

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ALIMENTOS
CURSO SUPERIOR DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
CAMPUS CAMPO MOURÃO

SILVIO JOSÉ DE SOUZA

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES COMPOSTOS DE
MUCILAGEM DA SEMENTE DA LINHAÇA MARROM E POLI
(ÁLCOOL VINÍLICO)**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CAMPUS MOURÃO

2016

SILVIO JOSÉ DE SOUZA

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES COMPOSTOS DE
MUCILAGEM DA SEMENTE DA LINHAÇA MARROM E POLI
(ÁLCOOL VINÍLICO)**

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação, apresentado à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso II, do Curso Superior de Engenharia de Alimentos do Departamento Acadêmico de Alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, como requisito parcial para obtenção do título de Engenheiro.

Orientadora: Profa. Dra. Fernanda Vitória
Leimann

Co-orientadora: Profa. Dra. Marianne Ayumi
Shirai

CAMPO MOURÃO

2016



Ministério da Educação
UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO
PARANÁ
Campus Campo Mourão
Departamento Acadêmico de Alimentos



TERMO DE APROVAÇÃO

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES COMPOSTOS DE MUCILAGEM DA SEMENTE DA LINHAÇA MARROM E POLI (ÁLCOOL VINÍLICO)

Por

SILVIO JOSÉ DE SOUZA

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi apresentado em 13 de Julho de 2016 como requisito parcial para obtenção do título de Engenheiro de Alimentos. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

Profa. Dra. Fernanda Vitória Leimann
Orientador

Prof. Dra. Mirela Vanin Santos Lima
Membro da banca

Prof. Msc. Alexandre Azevedo
Membro da banca

Nota: O documento original e assinado pela Banca Examinadora encontra-se no Departamento Acadêmico de Alimentos da UTFPR Campus Campo Mourão.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus porque acredito que tudo aquilo que conquistei foi proporcionado por Ele, colocando-me no lugar certo, no momento certo e com as pessoas certas, dando-me força, paciência e sabedoria para dar cada passo rumo às conquistas. E acredito que ainda o terei ao meu lado para o que há de vir.

Agradeço ao imenso apoio da minha família, meus pais Claiton José Silveira de Souza e Júlia Marilu de Souza e meu irmão Rafael Silveira de Souza que foram os pilares de sustentação na minha formação acadêmica, nunca deixaram de acreditar em mim, sempre dando palavras de conforto, amor e carinho, inclusive ajudando diretamente na minha formação. Além de tudo me sustentaram financeiramente para que pudesse crescer intelectualmente.

Agradeço a todos os professores que fizeram parte da minha formação sempre contribuindo de alguma maneira para o meu conhecimento sempre disponíveis e ajudando no que fosse preciso, em especial agradeço aos professores (as) Marianne Ayumi Shirai, Fernanda Vitória Leimann e Odinei Hess Gonçalves, por terem confiado e contribuído acentuadamente no desenvolvimento dos meus projetos durante a iniciação científica.

Um agradecimento especial para Liandra Gracher Teixeira que além de amiga, companheira indispensável e namorada, me ajudou em todos os experimentos práticos e no desenvolvimento teórico do presente trabalho, além do apoio durante parte da minha formação acadêmica.

Agradeço a todos os amigos e colegas que fizeram parte desta caminhada, sofreram e aprenderam em grande parte das disciplinas comigo. Em especial Ângelo Michel Mota Pinto, Carlos Alexandre Ciola, Cristovão de Lima Pinto, Donizet Ferreira Junior, Heliberto Gonçalves e Renan Carneiro. Não se esquecendo daqueles que deram apoio externamente, Célia Corandin Bughi, Claudiney José Bughi, Daniel Corandin Bughi, Douglas Henrique Corandin Bughi e todos os demais companheiros não menos importantes. Não se esquecendo de Alexandre Guimarães e Jessica Thais que me ajudaram em algumas análises do presente trabalho.

Agradecimento também para o Prof. Dr. Fábio Yamashita da Universidade Estadual de Londrina por ceder o espaço, os materiais e os equipamentos para a realização das análises deste trabalho.

SOUZA, SILVIO J. Produção e Caracterização de filmes compostos de mucilagem da semente da linhaça marrom e poli (álcool vinílico). 37 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Engenharia de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) Campo Mourão, 2016.

RESUMO

Os materiais utilizados na produção de embalagens, provenientes de origem sintética, têm despertado preocupação devido aos problemas ambientais gerados na sua disposição final pela biodegradabilidade baixa. Materiais alternativos, que além de possuírem biodegradabilidade unem o conceito do reaproveitamento de resíduos agroindustriais, têm ganhado espaço na substituição parcial ou total dos polímeros tradicionais. Tendo em vista estes conceitos neste trabalho foram produzidos filmes compostos por poli (vinil álcool) (PVA), polímero sintético comumente utilizado pela indústria, e mucilagem extraída de sementes de linhaça, que são consideradas um resíduo da indústria de tintas e que ainda não foram utilizadas para este fim. Para tanto foram formuladas blendas destes materiais utilizando a metodologia de *film casting*. As blendas foram produzidas com variações nas proporções de mucilagem e PVA mantendo-se constante a concentração do plastificante glicerol. Os filmes foram caracterizados quanto: espessura média, propriedades mecânicas (módulo de Young, resistência máxima a tração, alongamento na ruptura, força máxima na perfuração e deformação na perfuração), permeabilidade ao vapor de água e umidade. Além disso a microestrutura do material foi avaliada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a caracterização térmica foi feita por Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC). As blendas apresentaram cor semelhante à da semente, além de fácil manipulação. As análises de DSC mostraram um efeito plastificante da mucilagem nas blendas, com uma redução significativa nas temperaturas de transição vítrea (T_g) e de fusão cristalina (T_m) das blendas. A mucilagem da semente de linhaça proporcionou filmes menos resistentes e duros, mais flexíveis e sem alteração significativa das propriedades de barreira ao vapor de água em relação ao filme de mucilagem pura. As imagens de MEV revelaram, de um modo geral, que a mucilagem e o PVA formaram uma estrutura compacta e homogênea corroborando com os resultados de DSC que indicaram uma modificação da faixa de T_g e a redução na T_m .

Palavras-chaves: mucilagem de semente de linhaça marrom, poli (álcool vinílico), propriedades mecânicas, permeação ao vapor d'água.

SOUZA, SILVIO J. Production and characterization of films composed by brown linseed mucilage and poly(vinyl alcohol). 37 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Engenharia de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) Campo Mourão, 2016.

ABSTRACT

Materials used in packing production, from the synthetic origin, has aroused concerns because environmental problems generated in its final discard by low biodegradability. Alternative materials, that besides being biodegradable unite the concept of agro-industrial waste recycling, that have been winning space in partial or full replacement of traditional polymers. Having these concepts, this work produced films made of poly (vinyl alcohol) (PVA), it is a synthetic polymer usually used in factories and mucilage extracted from Flaxseed, which are considered an industrial ink residue and that have not been used for this purpose. The blends were obtained by *film casting* methodology. The blends are produced with varying the ratio mucilage and PVA, keeping the concentration of plasticizer glycerol constant. The films were characterized as: media thickness, mechanic properties (Young's module, maximum resistance to traction, elongation at break, maximum strength in drilling and deformation in drilling), water vapor permeability and humidity. Besides that, the microstructure of the materials was studied by electron microscopy scanning (SEM) and thermal characteristics were made by differential scanning calorimetry (DSC). The blends show similar color with flax seed besides the easy malleability. The DSC analyses showed a plasticizer effect of mucilage blends, with a significant reduction at T_g and T_m blends. The flax seed mucilage provided low resistant hard films, but are more flexible and don't have significant changes of the barrier properties to water vapor than of pure mucilage films. SEM images revealed, in general, the mucilage and PVA form a compact and homogeneous structure helping with the DSC results, which indicated a modification of T_g and reduction in T_m ratio.

