### INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO - CAMPUS RIO VERDE DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

## DESENVOLVIMENTO DE FILMES DE FÉCULA DE MANDIOCA INCORPORADOS COM DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE ÓLEO DE BURITI

(Mauritia flexuosa)

Autora: Danusa Silva da Costa Orientadora: Dr<sup>a</sup>. Geovana Rocha Plácido Co-orientadora: Dr<sup>a</sup>. Katiuchia Pereira Takeuchi

# INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO - CAMPUS RIO VERDE DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO PÓS-GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

# DESENVOLVIMENTO DE FILMES DE FÉCULA DE MANDIOCA INCORPORADOS COM DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE ÓLEO DE BURITI

(Mauritia flexuosa)

Autora: Danusa Silva da Costa Orientadora: Dr<sup>a</sup>. Geovana Rocha Plácido Co-orientadora: Dr<sup>a</sup>. Katiuchia Pereira Takeuchi

Dissertação apresentada como parte das exigências para obtenção do título de mestre no Programa de Pós-Graduação – *Stricto sensu* em Tecnologia de Alimentos do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano - Campus Rio Verde - Área de Concentração: Tecnologia e Processamento de Alimentos

#### Sistema desenvolvido pelo ICMC/USP Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) Sistema Integrado de Bibliotecas – Instituto Federal Goiano

Costa, Danusa Silva da

CC837d DESENVOLVIMENTO DE FILMES DE FÉCULA DE MANDIOCA
INCORPORADOS COM DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE ÓLEO DE
BURITI (Mauritia flexuosa) / Danusa Silva da
Costa; orientadora Geovana Rocha Plácido; coorientadora Katiuchia Pereira Takeuchi. -- Rio
Verde, 2018.

112 p.

- Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) Instituto Federal Goiano, Campus Rio Verde, 2018.
- 1. biopolímero. 2. óleo contendo bioativos. 3. prolongamento da vida útil. I. Rocha Plácido, Geovana, orient. II. Pereira Takeuchi, Katiuchia, coorient. III. Título.

## INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO – IF GOIANO - CAMPUS RIO VERDE DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO PÓS-GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

# DESENVOLVIMENTO DE FILMES DE FÉCULA DE MANDIOCA INCORPORADOS COM DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE ÓLEO DE BURITI

(Mauritia flexuosa)

Autora: Danusa Silva da Costa Orientadora: Dr<sup>a</sup>. Geovana Rocha Plácido Co-orientadora: Dr<sup>a</sup>. Katiuchia Pereira Takeuchi

TITULAÇÃO: Mestre em Tecnologia de Alimentos – Área de Concentração em Tecnologia e Processamento de Alimentos.

APROVADA em 30 de agosto de 2018.

Dr<sup>a</sup>. Kafiuchia Pereira Takeuchi Avaliadora interna UFMT/Cuiabá

Dr. Celso Martins Belisário Avaliador interno IF Goiano/Rio Verde Dr. Rogério Favareto Avaliador externo IF Goiano/Rio Verde

". Geovana Rochá Plácido Presidente da banca IF Goiano/Rio Verde

#### **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente a Deus, por permitir alcançar mais esta graça e por estar presente em todos os dias da minha vida. Aos meus pais Sebastião Almeida da Costa e Maria de Nazaré Silva da Costa, que são minha base de vida, pela educação e preocupação que sempre tiveram com minha formação profissional, e principalmente pelo apoio e incentivo incondicional que deram durante este trabalho.

Aos meus irmãos: Ricardo, Débora, Reginaldo, Danúbia, Daiane e Camila que sempre me incentivaram. Ao meu marido Cleone Messias Brito, pela paciência, dedicação e por torcer por minhas conquistas. A minha sogra Maria Raimunda Messias Brito, que cuidou do meu filho com atenção e carinho. A todos estes que me deram suporte para que eu pudesse estudar.

Aos colegas dos laboratórios do Instituto Federal Goiano que contribuíram para a realização dos experimentos. Ao sr. Humberto Gonçalves pela doação das jabuticabas e pelo apoio no decorrer desse trabalho.

À minha orientadora Dr<sup>a</sup>. Geovana Rocha Plácido, pela competência na orientação, compreensão e atenção que sempre tivera comigo em todos os momentos.

À minha co-orientadora Dr<sup>a</sup>. Katiuchia Pereira Takeuchi, pelo grande incentivo à pesquisa durante esses dois anos de mestrado e com quem aprendi muito.

Ao Dr. Celso Martins Belisário, pelo estímulo e colaboração que só acrescentaram na realização deste sonho.

Ao Dr. Rogério Favareto, pela contribuição e disponibilidade de participação na minha banca examinadora.

Ao Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde e ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos, por proporcionarem a oportunidade de me especializar.

À FAPEG, pelo incentivo financeiro concedido como bolsa de mestrado, que foi fundamental para a realização desse estudo.

#### **BIOGRAFIA DO AUTOR**

Danusa Silva da Costa nasceu em Belém, Estado do Pará, no dia 31 de janeiro de 1981. Ao concluir os estudos secundários, em 1997, foi admitida no Instituto Federal de Pará, Campus Tucuruí, no curso de nível técnico em Saneamento Básico. Após a conclusão do curso trabalhou como auxiliar de laboratório no laticínio Cooperativa Agropecuária de Tucuruí, tal função despertou o interesse pela área de Tecnologia e Processamento de Alimentos e motivou-a a pesquisa científica. No ano de 2012, ingressou no curso superior de Tecnologia de Alimentos pela Universidade do Estado do Pará. A partir do segundo ano de faculdade, atuou como monitora do Laboratório de Alimentos da mesma instituição, participou de projetos de extensão, atividades que despertaram seu interesse para a docência.

No segundo semestre de 2016, foi admitida no Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos, a nível de mestrado, pelo Instituto Federal Goiano, Campus Rio Verde. Participou de atividades do Laboratório de Frutas e Hortaliças, executando seu projeto de mestrado envolvendo o desenvolvimento e aplicação de filmes à base de fécula de mandioca adicionado de óleo de buriti sob a orientação da professora Dr<sup>a</sup>. Geovana Rocha Plácido.

# SUMÁRIO

	Página
1 INTRODUÇÃO	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	
2.1 ORIGEM DO BURITI	19
2.1.1 Propriedades do Óleo de buriti	19
2.2 JABUTICABA	20
2.3 EMBALAGEM	21
2.3.1 Filmes biodegradáveis	21
2.3.2 Fécula de mandioca	22
2.3.3 Incorporação de óleo vegetal contendo bioativos	22
2.4 PROPRIEDADES REOLÓGICAS	23
2.5 CARACTERIZAÇÃO DE BIOFILMES	25
2.5.1 Espessura	25
2.5.2 Solubilidade	25
2.5.3 Propriedade de barreira ao vapor d'água	25
2.5.4 Análise térmica	26
2.5.5 Propriedades mecânicas	26
2.5.6 Cor	27
2.5.7 Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourio	er 27
2.5.8 Propriedades antioxidantes	28
2.6 PRESERVAÇÃO PÓS-COLHEITA DE FRUTAS	
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	29
3 OBJETIVOS	37
3.1 GERAL	37
3.2 ESPECÍFICOS	37

	CAPITULO I - PROPRIEDADES REOLOGICAS DE SOLUÇO MOGÊNICAS INCORPORADAS COM DIFERENTES CONCENTRAÇÕ	
	ÓLEO DE BURITI ( <i>Mauritia flexuosa L</i> . f.)	
	.1 INTRODUÇÃO	
4.	.2 MATERIAL E MÉTODOS	. 40
	4.2.1 Matéria-prima	. 40
	4.2.2. Preparo da solução filmogênica e planejamento experimental	. 40
	4.2.3 Reologia das soluções filmogênicas	. 41
	4.2.4 Cremeação	. 41
	4.2.5 Centrifugação	. 41
	4.2.6 pH	
	4.2.7 Análise estatística	. 42
4.	.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	. 42
4.	.4 CONCLUSÃO	. 50
4.	.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	. 51
	CAPÍTULO II - DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO	
	OFILMES À BASE DE FÉCULA DE MANDIOCA INCORPORADOS EO DE BURITI ( <i>Mauritia flexuosa</i> )	
	.1 INTRODUÇÃO	
	.2 MATERIAL E MÉTODOS	
	5.2.1 Elaboração dos biofilmes	. 55
	5.2.2 Caracterização dos filmes	. 56
	5.2.3 Análise estatística	. 62
5.	.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	. 62
	.4 CONCLUSÃO	
5.	.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	. 83
6	CAPÍTULO III - AVALIAÇÃO PÓS-COLHEITA DE FRUTOS	DE
	BUTICABA ACONDICIONADOS EM EMBALAGENS À BASE DE FÉCU	
	MANDIOCA INCORPORADOS DE ÓLEO DE BURITI (Mauritia flexuosa	
	.1 INTRODUÇÃO	
	2 MATERIAL E MÉTODOS	
	6.2.1 Elaboração dos biofilmes	
	6.2.2 Acondicionamento dos frutos nas embalagens	
	6.2.3 Caracterização físico-química dos frutos	
	6.2.4Análise estatística	
	.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	
6.	.4 CONCLUSÃO	. 97

6.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	97
CONCLUSÃO GERAL	99
APÊNDICE A	101
APÊNDICE B	105

## LISTA DE TABELAS

<u>CAPITULO I</u>
Tabela 1. Valores codificados e reais para o preparo das soluções filmogênicas41
Tabela 2. Média±desvio padrão dos parâmetros de ajuste do modelo da Lei da Potência
ao comportamento reológico das soluções filmogênicas
<u>CAPÍTULO II</u>
Tabela 1. Valores codificados e reais para o preparo das soluções filmogênicas 55
<u>CAPÍTULO III</u>
Tabela 1. Valores codificados e reais para o preparo das soluções filmogênicas 91
Tabela 2. Média±desvio padrão de pH, acidez titulável (AT), sóludos solúveis totais
(SST) e relação SST/AT das jabuticabas acondicionadas a 6 °C nos tempos 0, 5, 10 e 15 $^\circ$
dias de acondicionamento

## LISTA DE FIGURAS

<u>CAPÍTULO I</u>
Figura 1. Curvas de escoamento para as emulsões a 40 °C - tensão de cisalhamento vs.
taxa de deformação
Figura 2. Curvas de escoamento para as emulsões a 40 °C - viscosidade vs. taxa de
deformação
Figura 3. Efeito do óleo de buriti e tween 20 sobre os parâmetros de ajuste para o
modelo da Lei da Potência (K e n)
Figura 4. Superfícies de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de
buriti e tween 20 sobre os parâmetros de ajuste para o modelo da Lei da Potência (K e
n)45
Figura 5. Índice de cremeação das soluções filmogênicas em função do tempo47
Figura 6. Cremeação das soluções filmogênicas às 168 h
Figura 7. Centrifugação das soluções filmogênicas a 3500 rpm (2183 G)48
Figura 8. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre a centrifugação das emulsões e
(b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e
tween 20 sobre a centrifugação
Figura 9. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre o pH das emulsões e (b)
superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween
20 sobre o pH
<u>CAPÍTULO II</u>
Figura 1. Cápsula e dessecador utilizados na determinação da permeabilidade ao vapor
d'água57
Figura 2. a e b testes de tração dos filmes em estudo
Figura 3. a e b testes de punção dos filmes em estudo

Figura 4. Avaliação colorimétrica
Figura 5. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre a espessura dos filmes e (b)
superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween
20 sobre a espessura
Figura 6. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre a gramatura dos filmes e (b)
superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween
20 sobre a gramatura 64
Figura 7. Solubilidade em água (% massa solubilizada) dos filmes (A, B, C, D, E, F e
G) de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti
Figura 8. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre a PVA dos filmes e (b)
superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween
20 sobre a permeabilidade ao vapor d'água
Figura 9. Curvas TGA dos filmes de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti
em diferentes concentrações
Figura 10. (a), (c) e (e) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre a resistência à
tração, módulo de elasticidade e elongamento, respectivamente e (b), (d) e (f) superfície
de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween,
respectivamente
Figura 11. Deformação na punção (%) dos filmes (A, B, C, D, E, F e G) de fécula de
mandioca incorporados de óleo de buriti
Figura 12. (a), (c), e (e) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre os parâmetros L*,
h* e c*, respectivamente e (b), (d) e (f) superfície de resposta dos parâmetros L*, h* e
c*, respectivamente
Figura 13. Cor filmes (A, B, C, D, E, F e G) de fécula de mandioca com óleo de buriti74
Figura 14. Infravermelho com transformada de Fourier dos filmes de fécula de
mandioca incorporados de óleo de buriti (A, B, C, D, E, F e G)75
Figura 15. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre DPPH• dos filmes e (b)
superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween
20 sobre o DPPH•
Figura 16. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre o teor de fenólicos totais dos
filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de
buriti e tween 20 sobre o teor de compostos fenólicos totais

Figura 17. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre o teor de flavonoides totais
dos filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo
de buriti e tween 20 sobre o teor de flavonoides totais
Figura 18. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre o teor de taninos totais dos
filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de
buriti e tween 20 sobre o teor de taninos totais
Figura 19. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre o teor de carotenoides totais
dos filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo
de buriti e tween 20 sobre o teor de carotenoides totais
CAPÍTULO III
Figura 1. Jabuticabas embaladas com os filmes incorporados de óleo de buriti 92
Figura 2. Perda de massa (%) das jabuticabas embaladas com os filmes (A, B, C, D, E,
F e G) em função do tempo de armazenamento
Figura 3. Firmeza (kgf/cm²) das jabuticabas embaladas com os filmes (A, B, C, D, E, F
e G) em função do tempo de armazenamento96

# LISTA DE APÊNDICES

Apêndice A - Figura 1. Resultados preditos e observados para o índice de consistência
das soluções filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice A - Figura 2. Resultados preditos e observados para o índice de
comportamento das soluções filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice A - Tabela 1. Resultados do teste de cremeação das soluções filmogênicas (A,
B, C, D, E, F e G)
Apêndice A - Tabela 2. Resultados numéricos do teste de cremeação das soluções
filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice A - Tabela 3. Resultados do teste de centrifugação das soluções filmogênicas
(A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice A - Tabela 4. Resultados numéricos do teste de centrifugação das soluções
filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice A - Figura 3. Resultados preditos e observados para o teste de centrifugação a
2183 G das soluções filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice A - Figura 4. Resultados preditos e observados para o pH das soluções
filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 1. Resultados preditos e observados para a espessura dos filmes
(A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 2. Resultados preditos e observados para a gramatura dos filmes
(A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 3. Resultados preditos e observados para a permeabilidade ao
vapor d'água dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)106
Apêndice B - Figura 4. Resultados preditos e observados para a resistência à tração dos
filmes (A. B. C. D. E. F.e.G)

Apêndice B - Figura 5. Resultados preditos e observados para o módulo de elasticidade
dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 6. Resultados preditos e observados para o elongamento até a
ruptura dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 7. Resultados preditos e observados para o parâmetro L* dos
filmes (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 8. Resultados preditos e observados para o parâmetro h* dos filmes
(A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 9. Resultados preditos e observados para o parâmetro c* dos filmes
(A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 10. Resultados preditos e observados para atividade antioxidante
pelo DPPH dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 11. Varredura espectral de 250 a 600 ηm para a Pirocatequina 109
Apêndice B - Figura 12. Resultados preditos e observados para o teor de compostos
fenólicos totais dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 13. Resultados preditos e observados para o teor de flavonoides
totais dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 14. Resultados preditos e observados para o teor de taninos totais
dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)
Apêndice B - Figura 15. Varredura espectral do extrato etéreo de 250 a 600 ηm para
carotenoides
Apêndice B - Figura 16. Resultados preditos e observados para o teor de carotenoides
totais dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)

# LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS, ABREVIAÇÕES E UNIDADES

**OB** óleo de buriti

TW tween 20

PVA permeabilidade ao vapor d'água

TS resistência à tração

**ME** módulo de elasticidade

E elongamento até a ruptura

TGA termogravimetria

**DPPH** 2,2-Diphenyl-1-icrylhydrazyl

Ft fenólicos totais

**FlavT** flavonoides totais

**TT** Taninos totais

CT Carotenoides totais

AT acidez titulável

**SST** sólidos solúveis totais

#### **RESUMO**

COSTA, DANUSA SILVA DA. Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde – GO. Agosto de 2018. **Desenvolvimento de filmes de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti** (*Mauritia flexuosa*). Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Geovana Rocha Plácido. Co-orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Katiuchia Pereira Takeuchi

O papel principal das embalagens é manter a qualidade e segurança dos alimentos do armazenamento ao consumo, a fim de prolongar a vida útil dos mesmos. Diversas pesquisas buscam aperfeiçoar a elaboração de filmes a partir de fontes renováveis. O objetivo deste estudo foi desenvolver filmes de fécula de mandioca incorporados de óleo buriti (Mauritia flexuosa L. f.) e avaliar a aplicabilidade em jabuticabas (Myrciaria jabuticaba (Vell.) Berg). Foram preparadas 7 formulações por meio de um planejamento experimental fatorial 2<sup>2</sup> com 3 pontos centrais, para avaliar o efeito do óleo de buriti e tween 20 sobre os parâmetros tecnológicos. A solução filmogênica contendo fécula de mandioca (3 % p/v) e glicerol (0,06 % p/v). Foram determinados: viscosidade, cremeação, centrifugação e pH da solução filmogênica; espessura, gramatura, solubilidade, permeabilidade ao vapor d'água, termogravimetria, propriedades de tração, punção, colorimetria, infravermelho e propriedades antioxidantes dos filmes; foram produzidas cinco embalagens de cada tratamento, para posterior armazenamento das frutas. As frutas embaladas foram armazenadas em B.O.D. a  $6 \pm 0.5$  °C, por 15 dias. Para determinar a vida útil das jabuticabas, elas foram avaliadas nos tempos 0, 5, 10 e 15 dias quanto ao pH, acidez titulável, teor de sólidos solúveis totais, relação SST/AT, perda de massa e pressão de turgor. As amostras que melhor representaram a caracterização da solução filmogênica e dos filmes foi o ponto central do planejamento experimental, que também prologaram a vida útil das jabuticabas. Sugere-se que os filmes possam ser aplicados em produtos que demandem menor solubilidade, que necessitem de proteção contra luz e oxidação.

Palavras-chave: biopolímero, óleo contendo bioativos, prolongamento da vida útil.

#### **ABSTRACT**

COSTA, DANUSA SILVA DA. Goiano Federal Institute – Campus Rio Verde - GO. August 2018. **Development of cassava starch films incorporated with buriti oil** (*Mauritia flexuosa*). Advisor: Dr<sup>a</sup>. Geovana Rocha Plácido. Co-Adivisor: Dr<sup>a</sup>. Katiuchia Pereira Takeuchi

The main role of packaging is to maintain the quality and safety of food from storage to consumption in order to extend its shelf life. Several researches seek to improve the elaboration of films from renewable sources. The objective of this study was to develop cassava starch films incorporated with buriti oil (Mauritia flexuosa L. f.) and to evaluate the applicability in jabuticabas (Myrciaria jaboticaba (Vell.) Berg). Seven formulations were prepared by means of a factorial experimental design 22 with 3 central points, to evaluate the effect of buriti oil and tween 20 on the technological parameters. The filmforming solution had containing manioc starch (3% w / v) and glycerol (0.06% w / v). The viscosity, caking, centrifugation and pH of the film-forming solution were determined as well as thickness, weight, solubility, water vapor permeability, thermogravimetry, tensile properties, puncture, colorimetry, infrared and antioxidant properties of films; Five packages of each treatment were produced, for later storage of the fruits. Packaged fruits were stored in B.O.D. at  $6 \pm 0.5$  °C, for 15 days. To determine the useful life of the fruits, they were evaluated at 0, 5, 10 and 15 days for pH, titratable acidity, total soluble solids content, TSS / TA ratio, mass loss and turgor pressure. The samples that best represented the characterization of the film-forming solution and the films were the central point of the experimental planning, which also prolonged the life of the jabuticabas. It is suggested that the films can be applied in products that demand less solubility, that need protection against light and oxidation.

**Key-words:** biopolymer, bioactive oil, prolonged life.

## 1 INTRODUÇÃO

A tecnologia de filmes e coberturas produzidas a partir de fontes renováveis vem ganhando destaque pela possibilidade que oferecem em diminuir o uso de embalagens sintéticas que são usadas tanto no tratamento pós-colheita de vegetais, como no armazenamento de diversos produtos alimentícios (HABIBI et al., 2010; PENG et al., 2011).

Entre os polímeros naturais, o amido tem se tornado um dos candidatos mais promissores na substituição dos filmes plásticos devido à combinação de preço atrativo, disponibilidade e renovabilidade. Amidos de diferentes fontes botânicas, como milho, trigo, mandioca, inhame, batata, entre outros, vêem sendo investigados quanto às propriedades filmogênicas (GALDEANO, 2007).

Outros componentes com capacidade potencial para melhorar algumas propriedades dos filmes à base de amido são surfactantes. Alguns estudos revelaram que os tensoativos podem melhorar a molhabilidade e a estabilidade das dispersões (CHEN et al., 2009, GHEBREMESKEL et al., 2007), reduzir a retrogradação do amido (JOVANOVICH & ANON, 1999) e melhorar as propriedades de barreira de vapor de água (VILLALOBOS et al., 2006). Na qualidade de plastificante, o glicerol é o composto mais aplicado para melhorar as propriedades mecânicas da película, aumentando a flexibilidade e resistência à tração por abaixamento da temperatura de transição vítrea (VIEIRA et al., 2011).

O alto potencial econômico do buriti está em seu fruto que possui óleo valioso para as indústrias cosméticas e alimentícias (FRANÇA et al., 1999). Neste óleo há ácidos graxos monoinsaturados e poli-insaturados com alto potencial antioxidante e alto teor de carotenoides, tornando-o uma excelente fonte de pró-vitamina A (AQUINO et al., 2012).

Aliar este óleo a um filme ativo é uma alternativa a preservação e prolongamento de vida útil de frutas e hortaliças, pois as perdas ocorridas na pós-

colheita de frutas no Brasil são estimadas entre 40-50% (GUSTAVASSON et al., 2011). Podendo ser maior para frutas perecíveis, tais perdas podem ocorrer por colheita ou transportes inadequados, armazenamento ineficiente e infecção por patógenos (CHITARRA & CHITARRA, 2005). A pós-colheita de frutas é a etapa mais crítica da cadeia produtiva, ela determina a vida útil do produto, como atributos de qualidade e conservação de frutas (RINALDI 2011).

A jabuticaba apresenta curto período de até três dias úteis para comercialização porque após a colheita ela é altamente perecível, devido a intensa perda de umidade, deterioração e fermentação da polpa, causada sobretudo pelo seu alto teor de água e açúcares contidos na fruta (ASCHERI et al., 2006; SATO & CUNHA, 2009).

