H. **Compósitos de Matriz Poliéster Reforçados por Fibras Curtas de Sisal**. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 9, n. 4, 1999.

JUSTUS, B.; ALMEIDA, V. P.; GONÇALVES, M. M.; ASSUNÇÃO, D. P. S. F.; BORSATO, D. M.; ARANA, A. F. M.; MAIA, B. H. L. N. S.; PAULA, J. F. P.; BUDEL, J. M.; FARAGO, P. V. **Chemical Composition and Biological Activities of The Essential Oil And Anatomical Markers Of *Lavandula Dentata* L. Cultivated In Brazil**. *Brazilian Archives Of Biology And Technology*, v. 61, 2018.

KADAM, D., SHAH, N., PALAMTHODI, S., & LELE, S. S. **An investigation on the effect of polyphenolic extracts of *Nigella sativa* seedcake on physicochemical properties of chitosan-based film**. *Carbohydrate Polymers*, 192, 347–355, 2018.

KHORSHIDIAN, N., YOUSEFI, M., KHANNIRI, E., & MORTAZAVIAN, A. M. **Potential application of essential oils as antimicrobial preservatives in cheese**. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 45, 62–72, 2018.

KIJCHAVENGKUL, T.; AURAS, R.; RUBINO, M.; ALVARADO, E.; CAMACHO MONTERO, J. R.; ROSALES, J. M. **Atmospheric and soil degradation of aliphatic–aromatic polyester films**. *Polymer Degradation and Stability*, v. 95, n. 2, p. 99–107, 2010.

KIJCHAVENGKUL, T.; AURAS, R.; RUBINO, M.; SELKE, S.; NGOUAJIO, M.; FERNANDEZ, R. T. **Formulation selection of aliphatic aromatic biodegradable polyester film exposed to UV/solar radiation**. *Polymer Degradation and Stability*, v. 96, n. 10, p. 1919–1926, 2011.

KIM, Y. J.; LEE, H. M.; PARK, O. O. **Processabilities and Mechanical Properties of Surlyn-Treated Starch / LDPE Blends**. *Polymer Engineering and science*, v. 35, n. 20, p. 1652–1657, 1995.

KUNYANGA, C. N.; VELLINGIRI, V.; IMUNGI, K. J. **Nutritional quality, phytochemical composition and health protective effects of an under-utilized prickly cactus fruit (*Opuntia Stricta* Haw.) collected from Kenya**. *African Journal of Food, Agriculture, Nutrition and Development*, v. 14, n. 7, p. 9561-9577, 2014.

LAHOUARIA, E.; HAFSA, K.; NADJIA, D.; ABDELREZAK, M.; AICHA, B. **Characterization of Cactus Nopal Natural Fiber as Potential Reinforcement of Epoxy Composites: Mechanical and Vibration Analysis**. 19th International Metallurgy & Materials Congress, p. 749-752, 2018.

LI, Y.; HU, C.; YU, Y. **Interfacial studies of sisal fiber reinforced high density polyethylene (HDPE) composites**. *Composites: Part A*, v. 39, p. 570-578, 2008.

LIGOWSKI, E.; SANTOS, B. C.; FUJIWARA, S. T. **Materiais compósitos a base de fibras da cana-de-açúcar e polímeros reciclados obtidos através da técnica de extrusão.** Polímeros, v. 25, p. 70-75, 2015.

LIMA, M.S.D. **Estudo da influência da incorporação do óleo essencial de cravo em filmes de poli (cloreto de vinila).** Dissertação de Mestrado, Pós-Graduação em Ciência de Materiais – PGMTR, Universidade Federal de Pernambuco, 2018.

LIMA, J.C.C.; PEREIRA, J.C.N.; ANDRADE, M.F.; GÓIS, G.S.; SIMÕES, I.T.A.; SILVA, M.A.A.D.; ALMEIDA, Y.M.B.; VINHAS, G.M. **Estudo e influência dos óleos essenciais de cravo, canela e laranja na preparação de filmes de poli (ácido láctico): desenvolvimento de embalagens ativas.** Research, Society and Development, v. 10, n. 4, p. 1-14, 2021.

LOPES, B. L. S. **POLÍMEROS REFORÇADOS POR FIBRAS VEGETAIS. Um resumo sobre esses compósitos.** Editora Edgard Blücher Ltda, São Paulo, 2017.

MALINOWSKI, R. **Application of the electron radiation and triallyl isocyanurate for production of aliphatic-aromatic co-polyester of modified properties.** International Journal of Advanced Manufacturing Technology, v. 87, n. 9–12, p. 3307–3314, 2016.

MARCONCINI, J. M.; ITO, E. N.; JR, E. H.; MATTOSO, L. H. C. **Studies on polypropylene/cellulose microfiber composites.** 6th International Symposium on Natural Polymers and Composites, 2007.

MARINUCCI, G. **Materiais Compósitos Poliméricos. Fundamentos e Tecnologia.** São Paulo: Artliber Editora, 2019.

MATTHEWS, F. L. RAWLINGS, R. D. **Composite Materials: Engineering and Science.** Chapman & Hall, 1994.

MATTOSO L. H. C, PEREIRA N., SOUZA M. L., AGNELLI J. A. M. **Utilização de fibras vegetais para reforço de plásticos.** CNPDIA, n. 3, p. 1-4, 1996.

MAURIELLO, G.; DE LUCA, E.; LA STORIA, A.; VILLANI, F.; ERCOLINI, D. **Antimicrobial activity of a nisin-activated plastic film for food packaging.** Letters in Applied Microbiology, v. 41, n. 6, p. 464–469, 2005.

MOHAMED, S.A.A.; EL-SAKHAWY, M.; EL-SAKHAWY, M.A.-M. **Polysaccharides, protein and lipid-based natural edible films in food packaging: a review,** Carbohydrate Polymers, v. 238, 2020.

MOHAMED-YASSEEN, Y.; BARRINGER, S.A.; SPLITTSTOESSER, W.E. **A not on uses of *Opuntia* spp. In Central/North America.** Journal of Arid Environment, v. 32, p. 347–353, 1996.

