

SÍNTESE DE FILMES DE FÉCULA DE MANDIOCA INCORPORADOS COM CÁLCIO

Maria Helena Lima da Silva¹, Ricardo Henrique de Lima Leite², Francisco Klebson Gomes dos Santos³

1 – Autor; 2 – Coorientador; 3 – Orientador

Resumo: Filmes degradáveis são objetos elaborados a partir de materiais que sofrem degradação biológica. No intuito de melhorar suas propriedades, o trabalho teve como objetivo desenvolver filmes usando fécula de mandioca, incorporando cálcio em sua matriz. A obtenção dos biofilmes ocorreu utilizando 2% (m/m) de fécula, 30% (m/m em base seca) de glicerol e hidróxido de cálcio (0,00%; 0,15%; 0,25%; 0,40%; 0,50% m/m em base seca). A solução filmogênica foi preparada adicionando os reagentes em um bécher; o solvente utilizado foi uma solução de ácido acético 1% (v/v). O bécher foi coberto e posto sob agitação magnética com aquecimento até atingir a temperatura de $70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, condição em que acontece a fase de gelatinização do amido. Após isso, a solução foi submetida ao banho-maria para remover eventuais bolhas. Em seguida, o conteúdo do bécher foi transferido para placas de acrílico de 15 cm por 15 cm, as quais foram levadas à estufa a 50°C durante 5 horas para secagem. Os filmes obtidos foram submetidos às caracterizações físico-químicas de espessura, taxa de permeabilidade ao vapor de água, opacidade, parâmetros de cor e solubilidade em água. Observou-se que o cálcio provocou um aumento de 26% na espessura, pouco afetou a opacidade e os parâmetros de cor, diminuiu a taxa de permeabilidade ao vapor de água em 32% e reduziu a solubilidade em água em 50%. Com isso, conclui-se que a adição do composto foi benéfica, pois afetou a taxa de permeabilidade ao vapor de água e a solubilidade em água positivamente.

Palavras-chave: biopolímeros; cal hidratada; hidrofilia; propriedades físicas.

1. INTRODUÇÃO

Um dos diversos problemas que afetam de maneira direta o meio ambiente é o uso de plásticos provenientes do petróleo, em que estes não apresentam como uma de suas características a degradação de maneira biológica, causando impactos negativos ao habitat dos seres vivos quando descartados de forma incorreta. Dessa forma, alguns estudos [1-4] vêm sendo realizados no intuito de resolver este problema utilizando materiais biodegradáveis e de fonte renovável [5,6].

Uma alternativa viável para solucionar o problema que envolve os plásticos petrolíferos é a substituição destes por plásticos biodegradáveis, também conhecidos como biopolímeros, os quais apresentam como uma de suas principais características a biodegradabilidade. Dentre os biopolímeros, encontra-se a fécula de mandioca, componente este encontrado em larga escala e de custo baixo, tornando-se um material promissor para desenvolver filmes biodegradáveis [7].

Os filmes biodegradáveis são objetos que utilizam em sua matriz materiais que sofrem decomposição biológica [4], tornando-os instrumentos essenciais e viáveis que não agredem o meio ambiente, visto que os biofilmes podem atender aos requisitos fundamentais para elaboração de embalagens com finalidade de manutenção da qualidade e segurança para determinadas utilizações [8].

A fécula de mandioca é considerada como um dos biopolímeros mais utilizados para elaboração de filmes, por não ser tóxica e ser obtida de fontes de origem renovável [9]. Pellá *et al.* [10] estudaram filmes de fécula de mandioca, combinada com gelatina, caseína e plastificante. A baixa concentração de gelatina e a elevada concentração de amido e caseína proporcionaram um biofilme que prolongou a vida de prateleira da goiaba em dois dias quando comparado à goiaba sem a cobertura.

Os biopolímeros, apesar de suas diversas qualidades, necessitam de aditivos, como compostos químicos e plastificantes, que possam melhorar suas características de modo a tornar o biofilme promissor para sua aplicação [11]. Maniglia *et al.* [11] utilizaram um surfactante sintético (dodecil sulfato de sódio - SDS) e um biossurfactante (mel) para melhorar as propriedades dos filmes de fécula de mandioca; os resultados mostraram que a adição do biossurfactante promoveu uma alta hidrofilicidade, diferentemente do surfactante sintético, que além de provocar uma baixa hidrofilicidade, obteve uma menor permeabilidade ao vapor de água. Nessa perspectiva, dentre os materiais que podem ser adicionados aos filmes de fécula de mandioca, sugere-se o hidróxido de cálcio, $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Este pode ser obtido de maneira industrial ou pode ser sintetizado em laboratório. Harish *et al.* [12] obtiveram

nanopartículas de hidróxido de cálcio, sintetizando-o pelo método da precipitação química em meio aquoso. Nos biopolímeros, a concentração de cálcio afeta diretamente suas propriedades, promovendo troca de prótons no biopolímero por íons Ca^{2+} [13]. Cen *et al.* [14] observaram que a concentração de cálcio afeta características como um alto desempenho para resistir ao calor e ao transporte de massa.

Visando uma alternativa para solucionar o problema dos plásticos petrolíferos, bem como reduzir a hidrofilicidade dos filmes de fécula, foi realizado um estudo para desenvolver um filme biodegradável constituído de fécula de mandioca, pelo método *casting*, com incorporação de cálcio, no intuito de melhorar as propriedades dos filmes.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

O aumento do consumo de produtos provenientes de plásticos petrolíferos tornou-se evidente em virtude dos danos que estes trazem ao meio ambiente [15]. Segundo Hidayati *et al.* [16] esses plásticos, quando entram em contato com o solo, podem levar de 100 a 500 anos para se decompor, sendo necessário a substituição deles por plásticos biodegradáveis, em que estes utilizam materiais com degradação biológica.

Hidayati *et al.* [16] abordaram que a utilização de algas marinhas para confecção de plásticos biodegradáveis tornou-se vantajosa uma vez que esses biofilmes possuem algumas características como não apresentarem toxicidade e serem de caráter transparente, podendo servir para revestir alimentos em razão de suas peculiaridades mecânicas; os resultados mostraram que a combinação do glicerol com a carboximetilcelulose (CMC) em determinadas concentrações, utilizando resíduos de algas marinhas, podem resultar em um filme biodegradável com resistência à tração proporcional aos plásticos convencionais, como por exemplo, o polipropileno (PP). De acordo com Oliveira *et al.* [17] a produção dos bioplásticos pode ser realizada mediante diversos compostos como lipídeos, plastificantes, proteínas e polissacarídeos.

