

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**

**RODRIGO TANAJURA FREIRE MEIRA LIMA**

**EXTRAÇÃO DA PECTINA DO MARACUJÁ AMARELO (*Passiflora  
edulis f. flavicarpa*) PARA INCORPORAÇÃO EM BIOFILMES**

**FRANCISCO BELTRÃO  
2019**

**RODRIGO TANAJURA FREIRE MEIRA LIMA**

**EXTRAÇÃO DA PECTINA DO MARACUJÁ AMARELO (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) PARA INCORPORAÇÃO EM BIOFILMES**

Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Química, apresentado à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do Departamento Acadêmico de Engenharia Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.  
Orientadora: Dra Irede Angela Lucini Dalmolin

**FRANCISCO BELTRÃO**  
**2019**

## FOLHA DE APROVAÇÃO

**RODRIGO TANAJURA FREIRE MEIRA LIMA**

### **EXTRAÇÃO DA PECTINA DO MARACUJÁ AMARELO (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) PARA INCORPORAÇÃO EM BIOFILMES**

Trabalho de Conclusão de Curso  
Obtenção do título de Engenheiro Químico  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
*Campus* Francisco Beltrão  
Engenharia Química

Data de aprovação: 05 de julho de 2019.

---

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Irede Angela Lucini Dalmolin  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná *Campus* Francisco Beltrão

---

Membro da banca: Prof. Dr. Luciano Lucchetta  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná *Campus* Francisco Beltrão

---

Membro da Banca: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria Helene Giovanetti Canteri  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná *Campus* Francisco Beltrão

A Folha de aprovação assinada encontra-se na Coordenação do Curso.

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente a Deus por estar sempre presente em minha vida e servir de inspiração para eu tentar ser uma pessoa melhor.

À Prof.<sup>a</sup> Irede Dalmolin por todo conhecimento, paciência, amizade e confiança depositada em mim durante o trabalho.

À Larissa Klososki pela boa companhia, disponibilidade e assistência durante as etapas de extração da bendita pectina.

Aos técnicos da COEXP, pela assistência e atenção.

À minha família, em especial meus pais Christian e Silvana, por sempre estarem presente, me apoiando em todas as etapas da minha vida e me incentivando aos estudos.

Aos meus amigos, pelos bons momentos e por tornar essa caminhada mais leve.

## RESUMO

O maracujá amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) é um fruto produzido e exportado em abundância pelo Brasil, bastante utilizado na indústria alimentícia para produção de sucos e polpas. Após a etapa de produção, as cascas e as sementes, que correspondem a cerca de 75% do fruto, não costumam ser aproveitadas sendo descartadas ou utilizadas como ração animal. Essas porções do fruto poderiam ser utilizadas como matéria-prima para obter produtos com maior valor agregado, como extrair o óleo das sementes, ou a pectina da casca. No presente trabalho, as cascas de maracujá foram utilizadas para extrair pectina em meio acidificado com ácido cítrico nas seguintes condições de temperatura, pH e tempo de extração: 95°C, 2 e por 90 minutos. O rendimento da pectina variou entre 5,35% e 21,88 % e o grau de esterificação entre 21,11% e 70%. A pectina de alto grau de esterificação obtida foi utilizada como biopolímero para a produção de biofilmes combinado com o glicerol pela técnica de *Solvent Casting*. Foram produzidos biofilmes que foram avaliados quanto à sua espessura, umidade, solubilidade, propriedades mecânicas e características visuais.

**Palavras chave:** Pectina; Maracujá; Extração; Resíduo; Biofilme.

## **ABSTRACT**

The yellow passion fruit (*Passiflora edulis* f. *Flavicarpa*) is a fruit produced and exported in abundance by Brazil, widely used in the food industry to produce juices and pulps. After the production stage, the husks and seeds, which correspond to about 75% of the fruit, are not usually harvested and discarded or used as animal feed. These portions of the fruit could be used as feedstock to obtain products with higher added value, such as extracting the oil from the seeds, or pectin from the bark. In the present work, passion fruit peels were used to extract pectin in acidified medium with citric acid in the following conditions of temperature, pH and extraction time: 95 °C, 2 and for 90 minutes. The pectin yield ranged from 5.35% to 21.88% and the degree of esterification ranged from 21.11% to 70%. The high degree of pectin obtained was used as biopolymer for the production of biofilms combined with glycerol by the technique of Solvent Casting. Biofilms were produced that were evaluated for their thickness, humidity, solubility, mechanical properties and visual characteristics.

**Keywords:** Pectin; Passion fruit; Extraction; Residue; Biofilm.

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - ESTRUTURA QUÍMICA DA PECTINA.	14
FIGURA 2 - ESTRUTURA DO MARACUJÁ AMARELO.	18
FIGURA 3 - ESTRUTURA QUÍMICA DO GLICEROL.	20
FIGURA 4 - REPRESENTAÇÃO DE UM EQUIPAMENTO DE PRODUÇÃO DE FILMES PELA TÉCNICA DE SOLVENT CASTING.	21
FIGURA 5 - REPRESENTAÇÃO DE UM EQUIPAMENTO PARA PRODUÇÃO DE FILMES DE PECTINA PELA TÉCNICA DE HOT MELT EXTRUSION.	22
FIGURA 6 - REPRESENTAÇÃO DA TECNOLOGIA DE IMPRESSÃO DE FÁRMACOS.	22
FIGURA 7 - MARACUJÁ AMARELO ANTES DE SER RETIRADO A POLPA E AS SEMENTES.	26
FIGURA 8 - CASCA DO MARACUJÁ CORTADA EM PEQUENAS FATIAS.	26
FIGURA 9 - CASCA DO MARACUJÁ AMARELO APÓS A SECAGEM EM ESTUFA.	27
FIGURA 10 - FARINHA DE CASCA DE MARACUJÁ AMARELO.	27
FIGURA 11 - ESTRUTURA MONTADA PARA ETAPA DE EXTRAÇÃO ÁCIDA DA PECTINA DA FARINHA DO MARACUJÁ.	29
FIGURA 12 - PECTINA EXTRAÍDA APÓS ETAPA DE FILTRAÇÃO A VÁCUO.	29
FIGURA 13 - PECTINA APÓS SECAGEM EM ESTUFA.	30
FIGURA 14- PECTINA SOLUBILIZADA EM ÁGUA DESTILADA MAIS O INDICADOR FENOLFTALEÍNA ANTES E APÓS À TITULAÇÃO COM NAOH.	31
FIGURA 15 - BIOFILME DURANTE O PROCESSO DE ELONGAÇÃO EM TEXTURÔMETRO.	33
FIGURA 16 - VISTA SUPERIOR DO FILME NA PLACA.	37
FIGURA 17 - VISTA LATERAL DO FILME NA PLACA.	38
FIGURA 18 - FILME APÓS SER RETIRADO DA PLACA.	38
FIGURA 19 - PEDAÇO DO FILME APÓS UM PEQUENO PERÍODO EXPOSTO A UMIDADE DO AR.	39

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - QUANTIDADE PRODUZIDA, VALOR DA PRODUÇÃO, ÁREA PLANTADA E ÁREA COLHIDA DA LAVOURA DE MARACUJÁ NO ANO DE 2017.	17
TABELA 2 - COMPOSIÇÃO DO MARACUJÁ.	17
TABELA 3 - COMPOSIÇÃO DOS BIOFILMES.	32
TABELA 4 - RENDIMENTO E GRAU DE ESTERIFICAÇÃO DA PECTINA EXTRAÍDA DO MARACUJÁ EM AGITADOR MAGNÉTICO COM AQUECIMENTO A 95 °C POR 90 MIN E PH 2.	35
TABELA 5 - ESPESSURA MÉDIA DOS BIOFILMES PRODUZIDOS.	39
TABELA 6 - UMIDADE E SOLUBILIDADE EM ÁGUA DOS BIOFILMES BF1 E BF3.	40
TABELA 7 - TENSÃO DE RUPTURA (TR) E PERCENTUAL DE ALONGAMENTO (A) DOS BIOFILMES.	41



## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>11</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b>	<b>13</b>
2.1	OBJETIVO GERAL	13
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	13
<b>3</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	<b>14</b>
3.1	PECTINA	14
3.1.1	Composição da Pectina	14
3.1.2	Extração da Pectina	15
3.1.3	Aplicações da Pectina	15
3.2	MARACUJÁ	16
3.3	FILMES ISOLADOS PARA VEICULAÇÃO DE PRINCÍPIOS ATIVOS	18
3.3.1	Tipos de polímero	19
3.3.2	Plastificantes	20
3.3.3	Preparação de filmes	21
3.3.4	Qualidade dos filmes	23
3.3.5	Caracterização dos filmes	23
<b>4</b>	<b>PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS</b>	<b>25</b>
4.1	MARACUJÁ AMARELO	25
4.2	REAGENTES QUÍMICOS	25
4.3	PREPARO DO FRUTO	25
4.4	EXTRAÇÃO DA PECTINA	28
4.5	DETERMINAÇÃO DO GRAU DE ESTERIFICAÇÃO	30
4.6	PRODUÇÃO DO BIOFILME	31
4.7	ANÁLISE DE PROPRIEDADES DO FILME	32
4.7.1	Espessura	32
4.7.2	Propriedades mecânicas	33
4.7.3	Umidade	34
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>35</b>
5.1	EXTRAÇÃO DA PECTINA	35
5.2	FILMES DE PECTINA	37
5.2.1	Características visuais	37
5.2.2	Espessura	39
5.2.3	Umidade e Solubilidade	40

5.2.4	Propriedades mecânicas	41
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>43</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>44</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Os biofilmes apresentam-se como uma solução para substituir os filmes compostos de recursos não renováveis, muitos desses produzidos a partir de resíduos de agroindústrias, aproveitando-os e transformando-os em filmes biodegradáveis (BIERHALZ, 2010).

