

LUCAS VINÍCIUS PIERRE DE ANDRADA

PRODUÇÃO DE BIOMATERIAIS ORIUNDOS DE MUCILAGEM DE PALMA
FORRAGEIRA SUBMETIDA A ADUBAÇÃO NITROGENADA E DIFERENTES
IDADES DO CLADÓDIO

Serra Talhada-PE

2024

LUCAS VINÍCIUS PIERRE DE ANDRADA

PRODUÇÃO DE BIOMATERIAIS ORIUNDOS DE MUCILAGEM DE PALMA
FORRAGEIRA SUBMETIDA A ADUBAÇÃO NITROGENADA E DIFERENTES
IDADES DO CLADÓDIO

Dissertação apresentada à Universidade Federal Rural de Pernambuco, Unidade Acadêmica de Serra Talhada, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Produção Vegetal, para obtenção do título de Mestre em Produção Vegetal.

Orientador: Prof. Dr. Adriano do Nascimento Simões

Serra Talhada-PE

2024

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal Rural de Pernambuco
Sistema Integrado de Bibliotecas
Gerada automaticamente, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

A554p Andrada, Lucas Vinícius Pierre de
 PRODUÇÃO DE BIOMATERIAIS ORIUNDOS DE MUCILAGEM DE PALMA FORRAGEIRA SUBMETIDA A
 ADUBAÇÃO NITROGENADA E DIFERENTES IDADES DO CLADÓDIO / Lucas Vinícius Pierre de Andrada. - 2024.
 118 f. : il.

 Orientador: Adriano do Nascimento Simoes.
 Inclui referências.

 Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, , Serra Talhada, 2024.

 1. Biopolímeros. 2. Filmes. 3. Cactos. 4. Opuntia. 5. Nitrogênio. I. Simoes, Adriano do Nascimento, orient. II. Título

CDD

LUCAS VINÍCIUS PIERRE DE ANDRADA

PRODUÇÃO DE BIOMATERIAIS ORIUNDOS DE MUCILAGEM DE PALMA
FORRAGEIRA SUBMETIDA A ADUBAÇÃO NITROGENADA E DIFERENTES
IDADES DO CLADÓDIO

Dissertação apresentada à Universidade Federal Rural de Pernambuco, Unidade Acadêmica de Serra Talhada, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Produção Vegetal, para obtenção do título de Mestre em Produção Vegetal.

APROVADO em 31/07/2024.

Banca Examinadora

Prof. Dr. Adriano do Nascimento Simões – UAST/UFRPE
Orientador

Dra. Glória Maria Vinhas – UFPE
Examinadora Externa

Dra. Rosemary Aparecida de Carvalho – FZEA/USP
Examinadora Externa

Dedico este trabalho à minha avó Terezinha, que também é minha maior entusiasta. Ela, que com as mãos calejadas de uma vida árdua me abraça com uma ternura que eu suspeito não encontrar em outro abraço nessa existência. Sua natureza destemida me induz a perseguir incessantemente os meus sonhos, que também são um pouco seus. Expressar sentimentos sempre foi uma das minhas maiores dificuldades na vida. Mesmo por vezes não sabendo colocar pela boca afora, espero que saiba que quando penso em amor, só penso na senhora.

AGRADECIMENTOS

Agradeço profundamente à minha família, especialmente à minha mãe Eliane, minha tia Fátima, minha avó Terezinha e aos meus três irmãos: Eduarda, Geovana e Gustavo. Um sentimento agriçodoce me vem ao pensar no tempo com vocês que reneguei em detrimento do futuro que eu persigo. Esse tempo ainda vai se prolongar por anos, mas um dia eu volto pra casa. Até lá, não vou conseguir ouvir “Tudo Outra Vez” do Belchior sem chorar. Mas um dia esse dia chega.

Aos amigos que encontrei ao longo do caminho, mesmo aqueles com quem já não mantenho contato. Espero que estejam bem e saibam que ainda penso em vocês e no papel vital que desempenharam em moldar quem sou hoje.

Aos meus companheiros de mestrado, nos quais encontrei uma segunda família. Juntos superamos dias tristes e comemoramos os dias felizes, e me sinto feliz pelo que construímos. Em especial, agradeço a Marcos, Bianca, Ângela, Rodrigo, David e Jheiny. Desejo a vocês toda a sorte do mundo.

Aos meus amigos de longa data, Elton e Ana Luiza. Nós construímos uma fortaleza intocada pelo tempo e pela distância.

Ao meu orientador, Adriano Simões, sou imensamente grato por todo o apoio nos passos que me trouxeram até aqui. Minha evolução como estudante e pesquisador deve muito a você. Obrigado por acreditar no meu potencial. Ao grupo NEFP, do qual faço parte desde o início da graduação, agradeço o auxílio nos experimentos e análises, bem como pelos conhecimentos compartilhados ao longo desses sete anos.

À FACEPE e ao CNPq, pela concessão das bolsas que possibilitaram a execução desta pesquisa e das outras que executei ao longo dos anos. À UFRPE/UAST, que foi minha casa durante todo esse tempo.

A todos que de alguma forma contribuíram para minha formação pessoal e profissional, meu sincero agradecimento!

A vida não é a que a gente viveu, e sim a que a gente recorda, e como recorda para contá-la.

(Gabriel García Márquez)

RESUMO GERAL

As tecnologias para prolongar a vida útil dos produtos alimentícios têm incentivado o desenvolvimento de biomateriais ecológicos, como a mucilagem da palma forrageira, um biopolímero com diversas aplicações. No entanto, as propriedades físico-químicas da mucilagem são influenciadas por vários fatores agronômicos, exigindo estudos detalhados para otimizar o potencial filmogênico dos filmes biopoliméricos. Atualmente, há pouca informação sobre os usos potenciais da palma na criação de biomateriais sob diferentes práticas agronômicas. O objetivo do estudo foi otimizar a produção de filmes biopoliméricos a partir da mucilagem dos cladódios da palma forrageira, considerando práticas agronômicas adequadas, como a adubação nitrogenada e as diferentes idades do cladódio. Cladódios jovens (9 meses) e velhos (18 meses) de palma foram coletados, bem como cladódios submetidos a doses de nitrogênio de 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹. Em seguida foram pesados, lavados com água corrente e a epiderme foi removida. O parênquima aquífero foi triturado em um multiprocessador com álcool etílico (99,8% P.A.) na proporção de 2:3 (parênquima aquífero:álcool) e homogeneizado. Para a remoção de pigmentos e obtenção de um precipitado esbranquiçado, foram realizadas lavagens sucessivas com o álcool. O precipitado foi então seco em estufa a 55 °C por 48 horas. O material seco foi pulverizado até formar um pó branco, que foi utilizado nas análises e na formulação dos filmes biopoliméricos. Os cladódios colhidos aos 18 meses apresentaram maior rendimento de mucilagem, pH e compostos fenólicos, características interessantes para incorporação em alimentos, enquanto os cladódios jovens exibiram maiores teores de proteínas e carboidratos solúveis, resultando em filmes menos transparentes, mais estáveis termicamente e com melhor resistência mecânica. Cladódios adubados com 50 kg N ha⁻¹ produziram mucilagem com menor condutividade elétrica e teor de Na⁺ e K⁺, mas com maior teor de compostos fenólicos, beneficiando sua aplicação em alimentos antioxidantes. Os filmes derivados desses cladódios foram mais transparentes, claros, e apresentaram melhor resistência mecânica e menor solubilidade em água. Assim, a mucilagem de cactos jovens e adubados com a menor dose de fertilizante mostrou maior potencial para uso em filmes biopoliméricos, enquanto cladódios velhos e fertilizados com doses mais altas de N apresentam potencial de aplicação na indústria de alimentos.

Palavras-chave: *Biopolímeros, Filmes, Cactos, Opuntia, Nopalea, Nitrogênio.*

GENERAL ABSTRACT

Technologies for extending the shelf life of food products have encouraged the development of eco-friendly biomaterials, such as mucilage from forage cactus, a biopolymer with various applications. However, the physicochemical properties of mucilage are influenced by several agronomic factors, requiring detailed studies to optimize the film-forming potential of biopolymeric films. Currently, there is little information on the potential uses of cactus in creating biomaterials under different agronomic practices. The aim of the study was to optimize the production of biopolymeric films from the mucilage of forage cactus cladodes, considering suitable agronomic practices, such as nitrogen fertilization and different cladode ages. Young (9 months) and old (18 months) cactus cladodes were collected, as well as cladodes subjected to nitrogen doses of 50, 150, 300, and 450 kg N ha⁻¹. They were then weighed, washed with running water, and the epidermis was removed. The aqueous parenchyma was crushed in a food processor with ethyl alcohol (99.8% P.A.) at a 2:3 ratio (aqueous parenchyma: alcohol) and homogenized. To remove pigments and obtain a whitish precipitate, successive washes with alcohol were performed. The precipitate was then dried in an oven at 55 °C for 48 hours. The dried material was pulverized into a white powder, which was used in analyses and in the formulation of biopolymeric films. Cladodes harvested at 18 months had higher yields of mucilage, pH, and phenolic compounds, characteristics interesting for incorporation into food, while young cladodes exhibited higher levels of proteins and soluble carbohydrates, resulting in films that were less transparent, more thermally stable, and with better mechanical resistance. Cladodes fertilized with 50 kg N ha⁻¹ produced mucilage with lower electrical conductivity and Na⁺ and K⁺ content, but with higher levels of phenolic compounds, benefiting their application in antioxidant foods. Films derived from these cladodes were more transparent, clearer, and exhibited better mechanical resistance and lower water solubility. Thus, mucilage from young cacti and those fertilized with the lowest dose showed greater potential for use in biopolymeric films, while older cladodes and those fertilized with higher N doses have potential for application in the food industry.

Keywords: *Biopolymers, Films, Cacti, Opuntia, Nopalea, Nitrogen.*

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

CAPÍTULO 1 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Figura 1	Ação antropogênica na entrada dos plásticos na cadeia alimentar.....	20
Figura 2	Fontes naturais de mucilagem.....	22
Figura 3	Palma forrageira (<i>Nopalea cochenillifera</i> Salm-Dyck)	23
Figura 4	Espécies de palma forrageira: <i>Opuntia ficus-indica</i> (A – Gigante; B – Redonda; C – IPA 20), <i>Opuntia undulata</i> (D – Orelha de Elefante Africana), <i>Nopalea cochenillifera</i> (E – Miúda) e <i>Opuntia stricta</i> (F – Orelha de Elefante Mexicana)	24
Figura 5	Diagrama de esfera L*a*b*.....	25

CAPÍTULO 2 – A IDADE DO CLADÓDIO POTENCIALIZA SUA APLICAÇÃO COMO INGREDIENTE ALIMENTAR OU NA PRODUÇÃO DE FILMES BIOPOLIMÉRICOS

Figura 1	(A) Localização da unidade experimental e (B) Condições meteorológicas durante o período experimental. As setas representam os meses em que houve a poda e coleta dos cladódios; ver figura 2.....	45
Figura 2	Representação gráfica dos tratamentos experimentais; cladódios de palma forrageira, espécies <i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck (MIU) e <i>Opuntia stricta</i> (Haw.) (OEM) colhidos aos 9 (I) e 18 (II) meses de idade.....	46
Figura 3	Rendimento agroindustrial (%) e rendimento do parênquima na mucilagem de palma forrageira, espécies <i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck (MIU) e <i>Opuntia stricta</i> (Haw.) (OEM), em relação ao cladódio inteiro (A) e parênquima aquífero (B). \pm Desvio padrão da média; valores com letras diferentes apresentam diferença significativa, maiúsculas para clone utilizado e minúsculas para a idade do cladódio ($p < 0.05$)	53
Figura 4	Espectro FTIR de filmes formulados a partir da mucilagem de <i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck (MIU) e <i>Opuntia stricta</i> (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade.....	55
Figura 5	Teor de umidade (%), solubilidade em água (%) e permeabilidade ao vapor d'água ($\text{g mm}^{-1} \text{m}^{-2} \text{d}^{-1} \text{KPa}$) de filmes formulados a partir da mucilagem de <i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck (MIU) e <i>Opuntia stricta</i> (Haw.)	

	(OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade. \pm Desvio padrão da média; valores com letras diferentes apresentam diferença significativa, maiúsculas para clone utilizado e minúsculas para a idade do cladódio ($p < 0.05$)	56
Figura 6	Imagens (A; G; D; J) e micrografias nas magnificações de 85x (B; H; E; K) e 500x (C; I; F; L) da superfície de filmes formulados a partir da mucilagem de <i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck (MIU) (A; B; C; G; H; I) e <i>Opuntia stricta</i> (Haw.) (OEM) (D; E; F; J; K; L), colhidas aos 9 (A; B; C; D; E; F) e 18 (G; H; I; J; K; L) meses de idade.....	57
Figura 7	Resistência à tração (MPa), alongação na ruptura (%) e Módulo de Young (MPa) de filmes formulados a partir da mucilagem de <i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck (MIU) e <i>Opuntia stricta</i> (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade. \pm Desvio padrão da média; valores com letras diferentes apresentam diferença significativa, maiúsculas para clone utilizado e minúsculas para a idade do cladódio ($p < 0.05$)	58
Figura 8	Massa residual e curvas DTG de filmes formulados a partir da mucilagem de <i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck (MIU) e <i>Opuntia stricta</i> (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade; os picos DTG representam a temperatura máxima de degradação a cada estágio.....	58
Figura 9	Ângulo de contato com água ($^{\circ}$) de filmes formulados a partir da mucilagem de <i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck (MIU) e <i>Opuntia stricta</i> (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade. Desvio padrão da média; valores com letras diferentes apresentam diferença significativa, maiúsculas para clone utilizado e minúsculas para a idade do cladódio ($p < 0.05$)	60
Figura 10	Difratometria de raios X de filmes formulados a partir da mucilagem de <i>Nopalea cochenillifera</i> (L.) Salm-Dyck (MIU) e <i>Opuntia stricta</i> (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade.....	60

CAPÍTULO 3 – ADUBAÇÃO NITROGENADA OTIMIZA AS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DA MUCILAGEM E DE FILMES BIOPOLIMÉRICOS DE CACTOS

Figura 1	Representação gráfica dos tratamentos experimentais; cladódios de palma forrageira, <i>Opuntia stricta</i> (Haw.) submetidos a 50, 150, 300 e 450 kg N ha ⁻¹	87
----------	---	----

Figura 2	Proteínas solúveis totais (PT), compostos fenólicos totais (FT) e carboidratos solúveis totais (CT) na mucilagem de <i>Opuntia stricta</i> (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha ⁻¹	94
Figura 3	Espectros FTIR de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de <i>Opuntia stricta</i> (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha ⁻¹	95
Figura 4	Teor de umidade (%), solubilidade em água (%) e permeabilidade a vapor de água (g mm ⁻¹ m ⁻² d ⁻¹ KPa) de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de <i>Opuntia stricta</i> (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha ⁻¹	96
Figura 5	Imagens (A; G; D; J) e micrografias nas ampliações de 85x (B; H; E; K) e 500x (C; I; F; L) da superfície de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de <i>Opuntia stricta</i> (Haw.), submetida às adubações de 50 (A, B, C), 150 (D, E, F), 300 (G, H, I) e 450 (J, K, L) kg N ha ⁻¹	97
Figura 6	Resistência à tração (MPa), alongação na ruptura (%) e módulo de Young (MPa) de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de <i>Opuntia stricta</i> (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha ⁻¹	98
Figura 7	Ângulo de contato com água de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de <i>Opuntia stricta</i> (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha ⁻¹	98
Figura 8	Difratometria de raios X de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de <i>Opuntia stricta</i> (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha ⁻¹	99

LISTA DE TABELAS

CAPÍTULO 2 – A IDADE DO CLADÓDIO POTENCIALIZA SUA APLICAÇÃO COMO INGREDIENTE ALIMENTAR OU NA PRODUÇÃO DE FILMES BIOPOLIMÉRICOS

- Tabela 1 Quantificação de sólidos solúveis totais (°BRIX), acidez total titulável (% de ácido cítrico), vitamina C (mg 100 g⁻¹), pH, condutividade elétrica (mS cm⁻¹), teor de sódio (Na⁺) e potássio (K⁺) (mg/100g), proteínas solúveis totais (mg 100g⁻¹ MS), carboidratos solúveis totais (mg 100g⁻¹ MS), compostos fenólicos totais (mg ácido gálico 100g⁻¹ MS) e capacidade de retenção de água (g água por g mucilagem) e óleo (g óleo por g mucilagem) na mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade ($p < 0.05$) 53
- Tabela 2 Espessura (mm), transparência (% mm⁻¹) e cor de filmes formulados a partir da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade ($p < 0.05$) 56
- Tabela 3 Temperaturas máximas de degradação em diferentes estágios de degradação térmica de filmes formulados a partir da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade..... 59

CAPÍTULO 3 – ADUBAÇÃO NITROGENADA OTIMIZA AS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DA MUCILAGEM E DE FILMES BIOPOLIMÉRICOS DE CACTOS

- Tabela 1 Quantificação de rendimento agroindustrial (%), sólidos solúveis totais (°BRIX), acidez total titulável (% de ácido cítrico), vitamina C (mg 100 g⁻¹), pH, condutividade elétrica (mS cm⁻¹), teor de sódio (Na⁺) e potássio (K⁺) (mg 100g⁻¹), proteínas solúveis totais (mg 100g⁻¹ MS), carboidratos solúveis totais (mg 100g⁻¹ MS), compostos fenólicos totais (mg ácido gálico 100g⁻¹ MS) e capacidade de retenção de água (g água por g mucilagem) e óleo (g óleo por g mucilagem) na mucilagem de *Opuntia stricta* (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹..... 94

Tabela 2	Espessura (mm), transparência (% mm ⁻¹) e cor de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de <i>Opuntia stricta</i> (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha ⁻¹	96
----------	--	----

SUMÁRIO

APRESENTAÇÃO	16
CAPÍTULO 1 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
1 INTRODUÇÃO.....	17
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	19
3 CONCLUSÕES.....	29
4 REFERÊNCIAS.....	30
CAPÍTULO 2 – A IDADE DO CLADÓDIO POTENCIALIZA SUA APLICAÇÃO COMO INGREDIENTE ALIMENTAR OU NA PRODUÇÃO DE FILMES BIOPOLIMÉRICOS	40
1 INTRODUÇÃO.....	42
2 MATERIAL E MÉTODOS.....	44
3 RESULTADOS.....	53
4 DISCUSSÃO.....	61
5 CONCLUSÃO.....	71
REFERÊNCIAS.....	72
CAPÍTULO 3 – ADUBAÇÃO NITROGENADA OTIMIZA AS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DA MUCILAGEM E DE FILMES BIOPOLIMÉRICOS DE CACTOS	82
1 INTRODUÇÃO.....	84
2 MATERIAL E MÉTODOS.....	86
3 RESULTADOS.....	93
4 DISCUSSÃO.....	99
5 CONCLUSÃO.....	108
REFERÊNCIAS.....	109

APRESENTAÇÃO

A presente dissertação é de significativa importância no contexto da sustentabilidade e do desenvolvimento de materiais biodegradáveis. Este estudo enfoca otimização da utilização da mucilagem de palma forrageira como matéria-prima na formulação de filmes biopoliméricos, por meio da adequação de práticas agronômicas. Essas práticas compreendem a adubação nitrogenada da palma e a utilização de cladódios colhidos em diferentes estágios de desenvolvimento. A pesquisa objetivou analisar o impacto dessas intervenções agronômicas nas propriedades físico-químicas da mucilagem e nas características estruturais dos filmes resultantes.

As pesquisas envolveram a avaliação detalhada das variações nas propriedades químicas e tecnológicas da mucilagem, bem como a caracterização das propriedades estruturais, mecânicas e térmicas dos filmes formulados. Os tratamentos agronômicos foram implementados tendo em vista otimizar a qualidade e o desempenho dos filmes. Com esta dissertação, busca-se contribuir de maneira substancial para a redução do impacto ambiental provocado pelos plásticos convencionais, aprimorando os métodos de produção de filmes biopoliméricos e oferecendo uma alternativa sustentável e biodegradável. Além disso, almeja-se promover a valorização da palma forrageira como uma cultura multifuncional, que pode ser explorada não apenas para a alimentação animal, mas também para a produção de materiais ecologicamente viáveis.

Acredita-se que esta pesquisa tenha o potencial de causar um impacto significativo na mitigação da poluição por plásticos, ao mesmo tempo em que promove o desenvolvimento sustentável e a valorização de recursos naturais subutilizados. A exploração da palma forrageira como fonte de filmes não só oferece uma solução inovadora para a gestão de resíduos plásticos, mas também fortalece as práticas agronômicas sustentáveis e contribui para a economia circular.

CAPÍTULO 1 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1. INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, observou-se um aumento significativo na produção global de plásticos, que agora atinge a marca de aproximadamente 350 milhões de toneladas por ano. Esses materiais se tornaram indispensáveis na vida cotidiana devido às suas características e vantagens, como flexibilidade, durabilidade e baixo custo (Heidbreder et al., 2019; Pathak; Sneha; Mathew, 2014). No entanto, o uso excessivo e o descarte inadequado dos plásticos têm acarretado uma poluição substancial nos ecossistemas aquáticos e terrestres.

A preocupação em reduzir a geração de resíduos plásticos, aliado às mudanças nos padrões alimentares e as tecnologias para aumento da longevidade dos produtos alimentícios alavancou o investimento da formulação de novos biomateriais que visam promover a redução de impactos ambientais através da química verde e aplicação de produtos ecologicamente viáveis. Entre esses produtos, a mucilagem da palma forrageira (*Nopalea* e *Opuntia* spp.) constitui um importante biopolímero para aplicação em alimentos e outros usos como na indústria de cosméticos e farmacêutica (Rodríguez-González et al., 2014). As suas características de elasticidade e sua estrutura molecular em rede permitem que a mucilagem de palma tenha aplicação em embalagens de alimentos como filmes ou revestimentos comestíveis (Gheribi et al., 2018; Morais et al., 2019).

As propriedades físico-químicas da mucilagem de palma podem ser alteradas em função de tratamentos agrônômicos, níveis de irrigação, horário de colheita, bem como do gênero botânico e cultivares utilizados (Gheribi et al., 2018). Araújo et al. (2021) observaram que as propriedades físicas e químicas de mucilagens oriundas de palmas dos gêneros *Nopalea* e *Opuntia* são modificadas em função da época seca e chuvosa. No entanto, são necessários estudos agrônômicos mais aprofundados para elaboração otimizada de biopolímero da palma para aplicação em alimentos, principalmente sobre os minimamente processados.

Dentre os tratamentos agrônômicos empregados para o aumento na produtividade de palma está a adubação nitrogenada. O nitrogênio (N) é um elemento fundamental para as culturas vegetais, estando envolvido em diversos processos críticos, tais como crescimento, expansão da área foliar e produção de biomassa (Anas et al., 2020). Diversas moléculas como aminoácidos, clorofilas e ácidos nucleicos, as quais contêm nitrogênio como parte de sua estrutura, são necessárias para a realização dos processos biológicos, estando envolvidas no metabolismo do carbono e nitrogênio, fotossíntese e na síntese de proteínas (Stitt; Krapp, 1999).

Na palma forrageira, relata-se que o N estimula a divisão celular, levando ao surgimento de novos cladódios e promovendo o desenvolvimento vegetal (Cunha; Gomes, 2012). Dessa forma, os dados disponíveis sugerem que a adubação com nitrogênio poderia surtir efeitos positivos sobre as propriedades físico-químicas da mucilagem de palma e, conseqüentemente, dos biofilmes formulados a partir da mesma.

Outro fator que pode afetar as propriedades da mucilagem é a idade da planta. Diversos estudos têm demonstrado que a idade dos cladódios influencia as propriedades físico-químicas da mucilagem, podendo afetar a viscosidade, o pH, a concentração de açúcares e a composição química da mesma (Mounir et al., 2020). Alguns pesquisadores observaram que a viscosidade da mucilagem diminui à medida que os cladódios envelhecem, o que pode estar relacionado com a diminuição da atividade metabólica das células da planta. Além disso, a concentração de açúcares e ácidos orgânicos na mucilagem também pode variar de acordo com a idade dos cladódios (Gomes et al., 2018). Estudos têm demonstrado que a mucilagem de cladódios mais jovens apresenta uma maior proporção de polissacarídeos do que de proteínas. Em resumo, a idade dos cladódios de palma forrageira pode influenciar diversas propriedades nutricionais e físicas da planta, incluindo o teor de nutrientes, textura, suculência e propriedades emulsificantes da mucilagem (Ribeiro et al., 2010). Dessa forma, torna-se imprescindível maiores investigações a respeito do efeito da idade dos cladódios sobre a composição e propriedades da mucilagem, e conseqüentemente o seu efeito na produção de biofilmes.

As pesquisas mais recentes visam incrementos na produtividade para uso de forragem com clones de *Nopalea* (clones IPA e Miúda) e *Opuntia* (clone Orelha de Elefante Mexicana) e abordam manejos fitotécnicos como tecnologias de irrigação, uso de cobertura morta e plantios consorciados (Alves et al., 2020; Nunes et al., 2020). Nesse contexto, são escassas as informações sobre os potenciais usos dessas cultivares para o desenvolvimento de biopolímeros em distintas práticas agrônômicas, como o uso de diferentes doses de adubação nitrogenada e diferentes idades da planta na colheita. Embora a literatura mostre o uso em potencial de mucilagem de palma forrageira para elaboração de biofilmes, ainda são necessários estudos sobre a aplicação de tratamentos agrícolas para aprimorar o potencial filmogênico dos polímeros obtidos. Assim, a hipótese do trabalho é que a adubação nitrogenada e variações na idade dos cladódios na cultura da palma forrageira resultam em alterações nas propriedades da mucilagem extraída e dos biofilmes formulados.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 O PROBLEMA DOS PLÁSTICOS

Os plásticos convencionais são provenientes de polímeros orgânicos sintéticos, sendo duráveis, leves, versáteis e relativamente baratos, o que os torna um dos materiais mais empregados para diversas finalidades (Chen et al., 2021). Dessa forma, a produção acentuada de plásticos com diversas características atrativas (tais como resistência e propriedades de isolamento) resultou na generalização de seu uso em uma vasta gama de indústrias, bem como no seu uso doméstico (Cristi et al., 2020). A indústria de embalagens, devido à transição mundial de recipientes reutilizáveis para materiais de uso único, representa atualmente o maior mercado da indústria de plásticos em todo o mundo (Geyer; Jambeck; Law, 2017).

As embalagens plásticas representam mais de um terço da produção de todos os polímeros plásticos, e os plásticos de uso único, os quais incluem sacolas de supermercado, recipientes e garrafas, constituem a maioria das embalagens (Chen et al., 2021). O aumento na utilização de tais plásticos, em sua maioria projetados para descarte imediato após o uso, contribuiu significativamente para a maior geração de resíduos (Drzyzga; Prieto, 2019).

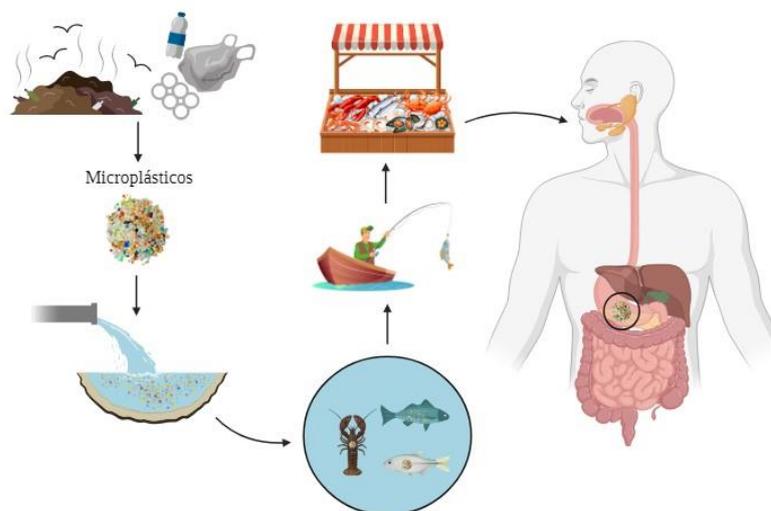
A poluição por plásticos é uma preocupação ambiental crescente devido ao descarte inadequado de plásticos em diferentes vias, incluindo o descarte industrial inadequado, gestão inadequada de resíduos e falta de saneamento básico (Oliveira; Almeida; Miguel, 2019). Esse acúmulo de plásticos ocorre quando a quantidade de poluição plástica que entra nos ecossistemas supera a taxa de remoção natural ou ações de limpeza. Assim, tais materiais são persistentes no ambiente, com taxas de decomposição natural que variam de décadas a séculos (Thompson et al., 2009). À medida que os resíduos plásticos se disseminam no meio ambiente, podem se decompor em partículas ainda menores, conhecidas como microplásticos (com menos de 5 mm de comprimento) e nanoplásticos (1-100 nm). Essas partículas representam uma série de consequências preocupantes para a vida selvagem, a saúde das comunidades costeiras e as populações em geral (Oliveira; Almeida; Miguel, 2019).

Os resíduos plásticos contêm substâncias prejudiciais, incluindo metais pesados, que podem ser liberados durante a lixiviação de aterros e causar bioacumulação. Conforme esses plásticos se degradam no ambiente marinho, eles são incorporados por uma ampla variedade de organismos, representando uma ameaça à biota aquática (Henderson; Green, 2020). A consequência direta disso é que a ingestão de organismos marinhos por seres humanos pode resultar em doenças cardiovasculares, anormalidades reprodutivas e obesidade. Dessa forma, ao longo da cadeia alimentar, os microplásticos adentram a alimentação humana (Figura 1),

podendo se acumular nos tecidos como no trato gastrointestinal, por exemplo, além de penetrar membranas biológicas. Ademais, itens plásticos como sacolas, garrafas e canudos se tornaram símbolos do problema global dos plásticos, com impactos visíveis e imediatos, como o emaranhamento e sufocamento de tartarugas, mamíferos marinhos e aves pelágicas (Chen et al., 2021). De acordo com Derraik (2002), a ingestão de plástico leva à redução do consumo de alimentos, lesões internas e formação de depósitos de gordura, diminuindo a saúde e o bem-estar dos organismos marinhos e, eventualmente, levando à morte.

Assim, o problema da poluição por plásticos, associado a um aumento na conscientização pública a respeito da necessidade de proteção ambiental eficaz, vem promovendo o interesse pelo emprego de alternativas mais ecológicas em contraponto aos plásticos convencionais. Nesse contexto, os biopolímeros foram introduzidos nas últimas décadas como materiais alternativos ecologicamente corretos e sustentáveis para os plásticos derivados do petróleo (Cucina et al., 2021).

Figura 1. Ação antropogênica na entrada dos plásticos na cadeia alimentar



Fonte: o autor (2024)

2.2 BIOPOLÍMEROS

Os biopolímeros são um amplo grupo de compostos provenientes de fontes biológicas e/ou de materiais renováveis com potencial biodegradabilidade, e são comumente empregados para a formulação de biofilmes, os quais são formados por uma macromolécula como componente principal (a matriz polimérica), além de outros aditivos. Os mesmos são materiais poliméricos baseados em recursos naturais considerados ecologicamente viáveis como uma alternativa aos plásticos petroquímicos, sendo assim chamados de biofilmes (Cucina et al.,

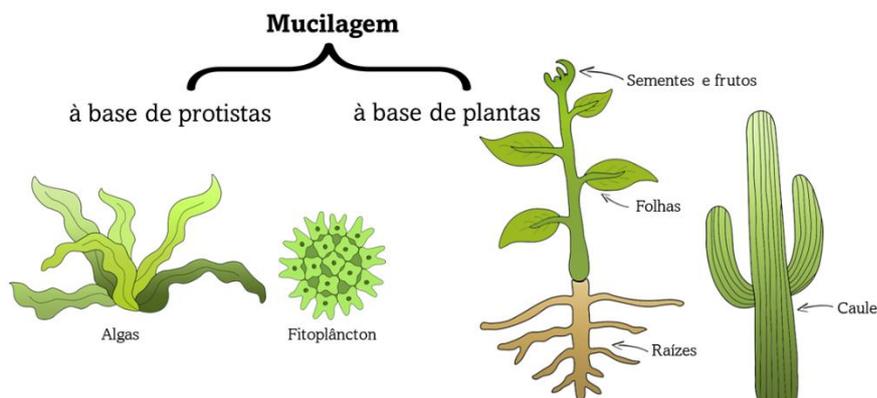
2021). A utilização de biofilmes pode apaziguar diversos problemas ambientais relacionados aos plásticos, por serem oriundos de biorecursos e resíduos renováveis. Dessa forma, são considerados uma inovação significativa que pode mitigar a dependência pelos combustíveis fósseis (Nanda et al., 2022). Dentre os biofilmes promissores para uso nas indústrias de biomateriais estão aqueles provenientes de celulose, amido, proteína e lipídios.

Os polímeros biodegradáveis e comestíveis são altamente atrativos devido à sua biocompatibilidade e sustentabilidade. Eles encontram aplicações diversas, especialmente nas indústrias de embalagem e biomédica. Os filmes biopoliméricos comestíveis são elaborados principalmente a partir de polissacarídeos, hidrocoloides, polipeptídios e outros materiais, os quais podem ser consumidos por animais e seres humanos sem apresentar efeitos nocivos para a saúde (Ali; Ahmed, 2018). Uma das grandes vantagens dos biofilmes é a sua capacidade de serem degradados por micro-organismos em condições ambientais, sem a liberação de subprodutos tóxicos. Essa propriedade permite sua aplicação em diversos campos. Além disso, o tempo de biodegradação dos biofilmes é de 3 a 6 meses, enquanto os plásticos convencionais podem levar vários séculos para se desintegrar no meio ambiente (Nanda et al., 2021).

A maioria dos biofilmes atualmente produzidos é derivada de matérias-primas de primeira geração, como cana-de-açúcar, batata e mandioca. No entanto, o uso desses materiais para a produção de biopolímeros tem sido objeto de críticas devido à competição por recursos alimentares e aos investimentos na agricultura. Para contornar esse problema, é necessário explorar matérias-primas não comestíveis, bem como resíduos de culturas agrícolas ou culturas de fácil propagação, para a extração de polímeros (Okolie et al., 2020).

As mucilagens são substâncias viscosas e com consistência mucosa, secretadas por quase todas as plantas e um grande número de protistas, em especial fitoplâncton e algas verdes (Figura 2). Polissacarídeos, proteínas, minerais, lipídios e ácidos urânicos são tidos como os principais constituintes das mucilagens, além de conterem compostos bioativos tais como taninos, compostos fenólicos, alcaloides e esteroides. A mucilagem marinha é produzida quando algas microscópicas que compõem o fitoplâncton liberam mucilagem através de alguns mecanismos, como supercrescimento, morte e decomposição (Savun-Hekimoğlu; Gazioğlu, 2021). Diferente da mucilagem marinha, que é sintetizada a partir de organismos quando estes são submetidos a condições de dano e/ou estresse, a mucilagem de origem vegetal pode ser obtida em condições normais, sendo assim mais facilmente obtida, além de ser alcançada em quantidades mais abundantes (Goksen et al., 2023). Ademais, o fato de serem recursos ecológicos, sustentáveis, de origem biológica e não tóxicos estão entre suas outras vantagens.