Costa *et al.* [18] desenvolveram diversas blendas poliméricas, em que os melhores resultados foram os compostos que utilizaram os biopolímeros da fécula de mandioca e da quitosana, por terem apresentado as melhores alterações nas propriedades quando realizadas as caracterizações físico-químicas de solubilidade, taxa de permeabilidade ao vapor de água e miscibilidade, concluindo que tal produção de blendas altera a estrutura dos filmes de forma propícia.

Conforme Zhao *et al.* [19] a abundância e baixo custo faz da fécula de mandioca um material atrativo para elaboração de filmes biodegradáveis; por meio dos resultados, concluíram que a combinação do amido de mandioca com nanofibras de celulose de palha de canola torna-se vantajosa para melhorar as propriedades de barreira à umidade e resistência à tração.

A fécula de mandioca é um biopolímero econômico e de fonte renovável [20], que apresenta alta quantidade de amilopectina e elevada viscosidade, além da presença da amilose [5]. Tavares *et al.* [5] abordaram que o amido de mandioca apresenta uma quantidade menor de amilose em relação ao amido de milho, tornando este mais hidrofóbico devido a sua maior quantidade de amilose, se comparado ao amido de mandioca.

A fécula de mandioca é constituída de dois biopolímeros, a amilopectina e a amilose, apresentadas na Figura 1.

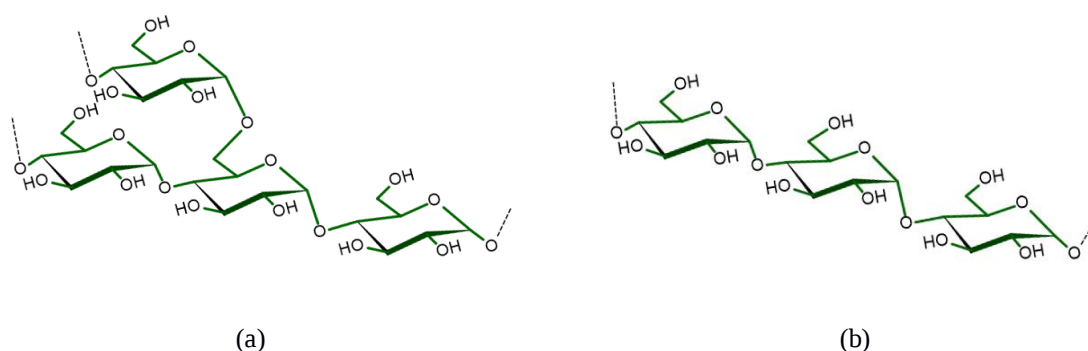


Figura 1. Fórmula estrutural da (a) amilopectina, (b) amilose (Autoria própria).

Na preparação do filme biodegradável utilizam-se, em geral, aditivos que funcionam para aperfeiçoar as características do filme de fécula de mandioca, como as propriedades mecânicas. Engel *et al.* [21] estudaram sobre a elaboração de espumas biodegradáveis baseadas em amido de mandioca com incorporação de caules de uvas, obtidas por expansão térmica. Essas espumas foram obtidas a partir do amido de mandioca, resultando em materiais que podem ser utilizados para revestimento de alimentos que desfrutem de um teor de umidade baixo.

Os plastificantes são utilizados para melhorar as propriedades dos filmes biodegradáveis, contribuindo com características como boa aderência e superação de fragilidade. Devido à alta disponibilidade, os mais utilizados são a ureia, etileno-glicol, dietileno-glicol, glicerol e sorbitol [22].

O glicerol ($C_3H_8O_3$) é um plastificante que apresenta forma glicosídica natural. Essa característica faz deste aditivo um importante material para ser incorporado em filmes que são solúveis em água [23], como é o caso da fécula de mandioca, na qual apresenta uma elevada sensibilidade a água [24]. O glicerol (Figura 2) é um composto solúvel em água em virtude da existência dos três grupos (OH) [25].

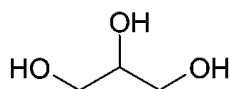


Figura 2. Fórmula estrutural do glicerol [26].

O hidróxido de cálcio (Figura 3) é um composto que apresenta diversas vantagens. Dentre essas estão as aplicações na restauração óssea, conservação do patrimônio natural e na área biomédica avançada. Além disso, o composto possui elevadas propriedades físicas, químicas e mecânicas [12]. O hidróxido de cálcio obtido a partir do calcário, assim como o óxido de cálcio, sendo este um elemento de baixo custo e de fácil acesso [27].

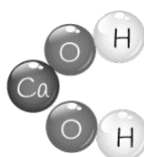


Figura 3. Fórmula estrutural do hidróxido de cálcio. Fonte: adaptado de CHÉVEZ *et al.* [28].

O hidróxido de cálcio é um pó branco que também recebe o nome de cal hidratada [13] sendo um composto inorgânico que pode ser combinado com o politilenoglicol ou com a glicerina, não afetando na atividade antimicrobiana do $Ca(OH)_2$ [29]. Possui baixa solubilidade em água, sendo de aproximadamente 1,6 g/L a 20 °C, considerada como uma das bases mais baratas [30]. Seu produto de solubilidade, a 25°C, equivale a $6,5 \times 10^{-6}$ [31].

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste tópico foi explanado a metodologia do trabalho, abordando os métodos necessários para a realização da pesquisa, como também os reagentes que foram utilizados para a obtenção dos filmes.

3.1 Materiais e reagentes

Os materiais utilizados para síntese dos biofilmes foram: fécula de mandioca seca, fornecida por Primícias do Brasil – Brasil; Glicerol (glicerina P.A – ACS), utilizado como plastificante, fornecido pela Química Contemporânea LTDA – Brasil; Hidróxido de Cálcio, com 95% de pureza, fornecido pela Vetec Química Fina; Ácido Acético Glacial, com 99,8% de pureza, fornecido pela Neon Comercial LTDA.