A comercialização, vida útil, preço de mercado e a comercialização em lugares distantes do país ou mesmo no exterior são afetados pela perda de turgescência em decorrência da diminuição da umidade, o enrugamento da casca, a perda do brilho da casca e o crescimento de fungos junto ao pedúnculo, que reduzem a aceitabilidade do produto pelo consumidor (BARROS et al., 1996).

Assim, desenvolver embalagens ativas biodegradáveis contendo extratos naturais derivados de plantas é uma estratégia considerada pela indústria de embalagens de alimentos com bastante interesse (COOPER, 2013; SEYDIM & SARIKUS, 2006; SONG et al., 2014). A busca pelo prolongamento de um fruto com vida útil tão curta instiga a estudos nesse sentido.

### 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 ORIGEM DO BURITI

Na Amazônia existem condições climáticas favoráveis ao desenvolvimento de um vasto número de palmeiras nativas e exóticas subexploradas com interesse para a indústria agrícola, que podem servir como fonte de renda para a população local. O buriti (*Mauritia flexuosa L. f.*), pertencente à Família Arecaceae e ao gênero *Mauritia*, é uma palmeira com ampla distribuição na Floresta Amazônica do Brasil (DELGADO et al., 2007).

A palmeira de buriti está presente em vários estados do Brasil como, Pará, Amazonas, Maranhão, Piauí, Bahia, Ceará, Goiás, São Paulo e Tocantins (SANTOS et al., 2011). No cerrado, ela é conhecida como Árvore da vida e é considerada um símbolo, pois é empregada para diversos fins, entre eles, manter nascentes e cursos d'água, sendo essencial para o ecossistema, já que seu habitat são as veredas nas quais o solo é encharcado (SAMPAIO & CARRAZZA, 2012).

O alto potencial econômico desta espécie está em seu fruto que possui óleo valioso para as indústrias cosméticas e alimentícias (FRANÇA et al., 1999). A população extrai artesanalmente este óleo, submetendo os frutos a imersão em água e ao aquecimento, sem fervura, até o amolecimento da polpa. A polpa é extraída e também submetida a aquecimento imersa em água até que o óleo se separe, para em seguida ser recolhido (VIEIRA et al., 2006). Contudo, pode ser extraído mecanicamente por prensagem.

#### 2.1.1 Propriedades do Óleo de buriti

O óleo de buriti é um subproduto que apresenta coloração avermelhada causada pelo elevado conteúdo de carotenoides, especialmente o betacaroteno, variando de 72,3 - 75,2 % (RIBEIRO, 2008) por isso tem como função biológica a característica de ser um precursor de vitamina A (ALBUQUERQUE et al., 2005). Além de possuir

significativo teor de vitamina E em forma de tocoferol (57%  $\beta$ -tocoferol e 37,5% de  $\alpha$ -tocoferol) (DARNET et al., 2011).

Popularmente o óleo extraído dos frutos buriti é usado para cicatrizar queimaduras e como vermífugo (KOOLEN et al., 2012). Neste óleo há ácidos graxos monoinsaturados e poli-insaturados, alto potencial antioxidante e alto teor de carotenoides, tornando-o excelente fonte de pró-vitamina A (AQUINO et al., 2012). Este óleo é comestível, possui atributos sensoriais de aroma e sabor agradáveis. É aplicado na indústria alimentícia como, corante natural de massas, margarinas e queijos, também é utilizado na fritura de alimentos (FERREIRA, 2005).

#### 2.2 JABUTICABA

A jabuticaba, *Myrciaria jabuticaba* (*Vell.*) *Berg*, é um fruto nativo brasileiro da Mata Atlântica que pertence à família *Myrtaceae*, com aspecto e textura de uva. Devido ao sabor doce e ligeiramente ácido da polpa sua importância econômica vem crescendo continuamente no Brasil. A jabuticaba tem grande potencial comercial, pois pode ser consumido *in natura* e também aplicado pela indústria como ingrediente na produção de cosméticos e produtos alimentares (DONADIO, 2000).

A jabuticaba é um fruto rico em polifenóis, como antocianinas, que são concentrados na casca roxa escura a quase preta, quando o fruto está maduro, além de derivados de quercetina e proantocianidinas. Além disso, recentemente foi comprovado em duas espécies desse fruto, a presença de compostos de ácido elágico, como os elagitaninos, sendo os principais compostos detectados em jabuticaba (ALEZANDRO et al., 2013).

Há evidência epidemiológica de que dietas ricas em frutas comestíveis de cor escura podem reduzir a incidência de doenças cardiovasculares, diabetes, câncer e acidente vascular cerebral (CROZIER et al., 2009). Estes efeitos protetores são atribuídos, em parte, a metabólitos secundários fenólicos, especialmente as antocianinas. Assim, essas frutas comestíveis de cor escura, como mirtilo, uvas e jabuticaba, foram chamados de "superfrutas", especialmente na indústria de alimentos. Recentemente, o interesse em frutas tropicais comestíveis vem aumentando nos países desenvolvidos pelos seus potenciais benefícios para a saúde (CLERICI & CARVALHO-SILVA, 2011; OLIVEIRA et al., 2012).

#### 2.3 EMBALAGEM

As embalagens alimentícias têm como principal função manter a qualidade e segurança dos alimentos do armazenamento ao consumo, a fim de prolongar a vida útil dos mesmos, além de impedir seu contato com fatores desfavoráveis, como microrganismos, contaminantes químicos, oxigênio, umidade e luz (RHIM et al., 2013). Atualmente diversas pesquisas buscam aperfeiçoar a elaboração de materiais biodegradáveis partindo de fontes renováveis, procurando manter e/ou melhorar a qualidade de alimentos embalados, e reduzir o impacto causado ao ambiente por embalagens convencionais (LANDIM et al. 2016).

As embalagens de amido possuem diversas propriedades, as propriedades físicas e mecânicas que podem mudar conforme composição de suas formulações, além de temperatura e umidade relativa durante a caracterização dos mesmos (MALI et al., 2004; 2005 e MALI et al., 2010). Estas embalagens possuem elevada permeabilidade ao vapor de água, por isso são indicados para aplicação em vegetais frescos (SOBRAL, 2000).

Na Europa já há comercialização de alguns filmes de amido de milho, aplicados em produtos de confeitaria. Industrialmente filmes de amido de milho, batata e trigo são comercializados pelo MATER-BI. Filmes de amido de batata, ácido polilático e polihidroxi-alcanoato são produzidos pela AVEBE e comercializados na Holanda para embalar alimentos (MALI et al., 2010).

#### 2.3.1 Filmes biodegradáveis

Os filmes utilizados na fabricação de embalagens alimentícias devem criar uma atmosfera protetora ao redor do produto, no manuseio durante o transporte e a comercialização, devendo melhorar a vida útil de alimentos perecíveis, agindo como uma barreira à umidade, gases (CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>) e aroma, evitando danos mecânicos podendo até mesmo ter propriedades antimicrobianas (FALGUERA et al., 2011).

Os filmes à base de polissacarídeos mostram boas propriedades de barreira mecânica e oxigênio, mas a sua barreira de vapor de água e resistência à umidade são pobres, por causa da natureza hidrofílica inerente a este amido (GIANCONE et al., 2011; JANJARASSKUL & KROCHTA, 2010). A solubilidade em água afeta a aplicabilidade deste filme, pois os filmes a serem aplicados em superfícies de alimentos com elevada umidade devem ser insolúveis em água.

O uso de lipídios nestes filmes pode melhorar a resistência dessas películas à umidade, devido à sua natureza hidrofóbica (LIMPISOPHON et al., 2010, PÉREZ-MATEOS et al., 2009, POMMET et al., 2003), mas têm propriedades de tração pobre, falta de integridade estrutural coesa para formar stand-alone filmes, e são geralmente opacas.

Por conseguinte, são esperadas vantagens de combinar polissacarídeos e lipídios em películas em emulsão. Quando produzidos em escala laboratorial, formamse depois de solubilização do amido em um solvente, com formação de uma solução filmogênica (DONHOWE & FENNEMA, 1994) que, em seguida, é aplicada sobre um suporte e submetida a secagem para evaporação do solvente, esta técnica é chamada de casting (MALI et al., 2010).

#### 2.3.2 Fécula de mandioca

A fécula de mandioca é obtida a partir das raízes de mandioca, que é uma cultura tropical provavelmente originária da região amazônica (DEMIATE & KOTOVICZ, 2011). A fécula de mandioca contém tipicamente 17-20 % de amilose, que tem um peso molecular mais elevado quando comparado com o teor de amilose a partir de outros amidos (BREUNINGER et al.,2009). Na atualidade a indústria de alimentos, utiliza o amido como espessante, estabilizante e ligante, por apresentar características de expansão, e ser capaz de aumentar a viscosidade do alimento em que é aplicado (PERRONE et al., 2011). O amido em dispersão na água na temperatura de 60 °C produz a goma de amido, sendo uma pasta com viscosidade elevada e clara, isso devido à capacidade de gelatinizar (DEMIATE & KOTOVICZ, 2011).

Este amido tem sido extensivamente estudado como um biopolímero para desenvolver revestimentos de alimentos comestíveis (BIERHALS et al., 2011, CHIUMARELLI et al., 2010), bem como filmes para embalagens biodegradáveis (BERGO et al., 2012, BERGO et al., 2010) e as embalagens mais rígidas, como bandejas (MATSUDA et al., 2013, SILVA et al., 2013).

#### 2.3.3 Incorporação de óleo vegetal contendo bioativos

Os filmes biodegradáveis podem também ser portadores de compostos bioativos que conferem atividades antimicrobianas e/ou antioxidantes (IBARGUREN et al., 2015). Além disso, a aplicação de ingredientes naturais é uma nova tendência na indústria alimentícia, ou seja, conservantes naturais derivados de fontes naturais, em vez

de substâncias químicas sintéticas. As substâncias naturais, tais como α-tocoferol, óleos essenciais e extratos de plantas têm sido incorporados em polímeros para a preparação de embalagens ativas (GALOTTO et al., 2015).

Diferentes lipídios (gorduras e óleos) são incorporados em soluções formadoras de filme para formar a estrutura à base de emulsão. As propriedades dos materiais à base de emulsão dependem não só dos compostos utilizados na matriz polimérica, mas também das suas técnicas de compatibilidade e preparação. A compatibilidade entre os componentes, bem como a sua miscibilidade, está diretamente relacionada com a microestrutura das películas, afetando as suas propriedades finais. O alto grau de compatibilidade dos componentes resulta em uma estrutura de filme mais coesa e homogênea (GALUS & KADZINSKA, 2015).

No entanto, a matriz de película emulsionada contínua pode mudar para mais irregular quando há incompatibilidade dos componentes utilizados ou a adição de lipídios é elevada, devido à distribuição heterogênea de componentes com áreas de resistência mecânica diferente. Como resultado deste comportamento pode ocorrer a separação de fases, uma fase rica em hidrocoloides e uma fase rica em lipídios, pela falta de compatibilidade entre os componentes. A coesão estrutural inferior de filmes baseados em emulsão causadas pelos compostos não compatíveis foi classificado como uma superfície superior oleosa das películas (KOKOSZKA et al., 2010, SHAW et al., 2002, YANG & PAULSON, 2000).

#### 2.4 PROPRIEDADES REOLÓGICAS

No ramo alimentício conhecer a viscosidade e parâmetros tecnológicos de emulsões é necessário para que se possa projetar e desenvolver cálculos, de equipamentos e processos que abranjam transferência de calor, especialmente de projetos para equipamentos de refrigeração, tratamento térmico e armazenamento (BROCK et al., 2008).

Por definição viscosidade é a medida do atrito interno de um fluido, isto é, a resistência que as moléculas encontram quando se movem no interior de um líquido, resultado do movimento Browniano e das forças intermoleculares (GOULD, 1992). Esse atrito torna-se aparente quando uma camada de fluido se move em relação à outra camada. Logo, ao aumentar a viscosidade do fluido, aumenta-se a força de atrito e sendo necessária energia maior para ocorrer o cisalhamento do mesmo, que sempre acontece ao se movimentar ou distribuir fisicamente o fluido, como no escoamento,

espalhamento, aspersão, mistura, entre outros (LEWIS, 1993; BROOKFIELD ENGINEERING LABORATORIES, 1994; MOTT, 1996).

Quanto a aplicação dos polissacarídeos na indústria de alimentos, grande parte se deve à característica que eles têm de modificar, de maneira drástica, quando em solução as suas propriedades físicas, gerando dispersões com viscosidade elevada ou promovendo uma rede intermolecular coesiva (MARCOTTE et al., 2001; MORRIS, 1995; LAPASIN & PRICL, 1999).

Sendo assim, é necessário conhecer o comportamento reológico de pastas e soluções de polissacarídeos, pois é muito importante para se determinar a funcionalidade de ingredientes quando se quer desenvolver produtos, ou controlar a qualidade intermediária ou final de produtos, avaliar a vida útil, avaliar a textura de alimentos e correlacionar com testes sensoriais (STEFFE, 1996).

Uma das formas rápida de avaliar a estabilidade de emulsões e condições de estresse mais utilizada é a centrifugação (RIEGER, 1996). Esse teste desperta grande interesse porque permite conhecer rapidamente as características de estabilidade de diversas emulsões (WITTERN et al., 1985), possibilita a verificação da estabilidade, permitindo a observação rápida a separação de fases de uma dispersão, medindo a coalescência ou a cremeação, desse modo, pode-se predizer se o produto irá separar com o passar do tempo (AZZINI, 1999; CADWALLADERR, 1989; IDSON, 1993b; SILVA & SOARES, 1996).

Outra forma de avaliar a estabilidade de uma emulsão é por meio da avaliação da cremeação, que é definida como o fenômeno no qual as gotículas da emulsão apresentam tendência a se separar do corpo da emulsão, elas sedimentam ou emergem, conforme a diferença de densidade entre as fases, sendo que a floculação é a adesão reversível das gotículas, mantendo o filme interfacial e a individualidade formando rede bidimensional sem coalescência, já a coalescência é o processo de separação em que as gotículas emulsionadas se unem, formando gotículas maiores que se separam completamente da fase externa (SILVA & SOARES, 1996).

Outro parâmetro que se pode avaliar em uma solução para filmes é o pH, que é um teste importante, realizado frequentemente no monitoramento da estabilidade de emulsões, pois gera informações sobre a integridade das fases da emulsão, além de permitir o ajuste ao valor de pH ótimo de ação das substâncias que compõem a formulação. Este índice pode também influenciar o tipo de emulsão formada (Água/Óleo ou Óleo/Água). Quando os valores de pH são baixos favorece a formação

de emulsões do tipo A/O, já quando o pH é alcalino formam-se espécies iônicas gerando emulsões O/A (SALAGER, 1999).

#### 2.5 CARACTERIZAÇÃO DE BIOFILMES

#### 2.5.1 Espessura

A distância entre as duas superfícies principais do material é definida como espessura, ela é considerada um importante parâmetro para filmes plásticos mono ou multicamadas. Conhecer essa medida possibilita a obtenção de informações acercada resistência mecânica e as propriedades de barreira a gases e ao vapor de água do material. Possibilita também avaliar a homogeneidade desse parâmetro em filmes. Um material que apresenta variações de espessura pode ter problemas de desempenho tanto mecânico como nas propriedades de barreiras (CETEA, 1996).

#### 2.5.2 Solubilidade

Para os filmes de amido a afinidade pela água é uma importante propriedade, pois dependendo da aplicação a que se destina pode demandar que o mesmo seja insolúvel e resistente a água para proteger a integridade do produto, ou solúvel no caso de encapsulação de alimento ou de aditivo (BERTUZZI et al., 2007). A solubilidade é influenciada pelo tipo e pela concentração do plastificante. Os grupamentos (-OH) do glicerol e do sorbitol aumentam os valores de solubilidade do filme. Para alimentos que ficarão armazenados é requerida baixa solubilidade do filme, mas para os alimentos que sofrerão cocção com os filmes é desejada uma alta solubilidade (MULLER et al, 2008).

A aplicação de biofilmes em alimentos é direcionada pela solubilidade em água, pois há casos em que a sua total solubilização em água pode ser benéfica, como nos produtos semiprontos que se destinam ao preparo com cozimento. Contudo, biofilmes de solubilidade elevada não são indicados para uso em alimentos líquidos ou aquosos, (FAKHOURI et al., 2007).

#### 2.5.3 Propriedade de barreira ao vapor d'água

A taxa de permeabilidade ao vapor d'água é avaliada como característica de barreira a umidade de uma embalagem, é definida como a quantidade de água que passa através de uma área conhecida por unidade de tempo, em estado estacionário e condições específicas de ensaio. Ou seja, é o produto do fluxo pela espessura do material do filme, dividido pelo gradiente de pressão de vapor entre as superfícies do

material. Este índice depende de fatores como, a integridade do filme, a relação entre as zonas cristalina e as amorfas, a quantidade de material hidrofílico-hidrofóbico e a mobilidade das cadeias poliméricas. Outros fatores igualmente importantes são a interação entre o polímero formador do filme, do plastificante ou outros aditivos (GARCÍA et al., 2000).

#### 2.5.4 Análise térmica

Um procedimento bastante empregado para caracterizar o perfil de degradação de polímeros é a termogravimetria (TGA). Os materiais ao serem expostos a elevação de temperatura podem ter suas propriedades físicas e estruturas químicas alteradas, o perfil de resistência e estabilidade térmica são delineados por meio da curva de degradação térmica, isto é, demonstra se a substância é capaz de conservar suas propriedades iniciais ou mais próximo possível delas quando submetido a processamento térmico (MOTHÉ & AZEVEDO, 2009).

Na análise termogravimétrica de filmes elaborados apenas com amido são esperadas duas perdas de massa principais, uma atribuída à desidratação da amostra dependente da umidade da mesma, e outra atribuída à decomposição da matéria orgânica, próxima a 250 °C no caso de filmes de fécula de mandioca (MARQUES et al., 2006).

#### 2.5.5 Propriedades mecânicas

Quando se trata das propriedades mecânicas de filmes flexíveis elas estão associadas ao desempenho mecânico desses materiais sobre equipamentos de conversão, nas máquinas de acondicionamento e as condições dos ambientes de estocagem e distribuição. Nos filmes de monocamadas as propriedades mecânicas dependem da espessura, das particularidades do material plástico e da técnica de fabricação do plástico (SARANTÓPOULOS et al., 2002).

A técnica de fabricação do filme determina as propriedades derivadas da orientação molecular, do nível de cristalinidade, da homogeneidade da distribuição de espessura do filme, assim como da ocorrência ou não de defeitos superficiais, esses fatores influenciam na resistência à tração, rigidez, propagação do rasgo, resistência ao impacto e à perfuração. O grau de elongamento de um filme depende do estiramento a que o filme foi submetido na fabricação (SARANTÓPOULOS et al., 2002).

#### 2.5.6 Cor

A avaliação colorimétrica é usada tanto para alimentos crus quanto processados como parâmetro de qualidade assim como na avaliação de mudanças de qualidade que surgem no processamento ou armazenamento (ABEROUMAND, 2011). Para avaliação de cor vários métodos foram desenvolvidos, contudo o sistema CIELAB 1976 (Comissão Internacional de Iluminantes) é o mais aceito, por indicar a percepção sensorial.

Neste sistema é medido o grau de luminosidade (L\*), que relaciona a luz refletida e a absorvida, a cromaticidade vermelha/verde (±a\*) e cromaticidade amarela/azul (±b\*). Quando avaliadas separadamente as coordenadas retangulares (L\*, a\*, b\*) são de difícil interpretação pois são variáveis dependentes. O modo mais adequado para interpretar os resultados é transformando-os em coordenadas polares, denominados Croma e ângulo Hue. O ângulo de coloração ou tom (H\*) pode ser descrito por identificar as cores vermelho, verde, azul ou amarelo. Iniciando no eixo +a\* e é expresso em graus: 0° para vermelho (+a\*), 90° para amarelo (+b\*), 180° para verde (-a\*) e 270° para azul (-b\*). O parâmetro croma (C\*) revela a intensidade ou pureza do tom, não dependendo do quanto clara ou escura for a cor. Contudo, quanto maior for seu valor, a cor será mais intensa ou altamente cromática parecendo luminosa ou concentrada, enquanto baixos valores (acromático) revelam coloração acinzentada, fraca ou diluída (GONNET, 1998).

#### 2.5.7 Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier

Uma importante técnica para caracterizar materiais é a espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier, é um método largamente usado na identificação de componentes químicos e explica a estrutura dos compostos (LIU et al., 2006). Tem sido utilizada na identificação de grupos funcionais, como ácidos carboxílicos, aminas, amidas, hidroxilas e estruturas alifáticas e aromáticas (PAIM et al., 1990; CIENFUEGOS e VAITSMAN, 2000). O espectro de infravermelho possibilita caracterizar grupos funcionais de um padrão ou de um material desconhecido pois cada grupo funcional absorve em frequência característica de radiação (CIENFUEGOS & VAITSMAN, 2000). As principais vantagens dessa técnica é rapidez na coleta dos dados e a alta intensidade de luz no detector (BARTH, 2007).

Algumas bandas características do amido são esperadas pela análise de infravermelho de estudos que envolvem amido e biofilmes, são elas, a banda referente

ao estiramento das hidroxilas próxima a 3390 cm<sup>-1</sup>, além das bandas próximas a 2920, 1658, 1150 e 1000 cm<sup>-1</sup> características do estiramento do grupo C-H, deformação angular da molécula de água, estiramentos C-O, respectivamente (SILVERSTEIN et al., 2007). O número de onda e intensidade dos picos podem variar de acordo com a interação entre os componentes do filme.

#### 2.5.8 Propriedades antioxidantes

Embalagens ativas com propriedades antioxidantes representam tecnologia das mais promissoras na busca da preservação de alimentos sensíveis à oxidação (AZEREDO et al., 2000; LEE, 2005; BRAGA & PERES, 2010). Consistindo em um sistema no qual são incorporadas substâncias antioxidantes em filmes de diversos materiais como, plástico, papel ou sachê, do qual se desprendem protegendo os alimentos da degradação oxidativa, inibem reações de oxidação por interagirem com radicais livres e peróxidos (VERMEIREN et al., 1999; BRODY et al., 2001; LEE et al., 2003; RODRIGUES, 2008; WU et al., 2010).

Vários estudos são desenvolvidos na produção e aplicação destes sistemas, um exemplo é o estudo de Grisi et al., (2008), que embalaram óleo de soja com filmes à base de fécula de mandioca incorporados com várias concentrações de azeite de dendê e fruto do dendê, e obtiveram menores perdas nos valores de carotenoides totais no produto embalado, indicando que nas amostras desenvolvidas por eles que continham maior teor antioxidante apresentaram-se mais estáveis contra a oxidação.