Figura 2. Fontes naturais de mucilagem



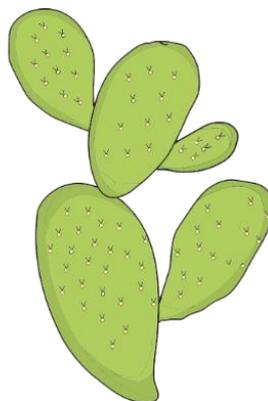
Fonte: o autor (2024)

Nas plantas, a mucilagem é sintetizada como um elemento essencial da célula ou como uma porção das paredes celulares e executa várias funções no vegetal, incluindo armazenamento de água e nutrientes, espessamento da membrana e germinação de sementes. A mesma pode ser encontrada dispersa em diferentes partes das plantas, as quais incluem as folhas, raízes, caules, frutos e sementes (Figura 2). Mais especificamente, a mucilagem é encontrada na epiderme mucosa, a qual comumente ocorre nas folhas de plantas suculentas, como a babosa (*Aloe barbadensis* Mill.) e a palma forrageira (*Nopalea* e *Opuntia* spp.) (Goksen et al., 2023). Dessa forma, a mucilagem extraída da palma tem sido reconhecida como um polissacarídeo com propriedades filmogênicas empregada para a produção de biopolímeros.

2.3 PALMA FORRAGEIRA E A MUCILAGEM

A palma forrageira, nome comum dado a diversas cactáceas pertencentes à subfamília Opuntioideae, tais como *Nopalea cochenillifera* Salm-Dyck e *Opuntia stricta* Haw (Figura 3), é um cacto de rápida e fácil propagação amplamente cultivado nas regiões áridas e semiáridas da Tunísia, África do Sul, Marrocos, México e Brasil. Pela sua grande produção de biomassa e propriedades nutricionais, é uma planta empregada principalmente em forragem para alimentação de rebanhos, além de ser inserida na dieta humana na forma de saladas, grelhados, sucos, doces e biscoitos (Dick et al., 2020). A composição química da palma pode variar em função de tratamentos agrônômicos como adubação, fatores do solo, época de cultivo, frequência de corte e idade da planta, a qual possui como metabólitos primários carboidratos, proteínas e água. A planta também se destaca pela presença de fibras, hidrocolóides, fenóis, cálcio, magnésio, potássio, sódio e vitamina C (Perucini-Avendaño et al., 2021), devendo-se a tais componentes seu potencial nutritivo.

Figura 3. Palma forrageira (*Nopalea cochenillifera* Salm-Dyck)



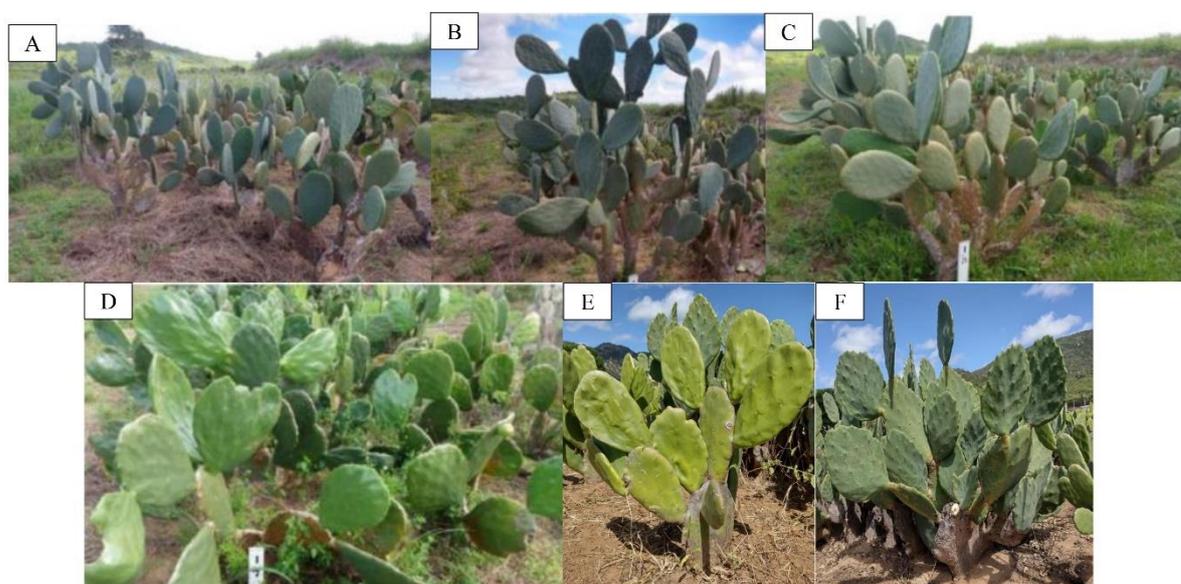
Fonte: o autor (2024)

O caule da palma, conhecido como cladódio, é em geral alongado em forma de raquete, podendo atingir 60 cm de comprimento, a depender da cultivar, água e nutrientes disponíveis. Tais caules possuem aréolas, a partir das quais crescem as flores e frutos. Os espinhos são folhas modificadas e se originam nas aréolas, protegendo a planta contra a perda de água e predação por herbivoria. Na palma, tal como nas demais cactáceas, o caule (chamado de cladódio) assume a função fotossintética, e sua epiderme contém numerosos estômatos que regulam a respiração da planta. A depender da espécie e clone, os cladódios podem assumir diferentes formatos e tamanhos, desde pequenos e arredondados até grandes e alongados (Figura 4). Além disso, a quantidade e o formato dos espinhos também variam consideravelmente entre os gêneros e espécies. Por exemplo, algumas espécies de *Opuntia* apresentam cladódios densamente cobertos por espinhos longos e rígidos, enquanto outras, como certas variedades de *Nopalea*, possuem espinhos menores e mais esparsos (Alves; dos Santos, 2024). Essas diferenças morfológicas não só influenciam a adaptabilidade das plantas a diferentes ambientes, mas também impactam a colheita e o processamento da mucilagem para uso industrial. Internamente à epiderme encontra-se o clorênquima, um tecido que consiste em clorofilas (responsáveis pela fotossíntese) e amido. Mais internamente há o parênquima, espaço onde ocorre a síntese de mucilagem (Perucini-Avenidaño et al., 2021).

A mucilagem de palma é um complexo carboidrato com capacidade de absorção de água, possibilitando assim o armazenamento de uma grande quantidade de água para a planta (Vieira et al., 2021). Ela constitui aproximadamente 14% do peso seco dos cladódios e pode conter mais de 30% da água total do parênquima. A mucilagem é caracterizada como um heteropolissacarídeo, constituída por diversos monossacarídeos, tais como galactose, arabinose, glicose e ácido galacturônico, além de outras substâncias como taninos, alcaloides e esteroides. Esse alto teor de carboidratos é vantajoso pois possibilita que a mucilagem seja empregada na

formulação de diversos tipos de alimentos, tendo papel como estabilizante, texturizante e substitutas de gordura (Roy; Shrivastava; Mandal, 2016). No que tange às proteínas, alguns estudos relatam baixos teores encontrados na mucilagem (Bayar; Kriaa; Kammoun, 2016; Gheribi; Habibi; Khwaldia, 2019), enquanto outros quantificaram proteínas em maior abundância (Vieira et al., 2021). Quanto às propriedades físico-químicas, relata-se um pH ligeiramente ácido (entre 4,8 e 6), além de condutividade elétrica variando entre 2,3 e 5,4 mS.cm⁻¹. Devido a algumas características como translucidez, viscosidade, elasticidade e propriedades emulsificantes, a mucilagem é reconhecidamente uma matriz polimérica com diversas aplicações em alimentos, além da elaboração de revestimentos comestíveis e biopolímeros (Gheribi et al., 2018), como forma de substituintes aos plásticos petroquímicos.

Figura 4. Espécies de palma forrageira: *Opuntia ficus-indica* (A – Gigante; B – Redonda; C – IPA 20), *Opuntia undulata* (D – Orelha de Elefante Africana), *Nopalea cochenillifera* (E – Miúda) e *Opuntia stricta* (F – Orelha de Elefante Mexicana)

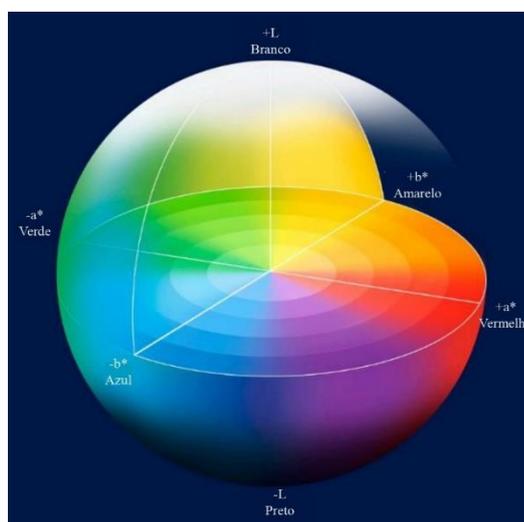


Fonte: adaptado de Alves & dos Santos (2024)

Os parâmetros de cor da mucilagem dos cactos são altamente influenciados pelo gênero, processo de extração e aditivos utilizados, dentre outros fatores. Consequentemente, a coloração da mucilagem determina os aspectos visuais dos filmes biopoliméricos formulados. O sistema CIELAB (Comissão Internacional de Iluminação) foi desenvolvido na década de 1970 para fornecer um modelo de cor sofisticado, resultando nas coordenadas de cor L* (luminosidade), a* e b* (Tobijaszevska; Mills; Jøns, 2018). Nesse sistema, L* representa a luminosidade com valores que variam de 0 (preto) a 100 (branco). A coordenada a* varia de

valores negativos (verde) a positivos (vermelho), enquanto a coordenada b^* varia de valores negativos (azul) a positivos (amarelo) (Figura 4). Nos filmes formulados a partir da mucilagem de cactáceas, o valor de L^* é encontrado na faixa de 70 a 90, indicando uma coloração clara. O valor de a^* (tendência ao vermelho-verde) tende a variar de -2 a 3, mostrando uma leve tendência para o verde ou neutro. O valor de b^* (tendência ao amarelo-azul), por sua vez, frequentemente varia de 5 a 20, refletindo uma coloração amarelada. Esses valores de L^* , a^* , e b^* impactam diretamente na percepção visual dos filmes, onde maiores valores de L^* correspondem a filmes mais claros, enquanto os valores de a^* e b^* determinam as tonalidades cromáticas, com filmes tendendo ao verde ou amarelado.

Figura 4. Diagrama de esfera $L^*a^*b^*$



Fonte: Adaptado de Tobijaszevska et al. (2018)

A alta capacidade de espessamento e estruturação (formação de gel) da mucilagem são consequência da alta diversidade conformacional da estrutura, devido à interação intermolecular dos grupos laterais da cadeia polimérica através de ligações hidrofóbicas ou pontes de hidrogênio. Dessa forma, a mucilagem forma uma solução ou gel pegajoso na presença de água (chamado de hidrocoloide) com potencial aplicação nas indústrias alimentícia, farmacêutica e biomédica (Goksen et al., 2023).

Embora a palma seja uma cultura de baixo custo de produção, pode responder bem à manipulação de práticas agrônômicas e tipos de solo (Kumar et al., 2021). Estudos relataram que a palma acumulou mais nitrogênio ($191,3 \text{ kg ha}^{-1} \text{ ano}^{-1}$) com aplicação de $190 \text{ kg N ha}^{-1} \text{ ano}^{-1}$ sob um sistema de colheita bienal, evidenciando que a planta responde bem ao gradiente

da taxa de fertilizante (Lopes et al., 2018). Tais tratamentos agronômicos, conseqüentemente, influenciam na produção e composição da mucilagem da palma, uma vez que altera suas propriedades físico-químicas e estruturais. Assim, compreender o efeito de tais práticas no cultivo da palma é de suma importância para aprimorar a qualidade da mucilagem e, conseqüentemente, dos biofilmes formulados a partir da mesma.

2.4 ADUBAÇÃO NITROGENADA

O nitrogênio (N) é um elemento fundamental para as culturas vegetais, estando envolvido em diversos processos críticos, tais como crescimento, expansão da área foliar e produção de biomassa. Assim, uma alta eficiência no uso de nitrogênio (NUE) pode levar a boa performance da planta e bons resultados na colheita (Anas et al., 2020). Estima-se que pelo menos 60% da humanidade acabará devendo sua sobrevivência nutricional aos fertilizantes nitrogenados, devido ao aumento da população global. Assim, um dos maiores desafios enfrentados na atualidade é aumentar a NUE, minimizando perdas de N através de agroecossistemas, ao mesmo tempo em que se produzem os rendimentos necessários para otimizar a eficiência dos recursos naturais (Fixen; West, 2002).

Diversas moléculas como aminoácidos, clorofilas e ácidos nucleicos, as quais contêm nitrogênio como parte de sua estrutura, são necessárias para a realização dos processos biológicos, estando envolvidas no metabolismo do carbono e nitrogênio, fotossíntese e na síntese de proteínas (Stitt; Krapp, 1999). Dessa forma, quantidades insuficientes de nitrogênio disponível para as plantas podem impedir o crescimento e desenvolvimento, uma vez que o elemento também é um dos responsáveis pelo crescimento da raiz, ampliando a absorção de nutrientes pelo vegetal (Luo; Zhang; Xu, 2020).

Cerca de 78% do ar atmosférico é composto por nitrogênio, ocorrendo principalmente na forma molecular (N₂). Entretanto, o gás nitrogênio atmosférico não é adequado para absorção pelos seres vivos, o que induz à dependência da capacidade das plantas de introduzir o N na cadeia alimentar (Martínez-Dalmau; Berbel; Ordóñez-Fernández, 2021). A fixação do N depende de uma variedade de processos microbiológicos que convertem o N₂ em matéria orgânica, que então permanece no solo, porém em condições naturais a quantidade de tal nutriente fixada no solo é baixa (Veluci; Neher; Weicht, 2006). Devido a isso, dentre todos os nutrientes necessários para o crescimento das plantas, o nitrogênio acaba por se tornar o mais limitante nos ecossistemas terrestres, o que desencadeou o surgimento de fertilizantes sintéticos nitrogenados a partir do ano de 1913 (Gruber; Galloway, 2008).

A limitação de nitrogênio no solo infere na redução dos teores de clorofila e das enzimas envolvidas no processo de fixação de carbono (CO₂) pelas plantas, levando então a uma diminuição na atividade fotossintética (Demmig-Adams; Adams, 2016). A demanda por N pelas plantas CAM parece ser maior que as C3 e C4, já que as mesmas, em condições ambientais favoráveis, assimilam CO₂ tanto durante a noite como durante uma pequena parte do dia, o que implica na utilização das enzimas PEPcase e Rubisco (Nobel; De La Barrera, 2002). Relata-se que a cultura da palma forrageira remove altos teores de nutrientes do solo durante seu desenvolvimento, principalmente em solos característicos de regiões semiáridas, o que implica na necessidade de grandes entradas de nitrogênio, potássio, sódio, cálcio e magnésio para atingir alta produtividade e biomassa (Neto et al., 2020).

Segundo Cunha & Gomes (2012), os solos do semiárido nordestino possuem baixos níveis de matéria orgânica e baixa disponibilidade de nitrogênio para as plantas, tornando assim crucial o uso de fontes externas para aumentar a produção de biomassa de palma forrageira. Na palma, o N estimula a divisão celular, levando ao surgimento de novos cladódios e promovendo o desenvolvimento vegetal.

Em experimento conduzido com palmas do gênero *Opuntia*, Ochoa & Uhart (2006), estudando o efeito da disponibilidade de nitrogênio na produção, concluíram que a fertilização aumentou a massa aérea da planta; ademais, altas doses de N aumentaram tanto a interceptação de radiação fotossinteticamente ativa (PAR) quanto a eficiência do uso de radiação. Por outro lado, Cunha & Gomes (2012) não encontraram efeito significativo da aplicação de N sobre a produção de biomassa, mesmo aplicando doses elevadas (0, 100, 200 e 300 kg ha⁻¹). Neto et al. (2020) relataram que o cultivo de palma com adubação nitrogenada promoveu maior altura da planta, maior largura e número de cladódios. Entretanto, com relação ao rendimento de biomassa, os autores obtiveram valores inferiores aos relatados por Cunha & Gomes (2012), o que foi justificado pelo fato de a colheita ter sido realizada 8 meses após os cladódios serem implantados em campo. Dessa forma, constata-se que outros fatores agronômicos além da fertilização, como a idade do cladódio, podem influenciar diretamente os valores de biomassa e, do mesmo modo, as propriedades da mucilagem de palma forrageira.

2.5 IDADE DO CLADÓDIO

Um dos fatores que pode afetar as propriedades dos cladódios de palma forrageira é a idade da planta. Diversos estudos têm demonstrado que a idade dos cladódios influencia as propriedades físico-químicas da mucilagem, podendo afetar a viscosidade, o pH, a

concentração de açúcares e a composição química da mesma (Mounir et al., 2020). Alguns pesquisadores observaram que a viscosidade da mucilagem diminui à medida que os cladódios envelhecem, o que pode estar relacionado com a diminuição da atividade metabólica das células da planta. Além disso, a concentração de açúcares e ácidos orgânicos na mucilagem também pode variar de acordo com a idade dos cladódios. Em estudos realizados com palma forrageira, observou-se que a concentração de açúcares redutores na mucilagem aumenta à medida que os cladódios envelhecem, enquanto a concentração de ácidos orgânicos diminui (Gomes et al., 2018).

Outro aspecto importante a ser considerado é a composição química da mucilagem. Estudos têm demonstrado que a mucilagem de cladódios mais jovens apresenta uma maior proporção de polissacarídeos do que de proteínas, enquanto em cladódios mais velhos, a proporção de proteínas é maior, além de apresentarem maiores teores de minerais, como potássio e cálcio. Além disso, a mucilagem de cladódios mais velhos pode apresentar uma maior proporção de ácidos orgânicos, o que pode influenciar a sua atividade prebiótica e antioxidante (Mounir et al., 2020). A idade dos cladódios também pode influenciar a textura e suculência da palma forrageira. Cladódios mais jovens tendem a ser mais macios e suculentos, enquanto cladódios mais velhos são mais fibrosos e duros, o que torna os mais jovens mais palatáveis em termos de seu uso para alimentação animal, por exemplo (Ribeiro et al., 2010).

Em resumo, a idade dos cladódios de palma forrageira pode influenciar diversas propriedades nutricionais e físicas da planta, incluindo o teor de nutrientes, textura, suculência e propriedades emulsificantes da mucilagem. Dessa forma, torna-se imprescindível maiores investigações a respeito do efeito da idade dos cladódios sobre a composição e propriedades da mucilagem, e conseqüentemente o seu efeito na produção de biofilmes, a fim de entender melhor como a planta pode ser utilizada de forma mais eficiente e sustentável.

3. CONCLUSÕES

O aumento global na produção de plásticos tem trazido preocupações ambientais significativas devido ao descarte inadequado e à poluição resultante. Nesse contexto, a busca por biomateriais sustentáveis tem sido incentivada, com a mucilagem de palma forrageira (*Nopalea* e *Opuntia* spp.) emergindo como um biopolímero promissor para embalagens de alimentos e outras aplicações industriais. Estudos revelam que as propriedades físico-químicas da mucilagem podem ser significativamente influenciadas por fatores agrônômicos, como a adubação nitrogenada e a idade dos cladódios. Adicionalmente, a adubação com nitrogênio demonstrou potencial para melhorar a qualidade da mucilagem devido ao seu papel crucial no crescimento e desenvolvimento vegetal. A idade dos cladódios também impacta na viscosidade, concentração de açúcares e composição química da mucilagem, afetando suas propriedades filmogênicas. Contudo, ainda são necessárias investigações mais detalhadas sobre como diferentes práticas agrônômicas, incluindo doses de adubação e idades da planta na colheita, podem otimizar a utilização da mucilagem de palma forrageira na produção de biopolímeros. Assim, conclui-se que avanços nessa área poderiam promover uma alternativa sustentável ao uso excessivo de plásticos convencionais, contribuindo para a redução de impactos ambientais.

REFERÊNCIAS

- ADHIKARY, N. DAS et al. **Recent advances in plant-based polysaccharide ternary complexes for biodegradable packaging. International Journal of Biological Macromolecules** Elsevier B.V., , 31 dez. 2023.
- ALBA, D. T.; MARYNA, D. W. Patent PA153178P A process for extracting mucilage from *Opuntia ficus-indica*, *Aloe barbadensis* and *Agave americana*. 1 dez. 2021.
- ALI, A.; AHMED, S. Recent Advances in Edible Polymer Based Hydrogels as a Sustainable Alternative to Conventional Polymers. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 66, n. 27, p. 6940–6967, 11 jul. 2018.
- ALVARES, C. A. et al. Köppen’s climate classification map for Brazil. **Meteorologische Zeitschrift**, v. 22, n. 6, p. 711–728, 2013.
- ALVES, C. P. et al. Consórcio palma-sorgo sob lâminas de irrigação: balanço de água no solo e coeficientes da cultura. **Agrometeoros**, v. 27, n. 2, 12 mar. 2020.
- ALVES, F. A. L.; DOS SANTOS, D. C. Morphological and nutritional characterization of the cladodes of seven varieties of forage cactus of the genus *Opuntia* cultivated in Brazil. **South African Journal of Botany**, v. 169, p. 46–55, 1 jun. 2024.
- ALVES, H. K. M. N. et al. Integrated management of agronomic practices in the forage cactus: maximising productivity, biological efficiency and economic profitability. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 24, p. 307–329, 10 dez. 2022.
- AMENÁBAR CRISTI, M. et al. The rise and demise of plastic shopping bags in Chile – Broad and informal coalition supporting ban as a first step to reduce single-use plastics. **Ocean & Coastal Management**, v. 187, p. 105079, 1 abr. 2020.
- ANAS, M. et al. **Fate of nitrogen in agriculture and environment: agronomic, eco-physiological and molecular approaches to improve nitrogen use efficiency. Biological Research** BioMed Central Ltd, , 1 dez. 2020.
- ANDRADA, L. V. P. DE et al. A New Protocol for Obtaining Mucilage and Biopolymeric Ecofilms From Cacti. **Packaging Technology and Science**, v. 37, n. 5, p. 365–377, 1 maio 2024.
- ANU BHUSHANI, J.; ANANDHARAMAKRISHNAN, C. Electrospinning and electrospaying techniques: Potential food based applications. **Trends in Food Science & Technology**, v. 38, n. 1, p. 21–33, 1 jul. 2014.

ARAÚJO, Y. P. DE 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, 3 dez. 2021.

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, 1 nov. 2015.

ASTM E96/E96M-15 - Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials. Disponível em: <<https://webstore.ansi.org/standards/astm/astme96e96m15>>. Acesso em: 24 abr. 2023.

AUGUSTO LOURÊDO DE BRITO, F. et al. **Preparation and characterization of a biodegradable film from cactus Nopalea sp** **Journal of the Professional Association for Cactus Development**. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<https://www.jpacd.org/jpacd>>.

AWASTHI, S. K. et al. A comprehensive review on recent advancements in biodegradation and sustainable management of biopolymers. **Environmental Pollution**, v. 307, 15 ago. 2022.

AYQUIPA-CUELLAR, E. et al. Assessment of Prickly Pear Peel Mucilage and Potato Husk Starch for Edible Films Production for Food Packaging Industries. **Waste and Biomass Valorization**, v. 12, n. 1, p. 321–331, 1 jan. 2021.

BALART, R. et al. **Biopolymers from natural resources**. **Polymers** MDPI AG, , 1 ago. 2021.

BAYAR, N.; KRIAA, M.; KAMMOUN, R. Extraction and characterization of three polysaccharides extracted from Opuntia ficus indica cladodes. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 92, p. 441–450, 1 nov. 2016.

BHATLA, S. C.; LAL, M. A. Nitrogen Metabolism. Em: **Plant Physiology, Development and Metabolism**. [s.l.] Springer, Singapore, 2023. p. 295–334.

BLASI, A. et al. Lignocellulosic Agricultural Waste Valorization to Obtain Valuable Products: An Overview. **Recycling 2023, Vol. 8, Page 61**, v. 8, n. 4, p. 61, 20 jul. 2023.

CALVA-ESTRADA, S. J.; JIMÉNEZ-FERNÁNDEZ, M.; LUGO-CERVANTES, E. Protein-Based Films: Advances in the Development of Biomaterials Applicable to Food Packaging. **Food Engineering Reviews 2019 11:2**, v. 11, n. 2, p. 78–92, 18 mar. 2019.

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.

CHEN, H. L. et al. The plastic waste problem in Malaysia: management, recycling and disposal of local and global plastic waste. **SN Applied Sciences**, v. 3, n. 4, p. 1–15, 1 abr. 2021.

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, 1 maio 2016.

CUCINA, M. et al. The role of waste management in reducing bioplastics' leakage into the environment: A review. **Bioresource Technology**, v. 337, p. 125459, 1 out. 2021.

DAIANE COSTA DE SOUSA, LADY 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**. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<https://www.jpacd.org/jpacd>>.

DE ANDRADE VIEIRA, É. et al. Mucilages of cacti from Brazilian biodiversity: Extraction, physicochemical and technological properties. **Food Chemistry**, v. 346, 1 jun. 2021.

DEMMIG-ADAMS, B.; ADAMS, W. W. Photoinhibition. **Encyclopedia of Applied Plant Sciences**, v. 1, p. 78–85, 27 ago. 2016.

DERRAIK, J. G. B. The pollution of the marine environment by plastic debris: a review. **Marine Pollution Bulletin**, v. 44, n. 9, p. 842–852, 1 set. 2002.

DICK, M. et al. Mucilage and cladode flour from cactus (*Opuntia monacantha*) as alternative ingredients in gluten-free crackers. **Food Chemistry**, v. 314, n. January, p. 126178, 2020.

D.N.F.V. CUNHA; E.S. GOMES. Morphometric and biomass accumulation in small forage cactus grow under nitrogen fertilization | Request PDF. **Revista Brasileira de Saúde e Produção Animal**, 2012.

DRZYZGA, O.; PRIETO, A. Plastic waste management, a matter for the 'community'. **Microbial Biotechnology**, v. 12, n. 1, p. 66, 1 jan. 2019.

DUBOIS, M. et al. Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. **Analytical Chemistry**, v. 28, n. 3, p. 350–356, 1 mar. 1956.

ELHLELI, H. et al. The use of mucilage extracted from *Opuntia ficus indica* as a microencapsulating shell. **Journal of the Serbian Chemical Society**, v. 86, n. 1, p. 25–38, 2021.

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, ago. 2010.

FAZELI, M.; KELEY, M.; BIAZAR, E. Preparation and characterization of starch-based composite films reinforced by cellulose nanofibers. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 116, p. 272–280, 1 set. 2018.

FIXEN, P. E.; WEST, F. B. **Nitrogen Fertilizers: Meeting contemporary challenges**. Ambio. **Anais...**Royal Swedish Academy of Sciences, 2002.

GAN, C. Y.; ABDUL MANAF, N. H.; LATIFF, A. A. Physico-chemical properties of alcohol precipitate pectin-like polysaccharides from *Parkia speciosa* pod. **Food Hydrocolloids**, v. 24, n. 5, p. 5, 471–478, 1 jan. 2010.

GAO, Y.; LIU, R.; LIANG, H. Food Hydrocolloids: Structure, Properties, and Applications. **Foods 2024, Vol. 13, Page 1077**, v. 13, n. 7, p. 1077, 1 abr. 2024.

GEYER, R.; JAMBECK, J. R.; LAW, K. L. Production, use, and fate of all plastics ever made. **Science Advances**, v. 3, n. 7, 5 jul. 2017.

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.

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, n. May 2019, p. 100386, 2019.

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, 1 abr. 2019.

GOKSEN, G. et al. Mucilage polysaccharide as a plant secretion: Potential trends in food and biomedical applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 230, 1 mar. 2023.

GOMES, G. M. F. et al. Chemical composition of cactus pear cladodes under different fertilization and harvesting managements. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 53, n. 2, p. 221–228, 1 fev. 2018.

GRUBER, N.; GALLOWAY, J. N. An Earth-system perspective of the global nitrogen cycle. **Nature 2008 451:7176**, v. 451, n. 7176, p. 293–296, 16 jan. 2008.

HARRAK, H. **Assessment of technological and nutritional qualities of the powder of prickly pear cladodes at four ages of growth.** *Materials Today: Proceedings. Anais...Elsevier Ltd*, 2021.

HEIDBREder, L. M. et al. Tackling the plastic problem: A review on perceptions, behaviors, and interventions. **Science of The Total Environment**, v. 668, p. 1077–1093, 10 jun. 2019.

HENDERSON, L.; GREEN, C. Making sense of microplastics? Public understandings of plastic pollution. **Marine Pollution Bulletin**, v. 152, p. 110908, 1 mar. 2020.

KALEGOWDA, P.; CHAUHAN, A. S.; NANJARAJ URS, S. M. *Opuntia dillenii* (Ker-Gawl) Haw cladode mucilage: Physico-chemical, rheological and functional behavior. **Carbohydrate Polymers**, v. 157, p. 1057–1064, 10 fev. 2017.

KARBOWIAK, T.; DEBEAUFORT, F.; VOILLEY, A. **Importance of surface tension characterization for food, pharmaceutical and packaging products: A review.** **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, 1 jun. 2006.

KRUGER, N. J. The Bradford method for protein quantitation. **Methods in molecular biology (Clifton, N.J.)**, v. 32, p. 9–15, 1994.

KUMAR, S. et al. Cactus Pear (*Opuntia ficus-indica*) Productivity, Proximal Composition and Soil Parameters as Affected by Planting Time and Agronomic Management in a Semi-Arid Region of India. **Agronomy 2021, Vol. 11, Page 1647**, v. 11, n. 8, p. 1647, 18 ago. 2021.

LIRA-VARGAS, A. A. et al. Biopolymeric films based on cactus (*Opuntia ficus-indica*) mucilage incorporated with gelatin and beeswax. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 16, p. 51–70, 12 dez. 2014.

LIU, M. et al. A strong, biodegradable and transparent cellulose-based bioplastic stemmed from waste paper. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 140, n. 13, 5 abr. 2023.

LOPES, M. N. et al. Accumulation and export of nutrients in cactus pear cladodes (*Opuntia ficus-indica*) under different managements in the Brazilian Semiarid. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v. 47, p. e20170077, 3 maio 2018.

LUO, L.; ZHANG, Y.; XU, G. **How does nitrogen shape plant architecture?** **Journal of Experimental Botany** Oxford University Press, , 25 jul. 2020.

MAGALHÃES, R. M. F. et al. Efficiency of fertilization with coated urea in the cultivation of cactus pear under rainfed conditions in Brazilian savannah. **The Journal of Agricultural Science**, v. 159, n. 5–6, p. 426–436, 12 jul. 2021.

MAKHLOUFI, N. et al. Polysaccharide-based films of cactus mucilage and agar with antioxidant properties for active food packaging. **Polymer Bulletin**, v. 79, n. 12, p. 11369–11388, 1 dez. 2022.

MANNAI, F. et al. Biodegradable composite films based on mucilage from *Opuntia ficus-indica* (Cactaceae): Microstructural, functional and thermal properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 252, 1 dez. 2023.

MARTÍNEZ-DALMAU, J.; BERBEL, J.; ORDÓÑEZ-FERNÁNDEZ, R. **Nitrogen fertilization. A review of the risks associated with the inefficiency of its use and policy responses. Sustainability (Switzerland)**MDPI AG, , 2 maio 2021.

MARTINS, J. T.; CERQUEIRA, M. A.; VICENTE, A. A. Influence of α -tocopherol on physicochemical properties of chitosan-based films. **Food Hydrocolloids**, v. 27, n. 1, p. 220–227, 1 maio 2012.

MIKUS, M.; GALUS, S. Biopolymers from Agriculture Waste and By-Products. p. 111–128, 2022.

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, 2 jan. 2017.

MONRROY, M. et al. Extraction and Physicochemical Characterization of Mucilage from *Opuntia cochenillifera* (L.) Miller. **Journal of Chemistry**, v. 2017, 2017.

MORAIS, M. A. DOS S. et al. Mucilage of spineless cactus in the composition of an edible coating for minimally processed yam (*Dioscorea* spp.). **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 13, n. 3, p. 2000–2008, 15 set. 2019.

MOUNIR, B. et al. Physico-chemical changes in cladodes of *Opuntia ficus-indica* as a function of the growth stage and harvesting areas. **Journal of Plant Physiology**, v. 251, p. 153196, 1 ago. 2020.

MUELLER, E. et al. Development of ternary polymeric films based on cassava starch, pea flour and green banana flour for food packaging. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 256, 1 jan. 2024.

NANDA, S. et al. **Innovations in applications and prospects of bioplastics and biopolymers: a review. Environmental Chemistry Letters**Springer Science and Business Media Deutschland GmbH, , 1 fev. 2022.

- NANDAKUMAR, A.; CHUAH, J. A.; SUDESH, K. **Bioplastics: A boon or bane? Renewable and Sustainable Energy Reviews** Elsevier Ltd, , 1 set. 2021.
- NASCIMENTO, K. D. S. et al. Nitrogen fertilization strategies in the cultivation of Cactus pear in Brazilian Savannah localities. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 23, p. 165–179, 3 dez. 2021.
- NETO, J. D. et al. Growth and yield of cactus pear under irrigation frequencies and nitrogen fertilization. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 24, n. 10, p. 664–671, 1 out. 2020.
- NOBEL, P. S.; DE LA BARRERA, E. High Temperatures and Net CO₂ Uptake, Growth, and Stem Damage for the Hemiepiphytic Cactus *Hylocereus undatus*1. **Biotropica**, v. 34, n. 2, p. 225–231, 1 jun. 2002.
- NUNES, J. DA S. L. et al. Índices morfofisiológicos e biofísicos da palma forrageira cultivada sob tecnologias hídricas na bacia do Rio Pajeú. **Journal of Environmental Analysis and Progress**, v. 5, n. 1, p. 128–139, 13 mar. 2020.
- OCHOA, M. J.; UHART, S. A. Nitrogen availability and fruit yield generation in cactus pear (*Opuntia ficus-indica*): I. Effects on cladode area and crop solar radiation interception. **Acta Horticulturae**, v. 728, p. 117–124, 2006.
- ODAIR ZENEBON; NEUS SADOCCO PASCUET; PAULO TIGLEA. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: [s.n.].
- OKOLIE, J. A. et al. A review on subcritical and supercritical water gasification of biogenic, polymeric and petroleum wastes to hydrogen-rich synthesis gas. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 119, p. 109546, 1 mar. 2020.
- OLIVEIRA, M.; ALMEIDA, M.; MIGUEL, I. A micro(nano)plastic boomerang tale: A never ending story? **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, v. 112, p. 196–200, 1 mar. 2019.
- OU DIR, M. et al. Development of Eco-Friendly Biocomposite Films Based on *Opuntia ficus-indica* Cladodes Powder Blended with Gum Arabic and Xanthan Envisaging Food Packaging Applications. **Foods**, v. 13, n. 1, 1 jan. 2024.
- PARENTE, A. G. et al. Bio-based polymer films with potential for packaging applications: a systematic review of the main types tested on food. **Polymer Bulletin 2022 80:5**, v. 80, n. 5, p. 4689–4717, 1 jul. 2022.
- PATHAK, S.; SNEHA, C.; MATHEW, B. B. Bioplastics: Its Timeline Based Scenario & Challenges. **Journal of Polymer and Biopolymer Physics Chemistry**, v. 2, n. 4, p. 84–90, 2014.