MORAES FILHO, L. E. P. T.; ANDRADE, M. F.; FREITAS, L. F.; PALHA, M. L. A. P. F.; VINHAS, G. M. **Development and characterization of poly(butylene adipate-co-terephthalate) (PBAT) antimicrobial films with clove and cinnamon essential oils.** Journal of Food Processing and Preservation, v. 46, p. 1-10, 2022.

MULINARI, D. R.; GUEDES, J. R.; SIMBA, B. G. **Low density polyethylene composites reinforced with Australian King Palm fibers: mechanical and thermal properties.** Polymer Bulletin, v. 74, n.11, p. 4549–4559, 2017.

MULLER, R.-J. **Aliphatic-Aromatic polyester.** Handbook of Biodegradable polymer. United Kingdom: Rapra Technology Limited Shawbury, p. 303–330. In: BASTIOLI, C. (Ed.), 2005.

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, v. 7, n. 4, p. 352-357, 2017.

OLIVEIRA, M. S.; FILHO, F. C. G.; DEMOSTHENES, L. C. C.; MONTEIRO, S. N. **CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA DE COCO (*COCUS NUCIFERA* L.) POR ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO.** 73º Congresso Anual da ABM – Internacional, ABM Week, São Paulo, 2018.

OTONI, C.G.; AVENA-BUSTILLOS, R.J.; AZEREDO, H.M.C.; LOREVICE, M.V.; MOURA, M.R.; MATTOSO, L.H.C.; MCHUGH, T.H. **Recent advances on edible Films based on fruits and vegetables - a review,** Compr. Rev. Food Sci. Food Saf., v. 16, p. 1151–1169, 2017.

PEIXOTO, E. C.; FONSECA, L. M.; ZAVAREZE, E. R.; GANDRA, E. A. **Antimicrobial active packaging for meat using thyme essential oil (*Thymus vulgaris*) encapsulated on zein ultrafine fibers membranes.** Biocatalysis and Agricultural Biotechnology, v. 51, 102778, 2023.

PEREIRA, R. B.; MORALES, A. R. **Estudo do comportamento térmico e mecânico do PLA modificado com aditivo nucleante e modificador de impacto.** Polímeros Ciência e Tecnologia, v. 24, n. 2, p. 198–202, 2014.

PIRES, M.; PETZHOLD, C. L.; SANTOS, R. V.; PERÃO, L.; CHIES, A. P. **Effect of antimicrobial compound migration on final properties of polyethylene based film.** *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 24(2), 237-242, 2014.

RABELLO, Marcelo Silveira. **Estrutura e Propriedades de Polímeros.** 1. ed. Campina Grande: Ed. Do Autor, 2021.

RADÜNZ, M.; TRINDADE, M. L. M.; CAMARGO, T. M.; RADÜNZ, A. L.; BORGES, C. D.; GANDRA, E. A.; HELBIG, E. **Antimicrobial and antioxidant activity of unencapsulated and encapsulated clove (*Syzygium aromaticum*, L.) essential oil.** *Food Chemistry*, v. 276, p. 180–186, 2019.

RAHMAN, N. A.; AJIZA, M.; ANGGOROWATI, D. A.; RASTINI, F.E.K.; MUSTIADI, L. **Clove leaf distillation using briquette fuel with starch and molasses as a binder.** *Materials Today: Proceedings*, p. 1-4, 2022.

RESTUCCIA, D.; SPIZZIRRI, U. G.; PARISI, O. I.; CIRILLO, G.; CURCIO, M.; IEMMA, F.; PUOCI, F.; VINCI, G.; PICCI, N. **New EU regulation aspects and global market of active and intelligent packaging for food industry applications.** *Food Control*, v. 21, n. 11, p. 1425–1435, 2010.

ROBERTSON, G. L. **Food Packaging : Principles and Practice, Third Edition.** 3ª ed. [s.l.] Taylor & Francis/CRC Press, 2012.

ROCHA, J. G.; MULINARI, D. R. **Caracterização mecânica dos compósitos de PEBD reforçados com fibras da palmeira.** *Cadernos UniFOA, Edição Especial do Curso de Mestrado Profissional em Materiais*, p. 45-53, 2014.

ROY, S.; RHIM, J.-W. **Gelatin/agar-based functional film integrated with Pickering emulsion of clove essential oil stabilized with nanocellulose for active packaging applications.** *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 627, p. 1-11, 2021.

RUDIN, A.; CHOI, F. **Chapter 13 – Biopolymers.** *The Elements of Polymer Science & Engineering (Third Edition)*, p. 521-535, 2013.

RUFINO, M. DO S. M. *et al.* **Metodologia Científica: determinação da atividade antioxidante total em frutas pelo método de redução do ferro (FRAP).** *Comunicado Técnico* 125, 2006.

RYDZ, J.; MUSIOŁ, M.; ZAWIDLAK-WĘGRZYŃSKA, B.; SIKORSKA, W. **Present and Future of Biodegradable Polymers for Food Packaging Applications**. In: Grumezescu, A.; Holban, A. M., eds. *Biopolymers for Food Design*, v. 20, 1^a ed, Cambridge: Academic Press, cap. 14, p. 431–467, 2018.

SÁENZ, C.; SEPÚLVEDA, E.; MATSUHIRO, B. ***Opuntia* spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives**. *Journal of Arid Environments*, v. 57, p. 275–290, 2004.

SANJAY, M. R.; YOGESH, B. **Studies on Natural/Glass Fiber Reinforced Polymer Hybrid Composites: An Evolution**. *Materials Today: Proceedings*, v. 4, n. 2, Parte A, p. 2739-2747, 2017.

SANJAY, M.R.; MADHU, P.; JAWAID, M.; SENTHAMARA KANNAN, P.; SENTHIL, S.; PRADEEP, S. **Characterization and properties of natural fiber polymer composites: A comprehensive review**. *Journal of Cleaner Production*, v. 172, p. 566-581, 2018.