#### 2.6 PRESERVAÇÃO PÓS-COLHEITA DE FRUTAS

O uso de refrigeração aliada a atmosfera modificada busca prolongar a vida útil de frutas e hortaliças. O método mais econômico para o prolongamento pós-colheita de frutas e hortaliças frescas é a refrigeração. Em complemento ao abaixamento de temperatura são utilizadas outras técnicas para o controle do amadurecimento e de doenças, tais como controle ou modificação da atmosfera, uso de ceras na superfície dos produtos, aplicação de filmes plásticos, entre outros, contudo não geram bons efeitos se aplicados separadamente (CHITARRA & CHITARRA,2005).

A atmosfera do ambiente é alterada quando se usa filmes plásticos no armazenamento em atmosfera modificada, promovendo a elevação da concentração de CO<sub>2</sub> originada do próprio, e o decréscimo da concentração de O<sub>2</sub> conforme ele seja utilizado na respiração. As concentrações de O<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub> não são controladas neste tipo de

armazenamento, variam com o tempo, temperatura, tipo de filme e com a taxa respiratória do produto (BEZERRA, 2003).

Contudo, a finalidade desta técnica é diminuir a taxa de respiração e prolongar a vida útil do produto. Além de diminuir a respiração, a transpiração, biossíntese e ação do etileno a modificação das concentrações de O<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub> ao redor do produto também retarda o desenvolvimento microbiano de patógenos e deteriorantes existentes, principalmente se esta técnica estiver associada à refrigeração (CHITARRA & CHITARRA, 2005).

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABEROUMAND, A. A review on edible pigments properties and sources as natural biocolorants in foodstuff and food industry. World Journal of Dairy & Food Science, Punjab, v. 6, n. 1, p. 71-78. 2011.

ALBUQUERQUE, M. L. S. I.; GUEDES, I.; ALCÂNTARA Jr., P.; MOREIRA, S. G. C.; NETO, N. M. B.; CORREA, D. S.; ZILIO, S. C. Characterization of buriti (*Mauritia flexuosa L.*) oil by absorption and emission spectroscopies. Journal of the Brazilian Chemical Society, São Paulo, v.16, n.6A, p.1113-1117, 2005.

ALEZANDRO, M. R.; DUBÉ, P.; DESJARDINS, Y.; LAJOLO, F. M.; GENOVESE, M. Comparative analysis of chemical and phenolic composition of two species of jaboticaba: *Myrciaria jaboticaba* (*Vell.*) *Berg and Myrciaria cauliflora* (*Mart.*) *O. Berg.* Food Research International, v. 51, p. 468-477, 2013.

AQUINO, J. S.; PONTES PESSOA, D. C. N.; ARAÚJO, K. L. G. V.; EPAMINONDAS, P. S.; SCHULER, A. R. P.; SOUZA, A.G.; STAMFORD, T. L. M. Refining of buriti oil (*Mauritia flexuosa*) originated from the Brazilian Cerrado: physicochemical, thermal-oxidative and nutritional implications. J. Braz. Chem. Soc. v. 23, n. 2, p. 212-219, 2012.

ASCHERI, D. P. R.; ASCHERI, J. L. R.; CARVALHO, C. W. P. Caracterização da farinha do bagaço da jabuticaba e propriedades funcionais dos extrusados. Ciência de Tecnologia de Alimentos, v. 26, p. 867-905, 2006.

AZZINI, R. G. Desenvolvimento e avaliação in vitro e in vivo de emulsões contendo óleo de canola e ácidos carboxílicos. 1999. 169p. Dissertação (Mestrado)-Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999.

AZEREDO, H. M. C.; FARIA, J. A. F.; AZEREDO, A. M. C. Embalagens Ativas para alimentos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 20, p. 337-341, 2000.

BARROS, R. S.; FINGER, F. L.; MAGALHÃES, M. M. Changes in non-structural carbohydrates in developing fruit of *Myciaria jaboticaba*. Sci. Hortic-Amsterdam. v. 66. p. 209-215, 1996.

BARTH, A. **Infrared spectroscopy of proteins.** Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - Bioenergetics, v. 1767, n. 09, p. 1073-1101, set. 2007.

- BERGO, P.; MORAES, I. C. F.; SOBRAL, P. J. A. Effects of moisture content on structural and dielectric properties of cassava starch films. Starch/Stärke, v. 64, p. 835-839, 2012.
- BERGO, P.; SOBRAL, P. J. A.; PRISON, J. M. **Effect of glycerol on physical properties of cassava starch films.** Journal of Food Processing and Preservation, v. 34, p. 401-410, 2010.
- BERTUZZI, M. A.; ARMADA, M.; GOTTIFREDI, J. C. **Physicochemical characterization of starch based films.** Journal of Food Engineering. Essex, v. 82, p. 17-25, 2007.
- BEZERRA, V. S. **Pós-colheita de Frutos** Macapá: Embrapa Amapá, (Embrapa Amapá. Documentos, 51), p. 26, 2003.
- BIERHALS, V. S.; CHIUMARELLI, M.; HUBINGER, M. D. Effect of cassava starch coating on quality and shelf life of fresh-cut pineapple (*Ananas comosus L. Merril cv "Pérola"*). Journal of Food Science, v. 76, p. E62-E72, 2011.
- BRAGA, R. L; PERES, L. **Novas tendências em embalagens para alimentos: revisão.** B.CEPPA, Curitiba, v. 28, n. 1, p. 69-84, 2010.
- BREUNINGER, W. F.; PIYACHOMKWAN, K.; SRIRITH, K. **Tapioca/cassava starch: production and use**. In J. BeMiller, & R. Whistler (Eds.), Starch e Chemistry and technology. 3 ed., p. 541-568, 2009.
- BRODY, A. L. What's active in active packaging. Food Technology, v. 55, n. 6, p. 75-78, 2001.
- BROOKFIELD ENGINEERING LABORATORIES. More Solutions to Sticky Problems, 1994.
- BROCK, J.; NOGUEIRA, M.R.; ZAKRZEVSKI, C.; CORAZZA, F.C.; CORAZZA, M.L.; OLIVEIRA, J.V. **Determinação experimental da viscosidade e condutividade térmica de óleos vegetais.** Revista Ciência e Tecnologia de Alimentos, Campinas, v. 28, n. 3, p. 564-570, 2008.
- CADWALLADER, D. E. Stability Testing-Its role pre-formulation and formulation of cosmetic products. Cosmetics & Toiletries, v. 104, n. 11, p. 87-102, 1989.
- CETEA-CENTRO DE TECNOLOGIA DE EMBALAGENS. Ensaios para avaliação de embalagens plásticas flexíveis. Campinas, 1996. 219p.
- CHEN, C. H.; KUO, W. S.; LAI, L. S. Effect of surfactants on water barrier and physical properties of tapioca starch/decolorized hsian-tsao leaf gum films. Food Hydrocolloids, v. 23, p. 714-721, 2009.
- CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de Frutos e Hortaliças: Fisiologia e Manuseio.**2 ed. Lavras: FAEPE, 2005.
- CHIUMARELLI, M.; PEREIRA, L. M.; FERRARI, C. C.; SARANTÓPOULOS, C. I. G. L.; HUBINGER, M. D. Cassava starch coating and citric acid to preserve quality parameters of fresh-cut "Tommy Atkins" mango. Journal of Food Science, v. 75, p. E297-E304, 2010.
- CIENFUEGOS, F.; VAITSMAN, D. **Análise instrumental**. Rio de Janeiro: Interciência, 2000.

- CLERICI, M. T. P. S.; CARVALHO-SILVA, L. B. **Nutritional bioactive compounds** and technological aspects of minor fruits grown in Brazil. Food Research International, v. 44, p. 1658-1670, 2011.
- COOPER, T. A. **Developments in bioplastic materials for packaging food, beverages and other fast-moving consumer goods.** In N. Farmer (Ed.), Trends pack food, beverages and other fast-moving consumer goods (FMCG) UK: Woodhead Publishing. p. 108-152, 2013.
- COSTA, T. L. **Propriedades físicas e físico-químicas do óleo de duas cultivares de mamona.** 2006. 113 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2006.
- CROZIER, A.; JAGANATH, I. B.; CLIFFORD, M. N. **Dietary phenolics: Chemistry, bioavailability and effects on health.** Natural Product Reports, v. 26, p. 1001-1043, 2009.
- DARNET, S. H.; SILVA, L. H. M.; RODRIGUES, A. M. C.; LINS, R. T.Nutritional composition, fatty acid and tocopherol contents of buriti (*Mauritia flexuosa*) and patawa (Oenocarpus bataua) fruit pulp from the Amazon region. Ciencia Tecnologia Alimentos, Campinas, v. 31, n. 2, p. 488-491, 2011.
- DELGADO, C.; COUTURIER, G.; MEJIA, K. *Mauritia flexuosa (Arecaceae: Calamoideae)*, an Amazonian palm with cultivation purposes in Peru. Fruits, v. 62, p. 157-169, 2007.
- DEMIATE, I. M.; KOTOVICZ, V. Cassava starch in the Brazilian food industry. Ciência e Tecnologia de Alimentos, v. 31, n. 2, p. 388–397, 2011.
- DONADIO, L. C. **Jabuticaba** (*Myrciaria jaboticaba* (*Vell.*) *Berg*). Jaboticabal: FUNEP. p. 55, 2000.
- DONHOWE, I. G.; FENNEMA, O. R. Edible films and coatings: characteristics, formation, definitions and testing methods. In: KROCHTA, J. M.; BALDWIN, E. A.; NISPEROS-CARRIEDO, M.O. (Ed.). Edible coatings and films toiImprove food quality. Lancaster, PA (USA): Technomic Publishing Co. p.1-25, 1994.
- FAKHOURI, F. M.; FONTES, L. C. B.; GONÇALVES, P. V. M.; MILANEZ, C. R.; STEEL, C. J.; QUEIROZ, F. P. C. Filmes e coberturas comestíveis composta à base de amidos nativos e gelatina na conservação e aceitação sensorial de uvas Crimson. Ciência e Tecnologia de Alimentos, v.27, n.2, 2007.
- FALGUERA, V.; QUINTERO, J. P.; JIMENEZ, A.; MUNOZ, J. A.; IBARZ, A. **Edible films and coatings: Structures, active functions and trends in their use.** Trends in Food Science & Technology, v. 22, n.6, p. 292-303, 2011.
- FERREIRA, M. G. R. **Buriti** (*Mauritia flexuosa L.*). **CPAF-RO.** Memória Técnica (Embrapa Rondônia). Porto Velho, RO, 2005. Disponível em: <a href="https://www.embrapa.br/rondonia/busca-de-publicacoes/-/publicacao/859495/buriti-mauritia-flexuosa-l">https://www.embrapa.br/rondonia/busca-de-publicacoes/-/publicacao/859495/buriti-mauritia-flexuosa-l</a>. Acesso em: 1 out. 2017.
- FRANÇA, L. F.; REBER, G.; MEIRELES, M. A.; MACHADO, N. T.; BRUNNER, G. Supercritical extraction of carotenoids and lipids from buriti (*Mauritia flexuosa*), a fruit from the Amazon region. Journal of Supercritical Fluids, v. 14, p. 247-256, 1999.
- GALDEANO, M. C. Filmes e laminados biodegradáveis de amido de aveia com diferentes plastificantes, produzidos por casting e extrusão. 2007. 167f. Tese (Doutorado). Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2007.

- GALOTTO, M. J.; GUARDA, A.; LOPEZ DE DICASTILLO, C. **Antimicrobial active polymers in food packaging.** In G. Cirillo, F. Iemma, & U. G. Spirizzi (Eds.), Functional polymers in food science. 1 ed. New Jersey, USA: Scrivener Publishing Editorial, 2015.
- GALUS, S.; KADZINSKA, J. Food applications of emulsion-based edible films and coatings. Trends in Food Science & Technology. v. 45, p. 273-283. 2015.
- GARCIA, M. A.; MARTINO, M. N.; ZARITZKY, N. E. Lipid addition to improve barrier properties of edible starch-based films and coatings. Journal of Food Science, London, v. 65, n. 6, p. 941-947, 2000.
- GHEBREMESKEL, A. N.; VEMAVARAPU, C.; LODAYA, M. Use of surfactants as plasticizers in preparing solid dispersions of poorly soluble API: selection of polymere-surfactant combinations using solubility parameters and testing the processability. International Journal of Pharmaceutics, v. 328, p. 119-129, 2007.
- GIANCONE, T.; TORRIERI, E.; DI PIERRO, P.; CAVELLA, S.; GIOSAFATTO, C. V. L.; MASI, P. **Effect of surface density on the engineering properties of high methoxyl pectin based edible films.** Food and Bioprocess Technology, v. 4, p. 1228-1236, 2011.
- GONNET, J. F. Colour effects of co-pigmentation of anthocyanins revisited-1. A colorimetric definition using the CIELAB scale. Food Chemistry, Barking, v.63, n.3, p.409-415. 1998.
- GOULD, W.A. **Tomato production: processing & technology.**3 ed. CTI publications, 1992.
- GRISI, C. Utilização de derivados do dendê (*Elais guineesis jaquim*) em embalagens ativas à base de fécula de mandioca com função antioxidante. 2008, 156 p. Dissertação (Mestrado) Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2008.
- GUSTAVSSON, J.; CEDERBERG, C.; SONESSON, U.; VAN OTTERDIJK, R.; MEYBECK, A. Global Food Losses and Food Waste Section (Study conducted for the International Congress "Save Food!" at Interpack 2011, Düsseldorf, Germany) (FAO, Rural Infrastructure and Agro-Industries Division, 2011), 2011. 29 p.
- HABIBI, Y.; LUCIA, L. A.; ROJAS, O.J. Cellulose nanocrystals: chemistry, selfassembly, and applications. Chem. Rev., v.110, p.3479–3500, 2010.
- IBARGUREN, C.; CÉLIZ, G.; DÍAZ, A. S.; BERTUZZI, M. A.; DAZ, M.; AUDISIO, M. C. Gelatine based films added with bacteriocins and a flavonoid ester active against food-borne pathogens. Innovative Food Science & Emerging Technologies, v. 28, p. 66-72, 2015.
- IDSON, B. **Stability testing of emulsions**. II. Drug & Cosmetics Industry. v. 2, p. 28, 42-43, 72, 1993.
- JANJARASSKUL, T.; KROCHTA, J. M. **Edible packaging materials.** Annual Reviews of Food Science and Technology, v. 1, p. 415-448. 2010.
- JOVANOVICH, G.; AÑÓN, M. Amylose and lipid complex dissociation. A study of the kinetic parameters. Biopolymers, v. 49, n. 1, p. 81-89, 1999.
- KOKOSZKA, S.; DEBEAUFORT, F.; LENART, A.; VOILLEY, A. Liquid and vapour water transfer through whey protein/lipid emulsion films. Journal of the Science of Food and Agriculture, v. 90 n. 10, p. 1673-1680, 2010.

- KOOLEN, H. H. F.; SOARES, E. R.; DA SILVA, F. M. A.; DE SOUZA, A. Q. L.; RODRIGUES-FILHO, E.; SOUZA, A. D. L. **Triterpenes and flavonoids from the roots of** *Mauritia flexuosa*. Revista Brasileira de Farmacognosia, v. 22, p. 189-192, 2012.
- LANDIM, A. P. M.; BERNARDO, C. O.; MARTINS, I. B. A.; FRANCISCO, M. R.; SANTOS, M. B.; MELO, N. R. **Sustentabilidade quanto às embalagens de alimentos no Brasil.** Polímeros, n. 26, p. 82-92, 2016.
- LAPASIN, R.; PRICL, S. Rheology of industrial polysaccharides theory and applications. Gaithersburg: Aspen Publishers. p. 620, 1999.
- LEWIS, M.J. **Propriedades físicas de los alimentos y los sistemas de procesado.** Zaragoza: Acribia, 1993.
- LIMPISOPHON, K.; TANAKA, M.; OSAKO, K. Characterisation of gelatinefatty acid emulsion films based on blue shark (Prionace glauca) skin gelatin. Food Chemistry, v. 122, p. 1095-1101, 2010.
- LIU, H. X.; SUN, S.; LV, G.; CHAN, K. K.C. Study on Angelica and its different extracts by Fourier transform infrared spectroscopy and two-dimensional correlation IR spectroscopy. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, v. 54, n. 02, p. 321-326, 2006.
- LEE, K. W.; KIM, Y. J.; LEE, H. J.; LEE, C. Y. Cocoa Has More Phenolic Phytochemicals and a Higher Antioxidant Capacity than Teas and Red Wine. Journal of Agricultural and Food Chemistry, v. 51, p. 7292-7295, 2003.
- LEE, D. S. Packaging containing natural antimicrobial or antioxidant agents. In: Han JH (Ed.) Innovations in food packaging. Baltimore, Elsevier Science and Technology Books, p. 108-123, 2005.
- LÓPEZ, O.; CASTILLO, L.; ZARITZKY, N.; BARBOSA, S. VILLAR, M., GARCÍA, M. A. Talcnanoparticles influence on thermoplastic corn starch film properties. Procedia Materials Science, v. 8, p. 338-345, 2015.
- MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E.; GARCÍA, M. A.; MARTINO, M. M.; ZARITZKY, N. E. **Barrier, mechanical and optical properties of plasticized yam starch films**. Carbohydrate Polymers, Barking, v. 56, n. 2, p. 129-135, 2004.
- \_\_\_\_\_. **Mechanical and thermal properties of yam starch films**. Food Hydrocolloids, Oxford, v. 19, n. 1, p. 157-164, 2005.
- MALI. S; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F. **Filmes de amido: produção, propriedades e potencial de utilização.** Semina: Ciências Agrárias, Londrina, v. 31, n. 1, p. 137-156, 2010.
- MARCOTTE, M.; TAHERIAN HOSHAHILI, A.R.; RAMASWAMY, H.S. **Rheological properties of selected hydrocolloids as function of concentration and temperature.** Food Research International, v. 34, n. 8, p. 695-703, 2001.
- MARQUES, P. T.; LIMA, A. M. F.; BIANCO, G.; LAURINDO, J. B.; BORSALI, R.; LE MEINS, J. F; SOLDI, V. **Thermal properties and stability of cassava starch films cross-linked with tetraethylene glycol diacrylate.** Polymer Degradation and Stability, v. 91, n. 04, p. 726-732, 2006.

- MATSUDA, D. K. M.; VERCEHEZE, A. E. S.; CARVALHO, G. M.; YAMASHITA, F.; MALI, S. **Baked foams of cassava starch and organically modified nanoclays.** Industrial Crops and Products, v. 44, p. 705-711, 2013.
- MATHLOUTHI, M.; ROGE, B. Water vapour sorption isotherms and the caking of food powders. Food Chemistry, v. 82, p. 61-71, 2003.
- MILLER, C. M. O.; YAMASHITA, F.; LAURINDO, J. B. Evaluation of the effects of glycerol and sorbitol concentration and water activity on the water barrier properties of cassava starch films through a solubility approach. Carbohydrate Polymers, Barking, v.72, p. 82-87, 2008.
- MORRIS, E. R. **Polysaccharide Rheology and In-Mouth Perception.** In: STEPHEN, A. M. Food Polysaccharides and their Applications. New York: Marcel Dekker, p. 517-546, 1995.
- MOTHÉ, C. G.; AZEVEDO, A. D. D. **Análise térmica de materiais**. São Paulo: Artliber, 2009.
- MOTT, L.R. **Mecânica de fluidos aplicada.** México: Prentice-Hall Hispano americana S. A. 1996.
- OLIVEIRA, V. B.; YAMADA, L. T.; FAGG, C. W.; BRANDÃO, M. G. L. **Native foods from Brazilian biodiversity as a source of bioactive compounds.** Food Research International, v. 48, p. 170-179, 2012.
- PAIM, S.; LINHARES, L. F.; MANGRICH, A. S.; MARTIN, J. P. Characterization of fungal melanins and soil humic acids by chemical analysis and infrared spectroscopy. Biology and fertility of soils, v. 10, n. 01, p. 72-76, 1990.
- PENG, B. L.; DHAR, N.; LIU, H.L.; TAM, K.C. Chemistry and applications of nanocrystalline cellulose and its derivatives: a nanotechnology perspective. The Canadian Journal of Chemical Engineering, v.89, p.1191–1206, 2011.
- PEREIRA L. M.; RODRIGUES, A. C. C.; SARANTÓPOULOS, C. I. G. L.; JUNQUEIRA, V. C. A.; CARDELLO, H. M. A. B.; HUBINGER, M. D. Vida-de-prateleira de goiabas minimamente processadas acondicionadas em embalagens sob atmosfera modificada. Ciência e Tecnologia de Alimentos, v.23 n. 3, 2003.
- PÉREZ-MATEOS, M.; MONTERO, P.; GÓMEZ-GUILLÉN, M. C. Formulation and stability of biodegradable films made from cod gelatin and sunflower oil blends. Food Hydrocolloids, v. 23, n. 1, p. 53-61, 2009.
- PERRONE, I.T.; RENHE, I. R. T.; PEREIRA, J. P. F.; COLOMBO, M.; COELHO, J. S.; MAGALHÃES, F. A. R. **Influência de diferentes espessantes nas características sensoriais do doce de leite para confeitaria**. Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes, v. 66, n. 379, p. 44-50, 2011.
- POMMET, M.; REDL, A.; MOREL, M.H.; GUILBERT, S. Study of wheat gluten plasticization with fatty acids. Polymer, v. 44, p. 115-122, 2003.
- RIBEIRO, B. D. Aplicação de tecnologia enzimática na obtenção de β-caroteno a partir de óleo de buriti (*Mauritia vinifera*). 2008.103f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.
- RIEGER, M. M. **Teste de estabilidade para macroemulsões**. Cosmetics & Toietries (ed. Port.), v. 8, n. 5, p. 47-53, 1996.

