



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FITOTECNIA
MESTRADO EM FITOTECNIA

JUCIVÂNIA CORDEIRO PINHEIRO

**EFEITOS DE CLONES, ÉPOCA DO ANO E HORÁRIO DE COLHEITA NAS
PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E TECNOLÓGICAS DA MUCILAGEM E
FILMES BIOPOLIMÉRICOS DE PALMA FORRAGEIRA**

MOSSORÓ

2023

JUCIVÂNIA CORDEIRO PINHEIRO

**EFEITOS DE CLONES, ÉPOCA DO ANO E HORÁRIO DE COLHEITA NAS
PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E TECNOLÓGICAS DA MUCILAGEM E
FILMES BIOPOLIMÉRICOS DE PALMA FORRAGEIRA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Fitotecnia da Universidade Federal Rural do Semi-Árido como requisito para obtenção do título de Mestre em Fitotecnia.

Linha de Pesquisa: Pós-colheita

Orientador: Adriano do Nascimento Simões,
Prof. Ph.D.

Co-orientadora: Kelem Silva Fonseca, Ph.D.

Co-orientador: Thieres George Freire da Silva,
Prof. Ph.D.

MOSSORÓ

2023

© Todos os direitos estão reservados a Universidade Federal Rural do Semi-Árido. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do (a) autor (a), sendo o mesmo, passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei nº 9.279/1996 e Direitos Autorais: Lei nº 9.610/1998. O conteúdo desta obra tomar-se-á de domínio público após a data de defesa e homologação da sua respectiva ata. A mesma poderá servir de base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu (a) respectivo (a) autor (a) sejam devidamente citados e mencionados os seus créditos bibliográficos.

P654e Pinheiro, Jucivânia Cordeiro .
Efeitos de clones, época do ano e horário de colheita nas propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem e filmes biopoliméricos de palma forrageira / Jucivânia Cordeiro Pinheiro. - 2023.
64 f. : il.

Orientador: Adriano do Nascimento Simões.
Coorientadora: Kelem Silva Fonseca.
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal Rural do Semi-árido, Programa de Pós-graduação em Fitotecnica, 2023.

1. Nopalea cochenillifera (L.) Salm-Dyck. 2. Opuntia stricta (Haw.) Haw.. 3. Filme polimérico. 4. Carboidratos totais. 5. Microscopia eletrônica. I. Simões, Adriano do Nascimento , orient. II. Fonseca, Kelem Silva, co-orient. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada por sistema gerador automático em conformidade com AACR2 e os dados fornecidos pelo autor(a).
Biblioteca Campus Mossoró / Setor de Informação e Referência
Bibliotecária: Keina Cristina Santos Sousa e Silva
CRB: 15/120

O serviço de Geração Automática de Ficha Catalográfica para Trabalhos de Conclusão de Curso (TCC's) foi desenvolvido pelo Instituto de Ciências Matemáticas e de Computação da Universidade de São Paulo (USP) e gentilmente cedido para o Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (SISBI-UFERSA), sendo customizado pela Superintendência de Tecnologia da Informação e Comunicação (SUTIC) sob orientação dos bibliotecários da instituição para ser adaptado às necessidades dos alunos dos Cursos de Graduação e Programas de Pós-Graduação da Universidade.

JUCIVÂNIA CORDEIRO PINHEIRO

**EFEITOS DE CLONES, ÉPOCA DO ANO E HORÁRIO DE COLHEITA NAS
PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E TECNOLÓGICAS DA MUCILAGEM E
FILMES BIOPOLIMÉRICOS DE PALMA FORRAGEIRA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Fitotecnia da Universidade Federal Rural do Semi-Árido como requisito para obtenção do título de Mestre em Fitotecnia.

Linha de Pesquisa: Pós-colheita

Defendida em: 24/ 02 / 2023.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Adriano do Nascimento Simões (UFRPE/UAST)
Presidente

Prof. Dr. Glauber Henrique de Sousa Nunes (UFERSA)
Membro Examinador

Dr. Fred Augusto Lourêdo de Brito (UFRPE)
Membro Examinador

Dr. Ivo Diego de Lima Silva (UFPE)
Membro Examinador

Prof. Dr. Thieres George Freire da Silva (UFRPE)
Membro Examinador

AGRADECIMENTOS

A Deus, à minha família, à minha mãe Juci, ao meu pai Ivan, aos meus irmãos Cícero, Felipe e Julyana, à minha vó Zefinha, ao meu noivo Ruberflânio; Aos amigos que conheci nesse período, em especial Brenna Karelly e Lúcio José; Aos amigos que há muito tempo acompanham-me, Bento, Rita e Raquel, que foram a minha rede de apoio e tornaram essa realização possível;

Aos demais amigos e colegas: Wilma, Iara, Aline, Geovane, Fred, Lauizy e Nathan, que também contribuíram nesta fase;

À CAPES, pelo fomento à pesquisa e fornecimento da bolsa de estudo;

Ao Programa de Pós-Graduação em Fitotecnia da Universidade Federal Rural do Semiárido (UFERSA) e ao Programa de Pós-Graduação em Produção Vegetal da Universidade Federal Rural do Pernambuco (UFRPE), pela estrutura oferecida durante a condução da pesquisa;

Ao Núcleo de Estudos em Fisiologia Pós-colheita, pelo auxílio na condução dos experimentos;

Ao Grupo de Agrometeorologia no Semiárido, na pessoa do Professor Thieres George Freire da Silva, pelo fornecimento do material vegetal;

Ao Grupo de Instrumentação e Análises Químicas, na pessoa da Professora Andréa Monteiro Santana Silva Brito, pela realização das análises de FTIR;

Ao Prof. Dr. Ivo Diego de Lima Silva, pela realização das análises térmicas;

Ao Centro de Apoio à Pesquisa da UFRPE, na pessoa de José Júlio Ferreira Junior, pela realização das análises de MEV;

Ao Prof. Dr. Adriano do Nascimento Simões, à Dra. Kelem Silva Fonseca e ao Prof. Dr. Thieres George Freire da Silva, pelas orientações;

Aos demais membros da Banca Examinadora: Prof. Dr. Glauber Henrique de Sousa Nunes, Prof. Dr. Fred Augusto Lourêdo de Brito e Prof. Dr. Ivo Diego de Lima Silva, pelas contribuições.

Toda a nossa ciência, comparada com a realidade, é primitiva e infantil - e, no entanto, é a coisa mais preciosa que temos.

Albert Einstein

RESUMO

Cladódios de palma forrageira (*Opuntia spp.* e *Nopalea spp.*) são fonte de mucilagem, um complexo fitoquímico composto principalmente por carboidratos, outras macromoléculas e substâncias inorgânicas que proporcionam múltiplas aplicações na indústria. No entanto, as propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem são moduladas pelo genótipo, pela época e pelo horário de colheita dos cladódios. Além disso, o desempenho do filme depende das propriedades da matriz de mucilagem. Nesse sentido, foram realizados dois estudos com o objetivo de avaliar o efeito do genótipo, da época e do horário de colheita sobre as propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem, ademais das características ópticas, físico-químicas, mecânicas, térmicas e microestruturais dos filmes obtidos. No primeiro estudo, avaliou-se o efeito da colheita dos clones em diferentes épocas do ano. Para isso, os cladódios de dois clones, Miúda (MIU) (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) e Orelha de Elefante Mexicana (OEM) (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.), foram colhidos na área experimental da Universidade Federal Rural de Pernambuco durante as épocas chuvosa-seca (julho/2021); seca (outubro/2021) e chuvosa (janeiro/2022). No segundo experimento, os cladódios dos dois clones (MIU e OEM) foram colhidos em dois horários de colheita (6h e 20h). A mucilagem extraída foi caracterizada e usada para obtenção dos filmes. Para a preparação dos filmes, a mucilagem foi hidratada 4% (p/v), foi adicionado glicerol 50% (v/v) e a mistura foi seca em estufa. A colheita na época seca e o clone MIU resultaram em maior rendimento de mucilagem. Mucilagens do clone OEM apresentaram maior teor de compostos fenólicos, filmes menos permeáveis ao vapor d'água, coloração mais escura e microestrutura mais compacta quando comparada ao clone MIU. O menor teor de carboidratos foi observado na época chuvosa, e o clone OEM, nessa época, registrou maior resistência à tensão. Houve o aumento da solubilidade em água e permeabilidade ao vapor de água dos filmes de MIU e OEM, respectivamente, colhidos às 20h. O filme de OEM, na época chuvosa, suportou maiores temperaturas máximas de degradação nos estágios iniciais. Também foi observada melhor estabilidade térmica nos filmes de mucilagens colhidas às 6h. De maneira geral, as melhores propriedades mecânicas, de barreira da água, de microestrutura e estabilidade térmica, foram observadas no filme de OEM da época chuvosa, enquanto melhores propriedades hidrofóbicas, como a redução da solubilidade em água, foram observadas nos filmes da época seca. Na análise do horário, a colheita às 6h proporcionou melhores propriedades mecânicas, de permeabilidade e de estabilidade térmica dos filmes.

Palavras-chave: *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck; *Opuntia stricta* (Haw.) Haw.; Filme polimérico; Carboidratos totais; Microscopia eletrônica.

ABSTRACT

Forage cactus cladodes (*Opuntia* spp. and *Nopalea* spp.) are a source of mucilage, a phytochemical complex composed mainly of carbohydrates, other macromolecules and inorganic substances that provide multiple applications in industry. However, the physical-chemical and technological properties of the mucilage are modulated by the genotype, by the period and by the hour of collection of the cladodes. Furthermore, film performance depends on the properties of the mucilage matrix. In this sense, two studies were carried out with the aim of evaluating the effect of genotype, period and hour of harvest on the physical-chemical and technological properties of the mucilage, in addition to the optical, physical-chemical, mechanical, thermal and microstructural characteristics of the movies obtained. In the first study, the effect of harvesting clones at different periods of the year was evaluated. For this, the cladodes of two clones, 'Miúda' (MIU) (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) and 'Orelha de Elefante Mexicana' (OEM) (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.), were collected in the experimental area of the University Federal Rural of Pernambuco during the rainy-dry periods (July/2021); dry (October/2021) and rainy (January/2022). In the second experiment, the cladodes of the two clones (MIU and OEM) were harvested at two harvest hours (6 am and 20 pm). The extracted mucilage was characterized and used to obtain the films. To prepare the films, the mucilage was hydrated 4% (w/v), glycerol 50% (v/v) was added and the mixture was dried in an oven. The harvest in the dry period and the MIU clone resulted in a higher mucilage yield. Mucilages from the OEM clone showed a higher content of phenolic compounds, films less permeable to water vapor, darker coloration and a more compact microstructure when compared to the MIU clone. The lowest carbohydrate content was observed in the rainy period, and the OEM clone, at that period, registered greater resistance to tension. There was an increase in water solubility and water vapor permeability of MIU and OEM films, respectively, harvested at 8 pm. The OEM film, in the rainy period, supported higher maximum degradation temperatures in the initial stages. Better thermal stability was also observed in the mucilage films harvested at 6h. In general, the best mechanical, water barrier, microstructure and thermal stability properties were observed in the wet period OEM film, while better hydrophobic properties, such as reduced water solubility, were observed in the dry period films. In the analysis of the hour, the harvest at 6 am provided better mechanical properties, permeability and thermal stability of the films.

Keywords: *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck; *Opuntia stricta* (Haw.) Haw; Polymeric film; Total carbohydrate; Electron microscopy.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** - Palma forrageira, clone Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (A) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (B) 21
- Figura 2** - Condições meteorológicas e disponibilidade hídrica via irrigação durante o período experimental 31
- Figura 3** - Filmes de mucilagem de palma forrageira clone Miuda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (A, B, C) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (D, E, F); colhidas em três épocas do ano no semiárido brasileiro: chuvosa-seca (A, D); seca (B, E) e chuvosa (C, F) 34
- Figura 4** - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície dos filmes de mucilagem de palma forrageira clone Miuda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (A, B, C, D, E, F) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (G, H, I, J, K, L); colhidas em três épocas do ano no semiárido brasileiro: chuvosa-seca (A, D, G, J); seca (B, E, H, K); chuvosa (C, F, I, L). Ampliações de 85x (A, B, C, G, H, I) e 500x (D, E, F, J, K, L) 34
- Figura 5** - Curvas TGA (A) e DTG (B) de filmes de mucilagem de palma forrageira clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (MIU) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (OEM) colhidas em três épocas do ano no semiárido brasileiro 38
- Figura 6** - Espectro de infravermelho (FTIR) de filmes de mucilagem de palma forrageira, clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (MIU) (A) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (OEM) (B), colhidas em três épocas do ano no semiárido brasileiro 40
- Figura 7** - Biplot dos dois primeiros componentes principais (PC1 e PC2) com base em características da mucilagem e do filme de palma forrageira, avaliando o efeito de clone, época de colheita e das variáveis meteorológicas..... 41
- Figura 8** - Filmes de mucilagem de palma forrageira clone Miuda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (A, B) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (C, D); colhidas às 6h (A, C) e 20h (B, D) 44
- Figura 9** - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície dos filmes de mucilagem de palma forrageira clone Miuda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (A, B, E, F) e Orelha

de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (C, D, G, H); 6h (A, E, C, G); 20h (B, F, D, H). Aumentos de 85x (A, B, C, D) e 500x (E, F, G, H)45

Figura 10 - Curvas TGA (A) e DTG (B) de filmes de mucilagem de palma forrageira clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (MIU) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (OEM) colhidas às 6 e 20h48

Figura 11 - Espectro de infravermelho (FTIR) de filmes de mucilagem de palma forrageira, clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (MIU) (A) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) colhidas às 6 e 20h49

Figura 12 - Biplot dos dois primeiros componentes principais (PC1 e PC2) com base em características da mucilagem e do filme de palma forrageira, avaliando o efeito de clone e hora de colheita.....50

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades físicas e químicas do solo na profundidade de 0,0 a 0,10 e 0,10 a 0,20 m.....	22
Tabela 2 - Resumo da análise de variância dos efeitos de clone e da época de colheita sobre as propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de palma forrageira	32
Tabela 3 - Propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes épocas (efeitos simples).....	32
Tabela 4 - Propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes épocas (efeitos de interação).....	33
Tabela 5 - Resumo da análise de variância dos efeitos de clone e da época de colheita sobre as propriedades de filmes de mucilagem de palma forrageira.....	36
Tabela 6 - Propriedades dos filmes produzidos com mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes épocas (efeitos simples).....	36
Tabela 7 - Propriedades dos filmes produzidos com mucilagem de cladódio de palma forrageira colhidos em diferentes épocas (efeitos de interação)	37
Tabela 8 - Parâmetros térmicos dos filmes de mucilagem de palma forrageira clones Miúda (<i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck) (MIU) e Orelha de Elefante Mexicana (<i>Opuntia stricta</i> (Haw.) Haw.) (OEM) colhidas em três épocas do ano no semiárido brasileiro: chuvosa-seca, seca e chuvosa.....	38
Tabela 9 - Resumo da análise de variância dos efeitos de clone e do horário de colheita sobre as propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de palma forrageira.....	42
Tabela 10 - Propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes horários (efeitos simples).....	43
Tabela 11 - Propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes horários (efeitos de interação)	43
Tabela 12 - Resumo da análise de variância dos efeitos de clone e do horário de colheita sobre propriedades de filmes de mucilagem de palma forrageira.....	45
Tabela 13 - Propriedades de cor, transparência, espessura de filmes produzidos com mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes horários. (efeitos simples).....	46

Tabela 14 - Valores médios das propriedades de filmes de mucilagem em função do clone e horário de colheita de cladódios de palma forrageira (efeitos de interação).....47

Tabela 15 - Parâmetros térmicos dos filmes de mucilagem de palma forrageira clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (MIU) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (OEM) colhidas às 6 e 20h.....48

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 REFERENCIAL TEÓRICO	17
2.1 Metabolismo da palma forrageira e influência das variações sazonais nas características da mucilagem	17
2.2 Mucilagem de cactos: propriedades e aplicações	18
3 MATERIAL E MÉTODOS	21
3.1 Material vegetal e localização	21
3.2 Estudo de clones e épocas de colheita dos cladódios	22
3.3 Estudo de clones e horário de colheita dos cladódios.....	23
3.4 Obtenção da mucilagem	23
3.5 Caracterização físico-química e tecnológica da mucilagem.....	24
3.5.1 Rendimento de mucilagem	24
3.5.2 Teor de sódio, teor de potássio e condutividade elétrica	24
3.5.3 Acidez total titulável e potencial hidrogeniônico	24
3.5.4 Carboidratos solúveis totais e compostos fenólicos totais.....	25
3.5.5 Densidade da mucilagem.....	26
3.5.6 Capacidade de retenção de água e capacidade de retenção de óleo.....	26
3.6 Elaboração dos filmes.....	27
3.7 Caracterização físico-química dos filmes	27
3.7.1 Espectroscopia no Infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)	27
3.7.2 Teor de umidade e solubilidade em água	27
3.7.3 Permeabilidade a vapor de água (PVA).....	28
3.8 Caracterização óptica e microestrutural dos filmes	28
3.8.1 Cor e transparência	28
3.8.2 Microscopia eletrônica de varredura	29

3.9 Propriedades mecânicas e espessura dos filmes	29
3.9.1 Resistência à tensão	29
3.9.2 Espessura	29
3.10 Propriedades térmicas	30
3.11 Análise estatística	30
4 RESULTADOS	31
4.1 Efeito de clones e época de colheita nas propriedades da mucilagem e do filme de palma forrageira.....	31
4.2 Efeito de clones e horário de colheita nas propriedades da mucilagem e do filme de palma forrageira.....	41
5 DISCUSSÃO	51
6 CONCLUSÕES.....	57
REFERÊNCIAS	58

1 INTRODUÇÃO

Os plásticos à base de petróleo são amplamente utilizados como materiais de embalagem, especialmente na conservação de alimentos, devido à sua aparência, baixa densidade, baixo custo e confortabilidade (MONJAZEB MARVDASHTI; KOOCHKEKI; YAVARMANESH, 2017). Por outro lado, a não biodegradabilidade dos plásticos prejudica os ecossistemas, causando poluição ambiental. Nesse cenário, o desenvolvimento de filmes à base de polímeros biodegradáveis de origem vegetal tem sido investigado como alternativa aos polímeros petroquímicos da indústria de embalagens (MUJTABA *et al.*, 2022). Entre os recursos naturais renováveis, a mucilagem (fluido viscoso) encontrada em plantas e partes de plantas, como sementes (CHARLES-RODRÍGUEZ *et al.*, 2020), frutos (ALVARENGA; MOTTIN; AYRES, 2016) e cascas de frutos (LÓPEZ-DÍAZ *et al.*, 2023) é um dos polímeros que tem sido amplamente investigado para essa finalidade.

Entre as espécies com capacidade de produção de mucilagem, encontra-se a palma forrageira, planta que tem o Metabolismo Ácido das Crassuláceas (CAM). Esse mecanismo confere o uso eficiente da água, o que permite à planta desenvolver-se em regiões áridas e semiáridas, tornando-se um importante recurso forrageiro para animais ruminantes, principalmente durante a época seca do ano (DUBEUX *et al.*, 2021). Nos últimos anos, os cladódios (caules fotossintéticos) de palma forrageira ganharam outras aplicações devido à descoberta das potencialidades da mucilagem (GHERIBI; KHWALDIA, 2019).

