



SEI-SICITE 2021

Pesquisa e Extensão para um mundo em transformação

XI Seminário de Extensão e Inovação
XXVI Seminário de Iniciação Científica e Tecnológica
08 a 12 de Novembro - Guarapuava/PR



Preparação e Caracterização de Biofilmes

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF BIOFILMS

Júlia Gonçalves Batista*,

Prof. Dr. Elton Guntendorfer Bonafe†

RESUMO

Os materiais de embalagem de base biológica estão ganhando importância devido à sua fácil biodegradação, sustentabilidade e respeito ao meio ambiente. Essa pesquisa tem como principal propósito a preparação de biofilmes de k-carragena e goma gelana, na qual se mostra uma boa forma de substituição de embalagens de materiais sintéticos. Após a preparação desses filmes, foram feitas as caracterizações submetendo os mesmos a uma série de testes, sendo analisados através de testes para determinação da adsorção por água e óleo bem como a passagem dos mesmos no material, e testes para demarcação da passagem de luz através da membrana do filme a fim da determinação da transparência. Ao final da caracterização foi possível determinar a qualidade e capacidade dos filmes.

Palavras-chave: Biofilmes, k-carragena, goma gelana.

ABSTRACT

Bio-based packaging materials are gaining importance due to their easy biodegradation, sustainability, and respect for the environment. The main purpose of this research is the preparation of k-carrageenan and gellan gum biofilms, which proves to be a good way to replace packaging made of synthetic materials. After the preparation of these films, the characterizations were made by submitting them to a series of tests, being analyzed through tests to determine the adsorption by water and oil as well as their passage in the material, and tests to demarcate the passage of light through of the film membrane to determine the transparency. At the end of the characterization, it was possible to determine the quality and capacity of the films.

Keywords: Biofilms, k-carrageenan, gellan gum.

1 INTRODUÇÃO

As embalagens plásticas são muito utilizadas para o armazenamento de alimentos, onde mais de 30% da produção mundial de plástico é usada como materiais para embalagens, sendo um sistema coordenado para garantir a qualidade, segurança e transporte de produtos alimentícios (Pinto et al., 2021). Sendo essas embalagens presentes há muitos anos na vida do ser humano. O desenvolvimento e o descarte pós-consumo causam diversos problemas ambientais, como as emissões que estão ligadas aos impactos negativos na natureza e na saúde (Amin et al., 2021).

Visto isso, materiais de embalagem biodegradável ganharam maior importância para a substituição dos materiais de embalagens sintéticas, como o plástico. Esses materiais sustentáveis são consumidos como produto ou até mesmo sendo decompostos por microorganismos sem a produção de emissões ambientais perigosas. Podendo ser esses materiais bioplásticos (Amin et al., 2021).

* Engenharia Química, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Apucarana, Paraná, Brasil; juliabatista@alunos.utfpr.edu.br;

† Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Apucarana; eltongbonafe@gmail.com



Um material é considerado bioplástico se o mesmo for biodegradável, de base biológica ou que apresenta ambas as propriedades. Os biopolímeros representam uma subclasse de bioplásticos biodegradáveis e de base biológica. Podem ser extraídos da biomassa animal como polissacarídeos, lipídeos e proteínas ou da biomassa vegetal (Pinto et al.,2021).

Os biopolímeros são abundantes, biodegradáveis e baratos, sendo também, de fácil produção e reciclagem. Sendo o processo de produção, para criar esses materiais, uma fonte de oportunidade que diminuam as gerações de resíduos e consumo de energia (Rukmanikrishnan et al.,2020).

Polissacarídeos originários de algas são exemplos de biopolímeros, é uma das ótimas opções para a produção de materiais biodegradáveis, devido sua alta biodegradabilidade. Um exemplo de polissacarídeo é a k-carragena, extraída de diferentes espécies de algas vermelhas marinhas (Rukmanikrishnan et al.,2020). Onde esse polissacarídeo apresenta boa capacidade de formação de filme e oferece benefícios de produção como a redução da emissão de carbono.