- RHIM, J. W.; PARK, H. M.; HA, C. S. **Bio-nanocomposites for food packaging applications.** Progress in Polymer Science, v.38, n.10-11, p. 1629-1652, 2013.
- RINALDI, M.M. Perdas pós-colheita devem ser consideradas. Planaltina, DF: Embrapa Cerrados, 2011. Disponível em: <a href="http://www.cpac.embrapa.br/artigosmidia/publicados/306/">http://www.cpac.embrapa.br/artigosmidia/publicados/306/</a>>. Acesso em: 22 jul. 2017.
- RODRIGUES, T. A. F. **Preparação e caracterização de membranas biodegradáveis.** 2008. p. 105. Dissertação (Mestrado) Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2008.
- SALAGER, J. L. Formulación, Composición y Fabricación de Emulsiones para Obtener las Propiedades Deseadas. Estado del Arte Parte B. Propiedades de las Emulsiones y su Medición. In: Cuaderno FIRP S747-B, Mérida, Venezuela, 1999.
- SAMPAIO, M. B.; CARRAZZA, L. R. **Aproveitamento integral do fruto e da folha do buriti (Mauritia flexuosa).** Brasília, 2012. Instituto Sociedade, População e Natureza (ISPN). Disponível em: <a href="http://www.ispn.org.br/arquivos/Mont\_buriti0061.pdf">http://www.ispn.org.br/arquivos/Mont\_buriti0061.pdf</a>>. Acesso em: 22 nov. 2017.
- SARANTÓPOULOS, C. I. G. L.; FERNANDES, T. **Embalagens ativas: uma nova geração de embalagens para frutas e hortaliças.** Informativo CETEA, v. 13, n. 3, 2002. Disponível em: <a href="http://www.cetea.ital.sp.gov.br/infCETEA.htm">http://www.cetea.ital.sp.gov.br/infCETEA.htm</a>. Acesso em: 28 mai 2018.
- SATO, A. C. K.; CUNHA, R. L. Effect of particle size on rheological properties of jaboticaba pulp. Journal of food Engineering, v. 91, p. 566-570, 2009.
- SANTOS, C.A.; RIBEIRO, R. C.; SILVA, E. V. C.; SIILVA, N. S.; SILVA, B. A.; SILVA, G. F.; BARROS, B. C. V. Elaboração de biscoito de farinha de buriti (*Mauritia flexuosa L.*) com e sem adição de aveia (Avena sativa L.). Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial, v.5, n.1, p.262-273, 2011.
- SEYDIM, C. C.; SARIKUS, G. Antimicrobial activity of whey protein based edible films incorporated with oregano, rosemary and garlic essential oils. Food Research International, v. 39, p. 639-644, 2006.
- SHAW, N. B.; MONAHAN, F. J.; O'RIORDAN, E. D.; O'SULLIVAN, M. Effect of soya oil and glycerol on physical properties of composite WPI films. Journal of Food Engineering, v. 51, n. 4, p. 299-304, 2002.
- SILVA, A.; NIEVOLA, L. M.; TISCHER, C. A.; MALI, S.; FARIA-TISCHER, P. C. S. Cassava starch-based foams reinforced with bacterial cellulose. Journal of Applied Polymer Science, v. 130, p. 3043-3049, 2013.
- SILVA, E. C.; SOARES, I. C. **Tecnologia de emulsões.** Cosmetics & Toietries (ed. Port.), v. 8, n. 5, p. 37-46, 1996.
- SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. **Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos**. 7ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2007.
- SOARES, N. F. F.; SILVA, C. A. S.; SANTIAGO-SILVA, P.; ESPITIA, P. J. P.; GONÇALVES, M. P. J. C.; LOPEZ, M. J. G.; MILTZ, J.; CERQUEIRA, M. A.; VICENTE, A. A.; TEIXEIRA, J.; SILVA, W. ABOTREL, D. A. Active and intelligent packaging for milk and milk products. In J. S. R. Coimbra, & J. A. Teixeira (Eds.), Engineering aspects of milk and dairy products. Boca Raton: CRC Press. p. 175-199, 2009.

- SOBRAL, P. J. A. Influência da espessura de biofilmes feitos à base de proteínas miofibrilares sobre suas propriedades funcionais. Pesquisa Agropecuária Brasileira, Brasília, v. 35, n. 6, p. 1-14, 2000.
- SONG, N. B.; LEE, J. H.; AL-MIJAN, M.; SONG, K. B. **Development of a chicken feather protein film containing clove oil and its application in smoked salmon packaging.** LWT e Food Science & Technology, v. 57, p. 453-460, 2014.
- STEFFE, J.F. Rheological methods in food process engineering. 2. ed. Freeman Press, p. 312-313, 412-418, 1996.
- VELÁZQUEZ, G.; TORRES, J.A.; MARTIN-POLO, M.O. Temperature effect on the moisture sorption isotherms for methylcellulose and ethylcellulose films. Journal of Food Engineering, v. 48, p. 91-94, 2001.
- VERMEIREN, L.; DEVLIEGHERE, F.; VAN BEEST, M.; KRUIJF, N.; DEBEVERE, J. **Development in the active packaging of food.** Trends in Food Science & Tecnology, v. 10, n. 3, p. 77-86, 1999.
- VIEIRA, M.; ALTENHOFEN, M.; OLIVEIRA, L.; MASUMI, M. **Natural-based plasticizers and biopolymer films: a review.** European Polymer Journal, v. 47, p. 254-263, 2011.
- VIEIRA, R. F.; COSTA, T. S. A.; SILVA, D. B.; FERREIRA, F. R.; SANO, S. M. Frutas nativas da Região do Centro Oeste do Brasil. Brasília: Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, 2006.320 p.
- VILLALOBOS, R.; HERNÁNDEZ-MUÑOZ, P.; CHIRALT, A. **Effect of surfactants on water sorption and barrier properties of hydroxypropyl methylcellulose films.** Food Hydrocolloids, v. 20, p. 502-509, 2006.
- WITTERN, K. P.; ANSMANN, A.; HUTTINGER, R.; BILLEK, D.; CHARLET, E.; HOENEN, L.; KUCZERA, K.; MOTITSCHINKE, L.; QUACK, J.; SEIB, K.; UMBCH, I.; WOLFF, G. **Stability testing of cosmetic emulsions.** Cosmetics & Toiletries, v. 100, n. 10, p.33-39, 1985.
- WU, J.; WANG, P.; CHEN, S. C. Antioxidant and antimicrobial effectiveness of catechin-impregnated pva-starch film on red meat. Journal of Food Quality, v. 33, n. 6, p. 780-801, 2010.
- YANG, L.; PAULSON, A. T. Mechanical and vapor barrier properties of edible gellan films. Food Research International, v. 33, p. 571-578, 2000.

### **3 OBJETIVOS**

#### 3.1 GERAL

Desenvolver filmes de fécula de mandioca incorporados de óleo buriti (*Mauritia flexuosa L.* f.) e avaliar a aplicabilidade em jabuticabas (*Myrciaria jaboticaba (Vell.) Berg*).

# 3.2 ESPECÍFICOS

- Desenvolver filmes de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti em diferentes concentrações;
- Avaliar os parâmetros reológicos da emulsão filmogênica para as formulações propostas;
- Determinar o teor de compostos fenólicos totais, flavonoides totais, taninos totais e carotenoides totais por técnicas espectrofotométricas dos filmes produzidos;
- Mensurar a atividade antioxidante *in vitro* do óleo em relação a capacidade de redução do ferro e de captura do radical DPPH dos filmes produzidos;
- Determinar as propriedades térmicas e grupos funcionais por infravermelho dos filmes desenvolvidos;
- Aplicar os filmes desenvolvidos em jabuticabas para avaliar a vida útil dos frutos por pH, AT, SST, SST/AT, perda de massa e pressão de turgescência.

# 4 CAPÍTULO I - PROPRIEDADES REOLÓGICAS DE SOLUÇÕES FILMOGÊNICAS INCORPORADAS COM DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE ÓLEO DE BURITI (Mauritia flexuosa L. f.)

#### **RESUMO**

Avaliar o perfil reológico e tecnológico de soluções para filmes é necessário para controlar transporte e armazenamento desse tipo de fluido. Objetivou-se avaliar as propriedades reológicas de soluções filmogênicas incorporadas com diferentes concentrações de óleo de buriti. Foram utilizados fécula de mandioca (3 % p/v), glicerol (0,06 % p/v), óleo de buriti e tween 20 de acordo com um planejamento experimental fatorial 2<sup>2</sup> com 3 pontos centrais para o preparo das soluções. Para avaliar as propriedades reológicas foram realizados testes de viscosidade, cremeação, centrifugação e pH. As emulsões que tinham menor concentração de emulsificante não favoreceram o escoamento desse material e causaram aumento da resistência ao escoamento. As emulsões apresentaram comportamento não-newtoniano pseudoplástico, apresentou n<1. Quanto ao índice de cremeação verificou-se que de 96 h em diante as soluções A, B, C e D começaram a desestabilizar. Já os filmes do ponto central mantiveram-se estáveis durante todo o período de teste. Na centrifugação a partir da rotação de 3500 rpm (2183 G), apenas a solução C não apresentou separação de fases. O pH da formulação central estavam mais próximos da neutralidade. O estudo demonstrou que o ponto central de óleo e emulsificante das formulações foi beneficiado, pois demonstrou bom desempenho reológico.

Palavras-chave: viscosidade, adição de lipídio, estabilidade de emulsões.

#### **ABSTRACT**

To evaluate the rheological and technological profile of solutions for films is necessary to control the transport and storage of this type of fluid. The objective was to evaluate the rheological properties of filmogenic solutions incorporated with different

concentrations of buriti oil. Cassava starch (3% w / v), glycerol (0.06% w / v), buriti oil and tween 20 were used according to a factorial experimental design 2² with 3 central points for solutions preparation. To evaluate the rheological properties were performed viscosity, cream, centrifugation and pH tests. Emulsions which had lower emulsifier concentration did not favor the flow of this material and caused increased flow resistance. The emulsions presented non-Newtonian and pseudoplastic behavior, since it presented n <1. As for the caking index, it was found that from 96h onwards solutions A, B, C and D began to destabilize. Meanwhile, films from the central point remained stable throughout the test period. In the centrifugation from the rotation of 3500 rpm (2183 G), only solution C did not show phase separation. The pH of the core formulation was closer to neutrality. The study demonstrated that the oil and emulsifier core of the formulations benefited because it demonstrated good rheological performance.

**Key-words:** viscosity, lipid addition, emulsion stability.

# 4.1 INTRODUÇÃO

A seleção do material para a fabricação de filmes e revestimentos é de extrema importância, visto que, dele dependerão as interações entre seus componentes, podendo interferir nas propriedades de barreira, mecânicas e sensoriais dos filmes (BALDWIN & CARRIEDO, 1994). Os materiais em destaque para a produção de filmes biodegradáveis, amido (JIH-GUAN et al., 2010), quitosana (PEREIRA et al., 2015), pectina (LIU et al., 2008), têm sido amplamente empregados por possuírem baixa toxicidade, biocompatibilidade e biodegradabilidade (PEREIRA et al., 2015). Devido ao baixo custo e a capacidade ter boas propriedades para formar películas, o amido é bastante utilizado em embalagens alimentícias (ABREU et al., 2015; LÓPEZ et al., 2015; MATHEW & DUFRESNE, 2002).

O buriti (*Mauritia flexuosa L. f.*), pertencente à Família Arecaceae e ao gênero *Mauritia*, é uma palmeira com ampla distribuição na Floresta Amazônica do Brasil (DELGADO et al., 2007). O alto potencial econômico desta espécie é devido sobretudo aos seus frutos que possuem óleo valioso para as indústrias de cosméticos e alimentícias (FRANÇA et al., 1999). Neste óleo há ácidos graxos monoinsaturados e poli-insaturados de alto potencial antioxidante e alto teor de carotenoides, tornando-o uma excelente fonte de pró-vitamina A (AQUINO et al., 2012).

Desenvolver embalagens ativas biodegradáveis contendo extratos naturais derivados de plantas é uma estratégia considerada pela indústria de embalagens de alimentos de bastante interesse (COOPER, 2013; SEYDIM & SARIKUS, 2006; SONG et al., 2014). A solução filmogênica produzida em escala laboratorial é formada após a solubilização do amido em água (DONHOWE & FENNEMA, 1994) para posterior produção de filmes pelo método de *casting* (MALI et al., 2010).

Para se obter melhor entendimento sobre o comportamento estrutural de produtos alimentícios é necessário conhecer o comportamento dos fluidos para projetar tubulações e equipamentos. Por meio das curvas de escoamento é possível determinar o comportamento reológico do fluido (BARNES et al., 1989; STEFFE, 1996).

Objetivou-se avaliar as propriedades reológicas de soluções filmogênicas de fécula de mandioca incorporadas de óleo de buriti preparadas para produção de filmes.

# 4.2 MATERIAL E MÉTODOS

# 4.2.1 Matéria-prima

Foram utilizados: glicerol (Dinâmica), tween 20 (Vetec), fécula de mandioca lote HW294 (Amafil) e óleo de buriti (Belém-PA, Brasil).

# 4.2.2. Preparo da solução filmogênica e planejamento experimental

A elaboração das formulações foi realizada de acordo com a metodologia adaptada de Acosta et al. (2016). A dispersão contendo (3 % p/v) de fécula de mandioca foi preparada em agitador magnético (BIOMIXER 78HW-1) elevando a temperatura gradativamente de 20 até 70 °C e mantida durante 10 min para induzir a gelificação do amido. Aguardou-se esfriar para a temperatura de 40 °C e adicionou-se (0,6 % p/v) de glicerol à solução de amido, seguido da homogeneização. Separadamente, foi aquecido o tween 20 até 40 °C e acrescentado o óleo de buriti nas concentrações indicadas pelo planejamento experimental, em seguida a solução de amido foi adicionada a esta mistura, sob agitação constante para promover a homogeneização completa dos ingredientes, formando uma emulsão.

Foram preparadas 7 formulações por meio de um planejamento experimental fatorial  $2^2$  com 3 pontos centrais, totalizando 7 ensaios experimentais. As variáveis independentes (fatores) foram as concentrações do óleo de buriti e de emulsificante, de acordo com a Tabela 1.

Amostras	Óleo de buriti (% m/v)	Emulsificante (% m/v)
A	-1 (0,15)	-1 (0,02)
В	-1 (0,15)	1 (0,04)
C	1 (0,45)	-1 (0,02)
D	1 (0,45)	1 (0,04)
E	0 (0,30)	0 (0,03)
F	0 (0,30)	0 (0,03)
G	0 (0,30)	0 (0,03)

Tabela 1. Valores codificados e reais para o preparo das soluções filmogênicas.

#### 4.2.3 Reologia das soluções filmogênicas

Os parâmetros reológicos das soluções, em triplicata, foram obtidos na temperatura de 40 °C usando um reômetro (Physica, MCR 101, Ostfildern, Germany), com taxa de deformação de 1 a 500 s<sup>-1</sup> em geometria cone-placa.

Os dados foram ajustados ao modelo reológico da Lei da Potência, segundo a Equação 1.

$$\sigma = K.\dot{\gamma}^n \tag{1}$$

Em que:  $\sigma$  - tensão de cisalhamento (Pa);  $\dot{\gamma}$  - taxa de deformação (s); k - índice de consistência (Pa.s<sup>n</sup>); n - índice de comportamento do fluido (adimensional);  $\sigma_0$  - tensão residual (Pa).

#### 4.2.4 Cremeação

Logo após o preparo das emulsões 50 mL de cada amostra em triplicata foi transferido para provetas graduadas em 50 mL fechadas, foram mantidas a temperatura controlada de 25 °C durante 7 dias, por nenhuma amostra ter apresentado separação de fases nas primeiras horas foi quantificado o volume da fase aquosa a cada 24 h até o sétimo dia (COUTO, 2014). A estabilidade foi medida através da altura da fase superior, sendo o índice de cremeação descrito pela Equação 2.

$$IC(\%)=(H/H_0)*100$$
 (2)

Na qual: H<sub>0</sub> representa a altura inicial da fase inferior e H representa a altura inicial da fase superior após 24 horas.

#### 4.2.5 Centrifugação

Em uma centrífuga (Sirius 4000, Campo Mourão-PR, Brasil) tubos de ensaio contendo 5 g de cada formulação em triplicata foram submetidas a ciclos de 30 min em rotação de 1000, 2500, 3500 rpm (178, 1113 e 2183G, respectivamente) (ANSEL et al., 1999). Os volumes do sobrenadante foram quantificados a cada ciclo.

# 4.2.6 pH

O pH foi aferido utilizando pH-metro de bancada (Luca 210P, Campinas-SP, Brasil) pelo método N° 981.12 (AOAC, 1997).

#### 4.2.7 Análise estatística

Os dados da reologia da solução foram aplicados os modelos da Lei da Potência para avaliar o comportamento dos fluidos em análise e os gráficos gerados usando o SigmaPlot<sup>®</sup>, os resultados de Cremeação foram submetidos a regressão linear utilizando planilha eletrônica do excel 2010<sup>®</sup> de propriedade da Microsoft Inc. Os dados de centrifugação e pH foram avaliados pela análise de variância (ANOVA), modelos foram gerados para avaliar o efeito da concentração do óleo e do emulsificante sobre estes índices. O software utilizado foi o Statística versão 13.0 trial (Dell<sup>TM</sup> Statistica<sup>TM</sup>, 2015).

#### 4.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 1 observa-se que a tensão de cisalhamento aumentou de forma contínua com o aumento da taxa de deformação e que esta relação proporcionou a geração curvas não lineares, com concavidade para baixo característica de fluidos não-Newtonianos. Pode-se associar este efeito a um colapso da estrutura da solução filmogênica, causado pelo aumento da taxa de deformação, resultando na disposição das moléculas da solução de forma mais alinhada (ALPARSLAN & HAYTA, 2002).

Como os fluidos A e C possuíam menor concentração de emulsificante, inferese que mínimas quantidades de emulsificante não favorecem escoamento desse material
e causam aumento da resistência ao escoamento, podendo ser necessária a aplicação de
energia para transporte e escoamento destes fluidos. O comportamento de fluxo de
soluções formadoras de filme é uma propriedade importante, pois pode afetar a
capacidade de espalhamento, a espessura, a uniformidade da camada de revestimento
líquido, as propriedades mecânicas e o projeto de aplicação e processamento (CHEN et
al., 2009).

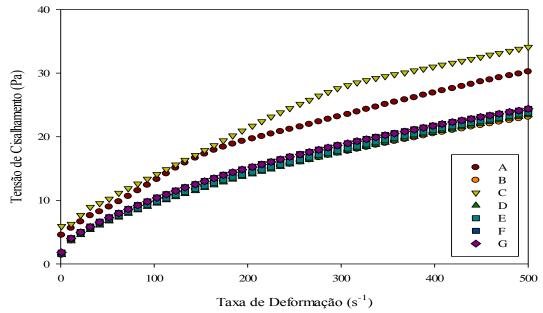


Figura 1. Curvas de escoamento para as emulsões a 40 °C - tensão de cisalhamento vs. taxa de deformação.

Já a viscosidade aparente (Figura 2) diminuiu com o aumento da taxa de deformação. Por esse comportamento os fluidos podem ser caracterizados como pseudoplásticos, uma vez que com o aumento da taxa de deformação há a diminuição da viscosidade aparente, possivelmente causado pelo alinhamento de partículas não esféricas, ruptura, deformação ou rompimento de gotas floculadas, alteração da distribuição espacial devido à aplicação de cisalhamento, remoção de moléculas de solventes ligados às gotas (NEWSTEIN et. al.,1999; MCCLEMMENTS, 2005).

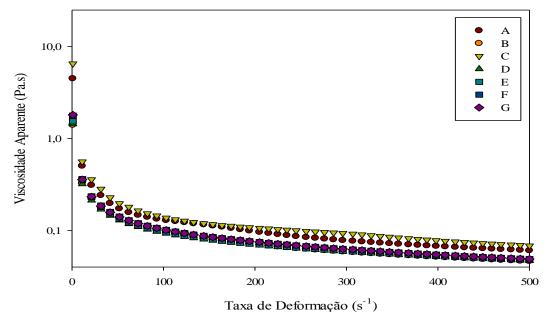


Figura 2. Curvas de escoamento para as emulsões a 40 °C - viscosidade vs. taxa de deformação.

Na Tabela 2 foram apresentados as médias dos parâmetros de ajuste dos modelos pela Lei da Potência ao comportamento reológico das soluções filmogênicas e o indicador de ajuste R² aos dados. As amostras A e C foram as que apresentaram maior índice de consistência e menor índice de comportamento. Devido a menor concentração de emulsificante nessas duas formulações, a fécula pode estar causando uma reestruturação da solução, na qual agregados de gotículas de óleo são retidos pela fécula em uma fase contínua formando uma rede dimensional que é mais resistente ao fluxo de escoamento.

Observa-se que os valores de índice de comportamento de fluido foram todos menores que 1 (n < 1), indicando um comportamento não-newtoniano, com característica de fluido pseudoplástico. O R<sup>2</sup> próximo de 1 de todas formulações descreve ajuste adequado da Lei da Potência ao comportamento reológico dos fluidos em estudo.

Ma et al. (2016) avaliou a viscosidade de soluções formadoras de filme de goma reforçado com álcool polivinílico ajustado a Lei da Potência e observou comportamento não-newtoniano para a solução sem álcool polivinílico assemelhando ao presente estudo. Porém, os mesmos autores obtiveram em todas as amostras índice de consistência maiores que 2 e índice de comportamento inferiores a 0,550 sendo o k muito superior e o n inferior aos demonstrado na Tabela 2.

Tabela 2. Média±desvio padrão dos parâmetros de ajuste dos modelos da Lei da Potência ao comportamento reológico das soluções filmogênicas.

Evnarimente -	Respostas			
Experimento —	k (mPa.s <sup>n</sup> )	n	$\mathbb{R}^2$	
1 (A)	$841,31 \pm 0,055$	$0,580 \pm 0,010$	$0,999\pm0,00$	
2 (B)	$506,29 \pm 0,016$	$0,605 \pm 0,005$	$0,998\pm0,00$	
3 (C)	$1067,77 \pm 0,121$	$0,558 \pm 0,012$	$0,999\pm0,00$	
4 (D)	$546,13 \pm 0,014$	$0,595 \pm 0,003$	$0,998\pm0,00$	
5 (E)	$499,16 \pm 0,020$	$0,612 \pm 0,003$	$0,998\pm0,00$	
6 (F)	$501,13 \pm 0,013$	$0,611 \pm 0,002$	$0,998\pm0,00$	
7 (G)	$500,41 \pm 0,008$	$0,611 \pm 0,002$	$0,998\pm0,00$	

k = índice de consistência; n = índice do comportamento do fluido, R²=coeficiente de correlação

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre os parâmetros de ajuste dos modelos aplicados sobre o comportamento reológico das emulsões mostrou que a maior contribuição para o aumento do parâmetro k foi atribuído ao óleo de buriti demonstrado na Figura 3 (a). A análise de efeitos mostrou efeito negativo do tween 20 e da interação sobre esse fator. Quanto ao parâmetro n a maior contribuição foi do tween

20 e da interação conforme a Figura 3 (b), enquanto o óleo de buriti apresentou efeito negativo sobre esse parâmetro.