A mucilagem de palma forrageira é uma substância polimérica complexa composta principalmente por carboidratos (SEPÚLVEDA *et al.*, 2007) e fibras solúveis (DU TOIT *et al.*, 2019), sendo uma alternativa de hidrocolóide natural devido às suas propriedades funcionais, nutricionais e físico-químicas (OTÁLORA; WILCHES-TORRES; GÓMEZ CASTAÑO, 2023), como a capacidade de inchar quando dissolvida em água e de formar suspensões coloidais e viscosas (SEPÚLVEDA *et al.*, 2007). Sua aplicação é estudada em diversos segmentos como adsorvente natural para a remoção de metais pesados da água (FOX *et al.*, 2012), microencapsulação de pigmento (OTÁLORA *et al.*, 2015), e ainda substituinte de farinha em alimentos sem glúten (DICK *et al.*, 2020).

Estudos têm demonstrado a capacidade da mucilagem de formar revestimentos comestíveis (ALLEGRA *et al.*, 2017) e filmes biodegradáveis (GHERIBI *et al.*, 2019). No entanto, esses estudos não consideraram o genótipo, a época e o horário de colheita

dos cladódios, fatores que têm influência na variação das propriedades da mucilagem. Os pós de mucilagem obtidos de diferentes genótipos de palma forrageira apresentaram diferenças de viscosidade e capacidade emulsificante (DU TOIT *et al.*, 2019). Além disso, as variações sazonais contribuem para alterações físico-químicas da mucilagem, como o teor de carboidratos que teve a maior quantidade relacionada com a menor disponibilidade de água para a planta (MESSINA *et al.*, 2021), e para mudanças no pH e condutividade elétrica (ARAÚJO *et al.*, 2021). O horário de colheita também foi relacionado com a alteração dos níveis de acidez, teor de carboidratos e compostos fenólicos (SOUSA *et al.*, 2022).

O filme é considerado uma película sólida autônoma fina que é previamente confeccionada e usada para embrulhar ou conter produtos alimentícios. Um revestimento, por outro lado, é aplicado diretamente na superfície do produto (DÍAZ-MONTES; CASTRO-MUÑOZ, 2021; GASPAR; BRAGA, 2023). As soluções formadoras de filme, com ajustes na concentração, também podem ser usadas como revestimento direto no alimento (OLAWUYI; KIM; LEE, 2021). A utilização de filmes e revestimentos pode ser uma alternativa para preservar a qualidade e prolongar a vida útil dos alimentos (ALLEGRA *et al.*, 2017), pois atuam como uma barreira protetora, fornecendo controle da permeabilidade ao vapor de água, proteção mecânica e até mesmo proteção contra a luz ultravioleta (DÍAZ-MONTES; CASTRO-MUÑOZ, 2021).

Entretanto, esse desempenho protetor do filme depende das propriedades funcionais da matriz de mucilagem (OLAWUYI; KIM; LEE, 2021). Além disso, a formação de filmes de mucilagem de palma forrageira está intimamente relacionada com a estrutura, composição e reologia da mucilagem (GHERIBI; HABIBI; KHWALDIA, 2019). Como observado também em outro estudo, a resistência dos filmes à tensão foi relacionada ao pH da solução (ESPINO-DÍAZ *et al.*, 2010). Contudo, os estudos que avaliaram a influência dos clones, da época e do horário de colheita sobre as propriedades da mucilagem de palma forrageira não abordaram seus efeitos sobre as propriedades dos filmes (ARAÚJO *et al.*, 2021; DU TOIT *et al.*, 2019; MESSINA *et al.*, 2021; SOUSA *et al.*, 2022). Nesse sentido, a compreensão de como esses fatores alteram as propriedades do filme biodegradável de palma forrageira é uma importante contribuição para as pesquisas nesta área.

Dessa forma, a escolha adequada do clone, da época e do horário de colheita pode ser determinante na alteração da qualidade de filmes poliméricos produzidos com a mucilagem de cladódios de palma forrageira. Assim, o objetivo da pesquisa foi

desenvolver filmes polímeros à base de mucilagem de cladódios de palma forrageira e avaliar o efeito do genótipo, da época e do horário de colheita sobre as propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem, bem como sua conseqüente influência nas características ópticas, físico-químicas, mecânicas, térmicas e microestruturais dos filmes obtidos.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Metabolismo da palma forrageira e influência das variações sazonais nas características da mucilagem

A palma forrageira (*Opuntia* spp. e *Nopalea* spp.) faz parte da família Cactaceae, que compreende cerca de 1.500 espécies, distribuídas em 127 gêneros (ANDRADE VIEIRA *et al.*, 2021), encontradas em ambientes secos, áridos e pastagens rochosas e degradadas de toda a América do Sul e do Norte (REIS, 2009). Tem o Metabolismo Ácido das Crassuláceas (CAM) e abre os estômatos durante à noite, quando a temperatura é mais baixa e a demanda evaporativa é menor do que durante o dia, levando a uma taxa de transpiração bem menor em comparação com o mesmo grau de abertura dos estômatos durante o dia (CONSOLI; INGLESE; INGLESE, 2013).

O metabolismo CAM é uma adaptação que algumas plantas têm para concentrar dióxido de carbono em suas células, comum em plantas que vivem em ambientes com longos períodos sem água (VALDEZ-HERNÁNDEZ *et al.*, 2015). Tal adaptação foi decisiva em sua distribuição, pois permitiu uma série de mudanças morfológicas, fisiológicas, bioquímicas e moleculares (ADAMS III; DÍAZ; WINTER, 1989). Devido a essa vantagem ecológica relacionada ao seu metabolismo, a palma forrageira tornou-se uma das plantas mais adaptadas às condições ecológicas das zonas áridas e semiáridas do mundo (OLIVEIRA *et al.*, 2010).

Além disso, a baixa densidade estomática, as folhas modificadas em espinhos, o caule com uma cutícula espessa e uma epiderme composta por várias camadas de células reduzem a perda de água por transpiração e permitem o acúmulo de grande quantidade de substâncias, como compostos fenólicos e ácido málico, durante à noite (GRIFFITHS, 1989). A retenção de água na planta também é favorecida pela presença de canais de mucilagem compostos de polissacarídeos (GHERIBI; KHWALDIA, 2019).

Entretanto, no metabolismo CAM, as quantidades produzidas de solutos orgânicos podem variar dentro da mesma espécie, clone ou planta, dependendo das condições ambientais (LÜTTGE, 2006), do manejo da cultura, temperatura, irrigação e chuva (SÁENZ; SEPÚLVEDA; MATSUHIRO, 2004). Consequentemente, diferentes combinações de respostas são observadas entre diferentes indivíduos de uma espécie.

Na região semiárida, a distribuição das chuvas é um fator limitante crítico, assim como as estações secas extensas, as condições de alto déficit hídrico do solo, a atmosfera

seca e a temperatura elevada (CONSOLI; INGLESE; INGLESE, 2013). Assim, a interação das condições ambientais e o metabolismo da planta podem influenciar nas características da mucilagem produzida pela palma forrageira (ARAÚJO *et al.*, 2021; DU TOIT *et al.*, 2020; MESSINA *et al.*, 2021; PIMIENTA-BARRIOS *et al.*, 2012).

A ecofisiologia de plantas de palma forrageira, estudada em condições úmidas e secas, mostrou a influência da seca na redução da absorção líquida diária de CO₂, que afetou a expressão das fases do metabolismo enquanto a irrigação manteve essa taxa (PIMIENTA-BARRIOS *et al.*, 2012). Além disso, o ganho diário de CO₂ de cladódios jovens aumentou depois que as plantas receberam chuvas consideráveis. Quando se avalia o horário, o principal período de captação líquida positiva de CO₂ em cladódios de palma forrageira ocorre durante à noite (PIMIENTA-BARRIOS *et al.*, 2012).

O acúmulo noturno de malato em plantas tipo CAM foi observado sob condições de seca, mas não quando bem irrigadas. Em outras espécies, o acúmulo noturno de malato foi mais significativo em plantas bem irrigadas (WINTER, 2019).

Em estudo sobre a relação entre as condições climáticas e as características físico-químicas dos cladódios e a mucilagem de palma forrageira foi observado que uma mucilagem de menor viscosidade foi mais facilmente separada dos sólidos do cladódio durante a extração, obtendo maior rendimento durante os meses mais quentes e secos devido às mudanças fisiológicas que alteraram a forma das moléculas de mucilagem (DU TOIT *et al.*, 2020). Para os autores, as temperaturas ambientais, mais do que a precipitação ou o tamanho dos cladódios, influenciam as características físico-químicas da mucilagem. Dessa maneira, propuseram que as condições ambientais deveriam ser investigadas, uma vez que as diferenças no rendimento da mucilagem de cacto e na viscosidade poderiam ser influenciadas pelo clima.

A sazonalidade das propriedades nutricionais e antioxidantes da mucilagem de palma forrageira foi estudada e observou-se um aumento significativo e contínuo do teor de carboidratos no período com o menor teor de água (MESSINA *et al.*, 2021). Percebe-se, portanto, que o metabolismo CAM permite uma flexibilidade na aquisição de carbono sob condições ambientais variáveis, permitindo que a planta seja adaptada à região semiárida e desenvolva compostos com diversas aplicabilidades, mas com características variando de acordo com as condições de produção.

2.2 Mucilagem de cactos: propriedades e aplicações

A biomassa do cacto é uma fonte de moléculas ativas e funcionais, como carboidratos, fibras, polifenóis, corantes e óleos. Entre os compostos que representam os constituintes dos cladódios de palma forrageira, a mucilagem é o principal. A mucilagem é um heteropolissacarídeo conhecido por seu alto peso molecular e estrutura ramificada e tem a capacidade de inchar quando dissolvida em água e de formar suspensões coloidais e viscosas (GHERIBI; KHWALDIA, 2019).

A mucilagem de cladódios de *Opuntia ficus-indica* é a mais estudada e está definida na literatura como um polissacarídeo complexo, com cerca de 33 a 55 resíduos de açúcar. Diferentes estudos concordaram que arabinose, galactose, xilose e ramnose são os principais constituintes neutros da mucilagem (GHERIBI; KHWALDIA, 2019). Ela tem capacidade de absorção de água e grande potencial de aproveitamento, podendo atuar como agente espessante, estabilizador e antioxidante (SALEHI *et al.*, 2019) em vários alimentos, cosméticos e aplicações farmacêuticas (CONTRERAS-PADILLA *et al.*, 2016).

Novas pesquisas apontam aplicações promissoras de mucilagem de cacto em vários segmentos: como adsorvente natural para a remoção de metais pesados da água, (FOX *et al.*, 2012) microencapsulação de pigmento (OTÁLORA *et al.*, 2015), e ingredientes sem glúten (DICK *et al.*, 2020). Além disso, as características da mucilagem a tornam interessante para a produção de revestimento comestível (ALLEGRA *et al.*, 2017) e bioplásticos sustentáveis (GHERIBI *et al.*, 2018).

Filmes biodegradáveis baseados em mucilagem de cactos apresentaram aparência translúcida amarelada, com baixa luminosidade e brancura (GHERIBI; KHWALDIA, 2019), diferente dos resultados de Espino-Díaz *et al.* (2010). Segundo Gheribi e Khwaldia (2019), isso pode ser atribuído a diferenças na composição da mucilagem e nas propriedades relacionadas às condições climáticas e ambientais em que a planta foi cultivada. Outros estudos concentraram-se no desenvolvimento de materiais compostos usando mucilagem de palma e outros polímeros biodegradáveis. Melhorias foram observadas nas propriedades de filmes formados com misturas de mucilagem de cactos e álcool polivinílico (GHERIBI *et al.*, 2019).

A investigação das propriedades do filme de mucilagem sob diferentes pHs, com ou sem adição de cálcio, mostrou que a mucilagem de palma forrageira tem a capacidade de formar filmes comestíveis com pH entre 4 e 8, sendo necessário adicionar um plastificante para melhorar as propriedades mecânicas dos polímeros.

Os filmes e revestimentos comestíveis de polímeros naturais são altamente eficazes para a preservação de alimentos durante o armazenamento; tem efeito protetor e de prolongamento da vida útil de frutas, como morango (DEL-VALLE *et al.*, 2005), abacaxi minimamente processado (TREVINO-GARZA *et al.*, 2017), e figo revestido com mucilagem (ALLEGRA *et al.*, 2017).

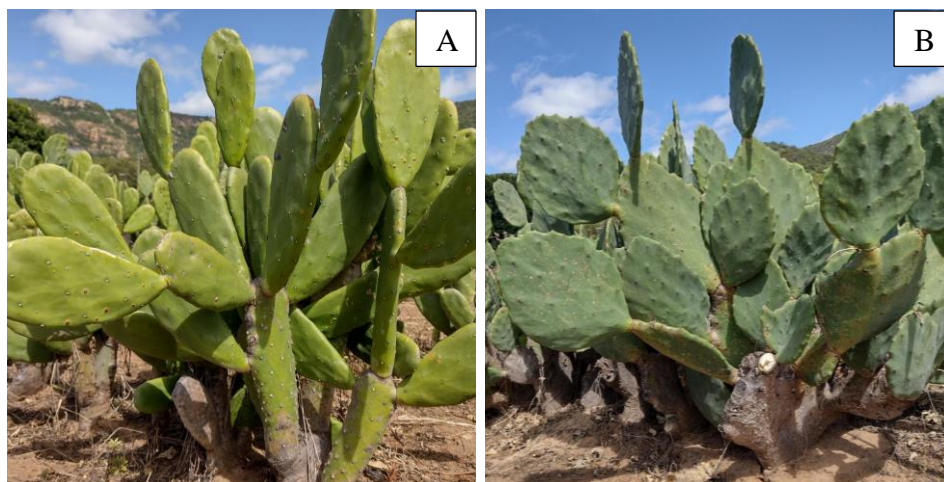
Assim, o uso de filmes como material de embalagem para garantir a segurança e a qualidade dos alimentos abrirá novas oportunidades e tendências em embalagens de alimentos tanto para o uso de filme como para revestimento comestível (GHERIBI; KHWALDIA, 2019).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Material vegetal e localização

As amostras de cladódio de palma forrageira dos clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) foram colhidas na área experimental do Centro de Referência Internacional de Estudos Agrometeorológicos de Palma e Outras Plantas Forrageiras (CentroRef), da Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE), Unidade Acadêmica de Serra Talhada (UAST), localizada no município de Serra Talhada, PE, Brasil (7°59 'S; 38°15' W e 431 m) (Figura 1).

Figura 1 - Palma forrageira, clone Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (A) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (B)



Fonte: acervo da autora.

O clima local foi classificado como BShw' (semiárido quente, com inverno seco e verão chuvoso) segundo a classificação climática de Köppen (ALVARES *et al.*, 2013), com média de temperatura do ar de 26,6°C, com mínima e máxima de 20,1 a 32,9 °C, respectivamente; precipitação pluvial média de 642,1 mm ano⁻¹, umidade relativa do ar média de 62,5% e demanda atmosférica acima de 1800 mm ano⁻¹ (PEREIRA *et al.*, 2015). O solo da área experimental foi classificado como Cambissolo Háplico Ta eutrófico típico, de acordo com o Sistema Brasileiro de Classificação do Solo (SANTOS *et al.*, 2018), com propriedades físico químicas conforme a Tabela 1 (ARAÚJO JÚNIOR *et al.*, 2021a).

Tabela 1 - Propriedades físicas e químicas do solo na profundidade de 0,0 a 0,10 e 0,10 a 0,20 m

Propriedades físicas										
Prof.	pd	Ø	Areia	Silte	Argila					
cm	kg dm ⁻³	%	----- g kg ⁻¹ -----							
0-10	1,58	34,8	833	128	38					
10-20	1,60	36,7	830,4	118,8	50,8					

Propriedades químicas										
Prof.	C.E.	pH	C	P	K	Na	Ca	Mg	CTC	V
cm	dS cm ⁻¹		g kg ⁻¹	mg dm ⁻³	-----	cmol _c dm ⁻³ -----				
0-10	0,87	6,9	5,8	78,1	1,3	0,04	4,0	1,6	7,4	94
10-20	0,52	6,7	4,8	66,5	0,7	0,03	4,5	2,2	8,2	91

Prof.: profundidade. pd: densidade do solo. Ø: porosidade total. C.E.: condutividade elétrica do extrato de saturação. CTC: capacidade de troca de cátions. V: saturação de bases. Fonte: Adaptada de Araújo Junior *et al.* (2021a).

Os dois clones de palma forrageira foram plantados em um adensamento de 50.000 plantas ha⁻¹, com espaçamento de 1,0 m entre filas e 0,2 m entre plantas (1,0 x 0,2 m), em janeiro de 2016, quando foram conduzidos dois ciclos iniciais até novembro de 2020. Após esse período, iniciaram-se as épocas de avaliações. Semanalmente, aplicaram-se as lâminas de irrigação de 8 mm, sendo realizadas apenas no período de estiagem, por meio de sistema de gotejamento, com emissores espaçados a 0,20 m e vazão de 1,87 L h⁻¹, a uma pressão de 1 atm (ARAÚJO JÚNIOR *et al.*, 2021a). A água utilizada, oriunda de um poço artesiano, apresentou condutividade elétrica média de 1,51 dS m⁻¹ e pH de 6,84 (ARAÚJO JÚNIOR *et al.*, 2021b,c). As variáveis meteorológicas foram monitoradas a partir de uma plataforma de coleta de dados situada a 10 m da área experimental pertencente ao Instituto Nacional de Meteorologia. Os dados compreendem medidas horárias de: umidade relativa média, máxima e mínima do ar (% dia⁻¹); temperatura máxima, mínima e média do ar (°C dia⁻¹); velocidade do vento (m s⁻¹ dia⁻¹) e precipitação pluviométrica (mm dia⁻¹).

O estudo foi organizado em duas partes, conforme descrito nos subtópicos 3.2 e 3.3, para avaliar primeiramente os efeitos dos clones e da época de colheita dos cladódios e depois o efeito dos clones e do horário de colheita.

3.2 Estudo de clones e épocas de colheita dos cladódios

O delineamento experimental utilizado foi o de blocos casualizados em arranjo fatorial 2 x 3 com subparcelas no tempo, com quatro repetições, sendo os clones a parcela e as épocas do ano, a subparcela. As amostras de cladódios dos dois clones foram colhidas sempre às 6h (tempo máximo de 1h), em três épocas do ano, conforme o regime hídrico da região: chuvosa-seca (estação do ano de transição, realizada em julho/2021); seca (outubro/2021); janeiro/2022 (chuvosa). A definição das épocas do ano ocorreu de acordo com os critérios de classificação de Queiroz *et al.* (2020). Estabeleceu-se que, se a soma dos valores de precipitação dos 30 dias anteriores e posteriores ao dia em análise for inferior a 20 mm, e forem registrados menos de cinco dias chuvosos, o período é seco; ao passo que, se para este mesmo intervalo de tempo forem registrados valores pluviométricos superiores a 20 mm em cinco ou mais dias, o período é chuvoso. Se não se aplicar nenhum desses critérios, o subperíodo é considerado em transição: seco-chuvoso, se seguir um período seco; ou chuvoso-seco, se observado após o período chuvoso.

3.3 Estudo de clones e horário de colheita dos cladódios

O delineamento experimental utilizado foi o de blocos casualizados em arranjo fatorial 2 x 2, com subparcelas no tempo, com quatro repetições, sendo os clones a parcela, e o horário do dia, a subparcela. Nesse estudo, para avaliar os efeitos dos fatores “Clone” e “Hora de colheita” sobre as propriedades da mucilagem e do filme de cladódios de palma forrageira, as amostras de cladódios foram colhidas às 6 e 20h, na época chuvosa.