- PEREIRA, C. et al. MORFOGÊNESE DA PALMA FORRAGEIRA IRRIGADA POR GOTEJAMENTO 1. **Revista Caatinga**, n. 3, p. 184–195, 2015.
- PEREIRA, V. A.; DE ARRUDA, I. N. Q.; STEFANI, R. Active chitosan/PVA films with anthocyanins from Brassica oleraceae (Red Cabbage) as Time-Temperature Indicators for application in intelligent food packaging. **Food Hydrocolloids**, v. 43, p. 180–188, 1 jan. 2015.
- PERUCINI-AVENDAÑO, M. et al. Cladodes: Chemical and structural properties, biological activity, and polyphenols profile. **Food Science & Nutrition**, v. 9, n. 7, p. 4007–4017, 1 jul. 2021.
- PINHEIRO, J. C. et al. Effects of cactus pear clone harvest seasons and times on the physicochemical and technological properties of resulting mucilage and biopolymeric films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 257, 1 fev. 2024a.
- PINHEIRO, J. C. et al. Effects of cactus pear clone harvest seasons and times on the physicochemical and technological properties of resulting mucilage and biopolymeric films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 257, 1 fev. 2024b.
- RAHARDIYAN, D. et al. **Thermoplastic starch (TPS) bioplastic, the green solution for single-use petroleum plastic food packaging – A review**. **Enzyme and Microbial Technology** Elsevier Inc., , 1 ago. 2023.
- RIBEIRO, E. M. DE O. et al. Study of carbohydrates present in the cladodes of Opuntia ficus-indica (fodder palm), according to age and season. **Food Science and Technology**, v. 30, n. 4, p. 933–939, out. 2010.
- RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ, F. et al. Influence of age on molecular characteristics and rheological behavior of nopal mucilage. **Food Science and Nutrition**, v. 9, n. 12, p. 6776–6785, 1 dez. 2021.
- 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.
- ROY, A.; SHRIVASTAVA, S. L.; MANDAL, S. M. Self-assembled carbohydrate nanostructures: synthesis strategies to functional application in food. **Novel Approaches of Nanotechnology in Food**, p. 133–164, 2016.
- SALEHI, E. et al. Opuntia ficus indica fruit gum: Extraction, characterization, antioxidant activity and functional properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 206, p. 565–572, 15 fev. 2019.

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, 1 ago. 2019.

SANTOS, J. P. A. DE S. et al. Morphophysiological responses, water, and nutritional performance of the forage cactus submitted to different doses of nitrogen. **Field Crops Research**, v. 308, 15 mar. 2024.

SAVUN-HEKİMOĞLU, B.; GAZİOĞLU, C. Mucilage Problem in the Semi-Enclosed Seas: Recent Outbreak in the Sea of Marmara. **International Journal of Environment and Geoinformatics**, v. 8, n. 4, p. 402–413, 15 dez. 2021.

SHAH, Y. A. et al. Mechanical Properties of Protein-Based Food Packaging Materials. **Polymers**, v. 15, n. 7, 1 abr. 2023.

SHANKAR, S. et al. Preparation, characterization, and antimicrobial activity of gelatin/ZnO nanocomposite films. **Food Hydrocolloids**, v. 45, p. 264–271, 1 mar. 2015.

SOLTANI, M. et al. Emulsifying properties of biopolymer extracts from *Opuntia ficus indica* cladodes. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 683, p. 133005, 20 fev. 2024.

STITT, M.; KRAPP, A. The interaction between elevated carbon dioxide and nitrogen nutrition: the physiological and molecular background. **Plant, Cell & Environment**, v. 22, n. 6, p. 583–621, 1 jun. 1999.

TESHAGER, A. A.; ATLABACHEW, M.; ALENE, A. N. Development of biodegradable film from cactus (*Opuntia Ficus Indica*) mucilage loaded with acid-leached kaolin as filler. **Heliyon**, v. 10, n. 11, 15 jun. 2024.

THE, S. V.; SNYDER, R.; TEGEDER, M. Targeting Nitrogen Metabolism and Transport Processes to Improve Plant Nitrogen Use Efficiency. **Frontiers in Plant Science**, v. 11, p. 628366, 1 mar. 2021.

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, 1 out. 2021.

THOMPSON, R. C. et al. Plastics, the environment and human health: current consensus and future trends. **Philosophical transactions of the Royal Society of London. Series B, Biological sciences**, v. 364, n. 1526, p. 2153–2166, 27 jul. 2009.

TOBIJASZEWSKA, B.; MILLS, R.; JØNS, J. USING SPECTROMETRY FOR SIMULTANEOUS MEASUREMENT OF COLOUR AND COMPOSITION IN FOOD

SAMPLES. [s.l: s.n.]. Disponível em:

<www.nielsen.com/content/dam/niensenglobal/eu/docs/pdf/Global%20Ingre->.

TOSIF, M. M. et al. **A comprehensive review on plant-derived mucilage:**

Characterization, functional properties, applications, and its utilization for nanocarrier fabrication. *Polymers* MDPI AG, , 1 abr. 2021.

VELUCI, R. M.; NEHER, D. A.; WEICHT, T. R. Nitrogen fixation and leaching of biological soil crust communities in mesic temperate soils. *Microbial Ecology*, v. 51, n. 2, p. 189–196, 8 fev. 2006.

WAHEED, M. et al. BIOSYNTHESIS OF POLY (HYDROXYALKANOATES). *Biological and Clinical Sciences Research Journal*, v. 2021, n. 1, 27 maio 2021.

ZAYED, O. ; et al. Nitrogen Journey in Plants: From Uptake to Metabolism, Stress Response, and Microbe Interaction. *Biomolecules* **2023, Vol. 13, Page 1443**, v. 13, n. 10, p. 1443, 25 set. 2023.

ZHANG, L. et al. Nitrogen Levels Regulate Sugar Metabolism and Transport in the Shoot Tips of Crabapple Plants. *Frontiers in Plant Science*, v. 12, p. 626149, 10 mar. 2021.

ZHANG, Y. et al. A Brief Review of Phenolic Compounds Identified from Plants: Their Extraction, Analysis, and Biological Activity. *Natural Product Communications*, v. 17, n. 1, 1 jan. 2022.

ZHANG, Z. et al. Effects of Oxygenated Irrigation on Root Morphology, Fruit Yield, and Water–Nitrogen Use Efficiency of Tomato (*Solanum lycopersicum* L.). *Journal of Soil Science and Plant Nutrition*, v. 23, n. 4, p. 5582–5593, 1 dez. 2023.

CAPÍTULO 2 – A IDADE DO CLADÓDIO POTENCIALIZA SUA APLICAÇÃO COMO INGREDIENTE ALIMENTAR OU NA PRODUÇÃO DE FILMES BIOPOLIMÉRICOS

RESUMO

As tecnologias para aumento da longevidade dos alimentos incentivam a formulação de revestimentos a partir de biomateriais, incluindo a mucilagem da palma forrageira, um biopolímero com aplicações na indústria alimentícia e de embalagens. Entretanto, as propriedades físico-químicas da mucilagem são influenciadas por fatores agrônômicos e ambientais, exigindo caracterizações detalhadas da mucilagem e de filmes biopoliméricos para potencializar suas aplicações. Assim, objetivou-se compreender a influência da idade do cladódio na composição físico-química e tecnológica da mucilagem e nos filmes biopoliméricos formulados. Foram colhidos cladódios de *Nopalea cochenillifera* (MIU) e *Opuntia stricta* (OEM), com 9 e 18 meses de idade. Foram lavados em água corrente e a epiderme foi retirada. O parênquima aquífero foi triturado e homogeneizado com álcool etílico (99,8% P.A.) na proporção de 2:3 (parênquima aquífero:álcool) e homogeneizado. A mucilagem foi seca e pulverizada. No pó obtido foi realizado as avaliações físico-químicas e tecnológicas. Nos filmes biopoliméricos produzidos foram realizados uma caracterização físico-química, óptica, estrutural, mecânica e térmica. Os cladódios colhidos aos 18 meses apresentaram maior rendimento de mucilagem (3,16%), bem como maior pH (5,26) e compostos fenólicos (249,82 mg 100g⁻¹ MS), características interessantes para incorporação em alimentos. Os cladódios jovens exibiram maiores teores de proteínas (15,61 mg 100g⁻¹ MS) e carboidratos solúveis (27,67 mg 100g⁻¹ MS), e os filmes oriundos desses cladódios foram menos transparentes (5,75%) e permeáveis (15,09 g mm m⁻² d⁻¹ KPa⁻¹), além de exibirem maior ângulo de contato com água, e estabilidade térmica. Além disso, os espectros de DRX e as micrografias MEV revelaram que esses filmes possuem uma estrutura mais cristalina e homogênea, o que aprimora sua resistência mecânica (0,09 MPa). Dessa forma, a mucilagem obtida de cactos jovens mostrou maior potencial de aplicação em filmes biopoliméricos para a indústria de embalagens.

Palavras-chave: *Palma forrageira; Cactaceae; Biopolímeros; MEV; DRX.*

ABSTRACT

Technologies for increasing food longevity encourage the formulation of coatings from biomaterials, including prickly pear cactus mucilage, a biopolymer with applications in the food and packaging industries. However, the physicochemical properties of mucilage are influenced by agronomic and environmental factors, requiring detailed characterizations of the mucilage and biopolymer films to enhance their applications. Thus, the objective was to understand the influence of cladode age on the physicochemical and technological composition of the mucilage and on the formulated biopolymeric films. Cladodes of *Nopalea cochenillifera* (MIU) and *Opuntia stricta* (OEM), aged 9 and 18 months, were harvested. They were washed in running water, and the epidermis was removed. The aquifer parenchyma was crushed and homogenized with ethyl alcohol (99.8% P.A.) in a 2:3 ratio (aquifer parenchyma) and homogenized. The mucilage was dried and pulverized. Physicochemical and technological evaluations were performed on the obtained powder. The biopolymer films produced were characterized for their physicochemical, optical, structural, mechanical, and thermal properties. Cladodes harvested at 18 months showed a higher yield of mucilage (3.16%), as well as higher pH (5.26) and phenolic compounds (249.82 mg 100g⁻¹ DM), characteristics desirable for incorporation into foods. Young cladodes exhibited higher levels of proteins (15.61 mg 100g⁻¹ DM) and soluble carbohydrates (27.67 mg 100g⁻¹ DM), and the films derived from these cladodes were less transparent (5.75%) and permeable (15.09 g mm m⁻² d⁻¹ KPa⁻¹), besides showing a higher water contact angle and thermal stability. Additionally, XRD spectra and SEM micrographs revealed that these films have a more crystalline and homogeneous structure, enhancing their mechanical strength (0.09 MPa). Thus, mucilage obtained from young cacti showed greater potential for application in biopolymer films for the packaging industry.

Keywords: *Prickly pear cactus, Cactaceae, Biopolymers, MEV, DRX.*

1 INTRODUÇÃO

Os plásticos petroquímicos são amplamente empregados na indústria alimentícia, de eletrônicos e, principalmente, na produção de embalagens e revestimentos. Devido a algumas características como durabilidade, aplicabilidade e baixo custo, tais materiais acabaram por se tornar indispensáveis no cotidiano das populações em todo o mundo (Rahardiyan et al., 2023). O setor alimentício é o principal consumidor de embalagens, e tais materiais são empregados desde o processamento e transporte, bem como no prolongamento e manutenção da vida útil dos alimentos nas prateleiras (Kumar et al., 2021). Entretanto, o fato de não serem biodegradáveis, aliado ao descarte incorreto, tem causado danos ambientais severos e problemas duradouros nos ecossistemas terrestres e aquáticos. Assim, a utilização de recursos alternativos renováveis em detrimento dos plásticos convencionais tem atraído atenção na última década (Liu et al., 2023).

Os avanços na utilização dos bioplásticos têm sido impulsionados pelos esforços globais para mitigar a poluição causada pelos plásticos petroquímicos. Bioplásticos são materiais derivados de substâncias biológicas e renováveis, sendo em geral biodegradáveis e sintetizados a partir de matrizes proteicas, lipídeos e polissacarídeos, as quais podem ser combinadas no processo de elaboração formando-se blendas poliméricas (Awasthi et al., 2022). A biodegradação refere-se à degradação biológica de tais materiais pela atividade enzimática de microrganismos como bactérias, fungos e algas para assimilação de energia e carbono (Waheed et al., 2021). Dessa forma, tais materiais podem ser utilizados na indústria de plásticos e revestimentos sem, no entanto, causar aumento substancial na poluição ambiental. Por outro lado, os biomateriais, por serem provenientes de fontes naturais, têm suas propriedades influenciadas por diversos fatores biológicos e fisiológicos das matérias-primas, sendo necessários estudos para maior compreensão de tais efeitos.

Os polissacarídeos, devido a suas propriedades funcionais, como excelente barreira ao oxigênio e óleo, insolubilidade em água, propriedades emulsificantes e atividade gelificante, acabam por constituir materiais promissores para o desenvolvimento de filmes biopoliméricos e revestimentos (Gheribi; Habibi; Khwaldia, 2019). Assim, podem ser empregados como uma alternativa na manutenção da qualidade e vida útil de alimentos, visto que atuam como uma barreira à umidade e danos mecânicos. Dentre os recursos naturais renováveis compostos por polissacarídeos estão as mucilagens, as quais são fluidos viscosos e com consistência mucosa, secretadas por quase todas as plantas e um grande número de protistas, em especial fitoplâncton e algas verdes (Savun-Hekimoğlu & Gazioğlu, 2021). O uso de mucilagens para síntese de

revestimentos comestíveis em detrimento dos materiais sintéticos é preferível tendo em vista sua não toxicidade, biocompatibilidade e biodegradabilidade. Assim, diversos estudos vêm sendo conduzidos sobre filmes e revestimentos baseados em mucilagem, incluindo as provenientes de cactos, tais como palma forrageira (Sandoval et al., 2019) e pitaya (Ayquipa-Cuellar et al., 2021).

A mucilagem extraída das cactáceas é um polissacarídeo extensamente aplicado nas indústrias alimentícia, cosmética e farmacêutica, e tem sido utilizada na elaboração de filmes e revestimentos biodegradáveis, por algumas características como elasticidade e capacidade de formar rede molecular (Gheribi et al., 2018). A palma forrageira, nome comumente atribuído a cactáceas dos gêneros *Opuntia* e *Nopalea*, é amplamente cultivada em regiões semiáridas principalmente por seu uso na alimentação animal, e contém grande proporção de água e mucilagem em sua composição. Dessa forma, sua capacidade de formação de filmes torna a mucilagem de palma uma promissora matéria-prima para a elaboração de filmes biopoliméricos e revestimentos (Sandoval et al., 2019), o que amplificou a quantidade de pesquisas a este respeito. Araújo et al. (2021), por exemplo, caracterizaram a mucilagem de cladódios de palma forrageira colhidos em diferentes estações do ano, tendo em vista a sua utilização como matéria prima em revestimentos ou seu emprego como aditivo alimentício. De forma similar, Sousa et al. (2022) analisaram a composição e estabilidade físico-química da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* em função do tamanho dos cladódios e do horário da colheita (dia ou noite), relatando que a mucilagem de cactos colhidos pela manhã exibiu maior rendimento, bem como maiores teores de proteínas, carboidratos, compostos fenólicos, sódio, potássio e ácido ascórbico. Além disso, a maior estabilidade da mucilagem foi obtida a partir de cladódios com 100 a 230 mm de comprimento.

Contreras-Padilla et al. (2016) estudaram o efeito da idade dos cladódios (50, 100 e 150 dias) de *Opuntia ficus-indica* no comportamento reológico (viscosidade, elasticidade) da mucilagem, e relataram um aumento na viscosidade da solução ao aumentar a concentração de mucilagem e a idade dos cladódios. Além disso, observaram que quanto mais velho o cladódio, mais elástica era a solução mucilagínosa. Tais resultados foram atribuídos a alterações na composição química e estrutural da mucilagem devido à idade dos cladódios. Apesar do quantitativo de investigações a respeito das propriedades físico-químicas das mucilagens de *Nopalea cochenillifera* e *Opuntia stricta*, a maioria delas têm focado nas propriedades fisiológicas da planta, no efeito da fertilização e da idade dos cladódios, bem como nas suas propriedades funcionais, primordialmente tendo em vista a alimentação animal (Rodríguez-

González et al., 2021). Entretanto, não foi encontrado na literatura qualquer estudo sistemático do efeito da idade do cladódio nas características estruturais, ópticas ou térmicas de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de cactos. Assim, são escassas as informações sobre a influência do estágio fenológico do cacto no comportamento filmogênico da mucilagem, e conseqüentemente, do seu efeito nos filmes biopoliméricos formulados a partir desta.

Ao considerar a tendência de aumento na demanda por biomateriais visando a diminuição da poluição ambiental, torna-se necessário compreender de forma ampla a influência das variáveis ambientais sobre as propriedades funcionais de filmes provenientes de produtos naturais. O comportamento filmogênico e reológico da mucilagem dos cactos é fortemente dependente da idade da planta, o que conseqüentemente interfere nas propriedades dos filmes e revestimentos produzidos. Portanto, o objetivo do presente trabalho foi avaliar as alterações nas propriedades da mucilagem de cladódios de cactos dos gêneros *Opuntia* e *Nopalea*, bem como os efeitos resultantes nos filmes biopoliméricos produzidos, em função da idade do cladódio.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Área de estudo

O material vegetal foi coletado na área experimental do Centro de Referência Internacional de Estudos de Palma e Outras Plantas Forrageiras (CentroRef) da Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE), Unidade Acadêmica de Serra Talhada (UAST), localizado em Serra Talhada, PE, Brasil (7°59 'S, 38°15' W e 431m) (Figura 1A). O clima da região é classificado como BShw' (semiárido quente, com inverno seco e verão chuvoso), de acordo com a classificação climática de Köppen (Alvares et al., 2013). A temperatura média do ar é de 26.6 °C, com mínima e máxima de 20.1 e 32.9 °C, respectivamente; precipitação média de 642.1 mm ano⁻¹ e umidade relativa média de 62.5 % (Pereira et al., 2015). As variáveis meteorológicas foram monitoradas de uma plataforma de coleta de dados distante 10m da área experimental, pertencente ao Instituto Nacional de Meteorologia. Os dados meteorológicos (temperatura média do ar, umidade relativa média e precipitação) referentes ao período experimental são apresentados na Figura 1B.

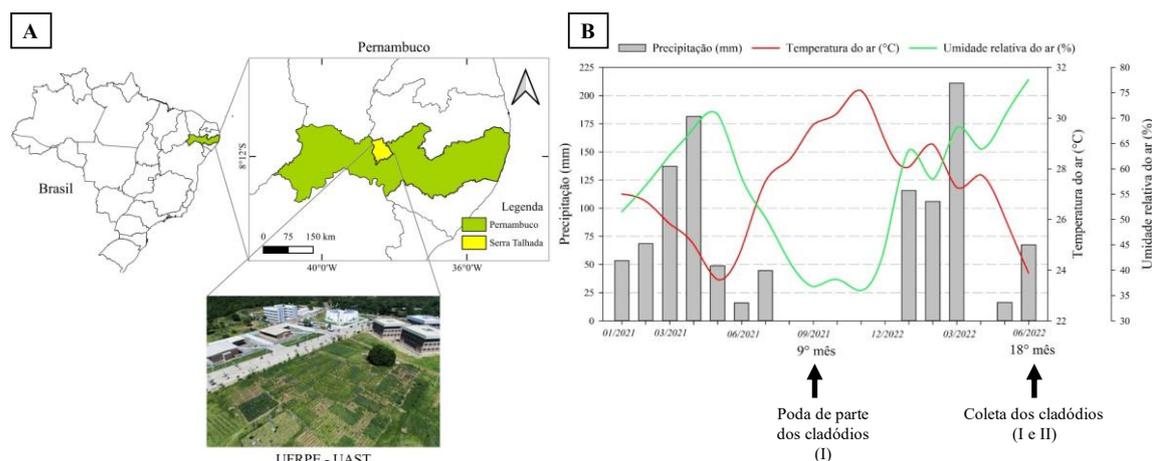


Figura 1. (A) Localização da unidade experimental e (B) Condições meteorológicas durante o período experimental. As setas representam os meses em que houve a poda e coleta dos cladódios; ver figura 2.

2.2 Obtenção dos cladódios e extração da mucilagem

Foram colhidos cladódios de palma forrageira, dos clones Miúda (MIU), *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck, e Orelha de Elefante Mexicana (OEM), *Opuntia stricta* Haw., com tamanho médio de 100-230 mm e obtidos da região do terço-médio da planta. A implantação do experimento ocorreu em janeiro de 2021, enquanto a coleta e extração foi realizada em junho de 2022. Os cladódios tinham 9 (I) (nomeados jovens) ou 18 (II) (nomeados velhos) meses de idade no momento da colheita. Visto que as condições climáticas e época de colheita podem afetar significativamente as propriedades físico-químicas da mucilagem e sua capacidade filmogênica, os cladódios jovens e velhos foram colhidos juntos ao fim do experimento, tendo se passado 18 meses do plantio. Para isso, no 9º mês após a implantação do experimento realizou-se uma poda em um dos tratamentos (I), a fim de que na coleta final houvesse cladódios mais jovens (que surgem após a poda), com 9 meses (I), e outros com 18 meses de idade (II) (Figura 2).

Os cladódios foram levados ao laboratório, pesados, lavados, e descascados. O parênquima aquífero foi triturado com álcool etílico (99,8% P.A.) na proporção de 2:3 (parênquima:álcool) e homogeneizado conforme Araújo et al. (2021). Lavagens sucessivas com etanol foram feitas para remover pigmentos, resultando em um precipitado esbranquiçado, que foi seco a 55 °C por 48 h. A mucilagem seca foi então pulverizada em um moinho portátil (Polespresso, Original coffeeflavor, Brasil), resultando em um pó branco usado para medir o rendimento.

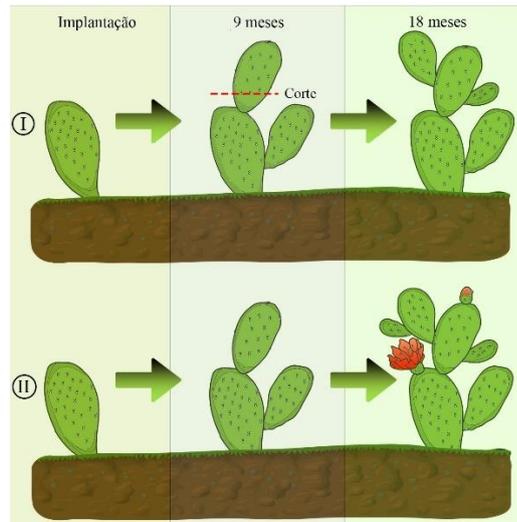


Figura 2. Representação gráfica dos tratamentos experimentais; cladódios de palma forrageira, espécie *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM) colhidos aos 9 (I) e 18 (II) meses de idade.

2.2.1 Rendimento da extração

O rendimento da mucilagem foi obtido a partir do peso fresco dos cladódios inteiros e do peso da mucilagem em pó, de acordo com a fórmula:

$$(1) RM = \frac{Mf}{Mi} \times 100$$

Em que RM = rendimento de mucilagem em porcentagem (%), com base no peso fresco; Mf = peso final da mucilagem em pó (g); Mi = peso inicial de todos os cladódios (g).

2.3. Caracterização físico-química e propriedades tecnológicas da mucilagem

Para a realização das análises na mucilagem (com exceção do rendimento), o pó obtido foi hidratado na concentração de 4% p/v (4g de pó para 100 mL de água destilada).

2.3.1 Carboidratos solúveis totais (CT) e sólidos solúveis (SS)

O conteúdo de carboidratos solúveis foi obtido conforme metodologia descrita pelo Analytical Biochemistry (Dubois et al., 1956). A mucilagem foi hidratada (2 mL) e centrifugada a 10000 rpm a 4°C por 21 min, utilizando uma centrífuga (Hettich MIKRO 220 Berlim, Alemanha). Em seguida, uma alíquota de 10 µL da amostra foi misturada com 490 µL de água deionizada, 500 µL de fenol a 5% e 2,5 mL de ácido sulfúrico concentrado a 98,08%. Após agitação em vórtex e repouso por 10 min, as leituras foram feitas em um espectrofotômetro (Modelo libra S8, Biochrom, Cambridge, Inglaterra) a 490 nm. Os resultados foram expressos

em g de carboidratos solúveis por 100 g de matéria seca, sendo quantificados com base na equação obtida a partir da curva padrão, utilizando glicose como carboidrato de referência.

O teor de sólidos solúveis totais foi obtido através da utilização de um refratômetro de bancada (Instrutherm, RTD-95, São Paulo, Brazil). Um mililitro de mucilagem hidratada foi utilizado para a realização da leitura. Os resultados foram expressos em °Brix.

2.3.2 Acidez total titulável (ATT), pH e conteúdo de vitamina C (vit. C)

A determinação da acidez total titulável foi conduzida conforme descrito por Astello-García et al. (2015), com adaptações. Para isso, foram utilizados 10 mL de mucilagem previamente hidratada. Adicionaram-se duas gotas de fenolftaleína (1%) à solução, que foi então titulada com 0,1 N de NaOH. Os resultados foram expressos como porcentagem de ácido cítrico e calculados através da equação:

$$(2) \text{ ATT} = \frac{n \cdot N \cdot \text{Eq}}{v}$$

Em que: ATT = acidez titulável total; n = volume da solução de NaOH utilizada na titulação (mL); N = normalidade da solução de NaOH (0,1N); Eq = grama-equivalente de ácido cítrico (64,02); v = volume da amostra (10 mL).

O potencial hidrogeniônico (pH) foi determinado utilizando-se um pHmetro (TECNAL, TEC-5, Piracicaba, Brazil), via imersão direta do eletrodo na mucilagem.

O conteúdo de vitamina C foi determinado pelo método de Tillmans conforme a metodologia do Instituto Adolfo Lutz (Zenebon et al., 2008), a qual se baseia no princípio da titulação. Os resultados foram expressos em miligramas de ácido ascórbico por 100 gramas de massa seca (mg 100g⁻¹), e calculados através da fórmula:

$$(3) \text{ AA} = \frac{V \cdot F \cdot 100}{A}$$

Em que: AA= ácido ascórbico (mg 100g⁻¹); V= Volume da solução de Tillmans gasto na titulação (mL); A= Volume da amostra utilizada (mL); F= Fator da solução de Tillmans.

O fator da solução de Tillmans foi calculado pela fórmula:

$$(4) \text{ F} = \frac{\text{VitC}}{\text{ST}}$$

Em que F= fator da solução de Tillmans; Vit C = quantidade de solução de vitamina C usado na titulação (mg); ST= volume da solução de Tillmans gasta (mL).

2.3.3 *Proteínas solúveis totais (PS) e compostos fenólicos totais (CF)*

O conteúdo de proteínas solúveis totais foi obtido conforme metodologia descrita por Bradford (Kruger, 1994). Um volume de 2 mL da mucilagem hidratada foi centrifugado (Hettich, MIKRO 220, Berlim, Alemanha) a 10000 rpm a 4 °C por 21 min. Em seguida, 100 µL do sobrenadante foi misturado a 1000 µL de reagente de Bradford. Os tubos foram agitados em vórtex (TECNAL, AP56, Araraquara, Brasil) e permaneceram à temperatura ambiente por 15 min. As leituras foram realizadas usando um espectrofotômetro (Biochrom, Libra S8, Cambridge, Inglaterra) a 595 nm. Utilizou-se albumina sérica bovina (BSA) como padrão externo. O teor de proteínas solúveis totais foi expresso em mg de proteína solúvel 100 g⁻¹ de massa seca.

A determinação do teor de compostos fenólicos totais foi realizada de acordo com Chandra & 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 combinado 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.

2.3.4 *Condutividade elétrica (CE) e teor de sódio (Na⁺) e potássio (K⁺)*

A condutividade elétrica foi caracterizada através do uso de um condutivímetro (DDS-12DW MICROPROCESSOR CONDUCTIVITY METER), cujo sensor foi colocado dentro das placas de Petri contendo as amostras de mucilagem, sendo realizada a leitura. Os resultados foram expressos em mS cm⁻¹.

Para teor de sódio e potássio, tubos de ensaio foram utilizados com 200µL de mucilagem diluídos em 9800 µL de água, na proporção de 1:50 (mucilagem: água), obtendo-se um volume final de 10 mL. O material foi filtrado e as leituras realizadas em fotômetro de chama (B-462 MICRONAL), e os resultados foram expressos em µmol de Na⁺ ou K⁺ por mL de mucilagem.

2.3.5 *Capacidade de retenção de água (CRA) e de óleo (CRO)*

A capacidade de retenção de água (CRA) foi estimada pelo método descrito por Alba & Maryna (2021). Amostras de mucilagem (0,2 g) foram adicionados a 10 mL de água destilada

em tubos Falcon, mantidos por 1 h em temperatura ambiente e agitados por 5 s a cada 15 min. Foram depois centrifugados a 5.000 rpm por 20 min. O sobrenadante foi descartado e o material dos tubos foi colocado em estufa a 55 °C para secar a água restante por 30 min.

A capacidade de retenção de óleo (CRO) foi medida de acordo com a metodologia de Gan et al. (2010). Amostras de 0,1 g de mucilagem foram adicionadas a 10 mL de óleo de soja em tubos Falcon e agitados a 200 rpm em incubadora (TECNAL, modelo TE-420) por 1 h. A mistura foi centrifugada a 5.000 rpm por 15 min, o sobrenadante foi descartado e o precipitado foi secado em estufa a 55 °C por 24h. A CRA e CRO foram calculadas e os resultados foram expressos em gramas de água e óleo adsorvido por grama de mucilagem, respectivamente, como segue:

$$(5) \text{ CRA}(\text{g g}^{-1}) = \text{CRO}(\text{g g}^{-1}) = \frac{\text{peso da mucilagem após secagem}}{\text{peso inicial da mucilagem}}$$

2.4. *Formulação dos biopolímeros*

Para a preparação do filme biopolimérico, adotou-se a metodologia descrita por Pinheiro et al. (2024). O pó resultante da extração foi hidratado em uma proporção de 4% (p/v) para formação de uma emulsão. A esta emulsão, foi adicionado glicerol como plastificante, em uma concentração de 40% (v/p) em relação ao pó, sob aquecimento constante a 70 °C. O material foi então colocado em placas de Petri e submetido à secagem em estufa a 55 °C por 24 horas para a formação dos filmes.

2.5. *Caracterização físico-química, óptica, estrutural, mecânica e térmica dos biopolímeros*

2.5.1 *Espectroscopia de 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) (Frontier da Perkin Elmer®), utilizando o acessório universal de reflexão total atenuada (UATR). Os espectros foram obtidos na região de 4000-600 cm⁻¹, resolução 8 cm⁻¹ e 8 varreduras. Para o branco, utilizou-se o ar e as medidas foram realizadas diretamente no filme sob o cristal de diamante.

2.5.2 *Espessura, transparência e cor*

A espessura (em mm) foi medida em 10 pontos aleatórios dos biopolímeros com um micrômetro digital, com resolução de 1 µm, sendo realizada uma média (Gheribi et al., 2018).

A transparência foi determinada com segmentos retangulares dos biopolímeros, os quais foram colocados em cubetas de um espectrofotômetro (Biochrom, Libra S8, Cambridge, Inglaterra), de forma perpendicular ao caminho percorrido pela luz para avaliar a absorbância a 600 nm. Uma cubeta vazia foi utilizada como controle. A transmitância (%) a 600 nm foi calculada por $Tr_{600} = 10^{-Abs} \times 100$, e a transparência foi determinada em $\% \text{ mm}^{-1}$ e calculada de acordo com a fórmula:

$$(6) T = \frac{Tr_{600}}{x}$$

Em que: T = transparência; Tr_{600} = transmitância a 600 nm; x = espessura do biopolímero (mm).

As medidas de cor foram realizadas utilizando um colorímetro portátil (RS-232 with serial output RGB-1002). Os parâmetros de cor RGB foram diretamente fornecidos pelo colorímetro, e foram convertidos para valores CIE (Commission International de l'Eclairage) $L^*a^*b^*$ utilizando o website público <http://www.easyrgb.com/index.php?X=CALC#Result>, 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 cor visual observada foi determinada a partir dos parâmetros L^* , a^* e b^* .

2.5.3 Teor de umidade (TU), solubilidade em água (SA) e permeabilidade ao vapor d'água (PVA)

O teor de umidade foi determinado em pedaços de 2,0 cm x 2,0 cm, os quais foram pesados e levados à estufa a 55 °C por 24h. Após esse período, foram pesados diariamente até se obter massa constante (massa da amostra seca). A solubilidade foi medida nos pedaços de 2,0 x 2,0 cm, secos em estufa a 55 °C por 24h, os quais foram resfriados à temperatura ambiente em dessecador, pesados e imersos em 50 mL de água destilada a 25 °C durante 30 min. Após isso, os fragmentos não dissolvidos foram armazenados na estufa por 24h a 55 °C, colocados no dessecador para esfriar e pesados ao final do processo. A pesagem final dos fragmentos determinou o teor de umidade e a solubilidade em água dos biopolímeros, expressos em % e calculados através da fórmula:

$$(7) TU = SA = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100$$

Em que: TU = teor de umidade; SA = solubilidade em água; M_i = peso inicial dos biopolímeros (g); e M_f = peso final dos biopolímeros.

A permeabilidade foi medida de acordo com o método ASTM E96/E96M (2015). Amostras dos filmes foram posicionadas de forma a tampar béqueres contendo 70g de carbonato de cálcio (CaCO₃), para obter aproximadamente 10mm de distância entre o carbonato e o filme. Os béqueres foram então colocados em dessecador com temperatura e umidade relativa monitoradas a 25 °C e 75% UR. PVA foi determinado pelo peso ganho nos béqueres e as inclinações (mudanças de peso em função do tempo) foram calculadas por regressão linear ($R^2 > 0,99$). A PVA ($\text{g mm}^{-1} \text{m}^{-2} \text{d}^{-1} \text{kPa}$) foi calculada de acordo com a fórmula:

$$(8) PVA = \frac{WVTR \cdot X}{\Delta p}$$

Em que: WVTR = é a taxa de transmissão de vapor de água ($\text{g m}^{-2} \text{d}^{-1}$) definida como a inclinação (g d^{-1}) dividida pela área de transferência (m^2); x = espessura do biopolímero (mm); Δp = é a diferença de pressão parcial de vapor de água ao longo do filme ($\Delta p = p (\text{RH2} - \text{RH1}) = 2,38 \text{ kPa}$, onde p é a pressão de vapor de saturação da água a 25 °C, RH2 = 75% e RH1 = 0%).