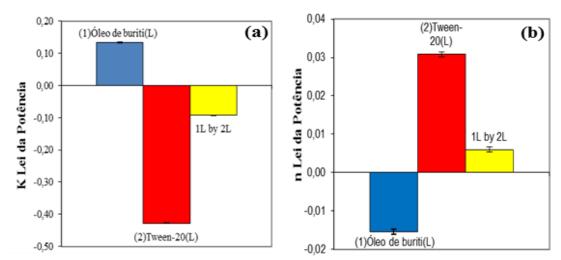


Figura 3. Efeito do óleo de buriti e tween 20 sobre os parâmetros de ajuste para o modelo da Lei da Potência (k e n).

Foram geradas superfícies de resposta dos parâmetros de ajuste do modelo da Lei da Potência. A Figura 4 (a) apresenta o comportamento do índice de consistência (k), mostrou que os maiores valores desse índice foram obtidos em máximas concentrações de óleo e mínimas de emulsificante. Já a Figura 4 (b) apresenta o índice de comportamento (n), mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos em mínimas concentrações de óleo e máximas de emulsificante. Isso evidencia diferença na interação das soluções dos filmes quando em máximas e mínimas concentrações de óleo e emulsificante.

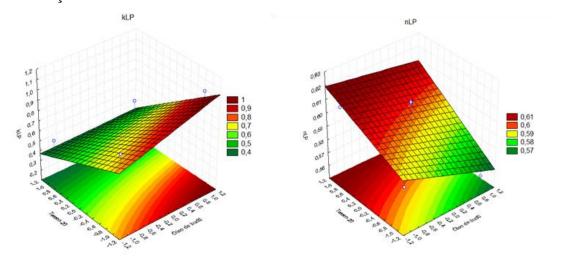


Figura 4. Superfícies de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween 20 sobre os parâmetros de ajuste para o modelo da Lei da Potência (k e n).

Os modelos matemáticos codificados, obtidos a partir do planejamento experimental, que descrevem o comportamento do óleo de buriti (OB) e do emulsificante (TW) sobre os parâmetros de ajuste para o modelo reológico da Lei da Potência (k-índice de consistência e n-índice de comportamento) estão apresentados pelas Equações 4 e 5, respectivamente. Os baixos coeficientes de determinação (R²) explicam somente parte das variações encontradas. Os modelos apresentaram falta de ajuste significativo, indicando não representar adequadamente o sistema, mas ainda assim pode ser considerado útil para análise de tendência.

$$k=637,46+66,57(OB)-214,16X2-46,65(OB)(TW), R^2=0,679$$
 .. (4)

$$n=0.59-0.008(OB)+0.015X2+0.003(OB)(TW), R^2=0.500$$
 (5)

Ao analisar o índice de cremeação em função do tempo (h) ilustrado na Figura 5 verificou-se que nos tempos 24, 48 e 72 h, não ocorreu nenhuma separação de fases das soluções em estudo, de 96 h em diante as soluções A, B, C e D foram as que apresentaram desestabilização, a amostra A foi a que obteve resultado mais crítico, chegando próximo a 0,50 % de cremeação, enquanto a formulação C apesar de ter apresentado pouca separação de fase, manteve-se constante das 96 até 168 h. Considerando que para os resultados de viscosidade as formulações A e C também apresentaram alguma alteração quando comparadas às demais, tal comportamento foi atribuído as gotículas de óleo não emulsionadas, podendo também associar a menor interação dos componentes dessas soluções.

Nota-se que as formulações B e D também apresentaram índice crescente de cremeação, esses fluidos possuíam maiores concentrações de emulsificante, tal concentração não contribuiu para maior estabilidade. Observa-se que nem a menor, nem a maior concentração do surfactante utilizado interagiram de forma a evitar a formação de uma interface e, impedir ou retardar a cremeação destas amostras pelo período de tempo do experimento. Isso mostra que pode ter sido atingido o ponto crítico de concentração óleo/emulsificante nas formulações dos pontos extremos do experimento, quando a menor quantidade ou o excesso desses componentes afetou a incorporação na estrutura da solução.

Já as amostras E, F e G mantiveram-se estáveis durante todo o período de teste. A estabilidade de uma emulsão depende da resistência da mesma as mudanças de suas propriedades por um período de tempo, podendo ser afetada por diversos fatores como por exemplo, tempo, temperatura, teor de água, vibração, material de acondicionamento, pH e interações entre componentes da formulação. Quanto mais estável uma emulsão, mais lentamente ocorrerão alterações em suas propriedades (COUTO, 2014).

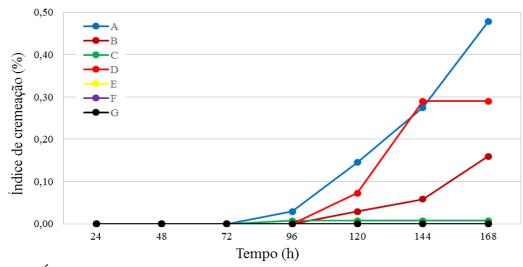


Figura 5. Índice de cremeação das soluções filmogênicas em função do tempo.

Na Figura 6 estão apresentadas as soluções filmogênicas as 168h do teste de cremeação. Demonstra que em 7 dias de armazenamento as formulações centrais se mantiveram estáveis, não apresentando separação de fases.

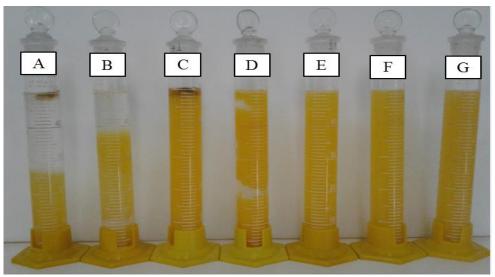


Figura 6. Cremeação das soluções filmogênicas às 168 h.

Para os resultados de centrifugação no ciclo de rotação de 1000 rpm (178 G) as soluções não mostraram indício de cremeação, dados não mostrados, no ciclo de 2500 rpm (1113 G) as soluções já mostraram leve indício de separação de fases, dados não mostrados, contudo a partir da rotação de 3500 rpm (2183 G), apenas a solução C manteve-se estável, não apresentando separação de fases ilustrado na Figura 7.

Comportamento que representa que sob a aplicação de uma força centrípeta tal amostra se mantém mais estável que as demais. Este teste simula a ação gravitacional, gerando um estresse sobre a amostra, antecipa uma possível instabilidade da emulsão (TADROS, 2004).

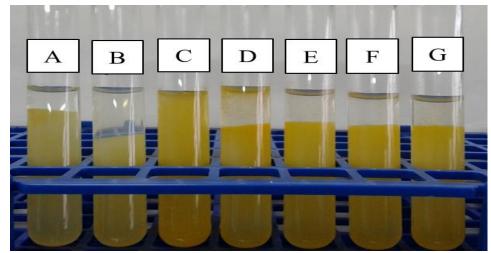


Figura 7. Centrifugação das soluções filmogênicas a 3500 rpm (2183 G).

A Figura 8 (a) demonstra a avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre a centrifugação das emulsões mostrando que a maior contribuição para este fator foi atribuído ao tween-20 e a interação. A análise de efeitos mostrou que o efeito do óleo de buriti no sistema apresentou efeito negativo. A superfície de resposta apresentada na Figura 8 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos em mínimas concentrações de óleo e máximas de emulsificante. Isso mostra que com o aumento da concentração de óleo e decréscimo do teor de emulsificante ocorre a diminuição da separação de fases.

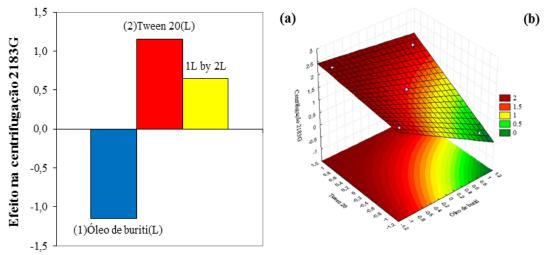


Figura 8. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre a centrifugação das emulsões e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween 20 sobre a centrifugação.

O modelo matemático codificado, obtido a partir do planejamento experimental que descreve o comportamento do óleo de buriti (OB) e do tween 20 (TW) sobre a centrifugação das soluções filmogênicas está apresentado pela Equação 9. Todos os coeficientes da equação foram significativos (p<0,05), indicando que as variáveis respostas são influenciadas pelas variáveis de entradas (concentração de óleo e emulsificante).

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre o pH das emulsões apresentado na Figura 9 (a) mostrou que a maior contribuição para este fator foi atribuído ao tween-20. A análise de efeitos mostrou que o efeito do óleo de buriti no sistema apresentou efeito negativo, enquanto o efeito da interação não foi estatisticamente significativo (p<0,05).

A superfície de resposta apresentada na Figura 9 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos em mínimas concentrações de óleo e máximas de emulsificante. Contudo o pH dos pontos centrais do planejamento experimental apresentou-se mais próximos a neutralidade possivelmente promovendo melhor interação entre os componentes, e corroborando com o teste de cremeação, pois foi a formulação que não apresentou separação de fases durante todo o período de teste.

Sendo um dos parâmetros de monitoramento da estabilidade de emulsões o valor de pH pode indicar reações químicas, que podem afetar a qualidade da solução final. Analisando ainda a Figura 9 (b) observa-se que por este índice apresentar valores de neutros a alcaninos possibilita reconhecer as emulsões como característica óleo/água. Quando os valores de pH são baixos favorece a formação de emulsões do tipo A/O, já quando o pH é alcalino são formadas espécies iônicas gerando emulsões O/A (SALAGER, 1999).

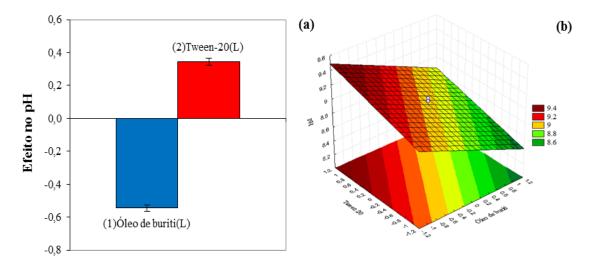


Figura 9. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre o pH das emulsões e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween 20 sobre o pH.

O modelo matemático codificado, obtido a partir do planejamento experimental, que descreve o comportamento do óleo de buriti (OB) e do tween 20 (TW) sobre do pH, está apresentado pela Equação 10. Todos os coeficientes da equação foram significativos (p<0,05), indicando que as variáveis respostas são influenciadas pelas variáveis de entradas (concentração de óleo e emulsificante).

$$pH=8,96-0,27(OB)+0,17(TW), R^2=0,887$$
 (10)

#### 4.4 CONCLUSÃO

Na avaliação reológica as emulsões apresentaram comportamento nãonewtonianos/pseudoplástico. As amostras A e C demonstraram menor interação entre os componentes de sua formulação, apresentando maiores índices de consistência e menores índices de comportamento, e maior resistência ao escoamento.

No teste de cremeação a formulação central não apresentou separação de fases durante o período avaliado. Já o teste de centrifugação mostrou que com o aumento da concentração de óleo e decréscimo do teor de emulsificante ocorreu a diminuição da separação de fases. O pH da formulação central apresentou-se mais próximo da neutralidade. O estudo demonstrou que a formulação central de óleo e emulsificante foi beneficiado, pois demonstraram bom desempenho reológico assim como nos demais testes.

#### 4.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABREU, A. S.; OLIVEIRA, M.; DE SA, A.; RODRIGUES, R. M.; CERQUEIRA, M. A.; VICENTE, A. A., et al. **Antimicrobial nanostructured starch based films for packaging.** Carbohydrate Polymers, v. 129, p. 127-134, 2015.
- ACOSTA, S.; CHIRALT, A.; SANTAMARINA, P.; ROSELLO, J.; GONZ\_ALEZ-MARTÍNEZ, C.; CHÁFER, M. **Antifungal films based on starch-gelatin blend, containing essential oils.** Food Hydrocolloids: v. 61. p. 233-240, 2016.
- ALPARSLAN, M.; HAYTA, M. Rheological and sensory properties of pekmez (grape molasses)/tahin (sesame paste) blends. **Journal of Food Engineering**, Oxford, v.54, n.1, p.89-93, 2002.
- ANSEL, M. C.; POPOVICH, N. G.; ALLEN, L. V. J. Farmacotécnica: Formas farmacêuticas e sistemas de liberação de fármacos.6° ed. São Paulo: Premier (Ed.), p. 281-316, 1999.
- AOAC. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis**. 16 ed. Washington D.C.: AOAC, 1997. v. 2.
- AQUINO, J. S.; PONTES PESSOA, D. C. N.; ARAÚJO, K. L. G. V.; EPAMINONDAS, P. S.; SCHULER, A. R. P.; SOUZA, A.G.; STAMFORD, T. L. M. Refining of buriti oil (*Mauritia flexuosa*) originated from the Brazilian Cerrado: physicochemical, thermal-oxidative and nutritional implications. J. Braz. Chem. Soc. v. 23, n. 2, p. 212-219, 2012.
- BALDWIN, E. A.; CARRIEDO, M. O. (Ed.). **Edible coatings and films to improve food quality.** Lancaster (USA): Technomic Publishing Co., p.1-25. 1994.
- BARNES, H. A.; HUTTON, J. F.; WALTERS, K. An introduction to Rheology. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, p. 199, 1989.
- COOPER, T. A. Developments in bioplastic materials for packaging food, beverages and other fast-moving consumer goods. In N. Farmer (Ed.), Trends pack food, beverages and other fast-moving consumer goods (FMCG) UK: Woodhead Publishing. p. 108-152, 2013.
- CHEN, C. H.; KUO, W. S.; LAI, L. S. Rheological and physical characterization of film-forming solutions and edible films from tapioca starch/decolorized hsian-tsao leaf gum. Food Hydrocolloids, v. 23, p. 2132-2140, 2009.
- COUTO, M. I. P. B. Avaliação estrutural e reológica de emulsões preparadas com óleo de *Dipterix alata Vog.* (Baru), estabilizadas com goma arábica e quitosana. 2014. 49f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Goiás; Goiânia, 2014.
- DELGADO, C.; COUTURIER, G.; MEJIA, K. *Mauritia flexuosa (Arecaceae: Calamoideae)*, an Amazonian palm with cultivation purposes in Peru. Fruits, v. 62, p. 157-169, 2007.
- DONHOWE, I. G.; FENNEMA, O. R. Edible films and coatings: characteristics, formation, definitions and testing methods. In: KROCHTA, J. M.; BALDWIN, E. A.; NISPEROS-CARRIEDO, M.O. (Ed.). Edible coatings and films toiImprove food quality. Lancaster, PA (USA): Technomic Publishing Co. p.1-25, 1994.
- FRANÇA, L. F.; REBER, G.; MEIRELES, M. A.; MACHADO, N. T.; BRUNNER, G. Supercritical extraction of carotenoids and lipids from buriti (*Mauritia flexuosa*), a fruit from the Amazon region. Journal of Supercritical Fluids, v. 14, p. 247-256, 1999.

- JIH-GUAN, W. U.; WANG, P. J.; CHEN, S. C. Antioxidant and antimicrobial effectiveness of catechin-impregnated pva–starch film on red meat. Journal of Food Quality, v. 33, p. 780-801, 2010.
- LIU, L.; JIN, T.; LIU, C.K.; HICKS, K.; MOHANTY, A. K.; BHARDWAJ, R. et al. (2008). **Apreliminary study on antimicrobial edible films from pectin and other foodhydrocolloids by extrusion method.** Journal Of Natural Fibers, v. 5, p. 366-382.
- LÓPEZ, O.; CASTILLO, L.; ZARITZKY, N.; BARBOSA, S. VILLAR, M., GARCÍA, M. A. Talcnanoparticles influence on thermoplastic corn starch film properties. Procedia Materials Science, v. 8, p. 338-345, 2015.
- MA, Q.; DU, L.; YANG, Y.; WANG, L. Rheology of film-forming solutions and physical properties of tara gum film reinforced with polyvinyl alcohol (PVA). Food Hydrocolloids. n. 1-8, 2016.
- MCCLEMENTS, D.J. Food emulsions: principles, practice, and techniques. Washington: CRC Press, 2005.
- MALI. S; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F. Filmes de amido: produção, propriedades e potencial de utilização. Semina: Ciências Agrárias, Londrina, v. 31, n. 1, p. 137-156, 2010.
- MATHEW, A. P.; DUFRESNE, A. Morphological investigation ofnanocomposites from sorbitol plasticized starch and tunicin whiskers. Biomacromolecules, v. 3, p. 609-617, 2002.
- NEWSTEIN, M.C., WANG, H., BALSARA, N.P., LEFEBVRE, A.A., SHNIDMAN, Y., WATANABE, H., OSAKI, K., SHIKATA, T., NIWA, H., MORISHIMA, Y. Microstructural changes in a colloidal liquid in the shear thinning and shear thickening regimes. Journal of Chemical Physics, v.111, p.4827, 1999.
- PEREIRA, V. A.; ARRUDA, I. N. Q. D.; STEFANI, R. Active chitosan/PVA films withanthocyanins from Brassica oleraceae (*Red Cabbage*) as Time-Temperature Indicators for application in intelligent food packaging. Food Hydrocolloids, v. 43, p. 180-188, 2015.
- STEFFE, J. F. **Rheological methods in food process engineering**. Michigan: Freeman Press, 2a ed, p. 418, 1996.
- SEYDIM, C. C.; SARIKUS, G. Antimicrobial activity of whey protein based edible films incorporated with oregano, rosemary and garlic essential oils. Food Research International, v. 39, p. 639-644, 2006.
- SONG, N. B.; LEE, J. H.; AL-MIJAN, M.; SONG, K. B. **Development of a chicken feather protein film containing clove oil and its application in smoked salmon packaging.** LWT e Food Science & Technology, v. 57, p. 453-460, 2014.
- TADROS, T. Application of rheology for assessment and prediction of the longterm physical stability of emulsions. Adv. Colloid Interface Sci., v. 108/109, p. 227-258, 2004.

# 5 CAPÍTULO II - DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOFILMES À BASE DE FÉCULA DE MANDIOCA INCORPORADOS DE ÓLEO DE BURITI (Mauritia flexuosa)

#### **RESUMO**

Incorporar compostos bioativos em filmes de amido por meio da adição de óleo de buriti pode proporcionar alto potencial antioxidante. Objetivou-se desenvolver e caracterizar biofilmes de fécula de mandioca incorporados de óleo buriti. Os quais foram preparados com fécula de mandioca (3 % p/v), glicerol (0,6 % p/v), as variáveis foram o óleo de buriti e tween 20 seguindo planejamento experimental fatorial 2<sup>2</sup> com 3 pontos centrais. A espessura e gramatura aumentaram com o aumento da concentração de óleo. Já a solubilidade em água foi favorecida pelas formulações centrais. A permeabilidade ao vapor d'água variaram de 0,22 a 0,376 g.mm.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>.kPa<sup>-1</sup>. A análise termogravimétrica demonstrou que todas as amostras apresentaram dois estágios de perda de massa, característico do amido. Os valores de resistência à tração variaram de 4,21 a 6,95 MPa, o módulo de elasticidade de 538,53 a 722,78 MPa e elongamento até a ruptura de 1,13 a 1,66 %. A deformação na punção demonstrou que as amostras A e C (9,34 e 8,12 %) respectivamente, apresentaram maiores valores. Quanto a cor os filmes foram caracterizados como amarelados, escuros e coloração intensa (maior teor de óleo), claros e coloração fraca (menor teor de óleo). No infravermelho foram observadas bandas características de amido. Já quanto a propriedades antioxidantes dos filmes apresentaram-se capazes de proteger contra a oxidação, apresentando de 74,28 a 87,74 % de atividade antioxidante pelo DPPH e teor de carotenoides que variou de 3,63 a 29,73 μg β-caroteno.g<sup>-1</sup>. Os filmes, especialmente das formulações centrais apresentaram melhor desempenho, podem ser aplicados como embalagens de alimentos que demandam menor solubilidade e que necessitam de proteção contra luz e oxidação.

**Palavras-chave:** biopolímero, óleo contendo bioativos, caracterizar embalagem.

#### **ABSTRACT**

Incorporating bioactive compounds into starch films by the addition of buriti oil can provide high antioxidant potential. The objective was to develop and characterize cassava starch biofilms of incorporated with buriti oil. These were prepared with cassava starch (3% w / v), glycerol (0.6% w / v), buriti oil and tween 20, following experimental design with factorial 2<sup>2</sup> with 3 central points. Thickness and weight increased with increasing oil concentration. The solubility in water was favored by the central formulations. The permeability to water vapor ranged from 0.22 to 0.366 g.mm.h-1.m-2.kPa-1. The thermogravimetric analysis showed that all the samples presented two stages of mass loss, characteristic of the starch. The tensile strength values varied from 4.21 to 6.95 MPa, the modulus of elasticity from 538.53 to 722.78 MPa and elongation to rupture of 1.13 to 1.66%. The puncture deformation showed that samples A and C (9.34 and 8.12%), respectively, presented higher values. As for color the films were characterized as yellowish, dark and intense color (higher oil content), clear and weak color (lower oil content). In the infrared starch characteristic bands were observed. As for the antioxidant films properties, they were able to protect against oxidation, since they presented from 74.28 to 87.74% of antioxidant activity by DPPH and carotenoid content ranging from 3.63 to 29.73 μg β- carotene.g<sup>-1</sup>. The films, especially of the central formulations presented better performance, and can be applied as food packages that demand less solubility and that need protection against light and oxidation.

**Key-words:** biopolymer, oil containing bioactive, characterize packaging.

# 5.1 INTRODUÇÃO

A tecnologia de filmes e coberturas produzidas a partir de fontes renováveis vem ganhando destaque pela possibilidade que oferecem em diminuir o uso de embalagens sintéticas que são usadas tanto no tratamento pós-colheita de vegetais, como no armazenamento de diversos produtos alimentícios (HABIBI et al., 2010; PENG et al., 2011). Entre os polímeros naturais, o amido tem se tornado um dos candidatos mais promissores na substituição dos filmes plásticos por causa da combinação de preço atrativo, disponibilidade e renovabilidade. Amidos de diferentes fontes botânicas como milho, trigo, mandioca, inhame, batata, entre outros, vêem sendo investigados quanto às suas propriedades filmogênicas (GALDEANO, 2007).

O uso de lipídios nestes filmes pode melhorar a resistência dessas películas à umidade, devido à sua natureza hidrofóbica (LIMPISOPHON et al., 2010), mas têm propriedades de tração pobre, falta de integridade estrutural coesa e são geralmente opacas. São esperadas vantagens de combinar polissacarídeos e lipídios em películas em emulsão. Desenvolver embalagens ativas biodegradáveis contendo extratos naturais derivados de plantas é uma estratégia considerada pela indústria de alimentos com bastante interesse (COOPER, 2013; SEYDIM &SARIKUS, 2006; SONG et al., 2014).

