



## FILMES DE FIBRA DE COLÁGENO E ÁLCOOL POLIVINÍLICO COM ADIÇÃO DE ÓLEOS ESSENCIAIS: PROPRIEDADES ESTRUTURAIS

M. D. Roman<sup>1</sup>, S. R. Thiel<sup>1</sup>, M. S. R. Oliveira<sup>1</sup>, R. Mello<sup>1</sup>

1 – Departamento de Tecnologia e Ciência dos Alimentos – Universidade Federal de Santa Maria – CEP: 97105-900 – Santa Maria – RS – Brasil, Telefone: +55 (55) 3220-8000– e-mail: ([marianaromandias@gmail.com](mailto:marianaromandias@gmail.com))

**RESUMO** – O desenvolvimento de filmes com o uso de biomateriais é uma solução para o problema de resíduos sólidos plásticos nas cidades, entretanto a escolha dos materiais ainda é desafio. A adição de compostos bioativos na matriz dos filmes podem causar alterações na sua estrutura. Através da análise de espectrometria no infravermelho foi verificado que os filmes apresentaram algumas alterações na posição das bandas. Alterações na superfície dos filmes ocorreu com a adição dos óleos essenciais, e diferenças na estrutura foram verificadas devido diferenças nas interações.

**ABSTRACT** – The development of films using biomaterials is a solution to the problem of solid plastic waste in cities, however, the choice of materials is still a challenge. The addition of bioactive compounds to the film matrix can cause changes in its structure. Through infrared spectrometry analysis, it was verified that the films presented some changes in the position of the bands. Changes in the surface of the films occurred with the addition of essential oils, and differences in the structure were verified due to differences in the interactions.

**PALAVRAS-CHAVE:** embalagem; compostos bioativos; microestrutura; FTIR

**KEYWORDS:** packaging; bioactive compounds; microstructure; FTIR

### 1. INTRODUÇÃO

As embalagens possuem diversas funções e são indispensáveis na compra de diversos produtos alimentícios. Porém, a grande totalidade das embalagens são produzidas utilizando polímeros de base fóssil que dependem de décadas para a sua decomposição, afetando o meio ambiente e os seres humanos, e seus efeitos a longo prazo ainda são desconhecidos (Dang, Du & Wang, 2024).

A escolha dos biomateriais para a produção de filmes é um desafio, pois muitos não possuem propriedades adequadas para sua posterior aplicação. Dentre os biomateriais com propriedades interessantes para a aplicação em embalagens está a fibra de colágeno, que possui



propriedades interessantes, como alta elasticidade, fortes propriedades mecânicas, além de biocompatibilidade, biodegradabilidade, estrutura fibrosa, além de apresentar insolubilidade parcial (Wang et al., 2016; Hu & Han, 2020).

Os filmes incorporados de compostos bioativos como os óleos essenciais interagem diretamente com o produto acondicionado (Wyrwa & Barska, 2017). Porém, a incorporação de compostos bioativos pode afetar algumas características dos filmes como as propriedades estruturais.

Assim, objetivou-se desenvolver filmes ativos biodegradáveis com a mistura de fibra de colágeno e álcool polivinílico com a incorporação dos óleos essenciais de orégano e alecrim na sua matriz e verificar as propriedades estruturais dos filmes.

## **2. MATERIAIS E MÉTODOS**

### **2.1 Material**

A fibra de colágeno bovino foi fornecida pela empresa NovaProm Food Ingredients (São Paulo – SP/Brasil). O polímero sintético álcool polivinílico foi adquirido da empresa Kuraray (São Paulo – SP/Brasil). As especiarias orégano e alecrim foram adquiridas já desidratadas no comércio (Chapecó – SC/Brasil).

### **2.2 Extração dos óleos essenciais**

Os óleos essenciais foram extraídos através do método de arraste a vapor (Chemat and Boutekedjiret, 2015).

### **2.3 Produção dos filmes**

Para a produção dos filmes foi utilizada metodologia proposta por Thiel et al., (2025).

### **2.4 Microscopia eletrônica de varredura**

A microestrutura de superfície dos filmes foram determinadas com um microscópio eletrônico (JEOL, modelo JSM-6360) com feixe de elétrons de 10 kV. As imagens de superfície foram realizadas com ampliações de 100x e 1.000x.