2.5.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análise termogravimétrica (TGA)

A morfologia microestrutural da superfície dos filmes foi avaliada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), para o qual as amostras foram montadas em stubs e cobertas com ouro utilizando um metalizador (DENTON VACUUM, modelo DESK V). Em seguida, as amostras foram inseridas em um SEM TESCAN (VEGA3), com filamento de tungstênio, onde as imagens foram obtidas utilizando uma tensão de aceleração de 20,0 kV.

A estabilidade térmica dos filmes foi avaliada por TGA usando o equipamento TGA2 (Mettler Toledo). O experimento foi realizado sob atmosfera de nitrogênio com varreduras de aquecimento de 35 a 600 °C e a uma taxa de aquecimento de 10 °C por minuto para cada amostra.

2.5.5 Propriedades mecânicas: resistência à tração, alongação na ruptura e módulo de Young

As propriedades mecânicas dos filmes foram determinadas através do teste de tração utilizando-se um texturomêtro TA. XT Plus (TA Instruments, New Castle, EUA), conforme metodologia descrita pela ASTM D882-12 (2012). Previamente às análises as amostras dos filmes, já cortadas (10 cm x 2,5 cm), permaneceram em solução salina saturada de NaBr (58% de umidade relativa) por 5 dias a $25 \pm 2^\circ\text{C}$. As condições de análise foram fixadas em: distância inicial entre as sondas – 8 cm, velocidade de ensaio constante de $1,0 \text{ mm s}^{-1}$, até a ruptura dos filmes.

A resistência à tração (MPa) foi expressa como a força máxima na ruptura dividida pela área da seção transversal inicial do filme, e a alongação na ruptura como a alongação máxima do filme em relação a seu comprimento original (%). O módulo de Young (MPa) foi expresso como a relação entre a tensão longitudinal aplicada ao filme e a deformação elástica resultante.

2.5.6 Ângulo de contato com água

Foi realizada a análise do ângulo de contato de uma gota de água em um filme utilizando um tensiômetro ótico (Optical tensiometer, Finlândia). Os filmes foram colocados em um suporte específico do equipamento e uma gota de água Mili-Q foi cuidadosamente depositada na superfície da amostra, utilizando uma seringa de precisão. As imagens foram capturadas a cada segundo, durante o intervalo de 10 segundos. O ângulo formado entre a superfície do biopolímero e a tangente da gota de água foi determinado através do software integrado no equipamento utilizado (Karbowski; Debeaufort; Voilley, 2006).

2.5.7 Difractometria de raios X

As análises de difração de raios X foi executada com auxílio de um difratômetro de raios X (Rigaku Miniflex 600, Japão), que opera em 40 kV e corrente de 15 mA. Os espectros foram colhidos em temperatura ambiente, e em uma faixa de ângulos entre $2\theta = 2-50^\circ$ e em velocidade de varredura de $2^\circ/\text{min}$.

2.6. Análise estatística

O experimento foi conduzido em delineamento em blocos casualizados (DBC) com 5 repetições, e os dados foram submetidos aos testes de normalidade e teste de Tukey a 5% de probabilidade com o auxílio do software R x64 3.4.0. Os gráficos foram elaborados utilizando os softwares Sigma Plot versão 14 (Systat Software Inc., 2020) e Origin Pro.

3 RESULTADOS

3.1. Rendimento Agroindustrial

Os cladódios de ambos os clones (MIU e OEM) resultaram em maior rendimento de mucilagem quando colhidos aos 18 meses, independente se referente ao rendimento total (Figura 3A) ou rendimento do parênquima (Figura 3B). Dentre os cladódios mais velhos, o clone MIU se destacou, apresentando um rendimento do parênquima superior.

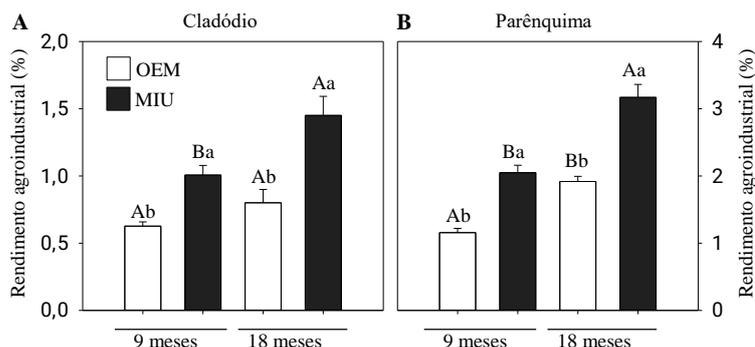


Figura 3. Rendimento agroindustrial (%) e rendimento do parênquima na mucilagem de palma forrageira, espécies *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), em relação ao cladódio inteiro (A) e parênquima aquífero (B). \pm Desvio padrão da média; valores com letras diferentes apresentam diferença significativa, maiúsculas para clone utilizado e minúsculas para a idade do cladódio ($p < 0.05$).

3.2. Propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem de palma forrageira

A mucilagem do clone MIU exibiu maiores teores de sólidos solúveis, ácido cítrico e proteínas solúveis totais quando comparada à OEM, independentemente da idade do cladódio. Entretanto, no que diz respeito à idade do cladódio, os valores de ácido cítrico e proteínas foram superiores na mucilagem extraída de cladódios jovens, enquanto os sólidos solúveis se destacaram nos cladódios mais velhos (Tabela 1).

Tabela 1. Quantificação de sólidos solúveis totais ($^{\circ}$ BRIX), acidez total titulável (% de ácido cítrico), vitamina C ($\text{mg } 100 \text{ g}^{-1}$), pH, condutividade elétrica (mS cm^{-1}), teor de sódio (Na^+) e potássio (K^+) ($\text{mg}/100\text{g}$), proteínas solúveis totais ($\text{mg } 100\text{g}^{-1} \text{ MS}$), carboidratos solúveis totais ($\text{mg } 100\text{g}^{-1} \text{ MS}$), compostos fenólicos totais ($\text{mg ácido gálico } 100\text{g}^{-1} \text{ MS}$) e capacidade de retenção de água ($\text{g água por g mucilagem}$) e óleo ($\text{g óleo por g mucilagem}$) na mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade ($p < 0.05$).

Quantificação	9 meses		18 meses	
	MIU	OEM	MIU	OEM
Sólidos solúveis totais (SS)	1,02 ± 0,09 ^{Ba}	0,12 ± 0,02 ^{Bb}	1,27 ± 0,02 ^{Aa}	0,95 ± 0,06 ^{Ab}
Acidez total titulável (ATT)	2,52 ± 0,17 ^{Aa}	1,51 ± 0,16 ^{Ab}	1,84 ± 0,32 ^{Aa}	1,01 ± 0,19 ^{Ab}
Vitamina C	4,16 ± 0,15 ^{Aa}	3,51 ± 0,20 ^{Ba}	2,65 ± 0,16 ^{Ab}	2,50 ± 0,24 ^{Ab}
pH	5,09 ± 0,01 ^{Ba}	4,99 ± 0,01 ^{Bb}	5,14 ± 0,01 ^{Ab}	5,26 ± 0,01 ^{Aa}
Condutividade elétrica	858,07 ± 3,94 ^{Aa}	265,70 ± 1,66 ^{Bb}	487,92 ± 10,86 ^{Bb}	624,35 ± 6,19 ^{Aa}
Teor de sódio (Na ⁺)	55,78 ± 9,57 ^{Aa}	84,50 ± 19,13 ^{Aa}	42,91 ± 6,26 ^{Aa}	46,21 ± 9,58 ^{Aa}
Teor de potássio (K ⁺)	232,49 ± 29,09 ^{Ba}	685,95 ± 51,15 ^{Aa}	98,13 ± 16,79 ^{Aa}	316,46 ± 60,55 ^{Ab}
Proteínas solúveis totais	15,61 ± 0,12 ^{Aa}	14,32 ± 0,27 ^{Ba}	14,93 ± 0,34 ^{Aa}	12,97 ± 0,17 ^{Bb}
Carboidratos solúveis totais	25,29 ± 0,31 ^{Ba}	27,67 ± 0,10 ^{Aa}	15,88 ± 0,70 ^{Bb}	19,79 ± 0,15 ^{Ab}
Compostos fenólicos totais	76,95 ± 1,98 ^{Bb}	171,27 ± 4,09 ^{Ab}	119,19 ± 0,56 ^{Ba}	249,82 ± 5,13 ^{Aa}
Capacidade de retenção de água	6,90 ± 0,26 ^{Ba}	13,07 ± 0,96 ^{Aa}	5,25 ± 0,26 ^{Ba}	12,82 ± 0,98 ^{Aa}
Capacidade de retenção de óleo	12,67 ± 0,67 ^{Aa}	13,95 ± 0,68 ^{Aa}	8,36 ± 0,42 ^{Aa}	12,06 ± 0,50 ^{Aa}

± Desvio padrão da média; valores com letras diferentes entre as colunas apresentam diferença significativa, maiúsculas para clone utilizado e minúsculas para a idade do cladódio ($p < 0.05$)

Por outro lado, os maiores teores de K⁺, carboidratos solúveis totais e compostos fenólicos foram obtidos na mucilagem de OEM, em ambas as idades (Tabela 1). Os teores de K⁺ e carboidratos foram superiores na mucilagem de cladódios jovens. Os cladódios jovens do clone MIU apresentaram maior pH e condutividade elétrica, enquanto nos cladódios mais velhos, tais valores foram superiores no clone OEM. A capacidade de retenção de água, por sua vez, foi significativamente superior na mucilagem de OEM, tanto em cladódios velhos como jovens, enquanto a capacidade de retenção de óleo e o teor de Na⁺ nas mucilagens não apresentaram diferença significativa entre os tratamentos (Tabela 1).

3.3. Propriedades estruturais, mecânicas, térmicas e ópticas dos filmes biopoliméricos

Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Os filmes exibiram padrões de espectroscopia de infravermelho (IR) similares, independentemente da origem dos cladódios utilizados (MIU ou OEM), seja de cladódios jovens ou velhos (Figura 4). No entanto, os filmes oriundos de MIU colhida aos 18 meses mostraram padrões de absorbância superiores, representando os maiores picos obtidos.

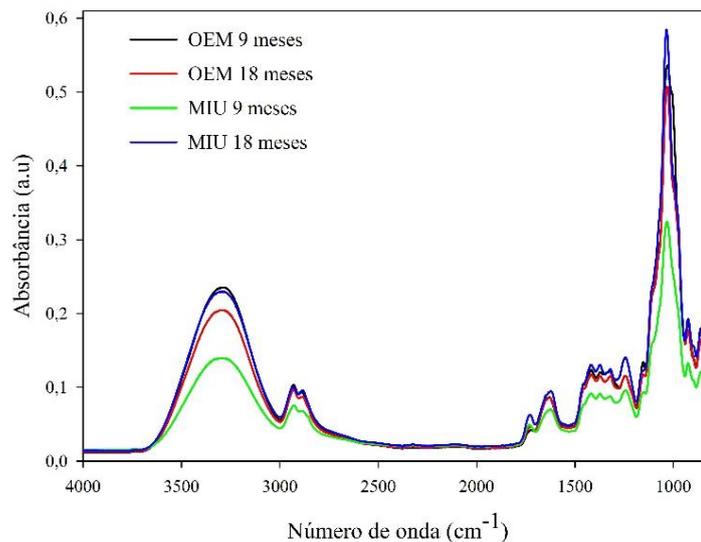


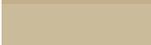
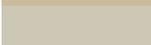
Figura 4. Espectro FTIR de filmes formulados a partir da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade.

Os espectros demonstraram uma larga faixa de absorção em torno de 3331 cm^{-1} , associada ao estiramento do grupo OH, presente tanto nos álcoois quanto nos ácidos carboxílicos, os quais comumente participam de ligações de hidrogênio entre as moléculas. A absorção em 2923 cm^{-1} foi atribuída às vibrações assimétricas de CH ou CH_2 . Observou-se um conjunto de picos entre 1240 e 1460 cm^{-1} , relacionados às vibrações de C-H, CH_2 e O-H. O pico mais destacado, aproximadamente em 1040 cm^{-1} , corresponde às vibrações de C-C e C-O, evidenciando a presença significativa de polissacarídeos na estrutura da matriz dos filmes.

Espessura, transparência e cor

As espessuras dos filmes elaborados a partir da mucilagem variaram de 0,27 a 0,33 mm (Tabela 2). Os filmes derivados de clones colhidos aos 9 meses, tanto de MIU (0,33 mm) quanto o de OEM (0,31 mm), registraram espessuras superiores quando comparados àqueles formulados a partir de cladódios mais velhos. Observou-se que os filmes derivados dos cladódios velhos de MIU exibiram uma maior transparência, quando comparados aos demais. Em geral, os cladódios mais velhos levaram à formação de filmes mais transparentes, independentes se provenientes de MIU ou OEM.

Tabela 2. Espessura (mm), transparência ($\% \text{ mm}^{-1}$) e cor de filmes formulados a partir da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade ($p < 0.05$).

Filme	Espessura (mm)	Transparência (% mm ⁻¹)	<i>L</i> *	<i>a</i> *	<i>b</i> *	Cor visual
OEM 9	0,31 ± 0,004 ^{Aa}	5,75 ± 0,08 ^{Ba}	72,44 ± 0,26 ^{Bb}	1,52 ± 0,26 ^{Aa}	20,96 ± 0,39 ^{Aa}	
OEM 18	0,29 ± 0,004 ^{Ab}	6,17 ± 0,12 ^{Ab}	76,26 ± 0,31 ^{Ba}	0,43 ± 0,24 ^{Ab}	18,58 ± 0,34 ^{Ab}	
MIU 9	0,33 ± 0,005 ^{Aa}	5,94 ± 0,11 ^{Ba}	80,31 ± 0,82 ^{Ab}	-1,08 ± 0,17 ^{Ba}	9,92 ± 0,26 ^{Ba}	
MIU 18	0,27 ± 0,004 ^{Bb}	7,93 ± 0,04 ^{Aa}	89,65 ± 1,49 ^{Aa}	-0,84 ± 0,04 ^{Ba}	10,71 ± 0,51 ^{Ba}	

± Desvio padrão da média; valores com letras diferentes entre as linhas apresentam diferença significativa, maiúsculas para clone utilizado e minúsculas para a idade do cladódio ($p < 0.05$)

Os filmes oriundos de MIU, independentemente da idade do cladódio, exibiram maiores valores de *L**, quando comparados aos do clone OEM. Entretanto, considerando a idade da planta, os maiores valores de *L** foram obtidos nos filmes provenientes de cladódios mais velhos. Por outro lado, os maiores valores de *a** e *b** foram obtidos nos filmes de OEM colhida aos 9 meses, o que pode ser evidenciado pela sua coloração visual de tons mais acentuados (Tabela 2).

Aspectos estruturais: teor de umidade, solubilidade em água e permeabilidade ao vapor d'água

Os filmes biopoliméricos derivados dos cladódios velhos do clone MIU apresentaram teores mais elevados de umidade, enquanto aqueles derivados do clone OEM exibiram valores menores (Figura 5A). No entanto, não se observou diferença significativa na solubilidade em água entre os filmes produzidos a partir dos clones MIU e OEM, com valores variando entre 38% e 42% (Figura 5B). Por outro lado, a permeabilidade ao vapor de água foi significativamente influenciada pela idade do cladódio, com os filmes provenientes de plantas maduras, especialmente do clone MIU, exibindo alta permeabilidade (Figura 5C).

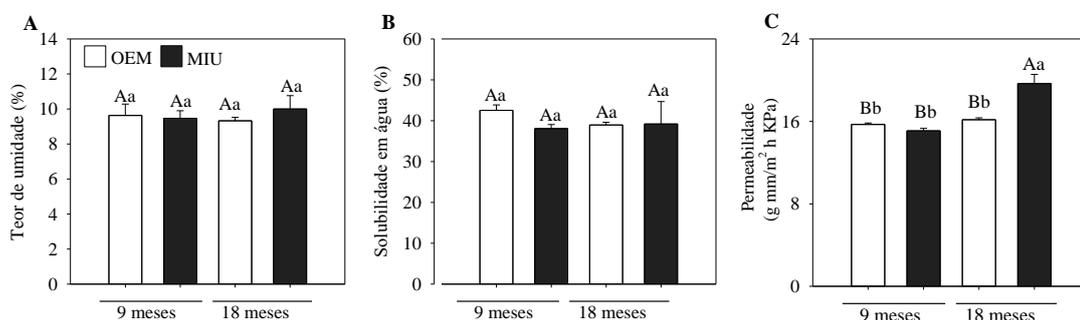


Figura 5. Teor de umidade (%), solubilidade em água (%) e permeabilidade ao vapor d'água ($\text{g mm}^{-1} \text{m}^{-2} \text{d}^{-1} \text{KPa}$) de filmes formulados a partir da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade. ± Desvio padrão da média; valores com letras diferentes apresentam diferença significativa, maiúsculas para clone utilizado e minúsculas para a idade do cladódio ($p < 0.05$).

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Todos os filmes produzidos demonstraram uma relativa homogeneidade, apresentando superfícies suaves, flexíveis e de fácil manipulação. Os filmes derivados de OEM, tanto de clones jovens quanto de velhos, exibiram uma tonalidade mais amarelada e escura, em contraste com os filmes de MIU, que se mostraram visualmente mais esbranquiçados e claros. Microscopicamente, notou-se que os filmes de OEM exibiram uma matriz polimérica mais porosa e rugosa, particularmente evidenciada na ampliação de 500x (Figura 6 – F e L). Por outro lado, os filmes de MIU foram mais compactos e bem estruturados (Figura 6 – C e I). Os filmes originados de cladódios mais velhos em geral apresentaram menor porosidade, além de exibirem uma microestrutura mais compacta e superfícies mais lisas (Figura 6 – G e J).

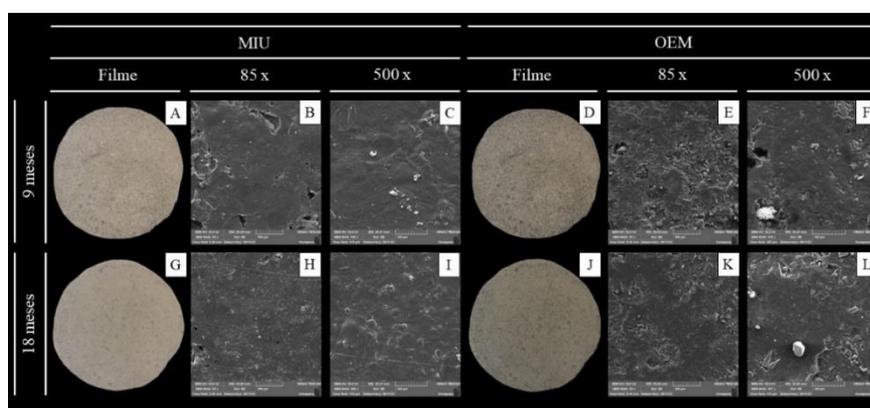


Figura 6. Imagens (A; G; D; J) e micrografias nas ampliações de 85x (B; H; E; K) e 500x (C; I; F; L) da superfície de filmes formulados a partir da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) (A; B; C; G; H; I) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM) (D; E; F; J; K; L), colhidas aos 9 (A; B; C; D; E; F) e 18 (G; H; I; J; K; L) meses de idade.

Propriedades mecânicas

As características mecânicas dos filmes formulados foram substancialmente afetadas pela espécie vegetal e pela idade dos cladódios. Independentemente da idade do cladódio, os filmes de OEM demonstraram uma maior resistência à tração (Figura 7A) e uma maior alongação na ruptura (Figura 7B), sugerindo uma maior flexibilidade do material. Além disso, os filmes produzidos com cladódios jovens apresentaram valores superiores em ambos os parâmetros. Por outro lado, os filmes de OEM provenientes de cladódios jovens exibiram um maior módulo de Young (Figura 7C), enquanto os filmes de MIU obtiveram os maiores valores a partir de plantas velhas.

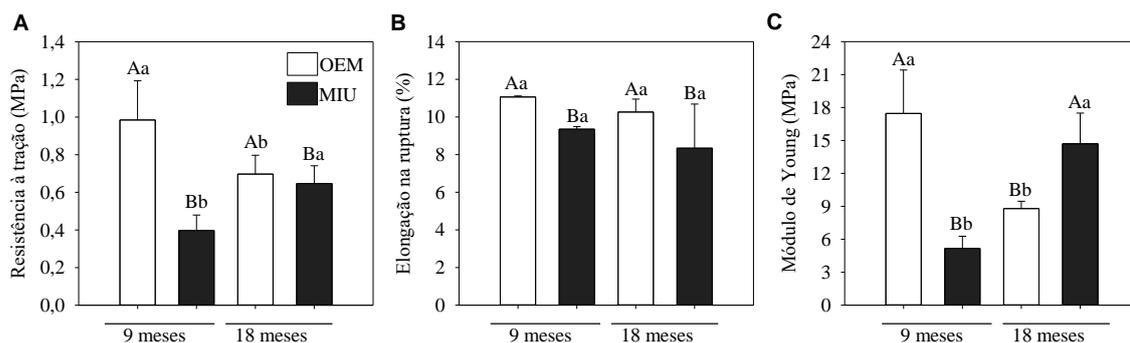


Figura 7. Resistência à tração (MPa), alongação na ruptura (%) e Módulo de Young (MPa) de filmes formulados a partir da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade. \pm Desvio padrão da média; valores com letras diferentes apresentam diferença significativa, maiúsculas para clone utilizado e minúsculas para a idade do cladódio ($p < 0.05$).

Análise termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica foi empregada para fins de avaliação da estabilidade térmica dos biopolímeros obtidos, obtendo-se a porcentagem de perda de massa dos filmes em função do aumento na temperatura. As temperaturas de degradação (Tabela 3) foram determinadas a partir das curvas DTG, enquanto as perdas de massa foram determinadas pelas curvas de massa residual, e tais perfis são apresentados na figura 8. Nos filmes produzidos, a perda de massa ocorreu em três estágios principais, devido à complexidade da matriz polimérica, a mucilagem (Tabela 3). Ao fim do processo de degradação térmica, os filmes oriundos de cladódios jovens de OEM exibiram maior massa residual, indicando maior estabilidade térmica nesses materiais (Figura 8).

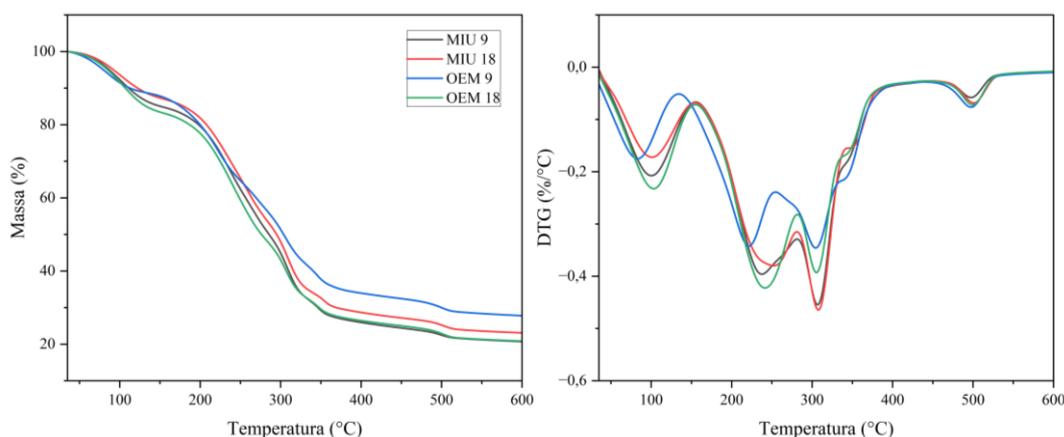


Figura 8. Massa residual e curvas DTG de filmes formulados a partir da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade; os picos DTG representam a temperatura máxima de degradação a cada estágio.

Nos filmes oriundos de cladódios jovens ocorreu inicialmente uma perda de massa de 13% em 83 °C (OEM 9) e 99 °C (MIU 9), a qual é referente à perda de umidade dos filmes por evaporação. A segunda perda de massa, de 49%, ocorreu em 221 °C (OEM 9) e 237 °C (MIU 9), e é relacionada com a degradação das cadeias laterais da mucilagem. O último estágio, com 74% de perda de massa, foi composto por dois picos de degradação nas temperaturas de 304 °C e 497 °C (OEM 9), e de 306 °C e 496 °C (MIU 9), e tal perda é atribuída à degradação da cadeia principal de monossacarídeos da mucilagem. Nos filmes formulados com mucilagem proveniente de cladódios velhos, os mesmos três estágios foram visualizados: primeiro, a perda de massa referente à umidade, de 13%, em 103 °C (OEM 18) e 101 °C (MIU 18); em seguida, houve uma perda de massa de 48% em 241 °C (OEM 18) e 253 °C (MIU 18); por último, um estágio de 77% de perda de massa, composto de dois picos nas temperaturas de 305 e 499 °C (OEM 18) e 308 e 500 °C (MIU 18).

Tabela 3. Temperaturas máximas de degradação em diferentes estágios de degradação térmica de filmes formulados a partir da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade.

Amostras	1° estágio		2° estágio		3° estágio	
	T _{máx} (°C)	T _{máx} (°C)	T _{máx} (°C)	T _{máx} (°C)	T _{máx} (°C)	T _{máx} (°C)
OEM 9	83	221	304	497		
OEM 18	103	241	305	499		
MIU 9	99	237	306	496		
MIU 18	101	253	308	500		

Ângulo de contato com água

Os filmes formulados a partir de cladódios jovens, tanto de OEM quanto de MIU, exibiram maior ângulo de contato que aqueles provenientes de plantas velhas (Figura 9). Ao depositar água sobre a superfície das amostras, gotas mais proeminentes se formaram nos filmes oriundos de plantas jovens de palma, indicando maior hidrofobicidade.

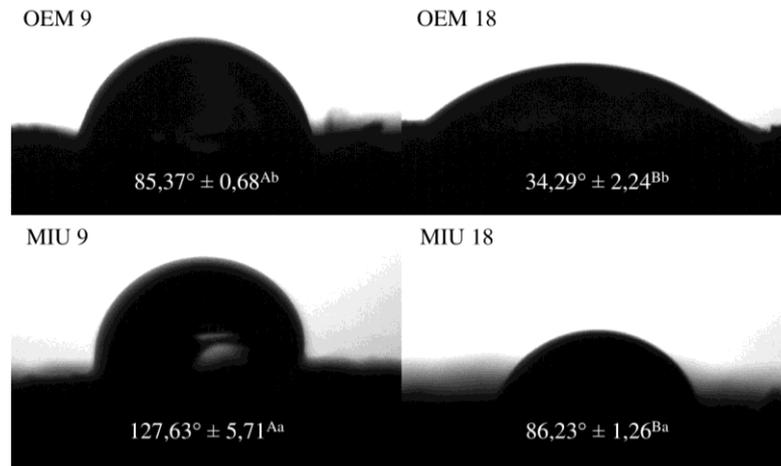


Figura 9. Ângulo de contato com água ($^{\circ}$) de filmes formulados a partir da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade. Desvio padrão da média; valores com letras diferentes apresentam diferença significativa, maiúsculas para clone utilizado e minúsculas para a idade do cladódio ($p < 0.05$).

Difratometria de raios X

Os espectros de DRX dos filmes exibiram picos acentuados por volta de $2\theta = 13^{\circ}$ a 15° , bem como picos mais suaves em 21° . Os maiores picos foram obtidos em $2\theta = 24^{\circ}$, em especial nos filmes provenientes de OEM. Alguns outros destaques foram observados em 30° e 38° (Figura 10).

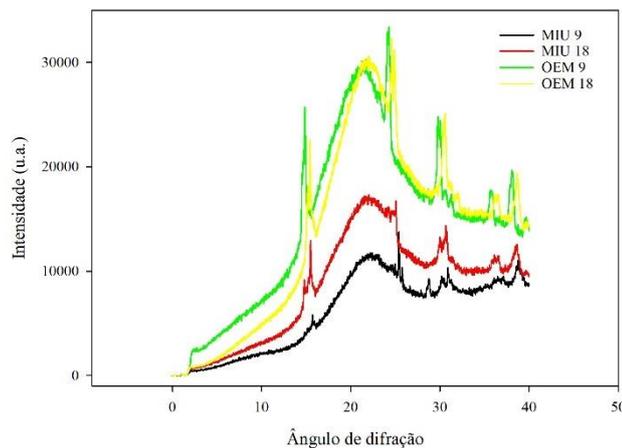


Figura 10. Difratometria de raios X de filmes formulados a partir da mucilagem de *Nopalea cochenillifera* (L.) Salm-Dyck (MIU) e *Opuntia stricta* (Haw.) (OEM), colhidas aos 9 e 18 meses de idade.

4 DISCUSSÃO

Propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem dos cactos

A mucilagem extraída das cactáceas é um biopolímero cujas propriedades são influenciadas por diversos fatores, dentre os quais se destacam o gênero utilizado, estação do ano e horário de colheita. Assim, tendo em vista que fatores ambientais e meteorológicos (precipitação, pluviométrica, temperatura, umidade, competição) levam a alterações nas características físico-químicas e estruturais da mucilagem, torna-se essencial compreender tais respostas em função de diferentes condições meteorológicas e manejos agrícolas, considerando a sua vasta aplicação na indústria de embalagens e revestimentos, bem como a necessidade de aprimorar as propriedades dos biomateriais obtidos (Pinheiro et al., 2024). Dessa forma, o propósito deste estudo foi avaliar as variações nas características da mucilagem de cactáceas dos gêneros *Opuntia* e *Nopalea*, coletadas em diferentes estágios de maturação. Além disso, buscou-se investigar os efeitos resultantes dessas variações na produção de filmes biopoliméricos derivados da mucilagem.

A mucilagem é um hidrocoloide solúvel em água extraído dos cladódios das cactáceas e outras espécies de plantas, bem como de diversas partes dos vegetais (sementes, folhas, frutos e raízes), representando cerca de 14% do peso seco dos cladódios da palma forrageira (Contreras-Padilla et al., 2016). Estruturalmente, é um polissacarídeo polimérico complexo, composto principalmente de carboidratos e uma estrutura altamente ramificada que consiste em unidades monoméricas, como L-arabinose, D-galactose, D-xilose, L-ramnose e ácido galacturônico (Adhikary et al., 2023). No presente estudo, foram quantificados os carboidratos totais (CT) e os sólidos solúveis totais (SS). Observou-se que o genótipo OEM apresentou maiores teores de CT, em especial os cladódios jovens. Isso pode estar relacionado à atividade metabólica intensificada em plantas mais jovens, resultando em uma maior taxa fotossintética e, conseqüentemente, no acúmulo de polissacarídeos. Por outro lado, Ribeiro et al. (2010) relataram maior teor de açúcares no extrato de cladódios mais velhos de *O. ficus-indica*, o que indica que a proporção de tais componentes na palma é dependente do tecido analisado, bem como da variedade de cacto estudada. Em contraste, o genótipo MIU demonstrou níveis superiores de SS (Tabela 1), o que pode explicar parcialmente sua aptidão forrageira, devido ao seu maior teor de açúcares, tornando-o mais palatável para os animais na forma de forragem. Além dos polissacarídeos, a mucilagem também contém, em menores proporções, proteínas, lipídios, compostos fenólicos e nutrientes minerais como sódio, potássio e cálcio (Vieira & Cordeiro, 2023). Tais macromoléculas desempenham funções complementares na composição

e nas características funcionais da mucilagem. Dada a influência desses compostos nas propriedades funcionais dos filmes biopoliméricos à base de mucilagem, torna-se imperativo realizar a sua quantificação.

O rendimento da mucilagem extraída da palma forrageira representa uma das principais barreiras para sua aplicação industrial, visto que um baixo rendimento pode inviabilizar sua utilização em larga escala. O rendimento de mucilagem foi significativamente superior na extração com cladódios mais velhos (> 1,4%), sendo maior que o relatado por (Pinheiro et al., 2024) nas mucilagens de *O. stricta* (0,41%) e *N. cochenillifera* (0,85%). Com o aumento da idade da planta, tanto o número quanto o tamanho dos cladódios tendem a aumentar, o que pode ter contribuído para o aumento na síntese de mucilagem (Erol, 2021). Além disso, o período de crescimento da palma experimentou mudanças nas condições ambientais, como disponibilidade de água, temperatura e umidade do ar. Os cladódios mais velhos passaram por um período de seca extrema entre agosto e dezembro de 2021 (Figura 1), o que por sua vez pode ter favorecido um maior acúmulo de mucilagem em seus tecidos, visto que já foi relatado aumento no rendimento de mucilagem em estações quentes e secas (du Toit et al., 2020).

Uma característica fundamental presente em vegetais destinados à alimentação animal ou humana reside em sua capacidade nutricional ou funcional. Devido à presença de diversos compostos com propriedades bioativas, os cladódios da palma são amplamente aplicados em alimentos e cosméticos, além de em produtos farmacêuticos e nutracêuticos. Sciacca et al. (2021), por exemplo, relataram que a incorporação de extrato de cladódios *O. ficus-indica* (10% p/p) em pães de trigo levou a aumento na atividade antioxidante sem, no entanto, afetar suas propriedades reológicas, tais como cremosidade e maciez. Além disso, o uso do pó oriundo de cladódios (*O. ficus-indica* f. *inermis*) como substituto da farinha de trigo em biscoitos induziu aumento nos teores de fibras e minerais (Msaddak et al., 2015). Nesse contexto, foram quantificados os teores de vitamina C e ácido cítrico, sendo este último relacionado à acidez titulável na mucilagem, tendo em vista caracterizar os parâmetros nutricionais da matriz polimérica.

Os teores de ácido cítrico na mucilagem variaram de 1,01% a 2,52%, com os maiores valores sendo obtidos nos cladódios jovens, contrastando com os 0,30% registrados por Corrales-García et al. (2004). Este aumento em relação aos valores exibidos na literatura pode impactar a utilização industrial da mucilagem de cactos como revestimento e em produtos alimentícios, devido às propriedades antioxidantes e preservativas do ácido cítrico (Ciriminna et al., 2017), melhorando a estabilidade e durabilidade dos produtos formulados. Harrak (2021)

também relatou um decréscimo significativo no teor de ácido cítrico no pó de cladódios velhos de *O. ficus-indica*. De forma similar, os maiores valores de vitamina C foram obtidos em cladódios jovens, em ambos os clones ($> 3,5 \text{ mg } 100 \text{ g}^{-1}$). Os cladódios jovens de cactos tendem a ter um teor mais alto de ácido ascórbico em comparação com os cladódios velhos, visto que as partes mais jovens das plantas geralmente têm maior atividade metabólica e estão em estágios de crescimento ativo, o que pode resultar em níveis mais elevados de nutrientes, incluindo o ácido ascórbico (Farias et al., 2023). Além disso, a vitamina C é sensível ao calor, luz e oxigênio, e sua concentração pode diminuir com o amadurecimento e a exposição prolongada a tais fatores (Smirnoff & Wheeler, 2000).