Keywords: brown flaxseed mucilage, poly (vinyl alcohol), Mechanical Properties, Water Vapor Permeation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Estrutura dos dois principais tipos de polissacarídeos da mucilagem da semente de linhaça.	16
Figura 2 Representação esquemática da estrutura química e formação do PVA.	17
Figura 3. Dimensões do corpo de prova para o ensaio de tração.	21
Figura 4 Cápsulas herméticas de Alumínio para análise de PVA.	23
Figura 5. Fotos dos filmes, (A) Controle Mucilagem, (B) Controle PVA1, (C) Controle PVA2, (D) Mistura mucilagem e PVA1, (E) Mistura e mucilagem PVA2.	26
Figura 6. Micrografias da superfície dos filmes de PVA e mucilagem de linhaça: CM - controle mucilagem, CPVA1 - controle PVA1, CPVA2 - controle PVA2, MPVA1 - mistura mucilagem e PVA1, MPVA2 - mistura mucilagem e PVA2, magnificação 800x.	27
Figura 7. Micrografias da fratura dos filmes de PVA e mucilagem de linhaça: CM - controle mucilagem, CPVA1 - controle PVA1, CPVA2 - controle PVA2, MPVA1 - mistura mucilagem e PVA1, MPVA2 - mistura mucilagem e PVA2, magnificação 1.600x.	27
Figura 8 Curva de DSC das amostras.....	28

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Características dos PVA's utilizados para produção dos filmes.	19
Tabela 2 Formulações dos filmes de PVA e mucilagem da semente de linhaça marrom.	20
Tabela 3 Propriedades mecânicas de tração.	30
Tabela 4 Propriedades mecânicas de perfuração.....	31
Tabela 5 Umidade e permeabilidade ao vapor de água.....	32

Lista de siglas

CM – Controle mucilagem

CPVA1 – Controle PVA 107;

CPVA2 – Controle PVA 540;

DSC – Calorimetria Diferencial de Varredura;

MPVA1 – Blenda mucilagem e PVA 107;

MPVA2 – Blenda mucilagem e PVA 540;

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura;

PVA – Poli (Vinil Álcool).

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	12
2.	OBJETIVOS	14
2.1	Objetivos gerais.....	14
2.2	Objetivos específicos.....	14
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	15
3.1	SEMENTE DE LINHAÇA	15
3.2	MUCILAGEM	16
3.3	POLI (ÁLCOOL VINILICO) (PVA).....	17
3.4	BLENDA DE MUCILAGEM E PVA	18
4.	MATERIAL E MÉTODOS	19
4.1	MATERIAL	19
4.2	EXTRAÇÃO DA MUCILAGEM.....	19
4.3	PRODUÇÃO DOS FILMES.....	19
4.4	ESPESSURA.....	20
4.5	PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	20
4.5.1	Tração.....	20
4.5.2	Perfuração.....	21
4.6	UMIDADE.....	22
4.7	PERMEABILIDADE AO VAPOR D'ÁGUA.....	22
4.8	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	23
4.9	CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA	24
5.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	25
5.1	EXTRAÇÃO DA MUCILAGEM E CARACTERÍSTICA VISUAL.....	25
5.2	PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES	25
5.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	26
5.4	CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)	28

5.5	PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	30
5.6	UMIDADE E PERMEABILIDADE AO VAPOR D'ÁGUA.....	31
6.	CONCLUSÃO	33
7.	REFERENCIAS	34

1. INTRODUÇÃO

A pesquisa na área de embalagens de alimentos está se tornando cada vez mais importante na indústria de alimentos, onde os avanços em termos de funcionalidade, de conveniência e redução de porções (e.g. embalagens para frutas individuais) têm ganhado mais atenção. Além disso, há também uma maior consciência sobre a sustentabilidade, o que pode ser alcançado em geral em diferentes níveis. No nível das matérias-primas, o uso de materiais ou uso de recursos renováveis reciclados são duas estratégias para reduzir as emissões de CO₂ e dependência por recursos fósseis (PEELMAN et al., 2013). Neste sentido biopolímeros são produzidos a partir de vários recursos naturais através de extração direta, de síntese química ou fermentação por microrganismos. Alguns exemplos são amido, celulose, proteínas (gelatina, zeína, caseinato de sódio, etc.), poli(ácido láctico) (PLA) e poli(hidroxicarboxilatos) (PHAs) que têm sido considerados como alternativas atraentes para os materiais a base de petróleo e não-biodegradáveis, uma vez que são abundantes, renováveis, de baixo custo, ambientalmente amigáveis e biodegradáveis (RHIM, 2013).

A mucilagem extraída de diferentes sementes e plantas como: chia, aloe-vera (KHOSHGOZARAN-ABRAS et al., 2012), linhaça (ALIX et al., 2008) e cactos (ESPINO-DÍAZ et al., 2010) vem sendo utilizada como material para produção de filmes e blendas com outros polímeros. A mucilagem faz parte da constituição do revestimento de sementes como da linhaça e desempenha funções importantes para proteção do embrião da semente contra danos mecânicos, radiação UV, etc., além de desempenhar papéis fisiológicos como promover a absorção de água e oferecer resistência contra o vento e a chuva, aderindo a semente ao solo (PAYNEL et al., 2013).

Tradicionalmente, a linhaça tem sido cultivada com finalidade de extração do seu óleo, que é utilizado na fabricação de tintas, vernizes e linóleo. Além disso, também há mercado para alimentação humana e nutrição animal, uma vez que aumenta os níveis de ômega 3 e ácidos graxos em ovos quando empregada como ração de aves (COŞKUNER; KARABABA, 2007). A linhaça também é rica em fibras alimentares solúveis e insolúveis quando comparado com os outros cereais e sementes oleaginosas, como o trigo, cevada, aveia, soja, entre outros (DING et al., 2014).

Estudos mostram que as variedades de linhaça dourada e marrom apresentam semelhança em sua composição química e que não há diferença significativa entre as composições centesimais como umidade, cinzas, proteínas, lipídeos, fibras, carboidratos e valor energético. No entanto é menos comum encontrar a linhaça dourada no mercado

nacional, por ser um grão que aprecia climas mais frios, com isso a linhaça marrom possui um preço mais acessível (BARROSO et al., 2014).

Dos polímeros provenientes do petróleo, o poli(álcool vinílico) (PVA) se destaca por apresentar solubilidade em água, biocompatibilidade e biodegradabilidade. O PVA é produzido através da hidrólise do poli(vinil acetato) (PVAc) e suas propriedades básicas dependem basicamente da sua massa molar e do seu grau de hidrólise (LIMPAN et al., 2012). Tem-se utilizado este polímero para preparação de filmes compostos por blendas por *film casting* com amido (CANO et al., 2015) quitosana (BONILLA et al., 2014), quitosana e poli(vinil pirrolidona) (MUDIGOUDRA et al., 2012), β -lactoglobulina (MONASTERIO et al., 2015) e xilana (WANG et al., 2014)

Neste sentido torna-se interessante a aplicação de mucilagem extraída da linhaça para produção de blendas com PVA por *film casting* uma vez que filmes com esta composição ainda não foram avaliados na literatura.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivos gerais

Obter filmes biodegradáveis compostos por PVA e mucilagem extraída da linhaça marrom através da metodologia de *film casting*.

2.2 Objetivos específicos

- Extrair a mucilagem da linhaça marrom;
- Produzir filmes de PVA (massa molar 50000 e 152520 g/mol) e da mucilagem extraída, bem como de blendas de cada PVA e mucilagem por *film casting*;
- Caracterizar os filmes quanto as suas propriedades mecânicas por ensaios de tração (resistência à tração, alongação na ruptura e módulo de Young) e de perfuração (alongação na perfuração e força máxima) em função da composição dos filmes;
- Caracterizar a umidade, permeabilidade a vapor d'água, solubilidade em água e espessura dos filmes;
- Avaliar a microestrutura dos filmes em função da sua composição por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- Caracterizar as propriedades térmicas dos filmes por Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC, *Differential Scanning Calorimetry*).

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 SEMENTE DE LINHAÇA

A semente da linhaça, da família das lináceas é uma semente leve e brilhante, ovalada, pontiaguda e chata, possui textura firme e mastigável, muito conhecida pelas suas propriedades farmacêuticas e funcionais. Existem duas variedades desta semente, a marrom e a dourada, que se diferem pela quantidade de pigmentos contidos no exterior da semente. Apesar desta diferença suas composições químicas não são muito diferentes, pois ambas são ricas em lignanas e fibras dietéticas (BRITO et al., 2015). Suas dimensões variam entre 3,0 – 6,4 mm de comprimento 1,8 – 3,4 mm de largura e 0,5 – 1,6 mm espessura. A semente de linhaça possui dois cotilédonos formando o embrião. Este embrião por sua vez é envolvido por revestimentos da semente que consiste em casca, e a camada aderente de endosperma. Existem relatos sobre o fato de o processo de descascar essa semente diminuir de forma acentuada sua capacidade de adsorção de água e viscosidade da linhaça (NOVELLO; POLLONIO, 2011).