Os filmes biodegradáveis são utilizados em diversas áreas industriais, sendo majoritariamente utilizados na produção de bioplásticos e no segmento de embalagens. Porém, suas aplicações também se expandem para a área alimentícia e farmacêutica, entre outras (BASTOS, 2007)

Cada vez mais as indústrias farmacêuticas desenvolvem métodos de veiculação dos princípios ativos dos fármacos, principalmente pela via oral, através de revestimentos poliméricos. Proporcionando alguns benefícios como disfarçar sabores e/ou odores desagradáveis, proteção ao contato com o fluido gástrico, regular interações entre os compostos da fórmula, e permitir o controle espacial e temporal da liberação do fármaco (SOUTO-MAIOR et al., 2008).

Ainda de acordo com Souto-Maior et al. (2008), os polissacarídeos também vêm sendo empregados na composição de biofilmes devido a fatores como fácil obtenção na natureza, pouco investimento inicial para aquisição, diversidade nas suas estruturas, boa propriedade gelificante, baixa toxicidade e por permitirem também fácil manuseio químico e bioquímico das suas propriedades.

A pectina é um polissacarídeo encontrado nas cascas de frutas responsável por auxiliar o fruto no seu crescimento celular e conferir rigidez no seu tecido. A pectina pode atuar como agente estabilizante, gelificante, espessante e fibra solúvel. Devido a essas características, a pectina é bastante utilizada na indústria de alimentos e farmacêutica (SANTOS, 2015).

Como alternativa para reaproveitar os resíduos da sua produção, as indústrias de processamento de frutos passaram a fazer um melhor uso das sobras das matérias-primas utilizadas, dentre as quais estão as cascas das frutas, ricas em fibras e pectina. Na produção do suco e polpas boa parte das sementes e cascas não são reaproveitados. Dentre essas indústrias vale destacar a de produção de maracujá, em que o Brasil é o maior produtor da espécie maracujá amarelo (FALEIRO e JUNQUEIRA, 2016).

Em função das propriedades da pectina e da sua fácil obtenção/disponibilidade nas cascas de frutas, este estudo trata sobre a aplicação da pectina extraída a partir de resíduos de maracujá para compor biofilmes e analisar as propriedades do revestimento gerado.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver biofilmes a partir de pectina extraída da casca do maracujá amarelo.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Extrair pectina com alto grau de esterificação da casca do maracujá amarelo;
- Desenvolver biofilmes adicionando a pectina extraída, com variações na sua composição;
- Testar a resistência do biofilme gerado;
- Analisar a solubilidade do biofilme em meio aquoso;

### 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

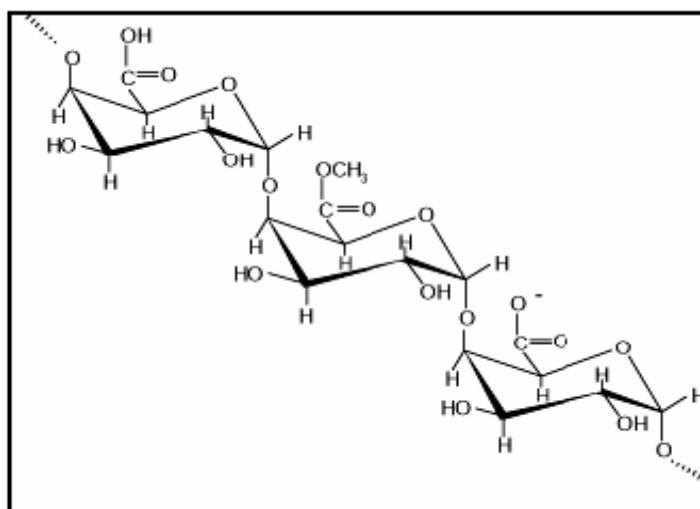
#### 3.1 PECTINA

##### 3.1.1 Composição da Pectina

A pectina, polissacarídeo encontrado na parede celular de vegetais, atua no crescimento celular, na adesão entre as células e na rigidez do tecido celular, sendo obtida principalmente das cascas dos frutos cítricos (PINHEIRO, 2007; SANTOS, 2015).

A sua estrutura química (Figura 1) é formada por uma cadeia principal linear de unidades repetidas de ácido D-galacturônico ligados covalentemente por ligações  $\alpha$ -(1,4) apresentando variações dos grupos carboxilas metil esterificados (PINHEIRO, 2007). Devido a variação das esterificações nas cadeias, a pectina, pode ser classificada como de alta metoxilação ou de baixa metoxilação. A pectina de alta metoxilação apresenta um percentual de grupos esterificados na cadeia maior do que 50% enquanto a pectina de baixa metoxilação apresenta esse percentual inferior aos 50% (CANTERI et al., 2012). O grau de esterificação da pectina é de grande importância pois está relacionado com a propriedade gelificante da pectina (SANTOS, 2015).

Figura 1 - Estrutura química da pectina.



Fonte: Pinheiro (2007).

As características da matéria-prima são de extrema importância para a obtenção de uma pectina de boa qualidade, reduzindo gastos operacionais de pré-tratamento da matéria-prima e garantindo maior rendimento na produção. Pelo fato da pectina ser obtida de cascas de frutas, muitas vezes são eliminada como resíduos pelas indústrias, torna-se susceptível a ação de microrganismos, prejudicando a obtenção do produto final (NASCIMENTO, 2014). Sendo assim, a etapa de armazenamento da matéria-prima é crucial para a garantia de um produto de alta qualidade.

### 3.1.2 Extração da Pectina

A pectina passa por algumas operações unitárias antes de ser extraída, sendo extração do material da planta em meio aquoso; purificação do meio aquoso obtido e separação do extrato da pectina do líquido por precipitação (CANTERI et al., 2012; NASCIMENTO, 2014).

A extração pode ocorrer em meio aquoso básico, ou ácido, também pela ação de enzimas ou agentes quelantes. A extração em meio básico resulta em pectinas com baixo grau de esterificação devido a saponificação dos grupos ésteres; já, a extração em meio ácido, mais utilizada industrialmente, produz pectinas com alto grau de esterificação. A condição de extração também afeta a estrutura química e o rendimento do material obtido, sendo importante o estudo de condições adequadas de pH e temperatura para o processo de extração (NASCIMENTO, 2014; PINHEIRO, 2007).

Pectinas com grau de esterificação superior a 70% apresentam propriedades gelificantes rápidas e são extraídas em pH 2,5 e 100 °C por 45 minutos. Pectinas com propriedades gelificantes de velocidade média ou lenta são obtidas em temperaturas menores e tempos mais prolongados (CANTERI et al., 2012).

### 3.1.3 Aplicações da Pectina

A pectina possui diversas aplicações sendo bastante utilizada pela indústria alimentícia e farmacêutica. A indústria de alimentos utiliza a pectina para o aumento da viscosidade dos alimentos, na produção de geleias e doces, na preparação de

bebidas e sucos de frutas concentrados, produtos derivados do leite gelificados ou fermentados. Também pode ser utilizada para prevenir a flotação em produtos derivados de frutas, garantir estabilidade proteica, além de proporcionar melhorias na textura e maciez do alimento junto ao aumento do volume (CANTERI et al., 2012).

Ainda de acordo com Canteri et al. (2012), quanto aos efeitos farmacológicos, as substâncias pécticas atuam benéficamente no equilíbrio hídrico e na motilidade intestinal; auxiliam na redução do colesterol total, na quebra de frações do LDL (mau colesterol) não afetando no HDL (bom colesterol); diminuição do peso corporal devido a retenção de nutrientes nos intestinos, aumentando a saciedade e reduzindo a atividade de enzimas digestivas. A pectina também impede a reabsorção de toxinas liberadas por metais pesados e microrganismos no cólon.

A pectina do mesmo modo pode ser aplicada na produção de diversos produtos como biofilmes, adesivos, espumas e plastificantes, além de materiais para implantes biomédicos e liberação de fármaco. Biofilmes revestidos de pectina podem ser utilizados como veiculadores de princípios ativos pela via oral. O revestimento de pectina permite a liberação do fármaco em sítios específicos sendo bastante utilizado para o tratamento do câncer de cólon por ser seletivamente digerida pela microflora do cólon permitindo a liberação do fármaco com mínima degradação no trato gastrointestinal superior (CANTERI et al., 2012; WONG; COLOMBO; SONVICO, 2011).

### 3.2 MARACUJÁ

O maracujá é uma fruta tropical com mais de 500 espécies, em que aproximadamente 400 espécies são do gênero *Passiflora*, conhecido como maracujá amarelo. A origem do nome maracujá vem do Tupi-Guarani e significa *alimento que se toma de sorvo* ou *alimento em forma de cuia*. Os primeiros registros da planta do gênero *Passiflora* foram feitas no século 16. O maracujá está, por exemplo, citado na obra “Tratado descritivo do Brasil”, do ano de 1587, pelo português Gabriel Soares de Sousa que a descreve como “exótica com múltiplas potencialidades alimentares, ornamentais e medicinais” (FALEIRO e JUNQUEIRA, 2016).

O maracujá amarelo é o mais cultivado e processado no mundo para produção de sucos e polpas, e o Brasil é o maior produtor e exportador do fruto tendo a região



Nordeste como maior produtora do país (MELETTI, 2011; NASCIMENTO, 2014; PINHEIRO, 2007).

Apesar da grande produção do maracujá no Brasil (Tabela 1), sua exportação ocorre em pequenas escalas, na forma de frutas e principalmente sucos concentrados, tendo como principal destino países europeus. O fato de ser uma fruta exótica e com alto preço de mercado contribui para sua baixa exportação. Cerca de 1,5% da produção no Brasil é exportada e o restante consumido pelo mercado nacional (MELETTI, 2011; NASCIMENTO, 2014).

Tabela 1 - Quantidade produzida, valor da produção, área plantada e área colhida da lavoura de maracujá no ano de 2017.