3.2 Obtenção dos biofilmes

A síntese dos biofilmes foi realizada com base na metodologia de Oliveira *et al.* [9]. O teor de hidróxido de cálcio incorporado aos filmes foi calculado baseado na metodologia de Chanjarujit *et al.* [13]. A solução filmogênica foi formada utilizando 2% (m/m) de fécula de mandioca. Adicionou-se como plastificante o glicerol (30% em base seca). Em seguida, foi acrescentado hidróxido de cálcio, $Ca(OH)_2$, nas seguintes concentrações (0,00%; 0,15%; 0,25%; 0,40%; 0,50%), também em base seca, totalizando cinco amostras.

Todos os reagentes foram adicionados a um bécher, sendo este completado com ácido acético 1% (v/v) até 100 g. O ácido acético foi utilizado com o objetivo de solubilizar o hidróxido de cálcio na solução. Posteriormente, o bécher foi tampado e submetido a agitação magnética com aquecimento (aquecedor de marca Lucadema), até atingir a temperatura de aproximadamente 70 °C $\pm$ 5 °C, em que ocorre a gelatinização do biopolímero, atingindo um aspecto visual transparente. Após isso, o bécher foi submetido ao banho-maria previamente aquecido com temperatura de 70°C por 5 minutos, no intuito de dissolver eventuais bolhas formadas durante a agitação.

3.3 Formação dos filmes pelo método *Casting*

A formação dos filmes sucedeu segundo metodologia de Xavier *et al.* [8]. Após o banho-maria, um volume de 60 mL de solução formadora de filmes foi depositado em placas de acrílico medindo 15 cm de comprimento, 15

cm de largura e 2 cm de altura, que, em seguida, foram levadas para uma estufa com renovação de ar modelo TE-394/2, (marca Tecnal) previamente aquecida a uma temperatura de 50°C por 5 horas para secagem. Por fim, os biofilmes foram retirados das placas manualmente com o auxílio de uma espátula e submetidos às caracterizações físico-químicas. Todas as análises foram realizadas em triplicata. A Figura 4 mostra esquematicamente a obtenção dos filmes.

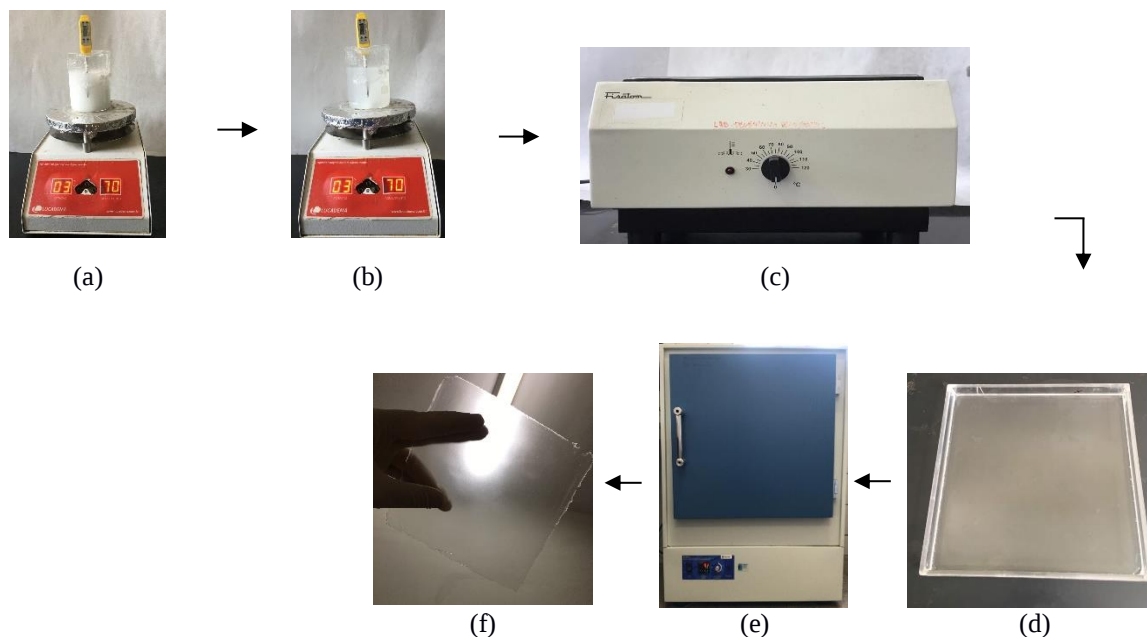


Figura 4. Esquemática da obtenção dos filmes biodegradáveis: (a) Adição dos reagentes em um bécher sob termoaquitação, (b) Fase de gelatinização controlada com termopar, (c) Banho-maria, (d) Deposição da solução filmogênica em placas de acrílico, (e) Secagem dos filmes em uma estufa, (f) Filme formado (Autoria própria).

3.4 Caracterizações físico-químicas dos biofilmes

Neste subtópico foi abordado as caracterizações físico-químicas dos filmes biodegradáveis: espessura, taxa de permeabilidade ao vapor de água, opacidades, parâmetros de cor e solubilidade em água.

3.4.1 Espessura

A espessura dos biofilmes foi medida com base na metodologia de Pellá *et al.* [10] em que foi utilizado um micrômetro digital (marca Mitutoyo). A análise consistiu no recorte de círculos com 2 cm de diâmetro utilizando uma tesoura, medindo a espessura em três pontos eventuais de cada formulação dos filmes biodegradáveis.

3.4.2 Taxa de permeabilidade ao Vapor de Água

A taxa de permeabilidade ao vapor de água (TPVA) foi obtida baseada na norma ASTM E96-95 [32]. Dessa forma, foram recortados círculos medindo 2 cm de diâmetro os quais foram colocados em cápsulas de PVC contendo 6 mL de água destilada, em que estas foram seladas de modo que a única passagem da água ocorresse por meio do filme (Figura 5a). As células contendo os biofilmes foram introduzidas num dessecador com sílica medindo 10% de umidade relativa (Figura 5b). As cápsulas com os biofilmes foram pesadas numa balança analítica a cada hora durante oito horas seguidas.