Os valores de pH observados na mucilagem foram superiores nos cladódios velhos, o que também foi relatado por Harrak (2021) em cladódios mais velhos de *O. ficus-indica*. O pH variou entre 4,99 e 5,27 (Tabela 1), exibindo valores ligeiramente ácidos. Isso é considerado significativo para a formulação de filmes, considerando que Espino-Díaz et al. (2010) investigaram a influência do pH na produção de biopolímeros utilizando mucilagem de palma forrageira, e relataram que filmes formulados com mucilagem apresentando pH entre 5 e 6 demonstraram propriedades mecânicas superiores, incluindo maior resistência e espessura. O pH obtido também pode desempenhar um papel crucial na formulação de revestimentos destinados a mitigar o escurecimento em frutas e vegetais, o que decorre da capacidade de ambientes ácidos em minimizar as reações oxidativas responsáveis pelo escurecimento (Pinheiro et al., 2024). De maneira similar, a condutividade elétrica (CE), que reflete a concentração de íons presentes, constitui um parâmetro de relevância que exerce uma influência direta na viscosidade da mucilagem, impactando significativamente suas propriedades de manuseio e sua capacidade intrínseca de formar filmes (Kurd et al., 2017). A CE foi superior em cladódios jovens de MIU, o que pode comprometer a qualidade dos filmes biopoliméricos. É relatado que a introdução de íons com carga positiva tende a diminuir a repulsão intermolecular e, por conseguinte, a expansão molecular, resultando em uma redução substancial na viscosidade do material mucilaginoso, como destacado por Krevelen (1997). Isso sugere que cladódios de MIU em estágios mais avançados têm uma capacidade aprimorada para sintetizar mucilagem mais adequada para biofilmes. Contudo, a estabilidade da mucilagem, influenciada por fatores bióticos e abióticos, pode alterar a síntese de compostos na planta e as propriedades filmogênicas. Além disso, métodos de extração, tipos de secagem e plastificantes utilizados podem causar mudanças significativas no produto final, tornando generalizações sobre o efeito de compostos vegetais inconclusivas.

A mucilagem dos cladódios jovens apresentou teores de Na⁺ e K⁺ superiores aos dos cladódios velhos em ambos os clones de palma forrageira, possivelmente contribuindo para a maior CE observada nos cladódios jovens (Tabela 1). Durante o ciclo de vida, a planta direciona mais nutrientes para o desenvolvimento de estruturas reprodutivas, como flores e frutos, o que pode diminuir os teores de sódio e potássio nos cladódios mais velhos (Weiner, 2004). Além disso, os cladódios velhos enfrentaram baixa disponibilidade hídrica entre o 9º e o 12º mês, prejudicando a absorção de água e nutrientes e alterando a distribuição desses minerais na planta (Steudle, 2000). De forma similar, os cladódios jovens, em especial do genótipo MIU, exibiram maior teor de proteínas solúveis (> 15,6 mg 100g⁻¹), o que pode ser atribuído à dinâmica metabólica e ao desenvolvimento fisiológico da fase jovem do tecido cactáceo. Mounir et al. (2020) também relataram diminuição significativa no teor proteico dos cladódios ao longo dos estágios de desenvolvimento da planta, indicando que as condições ambientais como disponibilidade de água, temperatura e períodos claro-escuro estão implicados na síntese de proteínas.

A família Cactaceae compreende espécies que contém grandes teores de polifenóis (Jaramillo-Flores et al., 2003), fator que torna importante a quantificação dos compostos fenólicos totais na mucilagem de palma, tendo em vista as suas possíveis aplicações em produtos alimentícios e nutracêuticos. Além disso, relata-se que tais compostos influenciam as propriedades dos filmes obtidos de mucilagem. Os resultados evidenciaram um maior teor de fenóis na mucilagem oriunda de cladódios velhos, com destaque ao clone OEM (> 249 mg AG 100g⁻¹ MS), o que pode ser atribuído a um acúmulo progressivo desses compostos ao longo do tempo. O aumento na idade dos cladódios está associado a um prolongado período de exposição às condições ambientais e estresses bióticos, induzindo a planta a intensificar a produção de fenóis como parte de suas respostas de defesa (Dadáková et al., 2020). Ademais, a maturação dos cladódios está frequentemente acompanhada de processos metabólicos importantes, tais como a senescência de frutos e a lignificação, que contribuem para a biossíntese e acumulação de fenóis. Segundo Jakobek (2015), os compostos fenólicos demonstram a habilidade de interagir com os grupos reativos inerentes à mucilagem, resultando na diminuição do volume do filme formado, assim como na redução de suas propriedades de barreira à água. Assim, o maior teor de fenóis nos cladódios velhos pode ter favorecido a maior permeabilidade (Figura 5C) e menor resistência à tração (Figura 7A) dos filmes oriundos dessa mucilagem. Nesse contexto, a remoção dos polifenóis da mucilagem emerge como um fator essencial para otimizar o processo de formulação dos filmes biopoliméricos, podendo então favorecer a utilização de

mucilagem proveniente de plantas jovens. Por outro lado, foi relatado que altas concentrações de fenólicos (entre 118 e 126 mg GAE 100 g⁻¹) na mucilagem favorece sua aplicação em produtos alimentícios, tais como biscoitos e pães (Dick et al., 2020).

As propriedades de capacidade de retenção de água (CRA) e óleo (CRO) apresentam correlação com a composição e as características estruturais das fibras vegetais. No presente estudo a mucilagem exibiu baixa capacidade de retenção de água, o que se revela vantajoso para a formulação de filmes. Ademais, a mucilagem obtida de cladódios jovens exibiu maiores valores de CRA, o que está associado a um maior teor de carboidratos nesse material, os quais apresentam características hidrofílicas (Vieira et al., 2021). Uma elevada CRA na mucilagem é desejável para melhorar a textura em diversos produtos alimentícios, como pães e sobremesas. No entanto, essa característica a torna inadequada para a produção de filmes biopoliméricos, especialmente revestimentos, que têm como função principal atuar como barreira à umidade (López-Cervantes et al., 2011). Entretanto, tratando-se do revestimento de alimentos com baixo teor de umidade, essa mucilagem pode ser aplicada. A capacidade de retenção de óleo, por sua vez, constitui um parâmetro relevante para avaliar a natureza hidrofóbica das partículas que compõem a fração de fibra da mucilagem, estando diretamente associada às propriedades emulsificantes. A CRO obtida no presente estudo, em especial nos cladódios jovens de OEM (> 13g g⁻¹), foi substancialmente superior à relatada por Monrroy et al. (2017), na mucilagem de *Opuntia cochenillifera* (1,8 g g⁻¹). Dessa forma, a alta CRO obtida sugere que a mucilagem pode ser empregada para melhorar a textura de produtos alimentícios, além de apresentar propriedades hidrofóbicas, o que pode favorecer a produção de filmes. A retenção de óleo na estrutura dos filmes formulados a partir da mucilagem pode aumentar sua estabilidade dimensional e resistência à umidade, tornando-os menos suscetíveis à degradação causada pela exposição ao ambiente externo. Isso contribui para a durabilidade e a vida útil dos filmes em uso (Martins; Cerqueira; Vicente, 2012). No entanto, em relação à CRO, não houve diferença significativa entre as mucilagens de cladódios jovens e velhos.

Considerando que a mucilagem extraída de cladódios envelhecidos apresentou maior pH, elevados teores de compostos fenólicos e proteínas, além de exibir boas propriedades de retenção de água e óleo, esses hidrocoloides têm potencial para aplicação na formulação de produtos alimentícios. Especificamente, podem ser utilizados em produtos como biscoitos, massas e iogurtes, onde poderiam desempenhar funções como estabilizantes, emulsificantes e agentes espumantes (Gao; Liu; Liang, 2024).

Propriedades estruturais, mecânicas, térmicas e ópticas dos filmes biopoliméricos

As características distintas de cada espécie utilizada, bem como a idade do cladódio, influenciaram as propriedades físico-químicas, mecânicas e estruturais dos filmes formulados. Todos os filmes produzidos exibiram uma notável homogeneidade, caracterizados por superfícies suaves, flexíveis e facilmente manipuláveis. Destaca-se que os filmes derivados da mucilagem de OEM, tanto de cladódios jovens quanto de cladódios mais velhos, demonstraram uma tonalidade mais intensamente amarelada e escura, ao contrário dos filmes provenientes de MIU, que apresentaram visualmente tonalidades mais esbranquiçadas e claras (Tabela 2). A análise da estrutura microscópica revelou que os filmes de OEM exibiram uma matriz polimérica mais porosa e rugosa. Por outro lado, os filmes de MIU mostraram-se microscopicamente mais compactos e bem estruturados (Figura 6). Em relação à idade dos cladódios, observou-se que os filmes provenientes de cladódios velhos, em geral, apresentaram menor porosidade, além de exibirem uma microestrutura mais compacta e superfícies mais lisas. Entretanto, a performance dos filmes oriundos de cladódios jovens também foi satisfatória, tendo em vista suas superfícies homogêneas e suaves.

Os espectros de infravermelho constituem uma forma de caracterização química que se assemelha a uma "impressão digital" molecular do material, estabelecendo correlações entre as frequências de absorção observadas e as frequências associadas a ligações químicas conhecidas. Essa abordagem proporciona informações sobre as interações moleculares presentes no material analisado. Os espectros obtidos dos filmes derivados de cladódios de ambos os clones, em distintos estágios de maturação, exibiram perfis similares entre si (Figura 4). Frequências distintivas associadas a grupos funcionais comuns em mucilagens, como ácidos carboxílicos, grupos éter e álcool, foram identificadas. Notavelmente, o maior pico, por volta de 1040 cm^{-1} , foi observado nos filmes de OEM derivados de cactos jovens. Tal pico é atribuído aos polissacarídeos presentes na mucilagem, o que é confirmado pelo maior teor de carboidratos nos cladódios jovens de OEM (Tabela 1). Essas características espectrais refletem diretamente nas propriedades estruturais e mecânicas dos filmes. A presença de certos picos no espectro de FTIR pode indicar interações moleculares específicas, como ligações de hidrogênio ou interações van der Waals, que afetam diretamente a coesão interna do filme. Além disso, filmes com interações moleculares fortes tendem a ser mais rígidos e menos permeáveis, enquanto aqueles com interações mais fracas são mais flexíveis e podem apresentar maior permeabilidade (Rodríguez-González et al., 2014).

De forma geral, os filmes obtidos a partir da mucilagem de MIU exibiram maior transparência ($> 5,9 \text{ \% mm}^{-1}$). Por outro lado, nos filmes de OEM, uma maior espessura implicou numa redução proporcional na transparência, o que por sua vez também foi acompanhado por uma pigmentação mais amarelada (Tabela 2). A maior espessura dos filmes de OEM também promoveu uma redução na permeabilidade, o que implica em maior proteção tendo em vista sua aplicação como embalagem alimentícia (Mueller et al., 2024). Os filmes desenvolvidos neste estudo ($> 0,27 \text{ mm}$) exibiram espessuras superiores àqueles preparados por Gheribi et al. (2018), que obtiveram espessuras em torno de $0,13 \text{ mm}$. Esta disparidade possivelmente decorre das diferenças na composição da mucilagem, variações nos teores de plastificante, divergências nos métodos de secagem da mucilagem e nas formulações dos filmes adotadas entre os estudos. Além disso, os filmes mais espessos foram aqueles cuja mucilagem foi obtida de cladódios jovens, o que pode estar fortemente associado ao maior conteúdo de polissacarídeos nessas matrizes (Tabela 1). É importante ressaltar que a elevada transparência do filme frequentemente se associa a uma menor espessura, o que é considerado uma característica vantajosa. Os filmes mais finos e transparentes podem ser especialmente úteis como revestimentos para produtos alimentícios, garantindo propriedades de barreira e proteção, sem comprometer a visibilidade do produto. Entretanto, uma maior transparência acarreta menor proteção contra a fotodegradação (Pinheiro et al., 2024). Assim, materiais com baixa transparência podem ser propícios para limitar a transmissão de luz através da matriz do filme, apresentando potencialidades de aplicação significativas no revestimento de produtos alimentícios suscetíveis à degradação fotoinduzida (Oliveira et al., 2019).

Algumas das propriedades mais afetadas pela idade e espécie de cacto utilizado são as referentes à coloração dos filmes produzidos. No sistema de cores $L^*a^*b^*$ a cor é expressa através de números relacionados às coordenadas L^* (luminosidade, com valores entre 0-100, mais escuro para mais claro), a^* para vermelho (+a) a verde (-a) e b^* para amarelo (+b) a azul (-b) (Cotrim et al., 2016). No presente estudo, observou-se que os filmes mais escuros e amarelados, referentes aos menores valores de L^* e maiores valores de b^* (Tabela 2), foram associados à mucilagem de OEM, fato que já foi relatado em outros estudos de filmes biopoliméricos baseados em mucilagem (Gheribi et al., 2018; Pinheiro et al., 2024). Por outro lado, os filmes mais esbranquiçados e claros foram os formulados com a mucilagem de MIU.

Filmes e revestimentos comestíveis à base de carboidratos geralmente apresentam elevada permeabilidade à água devido à sua natureza hidrofílica. No entanto, para aplicações em embalagens alimentícias, é crucial minimizar a permeabilidade ao vapor d'água dos filmes

para garantir uma proteção eficaz, reduzindo a transmissão de umidade entre a atmosfera e os alimentos revestidos, como frutas e carnes. Foi observado que os filmes de MIU oriundos de cladódios velhos foram mais permeáveis à umidade ($> 19 \text{ g mm}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ d}^{-1} \text{ KPa}$), o que pode ser prejudicial para a sua aplicação na indústria de revestimentos. Em contraste, filmes derivados de cladódios jovens demonstraram permeabilidade reduzida, tornando-os mais adequados para tais aplicações. Na indústria farmacêutica, especialmente em processos de nanoencapsulação, a baixa permeabilidade à água é igualmente importante para proteger os compostos ativos contra a degradação por umidade e para controlar a liberação dos mesmos (AnuBhushani; Anandharamakrishnan, 2014). Portanto, a escolha de mucilagem de cladódios jovens para a produção de filmes biopoliméricos pode oferecer vantagens significativas em termos de desempenho e funcionalidade numa variedade de meios industriais.

No presente estudo a solubilidade em água ($> 38\%$) e teor de umidade ($> 9\%$) dos filmes não foram influenciados pelo clone utilizado ou pela idade do cladódio, não exibindo diferença significativa entre os tratamentos. Entretanto, os valores obtidos foram inferiores aos relatados por Mannai et al. (2023) e Pinheiro et al. (2024), em estudos com filmes biopoliméricos de *O. ficus-indica* e *O. stricta*, respectivamente. Tais parâmetros são características essenciais a serem avaliadas em biopolímeros destinados a aplicações industriais. Quando os filmes biopoliméricos são propostos como alternativas aos plásticos convencionais ou são utilizados como revestimentos para produtos cárneos ou outras mercadorias suscetíveis à umidade, é fundamental que os filmes exibam baixa solubilidade em água. Isso é crucial para garantir resistência e manutenção da integridade estrutural dos materiais, mesmo quando expostos a ambientes úmidos (Cotrim et al., 2016). Além disso, tais propriedades têm influência direta sobre os atributos mecânicos dos filmes produzidos. A água pode competir com as ligações de hidrogênio intramoleculares no biopolímero, enfraquecendo a estrutura interna do material, o que pode levar a uma diminuição na resistência mecânica e na integridade estrutural (Shankar et al., 2015).

Os materiais destinados à embalagem de alimentos também devem possuir características de resistência mecânica apropriadas para garantir a preservação da integridade dos alimentos. Relata-se que materiais compostos majoritariamente de polissacarídeos, tais como amido, celulose e quitosana, são propícios para a produção de filmes biopoliméricos, pois tais compostos podem atribuir aos filmes formulados atributos desejáveis (Fazeli; Keley; Biazar, 2018). As propriedades mecânicas dos filmes e revestimentos biopoliméricos desempenham um papel fundamental tendo em vista a sua ampla gama de aplicações

alimentícias e biomédicas. A resistência à tração, alongação na ruptura e o módulo de Young são características essenciais que determinam a capacidade do biomaterial de suportar cargas mecânicas, resistir à deformação e manter sua integridade estrutural (Shah et al., 2023). A flexibilidade e a resistência são cruciais em aplicações como embalagens alimentícias e farmacêuticas, em que os filmes precisam proteger os produtos durante o manuseio e o transporte. Além disso, a capacidade dos filmes de se adaptarem às superfícies irregulares dos alimentos contribui para a eficácia da embalagem (Tosif et al., 2021).

Os filmes de OEM, independentemente da idade do cladódio, exibiram valores superiores de alongação na ruptura ($> 10\%$), a qual é definida como a capacidade do filme de esticar antes do momento da quebra. Conseqüentemente, uma maior alongação indica que a estrutura da amostra pode ser considerada flexível, com o oposto apontando menor flexibilidade dos filmes formulados (Remedio et al., 2023). De forma similar, a maior resistência à tração ($> 0,9$ MPa) e módulo de Young ($> 17\%$) foram observados nos filmes oriundos de cladódios jovens, em especial do clone OEM. A resistência representa a capacidade do material de suportar forças de tração sem se romper, como a aplicada durante o processo de estiramento ou quando o filme é submetido a tensões mecânicas, sendo uma medida da coesão e compatibilidade entre as cadeias poliméricas. Já o módulo é uma medida da elasticidade do material, ou seja, sua capacidade de retornar à sua forma original após ser deformado por uma força externa. Quanto maior for o módulo de Young de um filme biopolimérico, mais rígido ele será e mais resistente à deformação elástica ele se mostrará sob uma determinada tensão aplicada (Van Rooyen et al., 2023). Dessa forma, os resultados indicam que os filmes de plantas jovens de OEM se mostraram mais adequados para aplicação na indústria de embalagens.

A caracterização do ângulo de contato com água é crucial na avaliação das propriedades de superfície de filmes, fornecendo informações sobre seu potencial hidrofílico ou hidrofóbico. É um parâmetro fundamental, pois influencia diretamente a interação do filme com água e outros líquidos, afetando propriedades como adesão, permeabilidade, e estabilidade em ambientes úmidos. Observou-se que filmes derivados de mucilagem proveniente de cladódios jovens de MIU exibiram maiores ângulos de contato ($> 127^\circ$), indicando que são menos hidrofílicos que aqueles oriundos de plantas velhas. Este comportamento pode ser atribuído à organização estrutural mais densa e compacta nesses filmes, o que reduz a capacidade de absorção de água. Adicionalmente, a diferença na microestrutura superficial entre os filmes pode também influenciar a dispersão e a adesão da água na superfície. Estes fatores contribuem para um comportamento menos hidrofílico, o que pode ser vantajoso para aplicações que

requerem resistência à umidade e menor absorção de água, como embalagens biodegradáveis ou filmes protetores (Li et al., 2020).

A análise térmica é uma técnica que fornece informações sobre a estabilidade, degradação, fusão e transição vítrea que ocorre em biomateriais quando os mesmos são sujeitos a alterações térmicas (Gheribi et al., 2018). Tais informações são de suma importância tendo em vista as possíveis aplicações de filmes e revestimentos nas indústrias alimentícia e farmacêutica, pois a estabilidade desses materiais em função de processos de aquecimento e resfriamento deve ser garantida a fim de manter os parâmetros de qualidade de alimentos revestidos, bem como dos diversos materiais formulados. Em biopolímeros cuja matriz polimérica é um polissacarídeo, quando submetidos a aquecimento, geralmente ocorrem alguns fenômenos termogravimétricos principais: a remoção das moléculas de água (desidratação), seguida de fragmentação e decomposição da cadeia polimérica (Gheribi et al., 2019). Nos filmes estudados a perda de massa ocorreu em três estágios, devido à complexidade de sua matriz polimérica, a mucilagem. O padrão de degradação térmica foi similar ao relatado por Andrada et al. (2024) em filmes de *Nopalea cochenillifera*. Ao fim do processo de degradação induzido pelo aquecimento, os filmes oriundos de cladódios jovens de OEM exibiram maior massa residual, indicando assim uma maior estabilidade térmica nesses materiais.

Os espectros de difratometria de raios X dos filmes revelaram que os maiores picos foram obtidos nos filmes de OEM, enquanto os menores foram observados nos filmes de MIU. O pico em $2\theta = 13^\circ$ é frequentemente associado à presença de estruturas amorfas, sugerindo uma menor cristalinidade no material. Os picos em $2\theta = 21^\circ$ e 24° estão relacionados a regiões mais cristalinas dentro da matriz polimérica, indicando a presença de polissacarídeos ordenados (OUDIR et al., 2024). Tais resultados podem ser atribuídos a várias causas, relacionadas tanto à composição química quanto à estrutura física da mucilagem extraída de cada gênero de cacto. O genótipo OEM tende a ter uma maior concentração de polissacarídeos cristalinos em sua mucilagem, que contribuem para a formação de regiões mais ordenadas e, conseqüentemente, picos de maior intensidade nos espectros de DRX. Esses picos refletem uma maior cristalinidade, o que pode resultar em filmes com propriedades mecânicas mais robustas e menos flexíveis. Por outro lado, a menor cristalinidade nos filmes de MIU indica uma estrutura mais amorfa e flexível, porém menos resistente (Teshager; Atlabachew; Alene, 2024), o que foi confirmado pela menor resistência à tração desses filmes (Figura 7A).

Em suma, os resultados do estudo destacam a viabilidade promissora da utilização da mucilagem de cladódios jovens de palma forrageira na produção de filmes biodegradáveis. No

entanto, é importante ressaltar a necessidade de abordar desafios emergentes, como a alta hidrofiliabilidade desses filmes, que pode limitar sua aplicabilidade em certos contextos. Portanto, são necessárias investigações futuras para desenvolver estratégias eficazes de redução do potencial hidrofílico, como a incorporação de agentes de modificação de superfície ou a aplicação de aditivos hidrofóbicos, tais como ceras ou ácidos graxos saturados. Além disso, explorar técnicas de processamento alternativas e otimizar as condições de formulação pode contribuir para aprimorar as propriedades mecânicas e funcionais dos filmes biopoliméricos derivados da mucilagem de cladódios jovens, impulsionando ainda mais seu potencial de aplicação em embalagens e áreas afins.

5 CONCLUSÕES

Objetivou-se compreender a influência da idade do cladódio nas propriedades da mucilagem e dos filmes biopoliméricos formulados. Embora o maior rendimento de mucilagem tenha sido obtido na extração com cladódios mais velhos, as plantas jovens sintetizaram mucilagem com características desejáveis para a elaboração de filmes biopoliméricos. Além disso, os filmes oriundos de cladódios jovens exibiram propriedades mecânicas, térmicas e ópticas superiores, o que favorece suas aplicações nas indústrias de revestimentos e alimentícia. Dessa forma, os resultados sugerem que a mucilagem oriunda de plantas jovens de palma forrageira é preferível para extração de mucilagem com vistas à produção de filmes biopoliméricos e revestimentos comestíveis, enquanto os cladódios velhos podem ser adequados para aplicação em produtos alimentícios. No entanto, tendo em vista a natureza hidrofílica da mucilagem oriunda das cactáceas, ainda são necessários estudos para aprimorar a hidrofobicidade desses materiais, tendo em vista ampliar as aplicações para as mais diversas áreas na indústria.

REFERÊNCIAS

- ADHIKARY, N. DAS et al. **Recent advances in plant-based polysaccharide ternary complexes for biodegradable packaging. International Journal of Biological Macromolecules** Elsevier B.V., , 31 dez. 2023.
- ALBA, D. T.; MARYNA, D. W. Patent PA153178P A process for extracting mucilage from *Opuntia ficus-indica*, *Aloe barbadensis* and *Agave americana*. 1 dez. 2021.
- ALI, A.; AHMED, S. Recent Advances in Edible Polymer Based Hydrogels as a Sustainable Alternative to Conventional Polymers. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 66, n. 27, p. 6940–6967, 11 jul. 2018.
- ALVARES, C. A. et al. Köppen’s climate classification map for Brazil. **Meteorologische Zeitschrift**, v. 22, n. 6, p. 711–728, 2013.
- ALVES, C. P. et al. Consórcio palma-sorgo sob lâminas de irrigação: balanço de água no solo e coeficientes da cultura. **Agrometeoros**, v. 27, n. 2, 12 mar. 2020.
- ALVES, F. A. L.; DOS SANTOS, D. C. Morphological and nutritional characterization of the cladodes of seven varieties of forage cactus of the genus *Opuntia* cultivated in Brazil. **South African Journal of Botany**, v. 169, p. 46–55, 1 jun. 2024.
- ALVES, H. K. M. N. et al. Integrated management of agronomic practices in the forage cactus: maximising productivity, biological efficiency and economic profitability. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 24, p. 307–329, 10 dez. 2022.
- AMENÁBAR CRISTI, M. et al. The rise and demise of plastic shopping bags in Chile – Broad and informal coalition supporting ban as a first step to reduce single-use plastics. **Ocean & Coastal Management**, v. 187, p. 105079, 1 abr. 2020.
- ANAS, M. et al. **Fate of nitrogen in agriculture and environment: agronomic, eco-physiological and molecular approaches to improve nitrogen use efficiency. Biological Research** BioMed Central Ltd, , 1 dez. 2020.
- ANDRADA, L. V. P. DE et al. A New Protocol for Obtaining Mucilage and Biopolymeric Ecofilms From Cacti. **Packaging Technology and Science**, v. 37, n. 5, p. 365–377, 1 maio 2024.
- ANU BHUSHANI, J.; ANANDHARAMAKRISHNAN, C. Electrospinning and electrospaying techniques: Potential food based applications. **Trends in Food Science & Technology**, v. 38, n. 1, p. 21–33, 1 jul. 2014.

ARAÚJO, Y. P. DE 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, 3 dez. 2021.

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, 1 nov. 2015.

ASTM E96/E96M-15 - Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials. Disponível em: <<https://webstore.ansi.org/standards/astm/astme96e96m15>>. Acesso em: 24 abr. 2023.

AUGUSTO LOURÊDO DE BRITO, F. et al. **Preparation and characterization of a biodegradable film from cactus *Nopalea* sp** **Journal of the Professional Association for Cactus Development**. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<https://www.jpacd.org/jpacd>>.

AWASTHI, S. K. et al. A comprehensive review on recent advancements in biodegradation and sustainable management of biopolymers. **Environmental Pollution**, v. 307, 15 ago. 2022.

AYQUIPA-CUELLAR, E. et al. Assessment of Prickly Pear Peel Mucilage and Potato Husk Starch for Edible Films Production for Food Packaging Industries. **Waste and Biomass Valorization**, v. 12, n. 1, p. 321–331, 1 jan. 2021.

BALART, R. et al. **Biopolymers from natural resources**. **Polymers** MDPI AG, , 1 ago. 2021.

BAYAR, N.; KRIAA, M.; KAMMOUN, R. Extraction and characterization of three polysaccharides extracted from *Opuntia ficus indica* cladodes. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 92, p. 441–450, 1 nov. 2016.

BHATLA, S. C.; LAL, M. A. Nitrogen Metabolism. Em: **Plant Physiology, Development and Metabolism**. [s.l.] Springer, Singapore, 2023. p. 295–334.

BLASI, A. et al. Lignocellulosic Agricultural Waste Valorization to Obtain Valuable Products: An Overview. **Recycling 2023, Vol. 8, Page 61**, v. 8, n. 4, p. 61, 20 jul. 2023.

CALVA-ESTRADA, S. J.; JIMÉNEZ-FERNÁNDEZ, M.; LUGO-CERVANTES, E. Protein-Based Films: Advances in the Development of Biomaterials Applicable to Food Packaging. **Food Engineering Reviews 2019 11:2**, v. 11, n. 2, p. 78–92, 18 mar. 2019.

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.

CHEN, H. L. et al. The plastic waste problem in Malaysia: management, recycling and disposal of local and global plastic waste. **SN Applied Sciences**, v. 3, n. 4, p. 1–15, 1 abr. 2021.

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, 1 maio 2016.

CUCINA, M. et al. The role of waste management in reducing bioplastics' leakage into the environment: A review. **Bioresource Technology**, v. 337, p. 125459, 1 out. 2021.

DAIANE COSTA DE SOUSA, LADY 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**. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<https://www.jpacd.org/jpacd>>.

DE ANDRADE VIEIRA, É. et al. Mucilages of cacti from Brazilian biodiversity: Extraction, physicochemical and technological properties. **Food Chemistry**, v. 346, 1 jun. 2021.

DEMMIG-ADAMS, B.; ADAMS, W. W. Photoinhibition. **Encyclopedia of Applied Plant Sciences**, v. 1, p. 78–85, 27 ago. 2016.

DERRAIK, J. G. B. The pollution of the marine environment by plastic debris: a review. **Marine Pollution Bulletin**, v. 44, n. 9, p. 842–852, 1 set. 2002.

DICK, M. et al. Mucilage and cladode flour from cactus (*Opuntia monacantha*) as alternative ingredients in gluten-free crackers. **Food Chemistry**, v. 314, n. January, p. 126178, 2020.

D.N.F.V. CUNHA; E.S. GOMES. Morphometric and biomass accumulation in small forage cactus grow under nitrogen fertilization | Request PDF. **Revista Brasileira de Saúde e Produção Animal**, 2012.

DRZYZGA, O.; PRIETO, A. Plastic waste management, a matter for the 'community'. **Microbial Biotechnology**, v. 12, n. 1, p. 66, 1 jan. 2019.

DUBOIS, M. et al. Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. **Analytical Chemistry**, v. 28, n. 3, p. 350–356, 1 mar. 1956.

ELHLELI, H. et al. The use of mucilage extracted from *Opuntia ficus indica* as a microencapsulating shell. **Journal of the Serbian Chemical Society**, v. 86, n. 1, p. 25–38, 2021.

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, ago. 2010.

FAZELI, M.; KELEY, M.; BIAZAR, E. Preparation and characterization of starch-based composite films reinforced by cellulose nanofibers. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 116, p. 272–280, 1 set. 2018.

FIXEN, P. E.; WEST, F. B. **Nitrogen Fertilizers: Meeting contemporary challenges**. Ambio. **Anais...**Royal Swedish Academy of Sciences, 2002.

GAN, C. Y.; ABDUL MANAF, N. H.; LATIFF, A. A. Physico-chemical properties of alcohol precipitate pectin-like polysaccharides from *Parkia speciosa* pod. **Food Hydrocolloids**, v. 24, n. 5, p. 5, 471–478, 1 jan. 2010.

GAO, Y.; LIU, R.; LIANG, H. Food Hydrocolloids: Structure, Properties, and Applications. **Foods 2024, Vol. 13, Page 1077**, v. 13, n. 7, p. 1077, 1 abr. 2024.

GEYER, R.; JAMBECK, J. R.; LAW, K. L. Production, use, and fate of all plastics ever made. **Science Advances**, v. 3, n. 7, 5 jul. 2017.

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.

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, n. May 2019, p. 100386, 2019.

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, 1 abr. 2019.

GOKSEN, G. et al. Mucilage polysaccharide as a plant secretion: Potential trends in food and biomedical applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 230, 1 mar. 2023.

GOMES, G. M. F. et al. Chemical composition of cactus pear cladodes under different fertilization and harvesting managements. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 53, n. 2, p. 221–228, 1 fev. 2018.

GRUBER, N.; GALLOWAY, J. N. An Earth-system perspective of the global nitrogen cycle. **Nature 2008 451:7176**, v. 451, n. 7176, p. 293–296, 16 jan. 2008.

HARRAK, H. **Assessment of technological and nutritional qualities of the powder of prickly pear cladodes at four ages of growth.** *Materials Today: Proceedings. Anais...Elsevier Ltd*, 2021.

HEIDBREder, L. M. et al. Tackling the plastic problem: A review on perceptions, behaviors, and interventions. **Science of The Total Environment**, v. 668, p. 1077–1093, 10 jun. 2019.

HENDERSON, L.; GREEN, C. Making sense of microplastics? Public understandings of plastic pollution. **Marine Pollution Bulletin**, v. 152, p. 110908, 1 mar. 2020.

KALEGOWDA, P.; CHAUHAN, A. S.; NANJARAJ URS, S. M. *Opuntia dillenii* (Ker-Gawl) Haw cladode mucilage: Physico-chemical, rheological and functional behavior. **Carbohydrate Polymers**, v. 157, p. 1057–1064, 10 fev. 2017.

KARBOWIAK, T.; DEBEAUFORT, F.; VOILLEY, A. **Importance of surface tension characterization for food, pharmaceutical and packaging products: A review.** **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, 1 jun. 2006.

KRUGER, N. J. The Bradford method for protein quantitation. **Methods in molecular biology (Clifton, N.J.)**, v. 32, p. 9–15, 1994.

KUMAR, S. et al. Cactus Pear (*Opuntia ficus-indica*) Productivity, Proximal Composition and Soil Parameters as Affected by Planting Time and Agronomic Management in a Semi-Arid Region of India. **Agronomy 2021, Vol. 11, Page 1647**, v. 11, n. 8, p. 1647, 18 ago. 2021.

LIRA-VARGAS, A. A. et al. Biopolymeric films based on cactus (*Opuntia ficus-indica*) mucilage incorporated with gelatin and beeswax. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 16, p. 51–70, 12 dez. 2014.

LIU, M. et al. A strong, biodegradable and transparent cellulose-based bioplastic stemmed from waste paper. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 140, n. 13, 5 abr. 2023.

LOPES, M. N. et al. Accumulation and export of nutrients in cactus pear cladodes (*Opuntia ficus-indica*) under different managements in the Brazilian Semiarid. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v. 47, p. e20170077, 3 maio 2018.

LUO, L.; ZHANG, Y.; XU, G. **How does nitrogen shape plant architecture?** **Journal of Experimental Botany** Oxford University Press, , 25 jul. 2020.

MAGALHÃES, R. M. F. et al. Efficiency of fertilization with coated urea in the cultivation of cactus pear under rainfed conditions in Brazilian savannah. **The Journal of Agricultural Science**, v. 159, n. 5–6, p. 426–436, 12 jul. 2021.

MAKHLOUFI, N. et al. Polysaccharide-based films of cactus mucilage and agar with antioxidant properties for active food packaging. **Polymer Bulletin**, v. 79, n. 12, p. 11369–11388, 1 dez. 2022.

MANNAI, F. et al. Biodegradable composite films based on mucilage from *Opuntia ficus-indica* (Cactaceae): Microstructural, functional and thermal properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 252, 1 dez. 2023.

MARTÍNEZ-DALMAU, J.; BERBEL, J.; ORDÓÑEZ-FERNÁNDEZ, R. **Nitrogen fertilization. A review of the risks associated with the inefficiency of its use and policy responses. Sustainability (Switzerland)**MDPI AG, , 2 maio 2021.