3.4 Obtenção da mucilagem

A obtenção da mucilagem e demais análises realizadas, nos dois estudos propostos, aconteceram de forma semelhante. Os cladódios de segunda ordem, com cerca de 230 mm de comprimento, foram colhidos, pesados e lavados em água corrente. A mucilagem foi extraída de acordo com Gheribi *et al.* (2018), com as seguintes adaptações: a epiderme (parte externa) dos cladódios foi removida e o parênquima (parte interna) foi fatiado e homogeneizado em processador de alimentos (Philips walita, ri7775 Brasil) por 60s, com etanol 99,5%, na proporção de 2:3 m/v (duas partes de parênquima para três partes de etanol). A mucilagem precipitada foi obtida pela filtração do etanol presente no

extrato, com auxílio de tecido de polipropileno, e lavada duas vezes com etanol 99,5%, para remoção dos pigmentos. Em seguida, a mucilagem filtrada foi seca em estufa de circulação de ar a 55 °C, por 24h. Após seco, o material foi triturado em moinho (Polespresso, Original coffee flavor, Carapin da Serra, Brasil) para obtenção do pó seco (mucilagem).

3.5 Caracterização físico-química e tecnológica da mucilagem

3.5.1 Rendimento de mucilagem

O rendimento de mucilagem (RM) foi expresso em porcentagem e quantificado com base no peso da mucilagem seca, em relação ao peso fresco do cladódio inteiro, usando a equação (1):

$$RM = \frac{\text{Massa de mucilagem em pó (g)}}{\text{Massa do cladódio fresco (g)}} \times 100 \quad (1)$$

3.5.2 Teor de sódio, teor de potássio e condutividade elétrica

Os teores de sódio (Na⁺) e potássio (K⁺) foram obtidos a partir de amostras com 200µL de mucilagem hidratada (4g/100mL), diluída em 9800 µL de água. O material foi filtrado e as leituras realizadas em fotômetro de chama (B-462 MICRONAL). Os resultados foram expressos em g de Na⁺ e K⁺, por 100 g de matéria seca (MS).

A condutividade elétrica (CE) foi determinada com um medidor de condutividade de bancada (TECNAL, Tec-4MP, Piracicaba, Brasil), por imersão do eletrodo diretamente nas amostras de mucilagem hidratada. Os resultados foram expressos em µS.cm⁻¹.

3.5.3 Acidez total titulável e potencial hidrogeniônico

A acidez total titulável (ATT) foi realizada de acordo com Astello-García *et al.* (2015), com algumas modificações. A amostra de mucilagem (0,4g) foi hidratada em 50ml de água e titulada com uma solução aquosa de hidróxido 0,1 N (NaOH). Os resultados foram calculados com a equação (2):

$$ATT = \frac{N \times V \times Eq \text{ ácido málico}}{M} \quad (2)$$

Em que, N é a concentração normal de NaOH; V, o volume de NaOH usado para titulação (ml); Eq, o equivalente em miligramas de ácido málico (0,067); e M, o peso da amostra (g). Os resultados foram expressos em % de ácido málico.

O potencial hidrogeniônico (pH) foi medido em um pHmetro (TECNAL, TEC-5, Piracicaba, Brasil), a uma temperatura de 25 °C, por imersão do eletrodo diretamente nas amostras de mucilagem hidratada a 4% (p/v).

3.5.4 Carboidratos solúveis totais e compostos fenólicos totais

Os carboidratos solúveis totais (CST) foram obtidos por uma versão modificada do método proposto por Dubois *et al.* (1956). Dois ml de mucilagem hidratada a 4% (p/v) foram centrifugadas (Hettich, MIKRO 220, Berlim, Alemanha) a 10.000 rpm, a 4 °C, por 21 min. As amostras foram preparadas com uma alíquota de 10 µL do sobrenadante, adicionada a 490 µL de água deionizada, 500 µL de fenol (5%) e 2.500 µL de ácido sulfúrico concentrado a 98,08%. Depois de colocadas em tubos de ensaio foram agitadas em vórtex (TECNAL, AP56, Araraquara, Brasil) e mantidas em repouso por 10 min. As leituras foram feitas com um espectrofotômetro UV-VIS (Biochrom, Libra S8, Cambridge, Inglaterra), em 490 nm. O conteúdo total de carboidratos foi expresso em g de carboidratos solúveis por 100g de matéria seca (g.100 g⁻¹ MS) e quantificados com base na equação obtida para a curva padrão de glicose anidra.

A determinação do teor de compostos fenólicos totais (CFT) foi realizada de acordo com Chandra e De Mejia (2004), com algumas modificações. Um volume de 2 mL da mucilagem hidratada foi centrifugado em uma centrífuga (Hettich, MIKRO 220, Berlim, Alemanha) a 10000 rpm, a 4 °C, por 21 min. Uma alíquota de 150 µL do sobrenadante foi combinada com 100 µL de água deionizada e 250 µL de reagente de Folin Ciocalteu (1N). A mistura foi homogeneizada em vórtex (TECNAL, AP56, Araraquara, Brasil) e permaneceu em repouso por 2 min. Em seguida, foi adicionado 500 µL de carbonato de sódio a 20% (p/v), e a mistura permaneceu em repouso por mais 10 min. Por fim, as leituras foram realizadas em espectrofotômetro (Biochrom, Libra S8, Cambridge, Inglaterra) a 757 nm. Para a construção da curva analítica, foi utilizada uma

solução padrão de ácido gálico, nas concentrações de 0, 20, 40, 60, 80 e 100 $\mu\text{g. mL}^{-1}$. A quantidade de polifenóis totais foi expressa em g de ácido gálico por 100 g de matéria seca (g.100 g^{-1} MS).

3.5.5 Densidade da mucilagem

A densidade foi medida conforme Dick *et al.* (2020). A amostra de mucilagem em pó foi transferida para uma proveta graduada de 25 mL. O fundo da proveta foi levemente batido em uma superfície de borracha (10 vezes) até que não houvesse diminuição do nível da amostra após o enchimento até a marca de 10 mL. O peso foi então registrado. O resultado foi expresso em g.mL^{-1} e calculado com base no peso da amostra por unidade de volume, de acordo com a equação (3):

$$\text{Densidade} = \frac{\text{Peso da mucilagem (g)}}{\text{volume mucilagem (ml)}} \quad (3)$$

3.5.6 Capacidade de retenção de água e capacidade de retenção de óleo

A capacidade de retenção de água (CRA) e a capacidade de retenção de óleo (CRO) foram determinadas conforme descrito por Andrade Vieira *et al.* (2021). Para determinar a CRA, 0,2 g de mucilagens foram adicionadas a 10 mL de água destilada, em tubos Falcon de 50 mL, mantidas por 1 h em temperatura ambiente e agitadas por 5 s a cada 15 min. Em seguida, foram centrifugados a 5.000 rpm por 20 min. O sobrenadante foi descartado e os tubos foram vertidos para drenar a água restante por 30 min. A CRA foi calculada e expressa como a quantidade em g de água retida por g da mucilagem seca (g.g^{-1}), conforme a equação (4):

$$\text{CRA} = \frac{\text{Peso da mucilagem após drenagem (g)}}{\text{peso da mucilagem seca (g)}} \quad (4)$$

Para a CRO, amostras de 0,1 g foram adicionadas a 10 mL de óleo de soja, em tubos Falcon de 50 mL e agitadas a 200 rpm, em incubadora (TECNAL, modelo TE-420), por 5 h. A mistura foi centrifugada a 5.000 rpm por 15 min, o sobrenadante foi descartado e o precipitado foi drenado. A CRO foi calculada e os resultados expressos em gramas de óleo adsorvido por grama de mucilagem (g.g^{-1}), como mostra a equação (5):

$$CRO = \frac{\text{Peso da mucilagem após drenagem (g)}}{\text{peso da mucilagem seca (g)}} \quad (5)$$

3.6 Elaboração dos filmes

Para a preparação dos filmes, foi usada a metodologia proposta por Gheribi *et al.* (2018), com adaptações. A mucilagem foi hidratada com água destilada na proporção de 4% p/v (4g de mucilagem para 100mL de água). Em seguida, foi adicionado 50% de glicerol com base na quantidade de mucilagem (m/m). A mistura foi aquecida a 60 °C e agitada durante 10 min. Após isso, uma alíquota de 35 mL da solução foi adicionada em placas de Petri de 9 cm de diâmetro e 1,5 cm de profundidade e levadas à estufa de circulação de ar a 55 °C, durante 24h.

3.7 Caracterização físico-química dos filmes

3.7.1 Espectroscopia no Infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

As análises espectrais na região do infravermelho médio foram realizadas em um espectrofotômetro de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), (modelo Frontier da Perkin Elmer®), utilizando o acessório universal de reflexão total atenuada (UATR). Os espectros foram adquiridos na região de 4000-400cm⁻¹, resolução 4cm⁻¹ e 8 varreduras. O branco foi o ar e as medidas realizadas diretamente no biofilme, sob o cristal de diamante.

3.7.2 Teor de umidade e solubilidade em água

O teor de umidade (TU) foi determinado de acordo com Jouki *et al.* (2013) e expresso em porcentagem (%). Os filmes foram cortados em tamanhos de 2 x 2 cm, pesados e colocados em estufa a 55 °C, até a obtenção de peso constante. O teor de umidade foi expresso em porcentagem (%) e calculado conforme a equação (6):

$$TU\% = \frac{\text{massa inicial (g)} - \text{massa final (g)}}{\text{massa inicial (g)}} \times 100 \quad (6)$$

Para medir a solubilidade em água (SA), os filmes foram cortados em pedaços de 2 x 2 cm e em seguida pesados e imersos, sob agitação constante, em 50 mL de água destilada, por 30 min, a 25 °C. Os pedaços de filmes restantes, após a imersão, foram secos a 55°C em estufa, até obter peso constante (JOUKI *et al.*, 2013). O resultado expresso em porcentagem (%) foi calculado com a equação (7):

$$SA\% = \frac{\text{massa inicial (g)} - \text{massa final (g)}}{\text{massa inicial (g)}} \times 100 \quad (7)$$

3.7.3 Permeabilidade a vapor de água (PVA)

A PVA foi medida de acordo com Gheribi *et al.* (2018), com algumas modificações. Cada amostra de filme foi colocada vedando uma célula de permeação (becker 50mL), contendo cerca de 15 g de carbonato de cálcio. Os sistemas, bem vedados, foram acondicionados em dessecador contendo solução saturada de cloreto de sódio (75% umidade relativa), a uma temperatura de 25 °C. Os sistemas foram pesados durante 7 dias, em intervalos fixos de tempo. A PVA foi expressa em g mm/m² d kPa, calculada a partir da equação (8):

$$PVA = \frac{TTVA \times X}{\Delta P} \quad (8)$$

Em que, TTVA (g/m² d) é a taxa de transmissão de vapor de água definida como a mudança de peso em função do tempo (g/d) (calculada por regressão linear ($R^2 > 0,99$)), e dividida pela área de transferência (m²); X (mm) é a espessura do filme; Δp (kPa) é a diferença da pressão parcial do vapor de água ao longo do filme ($\Delta p = p (RH_2 - RH_1) = 2,38$ kPa, onde p é a pressão de vapor de saturação da água a 25 °C, $RH_2 = 75\%$ e $RH_1 = 0\%$).

3.8 Caracterização óptica e microestrutural dos filmes

3.8.1 Cor e transparência

A medição da cor foi realizada com uso de um colorímetro (COLOR ANALYZER, RGB-1002) em sistema RGB. Foram realizadas 10 medições em cada

filme (GHERIBI *et al.*, 2018). Os resultados foram convertidos para valores CIE (Commission International de l'Eclairage) $L^*a^*b^*$, utilizando o website público EasyRGB (ALVARENGA; MOTTIN; AYRES, 2016), o qual levou em consideração D65 como iluminante padrão (luz do dia) e observador = 2°. O parâmetro luminosidade foi obtido diretamente pelo colorímetro, sem necessidade de conversão.

A transparência foi determinada de acordo com Han e Floros (1997). Os filmes foram cortados em forma retangular e colocados em cubeta de quartzo no espectrofotômetro UV-VIS, e o comprimento de onda obtido na região de 600 nm. A transparência dos filmes foi calculada por meio da equação (9):

$$\text{Transparência: } \frac{\log T}{x} \quad (9)$$

Em que, T é a transmitância (%) e x é a espessura do filme em mm.

3.8.2 Microscopia eletrônica de varredura

A morfologia da superfície dos filmes foi observada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) usando um microscópio eletrônico de varredura (3400N SEM, S), sob as condições padrão de alto vácuo, a uma tensão de 5 kV. As amostras de filmes foram pulverizadas com partículas de ouro para contraste da imagem.

3.9 Propriedades mecânicas e espessura dos filmes

3.9.1 Resistência à tensão

A resistência à tensão (RT) dos polímeros foi medida utilizando uma máquina de teste universal (Modelo AEL-A-50, Brasil, São Paulo), de acordo com Gheribi *et al.* (2018). Tiras de biofilmes (60 mm x 20 mm) foram testadas a uma velocidade de 100 mm.min⁻¹ usando uma braçadeira dupla, e o valor de resistência à tração foi fornecido pelo software da máquina de teste.

3.9.2 Espessura

A espessura do biofilme (mm) foi medida com um micrômetro (modelo ProGage). As medições foram feitas em dez posições diferentes de cada amostra (GHERIBI *et al.*, 2018).

3.10 Propriedades térmicas

As amostras foram submetidas aos testes termogravimétricos para avaliar as taxas de perda de peso. Para isso, as amostras foram introduzidas em uma termobalança (METTLER TOLEDO, TGA2). As análises ocorreram em uma faixa de temperatura de 35-600°C e uma taxa de aquecimento de 20 °C.min⁻¹, sob atmosfera de nitrogênio a 50mL.min⁻¹.

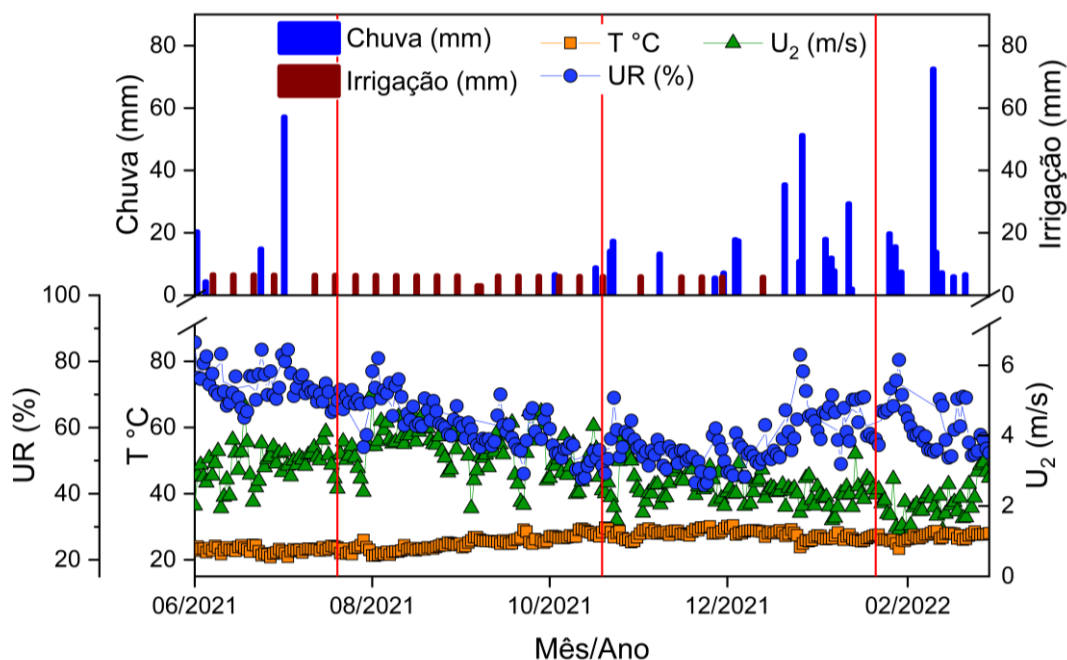
3.11 Análise estatística

Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA), e as médias submetidas ao teste de Tukey a 5%. A análise estatística foi obtida por meio do software R versão 4.1.3. Os gráficos foram elaborados no Origin (software para gráficos e análises). Os dados foram submetidos também à análise de componentes principais (PCA), a partir de dados padronizados para detectar possíveis relações entre os tratamentos e as variáveis respostas. Os resultados de PCA foram representados em gráfico de espaço bidimensional (biplot), contendo os escores dos dois primeiros componentes baseados na matriz de correlações, juntamente com os autovetores.

4 RESULTADOS

Os dados de temperatura do ar, chuva, irrigação, umidade relativa e velocidade do vento registrados durante o período experimental estão representados na figura 2. Devido ao menor volume de chuvas durante a época seca, a irrigação foi aplicada com maior frequência. Essa época foi caracterizada também por temperatura e velocidade do vento mais elevadas e menor umidade relativa. Nas épocas chuvosa-seca e chuvosa, a tendência foi de menor temperatura e velocidade do vento, maior quantidade de chuva e umidade relativa.

Figura 2 - Condições meteorológicas e disponibilidade hídrica via irrigação durante o período experimental



As linhas vermelhas indicam a data de cada colheita. Fonte: Elaborada pela autora.

4.1 Efeito de clones e época de colheita nas propriedades da mucilagem e do filme de palma forrageira

As propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem da palma forrageira foram afetadas pelos fatores isolados clones e época de colheita dos cladódios e, ou, por suas interações ($p < 0,05$). O fator clone afetou todas as variáveis, com exceção do teor de carboidratos solúveis totais (CST) e da capacidade de retenção de óleo (CRO). A maioria das propriedades também foram modificadas pelo fator época de colheita, com

exceção do teor de compostos fenólicos (CFT) e o teor de sódio (Na^+). A interação clone e época de colheita foi decisiva na variação dos valores de acidez titulável total (ATT), pH, teor de potássio (K^+), condutividade elétrica (CE), capacidade de retenção de água (CRA) e densidade (Tabela 2).

Tabela 2 - Resumo da análise de variância dos efeitos de clone e da época de colheita sobre as propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de palma forrageira

F.V	G.L	Quadrado médio					
		RM	CST	CFT	ATT	pH	Na^+
Clone (C)	1	1,15**	1,36ns	0,0009*	9,48*	0,06**	0,1*
Época (E)	2	0,51**	982,25**	0,0001ns	31,37**	0,31**	0,06ns
C x E	2	0,14ns	8,66ns	0,0001ns	1,4*	0,03**	0,1ns
Erro ₁		0,02	3,73	0,0000	0,74	0,00	0,01
Erro ₂		0,04	16,13	0,0001	0,31	0,00	0,04
CV1 (%)		19,37	5,42	8,8	11,97	0,74	15,44
CV2 (%)		30,43	11,26	11,98	7,77	0,95	35,78

F.V	G.L	Quadrado médio				
		K^+	CE	CRA	CRO	Den
Clone (C)	1	149,9**	0,0009**	720,84**	0,14ns	0,0004*
Época (E)	2	195,64**	0,0031**	77,98**	1,62*	0,0010**
C x E	2	132,29**	0,0018**	371,89**	0,29ns	0,0009**
Erro ₁		0,41	0,0000	11,03	1,07	0,0000
Erro ₂		0,26	0,0001	3,77	0,39	0,0000
CV1 (%)		6,8	3,46	10,93	16,35	3,9387
CV2 (%)		5,4	7,91	6,39	9,87	4,6074

F.V: fonte de variação; G.L: grau de liberdade; CV: coeficiente de variação; RM: rendimento de mucilagem; CST: carboidratos solúveis totais; CFT: compostos fenólicos totais; ATT: Acidez titulável total; pH: potencial hidrogeniônico; Na^+ : Sódio; K^+ : potássio; CE: condutividade elétrica; CRA: capacidade de retenção de água; CRO: capacidade de retenção de óleo; Den: densidade. **: $p < 0,01$; *: $p < 0,05$; ns: não significativo ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Fonte: Elaborada pela autora.