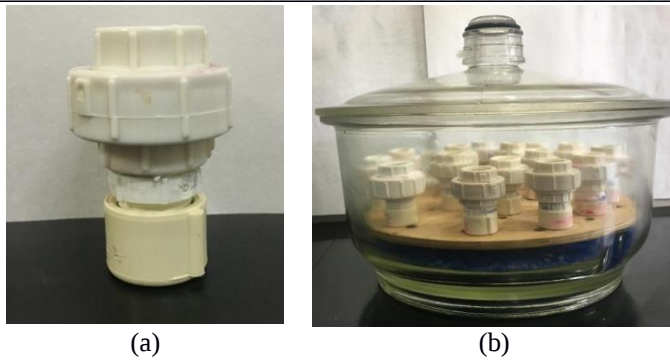


Figura 5. (a) Cápsula de PVC, (b) Dessecador contendo as cápsulas (Autoria própria).

O cálculo da taxa de permeabilidade ao vapor de água foi realizado mediante a Equação (1):

$$TPVA = \frac{W}{A \cdot t} \quad (1)$$

Onde:

W : Peso da água que permeou através do filme (g)

A : Área de permeação exposta (m²)

t : intervalo de tempo de permeação (h)

3.4.3 Opacidade e cor

A determinação da cor e da opacidade (Op) foi realizada com base na metodologia de Monteiro *et al.* [33]. A medição ocorreu através da utilização de um colorímetro, Konica Minolta Sensing, no qual sucedeu a leitura em três pontos aleatórios de cada formulação dos biofilmes. Foram obtidos parâmetros como ‘a*’, coordenada que indica vermelho/verde, ‘b*’, coordenada que indica o amarelo/azul e ‘L*’ que indica a luminosidade [34]. A leitura nos biofilmes foi realizada utilizando um fundo preto e um fundo branco considerados como padrão e utilizando o parâmetro L* para o cálculo da opacidade.

A opacidade foi calculada de acordo com a Equação (2):

$$Op = \frac{opp}{opb} \times 100 \quad (2)$$

Em que:

Opp: Opacidade no fundo preto

Opb: Opacidade no fundo branco

Por meio dos parâmetros de ‘a*’, ‘b*’ e ‘L’ foi calculada a diferença total de cor (ΔE) por intermédio da Equação (3) disponível na metodologia de Monedero *et al.* [35] utilizando os parâmetros coletados em um fundo preto.

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2 + (\Delta L^*)^2} \quad (3)$$

Em que:

$\Delta a^* = (a^*_1 - a^*_0)$

$\Delta b^* = (b^*_1 - b^*_0)$

$\Delta L^* = (L^*_1 - L^*_0)$

3.4.4. Solubilidade

A solubilidade (S) foi determinada com base na metodologia de Monteiro *et al.* [33]. Essa análise consistiu no recorte de quadrados de 3 cm por 3 cm de cada formulação dos biofilmes os quais foram levados para uma estufa com circulação de ar a 105°C durante 1,0 hora para remoção da umidade que os filmes poderiam conter. Em seguida, as amostras foram pesadas para obter a massa inicial. Após isso, os filmes foram mergulhados em erlenmeyer contendo 50 mL de água destilada para serem submetidos à agitação magnética durante 24 horas.

Completado o tempo de agitação, os filmes foram novamente secos em estufa a 105°C por 1 hora e pesados para ser obtida a massa final.

O cálculo da solubilidade foi realizado de acordo com a Equação (4):

$$S = \frac{(m_i - m_f)}{m_i} \times 100 \quad (4)$$

Em que:

S: Solubilidade dos filmes (%)

m_i : massa inicial do filme (g)

m_f : massa final do filme (g)

3.5 Resultados e Discussão

Neste tópico foi abordado sobre os resultados das caracterizações físico-químicas de espessura, taxa de permeabilidade ao vapor de água, opacidade, parâmetros de cor e solubilidade em água e suas respectivas discussões.

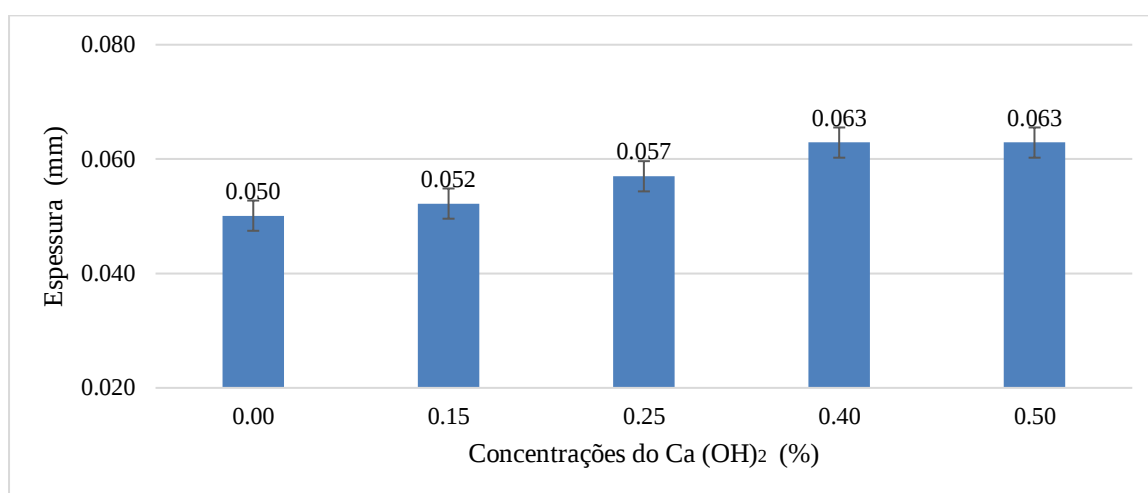


Figura 6. Espessura dos biofilmes (Autoria própria).

A Figura 6 apresenta os valores de espessura dos filmes. Observou-se uma variação da espessura dos biofilmes de $(0,050 \pm 0,002)$ mm a $(0,063 \pm 0,004)$ mm. A variação nos valores das espessuras ocorreu à medida que a concentração de cálcio aumentava, constatando que o cálcio provoca alteração na espessura quando ocorre o aumento de sua concentração. Costa *et al.* 2020 [18] obtiveram resultados semelhantes a formulação 1 (controle) do presente trabalho, em que o filme de fécula de mandioca apresentou uma espessura de $0,050 \pm 0,001$ mm. Oliveira *et al.* [9] obtiveram filmes de fécula com cera de abelha, em que esta provocou um aumento na espessura

dos mesmos, fazendo com que a espessura variasse de $0,050 \pm 0,090$ mm, valores estes maiores em relação ao cálcio.