Porém, devido à sua fraca natureza mecânica e hidrofílica sua aplicação em toda a área é restringida. Portanto, há muito interesse em desenvolver filmes de embalagem com base em biopolímero para resolver esses problemas.

A introdução de goma gelana apresenta uma boa estratégia de incorporação nas embalagens biodegradáveis a fim de gerar uma melhor estabilidade no filme. A goma gelana é um polissacarídeo aniônico linear secretado pela bactéria *Sphingomonas elodea*, ela forma um gel estável na presença de cátions (Rukmanikrishnan et al.,2020).

Portanto, o objetivo deste estudo foi produzir e caracterizar biofilmes a base de k-carragena, com incorporação de goma gelana para a geração de filmes estáveis.

2 MÉTODO

A k-carragena foi utilizada sem nenhum tratamento inicial, sendo utilizada da mesma forma que recebida. Foram adicionados em frascos selados 2,5% em peso de k-carragena com 0,5% em peso de goma gelana e, 2,7% em peso de k-carragena e 0,3% em peso de goma gelana juntamente com 0,6 g de álcool polivinílico (pvOH) e 600 µL de glicerol e acrescentando 80 mL de água destilada em cada frasco, sob agitação magnética a 65°C para a dissolução (60 min). Em seguida, a solução foi mantida em banho ultrassônico para a retirada das bolhas formadas (120 min). Realizando esse procedimento três vezes para a obtenção de 6 amostras.

A solução foi então vertida sobre uma placa de petri (poliacrílica) e seco por 24h em temperatura de 40°C. Os filmes foram retirados manualmente da placa de petri. Os filmes foram armazenados a uma temperatura de 25°C.

Para a caracterização dos materiais, os filmes foram submetidos a uma série de análises. Para a determinação da espessura dos filmes foi utilizado um micrômetro digital portátil 0-25 mm (modelo ZAAS Precision, São Paulo, Brasil) utilizado em três posições aleatórias para cada amostra. Os valores médios de espessura foram utilizados nos cálculos para a opacidade e permeabilidade ao óleo.

O teor de umidade dos filmes foi determinado para um total de três corpos de prova, 2.0 cm X 2.0 cm, para cada amostra cortadas em posições aleatórias e colocadas uniformemente em papel filtro (previamente seco em estufa a 100°C por 30 min, e aferida a sua massa). O teor de umidade foi determinado por teste de secagem em estufa até a obtenção do peso constante.

A solubilidade dos biofilmes em água foi determinada através das amostras de biofilmes previamente secas em estufa por 24 horas a 40°C, cortadas uniformemente e pesadas após a estufa. Em seguida, os filmes foram colocados em recipientes com tampa, juntamente com 30 mL de água destilada. Por fim, os filmes não dissolvidos foram filtrados utilizando papel filtro de Whatman nº 1 (Whatman International Ltd, Maidstone, Inglaterra) e secos



a 40°C por 24h para determinar o seu peso final. A solubilidade em água (SA(%)), foi calculada utilizando a seguinte Equação(1):

$$SA(\%) = \left[\frac{(M_o - M_f)}{M_o} \right] \times 100$$

Sendo, M_o a massa inicial do biofilme e M_f a massa final do biofilme não dissolvido.

A medição da permeabilidade em óleo foi realizada adicionando 5,0 mL de óleo de soja em tubo *falcon*, onde as amostras foram seladas em sua extremidade aberta. Os tubos foram virados de forma que a extremidade ficasse para baixo sob um papel filtro, sendo este previamente pesado. A espessura do filme foi medida. E, as amostras foram testadas em três réplicas para dois biofilmes. A permeabilidade do óleo (PO) foi calculada utilizando a seguinte Equação(2):

$$P_o = \frac{(\Delta p x E)}{(A x t)}$$

Sendo Δp a variação do peso do papel filtro em gramas, E a espessura do filme em milímetros, A a área de contato efetivo em m^2 e t o tempo em dias.