O alto potencial econômico do buriti é devido sobretudo a este fruto possuir óleo valioso para as indústrias cosméticas e alimentícias (FRANÇA et al., 1999). A presença de ácidos graxos monoinsaturados e poli-insaturados, alto potencial antioxidante e alto teor de carotenoides, tornando-o excelente fonte de pró-vitamina A (AQUINO et al., 2012). Objetivou-se desenvolver e caracterizar biofilmes de fécula de mandioca incorporados de óleo buriti (*Mauritia flexuosa*).

#### 5.2 MATERIAL E MÉTODOS

#### 5.2.1 Elaboração dos biofilmes

O material utilizado para a elaboração dos filmes foi o glicerol (Dinâmica), tween 20 (Vetec), fécula de mandioca lote HW294 (Amafil) e óleo de buriti. Tal material foi adquirido no comércio de Rio Verde-GO, com exceção do óleo que foi adquirido no mercado paraense, e em seguida transportado até ao Instituto Federal Goiano – campus Rio Verde, onde foram conduzidas a elaboração e caracterização dos filmes.

Foram preparadas 7 formulações por meio de um planejamento experimental fatorial  $2^2$  com 3 pontos centrais, totalizando 7 ensaios experimentais. As variáveis independentes (fatores) foram as concentrações do óleo de buriti e de emulsificante, de acordo com a Tabela 1.

Tabela 1. Valores codificados e reais para o preparo das soluções filmogênicas.

	,	
Amostras	Óleo de buriti (% m/v)	Emulsificante (% m/v)
A	-1 (0,15)	-1 (0,02)
В	-1 (0,15)	1 (0,04)
C	1 (0,45)	-1 (0,02)
D	1 (0,45)	1 (0,04)
E	0 (0,30)	0 (0,03)
F	0 (0,30)	0 (0,03)
G	0 (0,30)	0 (0,03)

A elaboração dos filmes foi pelo método de *casting* de acordo com a metodologia adaptada de Acosta et al. (2016). As soluções formadoras do filme foram preparadas com valores fixos de (3 % p/v) de fécula de mandioca e (0,6 % p/v) de glicerol. A solução de fécula de mandioca foi preparada em agitador magnético (BIOMIXER 78HW-1) sob elevação gradual de temperatura até 70 °C, a qual foi mantida por 10 min afim de induzir a gelificação do amido. A solução foi resfriada para 40°C, em seguida foi adicionado o glicerol. Em outro recipiente foi aquecido o tween-20 até 40 °C e acrescentado o óleo de buriti de acordo com o planejamento experimental. Juntou-se então a solução de amido e glicerol agitando constantemente para formar a emulsão.

Verteram-se volumes conhecidos das soluções filmogênicas em placas de Petri de poliestireno com diâmetro de 150 mm x 15 mm altura, foram secos em estufa (Fanem 315 SE, São Paulo, Brasil) a 45 °C por 24 h. Depois da secagem foram acondicionadas em dessecador contendo nitrato de magnésio penta hidratado, com UR de 53 %.

# 5.2.2 Caracterização dos filmes

#### 5.2.2.1 Medição da espessura do filme

A espessura dos filmes foi medida com paquímetro digital de precisão (DIGIMESS-100.212, São Paulo-SP, Brasil) com sensibilidade de ±0,4mm, em nove pontos, sendo três no centro e seis em posições opostas. A espessura foi considerada a média das nove medições para cada formulação (SOBRAL, 1999).

#### 5.2.2.2 Gramatura

A gramatura dos filmes foi determinada por pesagem de partículas de área conhecida (SOBRAL, 1999), calculado por meio da Equação 1.

$$G(g/m^2)=10.000*(p/a)$$
 (1)

Na qual: G-gramatura; p-peso do filme (g); a-área do filme (cm²)

#### 5.2.2.3 Solubilidade em água

A solubilidade em água dos filmes foi determinada de acordo com metodologia proposta por Gontard et al. (1992). Foram extraídas três amostras com 2 cm de diâmetro, de umidade conhecida, pesadas e mergulhadas em 50 mL de água destilada. O

sistema foi agitado lentamente por um Agitador orbital digital (Warmnest, Virgínia, USA) a 60 rpm durante 24 h, a 25 °C. Em seguida as amostras foram retiradas da água e secas em estufa (Marcone MA035, Piracicaba-SP, Brasil) a 105 °C por 24 h para determinar o peso do material que não foi solubilizado. A solubilidade foi expressa pela porcentagem de material seco solubilizado através da Equação2.

$$%MS=(Pi-Pf/Pi) \times 100$$
 (2)

Na qual: %MS é a porcentagem de material seco solubilizado; PI é o peso inicial do material seco; e PF é o peso final do material seco não solubilizado.

# 4.2.2.4 Permeabilidade ao vapor de água

A permeabilidade ao vapor de água (PVA) dos filmes foi determinada em células de permeação adaptadas de policarbonato (8,0 cm de diâmetro e 2,7 cm de altura) ilustrada na Figura 1. Filmes circulares em triplicata foram fixados sobre cápsula de permeação contendo sílica gel e selada com parafina, colocadas em dessecador contendo água destilada UR 100 %, as cápsulas foram pesadas diariamente por 7 dias.



Figura 1. Cápsula e dessecador utilizados na determinação da PVA.

Os experimentos foram conduzidos em B.O.D. (Tecnal TE-371, Piracicaba-SP, Brasil com temperatura controlada a  $25 \pm 0.5$  °C. Seguindo método modificado proposto por Vicentini (2003), com base na norma ASTM E96-80 (Sociedade Americana para Testes e Materiais, 1989) usando a Equação 3.

$$PVA = (g/t_a) * (X/\Delta_P)$$
(3)

Em que (g / tA) é o fluxo de massa; A é a área de permeação, g é o ganho de peso e t é o tempo total em horas. O termo g / t foi calculado por regressão linear entre os pontos de ganho de peso e tempo em estado estacionário; X é a espessura média dos filmes e  $\Delta P$  é a diferença entre a água pura e a pressão de vapor de sílica gel contida no ambiente.

# 5.2.2.5 Análise térmica (TGA)

Os termogramas foram obtidos pela técnica de análise térmica diferencial e termogravimétrica, usando um analisador térmico Shimadzu (DTG-60H, Hitachi, Japão). As medidas foram realizadas no intervalo de temperatura de 25 a 1000 °C, usando taxa de aquecimento de 10°C/min, fluxo de argônio de 100 mL/min e ar sintético (gás de reação) de 100mL/min em cadinhos de platina de 70 µL.

# 5.2.2.6 Propriedades de tração

O comportamento mecânico dos filmes foi testado utilizando 15 corpos de prova de cada tratamento condicionados (1 ou 5 semanas a 25 ° C e 53 % UR). Os ensaios foram realizados em Instron (Instron, 3367, Grove City, USA) usado para determinar a resistência à tração (TS), módulo de elasticidade (ME), e elongamento até a ruptura (*E*) dos filmes, de acordo com a norma ASTM D882 método padrão (ASTM, 2001) Me, TS, e *E* foram determinados a partir das curvas de tensão-deformação, estimadas a partir de dados de força e distância obtidos para os diferentes filmes (1,5 cm de largura e 10 cm de comprimento). As amostras foram fixadas conforme apresentado na Figura 2, colocando-se os filmes nas garras de extensão da máquina de ensaio e tracionadas a 50 mm mínimo, até ruptura. A umidade relativa do ambiente foi mantida em cerca de 53 % durante os testes, que foram realizados a 25 °C.



Figura 2. a e b testes de tração dos filmes em estudo.

#### 5.2.2.7 Propriedades de punção

Para o teste de punção os corpos de prova foram dimensionados em círculos medindo 6,5 cm de diâmetro e acondicionados a 53 % de UR durante 24 h antes da análise. Os ensaios foram realizados em Instron (Instron, 3367, Grove City, USA) ilustrado na Figura 3. As amostras foram perfuradas por uma ponta de sonda de esfera de 5 mm de diâmetro, movendo-se a velocidade de penetração de 0,2 mm/s. A força na punção e deslocamento da sonda foram determinadas em curvas de força e deformação. A deformação punção foi calculada de acordo com a metodologia descrita por Gontard et al. (1993) com um mínimo de 5 réplicas para cada tratamento.

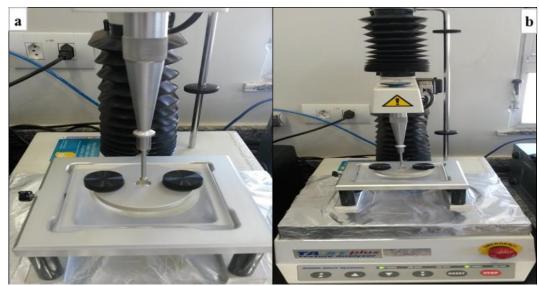


Figura 3. a e b testes de punção dos filmes em estudo.

#### 5.2.2.8 Colorimetria

A avaliação da cor foi feita utilizando um Espectrofotômetro (Hunterlab ColorFlex EZ, Virgínia, USA) ilustrado na Figura 4, que forneceu os parâmetros L\*, a\* e b\*. Com base nesses dados foram calculados os parâmetros c\* e h\*. A luminosidade ou brilho (L\*) representa quão claro ou escuro é a amostra, variando de preto (0) ao branco (100). Os valores das coordenadas de cromaticidade (a\*) variam do verde (-60) ao vermelho (+60) e os valores de croma (b\*) variam do azul (-60) ao amarelo (+60). O equipamento passou por calibração inicial utilizando as placas preta e branca. Foram realizadas leituras em triplicata para cada tratamento desenvolvido.



Figura 4. Avaliação colorimétrica.

O cálculo do índice croma (c\*) considerou o atributo quantitativo de cor e está representado pela Equação5. O cálculo do ângulo hue (h\*) em graus, considerando o atributo qualitativo de cor, está representado pela Equação 6 (SOARES, 2012).

$$c^* = (a^{*2} + b^{*2})^{(1/2)} \tag{5}$$

$$h^* = (\tan^{-1})^{(b^*/a^*)} \tag{6}$$

#### 5.2.2.9 Espectroscopia de infravermelho

A determinação dos grupos funcionais do amido foi realizada por espectroscopia na região do infravermelho, com aparelho Perkin Elmer, Frontier, São Paulo, Brasil (PETRIKOSKI, 2013). Na análise de transmitância foram obtidas bandas espectrais em varredura de 4.000 a 600 cm<sup>-1</sup>. Para a realização das análises, as amostras foram submetidas a secagem em estufa (Marcone MA035, Piracicaba-SP, Brasil) a 45 °C durante 20 h para remoção de umidade e trituradas. Procederam-se os ensaios em triplicata de cada formulação.

# 5.2.2.10 Determinação da atividade antioxidante pela captura de radicais livres com o teste de DPPH

A capacidade sequestrante de radicais DPPH (1,1-difenil-2-picril-hidrazila) foi realizada de acordo com Mensor et al. (2001). As absorbâncias foram lidas a 518ηm em espectrofotômetro de UV/VIS/NIR (Perkin Elmer Lambda 750, São Paulo, Brasil) e convertidas em porcentagem de atividade antioxidante total pela Equação. 7.

$$AA\% = 100 - [((Abs_{amostra} - Abs_{branco})/Abs_{controle\ negativo})*100]$$
 (7)

Em que Abs<sub>amostra</sub>, Abs<sub>branco</sub> e Abs<sub>controle negativo</sub> correspondem às absorbâncias da amostra, branco e controle negativo, respectivamente.

#### 5.2.2.11 Determinação de compostos fenólicos totais

Os compostos fenólicos totais dos filmes foram determinados empregando-se o método de Folin–Ciocalteau com modificações, de acordo com Daves (2003). As leituras foram realizadas em espectrofotômetro de UV/VIS/NIR (Perkin Elmer Lambda 750, São Paulo, Brasil), em comprimento de onda 765 nm, e os cálculos feitos a partir de uma curva de calibração com concentrações que variaram de 0 a 500 mg.L-1 de ácido gálico.

### 5.2.2.12 Determinação de flavonoides totais

O teor total de flavonoides dos filmes em triplicata foi determinado usando um método espectrofotométrico (DEWANTO et al., 2002). A absorbância foi medida utilizando um aparelho de UV/VIS/NIR (Perkin Elmer Lambda 750, São Paulo, Brasil). Para definir o comprimento de onda de máxima absorbância foi realizada varredura de 250 a 600 ηm (APÊNDICE B – Figura 11). O comprimento de onda 276 ηm foi determinado como sendo o de máxima absorbância. Os cálculos foram feitos à partir da curva de calibração com concentrações que variaram de 0 a 25 mg.L<sup>-1</sup> de pirocateguina.

#### 5.2.2.13 Determinação de taninos totais

O teor total de taninos nos filmes em triplicata foi determinado usando um método espectrofotométrico (COUTINHO, 2013). A absorbância foi medida utilizando um espectrofotômetro UV/VIS/NIR (Perkin Elmer Lambda 750, São Paulo, Brasil) com comprimento de onda de 725 ηm. Os cálculos foram feitos a partir da curva de calibração com concentrações que variaram de 0 a 100 mg.L<sup>-1</sup>de ácido tânico.

#### 5.2.2.14 Determinação de carotenoides totais

Todo o procedimento foi feito com o mínimo de luminosidade possível. O processo de extração dos carotenoides totais dos filmes baseou-se em metodologia descrita por Rodriguez-Amaya et al. (1976). A absorbância foi medida utilizando um aparelho de UV/VIS/NIR (Perkin Elmer Lambda 750, São Paulo, Brasil). Para definir o comprimento de onda de máxima absorbância foi realizada varredura do extrato etéreo das amostras entre 250 e 600 ηm (APÊNDICE B – Figura 15). O comprimento de onda 448 ηm foi determinado como sendo o de máxima absorbância. A quantificação dos carotenoides totais expressos em ìg de β-caroteno.g-1 de amostra foi determinado pela

Equação. 8, com coeficiente de absortividade ( $E^{1\%}1cm$ ) referente ao  $\beta$ -caroteno para éter de petróleo, de acordo com metodologia proposta por Davies (1976).

CT(
$$\mu$$
g/g)=(Abs.\*Vol.\*10<sup>4</sup>)/( $E_{1cm}^{1\%}$ \*P) (8)

Na qual: CT = Carotenoides totais; Abs = Absorbância no  $\lambda$  máximo; Vol = Volume da diluição (mL);  $E_{1 \text{ cm}}^{1\%} = 2592$ ; P = Peso da amostra (g).

#### 5.2.3 Análise estatística

Os dados foram avaliados pela análise de variância (ANOVA), modelos foram gerados para avaliar o efeito da concentração do óleo e do emulsificante sobre os parâmetros em estudo, o software utilizado foi o Statística versão 13.0 trial (Dell<sup>TM</sup> Statistica<sup>TM</sup>, 2015). Já para os dados de infravermelho dos filmes foi utilizado o software OriginPro 8 para determinar o valor dos picos correspondentes aos grupos funcionais do amido. O gráfico de TGA foi gerado usando o software SigmaPlot. Para a análise de variância e comparação de médias de solubilidade em água e punção realizou-se o teste de Tukey ( $p \le 0,05$ ) utilizando o programa estatístico Sisvar® - versão 5.3 (FERREIRA, 2010).

#### 5.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre a espessura apresentada na Figura 5 (a) mostrou que a contribuição para o aumento desse índice foi atribuído ao óleo. A análise de efeitos mostrou que o efeito do tween 20 e da interação no sistema não foi estatisticamente significativo (p<0,05). A superfície de resposta apresentada na Figura 5 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos em máximas concentrações de óleo.

Para Galdeano (2007), este é um parâmetro que tem grande influência sobre as propriedades mecânicas, a força na perfuração e a permeabilidade ao vapor de água de filmes hidrofílicos. Afirma ainda que, quanto maiores as espessuras, mais resistentes à perfuração são os filmes. De acordo com Sobral (2000), quando se produzem filmes por *casting*, o controle da espessura depende largamente da viscosidade da solução filmogênica.

No estudo de Shimazu et al. (2007), que desenvolveram filmes por *casting* a base de amido de mandioca (3 %) e glicerol em diferentes concentrações (0, 5, 10, 15, 30 e 40 %) verificaram que a espessura variou de 0,07 a 0,10 mm; enquanto nos filmes

que não continham plastificante a espessura foi de 0,07 mm e, conforme o teor de plastificante aumentou a espessura dos filmes se elevou até 0,10 mm. Resultados esses próximos aos obtidos nos filmes em estudo.

Já no trabalho de Grisi (2008) a espessura de filmes à base de fécula de mandioca, sacarose e açúcar invertido, incorporados com extrato de dendê e azeite de dendê em diferentes concentrações, obteve resultados de 0,125 a 0,160 mm, valores superiores aos exibidos pelos filmes do presente estudo, devendo-se ao fato de ter sido usado o glicerol como plastificante diferentemente ao que foi citado pela autora.

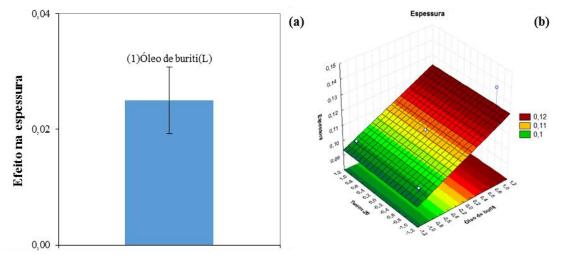


Figura 5. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre a espessura dos filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween 20 sobre a espessura.

O modelo matemático codificado, obtido a partir do planejamento experimental, que descreve o comportamento do óleo de buriti (OB) e do tween 20 (TW) sobre a espessura dos filmes, está apresentado pela Equação 9. Todos os coeficientes da equação foram significativos (p<0,05), indicando que as variáveis respostas são influenciadas pelas variáveis de entradas (concentração de óleo e emulsificante).

Espessura=
$$0,11+0,013(OB), R^2=0,887$$
 (9)

#### Gramatura

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre a gramatura apresentada na Figura 6 (a) mostrou que a maior contribuição para o aumento desse fator foi atribuído ao óleo. A análise de efeitos mostrou que o efeito do tween 20 e da interação no sistema não foi estatisticamente significativo (p<0,05). A superfície de resposta apresentada na Figura 6 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice

foram obtidos em máximas concentrações de óleo. A gramatura está diretamente relacionada com a resistência mecânica, pois uma maior gramatura oferece maior resistência mecânica (OLIVEIRA et al., 1996).

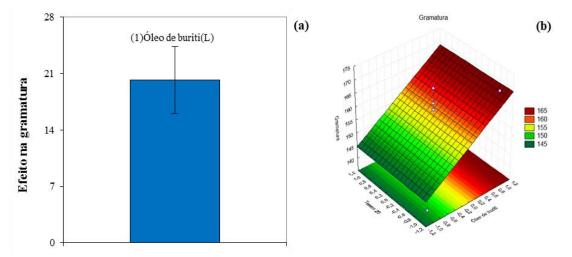


Figura 6. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre a gramatura dos filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween 20 sobre a gramatura.

O modelo matemático codificado, obtido a partir do planejamento experimental, que descreve o comportamento do óleo de buriti (OB) e do tween 20 (TW) sobre a gramatura dos filmes, está apresentado pela Equação 10. O baixo coeficiente de determinação (R²) explica somente parte das variações encontradas. O modelo apresentou falta de ajuste significativo, indicando não representar adequadamente o sistema, mas ainda assim pode ser considerado útil para análise de tendência.

Gramatura=
$$156,66+10,1(OB), R^2=0,635$$
 (10)

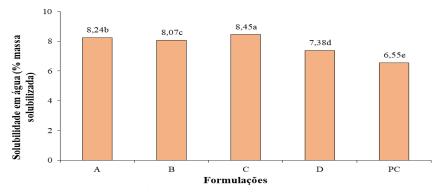
#### Solubilidade em água

A solubilidade em água apresentada na Figura 7 demonstrou que as amostras A, B, C e D, dos pontos extremos do planejamento experimental apresentaram maior solubilidade (8,24, 8,07, 8,45 e 7,38 %) respectivamente. Enquanto, as formulações centrais representadas pela codificação PC foram as que exibiram menor índice de solubilidade, todas as amostras apresentaram diferença estatística pelo teste de Tukey (p<0,05). A solubilidade em água dos filmes está associada as interações intermoleculares de seus componentes, baseado na sua estrutura e características químicas (hidrofilicidade e hidrofobicidade) (FERREIRA, 2006).

Nos estudos realizados por Batista et al. (2014) com amidos de lírio do brejo, milho, batata, e mandioca na elaboração de filmes com 2 % de amido e 10 % glicerol,

obtiveram valores de 32,13, 42,60, 47,20 e 46,85 % de solubilidade em água, respectivamente. Valores superiores aos resultados do presente estudo. Infere-se que a baixa solubilidade dos filmes em água é decorrente da inserção do óleo de buriti devido ao aumento da tensão superficial.

Isto pode ser uma vantagem para esses filmes, pois a aplicação de filmes na proteção de alimentos, sobretudo em produtos com alta atividade de água, demanda que esses materiais sejam resistentes à água (KOWALCZYK & BARANIAK, 2011).



Médias seguidas de mesma letra não diferiram significativamente (p<0,05) pelo teste de Tukey Figura 7. Solubilidade em água (% massa solubilizada) dos filmes (A, B, C, D e PC, sendo que PC representa os pontos centrais do planejamento experimental) de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti.

#### Permeabilidade ao vapor d'água

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre a permeabilidade ao vapor d'água mostrou que a maior contribuição para o aumento desse fator foi atribuído ao óleo conforme a Figura 8 (a). A análise de efeitos mostrou efeito negativo do tween 20 e da interação no sistema. A superfície de resposta apresentada na Figura 8 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos nas máximas concentrações de óleo e mínimas concentrações de emulsificante. Isso mostra que as amostras dos pontos centrais e as de mínima concentração de óleo apresentaram menores índices de permeabilidade ao vapor d'água.

Como a espessura aumentou com a elevação da concentração de óleo a permeabilidade também se elevou, isso pode ser explicado pela afirmação de Galdeano (2007) que refere que quanto maior a espessura do filme maior a sua permeabilidade ao vapor de água. No caso dos filmes em estudo que possuíam concentrações diferentes de óleo e emulsificante pode-se observar que o surfactante interagiu favorecendo os filmes dos pontos centrais as mínimas concentrações de óleo de buriti promovendo polímeros mais coesos, com maior dificuldade de se ligar a moléculas de água.

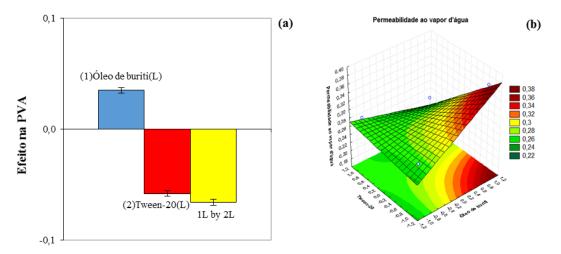


Figura 8. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre a PVA dos filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween 20 sobre a permeabilidade ao vapor d'água.