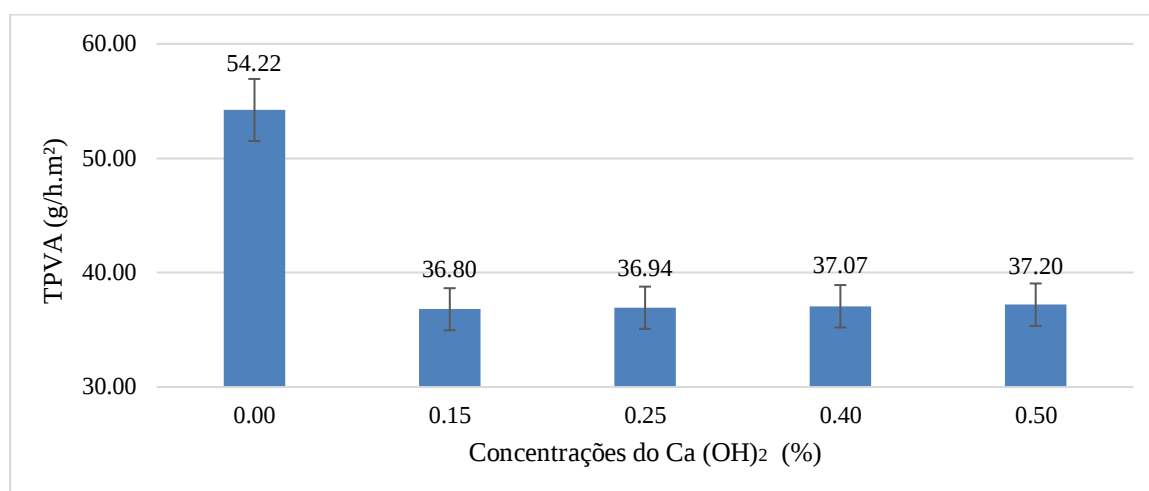


Figura 7. Taxa de permeabilidade ao vapor de água (Autoria própria).

A Figura 7 apresenta dados referentes à taxa de permeabilidade ao vapor de água. Observou-se que a adição de 0,15% de cálcio promoveu uma redução de mais de 30% na TPVA. Essa redução ocorreu em virtude da troca de prótons no biopolímero por íons Ca^{2+} , resultando numa diminuição da taxa de permeabilidade ao vapor de água. A partir da formulação 3, o aumento da concentração de cálcio não proporcionou uma importante diferença na TPVA, em virtude de a concentração do hidróxido de cálcio ter aumentado ao decorrer das formulações, revertendo o fenômeno ocorrido acima [13]. Azevedo *et al.* [36], observaram que filmes utilizando proteínas de soro de leite com adição de ácido cítrico reduzem a taxa de permeabilidade ao vapor de água. Os autores explicaram que a presença do ácido cítrico faz com que haja interações inter/intramoleculares entre os constituintes do filme devido as ligações de hidrogênio formadas com os grupos hidroxila e carboxila.

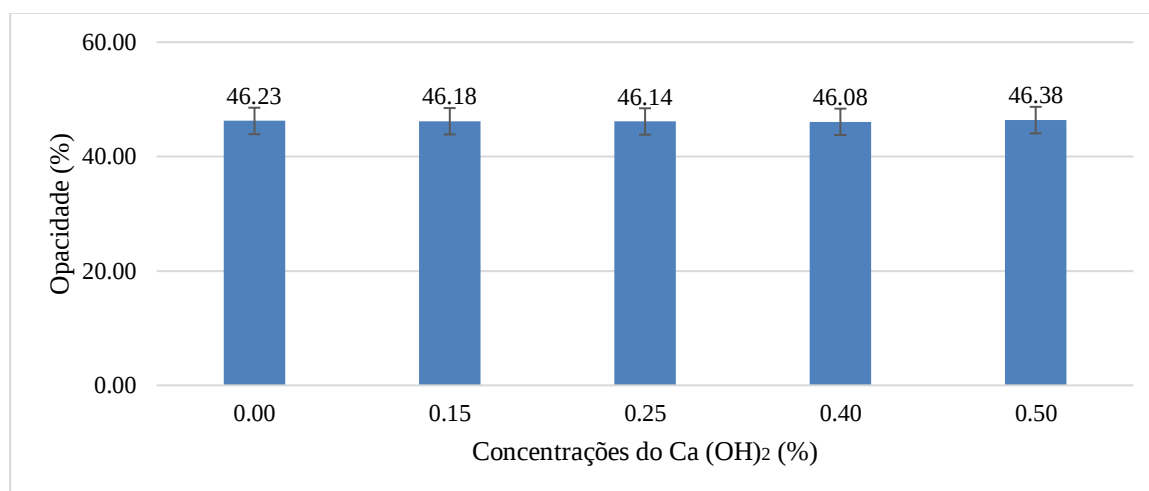


Figura 8. Opacidade dos biofilmes (Autoria própria).

A Figura 8 contém os resultados das análises de opacidade dos filmes. Observou-se que a inserção de cálcio não afetou a opacidade dos biofilmes de forma relevante, uma vez que as características transparentes foram preservadas. Caetano [7], observaram que o aumento da adição de extrato de resíduo de abóbora em filmes de amido de mandioca pode provocar alterações na opacidade. Maniglia *et al.* [11], mostraram que o surfactante sintético (dodecil sulfato de sódio – SDS) atuou de forma a barrar a luz, tornando o filme de fécula mais opaco,

em virtude de o aditivo ter atuado de maneira a preencher a superfície, gerando um filme mais opaco em relação ao controle e à outra formulação que continha um biossurfactante (mel).

Tabela 1. Parâmetros de cor (Autoria própria).