### **2.5 FTIR**

As análises de espectrometria no infravermelho foram realizadas no aparelho IR Prestige, da marca Shimadzu, pelo método de transmitância direta utilizando a técnica de pastilhas de KBr. Os



espectros foram obtidos na faixa de 400 a 4500  $\text{cm}^{-1}$ , com varredura de 45 *scans* e resolução de 2.0  $\text{cm}^{-1}$ .

## 2.6 Análise estatística

Os dados espectrais de FTIR na região entre 4000 e 400  $\text{cm}^{-1}$  foram submetidos a análise quimiométrica. Inicialmente os espectros foram linearizados; para tanto, testaram-se a primeira e segunda derivadas.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As imagens da superfície dos filmes foram usadas para fornecer informações importantes sobre a microestrutura da matriz apresentada com a mistura de fibra de colágeno (FC) e álcool polivinílico (PVA) com a adição de óleo essencial de orégano (OEO) e óleo essencial de alecrim (OEA). A combinação da FC e PVA (Fig.1.A) apresentou uma estrutura na superfície parcialmente homogênea e lisa. Podem ser observadas as fibras interligadas, formando uma rede, no qual o pH 3,0 possui uma grande relevância, devido ao grau de intumescimento da fibra ser maior neste pH. Resultado semelhante também foi relatado por Xu et al. (2020b). A formação da rede também é explicada devido a desnaturação de uma parte das proteínas, na qual há uma interação entre diferentes ligações, como pontes de hidrogênio, interações eletrostáticas e hidrofóbicas.

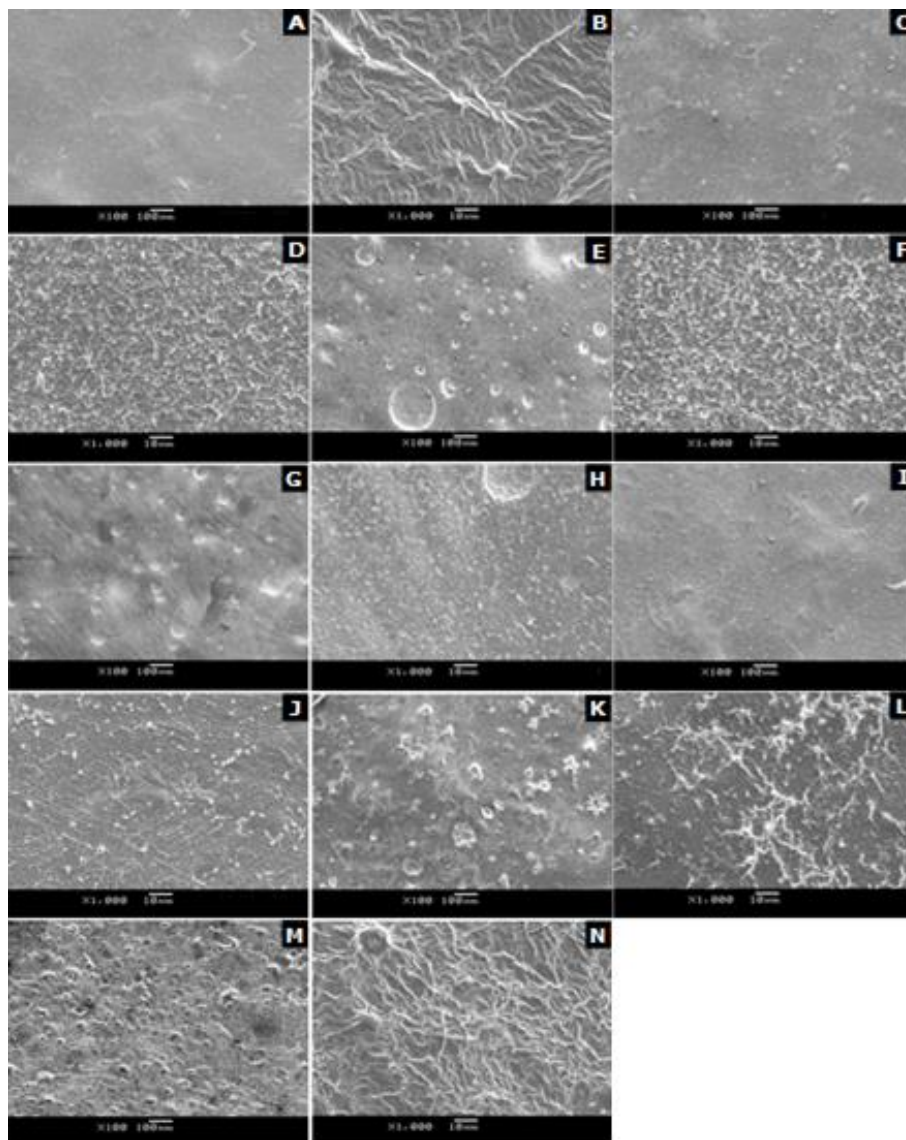
Regiões salientes podem ser observadas, no qual podem estar relacionadas à falta de homogeneidade na temperatura durante o aquecimento da solução filmogênica. Filmes com a inclusão do OEO apresentaram gotas esféricas na superfície. Com o aumento na adição do OEO (Fig.1.E., Fig.1.G) nas imagens com ampliação 100x é possível visualizar um aumento do tamanho das gotas do OE.