MIU foi o clone que apresentou maior valor de RM, porém com menores magnitudes de CFT e Na^+ do que o clone OEM ($p < 0,05$). Em relação às épocas de colheita, o maior RM foi notado na época seca, quando se constatou maiores valores de CST, juntamente com a época Chuvosa-Seca, mas menores valores de CRO, igualmente com a época chuvosa (Tabela 3).

Tabela 3 - Propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes épocas (efeitos simples)

Clone	RM	CST	CFT	Na^+	CRO
MIU	0,85 ± 0,37 a	35,42 ± 9,37 a	0,0583 ± 0,01 b	0,52 ± 0,11 b	6,41 ± 0,84 a

OEM	0,41±0,24 b	35,89 ± 10,7 a	0,0707 ± 0,01 a	0,65 ± 0,26 a	6,26 ± 0,63 a
Época	RM	CST	CFT	Na⁺	CRO
Chuvosa-seca	0,4 ± 0,11 b	43,49 ± 2,87 a	0,0625 ± 0,00 a	0,50 ± 0,16 a	6,66 ± 0,47 a
Seca	0,9 ± 0,39 a	40,49 ± 4,95 a	0,0623 ± 0,01 a	0,58 ± 0,24 a	5,82 ± 0,96 b
Chuvosa	0,6 ± 0,40 b	22,98 ± 2,19 b	0,0687 ± 0,01 a	0,67 ± 0,21 a	6,52 ± 0,40 ab

Os resultados foram expressos em média ± desvio padrão. Resultados seguidos pelas mesmas letras na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). RM: rendimento de mucilagem (%); CST: carboidratos solúveis totais ($\text{g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ MS); CFT: compostos fenólicos totais (g de ácido gálico. 100g^{-1} MS); Na⁺: teor de sódio ($\text{g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ MS); CRO: capacidade de retenção de óleo (g de óleo. g^{-1} MS). Fonte: Elaborada pela autora.

O pH da mucilagem dos dois clones foi maior na época chuvosa, quando se observou maior teor de K⁺ e CE para o clone OEM, e maior ATT para os clones MIU e OEM. A capacidade de retenção de água (CRA) da mucilagem de MIU foi maior em relação à OEM nas épocas seca e chuvosa. Por outro lado, a comparação desse resultado entre as estações para cada clone mostra que para MIU a média de CRA foi significativamente maior na estação seca, todavia, nessa mesma época foi registrado o menor valor médio de CRA para o clone OEM. A densidade da mucilagem de MIU não foi diferente entre as épocas de colheita dos cladódios, enquanto na mesma comparação para o clone OEM, o maior valor médio ocorreu na estação seca (Tabela 4).

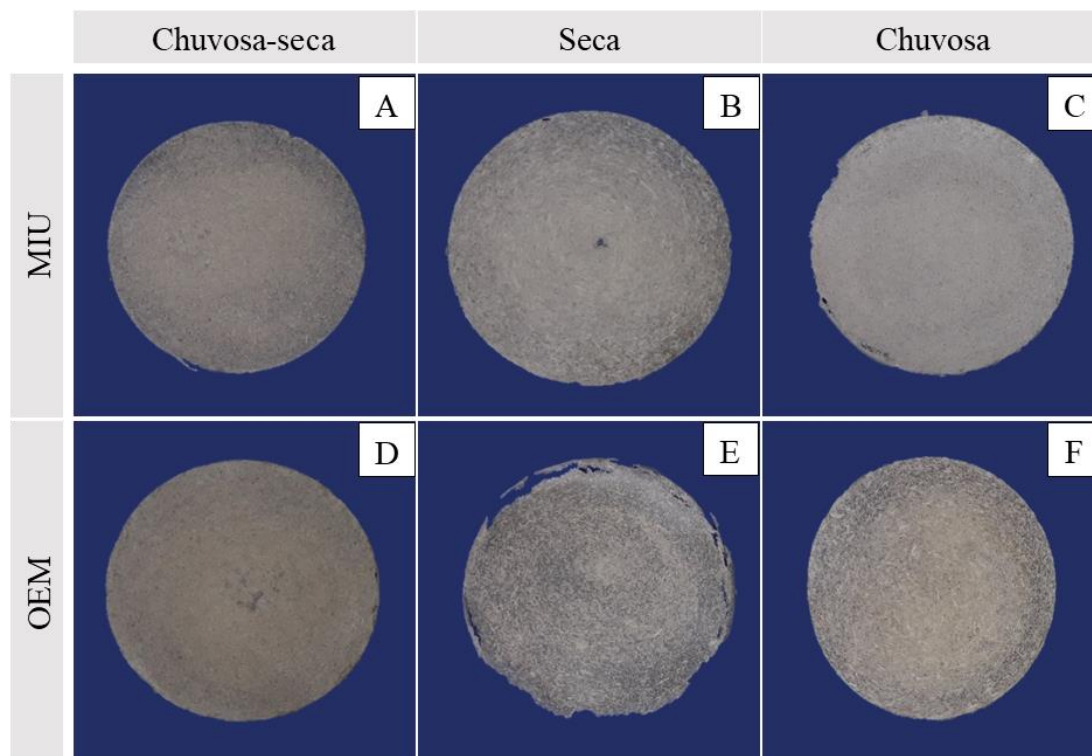
Tabela 4 - Propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes épocas (efeitos de interação)

Época	ATT		pH	
	MIU	OEM	MIU	OEM
Chuvosa-	6,29 ± 0,84Ab	6,7 ± 0,00Ab	5,00 ± 0,03 Ab	5,02 ± 0,01Ab
Seca	5,03 ± 0,00 Bc	6,29 ± 0,84Ab	4,88 ± 0,01Ac	4,65 ± 0,01Bc
Chuvosa	8,38 ± 0,00 Ba	10,48 ± 0,84 Aa	5,2 ± 0,1Aa	5,11 ± 0,03 Ba
Época	K ⁺		CE	
	MIU	OEM	MIU	OEM
Chuvosa-	8,32 ± 0,36 Ba	10,61 ± 0,57 Ab	0,1130 ± 0,00 Ba	0,1265 ± 0,00Ab
Seca	5,16 ± 0,22 Ac	3,73 ± 0,36Bc	0,1260 ± 0,01 Aa	0,1076 ± 0,00 Bb
Chuvosa	7,26 ± 0,7 Bb	21,4 ± 0,7Aa	0,1308 ± 0,01 Ba	0,1732 ± 0,02 Aa
Época	CRA		Den	
	MIU	OEM	MIU	OEM
Chuvosa-	29,79 ± 1,6 Ac	28,24 ± 0,46 Aa	0,1038 ± 0,01 Aa	0,1099 ± 0,01 Ab
Seca	41,47 ± 3,18 Aa	14,87 ± 1,2 Bb	0,1071 ± 0,01 Ba	0,1368 ± 0,00 Aa
Chuvosa	36,31 ± 3,98 Ab	31,59 ± 1,56 Ba	0,1059 ± 0,00 Aa	0,0933 ± 0,00 Bc

Os resultados foram expressos em média ± desvio padrão. Resultados seguidos pelas mesmas letras maiúscula na linha e minúscula na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). ATT: acidez titulável total (% ácido málico); pH: potencial hidrogeniônico; K⁺: teor potássio ($\text{g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ MS); CE: condutividade elétrica (CE, $\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$); CRA: capacidade de retenção de água (g de água. g^{-1} MS); Den: densidade ($\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$). Fonte: Elaborada pela autora.

Todos os filmes produzidos foram homogêneos, lisos, flexíveis e de fácil manuseio, (Figura 3). É possível visualizar uma tendência de tons mais escuros nos filmes de OEM.

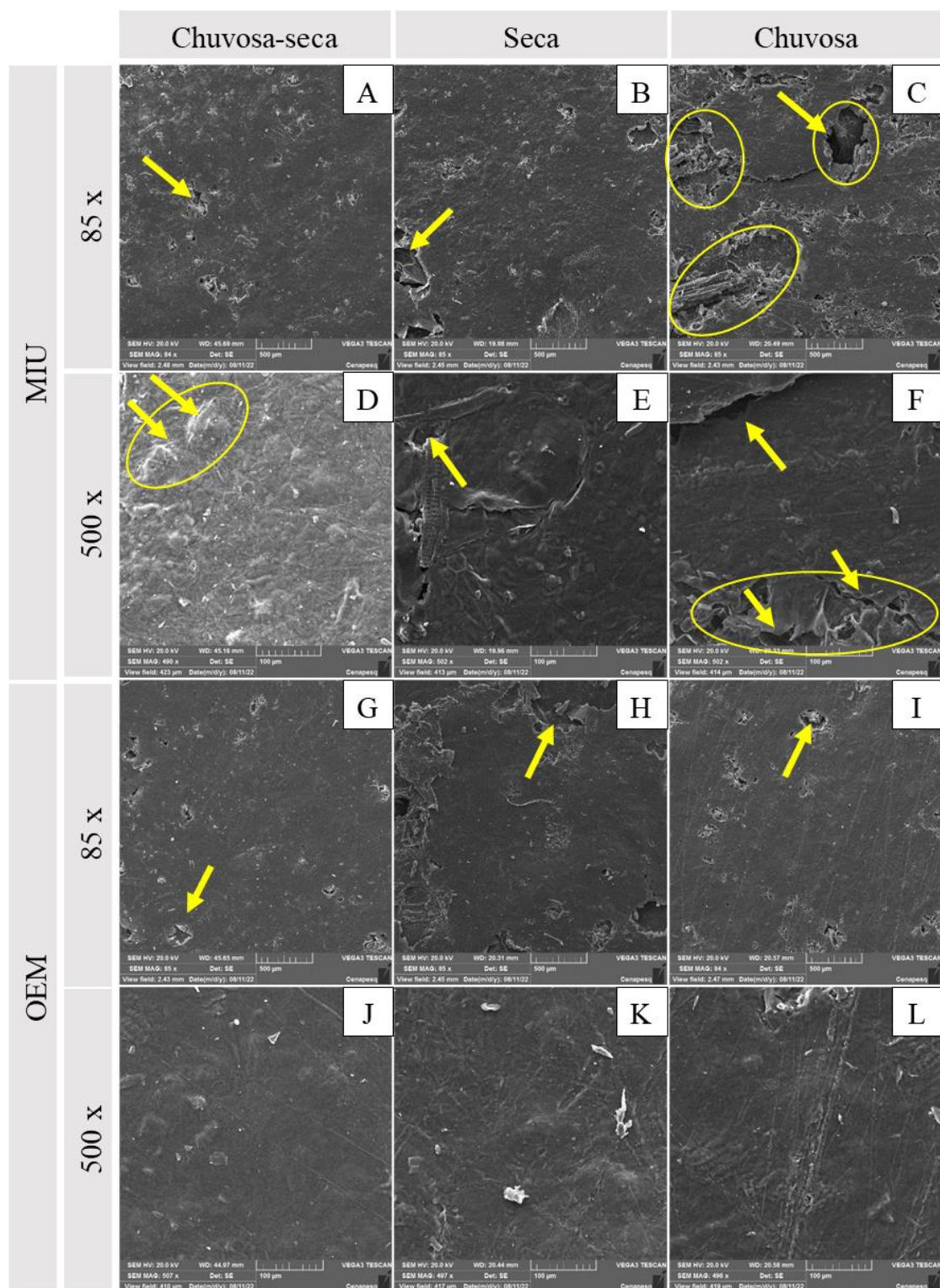
Figura 3 - Filmes de mucilagem de palma forrageira clone Miuda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (A, B, C) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (D, E, F); colhidas em três épocas do ano no semiárido brasileiro: chuvosa-seca (A, D); seca (B, E) e chuvosa (C, F)



Fonte: Elaborada pela autora.

O clone e a estação de colheita modificaram a microestrutura da superfície dos filmes. As amostras de filmes produzidos com mucilagem de MIU apresentaram uma matriz com mais poros (Figuras 4 A, B, C e E) rugosidade (Figura 4 D) e microfissuras (Figura 4 F). Filmes de mucilagem de OEM apresentaram menor quantidade de poros (Figuras G, H e I) e microestrutura mais lisa e compacta (Figuras 4 J, K e L).

Figura 4 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície dos filmes de mucilagem de palma forrageira clone Miuda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (A, B, C, D, E, F) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (G, H, I, J, K, L); colhidas em três épocas do ano no semiárido brasileiro: chuvosa-seca (A, D, G, J); seca (B, E, H, K); chuvosa (C, F, I, L). Ampliações de 85x (A, B, C, G, H, I) e 500x (D, E, F, J, K, L)



Fonte: Elaborada pela autora.

Os fatores isolados clones e época de colheita dos cladódios e, ou, suas interações afetaram as propriedades ópticas, físico-químicas e mecânicas dos filmes ($p < 0,05$), com exceção apenas do teor de umidade (TU). O fator clone afetou os parâmetros de cor L^* e b^* , a transparência (TP) e a propriedade físico-química de permeabilidade ao vapor de

água (PVA). O fator época de colheita influenciou os parâmetros de cor a^* e b^* , a TP, a propriedade físico-química de solubilidade em água (SA), a propriedade mecânica de resistência à tensão (RT) e a espessura (ESP) dos filmes. A interação dos fatores foi significativa para o valor b^* da análise de cor, a TP, a SA, a ESP e a RT (Tabela 5).

Tabela 5 - Resumo da análise de variância dos efeitos de clone e da época de colheita sobre as propriedades de filmes de mucilagem de palma forrageira

F.V	G.L	Quadrado médio				
		L^*	a^*	b^*	TP	ESP
Clone (C)	1	769,19**	27,54ns	116,56**	5,95**	0,0000ns
Época (E)	2	103,95*	52,16*	32,95**	8,8**	0,0225**
C x E	2	35,88ns	0,91ns	17852*	7,85**	0,0056**
Erro ₁		14,84	0,43	0,91	0,09	0,0004
Erro ₂		18,96	0,82	3395	0,25	0,0008
CV1 (%)		5,79	84,58	4,92	4,86	6,1365
CV2 (%)		6,54	116,37	9,49	8,11	8,353

F.V	G.L	Quadrado médio			
		TU	SA	PVA	RT
Clone (C)	1	1,06ns	37,2ns	1340,27*	42,51ns
Época (E)	2	2,06ns	188,58**	52,45ns	519,35**
C x E	2	9,43ns	64,01**	120,71ns	375,22**
QMErro ₁		2,43	4,94	50,6	20,09
QMErro ₂		2,45	5,08	70,86	43,76
CV1 (%)		10,37	6,06	18,05	12,11
CV2 (%)		10,42	6,15	21,36	17,88

F.V: fonte de variação; G.L: grau de liberdade; CV: coeficiente de variação; L^* : luminosidade; a^* : coordenada de cor do vermelho ao verde; b^* : coordenada de cor do amarelo ao azul; TP: transparência; ESP: espessura; TU: teor de umidade; SA: solubilidade em água; PVA: permeabilidade ao vapor de água; RT: resistência a tensão. **: $p < 0,01$; *: $p < 0,05$; ns: não significativo ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Fonte: Elaborada pela autora.

O clone MIU exibiu maior valor de L^* em relação ao clone OEM ($p < 0,05$). Em comparação com as épocas de colheita, a maior L^* foi verificada na época chuvosa, quando se constatou também maiores valores de a^* . O menor valor médio de PVA ocorreu nos filmes do clone OEM (Tabela 6).

Tabela 6 - Propriedades dos filmes produzidos com mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes épocas (efeitos simples)

Clone	L^*	a^*	TU	PVA
Miúda	72,19 ± 5,61 a	0,44 ± 1,43 a	15,24 ± 1,63 a	46,88 ± 9,85 a
Orelha	60,87 ± 4,98 b	1,12 ± 0,74 a	14,82 ± 2,2 a	31,93 ± 5,08 b

Época	L^*	a^*	TU	PVA
-------	-------	-------	----	-----

Chuvosa-seca	62,46 ± 7,14 b	1,01 ± 0,33 ab	14,46 ± 2,11 a	42,18 ± 11,57 a
Seca	67,8 ± 8,93 ab	-0,12 ± 1,12 b	15,2 ± 1,59 a	37,13 ± 6,57 a
Chuvosa	69,33 ± 6,15 a	1,45 ± 1,28 a	15,43 ± 2,08 a	38,9 ± 13,88 a

Os resultados foram expressos em média ± desvio padrão. Resultados seguidos pelas mesmas letras na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). *L**: luminosidade; *a**: coordenada de cor do vermelho ao verde; TU: teor de umidade (%); PVA: permeabilidade ao vapor de água ($\text{g mm.m}^{-2} \text{ d kPa}$). Fonte: Elaborada pela autora.

O *b** foi um parâmetro da avaliação de cor influenciado pela interação dos fatores, mas o clone OEM apresentou *b** maior em relação a MIU em todas as épocas. (Tabela 7) Maior espessura juntamente com menor transparência aconteceram nas épocas seca e chuvosa para o clone MIU, esse padrão também foi notado para o filme de OEM na estação chuvosa (Tabela 7). Filmes de MIU exibiram menor SA em relação ao de OEM nas épocas seca e chuvosa. A época chuvosa-seca apresentou os maiores valores de SA para os dois clones, juntamente com época chuvosa no clone OEM (Tabela 7). O clone OEM apresentou filmes com maior RT em comparação com MIU na época chuvosa, além disso, verificou-se que a época seca resultou no menor valor médio de RT para o filme de OEM (Tabela 7).