A linhaça é uma semente oleaginosa, fibrosa e proteica, onde 41% representa sua quantidade em gordura, 28% fibras alimentares totais, 20% em proteínas, 7,7% de umidade, 3,5% em cinzas e 1% de açúcares simples (NOVELLO; POLLONIO, 2011). No entanto essas composições podem variar de acordo com a genética, local de crescimento, condições de solo, clima aonde a semente é cultivada (COŞKUNER; KARABABA, 2007).

Dos 41% de óleo, 59% refere-se ao ácido alfa-linolênico (ômega 3) e 15 – 18% ao ácido linoléico (ômega 6), que são ácidos graxos essenciais, ou seja, não são produzidos no organismo. Monego (2009) relata que o consumo de ALA (ácido alfa-linolênico) pode ajudar na prevenção de doenças cardiovasculares, auxilia na oxigenação das células sanguíneas, atuam como antioxidantes celulares, diminui retenção de líquidos e ajuda na redução da pressão arterial, o que torna a procura por seu consumo elevada. Além disso, fornece quantidades significativas de lignanas e vitamina E.

Este óleo é extraído por compressão a frio, isto é feito para manter os componentes estáveis, uma vez que os óleos acima citados são sensíveis a altas temperaturas. No entanto para se obter um melhor rendimento na extração do óleo da semente, uma boa opção é a extração da mucilagem, que a torna um subproduto com propriedades interessantes para aplicações tecnológicas por possuir características hidrocolóides (GOULART, 2012)

3.2 MUCILAGEM

A linhaça é constituída por cerca de 28% de fibra, 2/3 é fibra insolúvel como celulose, lignina e hemicelulose e 1/3 fibras solúveis, a qual grande parte se encontra na forma de goma ou mucilagem nas seguintes proporções xilose (19-38%), ramnose+fucose (11-16%), galactose (12-16%), arabinose (8-13%) ácido galacturônico (21-36%), e pouquíssimas quantidades de glicose (4-6%). Novello (2011) classificou as fibras solúveis da linhaça em fração ácida sendo composta por ramnose e galactose, e fração neutra majoritariamente por xilose com três famílias de monossacarídeos arabinoxilados e outros resíduos de galactose e fucose nas cadeias laterais. A mucilagem é encontrada na casca da semente no qual representa 8% do peso total da mesma. O fato da mucilagem se encontrar na casca da semente facilita na etapa de extração, no entanto o rendimento desta depende das condições de processo (MONEGO, 2009; GOULART, 2012). Na Figura 1 é demonstrado de forma ilustrativa como são constituídas as cadeias poliméricas na porção ácida e neutra da mucilagem da semente de linhaça.

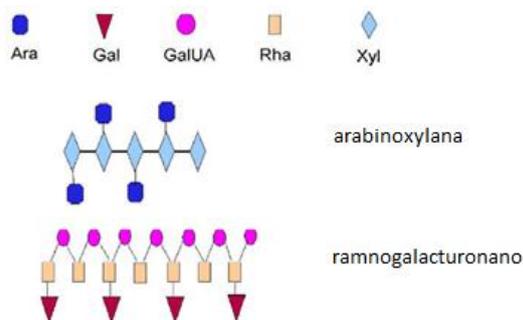


Figura 1 Estrutura dos dois principais tipos de polissacarídeos da mucilagem da semente de linhaça.
Fonte: Adaptado de Alix et al. (2008).

Por ser constituída de fibras solúveis é muito utilizada na indústria alimentícia como hidrocolóide, ou seja, em solução aquosa possui grande capacidade de inchamento e alta viscosidade, quando comparado a sua funcionalidade, possui maior semelhança a goma arábica do que com outras gomas por conter propriedades de formação de gel fraco o que pode ser empregado para substituir a maioria das gomas não-gelatinosas em aplicações alimentícias e não-alimentícias. Além disso, contem maior quantidade de minerais e proteínas que também auxiliam nesta função de absorver água (MONEGO, 2009). Estes fatores podem influenciar nas características das estruturas formadas na síntese das blends da mucilagem com outros materiais, uma vez que o seu poder de hidratação pode influenciar nas ligações inter e intra cadeias dos polímeros.

maior em relação ao parcialmente hidrolisado, porém obteve valores menores em relação força máxima a tração e alongação. Sudhamani et al. (2003) em seu trabalho de blenda entre gelana e PVA, relata que as alterações nas propriedades mecânicas e térmicas estão atribuídas a quantidade de PVA na mistura, pois isto está relacionado com o fato de haver interações de hidrogênio entre gelana e PVA, que de fato está relacionado ao grau de hidrólise do PVA. De forma geral o grau de hidrólise do PVA é o principal fator observado, pois a alteração deste fator acarreta em mudanças significativas nas propriedades dos materiais.

3.4 BLENDA DE MUCILAGEM E PVA

Como mencionado anteriormente, na atualidade diversos estudos estão sendo realizados utilizando polímeros biodegradáveis, no entanto a grande maioria destes polímeros tornam-se frágeis quando submetidos a condições ambientais possuindo baixas propriedades mecânicas. No entanto uma alternativa é desenvolver misturas entre biopolímeros e polímeros sintéticos para contornar estes problemas. O PVA tem sido amplamente empregado para se atingir este objetivo, isto se deve aos grupos hidroxilas que o polímero possui que o permite estabelecer ligações de hidrogênio com os demais polímeros, e como já mencionado possui boas propriedades físicas (BONILLA et al., 2014).

Seguindo esta ideia alguns estudos foram realizados utilizando a mucilagem como um biopolímero em blendas para obter filmes mais baratos e com características próximas aos polímeros comerciais. A mucilagem da linhaça é interessante, pois as fibras de sua matriz se assemelham em estrutura química, isto pode melhorar a interação entre interfaces (ALIX et al., 2008).

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

O PVA (SelvolTM, Sekisui Chemical Co. Ltd. Japão) foi gentilmente cedido pelo Departamento de Ciências e Tecnologia de Alimentos da Universidade Estadual de Londrina (UEL). Foram utilizados dois tipos de PVA: Selvol 107 que recebeu o código de (PVA1) e Selvol 540 (PVA2) cujas especificações estão contidas na Tabela 1. O glicerol (Dinâmica, Brasil) foi utilizado como plastificante. Os seguintes sais, cloreto de cálcio, cloreto de magnésio e nitrato de magnésio (Dinâmica, Brasil) foram utilizados para controle de umidade relativa nas análises do material. A linhaça marrom foi adquirida no comércio local de Campo Mourão, PR.

Tabela 1. Características dos PVA's utilizados para produção dos filmes.

<i>PVA</i>	<i>GH (%)</i>	<i>μ (cP)</i>	<i>Cinzas (%)</i>	<i>pH</i>	<i>Voláteis (%)</i>	<i>GP (-)</i>	<i>Mw (g/mol)</i>
Selvol 540	88,04	49,40	0,38	5,40	3,73	1698	152.520
Selvol 107	98,30	6,00	0,98	5,90	2,67	650	50.000

GH – grau de hidrólise, μ – viscosidade, cinzas, pH, voláteis a 105°C, GP- grau de polimerização, Mw massa molar ponderal média.

4.2 EXTRAÇÃO DA MUCILAGEM

A mucilagem foi extraída de acordo com a metodologia descrita por PAYNEL et al. (2013) com algumas modificações. As sementes foram misturadas com água destilada na proporção de 150 g / 500 mL e mantidas sob agitação mecânica (FISATOM) com haste tipo hélice a 800 rpm por 2h a 40 °C, controlando a temperatura com a utilização de termômetro. Após a extração a mucilagem obtida foi filtrada com peneira de abertura de 1 mm, o suficiente para reter as cascas da linhaça, em seguida secas em estufa com circulação de ar (NOVA TÉCNICA) a 50 °C por 24h. Por fim a mucilagem foi armazenada em frascos herméticos.