<b>Brasil e Regiões</b>	<b>Área colhida (Hectares)</b>	<b>Quantidade produzida (Toneladas)</b>	<b>Valor da produção (Mil Reais)</b>
<b>Brasil</b>	41.090	554.598	870.810
<b>Norte</b>	3.673	47.291	117.492
<b>Nordeste</b>	27.868	337.881	455.371
<b>Sudeste</b>	5.025	81.480	146.599
<b>Sul</b>	3.642	72.029	109.117
<b>Centro-Oeste</b>	882	15.917	42.230

Fonte: IBGE (2017).

Devido à grande quantidade de maracujá produzido e processado, há uma elevada produção de resíduo, compostos principalmente de casca e sementes da fruta que representam mais 70% da composição da fruta, como é possível observar na Tabela 2 (NASCIMENTO, 2014; PINHEIRO, 2007).

Tabela 2 - Composição do maracujá.

<b>MARACUJÁ</b>	<b>Componente (%)</b>
Casca	50,3
Suco	23,2
Sementes	26,2

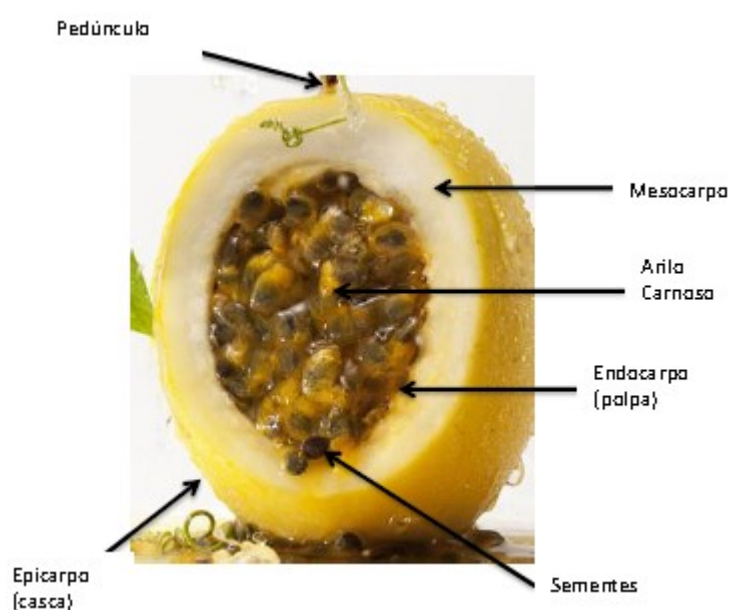
Fonte: Pinheiro, 2007.

Essas cascas e sementes rejeitadas do processo são normalmente reaproveitadas por produtores rurais na alimentação animal, porém, a fim de obter subprodutos com maior valor agregado esses resíduos podem ser utilizados para

obter novos compostos. Das sementes pode-se extrair o óleo e a casca pode ser utilizada para enriquecer em fibras produtos alimentícios, e também para a extração da pectina. Devido as grandes sobras de cascas e sementes se torna de interesse econômico e científico o reaproveitamento dessas partes (PINHEIRO, 2007; SANTOS, 2015).

Na Figura 2, encontra-se um corte de um fruto, sendo possível visualizar a estrutura física do maracujá amarelo e a indicação de algumas partes em destaque.

Figura 2 - Estrutura do maracujá amarelo.



Fonte: Nascimento (2014).

### 3.3 FILMES ISOLADOS PARA VEICULAÇÃO DE PRINCÍPIOS ATIVOS

A busca de novas formulações para o desenvolvimento de veiculações para princípios ativos é de interesse da indústria farmacêutica e química, a fim de atender a melhora de algumas propriedades como disfarçar sabores ou odores desagradáveis, redução da sua toxicidade, otimização da estabilidade dos biofilmes formados e liberação do fármaco em sítios alvos determinados; sendo este último um grande desafio, pois dependendo do material a ser utilizado no filme haverá interações diferentes com obstáculos químicos e biológicos do corpo humano (SEVERINO et al., 2011; SOUTO-MAIOR et al., 2008).

Após o filme ser ingerido, ocorrerá a liberação do agente ativo devido à difusão através da matriz polimérica. Essa difusão nada mais é do que um fenômeno de transferência de massa em que as moléculas individuais de uma substância, por meio de movimentos aleatórios e associado a um gradiente de concentração, difundem-se para o meio menos concentrado até o equilíbrio químico ocorrer dado um tempo (BIERHALZ, 2010). O mecanismo de difusão pode ocorrer de maneira rápida ou lenta, dependendo da massa molar das moléculas, sendo necessário aplicar mecanismos de erosão para acelerar a liberação do princípio ativo (SOUTO-MAIOR et al., 2008).

### 3.3.1 Tipos de polímero

Dependendo do polímero utilizado, as características e as propriedades funcionais do filme são influenciadas diretamente. Os polímeros utilizados para formação dos filmes podem ser naturais ou sintéticos. Os polímeros naturais são constituídos por polissacarídeos, proteínas e peptídeos, utilizados na preparação de micropartículas poliméricas e como transportadores coloidais. Estes, apresentam como vantagem maior biodisponibilidade dos princípios ativos devido a sua bioadesão a mucosas, como ocular, nasal, urinária, gastrointestinal e vaginal e têm como desvantagem a dificuldade de purificação, acarretando em lotes produzidos com purezas diferentes (SOUTO-MAIOR et al., 2008).

Os polímeros sintéticos mais utilizados para preparação de veiculadores de fármacos são hidrossolúveis, formados por polianídridos alifáticos, poliorganofosfazenos, poliestireno, poliácridatos e poliésteres alifáticos, tais como, éteres de celulose, poli (álcool vinílico) (PVA), poli (óxido de etileno) (PEO), PVP e copovidona (HARIHARAN e BOGUE, 2009). Apresentam maior custo para produção e maior risco tóxico devido ao seu potencial antigênico, porém apresentam ótima reprodutibilidade e por isso trazem maior segurança como mecanismo de transporte de fármacos (SOUTO-MAIOR et al., 2008).

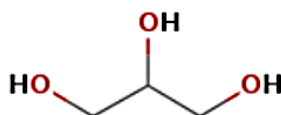
### 3.3.2 Plastificantes

Alguns filmes, após a etapa de secagem, costumam apresentar quebradiços e rachaduras na sua estrutura, sendo pouco adequados para uso. Para solucionar esse problema são utilizados agentes plastificantes com o objetivo de melhorar a flexibilidade e extensibilidade do filme, devido a capacidade dos plastificantes de diminuir as forças intermoleculares e aumentar a mobilidade das cadeias moleculares do polímero (BATISTA, 2004).

Ainda segundo Batista (2004), a incorporação do plastificante com o filme causa mudanças nas propriedades mecânicas e físico-químicas, afetando na adesão do filme, na solubilidade, na resistência a tração e transição vítrea. De tal forma, deve-se levar em consideração na escolha do plastificante a compatibilidade com o polímero e o solvente. O plastificante deve também apresentar baixa volatilidade, ser atóxico, e miscível; evitando a separação de fases durante o processo de secagem. Uma boa compatibilidade, geralmente, é obtida quando o plastificante e o polímero possuem estruturas químicas similares (SOTHORNVIT e KROCHTA, 2005).

De acordo com Hariharan e Bogue (2009), em biofilmes costuma-se empregar plastificantes como monossacarídeos, oligossacarídeos (glicose, frutose e sacarose), polióis (glicerol e sorbitol) e lipídios (ácidos graxos e tensoativos). O glicerol possui uma boa interação com a pectina. Com base nos estudos de Camargo et al. (2013) a adição de glicerol e nanopartículas de  $Mg(OH)_2$  no preparo de filmes de pectina apresentou mudanças das propriedade mecânicas do filme, sendo que com o aumento da concentração de glicerol houve uma diminuição da rigidez dos filmes deixando-os mais extensíveis. A estrutura química do glicerol está representada pela Figura 3.

Figura 3 - Estrutura química do glicerol.



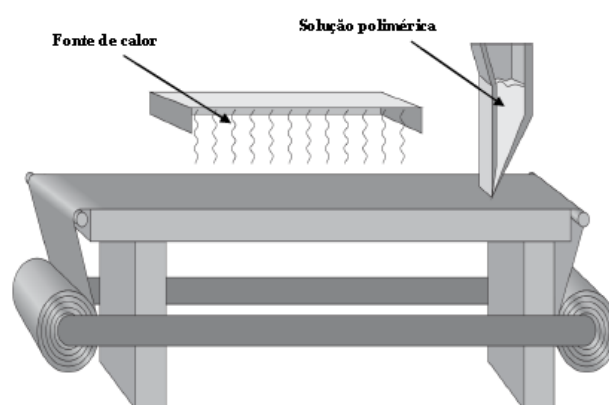
Fonte: NIST (2019).

### 3.3.3 Preparação de filmes

São três as técnicas mais utilizadas para formação dos filmes: *Solvent Casting*, *Hot Melt Extrusion* e *Print Technologies*.

A técnica de *Solvent Casting* é a mais simples, baseada na homogeneização do princípio ativo, do polímero e de outros componentes em solventes adequados. Após isso, a mistura é disposta em recipientes adequados e passa por um processo de secagem (ALVES, 2009). Na Figura 4, um esquema de um equipamento de produção de filmes que utiliza esta técnica é apresentado.