O modelo matemático codificado, obtido a partir do planejamento experimental, que descreve o comportamento do óleo de buriti e do tween 20 sobre a permeabilidade ao vapor d'água (PVA) dos filmes, está apresentado pela Equação 12. Todos os coeficientes da equação foram significativos (p<0,05), indicando que as variáveis respostas são influenciadas pelas variáveis de entradas (concentração de óleo e emulsificante).

$$PVA=0.28+0.02(OB)-0.029(TW)-0.03(OB)(TW), R^2=0.759$$
 (12)

#### **TGA**

A avaliação termogravimétrica para determinar o efeito do óleo de buriti e do emulsificante sobre a estabilidade térmica apresentada na Figura 9 demonstra que todas as amostras apresentaram 2 estágios de perda de massa. No primeiro estágio a perda de massa foi de aproximadamente 70 a 150 °C causada pela vaporização da água e degradação do glicerol. De acordo com Liu et al., (2009) a perda de massa na primeira etapa depende do teor de água presente na amostra, eles referem que em filmes de amido essa perda ocorre de 70 a 100 °C, valor aproximado do exibido no presente estudo. Contudo, percebeu-se um prolongamento dessa fase chegando a valores próximos de 150 °C.

Tais autores afirmam ainda que a segunda fase de degradação do amido ocorre inicialmente a 300 °C. Entretanto, no segundo estágio observou-se perda de massa inicial de 330 °C, além da decomposição do amido pode ter ocorrido a decomposição de

compostos como anéis aromáticos, presentes no óleo de buriti. É possível que as amostras A e B apresentaram perda de massa menor por possuírem menor concentração de óleo em suas formulações. Na pesquisa de Machado et al. (2014) com filmes à base de amido reforçados com nanocelulose de côco verde apresentaram decomposição térmica em temperatura inicial de 330 °C.

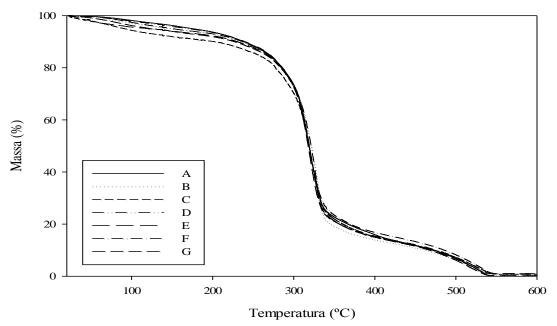


Figura 9. Curvas TGA dos filmes de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti em diferentes concentrações.

# Tração

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre a resistência à tração (TS) dos filmes apresentada na Figura 10 (a) mostrou efeito negativo do óleo de buriti. A análise de efeitos mostrou que o efeito do tween 20 e da interação no sistema não foi estatisticamente significativo (p<0,05). A superfície de resposta apresentada na Figura 10 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos nas mínimas concentrações de óleo. Isso mostra que a resistência à tração diminuiu com o aumento da concentração de óleo.

Pode-se atribuir esse comportamento a melhor interação intermolecular dos componentes dos filmes com menor concentração de óleo, pois formaram polímeros com maior resistência, divergindo do esperado, pois os filmes com maior concentração de óleo apresentaram maior espessura, logo deveriam proporcionar maior resistência a tração.

Souza (2011) avaliou a resistência à tração de filmes à base de fécula de mandioca adicionado de diferentes concentrações de glicerol e obteve valores de 1,85 a 6,06 MPa, valores próximos dos demonstrados pela Figura 10 (b).

Enquanto Ortega-Toro et al. (2014) avaliando as propriedades físicas de filmes de amido de milho com e sem surfactante obtiveram 24,3 MPa amostra controle, e as demais valores de 8,4 a 11,5 MPa, valores próximos dos demonstrados na Figura 10 (b), divergindo apenas da amostra controle. Atribui-se essa diferença a ausência de surfactante na formulação controle referida pelo autor.

Já para o módulo de elasticidade (ME) dos filmes a análise de efeitos apresentada na Figura 10 (c) mostrou efeito negativo do tween 20. Mostrou também que o efeito do óleo de buriti e da interação no sistema não foi estatisticamente significativo (p<0,05). A superfície de resposta apresentada na Figura 10 (d) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos nas mínimas concentrações de emulsificante. Isso mostra que o módulo de elasticidade aumentou com a diminuição da concentração de emulsificante nos filmes.

Os filmes com concentrações centrais até máximas de emulsificante apresentaram-se mais flexíveis. Amaral (2014) avaliou o módulo de elasticidade para os filmes produzidos com fécula de açafrão e amido de milho adicionados de diferentes teores de glicerol e cera de carnaúba e obteve valores que variaram de 64,98 a 655,00 MPa e de 24,51 a 2597,96 MPa, respectivamente, tais resultados aproximaram-se dos encontrados no presente estudo.

Entretanto, Ortega-Toro et al. (2014) avaliaram o módulo elástico de filmes de amido de milho com e sem surfactante obtiveram 2115 MPa amostra controle, e as demais valores de 963 a 1388 MPa, superiores aos dos filmes em análise, atribui-se esse comportamento uma possível diferença da ação do surfactante utilizado, ou mesmo a interação promovida por esta substância no polímero.

Contudo, a avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre o elongamento (E) dos filmes apresentada na Figura 10 (e) mostrou que a maior contribuição para o aumento desse fator foi atribuído ao tween 20 e que o efeito do óleo e da interação no sistema não foi estatisticamente significativo (p<0,05). A superfície de resposta apresentada na Figura 10 (f) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos nas máximas concentrações de emulsificante. Isso mostra que o elongamento aumentou com o aumento da concentração de emulsificante nos filmes, gerando filmes com mais flexibilidade.

Todavia, Souza (2011) avaliou o elongamento até a ruptura de filmes e observou resultados que variaram de 89,85 a 213,46 %, sendo estes muito superiores aos obtidos pelo presente estudo. Infere-se que os filmes em avaliação possuem pouca flexibilidade quando comparados aos filmes desenvolvidos por esse autor. Porém Ortega-Toro et al. (2014) avaliaram o elongamento até a ruptura de filmes de amido de milho com e sem surfactante obtiveram 2,5 % amostra controle, e os demais valores de 1,2 a 2,2 %, próximos aos dos filmes em análise.

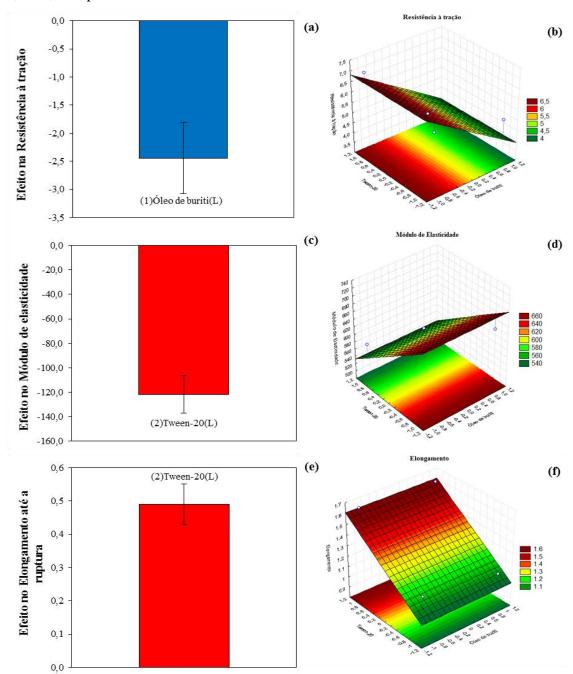


Figura 10. (a), (c) e (e) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre a resistência à tração, módulo de elasticidade e elongamento, respectivamente e (b), (d) e (f) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween, respectivamente.

Os modelos matemáticos codificados, obtidos a partir do planejamento experimental, que descrevem o comportamento do óleo de buriti (OB) e do tween 20 (TW) sobre a resistência à tração (TS), módulo de elasticidade (ME), e elongamento (E) dos filmes, estão apresentados pelas Equações 14, 15 e 16, respectivamente. Todos os coeficientes da equação foram significativos (p<0,05), indicando que as variáveis respostas são influenciadas pelas variáveis de entradas (concentração de óleo e emulsificante).

$$TS=5,36-1,20(OB), R^2=0,794$$
 (14)

$$ME=606,32-60,88(TW), R^2=0,924$$
 (15)

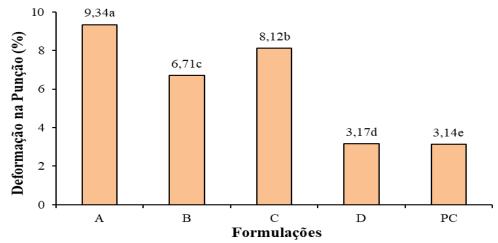
$$E=1,31+0,25(TW), R^2=0,759$$
 (16)

# Punção

A deformação na punção ilustrada na Figura 11 demonstrou que as amostras A e C (9,34 e 8,12 %) respectivamente, que possuíam menor concentração de emulsificante em sua formulação, apresentaram maiores valores. Enquanto, as amostras dos pontos centrais do planejamento experimental representadas pela codificação PC foram as que exibiram menor índice Todas as formulações apresentaram diferença significativa pelo teste de Tukey (p<0,05).

Considerando-se a espessura dos filmes nota-se uma concordância com resultados observados por Henrique (2002) em filmes de féculas modificadas de mandioca que variaram de 0,556 a 1,351 % e não aumentaram com o aumento da espessura dos filmes. Assim como resultado de Sobral (1999) que também verificou que a deformação na punção não depende da espessura. Comportamento observado também nos filmes do presente estudo.

Já Rojas-Grau et al. (2007) avaliando a deformação na punção de filmes de purê de maçã, alginato e glicerol, observaram valor de 51,06%, valor este muito superior ao obtido no presente estudo. Esta diferença pode ser atribuída a fécula de mandioca presente nos filmes desse estudo, que conferiu menor deformação do que a exibida pelos filmes de purê de maçã, alginato e glicerol.



Médias seguidas de mesma letra não diferiram significativamente (p<0,05) pelo teste de Tukey Figura 11. Deformação na punção (%) dos filmes (A, B, C, D e PC), sendo que PC representa os pontos centrais do planejamento experimental) de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti.

### Colorimetria

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre o parâmetro L\* apresentada na Figura 12 (a) mostrou que a maior contribuição para o aumento desse fator foi atribuído ao tween 20. A análise de efeitos mostrou que o efeito do óleo de buriti e da interação no sistema não foi estatisticamente significativo (p<0,05). A superfície de resposta apresentada na Figura 12 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos nas máximas concentrações de emulsificante.

Isso mostra que o parâmetro L\* aumentou com a elevação da concentração de emulsificante nos filmes. Logo os filmes de máximas concentrações de emulsificante apresentaram-se mais claros. Ao passo que as amostras com menor concentração de emulsificante apresentaram coloração mais escura. Pode-se atribuir esse comportamento a possível alteração na interação entre os componentes das formulações que não foi benéfica para algumas formulações como citado anteriormente.

Para embalar alimentos fotossensíveis pode ser uma vantagem desenvolver filmes escuros (YUAN et al., 2015). Pois pode proteger o produto acondicionado da ação da luz. Amaral (2014) avaliou luminosidade de filmes de fécula de açafrão e amido de milho e obteve valores acima de 50 °, superior aos resultados do presente trabalho.

Já na pesquisa de Oliveira Filho (2018), que avaliou esse parâmetro em filmes de alginato adicionados de hidrolisados de proteína de torta de algodão (HPA) em diferentes concentrações e observou valores variando de 38,63 a 88,60 °, ambos trabalhos obtiveram valores muito superiores aos valores obtidos no presente trabalho que foram próximos de 30 ° para os maiores valores de luminosidade. Assim pode-se

afirmar que os filmes desenvolvidos neste estudo possuem coloração mais escura, quando comparados a literatura.

Enquanto a avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre o parâmetro h\* mostrou que a maior contribuição para o aumento desse fator foi atribuído ao tween 20 e a interação conforme a Figura 12 (c). A análise de efeitos mostrou efeito negativo do óleo de buriti no sistema. A superfície de resposta apresentada Figura 12 (d) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos em máximas concentrações de emulsificante. Isso mostra que o parâmetro h\* aumentou com a elevação da concentração de emulsificante dos filmes. Sendo que todas os filmes exibiram coloração tendendo para o amarelo, pois os maiores valores foram próximos a 90 °.

Para Oliveira Filho, (2018) o parâmetro h\* observado em seu estudo exibiu valor de 99,9 ° para amostra somente com alginato e variando 61,20 a 86,60 ° para os filmes com hidrolisados de proteína de torta de algodão (HPA), assim a amostra controle foi superior e os filmes incorporados com HPA assemelharam-se aos resultados demonstrados pela Figura 12 (d).

Já avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre o parâmetro c\* mostrou que a maior contribuição para o aumento desse fator foi atribuído ao óleo conforme a Figura 12 (e). A análise de efeitos mostrou que o efeito do tween 20 e da interação no sistema não foi estatisticamente significativo (p<0,05). A superfície de resposta apresentada na Figura 12 (f) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos nas máximas concentrações de óleo. Isso mostra que o parâmetro c\* aumentou conforme a elevação da concentração de óleo nos filmes. Contudo, apresentou valores abaixo de 10 ° e as amostras dos pontos centrais a máximos da concentração de óleo foram as que exibiram coloração mais intensa, enquanto os filmes com mínimos teores de emulsificante exibiram coloração mais fraca.

Para Granato (2009), o principal atributo avaliado pelos consumidores antes de seu consumo é a cor, comprovadamente os produtos alimentícios preferidos apresentam maior intensidade de cor. Na avaliação da cromaticidade Amaral (2014) observou valores entre 46,93 a 51,84 ° nos filmes fécula de açafrão e entre 3,10 a 4,51 ° nos filmes de amido de milho, assim o resultado obtido para a fécula de açafrão muito superior e os filmes de amido de milho inferiores aos obtidos no presente trabalho.

Já na avaliação desse parâmetro por Oliveira Filho, (2018) obteve valores variando de 5,20 para amostra somente com alginato e variando 56,68 a 64,68 ° para os filmes com hidrolisados de proteína de torta de algodão (HPA), assim a amostra

controle foi semelhante e os incorporados com HPA muito superiores aos resultados demonstrados pela Figura 12 (f).

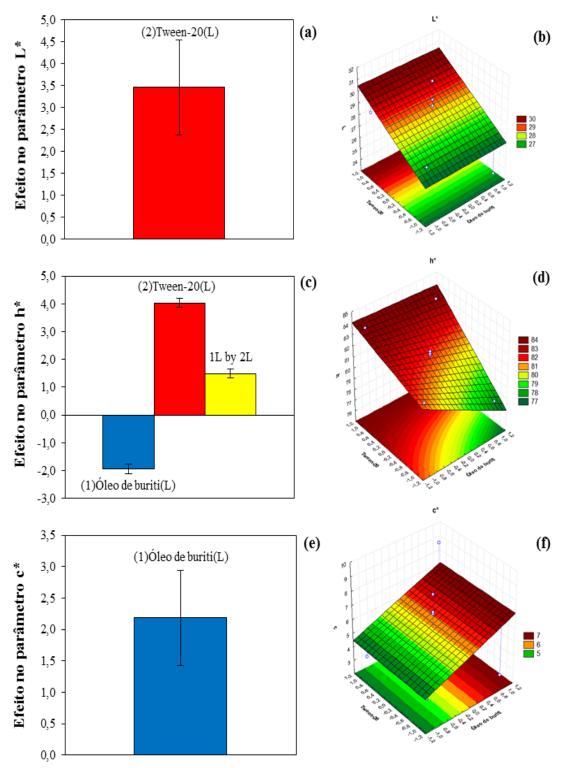


Figura 12. (a), (c), e (e) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre os parâmetros  $L^*$ ,  $h^*$  e  $c^*$ , respectivamente e (b), (d) e (f) superfície de resposta dos parâmetros  $L^*$ ,  $h^*$  e  $c^*$ , respectivamente.

Os modelos matemáticos codificados, obtidos a partir do planejamento experimental, que descrevem o comportamento do óleo de buriti (OB) e do tween 20 (TW) sobre a dos parâmetros L\*, h\* e c\*dos filmes, estão apresentados pelas Equações 17, 18 e 19, respectivamente. Todos os coeficientes da equação 18 foram significativos (p<0,05), indicando que as variáveis respostas são influenciadas pelas variáveis de entradas (concentração de óleo e emulsificante). Contudo, as Equações 17 e 19 explicam apenas 56,1 e 67,9 %, respectivamente, da variação dos dados obtidos e deve ser utilizado apenas como uma tendência.

$$L^*=28,38+1,73(TW), R^2=0,561$$
 (17)

$$h*=81,55-0.97(OB)+2,02(TW)+0.75(OB)(TW), R^2=0.989$$
 (18)

$$c*=5,77+1,09(OB), R^2=0,679$$
 (19)

Na Figura 13 estão ilustradas as cores dos filmes desenvolvidos.

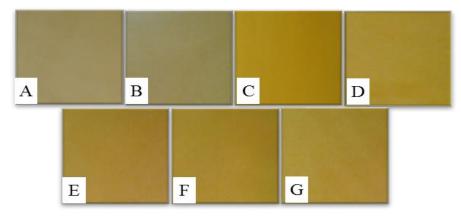


Figura 13. Cor filmes (A, B, C, D, E, F e G) de fécula de mandioca com óleo de buriti.

### Infravermelho

A caracterização da espectroscópica de absorção na região do infravermelho dos filmes ilustrada na Figura 14 mostrou que as sete amostras apresentaram bandas existentes nas moléculas de amido em comum na região de 3292 cm<sup>-1</sup> a 1743 cm<sup>-1</sup> atribuídas ao estiramento e a deformação angular de ligações -OH (SILVERSTEIN et al., 2007), pode-se observar também a banda de 2923 cm<sup>-1</sup>característicada deformação axial C-H. Apresentaram ainda em comum o grupo C-O-C (éter) na região de 1150 a1078 cm<sup>-1</sup> e estiramento de éster C-O nessa mesma região. De acordo com Silverstein et al. (1991) o grupo éter presente em um anel de seis átomos (como no monômero de glucose) absorve na região de 1150 a 1085 cm<sup>-1</sup> e dependendo de deformação axial (simétrica ou assimétrica) essas bandas podem se deslocar.

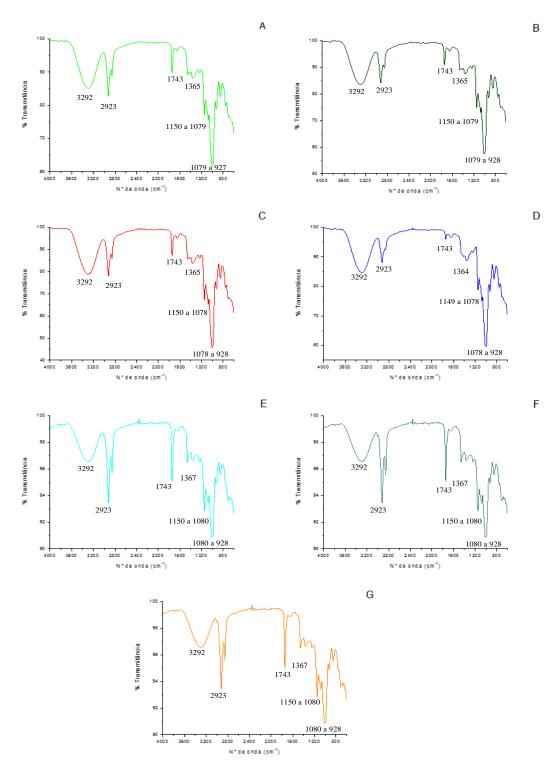


Figura 14. Infravermelho com transformada de Fourier dos filmes de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti (A, B, C, D, E, F e G).

Os espectros apresentaram ainda bandas em torno de 1365 cm<sup>-1</sup>, características de deformação angular C-H, pois de acordo com Silverstein et al (2007), as regiões de 1373 a 1365 e 1341 a 1337 são referentes a este grupo funcional. Contudo, os espectros

exibiram leve variação nas bandas que correspondem ao estiramento C-OH e CH<sub>2</sub>, ficamdo na região de 1078 a 928 cm<sup>-1</sup>. Porém comparando os espectros, observou-se estas pequenas diferenças na forma, assim como na intensidade de algumas bandas, e isso se deve às interações presentes nas misturas. Apesar da composição dos filmes possuir diferentes concentrações de óleo de buriti e tween 20 com exceção dos filmes E, F e G que são os pontos centrais e possuíam a mesma composição, pode-se observar que estas concentrações não provocaram mudanças nos grupos funcionais nem na natureza das ligações químicas dos compostos, pois em todas as amostras se observou bandas características de amido.

# Determinação da atividade antioxidante pela captura de radicais livres com o teste de DPPH.

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre o DPPH mostrou que as maiores contribuições para o aumento desses fatores foram atribuídas ao óleo e ao tween 20 conforme a Figura 15 (a). A análise de efeitos mostrou efeito negativo da interação no sistema. A superfície de resposta apresentada na Figura 15 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos das amostras dos pontos centrais até as máximas concentrações de óleo e dos pontos centrais até as máximas concentrações de emulsificante. Isso mostra que atividade antioxidante foi maior quanto maior a concentração de óleo e emulsificante contida nos filmes.

No estudo de Oliveira Filho (2018), a atividade antioxidante pelo DPPH apresentada variou de 60 a 100 % nos filmes elaborados por ele, resultados semelhantes aos apresentados na Figura 15 (b), que foram próximos aos 84 % para os maiores valores. De acordo com o mesmo autor o potencial antioxidante de filmes enriquecidos surge da bioatividade das substâncias incorporadas, que demonstram seu efeito antioxidante como doadores de elétrons e agentes quelantes.

Fato este que também pode ter contribuído para a elevada atividade antioxidante dos filmes de máxima concentração de óleo e emulsificante, pois de acordo com caracterização de óleo de buriti realizada por Speranza et al. (2016) este óleo pode apresentar em torno de 36,53 e 78,07 % de atividade antioxidante pelo DPPH<sup>+</sup>, mas eles afirmaram que a concentração da atividade antioxidante depende do solvente utilizado para a extração da amostra no momento da análise. Entretanto, o valor apresentado no óleo de buriti analisado pelo autor aproximou-se dos valores exibidos nos filmes em estudo.