Filmes adicionados de OEA apresentaram estruturas diferentes. Pode estar relacionado a diferenças na hidrofobicidade e estabilidade de tamanho afetam a matriz do filme, devido a diferenças na composição dos óleos essenciais (Salgado et al., 2013). Os filmes com adição do OEA não foi possível visualizar suas gotículas, que pode ser atribuído a uma maior interação do OEA à matriz.



19 A 21 DE MAIO DE 2025 | BENTO GONÇALVES | RS

**Figura 1** - Microscopia eletrônica de varredura dos filmes controle (A e B), filme com 2% OEO (C e D), filme com 4% OEO (E e F), filme com 6% OEO (G e H), filme com 2% OEA (I e J), filme com 4% OEA (K e L) e filme com 6% OEA (M e N) com resolução em 100× e 1,000×.



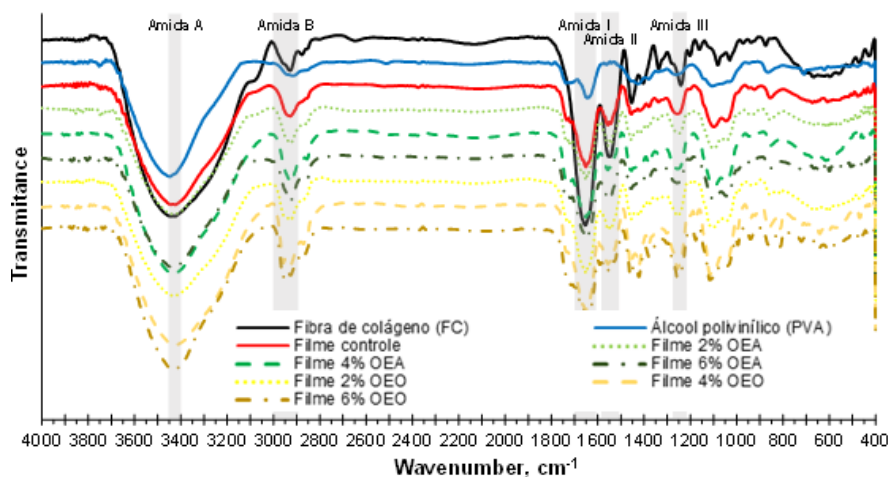
Os resultados para a espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier dos filmes de FC, PVA mostraram suas bandas características. Porém, alterações foram verificadas após a adição de óleos essenciais (Figura 2).

A banda da amida A representa vibração de estiramento N-H (Xu et al., 2020a). Comparando com a FC ( $3445,98\text{ cm}^{-1}$ ), os filmes desenvolvidos apresentaram frequências mais baixas (entre  $3420,90 - 3437,30\text{ cm}^{-1}$ ), que pode estar relacionado ao processamento dos filmes. O PVA também apresentou um pico em  $3447,91$ , que está relacionado ao grupo OH (Know et al., 2017).



A amida I ( $1700 \sim 1600 \text{ cm}^{-1}$ ) é sensível a estrutura secundária da proteína (Stani et al., 2020; Xu et al., 2020a). Mudança na estrutura foi verificado, através dos valores menores encontrados nos filmes ( $1652,10 - 1642,46 \text{ cm}^{-1}$ ) em comparação a FC ( $1655,00 \text{ cm}^{-1}$ ).