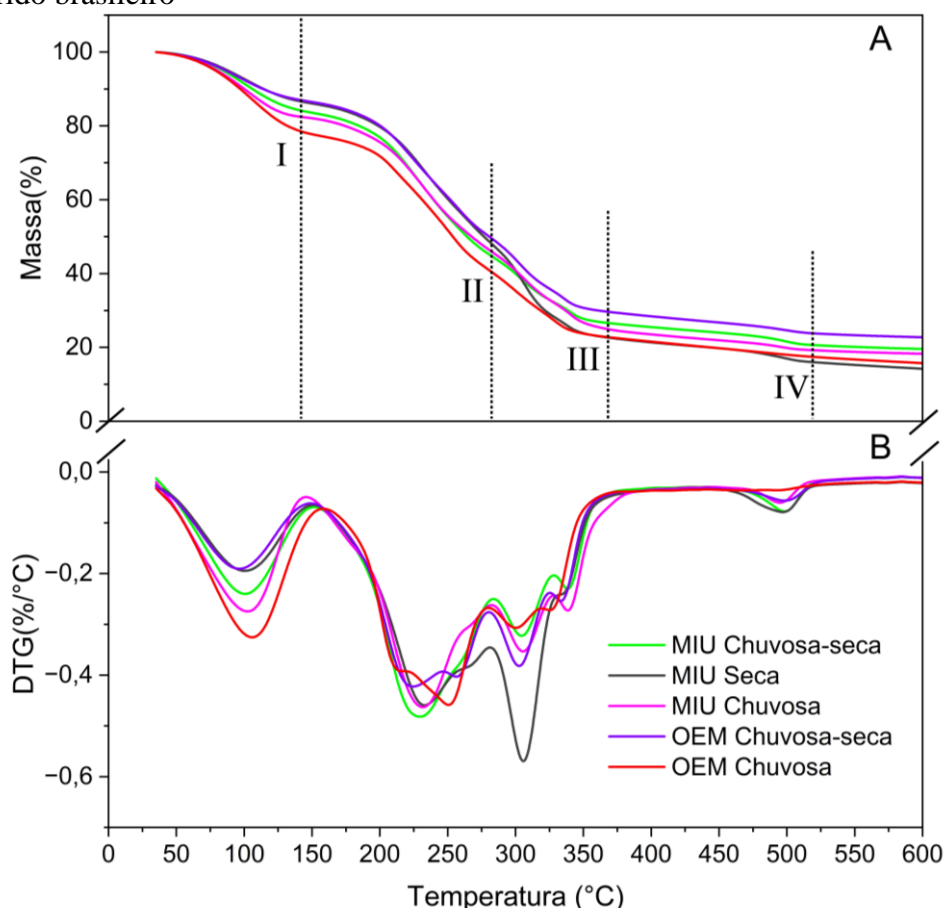
Tabela 7 - Propriedades dos filmes produzidos com mucilagem de cladódio de palma forrageira colhidos em diferentes épocas (efeitos de interação)

Época	<i>b*</i>		TP	
	MIU	OEM	MIU	OEM
Chuvosa-seca	19,29 ± 1,13Aa	20,33 ± 3,16Ab	6,47 ± 0,23Aa	6,66 ± 0,37 Ab
Seca	14,52 ± 1,52Bb	19,93 ± 0,61Ab	5,3 ± 0,46 Bb	8,55 ± 0,59Aa
Chuvosa	17,84 ± 1,49Bab	24,61 ± 1,48Aa	5,18 ± 0,66Ab	4,73 ± 0,50Ac
Época	ESP		SA	
	MIU	OEM	MIU	OEM
Chuvosa-seca	0,29 ± 0,02Ab	0,28 ± 0,01Ab	43,41 ± 3,70Aa	39,41 ± 1,47Ba
Seca	0,35 ± 0,02Aa	0,3 ± 0,01Bb	29,15 ± 1,26Bc	34,27 ± 2,22Ab
Chuvosa	0,36 ± 0,04Ba	0,42 ± 0,05Aa	33,77 ± 1,81Bb	40,13 ± 1,15Aa
Época	RT			
	MIU	OEM		
Chuvosa-seca	42,57 ± 1,89Aa	39,87 ± 8,50Aa		
Seca	31,49 ± 3,74Aa	23,94 ± 4,59Ab		
Chuvosa	32,96 ± 8,97Ba	51,19 ± 8,98Aa		

Os resultados foram expressos em média ± desvio padrão. Resultados seguidos pelas mesmas letras maiúscula na linha e minúscula na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). *b**: coordenada de cor do amarelo ao azul; TP: transparência; ESP: espessura (mm); SA: solubilidade em água (%); RT: resistência a tensão (MPa). Fonte: Elaborada pela autora.

As temperaturas de degradação e a massa residual dos filmes foram obtidas pelas curvas de termogravimetria (TGA) (Figura 5A) e termogravimétrica derivada (DTG) (Figura 5B). Quatro estágios de degradação podem ser observados na faixa de 35 a 600 °C. As temperaturas iniciais (T_{onset}), máximas ($T_{máx}$), finais (T_{endset}) e a perda de massa (PM) de cada estágio de degradação são apresentadas na tabela 8. O estágio I de degradação teve pico máximo de degradação entre 100 e 106 °C, e perda de massa variando de 14 a 23% entre os tratamentos. As $T_{máx}$ no estágio II variaram entre 230 e 250 °C. O estágio III ocorreu logo em seguida, com perda de massa variando entre 71 e 77%. O estágio IV não foi observado no filme OEM na época chuvosa; e o clone MIU, na época seca, teve perda de massa de 84% ao final da degradação (Tabela 8).

Figura 5 - Curvas TGA (A) e DTG (B) de filmes de mucilagem de palma forrageira clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (MIU) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (OEM) colhidas em três épocas do ano no semiárido brasileiro



Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 8 - Parâmetros térmicos dos filmes de mucilagem de palma forrageira clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (MIU) e Orelha de Elefante Mexicana

(*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (OEM) colhidas em três épocas do ano no semiárido brasileiro: chuvosa-seca, seca e chuvosa

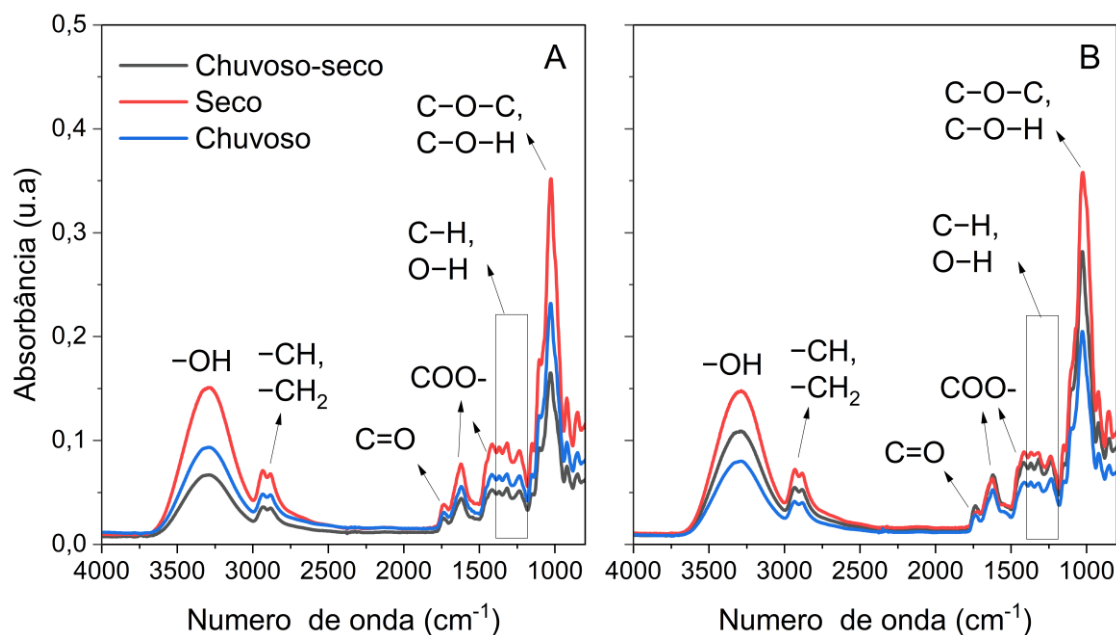
Estágios de degradação		Amostras				
		MIU Chuvosa-seca	MIU Seca	MIU Chuvosa	OEM Chuvosa-seca	OEM Chuvosa
I	T onset	35	35	35	35	35
	T máx	101	100	102	96	106
	T endset	151	151	145	148	158
	PM (%)	17	15	18	14	23
II	T onset	151	151	145	148	158
	T máx	230	232	231	222	250
	T endset	283	281	282	280	280
	PM (%)	56	52	55	50	60
III	T onset	283	281	282	280	280
	T máx	304	305	305	301	300
	T endset	367	367	377	367	367
	PM (%)	74	78	76	71	77
IV	T onset	479	466	476	476	-
	T máx	498	496	494	500	-
	T endset	517	517	515	518	-
	PM (%)	80	84	81	78	-

PM: perda de massa (%); T: temperatura (°C). Fonte: Elaborada pela autora.

O espectro de FTIR dos filmes (Figura 6) foi semelhante ao registrado em estudos anteriores (GHERIBI *et al.*, 2018; RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ *et al.*, 2014). Esses espectros fornecem uma impressão digital química dos materiais, relacionando suas frequências de absorção com as frequências de absorção conhecidas das ligações (FOX *et al.*, 2012). A ampla banda em torno de 3342 cm^{-1} corresponde ao estiramento OH dos grupos álcool e ácido carboxílico-OH envolvidos em pontes de hidrogênio intermoleculares (FOX *et al.*, 2012; GHERIBI *et al.*, 2018; GHERIBI; HABIBI; KHWALDIA, 2019), demonstrando afinidade dos biofilmes por moléculas de água (SILVA *et al.*, 2019). As bandas de absorção em 2932 e 2885 correspondem a vibrações assimétricas e simétricas, respectivamente, da ligação CH ou CH₂. O alongamento dessas bandas representa a presença de celulose na formulação do filme (THIVYA *et al.*, 2021). A baixa intensidade do pico de absorção em 1730 é atribuída às vibrações de estiramento C=O dos grupos carboxílicos. O surgimento dos picos 1625 e 1418 são atribuídos ao estiramento COO- assimétrico e simétrico característico dos sais de ácidos carboxílicos presentes na mucilagem (FOX *et al.*, 2012; RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ *et al.*, 2014). Um conjunto de picos foi observado em 1370, 1321 e 1244, e corresponde à vibração de C-H

ou O—H (GHERIBI *et al.*, 2018). O pico intenso em 1030 é característico de polissacarídeos e representa a vibração de C—O—C ou C—O—H (THIVYA *et al.*, 2021).

Figura 6 - Espectro de infravermelho (FTIR) de filmes de mucilagem de palma forrageira, clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (MIU) (A) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (OEM) (B), colhidas em três épocas do ano no semiárido brasileiro

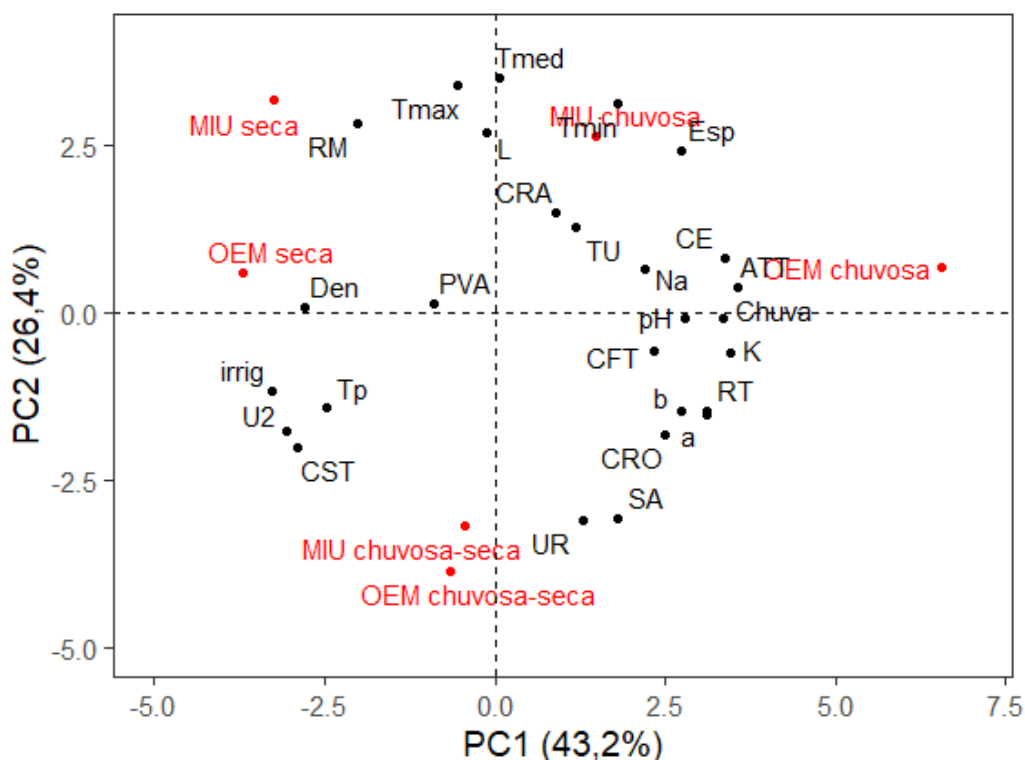


Fonte: Elaborada pela autora.

A análise de componentes principais (PCA) foi realizada comparando os autovalores dos dois primeiros componentes (PC e PC2) para os tratamentos empregados, variáveis meteorológicas e todas as características avaliadas na mucilagem e no filme (Figura 7). Para o PC1, a variação foi explicada com maior contribuição das variáveis meteorológicas: chuva (0,90), irrigação (-0,87) e velocidade do vento (-0,82); e das características ATT (0,95), CE (0,90), K (0,92), RT (0,83), a^* (0,83), pH (0,81), CST (-0,77), densidade (-0,74), espessura (-0,77) e b^* (0,73). Assim, os tratamentos OEM chuvosa, OEM seca e MIU seca, que contribuíram em maior parte com a variação do PC1, podem ser relacionados a essas características. Com base na distribuição dos tratamentos no PC1, o clone OEM colhido na época chuvosa apresentou mucilagem com maiores ATT, CE, K, pH e menor densidade e filmes com maior RT, a^* e b^* , características que foram associadas ao maior volume de chuvas e menor velocidade do vento, enquanto para os clones MIU e OEM, na época seca, ocorreu o oposto. A época de transição ficou próxima ao centro do gráfico, representando uma contribuição pequena

para a explicação da variação no PC1. O PC2 foi caracterizado com maiores contribuições das variáveis: temperatura média (0,93), temperatura máxima (0,90), temperatura mínima (0,83), umidade relativa (-0,82), SA (-0,82), RM (0,75), *L* (0,72), e espessura (0,65). De acordo com a distribuição dessas variáveis no PC2, os clones MIU e OEM, na época de transição chuvosa-seca, foram associados à mucilagem com maior SA e menor RM, e filmes com menor *L* e espessura relacionados com menores temperatura ambiental e UR. O maior RM e menor SA, por outro lado, observado no clone MIU, na época seca, pode ser associado a maiores temperaturas ambientais e menor UR.

Figura 7 - Biplot dos dois primeiros componentes principais (PC1 e PC2) com base em características da mucilagem e do filme de palma forrageira, avaliando o efeito de clone, época de colheita e das variáveis meteorológicas



Temperatura mínima (Tmin), Temperatura média (Tmed); Temperatura máxima (Tmax); Umidade relativa média (URmed); Chuva; Irrigação (irrig); Velocidade do vento (U2); rendimento de mucilagem (RM); Sódio (Na); Potássio (K); Condutividade elétrica (CE); Potencial hidrogeniônico (pH); Carboidratos solúveis totais (CST); Acidez total titulável (ATT); Compostos fenólicos totais (CFT); Capacidade de retenção de água (CRA); Capacidade de retenção de óleo (CRO); Densidade (Den); Espessura (Esp); Teor de umidade (TU); Solubilidade em água (SA); Transparência (Tp); Permeabilidade ao vapor de água (PVA); Resistência a tensão (RT); Luminosidade (L); Coordenada de cor do vermelho ao verde (a); Coordenada de cor do amarelo ao azul (b). Fonte: Elaborada pela autora.

4.2 Efeito de clones e horário de colheita nas propriedades da mucilagem e do filme de palma forrageira

O teor de CST e CE da mucilagem não foram afetadas significativamente ($p < 0,05$) pelos fatores clones e horário de colheita. Por outro lado, o RM e as demais propriedades físico-químicas analisadas, variaram significativamente ($p < 0,05$) em função do clone estudado (Tabela 9). Quanto ao horário de colheita dos cladódios, as principais variáveis influenciadas foram a ATT, o pH, os teores de Na^+ e K^+ , a CRA, a CRO e a densidade. No que diz respeito à interação dos fatores clone e horário de colheita, as variáveis CFT, ATT, K^+ , CRA e densidade foram influenciadas ($p < 0,05$) (Tabela 9).

Tabela 9 - Resumo da análise de variância dos efeitos de clone e do horário de colheita sobre as propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de palma forrageira

F.V	G.L	Quadrado médio					
		RM	CST	CFT	ATT	pH	Na^+
Clone (C)	1	1,59**	10,63ns	0,0051**	4,39*	0,08**	0,8*
Horário (H)	1	0,08ns	35,87ns	0,0006ns	39,5**	0,42**	0,05ns
C x H	1	0,03ns	11,93ns	0,0011*	4,39*	0,01ns	0,05ns
Erro ₁		0,02	28,26	0,00	0,18	0,00	0,06
Erro ₂		0,02	18,05	0,0001	0,41	0,00	0,02
CV1 (%)		18,42	21,72	7,51	5,33	0,61	33,27
CV2 (%)		20,12	17,36	13,81	8,15	1,30	18,02

F.V	G.L	Quadrado médio				
		K^+	CE	CRA	CRO	Den
Clone (C)	1	376,17**	0,0027ns	322,47**	0,68**	0,0001*
Horário (H)	1	151,91**	0,0003ns	27,07*	2,63*	0,0003*
C x H	1	78,94**	0,001ns	751,17**	0,08ns	0,0003*
Erro ₁		0,18	0,0003	9,14	0,01	0,0000
Erro ₂		1,26	0,0004	3,75	0,42	0,0000
CV1 (%)		3,78	11,15	8,58	1,47	2,45
CV2 (%)		9,98	13,03	5,49	10,56	4,24

F.V: fonte de variação; G.L: grau de liberdade; CV: coeficiente de variação; RM: rendimento de mucilagem; CST: carboidratos solúveis totais; CFT: compostos fenólicos totais; ATT: Acidez total titulável; pH: potencial hidrogeniônico; Na^+ : Sódio; K^+ : potássio; CE: condutividade elétrica; CRA: capacidade de retenção de água; CRO: capacidade de retenção de óleo; Den: densidade. **: $p < 0,01$; *: $p < 0,05$; ns: não significativo ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Fonte: Elaborada pela autora.

O RM do clone MIU foi maior em relação a OEM, independente do horário de colheita (Tabela 10). Maior pH juntamente com menor teor de Na^+ foram registrados para mucilagem de MIU (Tabela 10). Em termos de CRO, a mucilagem de OEM exibiu maior resultado. O horário de colheita também foi significativo para a CRO, com a colheita as 6h obtendo melhor resultado (Tabela 10).

Tabela 10 - Propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes horários (efeitos simples)

Clone	RM	CST	pH	Na ⁺	CE	CRO
MIU	0,99 ± 0,20a	23,66 ± 4,84a	5,39 ± 0,21a	0,50 ± 0,11b	0,1347 ± 0,02a	5,91 ± 0,76b
OEM	0,36 ± 0,13b	25,29 ± 4,14a	5,25 ± 0,15b	0,95 ± 0,23a	0,1609 ± 0,02a	6,32 ± 0,44a
Horário	RM	CST	pH	Na ⁺	CE	CRO
6h	0,60 ± 0,40a	22,98 ± 2,19a	5,16 ± 0,08b	0,67 ± 0,21a	0,1520 ± 0,03a	6,52 ± 0,40a
20h	0,75 ± 0,34a	25,97 ± 5,67a	5,48 ± 0,11a	0,78 ± 0,36a	0,1437 ± 0,02a	5,71 ± 0,58b

Os resultados foram expressos em média ± desvio padrão. Resultados seguidos pelas mesmas letras na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). RM: rendimento de mucilagem (%); CST: carboidratos solúveis totais ($\text{g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ MS); pH: potencial hidrogeniônico; Na⁺: teor de sódio ($\text{g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ MS); CE: condutividade elétrica (CE, $\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$); CRO: capacidade de retenção de óleo (g de óleo. g^{-1} MS). Fonte: Elaborada pela autora.