Concentração do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (%)	a^*	b^*	L	ΔE
0,00	$2,60 \pm 0,00$	$8,90 \pm 0,00$	$37,60 \pm 0,00$	$11,53 \pm 0,03$
0,15	$2,40 \pm 0,10$	$8,73 \pm 0,06$	$37,80 \pm 0,00$	$11,76 \pm 0,01$
0,25	$2,57 \pm 0,06$	$8,93 \pm 0,06$	$37,83 \pm 0,12$	$11,79 \pm 0,11$
0,40	$2,70 \pm 0,00$	$8,90 \pm 0,00$	$37,60 \pm 0,00$	$11,54 \pm 0,00$
0,50	$2,47 \pm 0,06$	$8,80 \pm 0,00$	$37,80 \pm 0,00$	$11,77 \pm 0,01$

A Tabela 1 mostra os dados referentes aos resultados de cor. Notou-se que estes parâmetros não sofreram diferença significativa com a elevação da concentração de cálcio. A literatura mostra que a incorporação de aditivos afeta diretamente as características ópticas dos biofilmes de forma negativa, uma vez que o intuito do presente trabalho é que o composto não provoque alterações significativas nos parâmetros de cor ao ser adicionado, devendo permanecer com propriedades visuais transparentes. Resultados semelhantes relacionados à luminosidade ocorreram em Azevedo *et al.* [37], os quais concluíram que a substituição do amido pela proteína de soro de leite não provocou diferença significativa para o parâmetro de luminosidade, mas sim para os parâmetros “ a^* ” e “ b^* ”, alterando as propriedades ópticas.

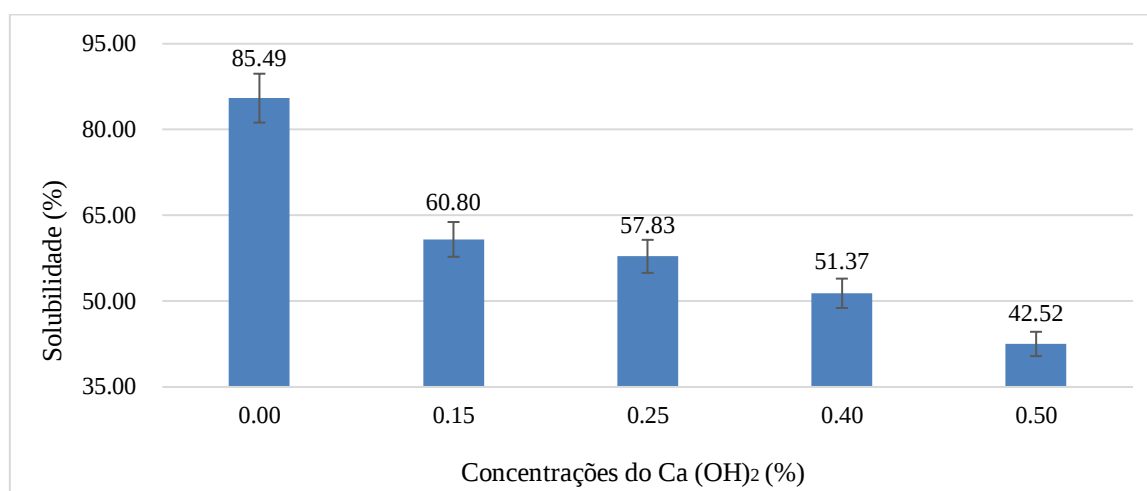


Figura 9. Solubilidade em água (Autoria própria).

A Figura 9 apresenta os dados relacionados as análises de solubilidade em água dos filmes de biopolímeros. Notou-se que a incorporação do cálcio nos filmes de fécula de mandioca reduziu a solubilidade em água à medida que ocorreu o aumento da concentração de cálcio. A diminuição estar relacionada com o fato de o hidróxido de cálcio ter sido dissolvido no ácido acético juntamente com o glicerol, favorecendo a formação de um filme mais resistente à água. Além disso, o $\text{Ca}(\text{OH})_2$ é pouco solúvel em água [30], fator este que contribuiu diretamente para que a solubilidade ocorresse de forma decrescente à medida que a concentração do cálcio aumentava. A literatura mostra que Chanjarujit *et al.* [13] estudaram sobre filmes de amido com cálcio e este provocou uma elevação na solubilidade em água. Os autores explicaram que isso ocorreu devido as interações iônicas que ionizaram reversivelmente na presença da água.