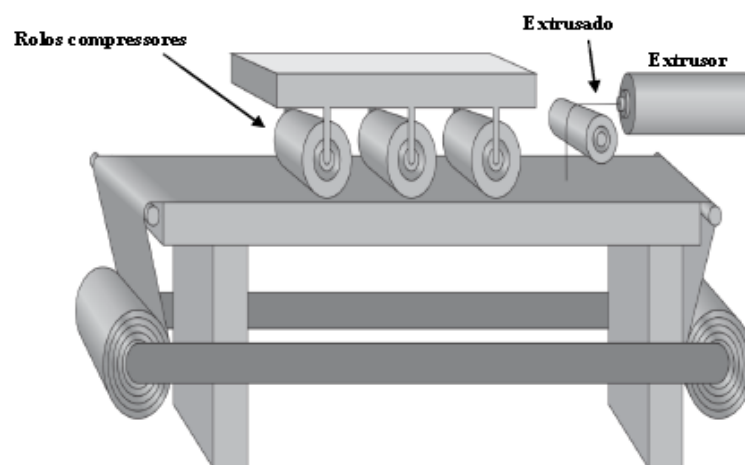
Figura 4 - Representação de um equipamento de produção de filmes pela técnica de *Solvent Casting*.



Fonte: Fernandes (2017).

A técnica de *Hot Melt Extrusion* (HME), ou extrusão à quente, é bastante empregada na indústria de plásticos e farmacêutica. Consiste em homogeneizar e aquecer até altas temperaturas um carreador, em seu estado fundido, e o princípio ativo, o que resulta em uma dispersão sólida (SINGH et al., 2011). Apresenta a vantagem de não ser necessária a utilização de solventes, tornando o processo mais rápido e seguro, aumentando sua viabilidade para produções em larga escala. Por fim, a mistura passa por rolos compressores, obtendo a forma de um filme, como é possível observar na Figura 5 (FERNANDES, 2017).

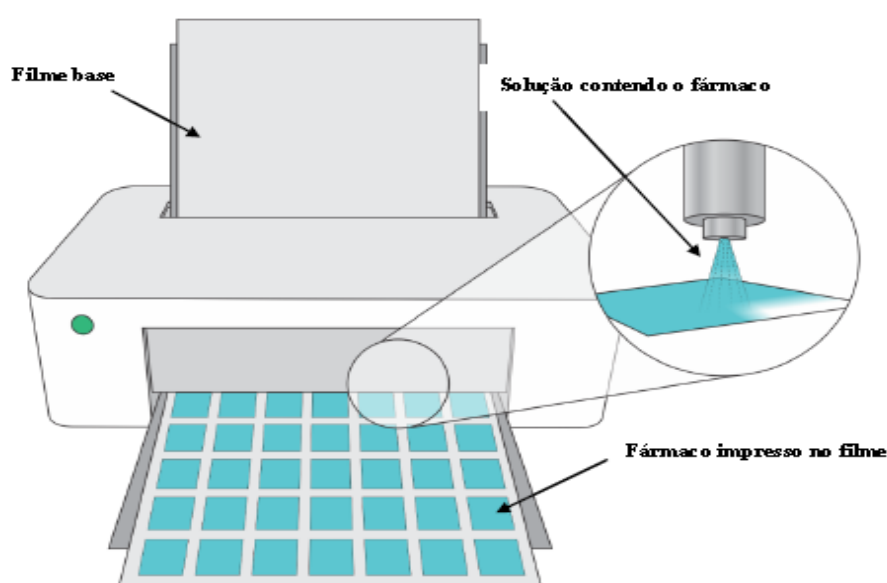
Figura 5 - Representação de um equipamento para produção de filmes de pectina pela técnica de Hot Melt Extrusion.



Fonte: Fernandes (2017).

Já na técnica de *Printing Technologies*, ou tecnologias de impressão, jatos de tintas são feitos com o princípio ativo dissolvido em uma solução com propriedades viscosas e tensão de superfície adequadas para impressão, sendo esses jatos impressos em filmes previamente formados. Por não participar do processo de produção do filme, esta técnica apresenta menos riscos de degradação do fármaco (FERNANDES, 2017). A Figura 6 contém uma representação gráfica da técnica.

Figura 6 - Representação da tecnologia de impressão de fármacos.



Fonte: Fernandes (2017).

### 3.3.4 Qualidade dos filmes

Os filmes devem apresentar uniformidade na sua produção para cada tipo de fármaco. Para tanto, suas propriedades devem ser testadas para que o princípio ativo possa atuar sem que haja rupturas ou liberação em regiões indesejadas do organismo (FERNANDES, 2017; HAAS, 2011).

A determinação da espessura dos filmes é uma medida direta para se avaliar a uniformidade desses materiais e a repetibilidade da medida de suas propriedades. Define-se como espessura a distância perpendicular entre duas superfícies principais do material. Conhecendo-se a espessura é possível obter informações sobre a resistência mecânica e as propriedades de barreira aos gases e ao vapor d'água do material (OLIVEIRA et al., 1996). Já o controle da espessura dos filmes é difícil, principalmente nos processos de produção do tipo *Solvent casting* (SOBRAL, 1999).

Algumas propriedades macroscópicas, químicas e mecânicas também são analisadas. Entre as propriedades macroscópicas estão, além da espessura, a maleabilidade, formação de bolhas e a uniformidade da cor. As propriedades químicas estudadas são a solubilidade, o tempo de desintegração do filme e a uniformidade das doses contidas no filme. Já as propriedades mecânicas avaliadas são a resistência a tração, o módulo de elasticidade de Young e a porcentagem para alongação (HAAS, 2011).

### 3.3.5 Caracterização dos filmes

#### 3.3.5.1 Espessura

A espessura dos biofilmes apresenta grande importância. Segundo os estudos de Cuq *et al.*(1996) e Park e Chinnan (1995) essa propriedade está relacionada com diversas propriedades funcionais como tensão na ruptura e permeabilidade ao vapor de água e gases O<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub>, além de ser um critério avaliado na repetibilidade e comparação dos biofilmes.

Para técnica de *Solvent casting* costuma-se fixar a massa ou volume para uniformidade da espessura dos biofilmes nas placas de secagem (BIERHALZ, 2010).

### 3.3.5.2 Solubilidade em água

A solubilidade em água é um dos parâmetros responsáveis para determinar a aplicação do polímero. Biofilmes destinados a produção de embalagens ou revestimentos de produtos alimentícios devem ser insolúveis em meio aquoso para impedir o contato da umidade com o item armazenado, garantindo a sua integridade. Enquanto biofilmes destinados a área farmacêutica, como comprimidos para consumo via oral, devem apresentar solubilidade adequada para que haja a correta destinação do fármaco para a região a ser tratada durante o consumo (BIERHALZ, 2010).

### 3.3.5.3 Propriedades mecânicas

O estudo das propriedades mecânicas do biofilme permite avaliar as interações moleculares entre os componentes e a quantidade de energia que o filme absorve antes do seu rompimento. Dependendo da aplicação, o biofilme deve apresentar resistência à ruptura e alongamento adequado. A natureza do filmogênica do material, a formulação do biofilme, o uso de plastificante e a metodologia utilizada na produção são fatores que afetam diretamente nas propriedades mecânicas (ARENAS, 2012).

Essas propriedades podem ser avaliadas pelo teste de tração, no qual é aplicada uma força no filme, sendo registrada a deformação até atingir o rompimento, formando uma curva de tensão na ruptura *versus* deformação do filme (OLIVEIRA *et al.*, 1996).

A estrutura molecular do material utilizado na produção dos biofilmes interfere nas suas propriedades mecânicas. Alguns polissacarídeos por apresentarem uma cadeia de estrutura linear possuem pouco alongamento e alta resistência a tração, enquanto as proteínas que apresentam uma estrutura mais complexa possuem alto alongamento e resistência a tração moderada (CHEN, 1995).



## 4 PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS

### 4.1 MARACUJÁ AMARELO

Os maracujás amarelos (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*) foram adquiridos no mercado local da cidade de Francisco Beltrão – PR durante os meses de março e abril de 2019. As frutas selecionadas eram maduras e tinham coloração semelhantes, além de serem da mesma safra.

### 4.2 REAGENTES QUÍMICOS

Todos os reagentes utilizados nos experimentos foram de grau analítico, sem tratamento prévio. Para a etapa da extração e isolamento da pectina, utilizou-se o ácido cítrico (marca IMPEX) e álcool etílico absoluto (marca QUÍMICA ORGÂNICA). Na determinação do grau de esterificação da pectina foram utilizadas soluções de NaOH 0,1N e HCl 0,1N. E para a produção do biofilme foi utilizado o glicerol (marca Cap-Lab).

### 4.3 PREPARO DO FRUTO

Primeiramente houve o preparo da casca do maracujá. Os frutos foram lavados em água corrente e com o auxílio de uma faca o fruto foi cortado ao meio e teve sua polpa e sementes retiradas. E em seguida, a casca (epicarpo) unida ao mesocarpo do maracujá foi cortada em pequenos pedaços, despejada em bandejas e submetida a um processo de secagem em estufa (marca LUCADEMA), a uma temperatura de 70 °C por 24 horas. Após a secagem, o material seco foi triturado em liquidificador (marca Mondial, modelo L-25), até formar uma farinha fina, armazenada em sacos de poliestireno e mantida sob refrigeração em refrigerador doméstico (marca BOSH) a 4 °C. Com a farinha obtida da casca do maracujá iniciou-se a extração da pectina.

As Figuras 7, 8, 9 e 10 mostram as etapas pré-remoção da polpa, corte e secagem das cascas, e a farinha obtida, respectivamente.

Figura 7 - Maracujá amarelo antes de ser retirado a polpa e as sementes.



Fonte: Autoria própria (2019).

Figura 8 - Casca do maracujá cortada em pequenas fatias.