Em relação ao teor de CFT, a mucilagem de OEM exibiu maiores valores em comparação com MIU nos dois horários de colheita avaliados (Tabela 11). Além disso, a colheita às 20h incrementou o teor de CFT na mucilagem de OEM (Tabela 11). Maior ATT foi observada na colheita às 6h para os dois clones estudados. Ademais, na comparação entre os clones nesse mesmo horário, a mucilagem de OEM apresentou maior ATT juntamente com maior teor de K⁺ (Tabela 11) Houve diferença significativa na CRA, sendo o maior valor para o clone MIU encontrado na colheita às 6h, enquanto para o clone OEM a colheita às 20h exibiu maior média de CRO, acompanhada com maior densidade da mucilagem (Tabela 11).

Tabela 11 - Propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes horários (efeitos de interação)

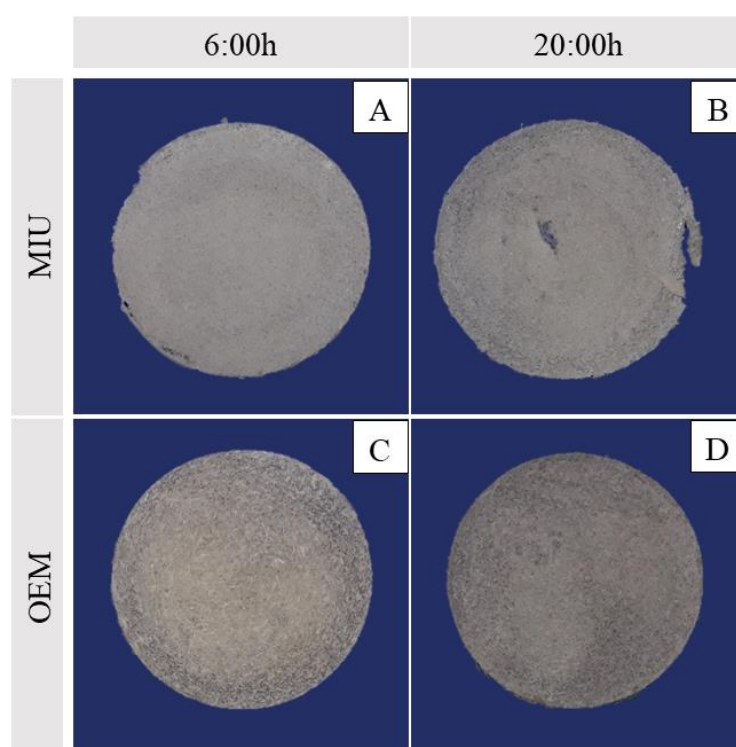
Horário	CFT		ATT	
	MIU	OEM	MIU	OEM
6h	0,0592 ± 0,00Ba	0,0782 ± 0,01Ab	8,38 ± 0,00Ba	10,48 ± 0,84Aa
20h	0,055 ± 0,0Ba	0,1074 ± 0,02Aa	6,29 ± 0,84Ab	6,29 ± 0,84Ab
Horário	K ⁺		CRA	
	MIU	OEM	MIU	OEM
6h	7,26 ± 0,70Ba	21,4 ± 0,70Aa	36,31 ± 3,98Aa	31,59 ± 1,56Bb
20h	5,54 ± 0,80Ba	10,8 ± 1,34Ab	25,21 ± 1,76Bb	47,89 ± 0,61Aa
Horário	Den			
	MIU	OEM		
6h	0,1059 ± 0,00Aa	0,0933 ± 0,00Bb		
20h	0,1060 ± 0,01Aa	0,1094 ± 0,00Aa		

Os resultados foram expressos em média ± desvio padrão. Resultados seguidos pelas mesmas letras maiúscula na linha e minúscula na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey

($p < 0,05$). CFT: compostos fenólicos totais (g de ácido gálico. 100g^{-1} MS); ATT: acidez titulável total (% ácido málico); K^+ : teor potássio ($\text{g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ MS); CRA: capacidade de retenção de água (g de água. g^{-1} MS); Den: densidade ($\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$). Fonte: Elaborada pela autora.

Os filmes produzidos com mucilagem de palma forrageira colhida às 6 e 20h também exibiram aparência homogênea (Figura 8), amostras com superfícies lisas, flexíveis e de fácil manuseio.

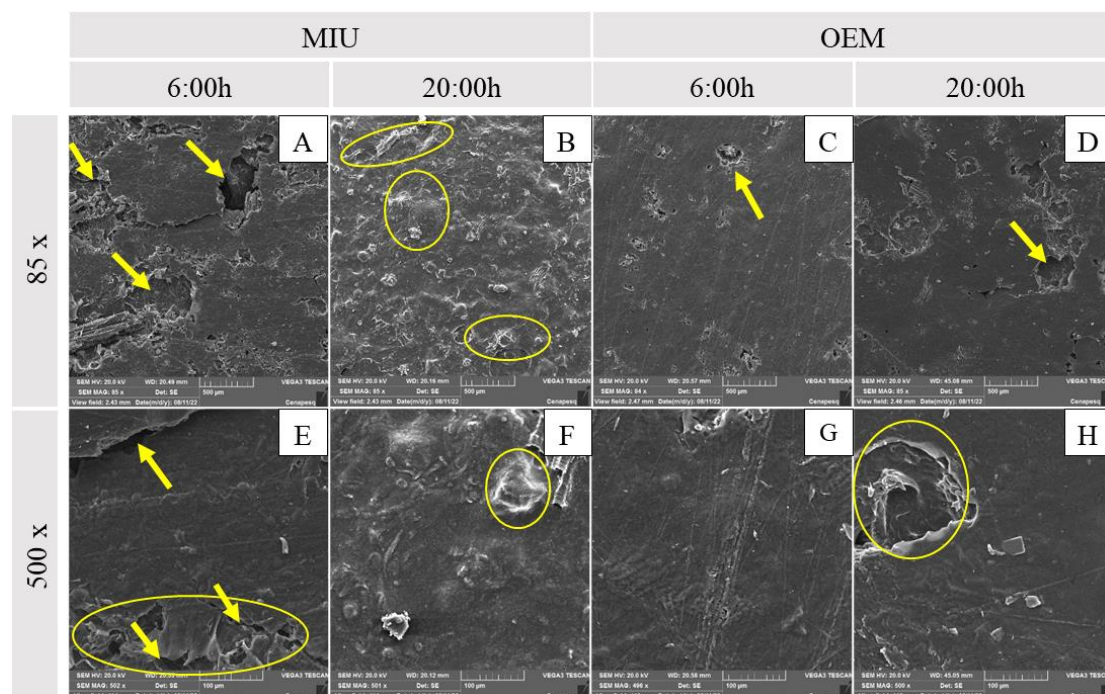
Figura 8 - Filmes de mucilagem de palma forrageira clone Miuda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (A, B) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (C, D); colhidas às 6h (A, C) e 20h (B, D)



Fonte: Elaborada pela autora.

Diferenças entre os tratamentos foram mais perceptíveis pela visualização das micrografias, os filmes produzidos com mucilagem do clone MIU colhido às 6h apresentaram mais poros e fissuras (Figura 9 A e E). Amostras obtidas às 20h, também apresentaram algumas irregularidades na superfície como rugosidades e separação de fases (Figura 9 B e F). Por outro lado, o filme de OEM produzido com mucilagem colhida às 6h apresentou uma superfície mais lisa e homogênea (Figura 9 C e G), enquanto a amostra da colheita às 20h exibiu mais poros (Figura 9 D e H).

Figura 9 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície dos filmes de mucilagem de palma forrageira clone Miuda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (A, B, E, F) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (C, D, G, H); 6h (A, E, C, G); 20h (B, F, D, H). Aumentos de 85x (A, B, C, D) e 500x (E, F, G, H)



Fonte: Elaborada pela autora.

Os parâmetros de cor L^* e b^* , assim também como a SA e a RT foram significativamente ($p < 0,05$) influenciados pelo fator clone. O fator horário de colheita afetou os parâmetros a^* e b^* e a RT. A interação dos fatores clone e horário foi significativa na diferença das variáveis L^* , SA, e PVA (Tabela 12).

Tabela 12 - Resumo da análise de variância dos efeitos de clone e do horário de colheita sobre propriedades de filmes de mucilagem de palma forrageira

F.V	G.L	Quadrado médio				
		L^*	a^*	b^*	TP	ESP
Clone (C)	1	96,53*	3,66ns	98,31**	0,12ns	0,0012ns
Horário (H)	1	0,2ns	6,41*	56,4**	0,26ns	0,0025ns
C x H	1	139,83*	0ns	13,07ns	0,32ns	0,0049ns
Erro ₁		3,1	0,56	0,84	0,05	0,0002
Erro ₂		10,82	0,95	2,38	0,2	0,0016
CV1 (%)		2,53	92,42	4,74	4,55	3,8362
CV2 (%)		4,74	119,57	7,98	8,77	10,63

F.V	G.L	Quadrado médio			
		TU	SA	PVA	RT
Clone (C)	1	0,54ns	52,17*	242,19ns	1193,88**
Horário (H)	1	21,97ns	4,61ns	25,13ns	1757,08**

C x H	1	4,48ns	30,22*	685,26**	3,62ns
Erro ₁		2,73	1,95	103,93	16,49
Erro ₂		4,02	2,78	19,89	14,58
CV1 (%)		9,95	3,72	27,08	12,85
CV2 (%)		12,08	4,45	11,85	12,08

F.V: fonte de variação; G.L: grau de liberdade; CV: coeficiente de variação; L^* : luminosidade; a^* : coordenada de cor do vermelho ao verde; b^* : coordenada de cor do amarelo ao azul; TP: transparência; ESP: espessura; TU: teor de umidade; SA: solubilidade em água; PVA: permeabilidade ao vapor de água; RT: resistência a tensão. **: $p < 0,01$; *: $p < 0,05$; ns: não significativo ao nível de 5% pelo teste de Tukey. Fonte: Elaborada pela autora.

Os parâmetros a^* e b^* da análise cor foram maiores no horário de colheita às 6h. na comparação entre os clones, o b^* foi maior para MIU (Tabela 13). Não houve diferença entres os tratamentos para a TP, a espessura e o TU (Tabela 13). O maior resultado médio de RT ocorreu no filme de OEM (Tabela 13). O horário de colheita também foi decisivo para o resultado de RT, pois a colheita às 6h resultou em uma média significativamente maior em comparação com a colheita às 20h (Tabela 13).

Tabela 13 - Propriedades de cor, transparência, espessura de filmes produzidos com mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes horários. (efeitos simples)

Clone	a^*	b^*	TP	ESP	TU	RT
MIU	0,34 ± 1,37a	16,87 ± 1,66b	5,17 ± 0,44a	0,37 ± 0,03a	16,42 ± 2,89a	22,96 ± 12,36b
OEM	1,29 ± 0,75a	21,83 ± 3,17a	5,00 ± 0,45a	0,39 ± 0,05a	16,79 ± 1,55a	40,24 ± 14,43a
Horário	a^*	b^*	TP	ESP	TU	RT
6h	1,45 ± 1,28a	21,23 ± 3,87a	4,96 ± 0,59a	0,39 ± 0,05a	15,43 ± 2,08a	42,08 ± 12,81a
20h	0,18 ± 0,65b	17,47 ± 1,96b	5,21 ± 0,14a	0,36 ± 0,02a	17,77 ± 1,83a	21,12 ± 10,79b

Os resultados foram expressos em média ± desvio padrão. Resultados seguidos pelas mesmas letras na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). a^* : coordenada de cor do vermelho ao verde; b^* : coordenada de cor do amarelo ao azul; TP: transparência; ESP: espessura (mm); TU: teor de umidade (%); RT: resistência a tensão (MPa). Fonte: Elaborada pela autora.

O resultado de L^* do filme de MIU foi mais elevado na colheita às 6h, mas para o clone OEM ocorreu o inverso, com a maior L^* observado no filme de cladódio colhidos às 20h (Tabela 14). A diferença na SA e na PVA entre filmes dos dois clones ocorreu na colheita às 6h, na qual foi observada maior SA e menor PVA para OEM (Tabela 14). Ademais, houve o aumento da SA e redução da PVA de MIU na colheita às 20h, enquanto para OEM colhido as 20h a PVA aumentou (Tabela 14).

Tabela 14 - Valores médios das propriedades de filmes de mucilagem em função do clone e horário de colheita de cladódios de palma forrageira (efeitos de interação)

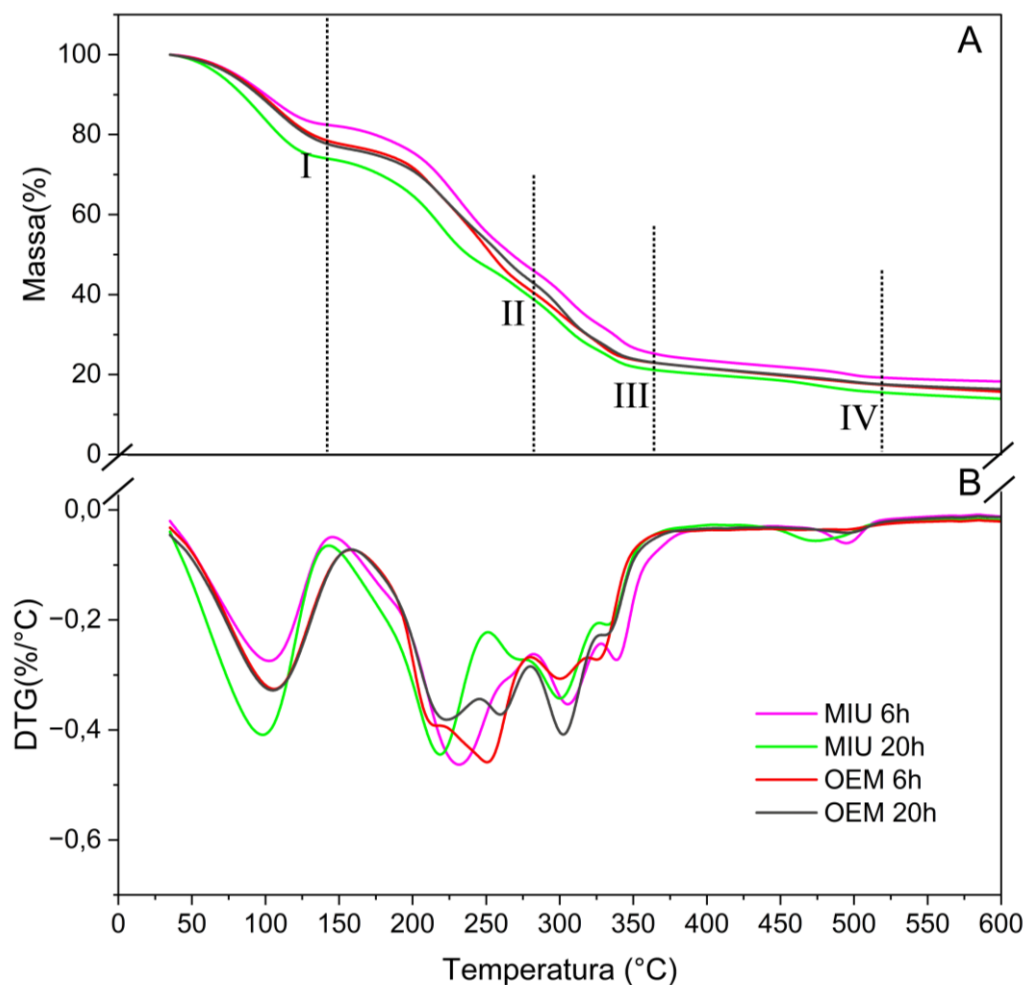
Horário	<i>L*</i>		SA	
	MIU	OEM	MIU	OEM
6h	74,74 ± 2,68Aa	63,92 ± 1,76Bb	33,77 ± 1,81Bb	40,13 ± 1,15Aa
20h	69,06 ± 4,82Aa	70,06 ± 0,80Aa	37,59 ± 1,54Aa	38,45 ± 1,08Aa

Horário	PVA	
	MIU	OEM
6h	49,34 ± 12,17Aa	28,47 ± 3,30Bb
20h	33,74 ± 6,09Ab	39,05 ± 2,69Aa

Os resultados foram expressos em média ± desvio padrão. Resultados seguidos pelas mesmas letras maiúscula na linha e minúscula na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). *L**: luminosidade; SA: solubilidade em água (%); PVA: permeabilidade ao vapor de água (g mm/m² d kPa). Fonte: Elaborada pela autora.

Para a degradação térmica dos filmes de mucilagem de palma forrageira colhida as 6 e 20h os estágios de degradação também foram observados na faixa de 35 a 600 °C (Figura 10), as temperaturas iniciais (T onset), máximas (T máx), finais (T endset) e a perda de massa (PM) são apresentadas na tabela 15. Os estágios de degradação foram semelhantes aos descritos anteriormente. Os filmes do clone OEM, não apresentaram o estágio IV nos dois horários de colheita estudados.

Figura 10 - Curvas TGA (A) e DTG (B) de filmes de mucilagem de palma forrageira clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (MIU) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (OEM) colhidas às 6 e 20h



Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 15 - Parâmetros térmicos dos filmes de mucilagem de palma forrageira clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (MIU) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) (OEM) colhidas às 6 e 20h

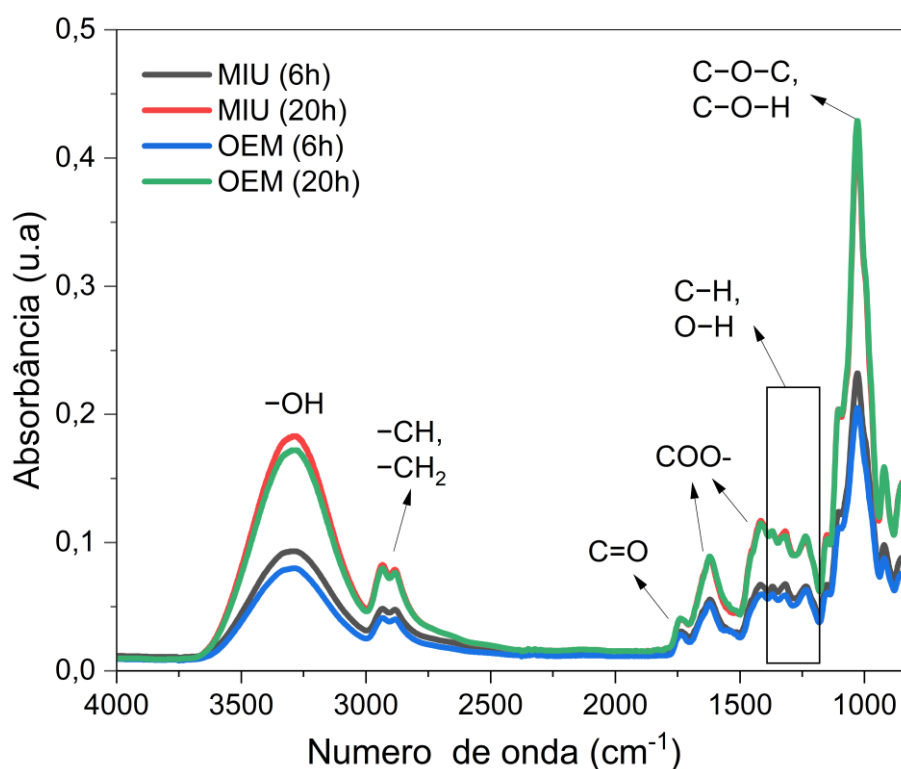
Estágios de degradação		Amostras			
		MIU 6h	MIU 20h	OEM 6h	OEM 20h
I	T onset	35	35	35	35
	T máx	102	97	106	105
	T endset	145	141	158	157
	PM (%)	18	26	23	24
II	T onset	145	141	158	157
	T máx	231	218	250	222
	T endset	282	250	280	244
	PM (%)	55	54	60	45
III	T onset	282	250	280	244
	T máx	305	300	300	302

	T endset	377	366	367	366
	PM (%)	76	80	77	78
IV	T onset	476	450	-	-
	T máx	494	473	-	-
	T endset	515	509	-	-
	PM (%)	81	85	-	-

PM: perda de massa (%); T: temperatura (°C). Fonte: Elaborada pela autora.