SANTOS, P. P. A.; FERRARI, G. S.; ROSA, M. S.; ALMEIDA, K.; ARAÚJO, L. A.; PEREIRA, M. H. C.; WANDERLEY, M. E. F.; MORATO, P. N. **Development and characterization of high protein functional ice cream with ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller) and inulin**. *Brazilian Journal of Food Technology*, v. 25, 2022.

SAVADEKAR, N. R.; KADAM, P. G.; MHASKE, S. T. **Studies on the effect of nano-alumina on the performance properties of poly(butylene adipate-co-terephthalate) composite films**. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, v. 28, n. 11, p. 1522–1536, 2015.

SCAFFARO, R.; MAIO, A.; GAMMINO, M.; ALAIMO, G. **Modelling the structure-property relationships of high performance PBAT-based biocomposites with natural fibers obtained from *Chamaerops humilis* dwarf palm**. *Composites Science and Technology*, v. 223, p. 1-10, 2022.

SCHAEFER, D.; CHEUNG, W. M. **Smart packaging: Opportunities and challenges**. *Procedia CIRP*, v. 72, p. 1022–1027, 2018.

SHAHLARI, M.; LEE, S. **Mechanical and Morphological Properties of Poly (butylene adipate- co -terephthalate) and Poly (lactic acid) Blended With Organically Modified Silicate Layers**. *Polymer Engineering and Science*, p. 1420–1428, 2012.

SHARMA, M.; MANN, B.; POTHURAJU, R.; SHARMA, R.; KUMAR, R. **Physico-chemical characterization of ultrasound assisted clove oil-loaded nanoemulsion: As enhanced antimicrobial potential**. *Biotechnology Reports*, v. 34, p. 1-7, 2022.

SHARMA, S.; BARKAUSKAITE, S.; JAISWAL, A. K.; JAISWAL, S. **Essential oils as additives in active food packaging**. Food Chemistry, v. 343, 128403, 2021.

SIEGENTHALER, K.; KUNKEL, A.; SKUPIN, G.; YAMAMOTO, M. **Ecoflex® and Ecovio®: Biodegradable, performance-enabling plastics**. In: RIEGER, B.; COATES, G. W.; DINJUS, E.; KUNKEL, A.; REICHARDT, R.; ZEVACO, T. A. (Ed.). Synthetic biodegradable polymers, p. 91–136, 2011.

SILVA, A. J.; OLIVEIRA, L. P.; REZENDE, J. C. P.; SARAIVA, I. S. **Avaliação da atividade antimicrobiana de óleos essenciais obtidos de diferentes fabricantes**. Sinapse Múltipla, v. 8, p. 33-40, 2019.

SOUSA, J. C.; ARRUDA, S. A.; LIMA, J. C.; WELLEN, R. M. R.; CANEDO, E. L.; ALMEIDA, Y. M. B. **Cinética de cristalização do poli (butileno adipato tereftalato) em biocompósitos com fibra de coco**. Revista Matéria, v. 24, n. 3, 2019.

SUNG, S.; TIN, L.; TEE, T.; BEE, S.; RAHMAT, A. R. **Effects of *Allium sativum* essence oil as antimicrobial agent for food packaging plastic film**. Innovative Food Science & Emerging Technologies, v. 26, p. 406–414, 2014.

VELDE, K. V.; KIEKENS, P. **Thermoplastic pultrusion of natural fibre reinforced composites**. Composite Structures, v. 54, n. 2–3, p. 355–360, 2001.

VERRUCK, S. [ORGANIZADORA]; BITTENCOURT, V. R.; GRASSI, L. I.; SCHÚ, A. I.; NORA, F. M. D. **Embalagens ativas como novas abordagens sustentáveis e ambientalmente corretas: uma revisão da literatura**. Avanços em Ciência e Tecnologia de Alimentos [livro eletrônico], v. 2, c. 15. Guarujá: Editora Científica digital, 2020.

VIANNA, T. C.; MARINHO, C. O.; JÚNIOR, L. M.; IBRAHIM, S. A.; VIEIRA, R. P. **Essential oils as additives in active starch-based food packaging films: A review**. International Journal of Biological Macromolecules, v. 182, p. 1803–1819, 2021.

VIEIRA, M.G.A.; DA SILVA M.A., DOS SANTOS, L.O.; BEPPU, M.M. **Natural-based plasticizers and biopolymer films: A review**, European Polymer Journal, v. 47, p. 254-263, 2011.

VINHOLES, J.; GROSSO, C.; ANDRADE, P. B.; GIL-IZQUIERDO, A.; VALENTÃO, P.; PINHO, P. G. D; FERRERES, F. **In vitro studies to assess the antidiabetic, anti-cholinesterase and antioxidant potential of *Spergularia rubra***. Food Chemistry, v. 129, n. 2, p. 454-462, 2011.

WILSON, C. T.; HARTE, J.; ALMENAR, E. **Effects of sachet presence on consumer product perception and active packaging acceptability - A study of Fresh-Cut Cantaloupe.** LWT - Food Science, 2018.

WORANUCH, S.; YOKSAN, R.; AKASHI, M. **Ferulic acid-coupled chitosan: Thermal stability and utilization as an antioxidant for biodegradable active packaging film.** Carbohydrate Polymers, v. 115, p. 744–751, 2015.

XIAO, L.; YAO, Z.; HE, Y.; HAN, Z.; ZHANG, X.; LI, C.; XU, P.; YANG, W.; MA, P. **Antioxidant and antibacterial PBAT/lignin-ZnO nanocomposite films for active food packaging.** Industrial Crops & Products, v. 187, 115515, 2022.

XU, J. G.; LIU, T.; HU, Q. P.; CAO, X. M. **Chemical composition, antibacterial properties and mechanism of action of essential oil from clove buds against *Staphylococcus aureus*.** Molecules, v. 21, n. 9, p. 1-13, 2016.

ZHENG, Y.; WANG, J.; ZHU, Y.; WANG, A. **Research and application of kapok fiber as an absorbing material: A mini review.** Journal of Environmental Sciences, v. 27, p. 21-32, 2015.