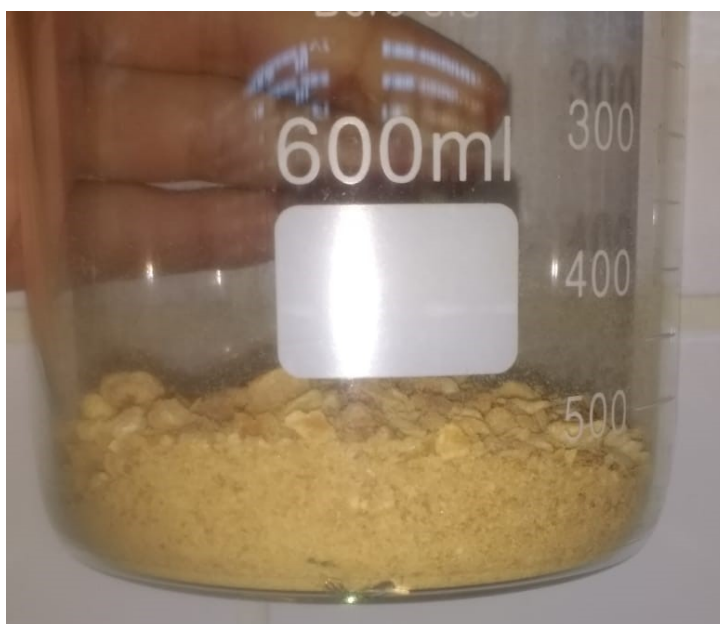
Fonte: Autoria própria (2019).

Figura 9 - Casca do maracujá amarelo após a secagem em estufa.



Fonte: Autoria própria (2019).

Figura 10 - Farinha de casca de maracujá amarelo.



Fonte: Autoria própria (2019).

#### 4.4 EXTRAÇÃO DA PECTINA

Com base nos estudos de Pinheiro (2007), Nascimento (2014) e Santos et al. (2018), a temperatura, o pH e o tempo de extração são propriedades que afetam diretamente na extração da pectina e no grau de esterificação da pectina extraída. Como o trabalho tem objetivo de produzir biofilmes com uma pectina de alto grau de esterificação, foram utilizadas as melhores condições de extração abordadas nos estudos citados. O processo de extração da pectina ocorreu, portanto a 95 °C, em pH 2, e com agitação por 90 minutos.

A farinha do maracujá foi homogeneizada em um *erlenmeyer* com solução de ácido cítrico, seguindo a proporção de 1:50 (soluto / solvente), logo, 50 mL da solução de ácido cítrico (pH 2) é utilizado para cada grama da farinha de maracujá.

A solução foi aquecida em chapa de aquecimento com agitação (marca SOLAB, modelo SL-091), com o auxílio de barras magnéticas revestidas de teflon, para proporcionar uma maior transferência de calor e massa entre a farinha do maracujá e a solução de ácido cítrico, aumentando a quantidade de pectina extraída.

Em um béquer com capacidade de 1000 mL, foi colocado óleo mineral para ser aquecido até a temperatura de operação, após atingir a temperatura, o *erlenmeyer* com a mistura da farinha de maracujá e da solução de ácido cítrico junto de uma barra magnética foi disposto no óleo para que ocorresse o aquecimento com agitação da solução.

Após atingir o período de extração (90 minutos), a solução foi filtrada a vácuo com papel e o filtrado foi centrifugado em centrífuga (marca MTD III, modelo PLUS) a 3500 rpm por 30 minutos para eliminar impurezas restantes no filtrado, e o sobrenadante foi separado. O sobrenadante foi misturado com álcool etílico por 10 minutos, sendo utilizado a proporção de 1:2 (v / v), ou seja, para o volume do sobrenadante é adicionado o dobro de álcool etílico. Após, a mistura a solução ficou em repouso por 1 hora para que ocorresse a precipitação da pectina. A pectina precipitada foi filtrada a vácuo e o precipitado foi seco em estufa (marca LUCADAMA, modelo 80/150) a 45 °C por 12 horas.

As Figuras 11, 12 e 13 mostram a estrutura montada na etapa de aquecimento da farinha do maracujá em solução ácida, a pectina úmida extraída e a pectina após a secagem em estufa, respectivamente.

Figura 11 - Estrutura montada para etapa de extração ácida da pectina da farinha do maracujá.



Fonte: Autoria própria (2019).

Figura 12 - Pectina extraída após etapa de filtração a vácuo.



Fonte: Autoria própria (2019).

Figura 13 - Pectina após secagem em estufa.



Fonte: Autoria própria (2019).

Após a etapa de secagem, a pectina seca foi pesada e com a massa das amostras foi possível calcular o rendimento da pectina através da Equação 1.

$$y_{pec} = \left( \frac{P}{P_i} \right) 100\% \quad (\text{Equação 1})$$

Sendo  $y_{pec}$  a porcentagem do rendimento da pectina,  $P$  a quantidade de pectina extraída em gramas e  $P_i$  a quantidade inicial de farinha da casca do maracujá. Para os experimentos essa quantidade inicial variou de 4 g a 8 g.

#### 4.5 DETERMINAÇÃO DO GRAU DE ESTERIFICAÇÃO

O grau de esterificação (GE) foi determinado pelo método de titulação potenciométrica de acordo com método descrito por Pinheiro (2007). Foi pesado 0,2 g da pectina seca em um béquer, essa pectina foi umedecida com álcool etílico 95% e em seguida foi adicionado 20 mL de água destilada a 40 °C. A solução foi agitada por 2 horas para que ocorresse a dissolução do polímero e foi titulada com solução de NaOH 0,1 N com fenolftaleína como indicador. O volume consumido foi anotado como titulação inicial ( $T_i$ ). Depois foi adicionado 10 mL de NaOH 0,1 N e a solução foi agitada por mais 2 horas para que ocorresse a saponificação dos grupos carboxílicos



esterificados do polímero. Após o período, adicionou-se 10 mL de HCl 0,1 N à solução e realizou-se mais uma titulação com NaOH 0,1 N. Com o volume consumido na titulação final ( $T_f$ ) foi possível determinar o número de grupos carboxílicos esterificados através da Equação 2:

$$\%DE = \left( \frac{T_f}{T_f + T_i} \right) \times 100 \quad (\text{Equação 2})$$

Sendo  $T_i$  o total de mL de NaOH consumido na titulação inicial e  $T_f$  o total de mL consumido na titulação final.

As Figuras 14 e 15 mostram a pectina solubilizada com a presença do indicador fenolftaleína antes da titulação com NaOH e após ser titulado.

Figura 14- Pectina solubilizada em água destilada mais o indicador fenolftaleína antes e após à titulação com NaOH.



Fonte: Autoria própria (2019).

#### 4.6 PRODUÇÃO DO BIOFILME

O biofilme foi obtido utilizando a técnica de *Solvent casting* seguindo a metodologia de Fernandes (2017) com algumas modificações, visto que foi utilizada apenas a pectina como polímero natural. Também, foi considerada a quantidade de pectina utilizada de acordo com o experimentos bem sucedidos na formação dos biofilmes, e somente as pectinas com alto grau de esterificação foram selecionadas para a produção do biofilme.

Os biofilmes foram produzidos seguindo as composições apresentadas na Tabela 3.

Tabela 3 - Composição dos biofilmes.

Experimento	Massa pectina (g)	Massa glicerol (g)
BF1	0,6	0,5
BF2	0,6	0,5
BF3	0,9	1,5

Fonte: Autoria própria (2019).

Os biofilmes correspondentes aos experimentos 1 e 2 foram feitos em duplicatas para avaliar a espessura, solubilidade, umidade e propriedades mecânicas do filme além das suas características visuais. Enquanto no filme correspondente ao experimento 3, foi utilizado uma a proporção 3:5 para avaliar a característica do filme com maior quantidade de glicerol.

Diferente da metodologia utilizada por Fernandes (2017) que usou 0,3 g de pectina e 0,3 g de goma gelana, a quantidade utilizada de goma foi substituída por uma quantia igual da pectina extraída.

A pectina foi inicialmente pesada e solubilizada em 100 mL de água destilada sob agitação a temperatura de 50 °C em agitador com aquecimento (marca SOLAB, modelo SL-091) por 2 horas. Após completar o período, o glicerol foi adicionado à solução e homogeneizado por 2 horas. Em seguida, a dispersão coloidal foi vertida em placas de Petri (10x10x1cm) e submetida a secagem em estufa (marca LUCADEMA, modelo 80/150) a 40 °C por 24 horas. Após a secagem, o biofilme foi retirado da estufa e armazenado em dessecador.

## 4.7 ANÁLISE DE PROPRIEDADES DO FILME

### 4.7.1 Espessura

A espessura foi determinada pela média aritmética de dez medidas de partes retiradas aleatoriamente do filme, utilizando-se um micrometro digital com resolução de 0,001 mm (marca INSIZE, modelo 0-025 X).

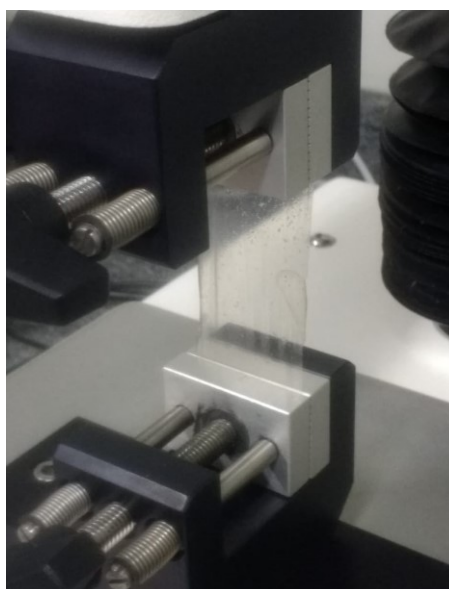


#### 4.7.2 Propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas foram avaliadas de acordo com a resistência a tração e porcentagem de alongação na ruptura com o auxílio de um Texturômetro (marca Stable Micro System, modelo TA.XT2) sendo retiradas fatias aleatórias das extremidade e do centro da placa contendo o biofilme.

O filme foi cortado em formato retangular com 7 cm de comprimento e 3 cm de largura, e foi preso no texturômetro para a realização dos testes mecânicos como mostrado na Figura 16.

Figura 15 - Biofilme durante o processo de alongação em Texturômetro.



Fonte: Autoria própria (2019).