4. CONCLUSÕES

Com a combinação do biopolímero da fécula de mandioca com o hidróxido de cálcio foi possível observar que o melhor biofilme é o da formulação 2, uma vez que com a adição de uma menor concentração de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, conseguiu modificar a hidrofília do biofilme, barrando a taxa de permeabilidade ao vapor de água em mais de 30%, reduzindo a solubilidade em água, pouco afetando as caracterizações de espessura, opacidade e parâmetros de cor.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] URTUVIA, V.; VILLEGAS, P.; GONZÁLES, M.; SEEGER, M. Bacterial production of the biodegradable plastics polyhydroxyalkanoates. *International Journal of Biological Macromolecules*, v.70, p.208-213, 2014.
- [2] VERSINO, F.; URRIZA, M.; GARCÍA, M. A. Eco-compatible cassava starch films for fertilizer controlled-release. *International Journal of Biological Macromolecules*, v.134, p.302-307, 2019.
- [3] CHEN, Q.; SHI, Y.; CHEN, G.; CAI, M. Enhanced mechanical and hydrophobic properties of composite cassava starch films with stearic acid modified MCC (microcrystalline cellulose)/NCC (nanocellulose) as strength agent. *International Journal of Biological Macromolecules*, v.142, p.846-854, 2020.
- [4] COSTA, J. C. M., MIKI, K. S. L., RAMOS, A. S., TEIXEIRA-COSTA, B. E. Development of biodegradable films based on purple yam starch/chitosan for food application. *Heliyon*, v.6, 2020.
- [5] TAVARES, K. M.; CAMPOS, A.; MITSUYUKI, M. C.; LUCHESI, B. R.; MARCONCINI, J. M. Corn and cassava starch with carboxymethyl cellulose films and its mechanical and hydrophobic properties. *Carbohydrate Polymers*, v. 223, 2019.
- [6] REINALDO J. S., MILFONT C. H. R., GOMES, F. P. C., MATTOS, A. L. A., MEDEIROS, F. G. M., LOPES, P. F. N., FILHO, M. S. M. S., MATSUI, K. N., ITO, E. N. Influence of grape and acerola residues on the antioxidant, physicochemical and mechanical properties of cassava starch biocomposites. *Polymer Testing*, v. 93, 2021.
- [7] CAETANO, K. S.; LOPES, N. A.; COSTA, T. M. H.; BRANDELLI, A.; RODRIGUES, E.; FLÔRES, S. H.; OLIVEIRA, F. C. Characterization of active biodegradable films based on cassava starch and natural compounds. *Food Packaging and Shelf Life*, v.16, p. 148-147, 2018.
- [8] XAVIER, T. D. N.; OLIVEIRA, V. R. L.; LEITE, R. H. L.; AROUCHA, E. M. M.; SANTOS, F. K. G. Characterization of biopolymeric films based on cassava starch, chitosan and carnauba wax. *Revista Matéria*, v.25, n.04, 2020.
- [9] OLIVEIRA, V. R. L.; MONTEIRO, M. K. S.; SILVA, K. N. O.; LEITE, R. H. L.; AROUCHA, E. M. M.; SANTOS, F. K. G. Analysis of the Barrier and Thermogravimetric Properties of Cassava Starch Biopolymeric Films with Addition of Beeswax. *Journal of Food Processing & Technology*, v.10, 2019.
- [10] PELLÁ, M. C.G.; SILVA, O. A.; PELLÁ, M. G.; BENETON, A. G.; CAETANO, J.; SIMÕES, M. R.; DRAGUNSKI, D. C. Effect of gelatin and casein additions on starch edible biodegradable films for fruit surface coating. *Food Chemistry*, v.309, 2020.
- [11] MANIGLIA, B. C.; LAROQUE, D. A.; DE ANDRADE, L. M.; CARCIOFI, B. A. M.; TENÓRIO, J. A. S.; DE ANDRADE, C. J. Production of active cassava starch films; effect of adding a biosurfactant or synthetic surfactante. *Reactive and Functional Polymers*, v. 144, 2019.
- [12] HARISH; KUMAR P.; MALHOTRA B.; PHALSWAL P.; KHANNA P. K.; SALIM A.; SINGHAL R.; MUKHOPADHYAY A. K. Effect of reaction rate on the properties of chemically synthesized calcium hydroxide nanoparticles. *Materials Today: Proceedings*, v. 28, p. 2305 – 2310, 2020.
- [13] CHANJARUJIT W.; HONGSPRABHAS P.; CHAISERI S. Physicochemical properties and flavor retention ability of alkaline calcium hydroxide-mungbean starch films. *Carbohydrate Polymers*, v. 198, p. 473 – 480, 2018.
- [14] CEN, P.; BIAN, X.; WU, W. Isoconversional kinetic analysis of decomposition of bastnaesite concentrates with calcium hydroxide. *Journal of Rare Earths*, v.38, ed.12, p.1361-1371, 2020.
- [15] LAPA, L. S. S.; SILVA, Y. R. O.; SALES, P. F. Aplicação Das Análises Espectroscópicas E Termogravimétricas Em Filmes Biodegradáveis De Amido De Milho Incorporados Com Extrato De Própolis-Verde. *For Science*, v.8, n.2, 2020.
- [16] HIDAYATI, S.; ZULFERIYENNI.; MAULIDIA, U.; SATYAJAYA, W.; HADI, S. Effect of glycerol concentration and carboxy methyl cellulose on biodegradable film characteristics of seaweed waste. *Heliyon*, v.7, 2021.

-
- [17] OLIVEIRA, V. R. L.; MONTEIRO, M. K. S.; SANTOS, F. K. G.; LEITE, R. H. L.; AROUCHA, E. M. M. Effect of Drying Temperature in Biopolymeric Films of Cassava Starch and its Effect on Wettability, Water Vapor Barrier and Mechanical Properties. *Materials Science Forum*, v. 930, p.270-275, 2018.
- [18] COSTA, T. L. E.; LEITE, R. H. L.; AROUCHA, E. M. M.; SANTOS, F. K. G. Edible films from polymeric blends of chitosan, pectin and cassava starch. *Green Journal of Agroecology and Sustainable Development*, v.15, n.4, p. 391-397, 2020.
- [19] ZHAO, Y.; HUERTA, R. R.; SALDAÑA, M. D. A. Use of subcritical water technology to develop cassava starch/chitosan/ gallic acid bioactive films reinforced with cellulose nanofibers from canola straw. *The Journal of Supercritical Fluid*, v.148, p.55-65, 2019.
- [20] SALAZAR-SÁNCHEZ, M. D. R.; CAMPO-ERAZO, S. D.; Villada-Castillo, H. S.; Solanilla-Duque, J. F. Structural changes of cassava starch and polylactic acid films submitted to biodegradation process. *International Journal of Biological Macromolecules*, v.129, p. 442–447, 2019.
- [21] ENGEL, J. B.; AMBROSI, A.; TESSARO, I. C. Development of biodegradable starch-based foams incorporated with grape stalks for food packaging. *Carbohydrate Polymers*, v. 225, 2019.
- [22] OLIVEIRA, V. R. L. Avaliação da incorporação de cera de abelha na hidrofobização de filmes biopoliméricos e seu efeito como cobertura na conservação pós-colheita da goiaba: 2017. 108P. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal Rural do Semi-árido, Mossoró/RN.
- [23] SILVA, O. A.; PELLÁ, M. G.; PELLÁ, M. G.; CAETANO, J.; SIMÕES, M. R.; BITTENCOURT, P. R. S.; DRAGUNSKI, D. C. Synthesis and characterization of a low solubility edible film based on native cassava starch. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 128, p. 290-296, 2019.
- [24] MONTEIRO, M.; OLIVEIRA, V.; SANTOS, F.; NETO, E. B.; SILVA, K.; SILVA, R.; HENRIQUE, J.; CHIBÉRIO, A. Statistical analysis of the factors that influenced the mechanical properties improvement of cassava starch films. *Journal of Physics: Conf. Series*, v.885, 2017.
- [25] BEATRIZ, A.; ARAÚJO, Y. J. K.; LIMA, D. P. GLICEROL: UM BREVE HISTÓRICO E APLICAÇÃO EM SÍNTESES ESTEREOSELETIVAS. *Química Nova*, v. 34, n. 2, p. 306-319, 2011.
- [26] MEDEIROS, M. A; LAGO, R. M. Polimerização do glicerol: uma reação simples e versátil para produzir diferentes materiais a partir do coproduto do biodiesel. *Química Nova*, v. 34, n. 6, p. 1079-1084, 2011.
- [27] GOLLSCH, M.; AFFLERBACH, S.; ANGADI, B. V.; LINDER, M. Investigation of calcium hydroxide powder for thermochemical storage modified with nanostructured flow agents. *Solar Energy*, v.201, p.810-818, 2020.
- [28] CHÉVEZ, R. R.; DÍAZ, K. R. Efectos del agua de manzanilla como vehículo del hidróxido de cálcio: Efectos analgésicos, antiinflamatorios y desinfectantes del agua de manzanilla en la medicación del conducto. ISBN: 978-9978-59-131-4. 10/08/2016.
- [29] SOUZA, J. C.; NASCIMENTO, W. T. D.; SALOMÃO, M. B. O uso do hidróxido de cálcio como medicação intracanal em canais radiculares com atividade bacteriana, *Revista Cathedral*, v. 3, n.1, 2021.
- [30] SILVA, A. C. Estudo e otimização da reação de hidratação do óxido de cálcio: 2007. 125p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade de Federal Uberlândia, Uberlândia.
- [31] SKOOG, D.A.; WEST, D.M.; HOLLER F.J.; CROUCH, S.R. Fundamentos de Química Analítica, Tradução da 8a edição Norte-Americana, Thomson Learning, São Paulo, 2006.
- [32] ASTM E96/95. (1995). Standard test methods for water vapour transmission of materials. *Annual Book of ASTM Standards*.
- [33] MONTEIRO, M. K. S.; OLIVEIRA, V. R. L.; SANTOS, F. K. G.; LEITE, R. H. L.; AROUCHA, E. M. M.; SILVA, R. R.; SILVA, K. N. O. Analysis of Water Barrier, Mechanical and Thermal Properties of Nanocomposites Based on Cassava Starch and Natural Clay or Modified by Anionic Exchange. *Materials Research*, v. 20, p. 69-76, 2017.
-