APÊNDICE A – PROCEDIMENTO DE OBTENÇÃO DAS FIBRAS DE CACTO

A primeira etapa consistiu na obtenção da mucilagem do cacto. Para isso, realizou-se a coleta dos cladódios da palma da espécie *Opuntia stricta* (Haw.), conhecida como orelha de elefante, na estação de estiagem (setembro/2021) durante o período da manhã no município de Serra Talhada/PE. Em seguida, lavou-se os cladódios em água corrente e, posteriormente, retirou-se a sua epiderme com auxílio de uma lâmina afiada. O tecido restante foi fragmentado em cubos e triturado em um multiprocessador. A seguir, a fração triturada foi imersa em etanol PA numa proporção (v/v) de 2:3 (material vegetal/etanol) e homogeneizado no multiprocessador. A mistura foi filtrada em um tecido a base de polipropileno (TNT) para a coleta do precipitado. O precipitado (mucilagem/fibra) foi lavado diversas vezes com etanol PA até o desaparecimento da coloração verde (referente à clorofila da palma), sendo introduzido em uma estufa com circulação de ar forçada por 24h a 55°C. Após esse período, a mucilagem foi triturada no multiprocessador e peneirada para a separação das fibras, obtendo-se no final do processo, um pó fino de coloração branca e as fibras vegetais.

Observação: A mucilagem consiste em um carboidrato complexo com aspecto viscoso encontrado em inúmeras plantas medicinais e alimentícias, em conjunto com as fibras, com grande capacidade de absorção de água, sendo utilizada como hidrocoloide em alimentos processados e outras aplicações (Santos *et al.*, 2022; CEPLAMT,2016).

APÊNDICE B - DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE MÉDIA DAS FIBRAS DE CACTO

Para calcular a densidade das fibras de cacto utilizou-se um picnômetro de 25 mL e uma balança semi-analítica AAKER. Inicialmente, obteve-se a massa do picnômetro vazio por meio de sua medição na balança e, em seguida, preencheu-se esta vidraria completamente com álcool etílico P.A., pesando-se também este sistema. Posteriormente, descartou-se o etanol e, após seco, o picnômetro foi pesado contendo uma determinada massa de fibras de cacto, a princípio desconhecida, porém em média 0,5 g. Por fim, acrescentou-se a este último sistema o etanol até completo preenchimento do frasco, sendo sua massa registrada.

Para o cálculo da densidade da fibra, utilizou-se a Equação 4, na qual a densidade do solvente (álcool etílico P.A.) foi determinada pela média da faixa contida nas especificações de seu frasco (0,790 g.mL⁻¹).

$$d_f = \frac{d_s \cdot (m_{p+f} - m_p)}{(m_{p+s} - m_p) - (m_{p+f+s} - m_{p+f})} \quad (4)$$

Sendo,

d_f = densidade da fibra

d_s = densidade do solvente

m_{p+f} = massa do picnômetro com as fibras

m_p = massa do picnômetro

m_{p+s} = massa do picnômetro com o solvente

m_{p+f+s} = massa do picnômetro com as fibras e o solvente

Em função das massas pesadas (Tabela B) e da massa específica do álcool etílico utilizado, obteve-se, a partir da Equação 4, a densidade média das fibras de cacto (0,998±0,008 g.cm⁻³).

Tabela B - Dados das massas e densidade das fibras de cacto

	m_p (g)	m_{p+f} (g)	m_{p+s} (g)	m_{p+f+s} (g)	d_f (g.cm ⁻³)
Ensaio 1	21,094	21,559	40,645	40,745	1,006
Ensaio 2	21,181	21,568	40,665	40,743	0,989
				$d_{f,média}$ (g.cm ⁻³)	0,998±0,008

APÊNDICE C – ESPECTROS DE FTIR DO PBAT, DO OEC E DA FC

Figura C1 - Espectro de infravermelho do PBAT.

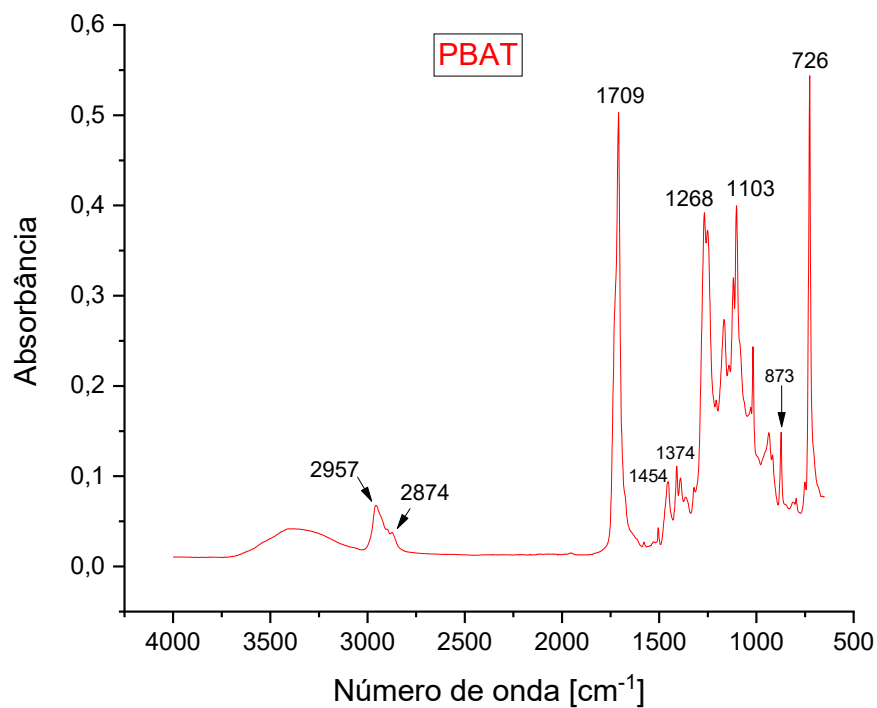


Figura C2 - Espectro de infravermelho do óleo essencial de cravo.