MARTINS, J. T.; CERQUEIRA, M. A.; VICENTE, A. A. Influence of α -tocopherol on physicochemical properties of chitosan-based films. **Food Hydrocolloids**, v. 27, n. 1, p. 220–227, 1 maio 2012.

MIKUS, M.; GALUS, S. Biopolymers from Agriculture Waste and By-Products. p. 111–128, 2022.

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, 2 jan. 2017.

MONRROY, M. et al. Extraction and Physicochemical Characterization of Mucilage from *Opuntia cochenillifera* (L.) Miller. **Journal of Chemistry**, v. 2017, 2017.

MORAIS, M. A. DOS S. et al. Mucilage of spineless cactus in the composition of an edible coating for minimally processed yam (*Dioscorea* spp.). **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 13, n. 3, p. 2000–2008, 15 set. 2019.

MOUNIR, B. et al. Physico-chemical changes in cladodes of *Opuntia ficus-indica* as a function of the growth stage and harvesting areas. **Journal of Plant Physiology**, v. 251, p. 153196, 1 ago. 2020.

MUELLER, E. et al. Development of ternary polymeric films based on cassava starch, pea flour and green banana flour for food packaging. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 256, 1 jan. 2024.

NANDA, S. et al. **Innovations in applications and prospects of bioplastics and biopolymers: a review. Environmental Chemistry Letters**Springer Science and Business Media Deutschland GmbH, , 1 fev. 2022.

- NANDAKUMAR, A.; CHUAH, J. A.; SUDESH, K. **Bioplastics: A boon or bane? Renewable and Sustainable Energy Reviews** Elsevier Ltd, , 1 set. 2021.
- NASCIMENTO, K. D. S. et al. Nitrogen fertilization strategies in the cultivation of Cactus pear in Brazilian Savannah localities. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 23, p. 165–179, 3 dez. 2021.
- NETO, J. D. et al. Growth and yield of cactus pear under irrigation frequencies and nitrogen fertilization. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 24, n. 10, p. 664–671, 1 out. 2020.
- NOBEL, P. S.; DE LA BARRERA, E. High Temperatures and Net CO₂ Uptake, Growth, and Stem Damage for the Hemiepiphytic Cactus *Hylocereus undatus*1. **Biotropica**, v. 34, n. 2, p. 225–231, 1 jun. 2002.
- NUNES, J. DA S. L. et al. Índices morfofisiológicos e biofísicos da palma forrageira cultivada sob tecnologias hídricas na bacia do Rio Pajeú. **Journal of Environmental Analysis and Progress**, v. 5, n. 1, p. 128–139, 13 mar. 2020.
- OCHOA, M. J.; UHART, S. A. Nitrogen availability and fruit yield generation in cactus pear (*Opuntia ficus-indica*): I. Effects on cladode area and crop solar radiation interception. **Acta Horticulturae**, v. 728, p. 117–124, 2006.
- ODAIR ZENEBON; NEUS SADOCCO PASCUET; PAULO TIGLEA. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: [s.n.].
- OKOLIE, J. A. et al. A review on subcritical and supercritical water gasification of biogenic, polymeric and petroleum wastes to hydrogen-rich synthesis gas. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 119, p. 109546, 1 mar. 2020.
- OLIVEIRA, M.; ALMEIDA, M.; MIGUEL, I. A micro(nano)plastic boomerang tale: A never ending story? **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, v. 112, p. 196–200, 1 mar. 2019.
- OU DIR, M. et al. Development of Eco-Friendly Biocomposite Films Based on *Opuntia ficus-indica* Cladodes Powder Blended with Gum Arabic and Xanthan Envisaging Food Packaging Applications. **Foods**, v. 13, n. 1, 1 jan. 2024.
- PARENTE, A. G. et al. Bio-based polymer films with potential for packaging applications: a systematic review of the main types tested on food. **Polymer Bulletin 2022 80:5**, v. 80, n. 5, p. 4689–4717, 1 jul. 2022.
- PATHAK, S.; SNEHA, C.; MATHEW, B. B. Bioplastics: Its Timeline Based Scenario & Challenges. **Journal of Polymer and Biopolymer Physics Chemistry**, v. 2, n. 4, p. 84–90, 2014.

- PEREIRA, C. et al. MORFOGÊNESE DA PALMA FORRAGEIRA IRRIGADA POR GOTEJAMENTO 1. **Revista Caatinga**, n. 3, p. 184–195, 2015.
- PEREIRA, V. A.; DE ARRUDA, I. N. Q.; STEFANI, R. Active chitosan/PVA films with anthocyanins from Brassica oleraceae (Red Cabbage) as Time-Temperature Indicators for application in intelligent food packaging. **Food Hydrocolloids**, v. 43, p. 180–188, 1 jan. 2015.
- PERUCINI-AVENDAÑO, M. et al. Cladodes: Chemical and structural properties, biological activity, and polyphenols profile. **Food Science & Nutrition**, v. 9, n. 7, p. 4007–4017, 1 jul. 2021.
- PINHEIRO, J. C. et al. Effects of cactus pear clone harvest seasons and times on the physicochemical and technological properties of resulting mucilage and biopolymeric films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 257, 1 fev. 2024a.
- PINHEIRO, J. C. et al. Effects of cactus pear clone harvest seasons and times on the physicochemical and technological properties of resulting mucilage and biopolymeric films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 257, 1 fev. 2024b.
- RAHARDIYAN, D. et al. **Thermoplastic starch (TPS) bioplastic, the green solution for single-use petroleum plastic food packaging – A review**. **Enzyme and Microbial Technology** Elsevier Inc., , 1 ago. 2023.
- RIBEIRO, E. M. DE O. et al. Study of carbohydrates present in the cladodes of *Opuntia ficus-indica* (fodder palm), according to age and season. **Food Science and Technology**, v. 30, n. 4, p. 933–939, out. 2010.
- RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ, F. et al. Influence of age on molecular characteristics and rheological behavior of nopal mucilage. **Food Science and Nutrition**, v. 9, n. 12, p. 6776–6785, 1 dez. 2021.
- 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.
- ROY, A.; SHRIVASTAVA, S. L.; MANDAL, S. M. Self-assembled carbohydrate nanostructures: synthesis strategies to functional application in food. **Novel Approaches of Nanotechnology in Food**, p. 133–164, 2016.
- SALEHI, E. et al. *Opuntia ficus indica* fruit gum: Extraction, characterization, antioxidant activity and functional properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 206, p. 565–572, 15 fev. 2019.

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, 1 ago. 2019.

SANTOS, J. P. A. DE S. et al. Morphophysiological responses, water, and nutritional performance of the forage cactus submitted to different doses of nitrogen. **Field Crops Research**, v. 308, 15 mar. 2024.

SAVUN-HEKİMOĞLU, B.; GAZİOĞLU, C. Mucilage Problem in the Semi-Enclosed Seas: Recent Outbreak in the Sea of Marmara. **International Journal of Environment and Geoinformatics**, v. 8, n. 4, p. 402–413, 15 dez. 2021.

SHAH, Y. A. et al. Mechanical Properties of Protein-Based Food Packaging Materials. **Polymers**, v. 15, n. 7, 1 abr. 2023.

SHANKAR, S. et al. Preparation, characterization, and antimicrobial activity of gelatin/ZnO nanocomposite films. **Food Hydrocolloids**, v. 45, p. 264–271, 1 mar. 2015.

SOLTANI, M. et al. Emulsifying properties of biopolymer extracts from *Opuntia ficus indica* cladodes. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 683, p. 133005, 20 fev. 2024.

STITT, M.; KRAPP, A. The interaction between elevated carbon dioxide and nitrogen nutrition: the physiological and molecular background. **Plant, Cell & Environment**, v. 22, n. 6, p. 583–621, 1 jun. 1999.

TESHAGER, A. A.; ATLABACHEW, M.; ALENE, A. N. Development of biodegradable film from cactus (*Opuntia Ficus Indica*) mucilage loaded with acid-leached kaolin as filler. **Heliyon**, v. 10, n. 11, 15 jun. 2024.

THE, S. V.; SNYDER, R.; TEGEDER, M. Targeting Nitrogen Metabolism and Transport Processes to Improve Plant Nitrogen Use Efficiency. **Frontiers in Plant Science**, v. 11, p. 628366, 1 mar. 2021.

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, 1 out. 2021.

THOMPSON, R. C. et al. Plastics, the environment and human health: current consensus and future trends. **Philosophical transactions of the Royal Society of London. Series B, Biological sciences**, v. 364, n. 1526, p. 2153–2166, 27 jul. 2009.

TOBIJASZEWSKA, B.; MILLS, R.; JØNS, J. USING SPECTROMETRY FOR SIMULTANEOUS MEASUREMENT OF COLOUR AND COMPOSITION IN FOOD

SAMPLES. [s.l: s.n.]. Disponível em:

<www.nielsen.com/content/dam/niensenglobal/eu/docs/pdf/Global%20Ingre->.

TOSIF, M. M. et al. **A comprehensive review on plant-derived mucilage:**

Characterization, functional properties, applications, and its utilization for nanocarrier fabrication. *Polymers* MDPI AG, , 1 abr. 2021.

VELUCI, R. M.; NEHER, D. A.; WEICHT, T. R. Nitrogen fixation and leaching of biological soil crust communities in mesic temperate soils. *Microbial Ecology*, v. 51, n. 2, p. 189–196, 8 fev. 2006.

WAHEED, M. et al. BIOSYNTHESIS OF POLY (HYDROXYALKANOATES). *Biological and Clinical Sciences Research Journal*, v. 2021, n. 1, 27 maio 2021.

ZAYED, O. ; et al. Nitrogen Journey in Plants: From Uptake to Metabolism, Stress Response, and Microbe Interaction. *Biomolecules* **2023, Vol. 13, Page 1443**, v. 13, n. 10, p. 1443, 25 set. 2023.

ZHANG, L. et al. Nitrogen Levels Regulate Sugar Metabolism and Transport in the Shoot Tips of Crabapple Plants. *Frontiers in Plant Science*, v. 12, p. 626149, 10 mar. 2021.

ZHANG, Y. et al. A Brief Review of Phenolic Compounds Identified from Plants: Their Extraction, Analysis, and Biological Activity. *Natural Product Communications*, v. 17, n. 1, 1 jan. 2022.

ZHANG, Z. et al. Effects of Oxygenated Irrigation on Root Morphology, Fruit Yield, and Water–Nitrogen Use Efficiency of Tomato (*Solanum lycopersicum* L.). *Journal of Soil Science and Plant Nutrition*, v. 23, n. 4, p. 5582–5593, 1 dez. 2023.

CAPÍTULO 3 – ADUBAÇÃO NITROGENADA OTIMIZA AS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DA MUCILAGEM E DE FILMES BIOPOLIMÉRICOS DE CACTOS

RESUMO

Nas últimas décadas, a preocupação com o impacto ambiental dos plásticos tradicionais aumentou a demanda por materiais sustentáveis, destacando os polímeros de base biológica. A mucilagem de palma forrageira (*Opuntia stricta*) é um biopolímero promissor para incorporação em alimentos e como matriz de filmes biopoliméricos. Melhorias nesses filmes, a partir de modificações na síntese, uso de aditivos e tratamentos agronômicos, são essenciais para aumentar sua aplicabilidade industrial. No entanto, há falta de informações sobre o uso de *O. stricta* para filmes biopoliméricos sob fertilização nitrogenada, destacando a necessidade de mais pesquisas para otimizar seu potencial na indústria de bioplásticos. Foram colhidos cladódios de *O. stricta*, fertilizados com 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹, os quais foram lavados em água corrente e a epiderme foi retirada. O parênquima aquífero foi triturado em um multiprocessador com álcool etílico (99,8% P.A.) na proporção de 2:3 (parênquima aquífero:álcool) e homogeneizado. A mucilagem seca foi pulverizada obtendo-se um pó, o qual foi utilizado para a realização das análises na mucilagem e elaboração dos filmes. Os cladódios adubados com 50 kg N ha⁻¹ exibiram maior rendimento do cladódio, bem como sintetizaram mucilagem com menor condutividade elétrica (460,56 mS cm⁻¹), teor de Na⁺ (65,23 mg 100g⁻¹) e K⁺ (568,38 mg 100g⁻¹), o que pode favorecer seu uso como matriz em filmes. Além disso, essa mucilagem apresentou maiores teores de compostos fenólicos (115 mg 100g⁻¹), o que pode beneficiar sua aplicação em alimentos com atividade antioxidante. Os filmes formulados a partir desses cladódios foram mais transparentes (10,44% mm⁻¹) e mais claros (L = 99,17), além de exibirem maior módulo de Young (8,8 MPa), e menores teor de umidade (8,65%) e solubilidade em água (36,57%). Ademais, os espectros de DRX e micrografias MEV revelaram que a estrutura desses filmes é mais cristalina e homogênea, o que favorece sua resistência mecânica. Tendo em vista os aspectos econômicos envolvidos na utilização de adubos orgânicos, a mucilagem obtida de cactos fertilizados com a menor dose mostrou maior potencial de aplicação em filmes biopoliméricos e produtos alimentícios.

Palavras-chave: Biofilmes; Palma forrageira; Fertilização; Nitrogênio.

ABSTRACT

In recent decades, concern over the environmental impact of traditional plastics has increased the demand for sustainable materials, highlighting bio-based polymers. The mucilage from prickly pear cactus (*Opuntia stricta*) is a promising biopolymer for incorporation in food and as a matrix for biopolymeric films. Improvements in these films, through modifications in synthesis, the use of additives, and agronomic treatments, are essential to increase their industrial applicability. However, there is a lack of information on the use of *O. stricta* for biopolymeric films under nitrogen fertilization, emphasizing the need for more research to optimize its potential in the bioplastics industry. Cladodes of *O. stricta*, fertilized with 50, 150, 300, and 450 kg N ha⁻¹, were harvested and washed in running water, and the epidermis was removed. The aquifer parenchyma was ground in a food processor with ethyl alcohol (99.8% P.A.) in a 2:3 ratio (aquifer parenchyma) and homogenized. The dried mucilage was pulverized to obtain a powder, which was used for mucilage analysis and film production. The cladodes fertilized with 50 kg N ha⁻¹ showed a higher yield of cladodes, as well as synthesized mucilage with lower electrical conductivity (460.56 mS cm⁻¹), Na⁺ content (65.23 mg 100g⁻¹), and K⁺ content (568.38 mg 100g⁻¹), which may favor its use as a film matrix. Additionally, this mucilage exhibited higher levels of phenolic compounds (115 mg 100g⁻¹), which can benefit its application in foods with antioxidant activity. The films formulated from these cladodes were more transparent (10.44% mm⁻¹) and brighter (L = 99.17), as well as having a higher Young's modulus (8.8 MPa), lower moisture content (8.65%), and lower water solubility (36.57%). Furthermore, the XRD spectra and SEM micrographs revealed that the structure of these films is more crystalline and homogeneous, which enhances their mechanical strength. Considering the economic aspects involved in the use of organic fertilizers, the mucilage obtained from cacti fertilized with the lowest dose showed the greatest potential for application in biopolymer films and food products.

Keywords: *Biofilms; Prickly pear cactus; Fertilization; Nitrogen.*

1 INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, tem-se constatado uma crescente conscientização sobre a necessidade de reduzir os impactos ambientais dos plásticos derivados de petróleo. Esse fenômeno impulsionou a demanda por materiais sustentáveis, visando diminuir o consumo de recursos não renováveis durante sua produção. Consequentemente, a utilização de polímeros de base biológica tem aumentado significativamente, posicionando-se como uma das soluções mais promissoras para atingir os objetivos de desenvolvimento sustentável. Tais polímeros oferecem uma alternativa viável aos polímeros petroquímicos, promovendo materiais ambientalmente amigáveis em diversos setores industriais (Balart et al., 2021).

Neste contexto, a valorização dos resíduos agrícolas e a extração de biopolímeros diretamente de biomassa, tais como polissacarídeos, proteínas e lípidos, têm ganhado uma atenção considerável. Isto inclui também os biopolímeros produzidos a partir de biomassa de leveduras, algas ou fermentação bacteriana (Blasi et al., 2023). Estes materiais têm suscitado interesse em várias aplicações, incluindo dispositivos médicos, embalagens alimentares e filmes biopoliméricos. Apesar dos recentes desenvolvimentos em polímeros de base biológica à escala industrial, existe um interesse contínuo em otimizar a sua exploração industrial, bem como as propriedades dos biomateriais obtidos (Mikus; Galus, 2022).

Dentre os polissacarídeos empregados na síntese de filmes e revestimentos está a mucilagem, uma substância viscosa que pode ser obtida de diversas partes vegetais, bem como de diversas espécies, tais como as cactáceas (Makhloufi et al., 2022). A palma forrageira (*Opuntia stricta* (Haw.)) é uma planta da família Cactaceae que sintetiza mucilagem em seus tecidos, amplamente utilizada para fins de alimentação animal no Nordeste brasileiro, devido à alta resistência às secas advinda do armazenamento de água em seus tecidos. A espécie tem sido estabelecida como uma importante matéria prima para a formulação de filmes e revestimentos biodegradáveis, que, no entanto, ainda apresentam desvantagens quando comparados aos plásticos convencionais (Pinheiro et al., 2024). Por conseguinte, tem sido dada uma atenção significativa ao aprimoramento dos filmes biopoliméricos baseados em mucilagem, tendo em vista ampliar a sua aplicação nas mais diversas indústrias. Isto pode ser alcançado a partir de modificações no processo de síntese, além da utilização de diferentes aditivos, como micro e nanopartículas, plastificantes e agentes ativos, bem como na implantação de tratamentos pré-colheita na cultura da palma forrageira (Lira-Vargas et al., 2014).

Relata-se que a cultura da palma forrageira remove altos teores de nutrientes do solo durante seu desenvolvimento, principalmente em solos característicos de regiões semiáridas, o que implica na necessidade de grandes entradas de nitrogênio, potássio, sódio, cálcio e magnésio para atingir alta produtividade e biomassa (Neto et al., 2020). Segundo Cunha & Gomes (2012), os solos do semiárido brasileiro possuem baixa disponibilidade de nitrogênio para as plantas, tornando assim crucial o uso de fontes externas para aumentar a produção de biomassa de palma forrageira. Relatou-se que a aplicação de N em plantio de palma forrageira melhorou o rendimento da produção, a composição química e o teor proteico da planta, além de ser responsável pelo estabelecimento e persistência dos cladódios cultivados (Nascimento et al., 2021). Neto et al. (2020) relataram que o cultivo de palma com adubação nitrogenada promoveu maior altura da planta, maior largura e número de cladódios, o que pode, conseqüentemente, favorecer uma maior síntese de mucilagem nos tecidos parenquimáticos do vegetal. Santos et al. (2024), ao investigarem o efeito da fertilização nitrogenada na produção de forragem de palma nas doses de 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹, relataram que a adubação aumentou a produtividade de massa seca e fresca, além de elevar a concentração de nutrientes nos cladódios. Contudo, não existem estudos que abordem o impacto da aplicação de nitrogênio em filmes derivados de cactos. Uma maior produção de mucilagem com alto teor proteico poderia favorecer a formulação de filmes biopoliméricos. A adubação pode influenciar propriedades específicas da mucilagem, como viscosidade, elasticidade, capacidade de formação de gel e conteúdo proteico. Essas propriedades são cruciais na produção de filmes, pois uma matriz com maior viscosidade e elasticidade pode resultar em filmes mais resistentes e flexíveis, enquanto um maior conteúdo proteico pode melhorar as propriedades de barreira dos filmes.

Nesse contexto, são escassas as informações dos potenciais usos de *O. stricta* para o desenvolvimento de filmes biopoliméricos sob aplicação da fertilização nitrogenada. Assim, embora a literatura mostre o uso potencial de mucilagem de palma para elaboração de biofilmes, ainda são necessárias caracterizações para aprimorar o potencial filmogênico dos polímeros obtidos, ampliando a sua potencialidade de usos na indústria de bioplásticos. Dessa forma, o objetivo do estudo foi investigar o efeito da aplicação de nitrogênio sobre as propriedades dos filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem da palma forrageira.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Área de estudo

Os cladódios foram coletados na área experimental do Centro de Referência Internacional de Estudos de Palma e Outras Plantas Forrageiras (CentroRef) da Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE), na Unidade Acadêmica de Serra Talhada (UAST), localizada em Serra Talhada, PE, Brasil (7°59 'S, 38°15' W, 431m de altitude). O clima da região é classificado como BShw' (semiárido quente, com inverno seco e verão chuvoso) segundo a classificação climática de Köppen (Alvares et al., 2013). A temperatura média anual é de 26,6 °C, variando entre mínimas de 20,1 °C e máximas de 32,9 °C, com uma precipitação média anual de 642,1 mm e umidade relativa média de 62,5 % (Pereira; De Arruda; Stefani, 2015). As variáveis meteorológicas foram monitoradas por uma estação de coleta de dados do Instituto Nacional de Meteorologia, situada a 10 metros da área experimental.

2.2 Obtenção dos cladódios e extração da mucilagem

Cladódios de palma forrageira do clone Orelha de Elefante Mexicana, *Opuntia stricta* (Haw.), com tamanho médio de 100 a 230 mm, foram colhidos da região do terço-médio da planta. Estes cladódios foram submetidos a quatro doses de adubação nitrogenada: 50 (T1), 150 (T2), 300 (T3) e 450 (T4) kg N ha⁻¹, conforme descrito por Alves et al. (2022) e Magalhães et al. (2021) (Figura 1). Após a colheita, os cladódios foram transportados para o laboratório, onde foram pesados, lavados em água corrente e descascados para remover a epiderme. O parênquima aquífero restante foi triturado em um multiprocessador (Philips Walita, ri7775, Barueri, Brasil) com álcool etílico (99,8% P.A.) na proporção de 2:3 (parênquima aquífero:álcool) e homogeneizado, conforme o método de Araújo et al. (2021). Em seguida, sucessivas lavagens com etanol foram realizadas para remover pigmentos e obter um precipitado esbranquiçado. Este precipitado foi seco em estufa a 55 °C por 48 horas. A mucilagem seca resultante foi pulverizada utilizando um moinho portátil (Polespresso, Original coffeeflavor, Carapina da Serra, Brasil), resultando em um pó branco, que foi utilizado para determinar o rendimento.

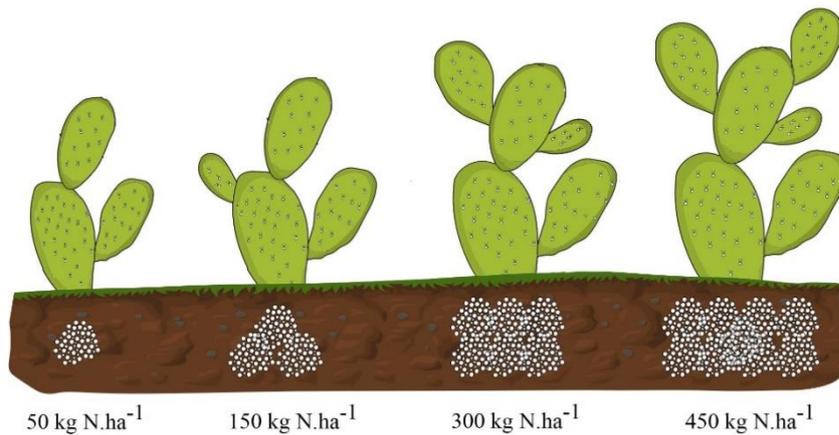


Figura 1. Representação gráfica dos tratamentos experimentais; cladódios de palma forrageira, *Opuntia stricta* (Haw.) submetidos a 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹.

2.2.1 Rendimento da extração

O rendimento da mucilagem foi calculado utilizando-se o peso fresco dos cladódios inteiros e o peso da mucilagem em pó, aplicando-se a seguinte fórmula:

$$(1) RM = \frac{M_f}{M_i} \times 100$$

Em que RM = rendimento de mucilagem em porcentagem (%), com base no peso fresco; M_f = peso final da mucilagem em pó (g); M_i = peso inicial de todos os cladódios (g).

2.3. Caracterização físico-química e propriedades tecnológicas da mucilagem

Para a realização das análises na mucilagem (com exceção do rendimento), o pó obtido foi hidratado na concentração de 4% p/v (4g de pó para 100 mL de água destilada).

2.3.1 Carboidratos solúveis totais (CT) e sólidos solúveis (SS)

O conteúdo de carboidratos solúveis foi determinado conforme a metodologia descrita em Analytical Biochemistry (Dubois et al., 1956). A mucilagem foi hidratada (2 mL) e centrifugada a 10.000 rpm a 4°C por 21 min utilizando uma centrífuga (Hettich MIKRO 220, Berlim, Alemanha). Em seguida, uma alíquota de 10 µL da amostra foi misturada com 490 µL de água deionizada, 500 µL de fenol a 5%, e 2,5 mL de ácido sulfúrico concentrado a 98,08%. Após agitação em vórtex e repouso por 10 min, as leituras foram realizadas em um espectrofotômetro (Modelo Libra S8, Biochrom, Cambridge, Inglaterra) a 490 nm. Os resultados foram expressos em g de carboidratos solúveis por 100 g de matéria seca,

quantificados com base na equação obtida a partir da curva padrão utilizando glicose como referência.

O teor de sólidos solúveis totais foi medido utilizando um refratômetro de bancada (Instrutherm, RTD-95, São Paulo, Brasil). Para a leitura, foi utilizado 1 mL de mucilagem hidratada, e os resultados foram expressos em °Brix.

2.3.2 Acidez total titulável (ATT), pH e conteúdo de vitamina C (Vit. C)

A determinação da acidez total titulável foi realizada conforme a metodologia descrita por Astello-García et al. (2015). Foram utilizados 10 mL de mucilagem previamente hidratada. À solução foram adicionadas duas gotas de fenolftaleína a 1%, e a mistura foi titulada com solução de NaOH 0,1 N. Os resultados foram expressos em porcentagem de ácido cítrico, calculados pela equação:

$$(2) \text{ ATT} = \frac{n \cdot N \cdot \text{Eq}}{v}$$

Onde: ATT = acidez titulável total; n = volume da solução de NaOH utilizada na titulação (mL); N = molaridade da solução de NaOH (0,1N); Eq = grama-equivalente de ácido cítrico (64,02); v = volume da amostra (10 mL).

O potencial hidrogeniônico (pH) foi determinado utilizando-se um pHmetro (TECNAL, TEC-5, Piracicaba, Brazil), via imersão direta do eletrodo na mucilagem em um béquer.

O teor de vitamina C foi determinado pelo método de Tillmans, conforme a metodologia do Instituto Adolfo Lutz (Zenebon et al., 2008), que se baseia no princípio da titulação. Os resultados foram expressos em miligramas de ácido ascórbico por 100 gramas de massa seca ($\text{mg } 100\text{g}^{-1}$), calculados pela fórmula:

$$(3) \text{ AA} = \frac{V \cdot F \cdot 100}{A}$$

Em que: AA= ácido ascórbico ($\text{mg } 100\text{g}^{-1}$); V= Volume da solução de Tillmans gasto na titulação (mL); A= Volume da amostra utilizada (mL); F= Fator da solução de Tillmans.

O fator da solução de Tillmans foi calculado pela fórmula:

$$(4) \text{ F} = \frac{\text{VitC}}{\text{ST}}$$

Em que F= fator da solução de Tillmans; Vit C = quantidade de solução de vitamina C usado na titulação (mg); ST= solução de Tillmans gasta (mL).

2.3.3 Proteínas solúveis totais (PT) e compostos fenólicos totais (FT)

O teor de proteínas solúveis totais foi determinado conforme a metodologia de Bradford (Kruger, 1994). Um volume de 2 mL de mucilagem hidratada foi centrifugado (Hettich, MIKRO 220, Berlim, Alemanha) a 10.000 rpm a 4 °C por 21 min. Em seguida, 100 µL do sobrenadante foi misturado com 1000 µL do reagente de Bradford. Os tubos foram agitados em um vórtex (TECNAL, AP56, Araraquara, Brasil) e deixados em temperatura ambiente por 15 min. As leituras foram realizadas em um espectrofotômetro (Biochrom, Libra S8, Cambridge, Inglaterra) a 595 nm. Albumina sérica bovina (BSA) foi utilizada como padrão externo. O teor de proteínas solúveis totais foi expresso em mg de proteína solúvel por 100 g de massa seca.

A determinação do teor de compostos fenólicos totais foi realizada conforme a metodologia de Chandra & De Mejia (2004). Um volume de 2 mL de mucilagem hidratada foi centrifugado (Hettich, MIKRO 220, Berlim, Alemanha) a 10.000 rpm a 4 °C por 21 min. Em seguida, 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 um vórtex (TECNAL, AP56, Araraquara, Brasil) e deixada em repouso por 2 min. Posteriormente, foram adicionados 500 µL de carbonato de sódio a 20% (p/v), e a mistura permaneceu em repouso por mais 10 min. As leituras foram então realizadas em um espectrofotômetro (Biochrom, Libra S8, Cambridge, Inglaterra) a 757 nm.

2.3.4 Condutividade elétrica (CE) e teor de sódio (Na⁺), potássio (K⁺) e nitrogênio (N)

A condutividade elétrica foi caracterizada através do uso de um condutivímetro (DDS-12DW MICROPROCESSOR CONDUCTIVITY METER), cujo sensor foi colocado dentro do béquer contendo as amostras de mucilagem, sendo realizada a leitura. Os resultados foram expressos em mS cm⁻¹.

Para teor de sódio e potássio, tubos de ensaio foram utilizados com 200µL de mucilagem diluídos em 9800 µL de água, na proporção de 1:50 (mucilagem: água), obtendo-se um volume final de 10 mL. O material foi filtrado e as leituras realizadas em fotômetro de chama (B-462 MICRONAL), e os resultados foram expressos em µmol de Na⁺ ou K⁺ por mL de mucilagem. O conteúdo de nitrogênio foi determinado utilizando-se o método de Kjeldahl (Santos et al., 2024).

2.3.5 Capacidade de retenção de água (CRA) e de óleo (CRO)

A capacidade de retenção de água (CRA) foi determinada conforme o método descrito por Alba & Maryna (2021). Amostras de mucilagem (0,2 g) foram adicionadas a 10 mL de água

destilada em tubos Falcon, mantidas por 1 hora em temperatura ambiente e agitadas por 5 segundos a cada 15 min. Em seguida, as amostras foram centrifugadas a 5.000 rpm por 20 min. O sobrenadante foi descartado, e o material residual nos tubos foi colocado em estufa a 55 °C por 30 min para secagem da água remanescente.

A capacidade de retenção de óleo (CRO) foi medida segundo a metodologia de Gan et al. (2010). Amostras de mucilagem (0,1 g) foram adicionadas a 10 mL de óleo de soja em tubos Falcon e agitadas a 200 rpm em uma incubadora (TECNAL, modelo TE-420) por 1 hora. A mistura foi então centrifugada a 5.000 rpm por 15 min, o sobrenadante foi descartado, e o precipitado foi seco em estufa a 55 °C por 24 horas. A CRA e a CRO foram calculadas e os resultados foram expressos em gramas de água e óleo adsorvidos por grama de mucilagem, respectivamente, como segue:

$$(5) \text{CRA}(\text{g g}^{-1}) = \text{CRO}(\text{g g}^{-1}) = \frac{\text{peso da mucilagem após secagem}}{\text{peso inicial da mucilagem}}$$

2.4. *Formulação dos filmes biopoliméricos*

Para a preparação dos filmes, foi seguida a metodologia descrita por Pinheiro et al. (2024). O pó resultante da extração foi hidratado em uma proporção de 4% (p/v) para formar uma emulsão. A essa emulsão foi adicionado glicerol como plastificante, em uma concentração de 40% (v/p) em relação ao pó, sob aquecimento constante a 70 °C. O material resultante foi então transferido para placas de Petri e submetido à secagem em estufa a 55 °C por 24 horas para a formação dos filmes.

2.5. *Caracterização físico-química, óptica, estrutural e mecânica dos filmes*

2.5.1 *Espectroscopia de 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) (Frontier da Perkin Elmer®), utilizando o acessório universal de reflexão total atenuada (UATR). Os espectros foram obtidos na região de 4000-400 cm⁻¹, resolução 8 cm⁻¹ e 8 varreduras. Para o branco, utilizou-se o ar e as medidas foram realizadas diretamente no filme sob o cristal de diamante.

2.5.2 *Espessura (E), transparência (T) e cor*

A espessura (em mm) foi medida em 10 pontos aleatórios dos biopolímeros com um micrômetro digital, com resolução de 1 µm, sendo realizada uma média (Gheribi et al., 2018).

A transparência foi determinada com segmentos retangulares dos biopolímeros, os quais foram colocados em cubetas de um espectrofotômetro (Biochrom, Libra S8, Cambridge, Inglaterra), de forma perpendicular ao caminho percorrido pela luz para avaliar a absorbância a 600 nm. Uma cubeta vazia foi utilizada como controle. A transmitância (%) a 600 nm foi calculada por $Tr_{600} = 10^{-Abs} \times 100$, e a transparência foi determinada em % e calculada de acordo com a fórmula:

$$(6) T = \frac{Tr_{600}}{x}$$

Em que: T = transparência; Tr_{600} = transmitância a 600 nm; x = espessura do biopolímero (mm).

As medidas de cor foram realizadas utilizando um colorímetro portátil (RS-232 with serial output RGB-1002). Os parâmetros de cor RGB foram diretamente fornecidos pelo colorímetro, e foram convertidos para valores CIE (Commission International de l'Eclairage) $L^*a^*b^*$ utilizando o website público <http://www.easyrgb.com/index.php?X=CALC#Result>, 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 cor visual observada foi determinada a partir dos parâmetros L^* , a^* e b^* .

2.5.3 Teor de umidade (TU), solubilidade em água (SA) e permeabilidade ao vapor d'água (PVA)

O teor de umidade foi determinado em amostras de 2,0 cm x 2,0 cm, as quais foram inicialmente pesadas e colocadas em estufa a 55 °C por 24 horas. Após esse período, as amostras foram pesadas diariamente até atingirem massa constante, indicando a massa da amostra seca. A solubilidade foi avaliada em amostras do mesmo tamanho, que foram secas na estufa a 55 °C por 24 horas, resfriadas em dessecador até atingir a temperatura ambiente, e então pesadas. Essas amostras foram imersas em 50 mL de água destilada a 25 °C por 30 min. Após a imersão, os fragmentos não dissolvidos foram novamente secos na estufa a 55 °C por 24 horas, resfriados em dessecador e pesados ao final do processo. A pesagem final dos fragmentos determinou tanto o teor de umidade quanto a solubilidade em água dos biopolímeros, expressados em porcentagem e calculados através da fórmula:

$$(7) TU = SA = \frac{Mi - Mf}{Mi} \times 100$$

Em que: TU = teor de umidade; SA = solubilidade em água; M_i = peso inicial dos biopolímeros (g); e M_f = peso final dos biopolímeros.