4.3 PRODUÇÃO DOS FILMES

Os filmes foram confeccionados pelo método de *film casting* a partir de uma solução filmogênica contendo 1,5% de sólidos onde 1,2% representam a concentração dos polímeros e

0,3% representam a concentração de glicerol. Diferentes formulações foram preparadas de acordo com a Tabela 2 mantendo-se constante a concentração de glicerol e água. Na confecção dos filmes todos os componentes foram pesados, solubilizados em água e aquecidos, sob agitação magnética, até a temperatura de 95 °C. Por fim verteu-se a solução em formas revestidas com teflon (30 cm de diâmetro) e secas em estufa com circulação de ar (NOVA TÉCNICA) a 40 °C por 24h.

Tabela 2 Formulações dos filmes de PVA e mucilagem da semente de linhaça marrom.

Formulação	Mucilagem (g)	PVA (g)	Glicerol (g)	Água (g)
CM	1,2	0,00	0,3	98,5
CPVA1	0,00	1,2	0,3	98,5
CPVA2	0,00	1,2	0,3	98,5
MPVA1	0,6	0,6	0,3	98,5
MPVA2	0,6	0,6	0,3	98,5

CM – Controle Mucilagem; CPVA1 – Controle PVA1; CPVA2 – Controle PVA2; MPVA1 – Mistura PVA1 e Mucilagem; MPVA2 – Mistura PVA2 e Mucilagem.

4.4 ESPESSURA

A espessura dos filmes foi medida com o uso de um micrômetro digital (Starrett), retirando dez pontos aleatórios sobre a área do filme onde a média aritmética entre estes dez pontos foi o resultado final.

4.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Para avaliar as propriedades mecânicas, as análises foram feitas em quintuplicata utilizando-se um texturômetro (modelo TA.XT Express ENHANCED, Stable Micro Systems), obtendo-se resultados de tração e perfuração do material.

4.5.1 Tração

Os corpos de prova foram preparados seguindo a norma da *American Society for Testing and Material* ASTM D882, conforme a Figura 3.

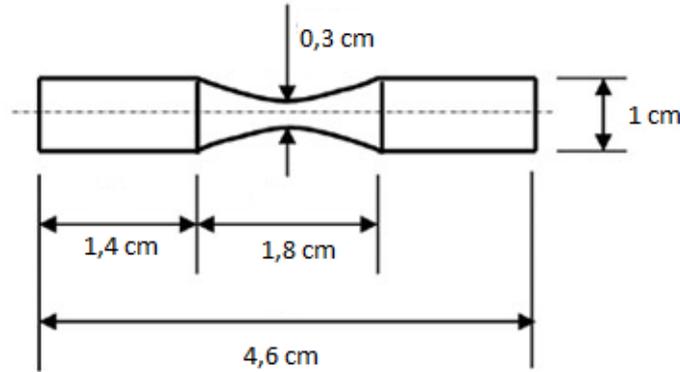


Figura 3. Dimensões do corpo de prova para o ensaio de tração.

Anteriormente aos testes todas as amostras foram acondicionadas em dessecadores com UR de $53\% \pm 2\%$ contendo solução de Nitrato de Magnésio Hexaidratado por 48h, conforme as normas da *American Society for Testing and Material* (ASTM D882-00, 2001).

Para os testes foram utilizados probes tipo garras (A/TG), que receberam ajuste para uma distância inicial de 15 mm e a velocidade de tração de 1 mm/s. Foram obtidos assim: Módulo de Young (MPa), resistência máxima á tração (MPa) e alongamento na ruptura (%).

4.5.2 Perfuração

Os corpos de provas para o teste de perfuração foram preparados em formato circular com 2 cm de diâmetro. Da mesma forma, precedendo os testes, os corpos de provas foram acondicionados em dessecadores com UR de $53\% \pm 2\%$ por 48h. Utilizou-se para este teste um probe tipo SMS P/5S (5 mm), determinando assim a força máxima na perfuração (N) e deformação na perfuração (mm), sendo que a deformação obtida pela Equação (1).

$$\frac{\Delta L}{l_0} = \frac{\sqrt{(D^2 + l_0^2)} - l_0}{l_0} \quad \text{Equação (1)}$$

Onde:

l_0 – diâmetro do corpo de prova (mm);

D – deslocamento do probe até a perfuração (mm).

4.6 UMIDADE

Para obter a umidade dos filmes utilizou-se método gravimétrico. Os corpos de provas foram acondicionados por duas semanas em dessecador contendo sílica em gel, pesados inicialmente e em seguida secos em estufa com circulação de ar (NOVA TÉCNICA) a 70 °C por 24h e por fim pesadas novamente. Através da Equação (2) calculou-se o valor da umidade do filme (%).

$$U = \frac{m_{i1} - m_{s1}}{m_{i1}} \cdot 100 \quad \text{Equação (2)}$$

Onde:

m_{i1} = massa inicial da amostra (g);

m_{s1} = massa seca final da amostra (g);

4.7 PERMEABILIDADE AO VAPOR D'ÁGUA

Determinou-se a permeabilidade ao vapor d'água conforme a ASTM E-96-00 (2000). Os corpos de provas cortados em formato circular com 60 mm de diâmetro foram previamente acondicionados sob UR de 53% ± 2% por 48h. Após este período, fixou-se os corpos de prova em cápsulas de alumínio, vedadas nas extremidades com graxa de silicone e presas hermeticamente com anéis de alumínio, conforme a Figura 4, para garantir que a migração de umidade ocorresse somente através do filme. O interior da cápsula foi previamente preenchido com solução de cloreto de magnésio (33% ± 2% UR) e os sistemas de cápsulas foram acondicionados em dessecador contendo solução salina de cloreto de sódio (75% ± 2% UR) a 25 °C, para criar gradiente de umidade entre o sistema capsula e dessecador.



Figura 4 Cápsulas herméticas de Alumínio para análise de PVA.

Realizaram-se sucessivas pesagens a cada 12 horas, por 5 dias. Com os valores obtidos correlacionou-se o ganho de massa (m) em função do tempo (t) em gráfico para a obtenção do coeficiente angular através da equação da reta obtida por regressão linear. Calculou-se a taxa de permeabilidade ao vapor de água (TPVA) pela Equação (3).

$$TPVA = \frac{m}{t} \cdot \frac{1}{A} \text{ Equação (3)}$$

Onde:

m – Ganho de massa de água (g);

t – Tempo (s);

A – Área de permeação do corpo de prova (m^2).

E a permeabilidade ao vapor d'água pela Equação (4).

$$PVA = \frac{(TPVA \cdot e)}{p_s \cdot (UR1 - UR2)} \text{ Equação (4)}$$

Onde:

PVA – Permeabilidade ao vapor da água ($g \cdot dia^{-1} \cdot m^{-1} \cdot Pa^{-1}$);

e – Espessura média do corpo-de-prova (m);

p_s – Pressão de saturação de vapor á temperatura do ensaio (Pa);

UR1 – Umidade relativa dentro do dessecador (%);

UR2 – Umidade relativa dentro da cápsula (%);

TPVA – Taxa de permeabilidade ao vapor de água ($g \cdot dia^{-1} \cdot m^{-2}$);

4.8 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As análises de microestrutura dos filmes foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura (Philips, Modelo FEI Quanta 200 Japão) do laboratório de microscopia da Universidade Estadual de Londrina. As amostras foram previamente secas em dessecador contendo sílica em gel por duas semanas. Foram fraturadas em nitrogênio líquido e fixadas sobre *stubs* (porta amostras) com fitas de carbono. Para análise da superfície e da estrutura da área da fratura as amostras foram recobertas com ouro em um *sputtercoater* (BAL-TEC, modelo SCD-050, Balzers, Liechtenstein) e em seguida visualizadas em Microscópio Eletrônico de Varredura, com potência de aceleração de 20 kV. A magnitude de observação foi de 1600x para área da fratura e 800x para a superfície.