A partir dos dados obtidos, foram calculados a tensão de ruptura e o percentual de alongação dos biofilmes utilizando as equações 3 e 4.

$$TR = \frac{F_m}{A_s} \quad (\text{Equação 3})$$

$$A = \frac{d}{d_0} \times 100 \quad (\text{Equação 4})$$

Sendo TR a tensão de ruptura (Pa),  $F_m$  é a força máxima no rompimento (N),  $A_s$  é a seção transversal de amostra do filme ( $\text{mm}^2$ ), A é o alongamento na ruptura (%), d é a distância final de separação das garras (cm) e  $d_0$  é a distância inicial de separação das garras (cm).

#### 4.7.3 Umidade

Em triplicatas, as amostras foram pesadas em placas *Petri* e submetidas a secagem em estufa (marca LUCADEMA, modelo 80/150) a 105 °C por 24 horas. Após este tempo, imediatamente foram dispostas em dessecador por 30 minutos e em seguida as amostras foram pesadas. Por meio da diferença de massa das amostras após a secagem foi possível determinar o teor de umidade de acordo com a Equação 5.

$$U = 100 - \left( \frac{M_s}{M_t} \right) \times 100 \quad (\text{Equação 5})$$

Sendo  $U$  o teor de umidade na amostra (%),  $M_t$  a massa total da amostra (g) e  $M_s$  a massa da amostra após a secagem (g).

#### 4.7.4 Solubilidade

A solubilidade em água foi determinada de acordo com a metodologia proposta por Gontard et al. (1993). Em triplicatas, as amostras em forma circular (2 cm de diâmetro), resultantes da análise espessura e propriedade mecânica, foram secas à 105 °C em estufa por 24 horas (marca LUCADEMA, modelo 80/150), pesadas e solubilizadas em um *becker* com 50 mL de água destilada. Por 24 horas o sistema foi mantido em agitação em agitador magnético e após o período a amostra foi seca à 105 °C em estufa por mais 24 horas para determinar a massa seca do material não solubilizado. A solubilidade foi calculada pela Equação 6.

$$SOL = \left( \frac{M_i - M_f}{M_i} \right) \times 100 \quad (\text{Equação 6})$$

Sendo  $SOL$  a porcentagem da massa seca inicial solubilizada (%),  $M_i$  a massa inicial do material seco (g) e  $M_f$  a massa final do material seco não solubilizado (g).

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 EXTRAÇÃO DA PECTINA

Os resultados obtidos para o rendimento da pectina e o grau de esterificação estão apresentados na Tabela 4. O grau de esterificação das pectinas extraídas variou de 21,11% a 70% e o rendimento variou de 5,35% a 21,88%.

Tabela 4 - Rendimento e grau de esterificação da pectina extraída do maracujá em agitador magnético com aquecimento a 95 °C por 90 min e pH 2.

<b>Experimentos para obtenção da pectina</b>	<b>Massa extraída seca (g)</b>	<b>Rendimento da pectina (%)</b>	<b>Grau de Esterificação (%)</b>
1	0,644	16,10	47,82
2	0,387	9,67	44,60
3	0,38	9,50	51,42
4	0,28	7,00	48,64
5	0,2143	5,35	61,53
6	0,37	9,25	54,83
7	0,5604	14,01	52,94
8	0,4377	10,94	70,00
9	0,3467	8,66	65,71
10	0,3387	8,46	62,50
11	0,3236	8,09	60,86
12	0,4889	12,22	41,30
13	0,2447	6,11	47,27
14	0,8557	10,69	60,71
15	1,7504	21,88	67,85
16	0,95	11,87	29,41
17	0,6	7,5	21,11

Fonte: Autoria própria (2019).

Para a produção dos biofilmes com a pectina de alto grau de esterificação extraída do maracujá era necessário ter um grande estoque de amostras. Porém após a extração a massa obtida de pectina era insuficiente sendo necessário realizar várias vezes o procedimento. Sendo assim, foram feitas algumas alterações, como aumentar

a massa de farinha da casca do maracujá amarelo de 4 g para 8 g no processo de extração da pectina. Na Tabela 4 os experimentos do 1 ao 13 foram feitos utilizando 4 gramas da farinha da casca do maracujá, já os experimentos 14, 15, 16 e 17 foram feitos utilizando 8 gramas da farinha.

O aumento da farinha proporcionou um aumento na extração da pectina, porém obteve-se grande variação de massa, principalmente entre os experimentos 15 e 17 de mais de 1 grama de pectina extraída de diferença.

Alguns fatores podem ter sido responsáveis para essa variação no rendimento da pectina e também do grau de esterificação. Os agitadores com aquecimento utilizados levavam bastante tempo para atingir a temperatura de extração e quando a atingia, devido ao grande calor produzido pela chapa chegava a ultrapassar a temperatura determinada para a extração, sendo necessário estar avaliando e controlando a temperatura para mantê-la na faixa de operação. De acordo com os experimentos de Nascimento (2014), temperaturas acima de 100 °C no processo de extração podem causar uma degradação da pectina, diminuindo a quantidade a ser precipitada no álcool e formando um gel fraco influenciando no rendimento e no grau de esterificação da pectina.

Outro fator responsável pela variação dos resultados foi a agitação do experimento, visto que os agitadores utilizados apresentavam agitações irregulares sendo necessário também estar controlando e observando se os experimentos estavam sendo agitados corretamente.

A Tabela 4 mostra também que o experimento 15 com as condições de operação apresentou o melhor rendimento de pectina e teve o segundo maior grau de esterificação, 67,85%, ficando atrás do experimento 8 que apresentou um grau de esterificação de 70%. O grau de esterificação apresentou valores de acordo com os obtidos por Pinheiro (2007) que realizou o experimento para diferentes temperaturas, pH e tempo de extração. Nascimento (2014) realizou o experimento com e sem agitação durante a fase de extração variando as condições operacionais (pH, temperatura e tempo de extração) e obteve rendimento inferior e grau de esterificação próximos no experimento realizado com aquecimento e agitação. Arrigoni et al. (2018) também variou as condições operacionais e obteve o melhor resultado que os demais, chegando a extrair pectina com grau de esterificação de 85,53%.

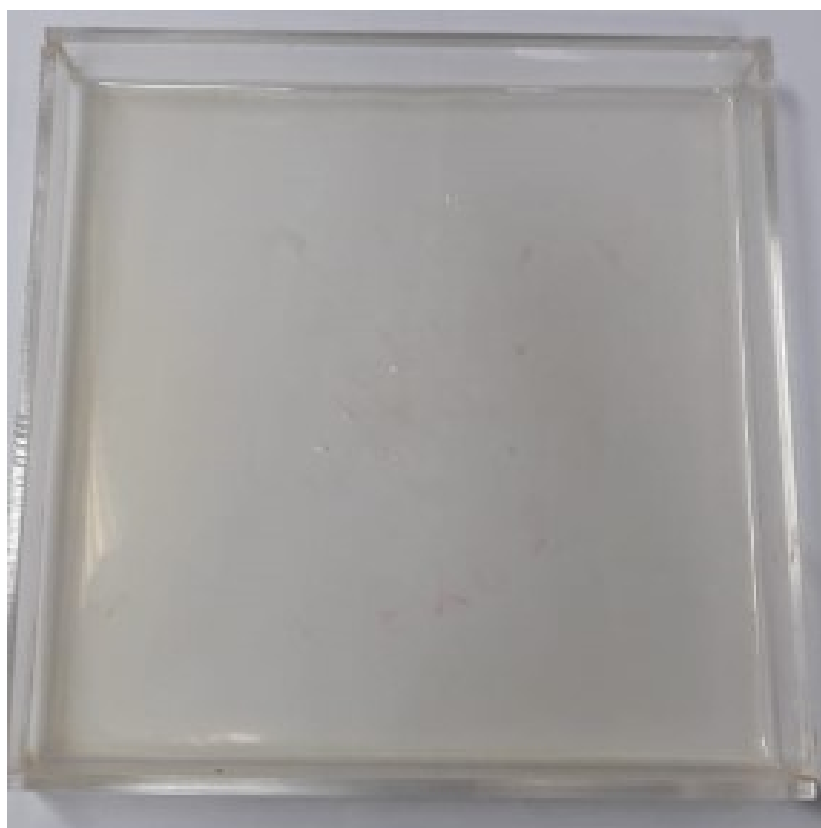
## 5.2 FILMES DE PECTINA

Os biofilmes produzidos com a pectina extraída da casca do maracujá foram avaliados quanto às suas características visuais, espessura, umidade, solubilidade e resistência à tração.