A permeabilidade foi avaliada seguindo o método ASTM E96/E96M-15 (2015). Amostras dos filmes foram colocadas sobre béqueres contendo 70 g de carbonato de cálcio (CaCO_3), mantendo uma distância de aproximadamente 10 mm entre o filme e o carbonato. Os béqueres foram então colocados em um dessecador, onde a temperatura e umidade relativa foram controladas a 25 °C e 75% de UR. A taxa de transmissão de vapor de água (WVTR) foi determinada pelo aumento de peso nos béqueres ao longo do tempo, e as taxas foram calculadas por meio de regressão linear ($R^2 > 0,99$). A PVA ($\text{g mm}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ d}^{-1} \text{ kPa}$) foi calculada conforme a fórmula:

$$(8) PVA = \frac{WVTR \cdot X}{\Delta p}$$

Em que: WVTR = é a taxa de transmissão de vapor de água ($\text{g m}^{-2} \text{ d}^{-1}$) definida como a inclinação (g d^{-1}) dividida pela área de transferência (m^2); x = espessura do biopolímero (mm); Δp = é a diferença de pressão parcial de vapor de água ao longo do filme ($\Delta p = p (\text{RH2} - \text{RH1}) = 2,38 \text{ kPa}$, onde p é a pressão de vapor de saturação da água a 25 °C, $\text{RH2} = 75\%$ e $\text{RH1} = 0\%$).

2.5.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A morfologia microestrutural da superfície dos filmes foi avaliada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), para o qual as amostras foram montadas em stubs e cobertas com ouro utilizando um metalizador (DENTON VACUUM, modelo DESK V). Em seguida, as amostras foram inseridas em um SEM TESCAN (VEGA3), com filamento de tungstênio, onde as imagens foram obtidas utilizando uma tensão de aceleração de 20,0 kV.

2.5.5 Propriedades mecânicas: resistência à tração, alongação na ruptura e Módulo de Young

As propriedades mecânicas dos filmes foram determinadas através do teste de tração utilizando-se um texturomêtro TA. XT Plus (TA Instruments, New Castle, EUA), conforme metodologia descrita pela ASTM D882-12 (2012). Previamente às análises as amostras dos filmes, já cortadas (10 cm x 2,5 cm), permaneceram em solução salina saturada de NaBr (58% de umidade relativa) por 5 dias a $25 \pm 2^\circ\text{C}$. As condições de análise foram fixadas em: distância inicial entre as sondas – 8 cm, velocidade de ensaio constante de 1,0 mm/s, até a ruptura dos filmes. A resistência à tração (MPa) foi expressa como a força máxima na ruptura dividida pela área da seção transversal inicial do filme, e a alongação na ruptura como a alongação máxima do filme em relação a seu comprimento original (%). O módulo de Young (MPa) foi expresso como a relação entre a tensão longitudinal aplicada ao filme e a deformação elástica resultante.

2.5.6 Ângulo de contato com água

Foi realizada a análise do ângulo de contato de uma gota de água em um filme utilizando um tensiômetro ótico (Optical tensiometer, Finlândia). Os filmes foram posicionados em um suporte específico do equipamento, e uma gota de água Mili-Q foi delicadamente depositada na superfície da amostra usando uma seringa de precisão. Imagens foram capturadas a cada segundo ao longo de um intervalo de 10 segundos. O ângulo formado entre a superfície do biopolímero e a tangente da gota de água foi determinado utilizando o software integrado no equipamento (Karbowski; Debeaufort; Voilley, 2006).

2.5.7 Difractometria de raios X

As análises de difração de raios X foi executada com auxílio de um difratômetro de raios X (Rigaku Miniflex 600, Japão), que opera em 40 kV e corrente de 15 mA. Os espectros foram colhidos em temperatura ambiente, e em uma faixa de ângulos entre $2\theta = 2-50^\circ$ e em velocidade de varredura de $2^\circ/\text{min}$, os filmes foram analisados.

2.6. Análise estatística

O experimento foi conduzido em delineamento em blocos casualizados (DBC) com 5 repetições, e os dados foram submetidos aos testes de normalidade e análise de regressão com o auxílio do software R x64 3.4.0. Os gráficos foram elaborados utilizando os softwares Sigma Plot versão 14 (Systat Software Inc., 2020) e Origin Pro.

3 RESULTADOS

Rendimento e propriedades físico-químicas da mucilagem de palma forrageira

O rendimento agroindustrial, tanto referente ao cladódio inteiro quanto ao parênquima, tendeu a diminuir em função do aumento na adubação nitrogenada ($p < 0.05$) (Tabela 1), bem como o teor de compostos fenólicos na mucilagem (Figura 2). Os teores de sólidos solúveis e vitamina C também apresentaram um padrão similar (Tabela 1). Por outro lado, intensificar a aplicação de nitrogênio no solo tendeu a aumentar o teor de proteínas e carboidratos (Figura 2), conteúdo de N e teor de ácido cítrico, pH e condutividade elétrica, bem como os teores de Na^+ , K^+ , e capacidade de retenção de água e óleo (Tabela 1).

Tabela 1. Quantificação de rendimento agroindustrial (%), sólidos solúveis totais (°BRIX), acidez total titulável (% de ácido cítrico), vitamina C (mg 100 g⁻¹ MS), pH, condutividade elétrica (mS cm⁻¹), teor de sódio (Na⁺) e potássio (K⁺) (mg 100g⁻¹ MS), conteúdo de nitrogênio (g kg⁻¹), proteínas solúveis totais (mg 100g⁻¹ MS), carboidratos solúveis totais (mg 100g⁻¹ MS), compostos fenólicos totais (mg ácido gálico 100g⁻¹ MS) e capacidade de retenção de água (g água por g mucilagem) e óleo (g óleo por g mucilagem) na mucilagem de *Opuntia stricta* (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹.

Quantificação	Nível de nitrogênio (kg N ha ⁻¹)				Equação
	50	150	300	450	
Rendimento do cladódio	3,18	2,73	2,38	2,55	RC = 0,1534x ² - 0,9909x + 4,0427
Rendimento do parênquima	42,91	44,43	42,72	37,75	RP = -1,6206x ² + 6,3819x + 38,157
Sólidos solúveis totais	1,43	1,06	1,16	0,76	SS = -0,0083x ² - 0,1483x + 1,5417
Acidez total titulável	1,34	2,01	2,68	1,67	ATT = -0,4204x ² + 2,2679x - 0,5908
Vitamina C	2,66	2,52	2,83	2,33	VC = -0,0833x ² + 0,35x + 2,3333
pH	5,25	5,24	5,31	5,74	pH = 0,1108x ² - 0,4018x + 5,5608
Condutividade elétrica	460,56	1233,33	1359,66	1690,66	CE = -110,44x ² + 933,87x - 320,31
Teor de sódio (Na ⁺)	65,23	65,23	74,79	65,23	TS = -2,3876x ² + 12,893x + 53,302
Teor de potássio (K ⁺)	568,38	937,87	937,87	1139,41	TP = -41,987x ² + 381,24x + 257,68
Conteúdo de nitrogênio (N)	5,60	5,46	7,98	7,14	CN = -0,175x ² + 1,589x + 3,885
Capacidade de retenção de água	15,50	13,88	12,28	19,88	CRA = 2,3039x ² - 10,365x + 24,021
Capacidade de retenção de óleo	12,16	9,55	9,74	15,15	CRO = 2,0025x ² - 9,0984x + 19,384

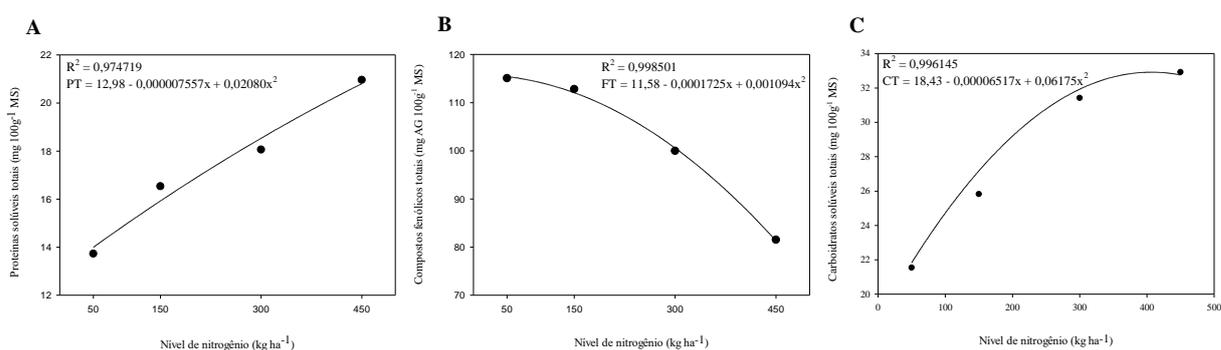


Figura 2. Proteínas solúveis totais (mg 100g⁻¹ MS) (A), compostos fenólicos totais (mg AG 100g⁻¹ MS) (B) e carboidratos solúveis totais (mg 100g⁻¹ MS) (C) na mucilagem de *Opuntia stricta* (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹.

Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

As bandas de grupos funcionais encontradas nos filmes são características de proteínas e polissacarídeos (Figura 3). Observaram-se bandas de absorção mais intensas em resposta à adubação com nitrogênio, com picos mais proeminentes nos filmes de T4. As bandas em 3331 e 2921 cm^{-1} representam as vibrações assimétricas de grupos O-H e C-H, respectivamente, em moléculas de carboidratos e ácidos urônicos. Os picos em 1700 e 1640 cm^{-1} estão relacionados às vibrações C=O de grupos carboxila e aos alongamentos COO^- , respectivamente. Um conjunto de bandas entre 1430 e 1240 cm^{-1} corresponde às vibrações C-H ou O-H. O pico mais intenso, observado em 1040 cm^{-1} , é característico das vibrações C-O-C e C-O-H.

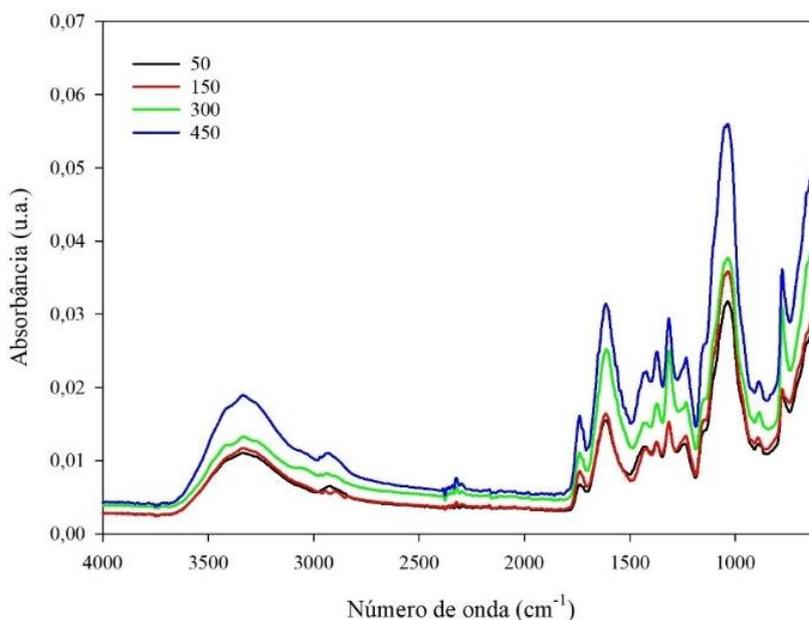


Figura 3. Espectros FTIR de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de *Opuntia stricta* (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha^{-1} .

Espessura, transparência e cor

O aumento nas doses de nitrogênio tendeu a formar filmes mais espessos, com aumento até T3. Os filmes menos espessos (T1 e T4) exibiram maior transparência, visto que tais parâmetros são inversamente proporcionais. A luminosidade foi superior em T1, e o controle formou os filmes mais escuros observados (Tabela 2).

Tabela 2. Espessura (mm), transparência (% mm⁻¹) e cor de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de *Opuntia stricta* (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹.

	Nível de nitrogênio (kg N ha ⁻¹)				Equação
	50	150	300	450	
Espessura	0,19	0,44	0,54	0,15	$E = -0,1586x^2 + 0,7932x - 0,4596$
Transparência	10,44	6,46	5,14	11,73	$T = 2,6442x^2 - 12,965x + 21,03$
<i>L</i>	99,17	90,84	96,13	97,48	$L = 15,92x^2 - 75,778x + 149,45$
<i>a</i> *	21,5	1,34	0,82	0,91	$a = -5,6875x^2 + 26,509x + 1,2775$
<i>b</i> *	-7,47	15,93	9,19	7,68	$b = -0,5129x^2 + 8,7219x - 17,341$
Cor visual					-

Teor de umidade, solubilidade em água e permeabilidade ao vapor d'água

Os filmes derivados de T1 exibiram o menor teor de umidade e solubilidade em água, observando-se um aumento nesses parâmetros com o incremento na adubação nitrogenada. Em contraste, a permeabilidade ao vapor de água dos filmes exibiu um comportamento distinto, e os filmes oriundos de T1 e T4 foram mais permeáveis à umidade (Figura 4).

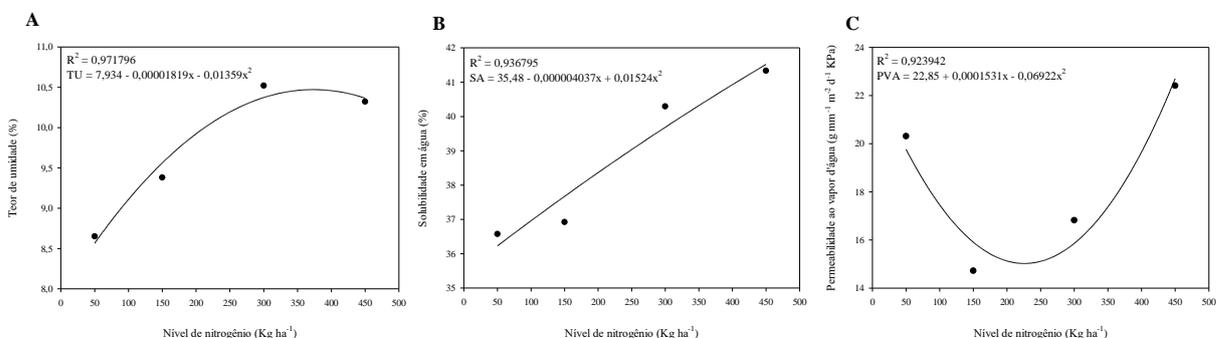


Figura 4. Teor de umidade (%) (A), solubilidade em água (%) (B) e permeabilidade a vapor de água (g mm⁻¹ m⁻² d⁻¹ KPa) (C) de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de *Opuntia stricta* (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹.

Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e aspectos visuais

Os filmes de T2 e T3 foram mais espessos e rígidos (Figura 5), não apresentando flexibilidade ou elasticidade. Além disso, suas superfícies foram rugosas e porosas, sugerindo uma matriz menos compacta e uma menor compatibilidade entre os constituintes da solução filmogênica. Por outro lado, os filmes provenientes de T1 e T4 exibiram aspectos favoráveis para aplicação na indústria de materiais biopoliméricos, tais como flexibilidade e

maleabilidade, bem como superfícies suaves e compactas, indicando uma boa homogeneização dos componentes empregados. Quanto à microestrutura dos filmes, T2 e T3 exibiram uma matriz polimérica com rachaduras e poros, particularmente evidenciados na ampliação de 380 x (Figura 5 – F e I). Em contrapartida, T1 e T4 se mostraram microscopicamente mais compactos e com superfícies mais lisas, devido à maior homogeneidade da matriz polimérica.

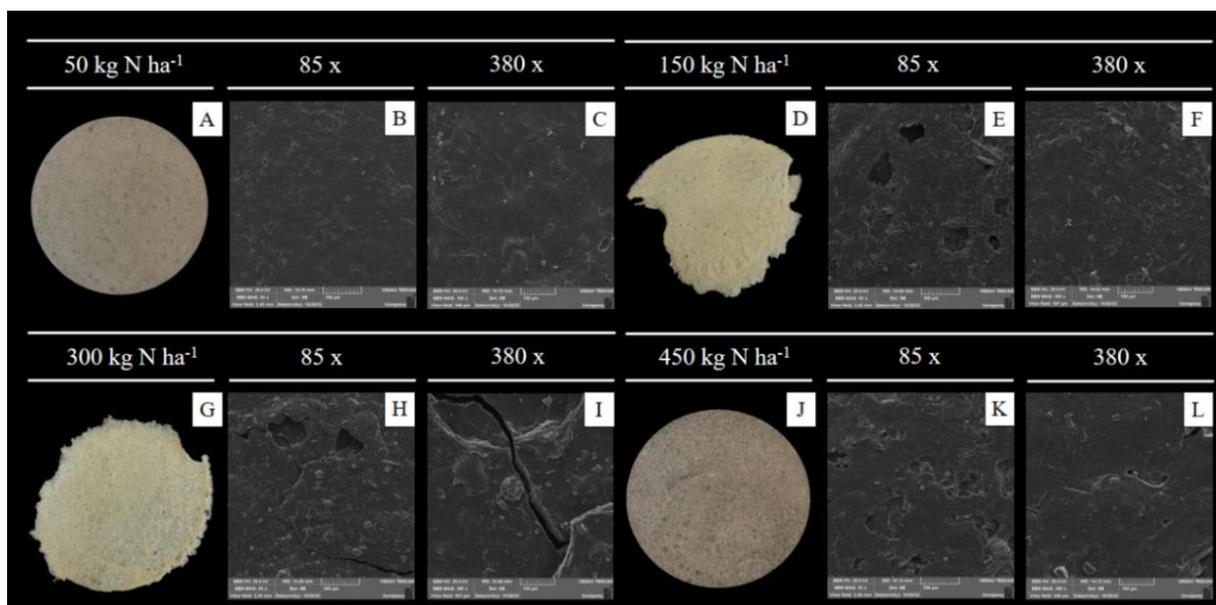


Figura 5. Imagens (A; G; D; J) e micrografias nas magnificações de 85x (B; H; E; K) e 500x (C; I; F; L) da superfície de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de *Opuntia stricta* (Haw.), submetida às adubações de 50 (A, B, C), 150 (D, E, F), 300 (G, H, I) e 450 (J, K, L) kg N ha⁻¹.

Propriedades mecânicas

Os filmes T4 exibiram maior resistência à tração e alongação, com uma tendência de aumento nesses parâmetros correlacionada ao incremento da adubação nitrogenada. Por outro lado, os filmes de T1, T3 e T4 apresentaram valores semelhantes de módulo elástico (8,7 – 8,9), e a adição de nitrogênio não resultou em nenhum efeito aparente sobre esse parâmetro (Figura 6).

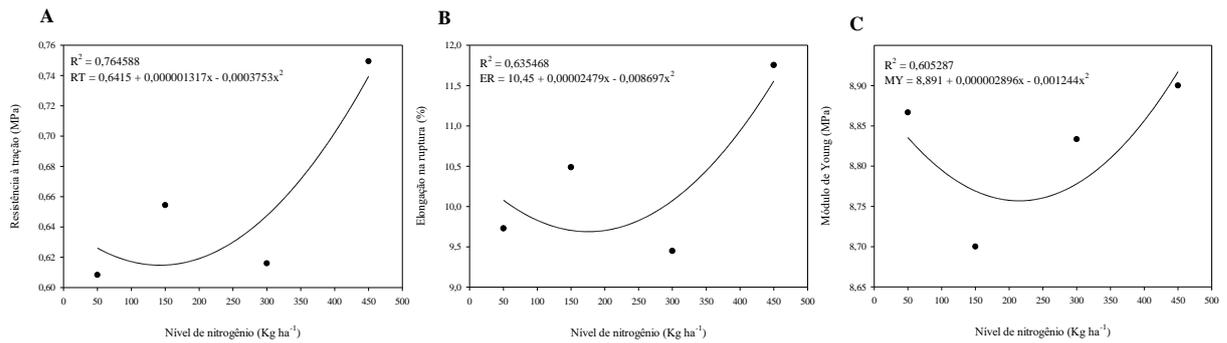


Figura 6. Resistência à tração (MPa) (A), alongação na ruptura (%) (B) e módulo de Young (MPa) (C) de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de *Opuntia stricta* (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹.

Ângulo de contato com água

Os resultados indicaram que os filmes de mucilagem apresentaram valores de ângulo de contato similares, independentemente das diferentes doses de adubação nitrogenada aplicadas aos cladódios de palma forrageira. A variação no ângulo de contato foi mínima, sugerindo que a adubação nitrogenada não teve um impacto significativo na hidrofobicidade ou hidrofiliabilidade superficial dos filmes formulados (Figura 7)

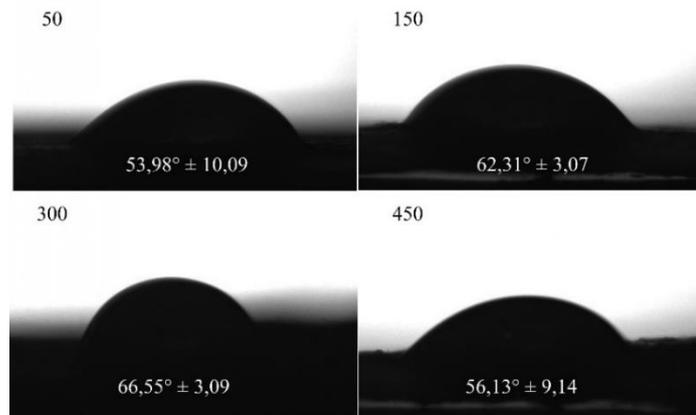


Figura 7. Ângulo de contato de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de *Opuntia stricta* (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹.

Difratometria de raios X

Os resultados da difratometria de raios X revelaram que os filmes T1 apresentaram picos de maior intensidade, indicando uma estrutura mais cristalina. Picos acentuados foram observados em $2\theta = 15^\circ, 25^\circ$ e 30° . À medida que as doses de N aumentaram, houve uma diminuição progressiva na intensidade dos picos, sugerindo uma redução na cristalinidade dos materiais (Figura 8).

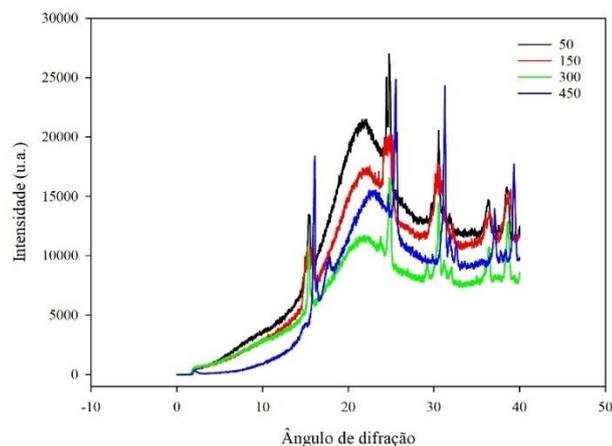


Figura 8. Difratometria de raios X de filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de *Opuntia stricta* (Haw.), submetida às adubações de 50, 150, 300 e 450 kg N ha⁻¹.

4 DISCUSSÃO

Propriedades físico-químicas e tecnológicas da mucilagem dos cactos

A mucilagem de palma forrageira é um polissacarídeo que tem suas propriedades influenciadas, dentre outros fatores, pelo gênero utilizado, estação e horário de colheita e idade da planta. Tendo em vista seu emprego como matéria prima para a síntese de filmes biopoliméricos e revestimentos, torna-se necessário estudos contínuos a fim de aprimorar as propriedades estruturais dos biomateriais produzidos, através da implementação de técnicas pré-colheita na cultura da palma, tal como a adubação nitrogenada. Assim, o presente estudo teve como objetivo avaliar as propriedades filmogênicas da mucilagem e dos filmes provenientes de palma forrageira, em função do aumento na fertilização com nitrogênio.

A aplicação de nitrogênio (N) na cultura da palma forrageira pode implicar na síntese de mucilagem com propriedades aprimoradas que favoreçam a produção de filmes biopoliméricos e revestimentos comestíveis, tendo em vista a atuação desse nutriente no metabolismo vegetal. O N é um elemento fundamental para as culturas vegetais, estando envolvido em diversos processos críticos, tais como crescimento, expansão da área foliar e produção de biomassa. Assim, uma alta eficiência no uso de nitrogênio (NUE) pode levar a boa performance da planta e bons resultados na colheita (Anas et al., 2020). Diversas moléculas como aminoácidos, clorofilas e ácidos nucleicos, as quais contêm nitrogênio como parte de sua estrutura, são necessárias para a realização dos processos biológicos, estando envolvidas no metabolismo do carbono e nitrogênio, fotossíntese e na síntese de proteínas (Stitt; Krapp, 1999). Dessa forma, quantidades insuficientes de nitrogênio disponível para as plantas podem impedir

o crescimento e desenvolvimento, uma vez que o elemento também é um dos responsáveis pelo crescimento da raiz, ampliando a absorção de nutrientes pelo vegetal (Luo; Zhang; Xu, 2020).

O rendimento da extração de mucilagem é um dos principais fatores que limitam sua aplicação em escala industrial. No presente estudo observou-se uma tendência de diminuição de rendimento com o aumento da fertilização nitrogenada, o que pode sugerir que a menor dose de adubação seria indicada para uma maior síntese de mucilagem. O rendimento obtido em T1 (3,18%) (Tabela 1) foi substancialmente superior aos relatados por Espino-Díaz et al. (2010) e Pinheiro et al. (2024), que obtiveram 0,68% e 0,41% na extração etanólica das mucilagens de *O. ficus-indica* e *O. stricta*, respectivamente. Considerando que a mucilagem é sintetizada como uma resposta adaptativa a condições de estresse hídrico, especialmente em ambientes áridos e semiáridos, o incremento nas concentrações de adubação nitrogenada pode ter contribuído para um aprimoramento do sistema radicular e uma maior eficiência na absorção de água e nutrientes pela planta (Zhang et al., 2023). Isso, por sua vez, pode ter reduzido a demanda fisiológica pela produção de mucilagem como um meio de armazenamento de água nos tecidos da palma, refletindo em uma diminuição na sua síntese e, conseqüentemente, na extração desta substância. Dessa forma, a obtenção de maior rendimento de mucilagem com uma aplicação reduzida de nitrogênio implica em diminuição dos custos associados aos insumos agrícolas, o que por sua vez contribui para a redução dos custos de produção na cultura de palma forrageira tendo em vista a produção de filmes biopoliméricos.

As propriedades físico-químicas da mucilagem exercem influência sobre os atributos estruturais dos biofilmes formados, destacando-se a necessidade primordial de quantificar os constituintes da mucilagem e compreender seu impacto nos biomateriais produzidos. A variação nas propriedades da mucilagem de palma forrageira em resposta à adubação nitrogenada pode ser explicada pelos efeitos complexos que o nitrogênio exerce no metabolismo das plantas, especialmente nas cactáceas. O aumento no teor de proteínas solúveis totais com o incremento de nitrogênio (Figura 2A) está diretamente relacionado ao papel fundamental desse elemento na síntese de aminoácidos, que são os blocos de construção das proteínas. O nitrogênio é um componente essencial dos aminoácidos, e seu fornecimento adicional através da adubação pode estimular a produção de proteínas na planta (The; Snyder; Tegeder, 2021), como observado neste estudo. As interações entre os grupos funcionais hidrofílicos específicos das proteínas e polissacarídeos são críticas no estudo das propriedades da mucilagem. Essas interações resultam na formação de uma rede tridimensional que pode

melhorar significativamente a estabilidade e uniformidade da matriz polimérica, ampliando suas potenciais aplicações na indústria de embalagens (Monrroy et al., 2017).

Por outro lado, a redução nos compostos fenólicos da mucilagem com o aumento da fertilização nitrogenada (Figura 2B) pode ser atribuída à redução do estresse na cactácea. Os compostos fenólicos são importantes metabólitos secundários produzidos pelas plantas em resposta a estresses ambientais, tais como herbivoria e estresse hídrico. Sua atuação como antioxidantes e agentes antimicrobianos confere à planta mecanismos de defesa, contribuindo para sua sobrevivência e resistência em condições adversas. O fornecimento adequado de nitrogênio via adubação pode ter contribuído para a atenuação do estresse na palma, o que culminou em uma redução da produção de compostos fenólicos totais na mucilagem (Zhang et al., 2022). Neste contexto, a planta passou a alocar menos recursos na síntese desses compostos, visto que a proteção contra estresses ambientais foi favorecida pelas melhores condições de crescimento proporcionadas pela adubação nitrogenada.

Observou-se uma tendência de aumento no teor de carboidratos em função da fertilização nitrogenada (Figura 2C). O nitrogênio é fundamental para a biossíntese de aminoácidos e proteínas, essenciais para o crescimento e desenvolvimento das plantas, além de aumentar a atividade fotossintética pela síntese de clorofila e enzimas fotossintéticas. Com a fotossíntese aprimorada, há uma maior fixação de carbono e, conseqüentemente, uma produção aumentada de açúcares e carboidratos, que são armazenados na mucilagem da planta (Bhatla; Lal, 2023). Além disso, a integração dos metabolismos de nitrogênio e carbono permite um uso mais eficiente dos recursos energéticos, desviando parte deles para a síntese de carboidratos, resultando em maior acúmulo de polissacarídeos na mucilagem, que ajuda na retenção de água e adaptação a ambientes áridos. (Zhang et al., 2021). Fontes com alto teor de carboidratos são vantajosas pois, como aditivos alimentícios, tais substâncias são versáteis e amplamente utilizadas como estabilizantes para emulsões, texturizadores e substitutos de gordura (Roy; Shrivastava; Mandal, 2016). Em sistemas de embalagens biopoliméricas, a natureza hidrofílica dos carboidratos pode aumentar a capacidade dos filmes de absorver e reter umidade, o que pode melhorar a flexibilidade e a elasticidade dos filmes. No entanto, uma alta retenção de umidade pode comprometer a estabilidade dimensional e a resistência à tração dos filmes, tornando-os mais suscetíveis à degradação em ambientes úmidos (Calva-Estrada; Jiménez-Fernández; Lugo-Cervantes, 2019).

Observou-se que a fertilização com nitrogênio em doses elevadas promoveu um crescimento mais vigoroso da palma forrageira, o que pode ter resultado em uma maior

absorção de água e íons do solo. Com mais nitrogênio disponível, as plantas aumentam a síntese de proteínas e outros compostos nitrogenados, demandando mais nutrientes e água do solo. Esse processo intensificado de absorção leva a uma maior quantidade de íons sendo transportados para a mucilagem, elevando a condutividade elétrica devido ao aumento da concentração de partículas carregadas (Zayed et al., 2023). Os teores de Na⁺ e K⁺ na mucilagem também aumentaram com o incremento de N no solo, o que comprova a maior absorção desses íons em T4 (Tabela 1). O nitrogênio também pode influenciar a eficiência do sistema radicular na absorção de diversos íons, promovendo um acúmulo significativo desses elementos na mucilagem da planta. Tais resultados são importantes pois a notável composição mineral da mucilagem de palma as torna ideais como aditivos nutricionais em formulações alimentícias (Salehi et al., 2019). O aumento na absorção de nutrientes também pode alterar o balanço iônico da mucilagem, afetando o pH e CE, que também foram superiores na mucilagem de cladódios adubados com a maior dose (Tabela 1). Tais valores elevados de condutividade e pH na maior adubação não são adequados para a formulação de filmes baseados em mucilagem, visto que íons solúveis na mucilagem podem interferir na formação de redes poliméricas estáveis, fundamentais para a integridade estrutural dos filmes. Eles também podem causar problemas de compatibilidade com outros componentes usados na formulação dos filmes, levando à separação de fases, redução na resistência mecânica e diminuição na qualidade do filme (Tosif et al., 2021).

Os compostos nitrogenados, como proteínas e aminoácidos, possuem alta afinidade por água e óleo, o que pode ter contribuído com a maior retenção de água (19,88 g g⁻¹) e óleo (15,15 g g⁻¹) obtida na mucilagem de T4 (Tabela 1). Diversos estudos relataram que mucilagens apresentam maior capacidade de se vincular a substâncias hidrofílicas que hidrofóbicas. A mucilagem de *Opuntia dillenii* apresentou uma melhor CRA (4,0 g g⁻¹) que CRO (2,0 g g⁻¹) (Kalegowda et al., 2017). Andrada et al. (2024), por sua vez, relataram uma retenção de água e óleo de 0,62 g g⁻¹ e 2,71 g g⁻¹, respectivamente, na mucilagem de *Nopalea cochenillifera*. No presente estudo, a maior quantidade de biomassa e alterações na composição química promovidas pelo nitrogênio possivelmente aumentaram a viscosidade e a capacidade de interação molecular da mucilagem, resultando em uma maior retenção de água. Os polissacarídeos na mucilagem possuem características hidrofílicas, conferindo-lhe uma natureza lipofóbica, o que explica a reduzida retenção de óleo (Vieira et al., 2021). No entanto, a CRO obtida foi superior à relatada em outros estudos, o que pode aumentar a compatibilidade dos filmes biopoliméricos formulados com substâncias oleosas. Isso permite a incorporação

eficiente de compostos lipofílicos, como ceras, aprimorando as propriedades hidrofóbicas dos filmes produzidos. Além disso, uma alta retenção de óleo sugere que a mucilagem obtida pode melhorar a textura de produtos alimentícios (Monrroy et al., 2017).

Considerando os elevados teores de proteínas, carboidratos e potássio, além da alta capacidade de retenção de água e óleo, a mucilagem derivada de palma fertilizada com doses mais altas de nitrogênio apresenta um potencial significativo para aplicação na indústria alimentícia. Essa mucilagem pode ser utilizada como estabilizante, gelificante ou emulsificante, devido às suas propriedades funcionais que permitem melhorar a textura, a estabilidade e a consistência de diversos produtos alimentícios (Soltani et al., 2024). A introdução da mucilagem de palma como aditivo alimentar não só pode melhorar as características sensoriais e nutricionais dos alimentos, mas também oferecer uma alternativa natural e sustentável aos aditivos sintéticos, alinhando-se às tendências de consumo consciente e à demanda por ingredientes naturais. Além disso, o uso da mucilagem de palma pode contribuir para a valorização de resíduos agrícolas e promover práticas agrícolas mais sustentáveis.