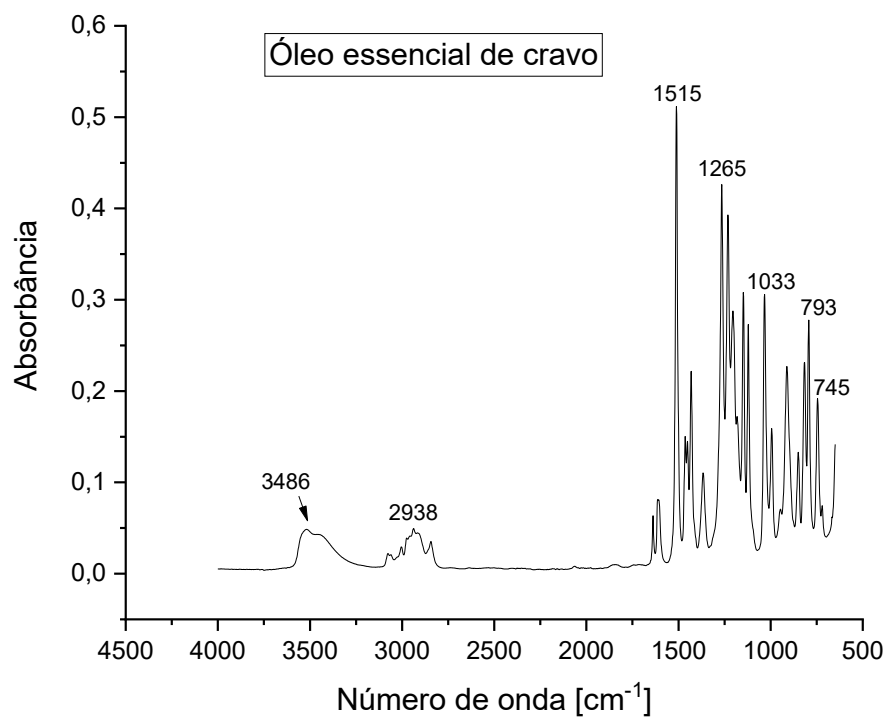
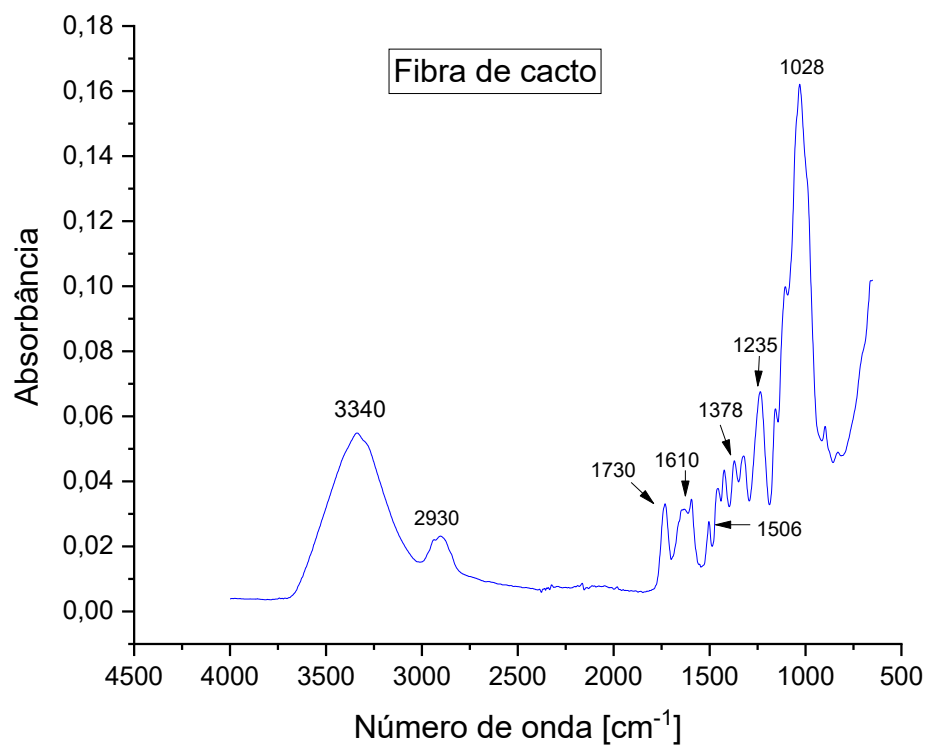


Figura C3 - Espectro de infravermelho da fibra de cacto.



ANEXO A – FICHA TÉCNICA DO ECOFLEX F BLEND C1200 DISPONIBILIZADA PELO FORNECEDOR



We create chemistry

Safety data sheet

Page: 1/16

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

SECTION 1: Identification of the substance/mixture and of the company/undertaking

1.1. Product identifier

ecoflex® F Blend C1200

1.2. Relevant identified uses of the substance or mixture and uses advised against

Recommended use: for industrial processing only

1.3. Details of the supplier of the safety data sheet

Company:
BASF SE
67056 Ludwigshafen
GERMANY

Telephone: +49 621 60-0
E-mail address: global.info@basf.com

1.4. Emergency telephone number

International emergency number:
Telephone: +49 180 2273-112

SECTION 2: Hazards Identification

2.1. Classification of the substance or mixture

For the classification of the mixture the following methods have been applied: extrapolation on the concentration levels of the hazardous substances, on basis of test results and after evaluation of experts. The methodologies used are mentioned at the respective test results.

According to Regulation (EC) No 1272/2008 [CLP]

No need for classification according to GHS criteria for this product.

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

2.2. Label elements

According to Regulation (EC) No 1272/2008 [CLP]

The product does not require a hazard warning label in accordance with GHS criteria.

2.3. Other hazards

According to Regulation (EC) No 1272/2008 [CLP]

See section 12 - Results of PBT and vPvB assessment.

Product does not contain a substance above legal limits included in the list established in accordance with Article 59(1) of Regulation (EC) No 1907/2006 for having endocrine disrupting properties or is identified to have endocrine disrupting properties in accordance with the criteria set out in Commission Delegated Regulation (EU) 2017/2100 or Commission Regulation (EU) 2018/605.

SECTION 3: Composition/Information on Ingredients

3.1. Substances

Not applicable

3.2. Mixtures

Chemical nature

Preparation based on: polyester, modified

SECTION 4: First-Aid Measures

4.1. Description of first aid measures

Avoid contact with the skin, eyes and clothing. Remove contaminated clothing.