### 5.2.1 Características visuais

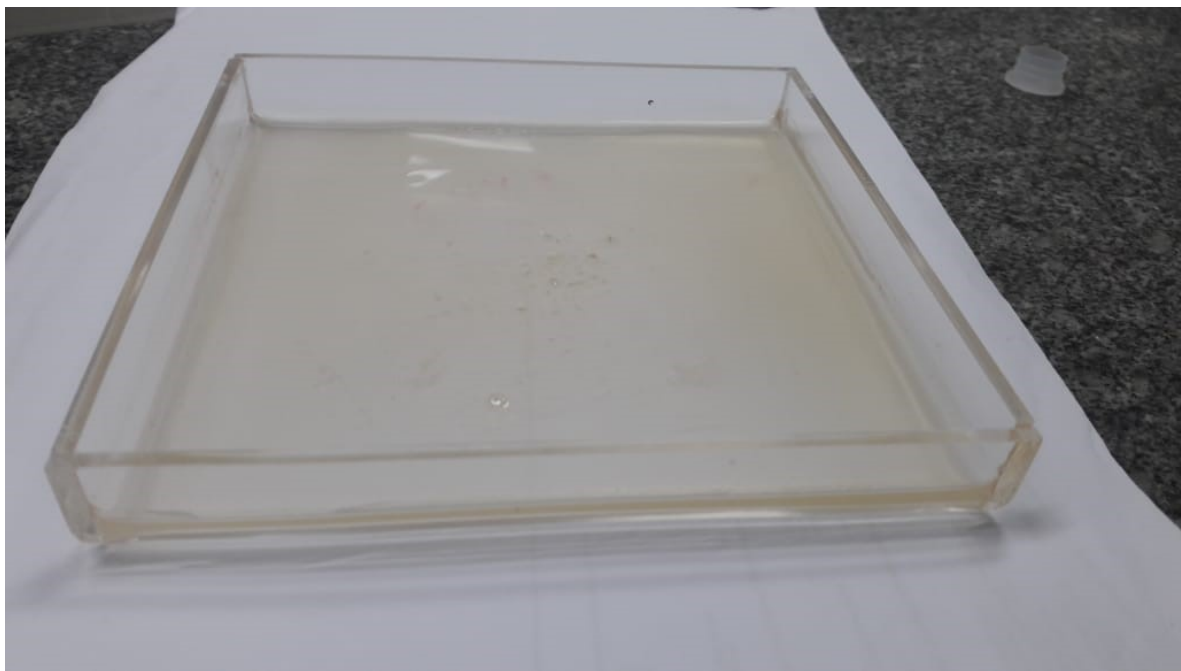
Os biofilmes produzidos podem ser vistos nas Figuras 17, 18, 19 e 20. Analisando visualmente, os três filmes eram semelhantes, apresentando coloração transparente, sem rachaduras, com a presença de algumas pequenas bolhas e um leve desnível na distribuição do filme pela placa (Figuras 17 e 18). O filme tinha a geometria quadrada da placa (Figura 19), e também foi possível notar que ao retirar o filme do dessecador ele absorvia água rapidamente passando a ter uma coloração amarronzada (Figura 20).

Figura 16 - Vista superior do filme na placa.



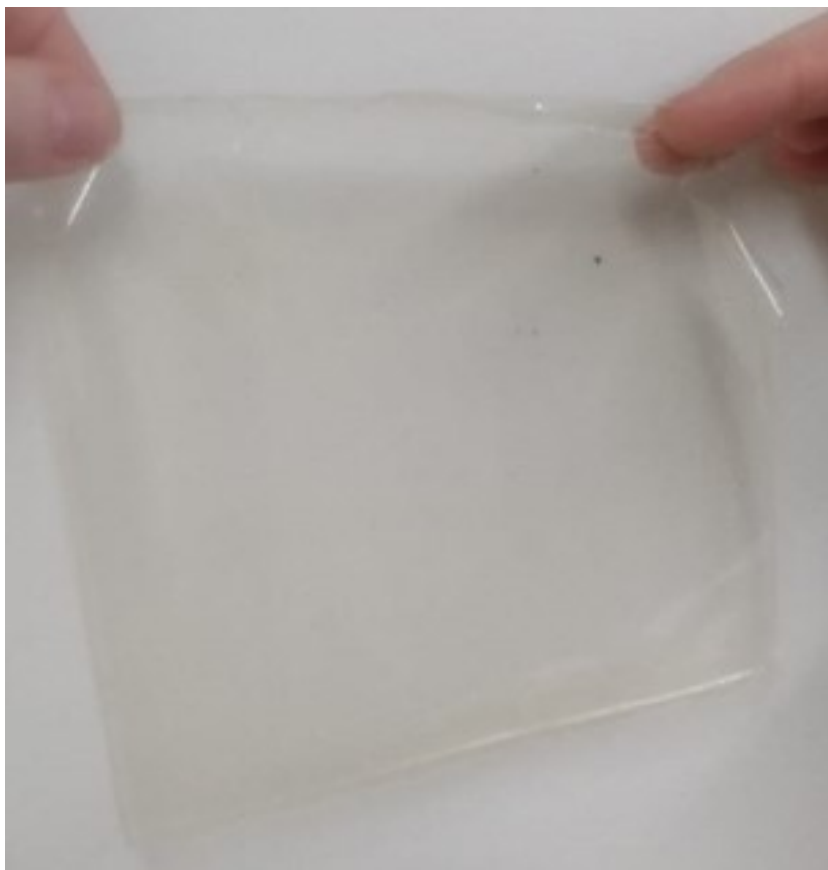
Fonte: Autoria própria (2019).

Figura 17 - Vista lateral do filme na placa.



Fonte: Autoria própria (2019).

Figura 18 - Filme após ser retirado da placa.



Fonte: Autoria própria (2019).

Figura 19 - Pedaco do filme após um pequeno período exposto a umidade do ar.



Fonte: Aatoria própria (2019).

A pectina foi bem dissolvida antes da solução ser vertida nas placas de acrílico dando a coloração transparente ao filme. Porém, devido a variações na agitação e no momento de verter a solução na placa pode ter ocorrido a formação das bolhas. Araújo (2014) produziu filmes finos de amido de milho e parafina e relatou que a forte agitação, sem controle de rotações determinadas, causou incorporação de ar nos filmes obtidos.

### 5.2.2 Espessura

A espessura média dos biofilmes produzidos neste trabalho está expressa na Tabela 5.

Tabela 5 - Espessura média dos biofilmes produzidos.

Experimento	Espessura média (mm)*
BF1	0,088 ± 0,016
BF2	0,076 ± 0,009
BF3	0,134 ± 0,013

\*Média ± desvio padrão das repetições.

Fonte: Aatoria própria (2019).

Os biofilmes BF1 e BF2 que foram feitos com a mesma concentração de pectina e glicerol apresentaram espessura média próxima. Fernandes (2017) usou as

mesmas concentrações de glicerol e combinou a pectina com a goma gelana além da adição de 0,1 g de acetono de triancinolona, o fármaco do seu biofilme e obteve espessura um pouco maior. Essas alterações na composição do filme foram os fatores responsáveis pelo aumento da espessura, devido a diferença de massa molecular entre os biopolímeros utilizados. Portanto, infere-se que no presente trabalho, o uso apenas da pectina na produção de BF1 e BF2 fez com que houvesse uma maior compactação no arranjo molecular do biofilme, reduzindo a sua espessura (BIERHALZ, 2010).

Sriamornsak e Kennedy (2008) compararam filmes de pectina com de alginato. Os autores observaram que os filmes compostos com pectina apresentaram menor espessura, devido a menor massa molecular da pectina, em relação ao alginato, obtendo valores de espessura média de 0,075 mm, valor próximo ao obtido por este trabalho para o biofilme BF2.

O biofilme BF3 era constituído com o triplo de glicerol e aproximadamente o triplo de pectina. Como esperado, apresentou espessura maior do que BF1 e BF2, porém apesar de ter quase o triplo da concentração a espessura não variou da mesma forma devido a compactação molecular entre o biopolímero e o glicerol.

### 5.2.3 Umidade e Solubilidade

A umidade e a solubilidade em água foram determinadas em triplicatas para os biofilmes BF1 e BF3 e os respectivos dados estão representados na Tabela 6.

Tabela 6 - Umidade e solubilidade em água dos biofilmes BF1 e BF3.

<b>Biofilme</b>	<b>Umidade (%)</b>	<b>Solubilidade em água (%)</b>
<b>BF1</b>	62,05 ± 1,133	27,31 ± 14,29
<b>BF3</b>	63,98 ± 7,726	68,06 ± 1,61

Média ± desvio padrão das repetições.

Fonte: A autoria própria (2019).

O BF2 não foi avaliado, pois tinha a mesma composição que o BF1, e de tal forma foram comparado os biofilmes BF1 e BF3 que apresentavam composições diferentes, permitindo analisar a influência do polímero e do plastificante na solubilidade e umidade do filme.



Os dois filmes apresentaram umidade semelhantes, porém o BF3 apresentou um desvio padrão maior, indicando que haviam partes mais úmidas do que outras, visto que foram coletadas amostras de regiões diferentes da placa com o biofilme para o ensaio em triplicatas.

Já a solubilidade apresentou uma grande diferença entre os experimentos. O biofilme BF3, com quantidade maior de pectina e glicerol na sua composição apresentou maior solubilidade em água. A pectina possui natureza hidrofílica se dissolvendo rapidamente em água, e de acordo com os estudos de Da Silva *et al.* (2010) que avaliou diferentes temperaturas na etapa de secagem de géis de alginato, o aumento da temperatura na etapa de secagem dos géis causava perda do glicerol devido à evaporação. No presente trabalho, o mesmo pode ter acontecido na etapa de secagem da solução para avaliação da solubilidade em estufa a 105 °C.

#### 5.2.4 Propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas dos biofilmes foram avaliadas quanto à sua tensão a ruptura e alongamento. Os dados obtido estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Tensão de ruptura (TR) e percentual de alongamento (A) dos biofilmes.

Experimento	TR (kPa)	A (%)
<b>BF1</b>	1,115	24,77
	1,580	26,42
	1,655	32,95
	3,244	45,85
<b>BF2</b>	2,496	32,14
	1,408	15,00
	1,276	15,02
	2,213	27,91
	3,972	25,67
<b>BF3</b>	1,134	17,88
	1,796	26,33
	2,570	32,68
	2,150	44,79
	1,420	31,39

Fonte: A autoria própria (2019)

As três formulações para os biofilmes apresentaram valores de tensão de ruptura e alongamento semelhantes. A variação entre os valores pode estar relacionada com a distribuição do filme pela placa, pois as amostras para a análise em texturômetro foram retiradas de regiões diferentes da placa, ora presa em uma ou duas laterais (canto), ora tiradas do centro.

De acordo com BIERHALZ (2010), que confeccionou biofilmes de pectina e alginato utilizando cálcio como elemento reticulador e apresentou valores semelhantes no alongamento do filme, alegou que o baixo alongamento obtido não é suficiente para aplicá-lo como embalagens se comparado com filmes sintéticos, com altos valores para o alongamento e baixos valores para tensão de ruptura. Porém, neste trabalho, de caráter exploratório inicial, com poucas variáveis, preferiu-se não definir uma única aplicação para os biofilmes produzidos.