Propriedades estruturais, mecânicas, térmicas e ópticas dos filmes biopoliméricos

A adubação nitrogenada influenciou significativamente as propriedades físico-químicas, mecânicas e estruturais dos filmes biopoliméricos formulados a partir da mucilagem de cactos. Os filmes T1 e T4 apresentaram notável homogeneidade, caracterizada por superfícies lisas, flexíveis e facilmente manipuláveis (Figura 5A e J). Além disso, ao nível microscópico tais filmes apresentaram superfícies com menos poros e rachaduras, o que indica melhor compatibilidade entre os componentes do material. Em contraste, os filmes derivados da mucilagem fertilizada com as doses intermediárias (T2 e T3) exibiram morfologias irregulares, com visível heterogeneidade e fragilidade (Figura 5D e G), apesar de serem mais espessos (> 0,44 mm) (Tabela 2), apresentando assim propriedades estruturais inadequadas. Gheribi et al. (2018) e Mannai et al. (2023) obtiveram espessuras inferiores em filmes de mucilagem de *O. ficus-indica* cultivada sem fertilização nitrogenada, de 0,18 mm e 0,15 mm, respectivamente. A diferença na qualidade dos filmes pode ser atribuída à variação na composição química da mucilagem devido às diferentes doses de nitrogênio. Considerando que a fertilização aumentou o teor de carboidratos, esses polissacarídeos podem ser responsáveis pela maior espessura observada nos filmes. Os polissacarídeos presentes na mucilagem são os principais componentes estruturais dos filmes biopoliméricos, contribuindo para a formação de

uma matriz tridimensional que pode ser mais densa e uniforme com a alta presença de carboidratos, o que pode ter aumentado a espessura dos filmes (Parente et al., 2022).

Os espectros de infravermelho de filmes biopoliméricos são fundamentais para a caracterização das ligações químicas e grupos funcionais presentes no biomaterial. Os picos observados foram mais pronunciados nos filmes derivados de cactos fertilizados com a dose mais alta (T4), com uma tendência de redução nos picos em doses menores (Figura 3). O pico de absorção em aproximadamente 3331 cm^{-1} está relacionado às vibrações dos grupos -OH de álcoois e ácidos carboxílicos envolvidos em ligações intermoleculares de hidrogênio, indicando afinidade dos filmes por moléculas de água (Gheribi et al., 2019). Isso contribui para o maior teor de umidade e solubilidade observados nos filmes de T4 (Figura 4A e B). As vibrações assimétricas da ligação C-H associadas ao pico em 2921 cm^{-1} indicam a presença de celulose na formulação dos filmes (Thivya et al., 2021), possivelmente explicando a maior resistência e alongação na ruptura observadas em T4 (Figura 6A e B). Duas bandas próximas, em 1700 e 1640 cm^{-1} , são atribuídas às vibrações C=O de grupos carboxila e aos alongamentos COO⁻ característicos de sais de ácido carboxílico presentes na mucilagem (Rodríguez-González et al., 2014), respectivamente. Além disso, um conjunto de picos foi observado entre 1430 e 1240 cm^{-1} , correspondendo às vibrações C-H ou O-H (Gheribi et al., 2019). O pico mais intenso observado em aproximadamente 1040 cm^{-1} indica a presença de polissacarídeos, representados pelas vibrações C-O-C ou C-O-H (Elhleli et al., 2021), o que está em concordância com o maior teor de carboidratos observado nos filmes provenientes de cactos submetidos à maior dose de nitrogênio (Figura 2C).

A cristalinidade é um fator crucial para polímeros em diversas aplicações, como na microencapsulação e na indústria de embalagens alimentícias. Materiais com maior grau de cristalinidade são preferidos, pois são menos higroscópicos e apresentam maior estabilidade durante o armazenamento (Vieira et al., 2021). Em contrapartida, substâncias amorfas tendem a absorver água, o que pode comprometer a estrutura dos alimentos, promover aglomeração microbiana e causar a degradação de nutrientes. Os filmes T1 exibiram picos de maior intensidade nos espectros de raios X (Figura 8), indicando maior cristalinidade e resistência mecânica, visto que a menor concentração de nitrogênio resultou em uma estrutura mais ordenada e cristalina. A maior síntese de compostos nitrogenados na mucilagem com as maiores doses pode levar a uma estrutura mais amorfa e desordenada, diminuindo a intensidade dos picos nos espectros de DRX. Além disso, T1 exibiu uma estrutura mais compacta, maior flexibilidade e uma boa transparência ($> 10\% \text{ mm}^{-1}$) (Tabela 2). Esses filmes foram mais

transparentes que os obtidos em filmes de *Opuntia* por Sandoval et al. (2019) e Pinheiro et al. (2024), que relataram 7,43 % mm⁻¹ e 4,73 % mm⁻¹, respectivamente. Tais características sugerem que a utilização de baixos níveis de fertilizantes não compromete a qualidade dos filmes, proporcionando uma economia significativa com insumos agrícolas.

Algumas possíveis aplicações de filmes biopoliméricos, como a embalagem de alimentos, exigem baixa solubilidade e umidade do material, com o objetivo de aumentar a integridade e a resistência à água dos produtos alimentícios. Ambos os parâmetros são influenciados pelos componentes hidrofóbicos e hidrofílicos do filme. Observou-se que filmes provenientes de plantas adubadas com doses mais altas de nitrogênio, em especial na dose de T3, apresentaram maior teor de umidade (10,52%) (Figura 4A), possivelmente devido à maior retenção de água pela estrutura mais porosa dos filmes. Em contrapartida, os filmes de T1 exibiram menor umidade (8,65%), refletindo uma estrutura mais compacta e menos permeável à água. Os filmes obtidos contêm menor teor de água que os formulados por Gheribi et al. (2019) e Brito et al. (2022), os quais formularam filmes de *Opuntia* com 14% e 9,53% de umidade, respectivamente. A solubilidade em água dos filmes também foi influenciada pela dose de adubação. Os filmes T1 foram menos solúveis em água (36,57%) (Figura 4B), o que é benéfico para aplicações que requerem estabilidade em ambientes úmidos. Os filmes também foram menos solúveis que filmes baseados em cactos *O. ficus-indica* e *O. stricta* cultivados sem fertilização nitrogenada, como relatado por Sandoval et al. (2019) e Brito et al. (2022), que obtiveram 91,05% e 96,04% de solubilidade, respectivamente. Dessa forma, os dados obtidos sugerem que os filmes provenientes de cactos com a menor dose de fertilização nitrogenada são adequados para aplicação na indústria de embalagens.

A permeabilidade ao vapor de água é definida como o vapor de água que é transmitido através de um filme a uma temperatura e umidade relativa específicos. É uma propriedade crucial para filmes biopoliméricos usados em embalagens alimentícias, visto que boas propriedades de barreira podem prevenir o alimento da oxidação e deterioração microbiana, estendendo assim sua vida de prateleira (Gheribi et al., 2019). Pinheiro et al. (2024) produziram filmes provenientes de *O. stricta* e relataram uma permeabilidade de 31,93 g mm⁻¹ m⁻² d⁻¹ KPa. No presente estudo, os filmes T2 e T3 mostraram uma menor taxa de permeabilidade (14,72 g mm⁻¹ m⁻² d⁻¹ KPa e 16,82 g mm⁻¹ m⁻² d⁻¹ KPa) (Figura 4C), indicando uma barreira mais eficiente contra a umidade. Essa redução na permeabilidade foi atribuída à maior espessura desses filmes (Tabela 2), que reduz a taxa de transmissão de umidade através da superfície do material. Essa característica é fundamental para a preservação de alimentos, pois minimiza a

troca de umidade entre o produto e o ambiente, prolongando sua vida útil. No entanto, apesar desses benefícios, os filmes foram observados como quebradiços e mal formados, o que os torna inadequados para aplicações industriais, apesar da sua menor permeabilidade. Nesse sentido, os filmes oriundos de T1, que exibiram uma permeabilidade de $20,31 \text{ g mm}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ d}^{-1}$, são mais adequados para manter a qualidade de alimentos no setor de embalagens.

As propriedades mecânicas das embalagens alimentícias são importantes devido ao seu impacto na integridade física do material, influenciando diretamente a preservação dos alimentos durante os processos de armazenamento e comercialização (Adhikary et al., 2023). Os filmes de T1 e T4 exibiram maior módulo de Young ($> 8,8 \text{ MPa}$) (Figura 6C), refletindo sua maior capacidade de resistir à deformação elástica sob a aplicação de forças externas. A resistência à tração ($> 0,7 \text{ MPa}$) (Figura 6A) e alongação na ruptura ($> 11\%$) (Figura 6B) dos filmes tenderam a aumentar em função da fertilização nitrogenada, sugerindo que a fertilização levou à formação de materiais mais flexíveis e menos propensos a quebrar sob tensão. A resistência e alongação foram similares às obtidas por Gheribi et al. (2018) e Espino-Díaz et al. (2010) em filmes de *O. ficus-indica* formulados com o mesmo plastificante utilizado aqui, o glicerol. Entretanto, tais parâmetros mecânicos foram significativamente inferiores aos de filmes de blenda de mucilagem com álcool polivinílico (PVA), os quais exibiram RT e ER de $2,7 \text{ MPa}$ e 55% , respectivamente (Gheribi et al., 2019). Isso sugere que a incorporação de aditivos (como reticulantes, nanopartículas e compostos hidrofóbicos), juntamente com a formação de blends poliméricas através da mistura de polímeros termodinamicamente compatíveis, pode melhorar significativamente as propriedades mecânicas de filmes à base de mucilagem. Essa abordagem permite a obtenção de materiais compósitos com características desejáveis que não seriam alcançadas apenas com o uso de polímeros individuais. Portanto, recomenda-se investigar, em estudos futuros, o efeito da adição de nitrogênio em blends poliméricas de mucilagem de *Opuntia* formuladas com outros aditivos e polímeros.

A caracterização do ângulo de contato com água refere-se à medida da afinidade da superfície dos filmes com a água, refletindo sua hidrofobicidade. Valores elevados de ângulo de contato indicam uma maior repulsão à água, o que resulta em melhores propriedades de barreira à umidade (Gheribi et al., 2019). Os filmes produzidos exibiram ângulos relativamente baixos ($< 67^\circ$) (Figura 7), indicando superfícies mais hidrofílicas, independente da dose de N aplicada. Tal resultado pode estar relacionado ao alto teor de compostos hidrofílicos presentes na composição da mucilagem, em especial os polissacarídeos. Além disso, superfícies rugosas podem levar à maiores ângulos de contato que as superfícies suaves (Marvdashti; Koocheki;

Yavarmanesh, 2017), o que pode explicar os ângulos superiores em T2 e T3, os quais exibiram superfícies rugosas comprovadas pelas imagens da MEV (Figura 5). Os resultados sugerem que os filmes obtidos são mais propensos a absorver água, o que não é vantajoso para aplicações que requerem resistência à umidade, como em embalagens de alimentos. Os filmes de T3, entretanto, exibiram maior ângulo de contato, refletindo uma maior hidrofobicidade e maior capacidade de absorção de água.

Tendo em vista os resultados promissores obtidos com a menor dose de adubação nitrogenada, é importante considerar alternativas sustentáveis que possam substituir ou complementar o uso de fertilizantes químicos, na busca por reduzir a necessidade de insumos químicos e melhorando a viabilidade econômica e ambiental da produção de biopolímeros. Uma direção promissora para pesquisas futuras é a utilização de rizóbios ou fungos micorrízicos na cultura da palma forrageira. Esses microorganismos podem promover o crescimento vegetal de forma sustentável, melhorando a absorção de nutrientes e reduzindo a necessidade de fertilizantes nitrogenados. Além disso, o uso de fontes orgânicas de nitrogênio, como compostos e resíduos agrícolas, pode contribuir para um manejo mais sustentável e eficiente dos nutrientes. Essas abordagens podem não apenas melhorar a qualidade da mucilagem e dos filmes biopoliméricos, mas também promover práticas agrícolas mais sustentáveis e economicamente viáveis, beneficiando tanto o meio ambiente quanto os produtores. Portanto, a investigação de tais alternativas é crucial para otimizar o potencial da palma forrageira na indústria de bioplásticos e em outras aplicações industriais.

A menor dose de nitrogênio aplicada resultou na produção de mucilagem com características favoráveis para a aplicação em filmes biopoliméricos, apresentando valores mais baixos de pH, CE, e CRA, além de menores teores de Na^+ e K^+ . Esta mucilagem formou filmes com propriedades vantajosas para a indústria de embalagens, destacando-se pela transparência e maleabilidade. Por outro lado, os filmes formulados a partir das maiores doses de nitrogênio, embora menos flexíveis, podem ser adequados para materiais que requerem boas propriedades mecânicas, devido à sua alta resistência à tração e alongação na ruptura. As doses mais elevadas de adubação também otimizaram propriedades importantes para a utilização da palma como aditivo em produtos alimentícios, como o alto conteúdo de potássio, aumento no pH, e elevada retenção de água e óleo. Portanto, a escolha do nível adequado de fertilização nitrogenada depende do tipo de aplicação desejada para a mucilagem dos cactos, bem como das fontes de nitrogênio e recursos disponíveis para o produtor, seja visando a fabricação de biomateriais, aplicação em produtos alimentícios ou a produção de forragem na cultura da palma.

4 CONCLUSÕES

Os cladódios submetidos às menores doses de nitrogênio demonstraram um acúmulo de mucilagem com características favoráveis para a formulação de filmes biopoliméricos, as quais incluem maior rendimento, menor pH e condutividade elétrica, além de menores teores de sódio, potássio e capacidade de retenção de água. Além disso, os filmes derivados de plantas fertilizadas com doses baixas de nitrogênio apresentaram propriedades visuais e mecânicas superiores, como maior transparência, flexibilidade e maleabilidade, o que os torna promissores para aplicação como embalagens biodegradáveis. Portanto, considerando os custos associados à adubação nitrogenada, a utilização de doses reduzidas pode representar uma vantagem econômica na produção de filmes e revestimentos à base de mucilagem.

REFERÊNCIAS

- ADHIKARY, N. DAS et al. **Recent advances in plant-based polysaccharide ternary complexes for biodegradable packaging. International Journal of Biological Macromolecules** Elsevier B.V., , 31 dez. 2023.
- ALBA, D. T.; MARYNA, D. W. Patent PA153178P A process for extracting mucilage from *Opuntia ficus-indica*, *Aloe barbadensis* and *Agave americana*. 1 dez. 2021.
- ALI, A.; AHMED, S. Recent Advances in Edible Polymer Based Hydrogels as a Sustainable Alternative to Conventional Polymers. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 66, n. 27, p. 6940–6967, 11 jul. 2018.
- ALVARES, C. A. et al. Köppen’s climate classification map for Brazil. **Meteorologische Zeitschrift**, v. 22, n. 6, p. 711–728, 2013.
- ALVES, C. P. et al. Consórcio palma-sorgo sob lâminas de irrigação: balanço de água no solo e coeficientes da cultura. **Agrometeoros**, v. 27, n. 2, 12 mar. 2020.
- ALVES, F. A. L.; DOS SANTOS, D. C. Morphological and nutritional characterization of the cladodes of seven varieties of forage cactus of the genus *Opuntia* cultivated in Brazil. **South African Journal of Botany**, v. 169, p. 46–55, 1 jun. 2024.
- ALVES, H. K. M. N. et al. Integrated management of agronomic practices in the forage cactus: maximising productivity, biological efficiency and economic profitability. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 24, p. 307–329, 10 dez. 2022.
- AMENÁBAR CRISTI, M. et al. The rise and demise of plastic shopping bags in Chile – Broad and informal coalition supporting ban as a first step to reduce single-use plastics. **Ocean & Coastal Management**, v. 187, p. 105079, 1 abr. 2020.
- ANAS, M. et al. **Fate of nitrogen in agriculture and environment: agronomic, eco-physiological and molecular approaches to improve nitrogen use efficiency. Biological Research** BioMed Central Ltd, , 1 dez. 2020.
- ANDRADA, L. V. P. DE et al. A New Protocol for Obtaining Mucilage and Biopolymeric Ecofilms From Cacti. **Packaging Technology and Science**, v. 37, n. 5, p. 365–377, 1 maio 2024.
- ANU BHUSHANI, J.; ANANDHARAMAKRISHNAN, C. Electrospinning and electro spraying techniques: Potential food based applications. **Trends in Food Science & Technology**, v. 38, n. 1, p. 21–33, 1 jul. 2014.

ARAÚJO, Y. P. DE 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, 3 dez. 2021.

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, 1 nov. 2015.

ASTM E96/E96M-15 - Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials. Disponível em: <<https://webstore.ansi.org/standards/astm/astme96e96m15>>. Acesso em: 24 abr. 2023.

AUGUSTO LOURÊDO DE BRITO, F. et al. **Preparation and characterization of a biodegradable film from cactus *Nopalea* sp** **Journal of the Professional Association for Cactus Development**. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<https://www.jpacd.org/jpacd>>.

AWASTHI, S. K. et al. A comprehensive review on recent advancements in biodegradation and sustainable management of biopolymers. **Environmental Pollution**, v. 307, 15 ago. 2022.

AYQUIPA-CUELLAR, E. et al. Assessment of Prickly Pear Peel Mucilage and Potato Husk Starch for Edible Films Production for Food Packaging Industries. **Waste and Biomass Valorization**, v. 12, n. 1, p. 321–331, 1 jan. 2021.

BALART, R. et al. **Biopolymers from natural resources**. **Polymers** MDPI AG, , 1 ago. 2021.

BAYAR, N.; KRIAA, M.; KAMMOUN, R. Extraction and characterization of three polysaccharides extracted from *Opuntia ficus indica* cladodes. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 92, p. 441–450, 1 nov. 2016.

BHATLA, S. C.; LAL, M. A. Nitrogen Metabolism. Em: **Plant Physiology, Development and Metabolism**. [s.l.] Springer, Singapore, 2023. p. 295–334.

BLASI, A. et al. Lignocellulosic Agricultural Waste Valorization to Obtain Valuable Products: An Overview. **Recycling 2023, Vol. 8, Page 61**, v. 8, n. 4, p. 61, 20 jul. 2023.

CALVA-ESTRADA, S. J.; JIMÉNEZ-FERNÁNDEZ, M.; LUGO-CERVANTES, E. Protein-Based Films: Advances in the Development of Biomaterials Applicable to Food Packaging. **Food Engineering Reviews 2019 11:2**, v. 11, n. 2, p. 78–92, 18 mar. 2019.

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.

CHEN, H. L. et al. The plastic waste problem in Malaysia: management, recycling and disposal of local and global plastic waste. **SN Applied Sciences**, v. 3, n. 4, p. 1–15, 1 abr. 2021.

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, 1 maio 2016.

CUCINA, M. et al. The role of waste management in reducing bioplastics' leakage into the environment: A review. **Bioresource Technology**, v. 337, p. 125459, 1 out. 2021.

DAIANE COSTA DE SOUSA, LADY 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**. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<https://www.jpacd.org/jpacd>>.

DE ANDRADE VIEIRA, É. et al. Mucilages of cacti from Brazilian biodiversity: Extraction, physicochemical and technological properties. **Food Chemistry**, v. 346, 1 jun. 2021.

DEMMIG-ADAMS, B.; ADAMS, W. W. Photoinhibition. **Encyclopedia of Applied Plant Sciences**, v. 1, p. 78–85, 27 ago. 2016.

DERRAIK, J. G. B. The pollution of the marine environment by plastic debris: a review. **Marine Pollution Bulletin**, v. 44, n. 9, p. 842–852, 1 set. 2002.

DICK, M. et al. Mucilage and cladode flour from cactus (*Opuntia monacantha*) as alternative ingredients in gluten-free crackers. **Food Chemistry**, v. 314, n. January, p. 126178, 2020.

D.N.F.V. CUNHA; E.S. GOMES. Morphometric and biomass accumulation in small forage cactus grow under nitrogen fertilization | Request PDF. **Revista Brasileira de Saúde e Produção Animal**, 2012.

DRZYZGA, O.; PRIETO, A. Plastic waste management, a matter for the 'community'. **Microbial Biotechnology**, v. 12, n. 1, p. 66, 1 jan. 2019.

DUBOIS, M. et al. Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. **Analytical Chemistry**, v. 28, n. 3, p. 350–356, 1 mar. 1956.

ELHLELI, H. et al. The use of mucilage extracted from *Opuntia ficus indica* as a microencapsulating shell. **Journal of the Serbian Chemical Society**, v. 86, n. 1, p. 25–38, 2021.

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, ago. 2010.

FAZELI, M.; KELEY, M.; BIAZAR, E. Preparation and characterization of starch-based composite films reinforced by cellulose nanofibers. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 116, p. 272–280, 1 set. 2018.

FIXEN, P. E.; WEST, F. B. **Nitrogen Fertilizers: Meeting contemporary challenges**. Ambio. **Anais...**Royal Swedish Academy of Sciences, 2002.

GAN, C. Y.; ABDUL MANAF, N. H.; LATIFF, A. A. Physico-chemical properties of alcohol precipitate pectin-like polysaccharides from *Parkia speciosa* pod. **Food Hydrocolloids**, v. 24, n. 5, p. 5, 471–478, 1 jan. 2010.

GAO, Y.; LIU, R.; LIANG, H. Food Hydrocolloids: Structure, Properties, and Applications. **Foods 2024, Vol. 13, Page 1077**, v. 13, n. 7, p. 1077, 1 abr. 2024.

GEYER, R.; JAMBECK, J. R.; LAW, K. L. Production, use, and fate of all plastics ever made. **Science Advances**, v. 3, n. 7, 5 jul. 2017.

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.

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, n. May 2019, p. 100386, 2019.

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, 1 abr. 2019.

GOKSEN, G. et al. Mucilage polysaccharide as a plant secretion: Potential trends in food and biomedical applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 230, 1 mar. 2023.

GOMES, G. M. F. et al. Chemical composition of cactus pear cladodes under different fertilization and harvesting managements. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 53, n. 2, p. 221–228, 1 fev. 2018.

GRUBER, N.; GALLOWAY, J. N. An Earth-system perspective of the global nitrogen cycle. **Nature 2008 451:7176**, v. 451, n. 7176, p. 293–296, 16 jan. 2008.

HARRAK, H. **Assessment of technological and nutritional qualities of the powder of prickly pear cladodes at four ages of growth.** *Materials Today: Proceedings. Anais...Elsevier Ltd*, 2021.

HEIDBREDER, L. M. et al. Tackling the plastic problem: A review on perceptions, behaviors, and interventions. **Science of The Total Environment**, v. 668, p. 1077–1093, 10 jun. 2019.

HENDERSON, L.; GREEN, C. Making sense of microplastics? Public understandings of plastic pollution. **Marine Pollution Bulletin**, v. 152, p. 110908, 1 mar. 2020.

KALEGOWDA, P.; CHAUHAN, A. S.; NANJARAJ URS, S. M. *Opuntia dillenii* (Ker-Gawl) Haw cladode mucilage: Physico-chemical, rheological and functional behavior. **Carbohydrate Polymers**, v. 157, p. 1057–1064, 10 fev. 2017.

KARBOWIAK, T.; DEBEAUFORT, F.; VOILLEY, A. **Importance of surface tension characterization for food, pharmaceutical and packaging products: A review.** **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, 1 jun. 2006.

KRUGER, N. J. The Bradford method for protein quantitation. **Methods in molecular biology (Clifton, N.J.)**, v. 32, p. 9–15, 1994.

KUMAR, S. et al. Cactus Pear (*Opuntia ficus-indica*) Productivity, Proximal Composition and Soil Parameters as Affected by Planting Time and Agronomic Management in a Semi-Arid Region of India. **Agronomy 2021, Vol. 11, Page 1647**, v. 11, n. 8, p. 1647, 18 ago. 2021.

LIRA-VARGAS, A. A. et al. Biopolymeric films based on cactus (*Opuntia ficus-indica*) mucilage incorporated with gelatin and beeswax. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 16, p. 51–70, 12 dez. 2014.

LIU, M. et al. A strong, biodegradable and transparent cellulose-based bioplastic stemmed from waste paper. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 140, n. 13, 5 abr. 2023.

LOPES, M. N. et al. Accumulation and export of nutrients in cactus pear cladodes (*Opuntia ficus-indica*) under different managements in the Brazilian Semiarid. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v. 47, p. e20170077, 3 maio 2018.

LUO, L.; ZHANG, Y.; XU, G. **How does nitrogen shape plant architecture?** **Journal of Experimental Botany** Oxford University Press, , 25 jul. 2020.

MAGALHÃES, R. M. F. et al. Efficiency of fertilization with coated urea in the cultivation of cactus pear under rainfed conditions in Brazilian savannah. **The Journal of Agricultural Science**, v. 159, n. 5–6, p. 426–436, 12 jul. 2021.

MAKHLOUFI, N. et al. Polysaccharide-based films of cactus mucilage and agar with antioxidant properties for active food packaging. **Polymer Bulletin**, v. 79, n. 12, p. 11369–11388, 1 dez. 2022.

MANNAI, F. et al. Biodegradable composite films based on mucilage from *Opuntia ficus-indica* (Cactaceae): Microstructural, functional and thermal properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 252, 1 dez. 2023.

MARTÍNEZ-DALMAU, J.; BERBEL, J.; ORDÓÑEZ-FERNÁNDEZ, R. **Nitrogen fertilization. A review of the risks associated with the inefficiency of its use and policy responses. Sustainability (Switzerland)**MDPI AG, , 2 maio 2021.

MARTINS, J. T.; CERQUEIRA, M. A.; VICENTE, A. A. Influence of α -tocopherol on physicochemical properties of chitosan-based films. **Food Hydrocolloids**, v. 27, n. 1, p. 220–227, 1 maio 2012.

MIKUS, M.; GALUS, S. Biopolymers from Agriculture Waste and By-Products. p. 111–128, 2022.

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, 2 jan. 2017.

MONRROY, M. et al. Extraction and Physicochemical Characterization of Mucilage from *Opuntia cochenillifera* (L.) Miller. **Journal of Chemistry**, v. 2017, 2017.

MORAIS, M. A. DOS S. et al. Mucilage of spineless cactus in the composition of an edible coating for minimally processed yam (*Dioscorea* spp.). **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 13, n. 3, p. 2000–2008, 15 set. 2019.

MOUNIR, B. et al. Physico-chemical changes in cladodes of *Opuntia ficus-indica* as a function of the growth stage and harvesting areas. **Journal of Plant Physiology**, v. 251, p. 153196, 1 ago. 2020.

MUELLER, E. et al. Development of ternary polymeric films based on cassava starch, pea flour and green banana flour for food packaging. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 256, 1 jan. 2024.

NANDA, S. et al. **Innovations in applications and prospects of bioplastics and biopolymers: a review. Environmental Chemistry Letters**Springer Science and Business Media Deutschland GmbH, , 1 fev. 2022.

- NANDAKUMAR, A.; CHUAH, J. A.; SUDESH, K. **Bioplastics: A boon or bane? Renewable and Sustainable Energy Reviews** Elsevier Ltd, , 1 set. 2021.
- NASCIMENTO, K. D. S. et al. Nitrogen fertilization strategies in the cultivation of Cactus pear in Brazilian Savannah localities. **Journal of the Professional Association for Cactus Development**, v. 23, p. 165–179, 3 dez. 2021.
- NETO, J. D. et al. Growth and yield of cactus pear under irrigation frequencies and nitrogen fertilization. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 24, n. 10, p. 664–671, 1 out. 2020.
- NOBEL, P. S.; DE LA BARRERA, E. High Temperatures and Net CO₂ Uptake, Growth, and Stem Damage for the Hemiepiphytic Cactus *Hylocereus undatus*1. **Biotropica**, v. 34, n. 2, p. 225–231, 1 jun. 2002.
- NUNES, J. DA S. L. et al. Índices morfofisiológicos e biofísicos da palma forrageira cultivada sob tecnologias hídricas na bacia do Rio Pajeú. **Journal of Environmental Analysis and Progress**, v. 5, n. 1, p. 128–139, 13 mar. 2020.
- OCHOA, M. J.; UHART, S. A. Nitrogen availability and fruit yield generation in cactus pear (*Opuntia ficus-indica*): I. Effects on cladode area and crop solar radiation interception. **Acta Horticulturae**, v. 728, p. 117–124, 2006.
- ODAIR ZENEBON; NEUS SADOCCO PASCUET; PAULO TIGLEA. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: [s.n.].
- OKOLIE, J. A. et al. A review on subcritical and supercritical water gasification of biogenic, polymeric and petroleum wastes to hydrogen-rich synthesis gas. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 119, p. 109546, 1 mar. 2020.
- OLIVEIRA, M.; ALMEIDA, M.; MIGUEL, I. A micro(nano)plastic boomerang tale: A never ending story? **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, v. 112, p. 196–200, 1 mar. 2019.
- OU DIR, M. et al. Development of Eco-Friendly Biocomposite Films Based on *Opuntia ficus-indica* Cladodes Powder Blended with Gum Arabic and Xanthan Envisaging Food Packaging Applications. **Foods**, v. 13, n. 1, 1 jan. 2024.
- PARENTE, A. G. et al. Bio-based polymer films with potential for packaging applications: a systematic review of the main types tested on food. **Polymer Bulletin 2022 80:5**, v. 80, n. 5, p. 4689–4717, 1 jul. 2022.
- PATHAK, S.; SNEHA, C.; MATHEW, B. B. Bioplastics: Its Timeline Based Scenario & Challenges. **Journal of Polymer and Biopolymer Physics Chemistry**, v. 2, n. 4, p. 84–90, 2014.

- PEREIRA, C. et al. MORFOGÊNESE DA PALMA FORRAGEIRA IRRIGADA POR GOTEJAMENTO 1. **Revista Caatinga**, n. 3, p. 184–195, 2015.
- PEREIRA, V. A.; DE ARRUDA, I. N. Q.; STEFANI, R. Active chitosan/PVA films with anthocyanins from Brassica oleraceae (Red Cabbage) as Time-Temperature Indicators for application in intelligent food packaging. **Food Hydrocolloids**, v. 43, p. 180–188, 1 jan. 2015.
- PERUCINI-AVENDAÑO, M. et al. Cladodes: Chemical and structural properties, biological activity, and polyphenols profile. **Food Science & Nutrition**, v. 9, n. 7, p. 4007–4017, 1 jul. 2021.
- PINHEIRO, J. C. et al. Effects of cactus pear clone harvest seasons and times on the physicochemical and technological properties of resulting mucilage and biopolymeric films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 257, 1 fev. 2024a.
- PINHEIRO, J. C. et al. Effects of cactus pear clone harvest seasons and times on the physicochemical and technological properties of resulting mucilage and biopolymeric films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 257, 1 fev. 2024b.
- RAHARDIYAN, D. et al. **Thermoplastic starch (TPS) bioplastic, the green solution for single-use petroleum plastic food packaging – A review. Enzyme and Microbial Technology** Elsevier Inc., , 1 ago. 2023.
- RIBEIRO, E. M. DE O. et al. Study of carbohydrates present in the cladodes of *Opuntia ficus-indica* (fodder palm), according to age and season. **Food Science and Technology**, v. 30, n. 4, p. 933–939, out. 2010.
- RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ, F. et al. Influence of age on molecular characteristics and rheological behavior of nopal mucilage. **Food Science and Nutrition**, v. 9, n. 12, p. 6776–6785, 1 dez. 2021.
- 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.
- ROY, A.; SHRIVASTAVA, S. L.; MANDAL, S. M. Self-assembled carbohydrate nanostructures: synthesis strategies to functional application in food. **Novel Approaches of Nanotechnology in Food**, p. 133–164, 2016.
- SALEHI, E. et al. *Opuntia ficus indica* fruit gum: Extraction, characterization, antioxidant activity and functional properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 206, p. 565–572, 15 fev. 2019.

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, 1 ago. 2019.

SANTOS, J. P. A. DE S. et al. Morphophysiological responses, water, and nutritional performance of the forage cactus submitted to different doses of nitrogen. **Field Crops Research**, v. 308, 15 mar. 2024.

SAVUN-HEKİMOĞLU, B.; GAZİOĞLU, C. Mucilage Problem in the Semi-Enclosed Seas: Recent Outbreak in the Sea of Marmara. **International Journal of Environment and Geoinformatics**, v. 8, n. 4, p. 402–413, 15 dez. 2021.

SHAH, Y. A. et al. Mechanical Properties of Protein-Based Food Packaging Materials. **Polymers**, v. 15, n. 7, 1 abr. 2023.

SHANKAR, S. et al. Preparation, characterization, and antimicrobial activity of gelatin/ZnO nanocomposite films. **Food Hydrocolloids**, v. 45, p. 264–271, 1 mar. 2015.

SOLTANI, M. et al. Emulsifying properties of biopolymer extracts from *Opuntia ficus indica* cladodes. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 683, p. 133005, 20 fev. 2024.

STITT, M.; KRAPP, A. The interaction between elevated carbon dioxide and nitrogen nutrition: the physiological and molecular background. **Plant, Cell & Environment**, v. 22, n. 6, p. 583–621, 1 jun. 1999.

TESHAGER, A. A.; ATLABACHEW, M.; ALENE, A. N. Development of biodegradable film from cactus (*Opuntia Ficus Indica*) mucilage loaded with acid-leached kaolin as filler. **Heliyon**, v. 10, n. 11, 15 jun. 2024.

THE, S. V.; SNYDER, R.; TEGEDER, M. Targeting Nitrogen Metabolism and Transport Processes to Improve Plant Nitrogen Use Efficiency. **Frontiers in Plant Science**, v. 11, p. 628366, 1 mar. 2021.

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, 1 out. 2021.

THOMPSON, R. C. et al. Plastics, the environment and human health: current consensus and future trends. **Philosophical transactions of the Royal Society of London. Series B, Biological sciences**, v. 364, n. 1526, p. 2153–2166, 27 jul. 2009.

TOBIJASZEWSKA, B.; MILLS, R.; JØNS, J. USING SPECTROMETRY FOR SIMULTANEOUS MEASUREMENT OF COLOUR AND COMPOSITION IN FOOD

SAMPLES. [s.l: s.n.]. Disponível em:

<www.nielsen.com/content/dam/niensenglobal/eu/docs/pdf/Global%20Ingre->.

TOSIF, M. M. et al. **A comprehensive review on plant-derived mucilage:**

Characterization, functional properties, applications, and its utilization for nanocarrier fabrication. *Polymers* MDPI AG, , 1 abr. 2021.

VELUCI, R. M.; NEHER, D. A.; WEICHT, T. R. Nitrogen fixation and leaching of biological soil crust communities in mesic temperate soils. *Microbial Ecology*, v. 51, n. 2, p. 189–196, 8 fev. 2006.

WAHEED, M. et al. BIOSYNTHESIS OF POLY (HYDROXYALKANOATES). *Biological and Clinical Sciences Research Journal*, v. 2021, n. 1, 27 maio 2021.

ZAYED, O. ; et al. Nitrogen Journey in Plants: From Uptake to Metabolism, Stress Response, and Microbe Interaction. *Biomolecules* **2023, Vol. 13, Page 1443**, v. 13, n. 10, p. 1443, 25 set. 2023.

ZHANG, L. et al. Nitrogen Levels Regulate Sugar Metabolism and Transport in the Shoot Tips of Crabapple Plants. *Frontiers in Plant Science*, v. 12, p. 626149, 10 mar. 2021.

ZHANG, Y. et al. A Brief Review of Phenolic Compounds Identified from Plants: Their Extraction, Analysis, and Biological Activity. *Natural Product Communications*, v. 17, n. 1, 1 jan. 2022.

ZHANG, Z. et al. Effects of Oxygenated Irrigation on Root Morphology, Fruit Yield, and Water–Nitrogen Use Efficiency of Tomato (*Solanum lycopersicum* L.). *Journal of Soil Science and Plant Nutrition*, v. 23, n. 4, p. 5582–5593, 1 dez. 2023.