4.9 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA

Inicialmente pesou-se aproximadamente 5 mg de cada material em cadinhos de alumínio e então estes foram lacrados. Posteriormente submeteu-se os cadinhos ao teste, utilizando uma faixa de temperatura de 0 °C a 250 °C, com uma vazão de nitrogênio de 20 mL/s e rampa de temperatura de aquecimento de 20 °C/min.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 EXTRAÇÃO DA MUCILAGEM E CARACTERÍSTICA VISUAL

A mucilagem foi extraída na proporção 150 g / 500 mL obtendo-se uma solução de aparência viscosa. Isso provavelmente se deve a sua característica hidrocolóide e capacidade de formar gel em meio aquoso devido as estruturas das fibras extraídas (MONEGO, 2009). Com a extração obteve-se 12,5 gramas de mucilagem, resultando em 8,33% de rendimento sendo este superior ao obtido por Paynel et al. (2013), que foi de 5,3 a 6,2%. Possivelmente esta diferença se deva a presença de fibras insolúveis, como a celulose, que podem ter sido extraídas juntamente com a mucilagem. No trabalho desenvolvido por Paynel et al. (2013) a mucilagem foi extraída a partir das sementes sem agitação, que no presente trabalho foi aplicada por agitação mecânica. É possível que a partir do cisalhamento da haste de agitação com as sementes estas tenham sido dilaceradas permitindo a liberação de material celulósico para a mucilagem.

5.2 PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES

Os filmes produzidos com as formulações controle (CM – Controle Mucilagem; CPVA1 – Controle PVA1; CPVA2 – Controle PVA2) e blendas (MPVA1 – Mistura PVA1 e Mucilagem; MPVA2 – Mistura PVA2 e Mucilagem) foram observados visualmente e as suas imagens estão apresentadas na Figura 5.



Figura 5. Fotos dos filmes, (A) Controle Mucilagem, (B) Controle PVA1, (C) Controle PVA2, (D) Mistura mucilagem e PVA1, (E) Mistura e mucilagem PVA2.

A amostra CM (controle mucilagem, Figura 5 (a)), apresentou coloração semelhante à da semente de linhaça provavelmente pela extração de pigmentos da casca e apresentou característica quebradiça. Já as amostras controles de PVAs, CPVA1 e CPVA2, não apresentam diferença de cor em função do tipo de PVA testado. Apresentaram-se transparentes, maleáveis e de difícil manipulação devido a baixa espessura e a sensibilidade à umidade. No caso das blendas, MPVA1 e MPVA2, é possível observar a semelhança à cor característica do controle de mucilagem. As mesmas apresentaram característica maleável e de fácil manipulação.

5.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As imagens das superfícies dos filmes produzidos obtidas por MEV são observadas na Figura 6, bem como as imagens das fraturas dos filmes na Figura 7.

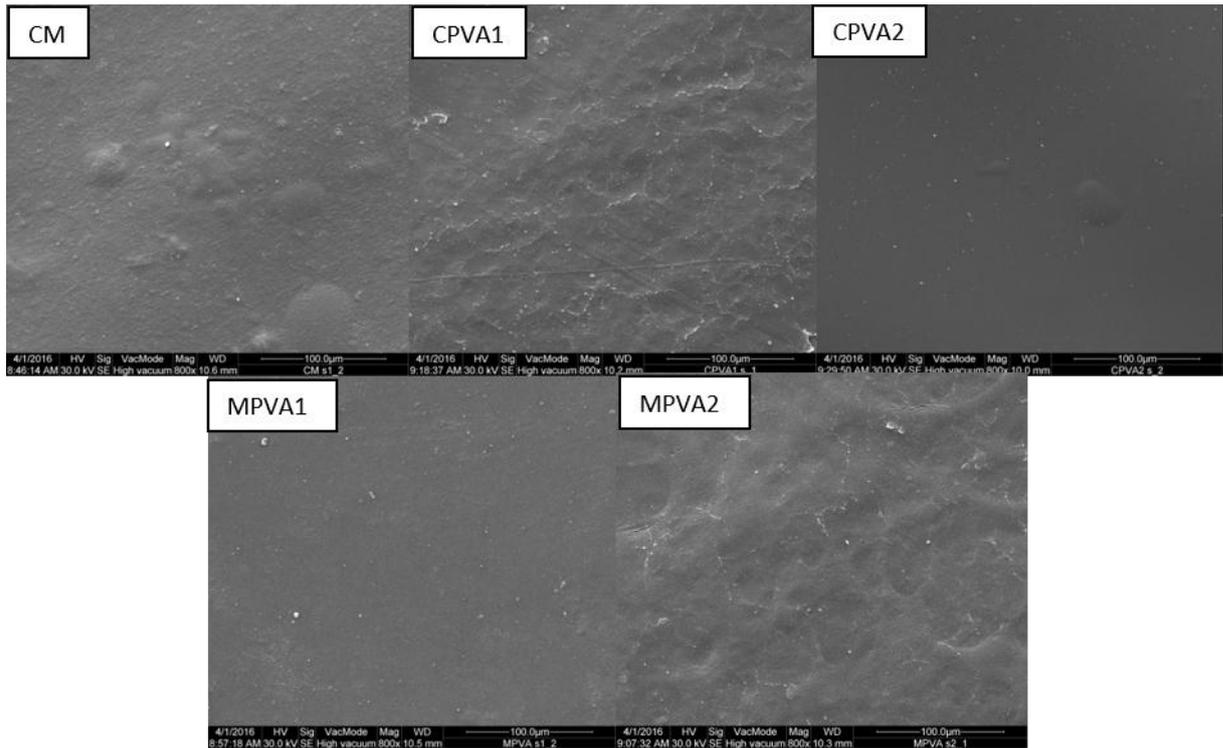


Figura 6. Micrografias da superfície dos filmes de PVA e mucilagem de linhaça: CM - controle mucilagem, CPVA1 - controle PVA1, CPVA2 - controle PVA2, MPVA1 - mistura mucilagem e PVA1, MPVA2 - mistura mucilagem e PVA2, magnificação 800x.

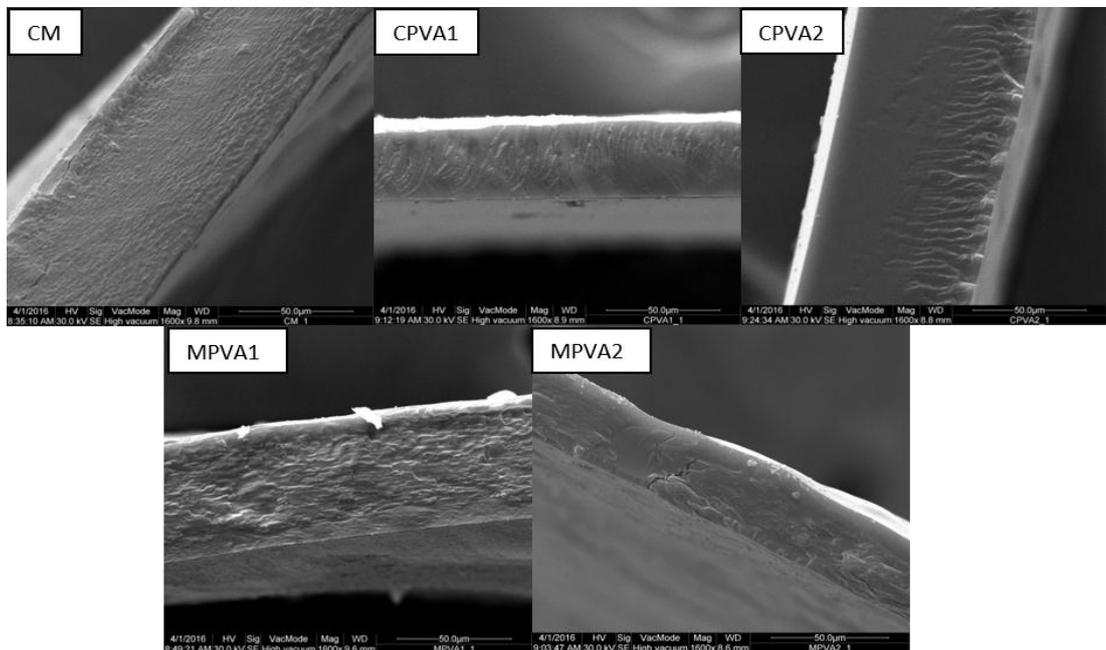


Figura 7. Micrografias da fratura dos filmes de PVA e mucilagem de linhaça: CM - controle mucilagem, CPVA1 - controle PVA1, CPVA2 - controle PVA2, MPVA1 - mistura mucilagem e PVA1, MPVA2 - mistura mucilagem e PVA2, magnificação 1.600x.

Observando a Figura 6 é possível perceber que de forma geral todas as amostras apresentaram superfícies lisas, sem fissuras ou microporos. Isso indica que o processo de

secagem dos filmes permitiu uma boa integridade da matriz polimérica (JAYASEKARA et al., 2004).