A medição da permeabilidade de vapor foi realizada através de amostras de biofilmes, sendo as mesmas três corpos de prova, para cada amostra cortadas de forma circular em posições aleatórias. Cada amostra foi fixada em um recipiente com uma abertura circular de 60 mm de diâmetro interno, sendo rosqueado sua tampa com abertura com o mesmo tamanho do biofilme, permitindo a migração de umidade através do filme. O interior da célula foi preenchido com uma solução de cloreto de magnésio e, os recipientes foram colocados em uma caixa armazenadora contendo além dos recipientes, béquer com solução saturada de cloreto de sódio e água destilada. As amostras foram pesadas 8 vezes sucessivas a cada 2 horas. Os testes foram realizados em triplicata.

A cinética de intumescimento em água das amostras de biofilme, foi realizada com as amostras de biofilmes secos, de 2.0 com x 2.0 cm, e previamente pesados e adicionados 30 mL de água destilada e vedados. A cinética de intumescimento foi avaliada medindo o ganho de peso das amostras ao passar do tempo, até que o equilíbrio fosse alcançado. Antes de pesar as amostras, a sua superfície foi manchada levemente com um papel filtro, para evitar um resultado falso positivo. O grau máximo de intumescimento (IM) foi calculado pela seguinte Equação(3):

$$IM(\%) = \left[\frac{(P_o - P_f)}{P_f} \right] \times 100$$

Sendo, P_o o peso inicial do biofilme intumescido e P_f o peso final do biofilme seco.

A opacidade das amostras de biofilme foi realizada medindo a absorvância a 550 nm usando a espectroscopia no infravermelho próximo (NIRS) com suporte para 2 células. As amostras de biofilme foram cortadas em retângulo e alocadas no interior da cubeta (quartzo com tampa de teflon e caminho ótico de 10 mm, volume de 3,5 mL) teste. A cubeta vazia foi usada como referência (branco). Sendo a espessura do filme foi medida em três regiões distintas. Foram testadas três réplicas de cada filme. A opacidade foi calculada usando a seguinte Equação(4):

$$\text{Opacidade} = \frac{A_{550}}{E}$$



SEI-SICITE 2021

Pesquisa e Extensão para um mundo em transformação

Sendo A_{550} o valor de absorvância a 550 nm e E a espessura do filme (mm). Essa equação mostra que a valores baixos de opacidade, maior a transparência dos biofilmes.

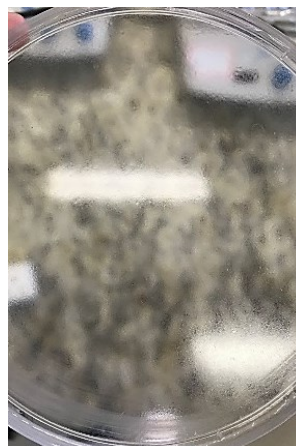
3 RESULTADOS

A preparação dos filmes produz um material nitidamente transparente e uniforme quando seco, sendo o glicerol o responsável pela uniformidade não deixando o material quebradiço, devido a sua natureza plastificante, gerando uma maior flexibilidade e manuseabilidade. Já o álcool polivinílico (pVOH) foi atribuído para gerar uma maior capacidade de formação dos filmes. A concentração adicionada tanto de glicerol como de pVOH, foram mantidas fixas para cada formulação de filme. Todas as formulações dos filmes foram facilmente retiradas das placas de petri.

Figura 1 2,5% k-carragena 0,5% goma gelana



Figura 2 2,7% k-carragena 0,3% goma gelana



Com a caracterização dos materiais, as espessura média para a opacidade dos filmes, permeabilidade de vapor e permeabilidade em óleo são amostrados na Tabela 1.



Tabela 1 Espessura média, opacidade, permeabilidade de vapor, permeabilidade em óleo

Amostras Biofilme	Opacidade	Permeabilidade de vapor	Permeabilidade em óleo
2,5% k-carragena e 0,5% goma gelana	0,071 mm	0,089 mm	0,094 mm
2,7% k-carragena e 0,3% goma gelana	0,077 mm	0,076 mm	0,077 mm

Os resultados da tabela 1, mostram que a espessura do biofilme variou de 0,077 a 0,094 mm de acordo com a diferença de concentração de k-carragena e goma gelana na amostra. Determinando a influência dessas concentrações na espessura do filme.