O espectro FTIR dos filmes de palma forrageira colhida em horário diferentes (Figura 11) apresentou os mesmos grupos químicos descritos anteriormente, entretanto, a intensidade de absorbância dos picos foi maior em filmes produzidos com mucilagens colhidas às 20h.

Figura 11 - Espectro de infravermelho (FTIR) de filmes de mucilagem de palma forrageira, clones Miúda (*Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck) (MIU) (A) e Orelha de Elefante Mexicana (*Opuntia stricta* (Haw.) Haw.) colhidas às 6 e 20h

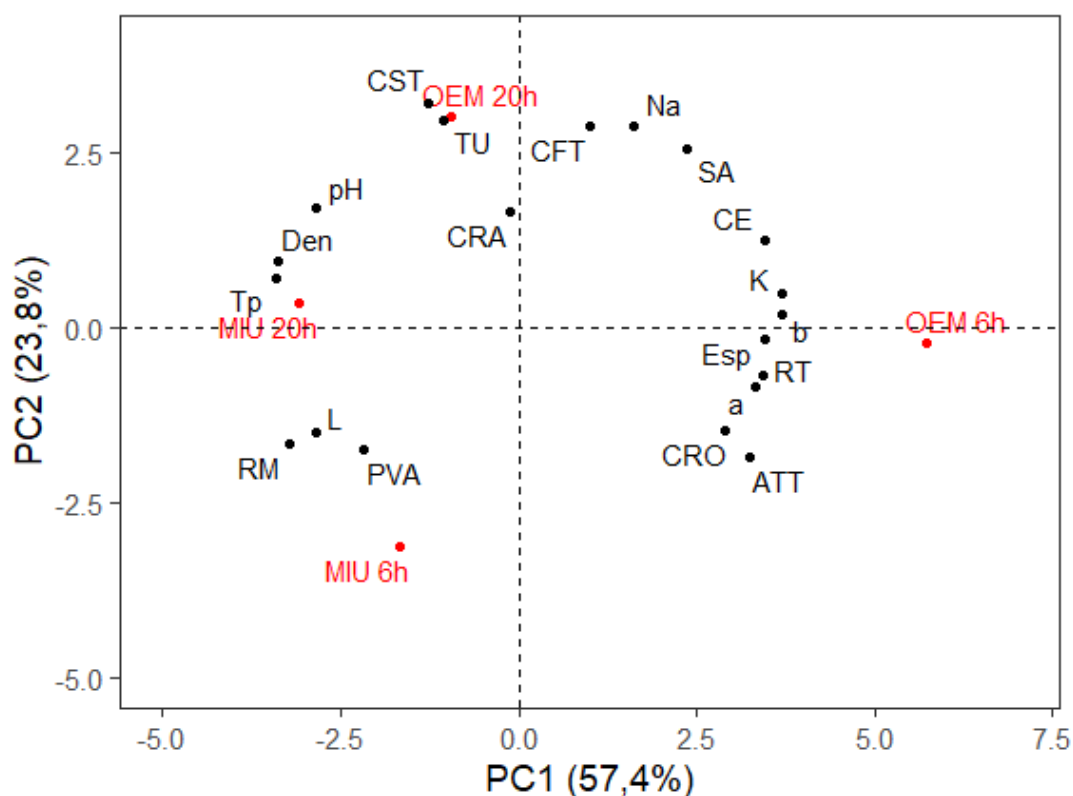


Fonte: Elaborada pela autora.

A comparação dos autovalores dos dois primeiros componentes (PC e PC2) para os tratamentos empregados, e todas as características avaliadas na mucilagem e no filme mostrou que para o PC1, a variação foi explicada com maior contribuição das variáveis b^* (0,99), K^+ (0,99), CE (0,93), espessura (0,93), RT (0,92), transparência (-0,92),

densidade (-0,91), a* (0,89), ATT (-0,87), RM (-0,86) e CRO (-0,78). O clone OEM colhido às 6h contribuiu em maior parte com a variação do PC1 podendo ser relacionado com mucilagem de maiores, K⁺, CE, menores densidade, ATT, e CRO e filmes de maior espessura, RT, b* e menor transparência. O PC2 foi caracterizado com maiores contribuições das variáveis CST (0,86), TU (0,79), Na (0,77), CFT (0,77) e SA (0,68). Considerando as maiores contribuições dos tratamentos MIU 6h e OEM 20h para variação do PC2, os maiores teores de CST, Na, e CFT da mucilagem e os maiores TU e SA dos filmes foram associados a MIU 6h, já para OEM 20h aconteceu o oposto (Figura 12).

Figura 12 - Biplot dos dois primeiros componentes principais (PC1 e PC2) com base em características da mucilagem e do filme de palma forrageira, avaliando o efeito de clone e hora de colheita



Rendimento de mucilagem (RM); Sódio (Na); Potássio (K); Condutividade elétrica (CE); Potencial hidrogeniônico (pH); Carboidratos solúveis totais (CST); Acidez total titulável (ATT); Compostos fenólicos totais (CFT); Capacidade de retenção de água (CRA); Capacidade de retenção de óleo (CRO); Densidade (Den); espessura (Esp); Teor de umidade (TU); Solubilidade em água (SA); Transparência (Tp); Permeabilidade ao vapor de água (PVA); Resistência a tensão (RT); Luminosidade (L); Coordenada de cor do vermelho ao verde (a); Coordenada de cor do amarelo ao azul (b). Fonte: Elaborada pela autora

5 DISCUSSÃO

A mucilagem de palma forrageira é um biopolímero que sofre influência, dentre outros fatores, da cultivar, da época e do horário de colheita. Contudo, nenhum estudo ocorreu de forma abrangente a ponto de relacionar esse fenômeno à produção dos filmes biodegradáveis. Assim, neste estudo investigou-se o efeito desses fatores na mucilagem e relacionou-se com as propriedades físico-químicas e tecnológicas dos filmes biodegradáveis formados a partir desse material. Os resultados confirmaram o efeito dos fatores estudados sobre a produção de mucilagem e adicionaram informação para o desenvolvimento de filmes poliméricos de mucilagem.

Inicialmente, vale destacar a influência do clone e da época de colheita na produção de mucilagem. A mucilagem do cacto do gênero *Opuntia* é frequentemente relatada em estudos de filmes biodegradáveis e revestimento comestível, e sabe-se que períodos quentes e secos aumentam seu rendimento (DU TOIT *et al.*, 2020). Essa tendência foi observada para os dois clones avaliados no presente estudo, contudo, destaca-se a capacidade do gênero *Nopalea* de proporcionar maior rendimento de mucilagem (Tabela 3; Tabela 10). Por meio da PCA (Figura 7), essa característica foi associada à temperatura mais elevada e menor volume de chuvas.

A mudança no teor de carboidratos também foi atribuída à sazonalidade (MESSINA *et al.*, 2021), pois a produção de mucilagem mudou de acordo com a pluviosidade da área (SÁENZ; SEPÚLVEDA; MATSUHIRO, 2004) e foi maior nas épocas seca e chuvosa-seca (Tabela 3). O maior acúmulo de carboidratos na mucilagem, nos espaços intercelulares e na parede celular mantém o gradiente de potencial hídrico e garante o movimento da água para os tecidos fotossintéticos (GOLDSTEIN *et al.*, 1991), agindo como um mecanismo de proteção da planta (SÁENZ; SEPÚLVEDA; MATSUHIRO, 2004). Entretanto, como o cultivo recebeu irrigação durante a época seca (Figura 2), mantendo a capacidade de campo em 80% da evapotranspiração da cultura, podemos supor que o excesso de água fornecido pela chuva foi responsável pela diminuição do teor de carboidratos e que a água fornecida em quantidade adequada pela irrigação, juntamente com a maior velocidade do vento na época seca, foram as condições para maior acúmulo de carboidratos.

A menor densidade da mucilagem observada nas épocas chuvosa e chuvosa-seca para o clone OEM (Tabela 4) é um comportamento atribuído à maior desuniformidade e à desorganização das partículas da mucilagem nos meses mais chuvosos, característica

que também foi relatada por Du Toit *et al.*, 2019. A capacidade de retenção de água e de óleo estão relacionadas com a estrutura química dos polissacarídeos componentes, além de outros fatores, como pH, porosidade e tamanho de partícula (ELLEUCH *et al.*, 2011). O pH mais alto observado na mucilagem colhida às 20h (Tabela 10) pode ter influenciado o aumento da capacidade de retenção de água do clone OEM (Tabela 11). Entretanto, essa tendência não foi observada para MIU, que teve maior capacidade de retenção de água na mucilagem colhida às 6h. Portanto, outros fatores como a composição e a estrutura das moléculas de carboidratos podem ter influenciado essa diferença.

A menor densidade observada no clone OEM colhido às 6h indica que as partículas são mais porosas (Tabela 11), o que aumentou a área de superfície e contribuiu para o aumento da capacidade de retenção de óleo (Tabela 10). Assim, o pó de mucilagem extraído às 6h pode demonstrar melhores propriedades hidrofóbicas. Naturalmente, a propriedade hidrofílica dos polissacarídeos limita sua capacidade de fornecer as funções desejadas para a sua aplicação como película comestível (DEL-VALLE *et al.*, 2005). Portanto, o aumento das propriedades hidrofóbicas pode favorecer a utilização da mucilagem para tal aplicação.

O teor de K^+ e o teor de ácido málico foram induzidos na colheita diurna, em ambos os clones (Tabela 11). Isso ocorreu devido ao metabolismo CAM presente na palma forrageira, que permite que estômatos abram-se à noite para a fixação de CO_2 , enquanto o ácido málico é sintetizado e acumula-se nos cladódios (DU TOIT *et al.*, 2020). Esse acúmulo de ácido málico também contribuiu para que o pH da mucilagem colhida às 6h fosse menor (Tabela 10).

O maior teor de compostos fenólicos da mucilagem de OEM em relação à MIU, especialmente na colheita às 20h (Tabela 3; Tabela 11), foi um comportamento relatado anteriormente (ARAÚJO *et al.*, 2021; SOUSA *et al.*, 2022). Sabe-se que o acúmulo de metabólitos secundários depende de fatores bióticos e abióticos (ASTELLO-GARCÍA *et al.*, 2015). Essa pode ser uma estratégia fisiológica para prevenir a oxidação por radicais livres em plantas expostas ao estresse (DUBEUX *et al.*, 2021). Dessa forma, o aumento do teor de compostos fenólicos observado na mucilagem da colheita noturna pode significar que houve o acúmulo desses compostos durante o dia como uma forma de proteger a planta contra estresses.

A partir da observação de mudanças nas propriedades da mucilagem em função dos clones, épocas e horários de colheita, verificou-se variações nas características dos filmes produzidos. No que diz respeito aos parâmetros de cor, observou-se que os filmes

com menor L^* (Tabela 6) e maior b^* (Tabela 7), ou seja, mais escuros e amarelados, são associados a mucilagens de OEM que apresentaram maior teor de compostos fenólicos (Tabela 3). Em relação à maior espessura no filme OEM da estação chuvosa (Tabela 7), notou-se uma associação com a menor densidade da mucilagem (Tabela 4). Isso pode ser devido ao teor de sólidos da solução formadora de filme, (ARAÚJO *et al.*, 2018) representado aqui pelo maior volume de mucilagem na amostra devido à menor densidade.

A espessura do filme é um parâmetro importante para determinar as propriedades físicas dos filmes (MONJAZEB MARVDASHTI; KOOCHKI; YAVARMANESH, 2017). Observou-se que em filmes de MIU das épocas chuvosa-seca, chuvosa e OEM da época chuvosa o aumento da espessura implicou em redução proporcional da transparência, que foi acompanhada também do aumento da pigmentação amarela (Tabela 7). Películas com menor transparência são boas para restringir a passagem de luz por meio da matriz do filme e podem encontrar aplicações interessantes para o revestimento de produtos alimentícios sensíveis à luz (OLIVEIRA *et al.*, 2019). Além disso, a transparência reduzida representa uma maior compactação da cadeia polimérica (SABERI *et al.*, 2016) verificada no filme de OEM da época chuvosa, no qual foi registrada menor transparência e maior resistência à tensão (Tabela 7).

As micrografias dos filmes produzidos (Figura 4; Figura 9) foram importantes para caracterizar a microestrutura das amostras e perceber sua influência em propriedades como o comportamento mecânico e a permeabilidade. Filmes de OEM que apresentaram uma matriz com menor irregularidade tiveram uma redução da permeabilidade ao vapor de água (Tabela 6) e aumento da resistência à tensão (Tabela 7). Essa característica pode ser associada ao seu maior teor de compostos fenólicos (Tabela 3), pois a interação intermolecular entre a matriz do filme e os polifenóis reduz a superfície rugosa e os poros (THIVYA *et al.*, 2021).

A solubilidade em água é uma importante propriedade dos filmes. Algumas aplicações, como embalagem de alimentos, podem exigir menor solubilidade em água para aumentar a integridade do produto e resistência à água (TURHAN; ŞAHBAZ, 2004). A menor solubilidade dos filmes em água na época seca (Tabela 7) relacionou-se negativamente com as temperaturas mais elevadas dessa época (Figura 7). Filmes produzidos com mucilagem colhida às 20h podem ter um caráter mais hidrofílico, isso percebe-se ao analisar o aumento da solubilidade em água do filme de MIU e da permeabilidade ao vapor de água de OEM colhidos às 20h (Tabela 14). Essa informação

é confirmada pela observação de que a intensidade do pico absorvência dos grupos álcool e ácido carboxílico-OH (Figura 11) envolvidos em pontes de hidrogênio intermoleculares é maior, expressando maior quantidade de grupos hidroxilas livres capazes de ligar-se a mais moléculas de água e aumentar a SA nessas amostras colhidas às 20h (MONJAZEB MARVDASHTI; KOOCHEKI; YAVARMANESH, 2017).

Filmes e revestimentos comestíveis à base de carboidratos apresentam uma alta permeabilidade à água (NÁJERA-GARCÍA *et al.*, 2018), devido ao seu caráter hidrofílico (JOUKI *et al.*, 2013). Para essa aplicação, no entanto, é necessário que a permeabilidade ao vapor de água da película seja a mais baixa possível, oferecendo proteção e diminuindo a transmissão de umidade entre a atmosfera e o alimento (DAVOODI *et al.*, 2020). Verificou-se uma menor permeabilidade nos filmes de OEM (Tabela 6) que pode ser atribuída à superfície mais uniforme, com menos poros e fissuras desses filmes (Figura 4 G, H, I, J, K e L), tornando menor a difusão de vapor de água. Da mesma forma, houve uma associação com a presença de mais poros e fissuras no filme de MIU colhido às 6h (Figura 9), com o conseqüente aumento da permeabilidade (Tabela 14).

Outros fatores, como a interação de grupos funcionais da matriz polimérica, podem afetar esses valores. Nesse sentido, verificou-se a relação do maior teor de compostos fenólicos de OEM (Tabela 3) com a sua microestrutura mais compacta (Figura 4) e com a redução da permeabilidade (Tabela 6), pois a interação intermolecular entre os componentes do filme e os polifenóis reduz a superfície rugosa e os poros (THIVYA *et al.*, 2021). Por outro lado, na avaliação do horário de colheita notou-se que o aumento de compostos fenólicos na mucilagem de OEM colhido às 20h não foi efetivo na redução da permeabilidade. Nesse caso, a correlação obtida da PCA (Figura 7) mostrou uma associação entre a redução da condutividade elétrica e o teor de K^+ , com aumento da permeabilidade.

Os materiais de embalagem de alimentos devem ser capazes de oferecer boas propriedades mecânicas, a fim de preservar a integridade do alimento (GHERIBI *et al.*, 2019). Normalmente, a resistência à tensão é um parâmetro usado para refletir a propriedade mecânica dos filmes. Ela representa a tensão máxima que um material pode suportar enquanto é esticado ou puxado antes de romper (SAURABH *et al.*, 2015). Sabe-se que os polissacarídeos constituem materiais interessantes para o desenvolvimento de filmes (GHERIBI *et al.*, 2019). Entretanto, curiosamente a maior resistência obtida no filme de OEM da época chuvosa (Tabela 7) foi associada com seu menor teor de carboidratos (Tabela 3), como também relatado por Matheus *et al.* (2021), que

observaram que a alta concentração de açúcares em filmes à base de caqui resultou em menor resistência. Isso sugere que as altas interações intermoleculares entre os polímeros e plastificante geram cadeias poliméricas livres, enfraquecendo as forças intermoleculares e conseqüentemente aumentando a mobilidade molecular (MARTELLI *et al.*, 2013; SANDOVAL *et al.*, 2019).

As informações obtidas a partir dessa análise sugeriram que a formulação precisa ter a quantidade de plastificantes ajustada ao teor de carboidratos para um nível ideal de interação entre os componentes dos filmes. Para a formulação usada no presente estudo, a quantidade de carboidratos da mucilagem do clone OEM, colhido na estação chuvosa, ajustou-se melhor para a produção de um filme com maior resistência à tensão. Apesar do teor de carboidratos de MIU e OEM terem sido estatisticamente iguais (Tabela 3), a resistência de MIU foi menor em comparação a OEM na época chuvosa (Tabela 7). Portanto, é provável que haja diferença na composição de carboidratos entre os clones, pois as propriedades do filme de mucilagem estão fortemente ligadas também à composição dos carboidratos (GHERIBI *et al.*, 2018).

Além disso, outras propriedades da mucilagem podem ter influenciado esse resultado. Verificou-se uma relação entre a diminuição de K^+ na mucilagem de MIU na época seca (Figura 7), diminuição de K^+ na mucilagem de OEM na colheita às 20h (Figura 12) e a redução de resistência à tensão nesses casos. Outra propriedade associada ao desempenho mecânico do filme é o pH. Verificou-se que a época seca foi a condição que o pH da mucilagem dos dois clones estudados manteve-se abaixo de 5 (Tabela 4), desfavorecendo a produção de filmes por causar repulsão intermolecular (ESPINO-DÍAZ *et al.*, 2010).

Para entender a estabilidade térmica dos filmes foi realizada a análise termogravimétrica. No primeiro estágio de degradação (Figura 5 e Tabela 8), que corresponde à volatilização da umidade (SILVA *et al.*, 2019), observou-se que o clone OEM na época chuvosa registrou a maior temperatura máxima de degradação. Esse resultado sinaliza que as moléculas de água estavam mais aderidas à matriz polimérica, provavelmente devido às maiores interações intermoleculares e menos grupos hidroxilas livres. O mesmo ocorreu no estágio II, que é atribuído à degradação do glicerol (IÑIGUEZ-MORENO *et al.*, 2021). A degradação desse filme encerrou-se com a menor perda de massa no estágio III, que é atribuído à degradação dos principais componentes do filme, como os polissacarídeos (QUINTERO-GARCÍA *et al.*, 2021). Para as demais amostras, o estágio IV foi observado. Essa fase é atribuída à degradação oxidativa de

resíduos de carbono e minerais presentes na amostra (SILVA *et al.*, 2019). O filme de MIU na época seca chegou ao final da degradação com a maior perda de massa. Na avaliação dos efeitos do horário de colheita, observou-se uma redução da estabilidade térmica das amostras colhidas às 20h, pela redução da temperatura máxima de degradação de MIU e OEM nos estágios II e III, e pelo aumento da perda de massa (Figura 10 e Tabela 15).