No caso das amostras de fratura, quando observada a imagem filme CM (Figura 7) percebe-se que o material apresentou homogeneidade e que a mucilagem não apresentou separação do plastificante, glicerol, além de ser possível observar rugosidades. Nas imagens de fratura das amostras CPVA1 e CPVA2 (Figura 7) também é possível notar homogeneidade das matrizes poliméricas bem como certa rugosidade. Imagem semelhante foi encontrada por Tavares (2013) em seus filmes com amido, poli (vinil álcool) e ácidos carboxílicos.

Ainda na Figura 7, avaliando as imagens das blendas, para a amostra MPVA1 encontra-se uma microestrutura semelhante ao controle de mucilagem. No entanto observando MPVA2 tem-se uma estrutura de aspecto mais liso.

5.4 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

Na Figura 8 estão apresentados os resultados da caracterização térmica por DSC dos filmes produzidos.

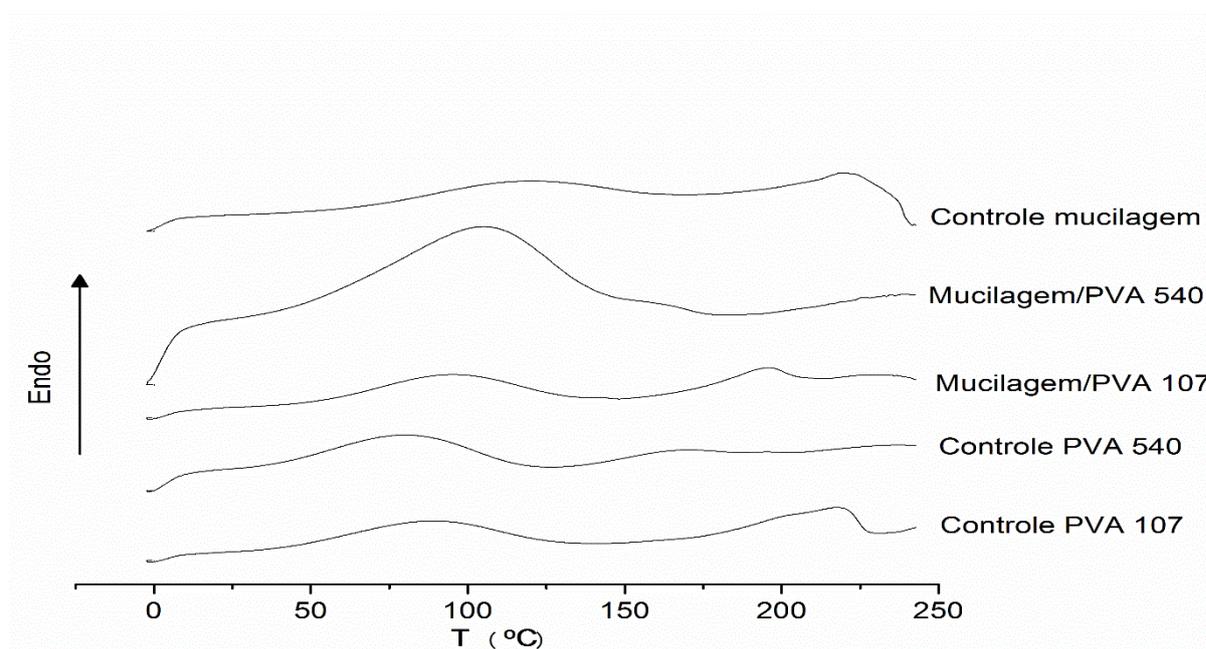


Figura 8. Termograma das amostras de filmes produzidos.

Inicialmente se analisarmos as amostras de PVA controle, observamos que as temperaturas de transição vítrea (T_g) localizam-se em 109 °C e 117°C para PVA 107 (GH 98% GH e M_w – 50.000 g/mol) e PVA 540 (88% GH e M_w = 152.000 g/mol) respectivamente. As temperaturas de fusão cristalina (T_m) dos mesmos encontram-se em 222

°C e 171 °C respectivamente. Estes resultados diferem dos encontrados por Cassu e Felisberti (1997) que analisaram dois PVAs de massas molares semelhantes entre si, porém com graus de hidrólise diferentes: 88% GH e $M_w = 127.000$ g/mol; 99% GH e $M_w = 124.000$ g/mol. Os autores encontraram os seguintes resultados: Tg igual a 59 °C e 74 °C e Tm de 179 °C e 228 °C para graus de hidrólise de 88% e 99% respectivamente. Com intuito de avaliar este efeito, os resultados apresentados por Feng e Feng (1993) para um PVA com 98,5% GH e M_w de 25.000 g/mol apresentaram Tg de 73,1 °C e Tm de 218,7 °C. Já no trabalho de Park, Park, R. (2001) os autores avaliaram um PVA de 99% GH com M_w de 89.000 g/mol e observaram que a Tg era igual a 85 °C e a Tm de 143°C. No caso do presente trabalho o maior efeito na diferença das Tgs foi da do grau de cristalinidade e não do grau de hidrólise, nem da massa molar unicamente. De forma geral pode-se concluir que o PVA 540 é menos cristalino que o PVA 107.

Analisando as características térmicas da mucilagem percebe-se que a temperatura de fusão cristalina encontra-se em torno de 120 °C. Tavares et al (2013) observaram que para a mucilagem de inhame a Tm encontrava-se em torno de 79 °C. Não foi possível detectar a Tg deste material em função da faixa de temperatura de análise. Diversos autores indicam que a Tg de filmes de mucilagens plastificadas com glicerol apresentam valores negativos como por exemplo: -31 °C para mucilagem de sementes de manjeriço (KHAZAEI et al., 2014) e -29 °C para a mucilagem de sementes de marmelo(JOUKI et al., 2013). Além disso, acima de 225 °C na Figura 9 percebe-se o início da degradação térmica da mucilagem.

Analisando em seguida as amostras de blendas de mucilage e PVA percebe-se que no caso do PVA 540 é possível observar somente uma Tg localizada em 107 °C, menor que para o PVA 540 controle (109 °C). Não é possível afirmar que a Tg da mucilagem não esteja mais presente, já que o equipamento utilizado não possui capacidade de operação em tal faixa. Porém é visível que não há presença de Tm em tal amostra, o que mostra que não há pontos de cristalinidade na estrutura deste material.

Já no caso da blenda de PVA 107 a Tg e Tm estão localizadas em 95°C e 200 °C, respectivamente. A mesma hipótese de que não há como afirmar que a Tg da mucilagem não esteja mais presente é válida neste caso. Outro ponto importante a ser destacado é a redução na Tg em relação ao PVA 107 controle, que era de 117 °C, e na Tm que era de 222°C. Isso indica que houve uma redução significativa de cristalinidade no material, porém esta ainda encontra-se presente. Nos dois casos a adição de mucilagem garantiu a redução da Tg e da Tm demonstrando um efeito plastificante.

5.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Os resultados das propriedades mecânicas de resistência a tração, módulo de Young e alongamento na ruptura estão dispostos no Tabela 3.

Tabela 3. Propriedades mecânicas de tração dos filmes produzidos.

Amostra	Espessura (μm)	RT (MPa)	MY (MPa)	E (%)
CM	66,60 \pm 11,90	33,23 \pm 5,81	238,33 \pm 69,31	17,58 \pm 7,07
CPVA1	88,40 \pm 34,20	149,37 \pm 49,03	229,24 \pm 70,11	136,83 \pm 30,80
CPVA2	140,80 \pm 54,80	49,41 \pm 12,60	1905,28 \pm 1057, 42	134,83 \pm 55,03
MPVA1	74,90 \pm 40,60	12,67 \pm 3,77	16,79 \pm 2,59	63,00 \pm 9,89
MPVA2	67,90 \pm 44,40	4,30 \pm 0,70	2,27 \pm 0,07	89,83 \pm 10,86

RT – Resistencia a Tração, MY – Módulo de Young, E – Alongamento na ruptura.