Os pesos médios antes e pós secagem de amostras para a determinação do teor de umidade são amostrados na tabela 2.

Tabela 2 Teor de umidade

Amostras biofilmes	Peso papel filtro seco	Peso papel+amostra antes da estufa	Peso papel+amostra secos
2,5% k-carragena e 0,5% goma gelana	0,905g	0,955g	0,886g
2,7% k-carragena e 0,3% goma gelana	0,914g	0,972g	0,904g

Os dados na Tabela 2, mostram que o peso da amostra diminui após 4 horas na estufa, mostraram também que o teor de umidade dos filmes de k-carragena diminuíram com o aumento do teor de goma gelana nas amostras, onde quanto maior sua concentração menor o teor de umidade.

A opacidade variou de 0,093 a 0,109 e quanto menor a opacidade, maior o grau de transparência do filme. De modo geral, os filmes que apresentaram em sua formulação menores concentrações de goma gelana, maior foi o grau de transparência do mesmo.

A permeabilidade em óleo nos filmes foi maior nas amostras de 2,7% k-carragena e 0,3% goma gelana, onde o óleo foi absorvido pelo filme e passado para o filtro de papel. Em contrapartida, as amostras de 2,5% k-carragena e 0,5% goma gelana mostraram uma boa impedição ao óleo, onde a passagem para o filtro foi mínima. Esta é uma característica interessante, pois considerando embalagens para alimentos oleosos, esta concentração pode ser considerada para a oleosidade não ser transpassada através do filme.



A permeabilidade de vapor não mostrou muita alteração, sendo o peso do filme variado de 1,02 g a 1,01 g para a diferença de concentração dos filmes. Onde a umidade não ultrapassou de forma considerável as amostras de biofilmes.

A cinética de intumescimento do filme em água, foi avaliada por meio da medição da capacidade de absorver água versus o tempo a 25°C. A capacidade de absorção de água foi medida por 120 min, com uma máxima variando de 1751 - 2245% de absorção, que foi referente as amostras com maior concentração de k-carragena. Este resultado pode ser explicado, devido os filmes com maior concentração deste reagente, apresentarem uma maior capacidade de intumescimento em água.

4 CONCLUSÃO

Esse estudo mostra a preparação e caracterização de biofilmes de k-carragena e goma gelana. Sendo esta uma boa forma de obtenção de filmes, onde na concentração de 2,5% k-carragena e 0,5% goma gelana apresentou boas capacidade de retenção a óleo e pouco permeáveis a água, com resultados positivos em sua caracterização.

AGRADECIMENTOS

Agradeço pela oportunidade gerada pela UTFPR de poder fazer parte desta pesquisa, por toda a ajuda do orientador Prof. Elton Guntendorfer Bonafe, que me auxiliou em estudos, por minha família e amigos por me possibilitarem apoio. Por fim, agradeço aos meus companheiros de laboratório que possibilitaram meu maior conhecimento.

REFERÊNCIAS

- PINTO, Loris et al. **Biopolymer hybrid materials: Development, characterization, and food packaging applications**; Food Packaging and Shelf Life, v28, 2021.
<https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2021.100676>
- AMIN, Usman et al. **Potentials of polysaccharides, lipids and proteins in biodegradable food packaging applications**; International Journal of Biological Macromolecules, v183, p 1-2386,2021.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.05.182>
- RUKMANIKRISHNAN, Balasubramanian et al. **K-Carrageenan/lignin composite films: Biofilm inhibition, antioxidant activity, cytocompatibility, UV and water barrier properties**; Materialstoday Communications, v24, 2020.
<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101346>
- RUKMANIKRISHNAN, Balasubramanian et al. **Binary and ternary sustainable composites of gellan gum, hydroxyethyl cellulose and lignin for food packaging applications: Biocompatibility, antioxidant activity, UV and water barrier properties**; International Journal of Biological Macromolecules, v153, p1-1350.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.03.016>