**Figura 2** - Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier ( $4000$  a  $400 \text{ cm}^{-1}$ ) da fibra de colágeno (FC), álcool polivinílico (PVA), filme controle, filmes com adição de 2, 4 e 6% de óleo essencial de orégano (OEO) e filmes com adição de 2, 4 e 6% de óleo essencial de alecrim (OEA).



Outra banda importante que pode prestar respostas importantes sobre a conformação estrutural do colágeno é a amida III, que é atribuída principalmente ao alongamento CN, vibrações de flexão NH, alongamento CC e flexão CH (Stani et al., 2020). Os filmes apresentaram valores mais altos ( $1248,96 - 1256,68 \text{ cm}^{-1}$ ) comparando com a FC ( $1241,25 \text{ cm}^{-1}$ ). Estes resultados comprovam que pequenas alterações podem ter ocorrido no colágeno devido a temperatura utilizada no processamento dos filmes.

#### 4. CONCLUSÃO

O incremento dos óleos essenciais apresentaram diferentes alterações na superfície dos filmes de fibra de colágeno e álcool polivinílico. Mudanças na solubilidade das fibras de colágeno algumas regiões dos filmes também foi observado. Ao nível molecular, pequenas alterações nas bandas da estrutura do colágeno foram verificadas. Essas alterações podem influenciar de maneira negativa na permeabilidade de vapor e oxigênio dos filmes.



19 A 21 DE MAIO DE 2025 | BENTO GONÇALVES | RS

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CHEMAT, F. & BOUTEKEDJIRET, C. Extraction: Steam Distillation. In Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering, 2015.
- DANG, X., DU, Y., WANG, X. Engineering eco-friendly and biodegradable biomass-based multifunctional antibacterial packaging films for sustainable food preservation. *Food Chemistry*, v. 439, 138119, 2024.
- HU, J., HAN, Y. Collagen Fibers. In: HU, J.; Kumar, B.; LU, J. (Org.). *Handbook of Fibrous Materials*. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, 2020.
- Know, S. J., Chang, Y., Han, J. Oregano essential oil-based natural antimicrobial packaging film to inactivate *Salmonella enterica* and yeasts/molds in the atmosphere surrounding cherry tomatoes. *Food Microbiology*, v. 65, p. 114-121, 2017.
- SALGADO, P. R., LÓPEZ-CABALLERO, M. E., GÓMEZ-GUILLÉN, M. C., MAURI, A. N., MONTERO, M. P. Sunflower protein films incorporated with clove essential oil have potential application for the preservation of fish patties. *Food Hydrocolloids*, v. 33, p. 74-84, 2013.
- STANI, C., VACCARI, L., MITRI, E., BIRARDA, G. FTIR investigation of the secondary structure of type I collagen: New insight into the amide III band. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, v. 229, 118006, 2020.
- THIEL, S.R., RODRIGUES, C.P., SILVA, J.D.F. da, OLIVEIRA, M.S.R. de, RIBEIRO, S.R., PRESTES, R.C., KUBOTA, E.H., WAGNER, R., MELLO, R. Oregano and Rosemary Essential Oils in Collagen Fiber and Polyvinyl Alcohol Films: Application as Biodegradable Active Packaging for Ready-to-Eat Meat Products. *Food and Nutrition Sciences*, v. 16, p. 1-27, 2025.
- XU, J., LIU, F., GOFF, H. D., ZHONG, F. Effect of pre-treatment temperatures on the film-forming properties of collagen fiber dispersions. *Food Hydrocolloids*, v. 107, 105326, 2020a.
- XU, J., LIU, F., WANG, T., GOFF, H. D., ZHONG, F. Fabrication of films with tailored properties by regulating the swelling of collagen fiber through pH adjustment. *Food Hydrocolloids*, v.108, 106016, 2020b.
- WANG, W., LIU, Y., LIU, A., ZHAO, Y., CHEN, X. Effect of in situ apatite on performance of collagen fiber film for food packaging applications. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 133, 44, 2016.
- WYRWA, J., BARSKA, A. Innovations in the food packaging market: active packaging. *European Food Research and Technology*, v. 243, p. 1681-1692, 2017.