Observando as espessuras nota-se que todas apresentaram valores relativamente baixos devido ao método *film casting* que permite melhor controle desta propriedade a partir da quantidade de solução filmogênica depositada na superfície de secagem, proporcionando materiais mais uniforme e com uma espessura menor quando comparados aos extrusados (ZANELA, 2013). A espessura é um parâmetro que tem influência sobre as propriedades do filme e que quando controlada permite a uniformidade do material, observando a Tabela 3 percebe-se que os resultados das blendas MPVA2 e MPVA1 foram semelhantes demonstrando controle na produção dos mesmos quanto à quantidade de material depositado em cada recipiente (forma) para evaporação do solvente. Nas demais amostras pode-se perceber diferenças, estas relacionadas à quantidade de solução filmogênica desigual ou pequenas inclinações no recipiente durante a evaporação que modificam a espessura final do material.

Quanto à resistência à tração, a amostra controle CPVA1 apresentou diferença de todas as amostras analisadas. Essa maior resistência está relacionada ao seu maior grau de hidrólise (98,30%) e maior cristalinidade, conforme observado na análise de DSC. O aumento do grau de hidrólise está associado com a estabilização energética promovida pelas pontes de hidrogênio intra- e inter-cadeias do polímero, proporcionando filmes mais resistentes (ZANELLA, 2013).

Filmes confeccionados apenas com PVA e glicerol (CPVA1 e CPVA2) apresentaram-se mais resistentes e flexíveis em comparação com o filme de mucilagem (CM). A mucilagem por si só produz filmes frágeis e quebradiços, o que a torna um material sem aplicabilidade

conforme observado por Paynel et al. (2013). Neste trabalho, independente do tipo de PVA utilizado, a mistura da mucilagem e do PVA alterou as propriedades mecânicas, proporcionando filmes menos resistentes e rígidos, a partir da redução da resistência a tração e módulo de Young, e mais flexíveis com a elevação dos valores de alongamento na ruptura em relação ao CM. Comportamento similar foi observado em filmes compostos de PVA e quitosana (BONILLA et al., 2014).

Na Tabela 4 são apresentados os valores obtidos para força máxima na perfuração e deformação na perfuração.

Tabela 4. Propriedades mecânicas de perfuração dos filmes produzidos.

Amostra	Força de Perfuração (N)	Delta l/l0 (mm)
CM	22,83 ± 4,62	0,0086 ± 0,0032
CPVA1	29,50 ± 6,11	0,1699 ± 0,0243
CPVA2	25,90 ± 3,12	0,7005 ± 0,0493
MPVA1	25,37 ± 7,21	0,0276 ± 0,007
MPVA2	6,26 ± 1,37	0,0246 ± 0,0048

Delta l/l0 – Deformação na perfuração.

Avaliando a força máxima de perfuração observa-se que apenas a amostra MPVA2 teve resultado diferente das demais, o que nos mostra que a mistura entre PVA2 e a mucilagem acarretou a uma diminuição na força de perfuração do material. Isso ocorreu por esta amostra ter apresentado um módulo de elasticidade mais baixo, conforme apresentado na Tabela 3 (SARANTÓPULOS et al., 2002).

A deformação na perfuração nos mostra que não houve diferença nos valores para as misturas MPVA1 e MPVA2, mas apresentou uma redução quando comparado aos controles CPVA1 e CPVA2 e um aumento quando comparado ao CM. Isto pode ter ocorrido pela alteração na interação entre as cadeias que se tornaram mais fraca quando se misturou mucilagem com PVA.

5.6 UMIDADE E PERMEABILIDADE AO VAPOR D'ÁGUA

A Tabela 5 apresenta os resultados de umidade e permeabilidade ao vapor d'água das amostras.

Tabela 5. Umidade e permeabilidade ao vapor de água dos filmes produzidos.

Amostra	UMIDADE (%)	PVA* (g.dia⁻¹.m⁻¹.Pa⁻¹)
CM	10,98 ± 7,66	4,5x10 ⁻⁶ ± 6,9x10 ⁻⁷
CPVA1	13,78 ± 9,02	3,9x10 ⁻⁶ ± 9,2x10 ⁻⁷
CPVA2	6,47 ± 5,06	5,9x10 ⁻⁶ ± 7,8x10 ⁻⁷
MPVA1	6,05 ± 3,92	5,8x10 ⁻⁶ ± 4,9x10 ⁻⁷
MPVA2	15,58 ± 5,55	3,1x10 ⁻⁶ ± 8,2x10 ⁻⁷

*Permeabilidade ao vapor d'água.

Comparando os valores de umidades, todas as amostras possuem resultados semelhantes, isso nos mostra que o processo de secagem dos filmes apresenta-se estável. Em contra partida, quando analisada a permeabilidade ao vapor de água nota-se que a amostra de blenda MPVA2 apresentou diferença em relação à CPVA2 e MPVA1, tendo em vista que o MPVA2 apresentou a menor permeabilidade. Esperava-se que a mistura da mucilagem com PVA não alterasse as propriedades de barreira ao vapor de água, visto que os dois polímeros possuem caráter hidrofílico. Um fator que pode ter influenciado neste resultado, é o fato de que fibras insolúveis, como a celulose, podem estar presentes no material devido ao método de extração utilizado, como comentado nos resultados relativos à extração da mucilagem. Syverud e Stenius (2009) afirmam que a boa propriedade de barreira da celulose, em seus filmes de celulose microfibrilar, se deve ao fato da celulose apresentar baixa permeabilidade que foi reforçada por regiões cristalinas formadas pelas fibras. Reforçando esta ideia Bai et al. (2015), em seu estudo com materiais utilizando poli(álcool vinílico), celulose micro e nano-fibrilada e poliHEMA, observaram a redução da permeabilidade com a adição de celulose, devido a presença de zonas cristalinas e impermeáveis distribuídas pela matriz, dificultando assim a difusão das moléculas de água.

Santos (2014) encontrou valores que variam de 4,6 a 5,3 x10⁶g/m.Pa.dia em filmes de amido de mandioca com zeólita e Araújo et al. (2015) em seus filmes de amido de mandioca adicionados de extrato de própolis encontrou 2,95 x10⁶g/m.Pa.dia este sendo seu menor valor para PVA para a maior concentração de extrato adicionada. No presente trabalho os valores encontrados são menores quando comparados com os autores citados.

6. CONCLUSÃO

No presente trabalho foi possível extrair a mucilagem da semente de linhaça utilizando-se de um método de extração que proporcionou um bom rendimento. No entanto, não se obteve uma seletividade daquilo que foi extraído uma vez que substâncias insolúveis podem ter feito parte das formulações.

A mucilagem da semente de linhaça é uma matéria-prima interessante para ser utilizada em blendas com PVA, proporcionando filmes menos resistentes e rígidos, mais flexíveis e sem alteração significativa das propriedades de barreira ao vapor de água em relação ao filme de mucilagem pura.

As imagens de MEV revelaram, de um modo geral, que a mucilagem e a PVA formaram uma estrutura compacta e homogênea corroborando com os resultados de DSC que indicou uma modificação da faixa de Tg e a redução na Tm.

7. REFERENCIAS

ALIX, S.; MARAIS, S.; MORVAN, C.; LEBRUN, L. Biocomposite materials from flax plants: Preparation and properties. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 39, n. 12, p. 1793–1801, 2008. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359835X08002169>>.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – ASTM. Standard test method for water vapor transmission of material – E96-00, **Annual book of ASTM**, Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials, 1996.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – ASTM. Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting. D-882-02, **Annual book of ASTM**, Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials, 2002.

BAI, H.; LI, Y.; WANG, W.; CHEN, G.; ROJAS, O. J. Interpenetrated polymer networks in composites with poly (vinyl alcohol), micro- and nano-fibrillated cellulose (M / NFC) and polyHEMA to develop packaging materials. **Cellulose**, v. 22, n. 6, p. 3877–3894, 2015. Springer Netherlands.

BARROSO, A. K. M.; TORRES, A. G.; CASTELO-BRANCO, V. N.; et al. Linhaça marrom e dourada: propriedades químicas e funcionais das sementes e dos óleos prensados a frio. **Ciência Rural**, v. 44, n. 1, p. 181–187, 2014.

BONILLA, J.; FORTUNATI, E.; ATARÉS, L.; CHIRALT, A.; KENNY, J. M. Physical, structural and antimicrobial properties of poly vinyl alcohol-chitosan biodegradable films. **Food Hydrocolloids**, v. 35, p. 463–470, 2014. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.07.002>>.

BRITO, F.; MIRANDA, S.; MORAIS, N.; JÚNIOR, V.; FERREIRA, R. Qualidade Microbiológica de Farinhas de Linhaça Dourada e Marrom Microbiological Quality of Golden and Brown Flaxseed Flours. , v. 17, n. 3, p. 176–180, 2015.