Fishman e Coffin (1995) indicaram que o baixo alongamento da pectina é devido ao fato das suas moléculas se apresentarem estendidas tanto no estado sólido quanto em solução, conseguindo se estender somente pelo deslizamento das suas cadeias uma após a outra o que pode causar uma ruptura antecipada do material.

## 6 CONCLUSÃO

A pectina extraída da casca do maracujá amarelo se mostrou uma alternativa para o desenvolvimento de biofilmes através de um método simples e de baixo custo, não sendo necessário utilizar solventes orgânicos ou agentes reticulantes na produção do filme.

A pectina extraída em meio ácido apresentou alto grau de esterificação e rendimento condizentes com a literatura. As condições de temperatura e pH se mostraram adequadas para obtenção de uma pectina com alto grau de esterificação, porém devem ser bem controladas, pois temperaturas acima de 100 °C e meios muito ácidos podem degradar a pectina, interferindo no seu rendimento.

Os filmes também apresentaram uma baixa resistência à tração e alongação. De acordo com a aplicação do filme as metodologias e as condições deverão ser variadas para atender as propriedades necessárias.

Os filmes produzidos neste trabalho apresentaram teor de umidade semelhantes para as duas composições e a solubilidade variou de acordo com a composição do filme.

Apesar de serem pouco espessos, os biofilmes produzidos, mesmo com a variação da pectina e do agente plastificante, mostraram-se atrativos visualmente, com leve coloração amarelada, característica da casca do maracujá, sem rachaduras e com pequenas bolhas dispersas oriundas da agitação da solução prévia à formação do filme.

## REFERÊNCIAS

- ALVES, J. S. Elaboração e caracterização de filmes finos de amido de milho e parafina. Dissertação (Mestrado), Departamento de Ciências dos Alimentos, Universidade Federal de Lavras, 2009.
- ARAÚJO, G. K. P. Desenvolvimento de filmes biodegradáveis de amido Incorporados com extrato de própolis. Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação, UTFPR, 2014.
- ARENAS, A. M. Z. Filme biodegradável à base de fécula de mandioca com potencial indicador de mudança de Ph. Dissertação apresentada à USP – Engenharia Química. 2012.
- ARRIGONI, B. M.; PUGET, F. P.; DAL-BÓ, V; SIMONELLI, G. Reaproveitamento da casca do maracujá amarelo (*passiflora edulis flavicarpa*) para a extração química da pectina com alto grau de esterificação. **ENCICLOPÉDIA BIOSFERA**, Centro Científico Conhecer, Goiânia, v.9, N.16; p.242, 2013.
- BASTOS, Valéria Delgado. Biopolímeros e polímeros de matérias-primas renováveis alternativos aos petroquímicos. **Revista do BNDES**, Rio de Janeiro, v.14, n.28, p. [201] -234, dez. 2007.
- BATISTA, J. A. Desenvolvimento, Caracterização e Aplicações de Biofilmes a Base de Pectina, Gelatina e Ácidos Graxos em Bananas e Sementes de Brócolos. Programa de pós graduação em engenharia de alimentos. UNICAMP, Campinas, 2004.
- BIERHALZ, Andréa Cristiane Krause. Confecção e caracterização de biofilmes ativos à base de pectina BTM e pectina BTM/alginato reticulados com cálcio. Programa de pós graduação em engenharia química. UNICAMP, Campinas, 2010.
- CAMARGO, L. A.; MOREIRA, F. K.V.; MARCONCINI. J. M.; MATTOSO, L. H. C. Avaliação do efeito de plastificante induzido pelo glicerol em filmes de pectin reforçados com nanopartículas de Mg(OH)<sub>2</sub>. Programa de pós graduação em ciência e engenharia de materiais. UFSCAR, São Paulo, 2013.
- CANTERI, M. H. G.; MORENO, L.; WOSIACKI, G.; SCHEER, A. P. **Pectina: da matéria-prima ao produto final**. *Polímeros*. 2012, vol.22, n.2, pp.149-157.
- CHEN, H. Functional properties and applications of edible films made of milk proteins. **Journal of Dairy Science**, v.78, n.11, p.2563-2583, 1995.
- CUQ, B.; GONTARD, N.; CUQ, J. L.; GUILBERT, S. Rheological model for the mechanical properties of myofibrillar protein-based films. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v.44, p.1116-1122, 1996b.
- DA SILVA, M. A., BIERHALZ, A. C. K., KIECKBUSCH, T. G. Effect of the gel membrane drying conditions on physical properties of alginate films. Trabalho

submetido ao 17th **International Drying Symposium (IDS)** Magdeburg, Alemanha (2010).

FALEIRO, F. G.; JUNQUEIRA, N. T. V. **Maracujá: o produtor pergunta, a Embrapa responde**. Brasília, DF: Embrapa, 2016. Disponível em: <<http://mais500p500r.sct.embrapa.br/view/arquivoPDF.php?publicacaooid=90000036>>. Acesso em 10 de junho de 2019.

FERNANDES, F. P. Desenvolvimento e caracterização de filmes e comprimidos bucais a base de pectina e goma gelana para liberação tópica de triancinolona. Tese (Produção e Controle Farmacêuticos) – Faculdade de Ciências Farmacêuticas. USP São Paulo, 2017.

FISHMAN, M. L., COFFIN, D. R. Mechanical, microstructural and solubility properties of pectin/poly(vinyl alcohol) blends. **Carbohydrate Polymers**, v.35, p.195-203, 1998.

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

HAAS, L M M K. Desenvolvimento de protótipos para produção de filmes para liberação imediata de fármacos. Programa de pós graduação em ciências farmacêuticas. UFRGS, Porto Alegre, 2011.

Hariharan, M. e Bogue, B. A. Orally dissolving film strip (ODFS): the final evolution of orally dissolving dosage forms. **Drug Deliv. Technol.**, v. 9, p. 24 - 29 (2009).

MELETTI, L. M. M. Avanços na cultura do maracujá no Brasil. **Revista Brasileira de Fruticultura**, 2011, p. 83. *Academic OneFile*.

MENEGUIN, A B. Obtenção e caracterização de filmes de misturas de amido resistente e pectina como estratégia para liberação colon específica de fármacos. Dissertação Faculdade de Ciências Farmacêuticas (FCFAR). Araraquara, UNESP 2012.

NASCIMENTO, F. A. Extração da pectina do maracujá-amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*). Trabalho de Conclusão de Curso UTFPR, Campo Mourão, 2014.

NIST - National Institute of Standards and Technology. NIST Livro de Química na Web. Disponível em: <<https://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?Name=glycerol&Units=SI>>. Acesso em 10 de junho de 2019.

OLIVEIRA, L. M.; ALVES, R. M. V.; SARANTÓPOULOS, C. I. G. L.; PADULA, M.; GARCIA, E.E. C; COLTRO, L. Ensaios para avaliação de embalagens plásticas flexíveis. **CETEA/ITAL**, 1996, 202p.

PARK, H. J.; CHINNAN, M. Gas and water vapor barrier properties of edible films from protein and cellulosic materials. **Journal of Food Engineering**, v.25, n.4, p.497-507, 1995.

PINHEIRO, E. R. Pectina da Casca do Maracujá Amarelo (*Passiflora Edulis f. Flavicarpa*): Otimização da Extração com Ácido Cítrico e Caracterização Físico-Química. Departamento de Ciências e Tecnologia De Alimentos. Programa de Pós-Graduação em Ciências dos Alimentos - Florianópolis, UFSC, 2007

SANTOS, E. K. R. Avaliação da capacidade de extração de pectina da casca do maracujá (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) em mesa agitadora e ultrassom associada à ação de ácido cítrico. Trabalho de Conclusão de Curso UFPE, Recife, 2015.

SANTOS, D; REZENDE, J. C. T; SANTOS, E. J; SILVA, D. C. EXTRAÇÃO ÁCIDA DE PECTINA DE CASCA DE MARACUJÁ AMARELO. Congresso técnico científico da engenharia e da agronomia, CONTECC'2018, Maceió, 2018.

SOBRAL, P. J. A. Propriedades funcionais de biofilmes de gelatina em função da espessura. **Ciência & Engenharia**, Uberlândia, v. 8, n. 1, p. 60-67, 1999.

REDIGUIERI, C. G. Misturas aquosas de pectina/caseína: estudo físico-químico e potencial de uso no tratamento da doença periodontal. 2008. Tese Faculdade de Ciências, Ribeirão Preto, USP, 2008.

SEVERINO, P; SANTANA, M H. A; SOUTO, E B. Polímeros usados como sistemas de transporte de princípios ativos. **Polímeros**. 2011, vol.21, n.5, pp.361-368.

SINGH, A., WORKU, Z. A.; VAN DEN MOOTER, G. Oral formulation strategies to improve solubility of poorly water-soluble drugs. **Expert opinion on drug delivery**, v. 8, p. 1361 – 1378, 2011.

SOTHORNVIT, R., KROCHTA, J. M. Plasticizers in edible films and coatings. Ed. HAN, J. H. In: **Innovations in Food Packaging**. Elsevier, 2005.

SOUTO-MAIOR, J, P, A, REIS, A. V., N, CAVALCANTI, O. A. Avaliação da pectina fosfatada aplicada na formação de filmes isolados: Material candidato a novos sistemas para liberação modificada de fármacos. **Rev. Bras. Cienc. Farm.** 2008, vol.44, n.2, pp.203-213.

SRIAMORNSAK, P.; KENNEDY, R. A. Swelling and diffusion studies of calcium polysaccharide gels intended for film coating. **International Journal of Pharmaceutics**, v.358, p.205-213, 2008.

WONG, T. W., COLOMBO, G., SONVICO, F. Pectin matrix as oral drug delivery vehicle for colon cancer treatment. **Aaps Pharmscitech**, v. 12, n. 1, p. 201-214, 2011.