Os dados mostraram que as características dos filmes foram significativamente influenciadas pelos fatores estudados, em decorrência das mudanças na composição físico-química da mucilagem. Os filmes com pigmentação mais escura e amarela foram associados a mucilagens com maiores teores de compostos fenólicos. A maior solubilidade em água do filme de MIU e maior permeabilidade do filme de OEM colhidos às 20h foi atribuída ao aumento da propriedade hidrofílica da mucilagem devido à maior quantidade de grupos hidroxilas livres. A maior resistência à tensão obtida foi relacionada à composição com menor teor de carboidratos na mucilagem de OEM, colhida na época chuvosa.

Vantagens foram proporcionadas com a melhoria da permeabilidade pela microestrutura homogênea e compacta dos filmes de OEM. Para o intervalo de temperatura avaliado na degradação térmica, observou-se que a perda de massa foi maior no clone MIU na época seca, enquanto o clone OEM resistiu a maiores temperaturas nos estágios iniciais. No que diz respeito ao horário de colheita, notou-se melhor estabilidade térmica nos filmes de mucilagens colhidas às 6h.

6 CONCLUSÕES

No presente estudo, os clones, épocas e horários de colheita foram avaliados a fim de compreender a influência desses fatores nas propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem, bem como nas características ópticas, físico-químicas, mecânicas, térmicas e microestruturais dos filmes obtidos. O filme de OEM da época chuvosa exibiu melhores propriedades mecânicas, de barreira à água, de microestrutura e estabilidade térmica. Isso fornece maior flexibilidade ao agricultor no fornecimento de matéria-prima para a indústria, pois nesse período as regiões semiáridas possuem maior diversidade de material vegetal para uso em forragens; enquanto os filmes da época seca exibiram melhores propriedades hidrofóbicas, pela redução da solubilidade em água. A colheita às 6h proporcionou melhoras nas condições mecânicas, de permeabilidade e de estabilidade térmica dos filmes, de ambos os clones estudados.

REFERÊNCIAS

ADAMS III, W. W.; DÍAZ, M.; WINTER, K. Diurnal changes in photochemical efficiency, the reduction state of Q, radiationless energy dissipation, and non-photochemical fluorescence quenching in cacti exposed to natural sunlight in northern Venezuela. **Oecologia**, v. 80, n. 4, p. 553–561, 1989. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1007/BF00380081>

ALLEGRA, A. et al. The effectiveness of *Opuntia ficus-indica* mucilage edible coating on post-harvest maintenance of ‘Dottato’ fig (*Ficus carica* L.) fruit. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 12, p. 135–141, 2017. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.fpsl.2017.04.010>

ALVARENGA, M. P. C.; MOTTIN, A. C.; AYRES, E. Preparation and Characterization of Okra Mucilage (*Abelmoschus esculentus*) Edible Films. **Macromolecular Symposia**, v. 367, n. 1, p. 90–100, 2016. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1002/masy.201600019>

ALVARES, C. A. et al. Köppen’s climate classification map for Brazil. **Meteorologische Zeitschrift**, v. 22, n. 6, p. 711–728, 2013. <https://doi.org/10.1127/0941-2948/2013/0507>

ANDRADE VIEIRA, É. et al. Mucilages of cacti from Brazilian biodiversity: Extraction, physicochemical and technological properties. **Food Chemistry**, v. 346, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128892>

ARAÚJO JÚNIOR et al. The association between morphological characteristics and yield in forage cactus clones varies according to water regimes: a principal component analysis. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 2022, p. 83–95, 2022. <https://doi.org/10.56890/jpacd.v24i.475>

ARAÚJO JÚNIOR, G. D. N. et al. Productivity, bromatological composition and economic benefits of using irrigation in the forage cactus under regulated deficit irrigation in a semiarid environment. **Bragantia**, v. 80, n. 1, p. 1–12, 2021a. <https://doi.org/10.1590/1678-4499.20200390>

ARAÚJO JÚNIOR, G. N. et al. Growth dynamics and accumulation of forage mass of forage cactus clones as affected by meteorological variables and water regime. **European Journal of Agronomy**, v. 131, n. 1, 2021b. <https://doi.org/10.1016/j.eja.2021.126375>

ARAÚJO JÚNIOR, G. N. et al. Phenophases, morphophysiological indices and cutting time in clones of the forage cacti under controlled water regimes in a semiarid environment. **Journal of Arid Environments**, v. 190, n. 1, 2021c. <https://doi.org/10.1016/j.jaridenv.2021.104510>

ARAÚJO, A. et al. Okra mucilage and corn starch bio-based film to be applied in food. **Polymer Testing**, v. 71, p. 352–361, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.09.010>

ARAÚJO, Y. P. et al. Characterization of mucilage from clones of *Opuntia* and *Nopalea* prickly pear cactus harvested in different seasons in Brazilian semiarid. **Journal of the**

Professional Association for Cactus Development, v. 23, p. 180–198, 2021.
<https://doi.org/10.56890/jpacd.v23i.457>

ASTELLO-GARCÍA, M. G. et al. Chemical composition and phenolic compounds profile of cladodes from *Opuntia* spp. cultivars with different domestication gradient. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 43, p. 119–130, 2015. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.jfca.2015.04.016>

CHANDRA, S.; DE MEJIA, E. G. Polyphenolic compounds, antioxidant capacity, and quinone reductase activity of an aqueous extract of *Ardisia compressa* in comparison to mate (*Ilex paraguariensis*) and green (*Camellia sinensis*) teas. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, n. 11, p. 3583–3589, 2 jun. 2004. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1021/jf0352632>

CHARLES-RODRÍGUEZ, A. V. et al. Edible films based on black chia (*Salvia hispanica* L.) seed mucilage containing rhus microphylla fruit phenolic extract. **Coatings**, v. 10, n. 4, 2020. <https://doi.org/10.3390/coatings10040326>

CONSOLI, S.; INGLESE, G.; INGLESE, P. Determination of evapotranspiration and annual biomass productivity of a cactus pear [*Opuntia ficus-indica* L. (Mill.)] orchard in a semiarid environment. **Journal of Irrigation and Drainage Engineering**, v. 139, n. 8, p. 680–690, 2013. [https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1061/\(ASCE\)IR.1943-4774.0000589](https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1061/(ASCE)IR.1943-4774.0000589)

CONTRERAS-PADILLA, M. et al. Physicochemical and rheological characterization of *Opuntia ficus* mucilage at three different maturity stages of cladode. **European Polymer Journal**, v. 78, p. 226–234, 2016. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.eurpolymj.2016.03.024>

DAVOODI, S. et al. Development and Characterization of *Salvia macrosiphon*/Chitosan Edible Films. **ACS Sustainable Chemistry and Engineering**, v. 8, n. 3, p. 1487–1496, 2020. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1021/acssuschemeng.9b05894>

DEL-VALLE, V. et al. Development of a cactus-mucilage edible coating (*Opuntia ficus indica*) and its application to extend strawberry (*Fragaria ananassa*) shelf-life. **Food Chemistry**, v. 91, n. 4, p. 751–756, 2005. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.foodchem.2004.07.002>

DÍAZ-MONTES, E.; CASTRO-MUÑOZ, R. Edible films and coatings as food-quality preservers: An overview. **Foods**, v. 10, n. 2, 2021. <https://doi.org/10.3390/foods10020249>

DICK, M. et al. Mucilage and cladode flour from cactus (*Opuntia monacantha*) as alternative ingredients in gluten-free crackers. **Food Chemistry**, v. 314, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126178>

DU TOIT, A. et al. Mucilage powder from cactus pears as functional ingredient: influence of cultivar and harvest month on the physicochemical and technological properties. **Journal of Food Science and Technology**, v. 56, n. 5, p. 2404–2416, 2019. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s13197-019-03706-9>

- DU TOIT, A. et al. Relationship between weather conditions and the physicochemical characteristics of cladodes and mucilage from two cactus pear species. **PLoS ONE**, v. 15, n. 8 August, 2020. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0237517>
- DUBEUX, J. C. B. et al. Cactus (*Opuntia* and *Nopalea*) nutritive value: A review. **Animal Feed Science and Technology**, v. 275, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2021.114890>
- DUBOIS, M. et al. Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. **Analytical Chemistry**, v. 28, n. 3, p. 350–356, 1956. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1021/ac60111a017>
- ELLEUCH, M. et al. Dietary fibre and fibre-rich by-products of food processing: Characterisation, technological functionality and commercial applications: A review. **Food Chemistry**, v. 124, n. 2, p. 411–421, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.06.077>
- ESPINO-DÍAZ, M. et al. Development and characterization of edible films based on mucilage of *Opuntia ficus-indica* (L.). **Journal of Food Science**, v. 75, n. 6, 2010. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1111/j.1750-3841.2010.01661.x>
- FOX, D. I. et al. Removing heavy metals in water: The interaction of cactus mucilage and arsenate (As (V)). **Environmental Science and Technology**, v. 46, n. 8, p. 4553–4559, 2012. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1021/es2021999>
- GASPAR, M. C.; BRAGA, M. E. M. Edible films and coatings based on agrifood residues: a new trend in the food packaging research. **Current Opinion in Food Science**, v. 50, 2023. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.cofs.2023.101006>
- GHERIBI, R. et al. Development of plasticized edible films from *Opuntia ficus-indica* mucilage: A comparative study of various polyol plasticizers. **Carbohydrate Polymers**, v. 190, p. 204–211, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.02.085>
- GHERIBI, R. et al. Enhancement of the physical, mechanical and thermal properties of cactus mucilage films by blending with polyvinyl alcohol. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 22, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2019.100386>
- GHERIBI, R.; HABIBI, Y.; KHWALDIA, K. Prickly pear peels as a valuable resource of added-value polysaccharide: Study of structural, functional and film forming properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 126, p. 238–245, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.12.228>
- GHERIBI, R.; KHWALDIA, K. Cactus mucilage for food packaging applications. **Coatings**, v. 9, n. 10, p. 1–19, 2019. <https://doi.org/10.3390/coatings9100655>
- GOLDSTEIN, G. et al. Diel patterns of water potential components for the crassulacean acid metabolism plant *Opuntia ficus-indica* when well-watered or droughted. **Plant Physiology**, v. 95, n. 1, p. 274–280, 1991. <https://doi.org/10.1104/pp.95.1.274>

GRIFFITHS, H. Crassulacean Acid Metabolism: A Re-appraisal of Physiological Plasticity in Form and Function. **Advances in Botanical Research**, v. 15, n. C, p. 43–92, 1989. [https://doi.org/10.1016/S0065-2296\(08\)60044-0](https://doi.org/10.1016/S0065-2296(08)60044-0)

HAN, J. H.; FLOROS, J. D. Casting antimicrobial packaging films and measuring their physical properties and antimicrobial activity. **Journal of Plastic Film and Sheeting**, v. 13, n. 4, p. 287–298, 1997. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1177/875608799701300405>

IÑIGUEZ-MORENO, M. et al. Characterization of sodium alginate coatings with *Meyerozyma caribbica* and impact on quality properties of avocado fruit. **LWT**, v. 152, 2021. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.lwt.2021.112346>

JOUKI, M. et al. 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. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.ijbiomac.2013.09.031>

LÓPEZ-DÍAZ, A. S. et al. Characterization of pitahaya (*Hylocereus undatus*) mucilage-based films. **Applied Food Research**, v. 3, n. 1, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.afres.2023.100266>

LÜTTGE, U. Photosynthetic flexibility and ecophysiological plasticity: Questions and lessons from *Clusia*, the only CAM tree, in the neotropics. **New Phytologist**, v. 171, n. 1, p. 7–25, 2006. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1111/j.1469-8137.2006.01755.x>

MARTELLI, M. R. et al. Effect of Chitosan Nanoparticles and Pectin Content on Mechanical Properties and Water Vapor Permeability of Banana Puree Films. **Journal of Food Science**, v. 78, n. 1, 2013. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1111/j.1750-3841.2012.03006.x>

MATHEUS, J. R. V. et al. Biodegradable and Edible Film Based on Persimmon (*Diospyros kaki* L.) Used as a Lid for Minimally Processed Vegetables Packaging. **Food and Bioprocess Technology**, v. 14, n. 4, p. 765–779, 2021. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s11947-021-02595-1>

MESSINA, C. M. et al. Seasonal characterization of nutritional and antioxidant properties of *Opuntia ficus-indica* [(L.) Mill.] mucilage. **Food Hydrocolloids**, v. 111, 2021. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.foodhyd.2020.106398>

MONJAZEB MARVDASHTI, L.; KOOCHKEI, A.; YAVARMANESH, M. *Alyssum homolocarpum* seed gum-polyvinyl alcohol biodegradable composite film: Physicochemical, mechanical, thermal and barrier properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 155, p. 280–293, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.07.123>

MUJTABA, M. et al. Trends and challenges in the development of bio-based barrier coating materials for paper/cardboard food packaging; a review. **Science of the Total Environment**, v. 851, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.158328>

NÁJERA-GARCÍA, A. I. et al. Towards drylands biorefineries: Valorisation of forage *Opuntia* for the production of edible coatings. **Sustainability (Switzerland)**, v. 10, n. 6, 2018. <https://doi.org/10.3390/su10061878>

OLAWUYI, I. F.; KIM, S. R.; LEE, W. Y. Application of plant mucilage polysaccharides and their techno-functional properties' modification for fresh produce preservation. **Carbohydrate Polymers**, v. 272, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.118371>

OLIVEIRA, F. T. DE et al. Palma forrageira: adaptação e importância para os ecossistemas áridos e semiáridos. **Revista Verde**, v. 5, n. 4, p. 27–37, 2010. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=7459637>

OLIVEIRA, N. L. et al. Development and characterization of biodegradable films based on *Pereskia aculeata* Miller mucilage. **Industrial Crops and Products**, v. 130, p. 499–510, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.01.014>

OTÁLORA, M. C. et al. Microencapsulation of betalains obtained from cactus fruit (*Opuntia ficus-indica*) by spray drying using cactus cladode mucilage and maltodextrin as encapsulating agents. **Food Chemistry**, v. 187, p. 174–181, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.04.090>

OTÁLORA, M. C.; WILCHES-TORRES, A.; GÓMEZ CASTAÑO, J. A. Mucilage from Yellow Pitahaya (*Selenicereus megalanthus*) Fruit Peel: Extraction, Proximal Analysis, and Molecular Characterization. **Molecules**, v. 28, n. 2, 2023. <https://doi.org/10.3390/molecules28020786>

PEREIRA, P. D. C. et al. Growth evolution of cactus forage drip irrigated. **Revista Caatinga**, v. 28, n. 3, p. 184–195, 5 set. 2015. <https://doi.org/10.1590/1983-21252015v28n321rc>

PIMIENTA-BARRIOS, E. et al. Ecophysiology of young stems (cladodes) of *Opuntia ficus-indica* in wet and dry conditions | Ecofisiología de tallos jóvenes (cladodios) de *Opuntia ficus-indica* en condiciones húmeda y seca. **Gayana - Botanica**, v. 69, n. 2, p. 232–239, 2012. <http://dx.doi.org/10.4067/S0717-66432012000200002>

QUEIROZ, M. G. et al. Spatial and temporal dynamics of soil moisture for surfaces with a change in land use in the semi-arid region of Brazil. **Catena**, v. 188, n. August 2018, p. 104457, 2020. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.catena.2020.104457>

QUINTERO-GARCÍA, M. et al. Comparative analysis of the chemical composition and physicochemical properties of the mucilage extracted from fresh and dehydrated *Opuntia ficus indica* cladodes. **Foods**, v. 10, n. 9, 2021. <https://doi.org/10.3390/foods10092137>

REIS, M. B. DE A. Análise comparativa de proteínas expressadas sob estresse hídrico em palma forrageira (*Opuntia cochenillifera*). p. 1–70, 2009. <https://bdtd.ucb.br:8443/jspui/handle/123456789/160>

RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ, S. et al. Extraction and characterization of mucilage from wild species of *Opuntia*. **Journal of Food Process Engineering**, v. 37, n. 3, p. 285–292, 2014. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1111/jfpe.12084>

- SABERI, B. et al. Optimization of physical and optical properties of biodegradable edible films based on pea starch and guar gum. **Industrial Crops and Products**, v. 86, p. 342–352, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.04.015>
- SÁENZ, C.; SEPÚLVEDA, E.; MATSUHIRO, B. Opuntia spp. mucilage's: A functional component with industrial perspectives. **Journal of Arid Environments**, v. 57, n. 3, p. 275–290, 2004. [https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/S0140-1963\(03\)00106-X](https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/S0140-1963(03)00106-X)
- SALEHI, E. et al. Opuntia ficus indica fruit gum: Extraction, characterization, antioxidant activity and functional properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 206, p. 565–572, 2019. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.carbpol.2018.11.035>
- SANDOVAL, D. C. G. et al. Formulation and characterization of edible films based on organic mucilage from Mexican Opuntia ficus-indica. **Coatings**, v. 9, n. 8, 2019. <https://doi.org/10.3390/coatings9080506>
- SANTOS, H. G. et al. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. 5. ed. Embrapa Solos, 2018.
- SAURABH, C. K. et al. Mechanical and barrier properties of guar gum based nano-composite films. **Carbohydrate Polymers**, v. 124, p. 77–84, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.02.004>
- SEPÚLVEDA, E. et al. Extraction and characterization of mucilage in Opuntia spp. **Journal of Arid Environments**, v. 68, n. 4, p. 534–545, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.jaridenv.2006.08.001>
- SILVA, S. H. et al. Extraction processes and characterization of the mucilage obtained from green fruits of Pereskia aculeata Miller. **Industrial Crops and Products**, v. 140, 2019. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.indcrop.2019.111716>
- SOUSA, L. D. C. et al. Size and harvest time of cladodes modulate the composition and physicochemical stability of prickly pear cactus mucilage. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 24, p. 220–241, 2022. <https://doi.org/10.56890/jpacd.v24i.508>
- THIVYA, P. et al. Development of active packaging film from sodium alginate/carboxymethyl cellulose containing shallot waste extracts for anti-browning of fresh-cut produce. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 188, p. 790–799, 2021. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.ijbiomac.2021.08.039>
- TREVIÑO-GARZA, M. Z. et al. Layer-by-layer edible coatings based on mucilages, pullulan and chitosan and its effect on quality and preservation of fresh-cut pineapple (Ananas comosus). **Postharvest Biology and Technology**, v. 128, p. 63–75, 2017. <https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.postharvbio.2017.01.007>
- TURHAN, K. N.; ŞAHBAZ, F. Water vapor permeability, tensile properties and solubility of methylcellulose-based edible films. **Journal of Food Engineering**, v. 61, n. 3, p. 459–466, 2004. [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(03\)00155-9](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(03)00155-9)

VALDEZ-HERNÁNDEZ, M. et al. (2015). *Ecología Fisiológica de Plantas Vasculares*. Em: Islebe, G., Calmé, S., León-Cortés, J., Schmook, B. (eds) **Biodiversidade e Conservação da Península de Yucatán**. Springer, Cham. https://doi-org.ez13.periodicos.capes.gov.br/10.1007/978-3-319-06529-8_5

WINTER, K. Ecophysiology of constitutive and facultative CAM photosynthesis. **Journal of Experimental Botany**, v. 70, n. 22, p. 6495–6508, 2019. <https://doi.org/10.1093/jxb/erz002>