If inhaled:

If difficulties occur after dust has been inhaled, remove to fresh air and seek medical attention.

On skin contact:

Burns caused by molten material require hospital treatment.

On contact with eyes:

In case of contact with the eyes, rinse immediately for at least 15 minutes with plenty of water. If irritation develops, seek medical attention.

On ingestion:

Immediately rinse mouth and then drink 200 - 300 ml water, do not induce vomiting, seek medical attention.

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

4.2. Most important symptoms and effects, both acute and delayed

Symptoms: (Further) symptoms and / or effects are not known so far

Hazards: No hazards anticipated.

4.3. Indication of any immediate medical attention and special treatment needed

Treatment: Treat according to symptoms (decontamination, vital functions), no known specific antidote.

SECTION 5: Fire-Fighting Measures

5.1. Extinguishing media

Suitable extinguishing media:
water spray, foam, dry powder, carbon dioxide

Unsuitable extinguishing media for safety reasons:
water jet

5.2. Special hazards arising from the substance or mixture

Endangering substances: carbon monoxide, Carbon dioxide, tetrahydrofuran, fumes/smoke, carbon black, harmful vapours

Advice: Formation of further decomposition and oxidation products depends upon the fire conditions. Under special fire conditions traces of other toxic substances are possible.

5.3. Advice for fire-fighters

Special protective equipment:
Wear a self-contained breathing apparatus.

Further information:
Dispose of fire debris and contaminated extinguishing water in accordance with official regulations.

SECTION 6: Accidental Release Measures

High risk of slipping due to leakage/spillage of product.

6.1. Personal precautions, protective equipment and emergency procedures

Avoid inhalation. Sources of ignition should be kept well clear.

6.2. Environmental precautions

No special precautions necessary.

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

6.3. Methods and material for containment and cleaning up

For large amounts: Sweep/shovel up.

For residues: Sweep/shovel up.

Dispose of absorbed material in accordance with regulations.

6.4. Reference to other sections

Information regarding exposure controls/personal protection and disposal considerations can be found in section 8 and 13.

SECTION 7: Handling and Storage

7.1. Precautions for safe handling

Processing machines must be fitted with local exhaust ventilation. When working on exhaust systems special safety precautions must be taken, because dangerous substances can accumulate in the residue of the exhaust system. Avoid the formation and deposition of dust. Handle in accordance with good industrial hygiene and safety practice.

Protection against fire and explosion:

Avoid dust formation. Dust can form an explosive mixture with air. Provide exhaust ventilation. When the product is ground (chopped), dust explosion regulations should be noted.

7.2. Conditions for safe storage, including any incompatibilities

Segregate from foods and animal feeds.

Suitable materials for containers: Carbon steel (Iron), High density polyethylene (HDPE), Low density polyethylene (LDPE), Polypropylene (PP)

Further information on storage conditions: Protect against moisture. Avoid extreme heat. Avoid direct sunlight. Avoid all sources of ignition: heat, sparks, open flame. The product must be stored according to the requirements of Regulation (EC) No 2023/2006. Contamination with other substances must be avoided. Storage together with other substances, especially hazardous substances, must be avoided.

Storage stability:

Protect against moisture.

7.3. Specific end use(s)

For the relevant identified use(s) listed in Section 1 the advice mentioned in this section 7 is to be observed.

SECTION 8: Exposure Controls/Personal Protection

8.1. Control parameters

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

PNEC

The obligation to register acc. to the REACH Regulation (EC) No 1907/2006 does not apply to polymers.

DNEL

The obligation to register acc. to the REACH Regulation (EC) No 1907/2006 does not apply to polymers.

8.2. Exposure controls

Personal protective equipment

Respiratory protection:

Breathing protection if dusts are formed. Particle filter with low efficiency for solid particles (e.g. EN 143 or 149, Type P1 or FFP1)

Hand protection:

Use additional heat protection gloves when handling hot molten masses (EN 407), e.g. of textile or leather.

Eye protection:

Safety glasses with side-shields (frame goggles) (e.g. EN 166)

Body protection:

Body protection must be chosen depending on activity and possible exposure, e.g. apron, protecting boots, chemical-protection suit (according to EN 14605 in case of splashes or EN ISO 13982 in case of dust).

General safety and hygiene measures

Avoid contact of molten material with skin. Avoid inhalation of dusts/mists/vapours. Eye wash fountains and safety showers must be easily accessible. Handle in accordance with good industrial hygiene and safety practice. Wearing of closed work clothing is recommended. When using, do not eat, drink or smoke. Hands and/or face should be washed before breaks and at the end of the shift. At the end of the shift the skin should be cleaned and skin-care agents applied.

Environmental exposure controls

For information regarding environmental exposure controls, see Section 6.

SECTION 9: Physical and Chemical Properties

9.1. Information on basic physical and chemical properties

State of matter:	solid
Form:	granules
Colour:	natural
Odour:	faint specific odour, product specific

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

Odour threshold:	not applicable	
melting range:	100 - 120 °C	(DIN 53736)
Boiling range:	The substance / product decomposes therefore not determined.	
Flammability:	not highly flammable	
Flammability of Aerosol Products:	not applicable, the product does not form flammable aerosoles	
Lower explosion limit:	For solids not relevant for classification and labelling., As a result of our experience with this product and our knowledge of its composition we do not expect any hazard as long as the product is used appropriately and in accordance with the intended use.	
Upper explosion limit:	For solids not relevant for classification and labelling., As a result of our experience with this product and our knowledge of its composition we do not expect any hazard as long as the product is used appropriately and in accordance with the intended use.	
Flash point:	not applicable, the product is a solid	
Auto-ignition temperature:	> 400 °C	(ASTM D1929)
Thermal decomposition:	> 280 °C To avoid thermal decomposition, do not overheat.	
SADT:	Not a substance liable to self-decomposition according to UN transport regulations, class 4.1.	
pH value:	substance/mixture is non-soluble (in water)	
Viscosity, kinematic:	not applicable, the product is a solid	
Viscosity, dynamic:	not applicable, the product is a solid	
Solubility in water:	not soluble (20 °C, 1,013 hPa)	
Partitioning coefficient n-octanol/water (log Kow):	not applicable	
Vapour pressure:	The product is a non-volatile solid.	