CANO, A.; FORTUNATI, E.; CHÁFER, M.; et al. Properties and ageing behaviour of pea starch films as affected by blend with poly(vinyl alcohol). **Food Hydrocolloids**, v. 48, p. 84–93, 2015. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0268005X15000211>>.

CHUANG, W.; YOUNG, T.; CHIU, W.; LIN, C. The effect of polymeric additives on the structure and permeability of poly (vinyl alcohol) asymmetric membranes. , v. 41, p. 5633–5641, 2000.

COŞKUNER, Y.; KARABABA, E. Some physical properties of flaxseed (*Linum usitatissimum* L.). **Journal of Food Engineering**, v. 78, n. 3, p. 1067–1073, 2007.

DICK, M.; HENRIQUE PAGNO, C.; HAAS COSTA, T. M.; et al. Edible films based on chia flour: Development and characterization. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 133, n. 2, p. n/a–n/a, 2015. Disponível em: <<http://doi.wiley.com/10.1002/app.42455>>.

DING, H. H.; CUI, S. W.; GOFF, H. D.; et al. Soluble polysaccharides from flaxseed kernel as a new source of dietary fibres: Extraction and physicochemical characterization. **FRIN**, v. 56, p. 166–173, 2014. Elsevier B.V. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2013.12.005>>.

ESPINO-DÍAZ, M.; JESÚS ORNELAS-PAZ, J. DE; MARTÍNEZ-TÉLLEZ, M. A.; et al. Development and characterization of edible films based on mucilage of *Opuntia ficus-indica* (L.). **Journal of Food Science**, v. 75, n. 6, p. 347–352, 2010.

FENG, H.; FENG, Z.; SHEN, L. A high resolution solid-state n.m.r. and d.s.c. study of miscibility and crystallization behaviour of poly(vinyl alcohol)/poly(N-vinyl-2-pyrrolidone) blends. **Polymer**, v. 34, n. 12, p. 2516–2519, 1993. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/003238619390581T>>.

GOULART, F. R. Farelo de linhaça in natura e demucilada como fonte de proteína na dieta de juvenis de Judiá (*Rhamdi quelen*). , p. 92, 2012.

JAYASEKARA, R., HARDING, I., BOWATER, I., CHRISTIE, G. B. Y., & LONERGAN, G. T. (2004). Preparation, surface modification and characterisation of solution cast starch PVA blended films. **Polymer testing**, 23(1), 17-27.

JOUKI, M.; TABATABAEI YAZDI, F.; MORTAZAVI, S. A.; KOOCHEKI, A. Physical, barrier and antioxidant properties of a novel plasticized edible film from quince seed mucilage. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 62, p. 500–507, 2013. Elsevier B.V. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2013.09.031>>.

JOUKI, M.; YAZDI, F. T.; MORTAZAVI, S. A.; KOOCHEKI, A. Quince seed mucilage films incorporated with oregano essential oil: Physical, thermal, barrier, antioxidant and antibacterial properties. **Food Hydrocolloids**, v. 36, p. 9–19, 2014. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.08.030>>.

KHAZAEI, N.; ESMAILI, M.; DJOMEH, Z. E.; GHASEMLOU, M.; JOUKI, M. Characterization of new biodegradable edible film made from basil seed (*Ocimum basilicum* L.) gum. **Carbohydrate Polymers**, v. 102, n. 1, p. 199–206, 2014. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.10.062>>.

KHOSHGOZARAN-ABRAS, S.; AZIZI, M. H.; HAMIDY, Z.; BAGHERIPOOR-FALLAH, N. Mechanical, physicochemical and color properties of chitosan based-films as a function of Aloe vera gel incorporation. **Carbohydrate Polymers**, v. 87, n. 3, p. 2058–2062, 2012. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014486171100926X>>.

LEWANDOWSKA, K. Miscibility and thermal stability of poly(vinyl alcohol)/chitosan mixtures. **Thermochimica Acta**, v. 493, n. 1-2, p. 42–48, 2009.

LIMPAN, N.; PRODPRAN, T.; BENJAKUL, S.; PRASARPRAN, S. Influences of degree of hydrolysis and molecular weight of poly(vinyl alcohol) (PVA) on properties of fish myofibrillar protein/PVA blend films. **Food Hydrocolloids**, v. 29, n. 1, p. 226–233, 2012.

MONASTERIO, N.; LEIZA, J. R.; MEAURIO, E.; SARASUA, J. R. Thermal and

mechanical characterization of films based on poly(vinyl alcohol) and β -lactoglobulin blends. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 132, p. n/a–n/a, 2015. Disponível em: <<http://doi.wiley.com/10.1002/app.41745>>.

MONEGO, M. A. Goma da linhaça (*Linum usitatissimum* L.) para uso como hidrocolóide na indústria. , p. 89, 2009.

MUDIGOUDRA, B. S.; MASTI, S. P.; CHOUGALE, R. B. Thermal behavior of poly(vinyl alcohol)/ poly(vinyl pyrrolidone)/ chitosan ternary polymer blend films. **Research Journal of Recent Sciences**, v. 1, n. 9, p. 83–86, 2012.

NOVELLO, D.; POLLONIO, M. A. R. Caracterização e propriedades da linhaça (*Linum usitatissimum* L.) e subprodutos. **Boletim Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, v. 29, n. 2, p. 317–330, 2011.

PARK, J. S.; PARK, J. W.; RUCKENSTEIN, E. Thermal and dynamic mechanical analysis of PVA/MC blend hydrogels. **Polymer**, v. 42, n. 9, p. 4271–4280, 2001.

PAYNEL, F.; PAVLOV, A.; ANCELIN, G.; et al. Polysaccharide hydrolases are released with mucilages after water hydration of flax seeds. **Plant Physiology and Biochemistry**, v. 62, p. 54–62, 2013. Elsevier Masson SAS. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.plaphy.2012.10.009>>.

PEELMAN, N.; RAGAERT, P.; MEULENAER, B. DE; et al. Application of bioplastics for food packaging. **Trends in Food Science & Technology**, v. 32, n. 2, p. 128–141, 2013. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924224413001167>>.

RAJENDRAN, S.; SIVAKUMAR, M.; SUBADEVI, R. Investigations on the effect of various plasticizers in PVA – PMMA solid polymer blend electrolytes. , v. 58, p. 641–649, 2004.

RHIM, J. W. Effect of PLA lamination on performance characteristics of agar/ κ -carrageenan/clay bio-nanocomposite film. **Food Research International**, v. 51, n. 2, p. 714–722, 2013. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2013.01.050>>.

SANTOS, A. F. Produção de filmes ativos a base de amido e zeólita modificada com prata. , 2014.

SEDLARIK, V.; GALYA, T.; SEDLARIKOVA, J.; VALASEK, P.; SAHA, P. Journal of Biomaterials Science , The Effect of Hydrolysis Degree on the Properties of Antibacterial Polymeric Films Based on Poly (vinyl alcohol) and Zinc Sulphate for Biomedical Applications. , v. 5063, n. March 2013, p. 1421–1440, 2012.

SUDHAMANI, S. R.; PRASAD, M. S.; UDAYA SANKAR, K. DSC and FTIR studies on Gellan and polyvinyl alcohol (PVA) blend films. **Food Hydrocolloids**, v. 17, n. 3, p. 245–250, 2003.

SYVERUD, K.; STENIUS, Æ. P. Strength and barrier properties of MFC films. , , n. August 2008, p. 75–85, 2009.

TAVARES, M. A. Amido, álcool polivinílico e ácidos carboxílicos na produção de biofilmes. , 2013.

WANG, S.; REN, J.; LI, W.; SUN, R.; LIU, S. Properties of polyvinyl alcohol/xylan composite films with citric acid. **Carbohydrate polymers**, v. 103, p. 94–9, 2014. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0144861713012447>>.

ZANELA, J. Desenvolvimento e caracterização de material biodegradável a base de amido e poli (vinil álcool). , p. 113, 2013.

ZUO, B.; HU, Y.; LU, X.; et al. Surface properties of poly(vinyl alcohol) films dominated by spontaneous adsorption of ethanol and governed by hydrogen bonding. **Journal of Physical Chemistry C**, v. 117, n. 7, p. 3396–3406, 2013.