-
- [34] KONICA MINOLTA. Entendendo o Espaço de Cor L*a*b*. Disponível em <[www.https://sensing.konicaminolta.us/br/blog/entendendo-o-espaco-de-cor-lab/](https://sensing.konicaminolta.us/br/blog/entendendo-o-espaco-de-cor-lab/)>. Acesso em: 12 setembro 2021.
- [35] MONEDERO, F. M.; FABFA, M. J.; TALENS, P.; CHIRALT, A. Effect of oleic acid–beeswax mixtures on mechanical, optical and water barrier properties of soy protein isolate based films. *Journal of Food Engineering*, v. 91, p. 509–515, 2009.
- [36] AZEVEDO, V. M.; SILVA, E. K.; PEREIRA, C. F. G.; COSTA, J. M. G.; BORGES, S. V. Whey protein isolate biodegradable films: Influence of the citric acid and montmorillonite clay nanoparticles on the physical properties. *Food Hydrocolloids*, v.43, p. 252-258, 2015.
- [37] AZEVEDO, V. M.; BORGES, S. V.; MARCONCINI, J. M.; YOSHIDA, M. I.; NETO, A. R. S.; PEREIRA, T. C.; PEREIRA, C. F. G. Effect of replacement of corn starch by whey protein isolate in biodegradable film blends obtained by extrusion. *Carbohydrate Polymers*, v. 157, p. 971-980, 2017.



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E NATURAIS
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS NATURAIS, MATEMÁTICA E
ESTATÍSTICA

ATA DE DEFESA DE TCC

Às dez horas do dia vinte e seis de outubro de dois mil e vinte um, pela plataforma Google Meet (<https://meet.google.com/xax-ffah-saj>), sob a presidência do professor Dr. Francisco Klebson Gomes dos Santos, reuniu-se a Banca Examinadora de Defesa de TCC de autoria de **Maria Helena Lima da Silva**, aluna do Curso de Ciência e Tecnologia desta Universidade, com o título “**SÍNTESE DE FILMES DE FÉCULA DE MANDIOCA INCORPORADOS COM CÁLCIO**”. A Banca Examinadora ficou assim constituída: Prof. Francisco Klebson Gomes dos Santos, presidente da banca e orientador, Prof. Ricardo Henrique de Lima Leite, membro interno e Prof^a. Andarair Gomes dos Santos, membro interno. Foram registradas as seguintes ocorrências: o trabalho foi apresentado pela aluna que, em seguida, foi arguida pela Banca Examinadora. As alterações propostas foram correções no texto. Concluída a defesa, procedeu-se o julgamento pelos membros da Banca Examinadora, tendo a aluna, obtido às seguintes notas: 8,5 (oito e meio), 8,5 (oito e meio) e 8,5 (oito e meio). Feita a apuração, verificou-se que a candidata foi aprovada com a média geral 8,5 (oito e meio), fazendo jus, portanto, ao título de Bacharela em Ciência e Tecnologia da Universidade Federal Rural do Semi-Árido. E para constar, eu, Francisco Klebson Gomes dos Santos, secretário ad hoc, lavrei a presente ata que, após lida e achada conforme, será assinada pelos senhores membros da Banca Examinadora.

Mossoró-RN, 26 de outubro de 2021.

Assinatura dos membros da Banca Examinadora:

Francisco Klebson Gomes dos Santos

Assinado de forma digital por Francisco Klebson Gomes dos Santos
Dados: 2021.10.26 11:43:03 -03'00'

Prof. Dr. Francisco Klebson Gomes dos Santos – Orientador – UFERSA

RICARDO HENRIQUE DE LIMA LEITE:52264343400

Assinado de forma digital por RICARDO HENRIQUE DE LIMA LEITE:52264343400
Dados: 2021.10.26 13:28:47 -03'00'

Prof. Dr. Ricardo Henrique de Lima Leite – UFERSA

andarair gomes dos santos

Assinado de forma digital por andarair gomes dos santos
Dados: 2021.10.26 13:41:08 -03'00'