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

Relative density: approx. 0.8 - 1.4
(20 °C, 1,013 hPa)
Density: approx. 0.8 - 1.4 g/cm³
(20 °C, 1,013 hPa)
Relative vapour density (air):
not applicable, The product is a non-volatile solid.

9.2. Other information

Information with regard to physical hazard classes

Oxidizing properties

Fire promoting properties: not fire-propagating

Flammable solids

Burning rate: The material doesn't meet the criteria specified in paragraph 33.2.4.4 of UN manual of tests and criteria.

Self-heating substances and mixtures

Self heating ability: It is not a substance capable of spontaneous heating according to UN transport regulations class 4.2.

Corrosion to metals

No corrosive effect on metal.

Other safety characteristics

Radioactivity:		not radioactive for transport purposes (DIN 53466)
Bulk density:	approx. 500 - 1,000 kg/m ³ (20 °C, 1,013 hPa)	
Miscibility with water:	not soluble	
Other Information:	If necessary, information on other physical and chemical parameters is indicated in this section.	
SAPT-Temperature:	Product does not fulfil criteria for polymerizing substances according to transport regulations.	
Evaporation rate:	not applicable, The product is a non-volatile solid.	

SECTION 10: Stability and Reactivity

10.1. Reactivity

No hazardous reactions if stored and handled as prescribed/indicated.

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

Corrosion to metals:	No corrosive effect on metal.	
Reactions with water/air:	Reaction with:	water
	Flammable gases:	no
	Toxic gases:	no

10.2. Chemical stability

The product is chemically stable.

Peroxides: The product does not contain peroxides. The product/the substance has not a tendency towards the formation of peroxide.

10.3. Possibility of hazardous reactions

No hazardous reactions if stored and handled as prescribed/indicated.

The product is chemically stable.

10.4. Conditions to avoid

Avoid extreme heat. Avoid all sources of ignition: heat, sparks, open flame.

10.5. Incompatible materials

Substances to avoid:
strong oxidizing agents

10.6. Hazardous decomposition products

Possible decomposition products:

At prolonged and/or strong thermal stressing above the decomposition temperature dangerous decomposition products can be formed.

SECTION 11: Toxicological Information

11.1. Information on hazard classes as defined in Regulation (EC) No 1272/2008

Acute toxicity

Assessment of acute toxicity:

Virtually nontoxic after a single skin contact. Virtually nontoxic by inhalation. Virtually nontoxic after a single ingestion.

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

Irritation

Assessment of irritating effects:

Not irritating to the eyes. Not irritating to the skin.

Respiratory/Skin sensitization

Assessment of sensitization:

The chemical structure does not suggest a sensitizing effect.

Germ cell mutagenicity

Assessment of mutagenicity:

The chemical structure does not suggest a specific alert for such an effect.

Carcinogenicity

Assessment of carcinogenicity:

The chemical structure does not suggest a specific alert for such an effect.

Reproductive toxicity

Assessment of reproduction toxicity:

The chemical structure does not suggest a specific alert for such an effect.

Developmental toxicity

Assessment of teratogenicity:

The chemical structure does not suggest a specific alert for such an effect.

Specific target organ toxicity (single exposure)

Assessment of STOT single:

Based on the available information there is no specific target organ toxicity to be expected after a single exposure.

Repeated dose toxicity and Specific target organ toxicity (repeated exposure)

Assessment of repeated dose toxicity:

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

Repeated dermal uptake of the substance did not cause substance-related effects. Repeated inhalative uptake of the substance did not cause substance-related effects. Repeated oral uptake of the substance did not cause substance-related effects.

Aspiration hazard

No aspiration hazard expected.

Interactive effects

No data available.

11.2. Information on other hazards

Endocrine disrupting properties

The product does not contain a substance that is considered to have endocrine disrupting properties according to EU REACH Article 57(f).

Other information

Other relevant toxicity information

The product has not been tested. The statement has been derived from the properties of the individual components.

SECTION 12: Ecological Information

12.1. Toxicity

Assessment of aquatic toxicity:

There is a high probability that the product is not acutely harmful to aquatic organisms.

The product has not been tested. The statement has been derived from the structure of the product.

Toxicity to fish:

LC50 > 100 mg/l, *Leuciscus idus*

Literature data.

Aquatic invertebrates:

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

EC50 (48 h) > 100 mg/l, *Daphnia magna*
Literature data.

Aquatic plants:
EC50 > 100 mg/l, *Desmodesmus subspicatus*
Literature data.

Soil living organisms:
(14 d), *Eisenia foetida* (OECD Guideline 207, artificial soil)
No effects at the highest test concentration.

Terrestrial plants:
Triticum aestivum (OECD Guideline 208)
No effects at the highest test concentration.

12.2. Persistence and degradability

Assessment biodegradation and elimination (H2O):
The product is biodegradable.

Elimination information:
90 - 100 % CO₂ formation relative to the theoretical value (124 d) (ISO 14855) (aerobic, soil)

12.3. Bioaccumulative potential

Assessment bioaccumulation potential:
Does not significantly accumulate in organisms.

Bioaccumulation potential:
Because of the product's consistency and low water solubility, bioavailability is improbable.

12.4. Mobility in soil

Assessment transport between environmental compartments:
Adsorption in soil: Adsorption to solid soil phase is not expected.

12.5. Results of PBT and vPvB assessment

According to Annex XIII of Regulation (EC) No.1907/2006 concerning the Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (REACH): The product does not contain a substance fulfilling the PBT (persistent/bioaccumulative/toxic) criteria or the vPvB (very persistent/very bioaccumulative) criteria.

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

12.6. Endocrine disrupting properties

The product does not contain a substance that is considered to have endocrine disrupting properties according to EU REACH Article 57(f).

12.7. Other adverse effects

The product does not contain substances that are listed in Regulation (EC) 1005/2009 on substances that deplete the ozone layer.

12.8. Additional information

Adsorbable organically-bound halogen (AOX):
This product contains no organically-bound halogen.

Add. remarks environm. fate & pathway:
At the present state of knowledge, no negative ecological effects are expected.

Other ecotoxicological advice:
The product has not been tested. The statements on ecotoxicology have been derived from products of a similar structure and composition.

SECTION 13: Disposal Considerations

13.1. Waste treatment methods

Can be used without re-conditioning.
Incinerate in suitable incineration plant, observing local authority regulations.

The waste codes are manufacturer's recommendations based on the designated use of the product. Other use and special waste disposal treatment on customer's location may require different waste-code assignments.

Waste key:
07 02 13 waste plastic

Contaminated packaging:
Completely emptied packagings can be given for recycling.

SECTION 14: Transport Information

Land transport

ADR

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

	Not classified as a dangerous good under transport regulations
UN number or ID number:	Not applicable
UN proper shipping name:	Not applicable
Transport hazard class(es):	Not applicable
Packing group:	Not applicable
Environmental hazards:	Not applicable
Special precautions for user	None known

RID

	Not classified as a dangerous good under transport regulations
UN number or ID number:	Not applicable
UN proper shipping name:	Not applicable
Transport hazard class(es):	Not applicable
Packing group:	Not applicable
Environmental hazards:	Not applicable
Special precautions for user	None known

Inland waterway transport

ADN

	Not classified as a dangerous good under transport regulations
UN number or ID number:	Not applicable
UN proper shipping name:	Not applicable
Transport hazard class(es):	Not applicable
Packing group:	Not applicable
Environmental hazards:	Not applicable
Special precautions for user:	None known

Transport in inland waterway vessel

Not evaluated

Sea transport

IMDG

	Not classified as a dangerous good under transport regulations
UN number or ID number:	Not applicable
UN proper shipping name:	Not applicable
Transport hazard class(es):	Not applicable
Packing group:	Not applicable
Environmental hazards:	Not applicable
Special precautions for user	None known

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

Air transport

IATA/ICAO

	Not classified as a dangerous good under transport regulations
UN number or ID number:	Not applicable
UN proper shipping name:	Not applicable
Transport hazard class(es):	Not applicable
Packing group:	Not applicable
Environmental hazards:	Not applicable
Special precautions for user	None known

14.1. UN number or ID number

See corresponding entries for "UN number or ID number" for the respective regulations in the tables above.

14.2. UN proper shipping name

See corresponding entries for "UN proper shipping name" for the respective regulations in the tables above.

14.3. Transport hazard class(es)

See corresponding entries for "Transport hazard class(es)" for the respective regulations in the tables above.

14.4. Packing group

See corresponding entries for "Packing group" for the respective regulations in the tables above.

14.5. Environmental hazards

See corresponding entries for "Environmental hazards" for the respective regulations in the tables above.

14.6. Special precautions for user

See corresponding entries for "Special precautions for user" for the respective regulations in the tables above.

14.7. Maritime transport in bulk according to IMO instruments

Maritime transport in bulk is not intended.

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

SECTION 15: Regulatory Information

15.1. Safety, health and environmental regulations/legislation specific for the substance or mixture

Directive 2012/18/EU - Control of Major Accident Hazards involving dangerous substances (EU):
Listed in above regulation: no

If other regulatory information applies that is not already provided elsewhere in this safety data sheet, then it is described in this subsection.

15.2. Chemical Safety Assessment

A safety data sheet for this product is legally not required and is provided by us just as a courtesy to our customers.

Product is not classified as hazardous.

SECTION 16: Other Information

In addition to the information given in the safety data sheet we refer to the product specific 'Technical Information'.

Abbreviations

ADR = The European Agreement concerning the International Carriage of Dangerous Goods by Road.
ADN = The European Agreement concerning the International Carriage of Dangerous Goods by Inland waterways. ATE = Acute Toxicity Estimates. CAO = Cargo Aircraft Only. CAS = Chemical Abstract Service. CLP = Classification, Labelling and Packaging of substances and mixtures. DIN = German national organization for standardization. DNEL = Derived No Effect Level. EC50 = Effective concentration median for 50% of the population. EC = European Community. EN = European Standards. IARC = International Agency for Research on Cancer. IATA = International Air Transport Association. IBC-Code = Intermediate Bulk Container code. IMDG = International Maritime Dangerous Goods Code. ISO = International Organization for Standardization. STEL = Short-Term Exposure Limit. LC50 = Lethal concentration median for 50% of the population. LD50 = Lethal dose median for 50% of the population. TLV = Threshold Limit Value. MARPOL = The International Convention for the Prevention of Pollution from Ships. NEN = Dutch Norm. NOEC = No Observed Effect Concentration. OEL = Occupational Exposure Limit. OECD = Organization for Economic Cooperation and Development. PBT = Persistent, Bioaccumulative and Toxic. PNEC = Predicted No Effect Level. PPM = Parts per million. RID = The European Agreement concerning the International Carriage of Dangerous Goods by Rail. TWA = Time Weight Average. UN-number = UN number at transport. vPvB = very Persistent and very Bioaccumulative.

The data contained in this safety data sheet are based on our current knowledge and experience and describe the product only with regard to safety requirements. This safety data sheet is neither a Certificate of Analysis (CoA) nor technical data sheet and shall not be mistaken for a specification agreement. Identified uses in this safety data sheet do neither represent an agreement on the corresponding contractual quality of the substance/mixture nor a contractually designated use. It is the

BASF safety data sheet. This is a translation of the country-specific safety data sheet into a language other than that required by law. This document does not replace the safety data sheet provided according to Regulation (EC) No 1907/2006.

Date / Revised: 02.11.2022

Version: 5.0

Date previous version: 18.10.2021

Previous version: 4.1

Date / First version: 14.07.2010

Product: **ecoflex® F Blend C1200**

(ID no. 30516354/SDS_GEN_EU/EN)

Date of print 27.12.2022

responsibility of the recipient of the product to ensure any proprietary rights and existing laws and legislation are observed.

Vertical lines in the left hand margin indicate an amendment from the previous version.