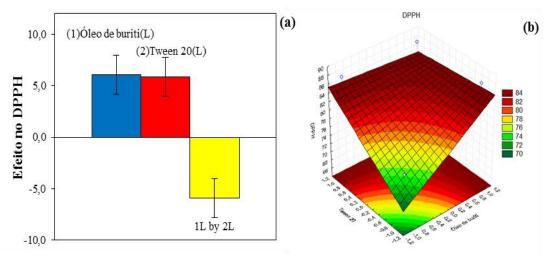


Figura 15. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre DPPH• dos filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween 20 sobre o DPPH•.

O modelo matemático codificado, obtido a partir do planejamento experimental, que descreve o comportamento do óleo de buriti (OB) e do tween 20 (TW) sobre o DPPH dos filmes, está apresentado pela Equação 20. O baixo coeficiente de regressão (R²) explica somente parte das variações encontradas. O modelo apresentou falta de ajuste significativo, indicando não representar adequadamente o sistema, mas ainda assim pode ser considerado útil para análise de tendência.

DPPH
$$=81,16+3,04(OB)+2,94(TW)-2,95(OB)(TW), R^2=0,502$$
 (20)

# Determinação de compostos fenólicos totais

Para a determinação do teor de compostos fenólicos totais, utilizou-se a equação da curva de calibração y=0,0012x+0,0029, obtida a partir das diferentes concentrações de ácido gálico padrão. Cujo coeficiente de determinação foi R<sup>2</sup>=0,9997.

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre o teor de compostos fenólicos totais mostrou que a maior contribuição para o aumento desse fator foi atribuído ao tween 20 conforme a Figura 16 (a). A análise de efeitos mostrou efeito negativo do óleo e da interação no sistema. A superfície de resposta apresentada na Figura 16 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos nas máximas concentrações de emulsificante. Isso mostra que as maiores concentrações de emulsificantes conseguiram preservar teores de compostos fenólicos totais nos filmes.

Os compostos fenólicos têm potencial principalmente na prevenção do estresse oxidativo, inflamação e infecção bacteriana (LESJAK et al., 2014). O que pode ser uma vantagem no uso de embalagens à base de amido e óleo de buriti para aumentar a vida

útil de produtos de origem vegetal. Speranza et al. (2016) analisaram óleo de buriti que possuía 107 mg equivalente em ácido gálico.kg<sup>-1</sup>, demonstra um grande potencial de compostos minoritários no óleo de buriti que aliados a polímeros podem promover características antioxidantes a estes filmes.

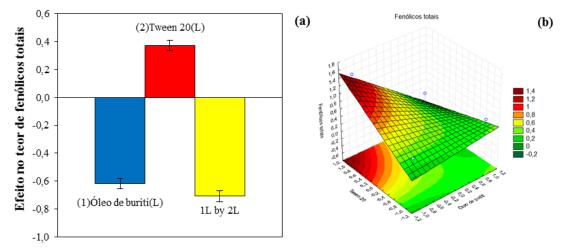


Figura 16. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre o teor de fenólicos totais dos filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween 20 sobre o teor de compostos fenólicos totais.

O modelo matemático codificado, obtido a partir do planejamento experimental, que descreve o comportamento do óleo de buriti (OB) e do tween 20 (TW) sobre o teor de compostos fenólicos totais (FT) dos filmes, está apresentado pela Equação 21. O baixo coeficiente de regressão (R<sup>2</sup>) explica somente explica apenas 66,90% da variação dos dados obtidos. O modelo apresentou falta de ajuste significativo, indicando não representar adequadamente o sistema, mas ainda assim pode ser considerado útil para análise de tendência.

$$FT=0.43 - 0.31(OB) + 0.18(TW) - 0.35(OB)(TW), R^2=0.669$$
 (21)

# Determinação de flavonoides totais

Para a determinação do teor de flavonoides totais, utilizou-se a equação da curva de calibração y=0,0232x, obtida a partir das diferentes concentrações de pirocatequina padrão. Cujo coeficiente de determinação foi R<sup>2</sup>=0,9992.

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween 20 sobre o teor de flavonoides totais mostrou que a maior contribuição para o aumento desse fator foi atribuído ao óleo seguido do tween 20 e da interação conforme a Figura 17 (a). A superfície de resposta

apresentada na Figura 17 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos nas máximas concentrações de óleo e máximas concentrações de emulsificante.

Poucos estudos avaliaram a composição de flavonoides em óleo de buriti, aplicando a pirocatequina como padrão. No entanto, no estudo de Koolen et al. (2013) foi avaliada a composição minoritária do fruto de buriti observaram 567,16 mg quercetina equivalente. 100 g<sup>-1</sup>. Valores superiores aos exibidos no presente estudo que variaram de 0,025 a 0,082 mg pirocatequina equivalente. 100 g<sup>-1</sup>.

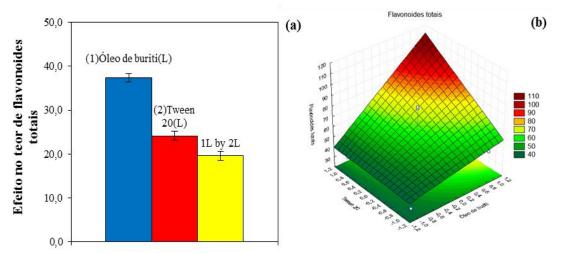


Figura 17. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre o teor de flavonoides totais dos filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween 20 sobre o teor de flavonoides totais.

O modelo matemático codificado, obtido a partir do planejamento experimental, que descreve o comportamento do óleo de buriti (OB) e do tween 20 (TW) sobre o teor de flavonoides totais (FlavT) dos filmes, está apresentado pela Equação 22. Todos os coeficientes da equação foram significativos (p<0,05), indicando que as variáveis respostas são influenciadas pelas variáveis de entradas (concentração de óleo e emulsificante).

Contudo, o baixo coeficiente de regressão (R<sup>2</sup>) explica somente 51,34% da variação dos dados obtidos. O modelo apresentou falta de ajuste significativo, indicando não representar adequadamente o sistema, mas ainda assim pode ser utilizado apenas como uma tendência.

FlavT=
$$61,62+18,69(OB)+12,08(TW)+9,79(OB)(TW), R^2=0,5134$$
 (22)

# Determinação de taninos totais

Para a determinação do teor de taninos totais, utilizou-se a equação da curva de calibração y=0,0419x, obtida a partir das diferentes concentrações de ácido tânico padrão. Cujo coeficiente de determinação foi R<sup>2</sup>=0,916.

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre o teor de taninos totais mostrou que a maior contribuição para o aumento desse fator foi atribuído ao óleo conforme a Figura 18 (a). A análise de efeitos mostrou que o efeito do tween 20 e da interação no sistema não foi estatisticamente significativo (p<0,05). A superfície de resposta apresentada na Figura 18 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos nas máximas concentrações de óleo. Isso mostra que o teor de taninos totais foi maior quanto maior a concentração de óleo contida nos filmes.

A concentração de taninos totais em óleo de buriti é pouco estudada, porém na avaliação de Souza et al. (1984) com fruto de buriti sob amadurecimento natural e artificial o teor de taninos foi maior no fruto submetido a maturação natural (141,8 mg equivalente em ácido tânico.100g<sup>-1</sup>) que no climatizado (129,45 mg EAT.100g<sup>-1</sup>).

De acordo com a TACO (2011) a fécula de mandioca possui apenas 0,5 g.100g<sup>-1</sup> de proteína. Devido a existência de inúmeros grupos hidroxila na sua molécula pode ocorrer a formação de pontes de hidrogênio com as proteínas. O que pode ter contribuído para a solubilidade dos filmes com maior concentração de óleo terem sido mais elevadas.

Deshpande & Salunkhe (1982) avaliaram a digestibilidade in vitro de amido de diversas leguminosas em presença de ácido tânico e catequina. À temperatura ambiente, para todas as leguminosas com exceção do feijão vermelho, houve maior associação de ácido tânico do que de catequina com amido das leguminosas, aumentando a resistência do amido ao ataque da a-amilase. Após o aquecimento a 95°C por 30 minutos houve redução da formação do complexo polifenóis-amido. O que pode ser benéfico quando se pensa na solução formadora dos filmes, pois a fécula de mandioca associada aos taninos, aumentou a resistência à ação enzimática, podendo ser de grande interesse a aplicação desses filmes em frutas e hortaliças.

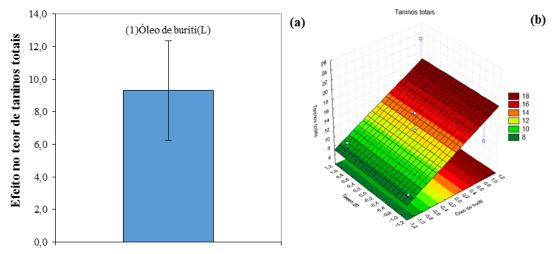


Figura 18. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre o teor de taninos totais dos filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween 20 sobre o teor de taninos totais.

O modelo matemático codificado, obtido a partir do planejamento experimental, que descreve o comportamento do óleo de buriti (OB) e do tween 20 (TW) sobre o teor de taninos totais (TT) dos filmes, está apresentado pela Equação 23. Todos os coeficientes da equação foram significativos (p<0,05), indicando que as variáveis respostas são influenciadas pelas variáveis de entradas (concentração de óleo e emulsificante).

$$TT=12,76+4,65(OB), R^2=0,904$$
 (23)

### Determinação de carotenoides totais

A avaliação do efeito do óleo de buriti e tween-20 sobre o teor de carotenoides totais mostrou que a maior contribuição para o aumento desse fator foi atribuído ao óleo conforme a Figura 19 (a). A análise de efeitos mostrou efeito negativo do tween 20 e da interação no sistema. A superfície de resposta apresentada na Figura 19 (b) mostrou que os maiores valores para esse índice foram obtidos nas máximas concentrações de óleo. Isso mostra que o teor de carotenoides totais foi maior quanto maior a concentração de óleo contida nos filmes.

O teor total de carotenoides do óleo de buriti oscila entre 600 a 10.000 mg.kg<sup>-1</sup>, possivelmente diferenciando conforme a variedade, o grau de maturação, fatores agronômicos e técnicas de extração (SANTOS et al., 2015). Essa concentração de carotenoides citada pelo autor pode estar aliada a matriz polimérica o tecido externo da fruta, ou produto alimentício ao qual será aplicado.

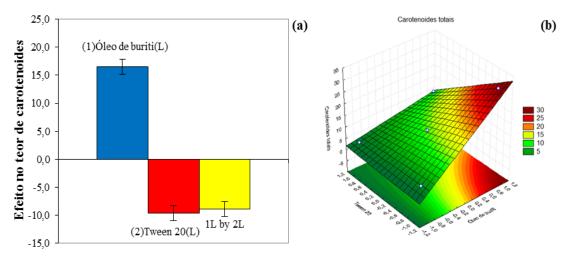


Figura 19. (a) efeito do óleo de buriti e do tween 20 sobre o teor de carotenoides totais dos filmes e (b) superfície de resposta mostrando a influência da concentração de óleo de buriti e tween 20 sobre o teor de carotenoides totais.

O modelo matemático codificado, obtido a partir do planejamento experimental, que descreve o comportamento do óleo de buriti (OB) e do tween 20 (TW) sobre do teor de carotenoides totais (CT) dos filmes, está apresentado pela Equação 24. Todos os coeficientes da equação foram significativos (p<0,05), indicando que as variáveis respostas são influenciadas pelas variáveis de entradas (concentração de óleo e emulsificante).

$$CT=10,87+8,24(OB)-4,81(TW)-4,45(OB)(TW), R^2=0,955$$
 (24)

### 5.4 CONCLUSÃO

O óleo de buriti contribuiu para o aumento da espessura e gramatura dos filmes. Já a solubilidade em água foi favorecida pela formulação central 6,55 %. Os melhores valores para a permeabilidade ao vapor d'água foram de 0,22 a 0,28 g.mm.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>.kPa<sup>-1</sup>. A TGA demonstrou que todas as amostras apresentaram dois estágios de perda de massa característica degradação térmica do amido.

Os valores de resistência à tração, módulo de elasticidade e elongamento até a ruptura apresentaram melhores valores de 4,21 Mpa, 722,78 Mpa e 1,66 %, respectivamente. A deformação na punção demonstrou que as amostras com menor teor de emulsificante apresentaram maiores valores e que esse parâmetro não aumentou com o aumento da espessura dos filmes.

Na cor, os filmes foram caracterizados como amarelados, escuros, coloração intensa (maior teor de óleo) e fraca (menor teor de óleo). No infravermelho pode-se observar bandas características de amido. Os filmes apresentam potencial antioxidante, com 74,28 a 87,74 % pelo DPPH e teor de carotenoides que variou de 3,63 a 29,73  $\mu$ g de  $\beta$ -caroteno. $g^{-1}$ .

Os filmes da formulação central apresentaram melhor desempenho, podendo ser aplicados como embalagens, para alimentos com menor teor de água e que necessitem de proteção contra luz e oxidação.

# 5.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU, A. S.; OLIVEIRA, M.; DE SA, A.; RODRIGUES, R. M.; CERQUEIRA, M. A.; VICENTE, A. A., et al. **Antimicrobial nanostructured starch based films for packaging.** Carbohydrate Polymers, v. 129, p. 127-134, 2015.

ACOSTA, S.; CHIRALT, A.; SANTAMARINA, P.; ROSELLO, J.; GONZ\_ALEZ-MARTÍNEZ, C.; CHÁFER, M. **Antifungal films based on starch-gelatin blend, containing essential oils.** Food Hydrocolloids: v. 61. p. 233-240, 2016.

AMARAL, F. G. **Desenvolvimento de filme comestível a base de fécula de açafrão** (*Curcuma longa l.*) **e lipídios.** 2014, 88 f. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2014.

AQUINO, J. S.; PONTES PESSOA, D. C. N.; ARAÚJO, K. L. G. V.; EPAMINONDAS, P. S.; SCHULER, A. R. P.; SOUZA, A.G.; STAMFORD, T. L. M. Refining of buriti oil (*Mauritia flexuosa*) originated from the Brazilian Cerrado: physicochemical, thermal-oxidative and nutritional implications. J. Braz. Chem. Soc. v. 23, n. 2, p. 212-219, 2012.

ASTM. American Society for Testing and Material. **Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting D882.** In Annual book of ASTM standards Philadelphia: ASTM. p. 162-170, 2001.

\_\_\_\_\_. American Society for Testing and Material. **Standard test methods for water vapor transmission of materials E96-80**. In Annual Book of ASTAM Standards. Philadelphia: ASTM. p. 730-739, 1989.

BALDWIN, E. A.; CARRIEDO, M. O. (Ed.). **Edible coatings and films to improve food quality.** Lancaster (USA): Technomic Publishing Co., p.1-25. 1994.

BATISTA, M. P.; FERNANDES, A. S.; ASCHERI, D. P. R.; SOUSA, Y.S. Filmes biodegradáveis de amido de lírio-do-brejo, milho, batata e mandioca: comparação da solubilidade, permeabilidade e testes mecânicos. 54° Congresso Brasileiro de Química. 2014. Disponível em: <a href="http://www.abq.org.br/cbq/2014/trabalhos/9/5137-19197.html">http://www.abq.org.br/cbq/2014/trabalhos/9/5137-19197.html</a>>. Acesso em: 10 jul. 2018.

COUTINHO, A. Extração de tanino em folhas, sementes e frutos verdes de cinamomo (*Melia azedarach L.*) com diferentes tipos de solventes. 2013. 42 f. Trabalho de conclusão de curso. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão, 2013.

- COOPER, T. A. **Developments in bioplastic materials for packaging food, beverages and other fast-moving consumer goods.** In N. Farmer (Ed.), Trends pack food, beverages and other fast-moving consumer goods (FMCG) UK: Woodhead Publishing. p. 108-152, 2013.
- DAVES, J. W. Current Protocols in Food Analytical Chemistry. Copyright by John Wiley & Sons Inc, p. 1073-1080. California, 2003.
- DAVIES, B.H. Carotenoids. In: GOODWIN, T.W. (Ed.). 2. Chemistry and biochemistry of plant pigments. London: Academic. p. 38-65, 1976.
- DELGADO, C.; COUTURIER, G.; MEJIA, K. *Mauritia flexuosa (Arecaceae: Calamoideae)*, an Amazonian palm with cultivation purposes in Peru. Fruits, v. 62, p. 157-169, 2007.
- DESHPANDE, S.S., SALUNKHE, D.K. Interactions of tannic acid and catechin with legume starches. Journal of Food Science, Chicago, v. 47, n. 6, p. 2080-2083, 1982.
- DEWANTO, V.; WU, X.; ADOM, K. K.; LIU, R. H. Thermal Processing Enhances the Nutritional Value of Tomatoes by Increasing Total Antioxidant Activity. J. Agric. Food Chem., v. 50, p. 3010-3014, 2002.
- FALGUERA, V.; QUINTERO, J. P.; JIMENEZ, A.; MUNOZ, J. A.; IBARZ, A. **Edible films and coatings: Structures, active functions and trends in their use.** Trends in Food Science & Technology, v. 22, n.6, p. 292-303, 2011.
- FERREIRA, A. H. **Efeito da adição de surfactantes e do ajuste de pH sobre filmes a base de gelatina, triacetina, ácidos graxos e cera de carnaúba e de cana-de-açúcar**. 2006. 184 f. Dissertação (Mestrado) Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.
- FERREIRA, D. F. **SISVAR Sistema de análise de variância**. Versão 5.3. Lavras-MG: UFLA, 2010.
- FRANÇA, L. F.; REBER, G.; MEIRELES, M. A.; MACHADO, N. T.; BRUNNER, G. Supercritical extraction of carotenoids and lipids from buriti (*Mauritia flexuosa*), a fruit from the Amazon region. Journal of Supercritical Fluids, v. 14, p. 247-256, 1999.
- GALDEANO, M. C. Filmes e laminados biodegradáveis de amido de aveia com diferentes plastificantes, produzidos por casting e extrusão. 2007. 167f. Tese (Doutorado) Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2007.
- GALOTTO, M. J.; GUARDA, A.; LOPEZ DE DICASTILLO, C. Antimicrobial active polymers in food packaging. In G. Cirillo, F. Iemma, & U. G. Spirizzi (Eds.), Functional polymers in food science. 1 ed. New Jersey, USA: Scrivener Publishing Editorial, 2015.
- GIANCONE, T.; TORRIERI, E.; DI PIERRO, P.; CAVELLA, S.; GIOSAFATTO, C. V. L.; MASI, P. Effect of surface density on the engineering properties of high methoxyl pectinbased edible films. Food and Bioprocess Technology, v. 4, p. 1228-1236, 2011.
- GONTARD, N.; GUILBERT, S.; CUQ, J. L. Edible wheat gluten films: influence of the main process variables on film properties using response surface methodology. J. Food Sci., v.57, n.1, p.190-199, 1992.

- GONTARD, N.; GUILBERT, S.; CUQ, J. L. Water and glycerol as plasticizers affect mechanical and water vapor barrier properties of an edible wheat gluten film. Journal of Food Science, Chicago, v. 58, n. 1, p. 206-211, 1993.
- GRANATO, D. Emulsão de goiaba e soja: caracterização físico-química, cromática, sensorial e de estabilidade. 2009, 185f. Dissertação (Mestrado) Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2009.
- GRISI, C. Utilização de derivados do dendê (*Elais guineesis jaquim*) em embalagens ativas à base de fécula de mandioca com função antioxidante. 2008, 156 f. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2008.
- HABIBI, Y.; LUCIA, L. A.; ROJAS, O.J. Cellulose nanocrystals: chemistry, selfassembly, and applications. Chem. Rev., v.110, p.3479–3500, 2010.
- HENRIQUE, C. M. Caracterização de filmes de féculas modificadas de mandioca como subsídios para aplicação em pós-colheita de hortícolas. 2002, 139 f. Tese (Doutorado) Universidade Estadual de São Paulo, Botucatu, 2002.
- JANJARASSKUL, T.; KROCHTA, J. M. **Edible packaging materials.** Annual Reviews of Food Science and Technology, v. 1, p. 415-448. 2010.
- JIH-GUAN, W. U.; WANG, P. J.; CHEN, S. C. Antioxidant and antimicrobial effectiveness of catechin-impregnated pva—starch film on red meat. Journal of Food Quality, v. 33, p. 780-801, 2010.
- KOOLEN, H. H. F.; SILVA, F. M. A.; GOZZO, F. C.; SOUZA, A. Q. L.; SOUZA, A. D. L. **Antioxidant, antimicrobial activities and characterization of phenolic compounds from buriti** (*Mauritia flexuosa L. f.*) by UPLC–ESI-MS/MS. Food Research International. v. 51 p. 467-473, 2013.
- KOWALCZYK, D.; BARANIAK, B. Effects of plasticizers, pH and heating of film forming solution on the properties of pea protein isolate films. Journal of Food Engineering, Amsterdam, v. 105, n.2, p. 295-305, 2011.
- LAU, O. W.; WONG, S.K. Contamination in food packaging material. Journal of Chromatography A. USA, v. 882, n.1-2, p. 255-270, 2000.
- LESJAK, M. M.; BEARA, I. N.; ORCIC, D. Z.; PETAR, K. N.; SIMIN, N. D.; EMILIJA, S. D.; MAKINEN, M. A.; KAMAL-ELDIN, A.; LAMPI, A-M.; HOPIA, A.  $\alpha$   $\beta$   $\gamma$   $\delta$ -Tocopherols as inhibitors of isomerization and decomposition of cis, trans methyl linoleate hydroperoxides. European Journal Lipid Science Technology. v. 103, p. 286–291, 2001.
- LIMPISOPHON, K.; TANAKA, M.; OSAKO, K. Characterisation of gelatin fatty acid emulsion films based on blue shark (*Prionace glauca*) skin gelatin. Food Chemistry, v. 122, p. 1095-1101, 2010.
- LIU, L.; JIN, T.; LIU, C. K.; HICKS, K. MOHANTY, A.K.; BHARDWAJ, R. Um estudo preliminar sobre filmes comestíveis antimicrobianos de pectina e outros hidrocoloides alimentos por método de extrusão. Jornal de fibras naturais, v. 5, p. 366-382, 2008.
- LIU, H.; XIE, F.; YU, L.; CHEN, L.; LI, L. **Thermal processing of starch-based polymers.** Progress in Polymer Science, v. 34, n. 12, p. 1348-1368, 2009.
- MACHADO, B. A. S.; REIS, J. H. O.; SILVA, J. B.; CRUZ, L. S.; NUNES, I. L.; PEREIRA, F. V.; DRUZIAN, J. I. **Obtenção de nanocelulose da fibra de côco verde e**

- incorporação em filmes biodegradáveis de amido plastificado com glicerol. Química Nova, v. 37, n. 8, p. 1275-1282, 2014.
- MALI. S; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F. **Filmes de amido: produção, propriedades e potencial de utilização.** Semina: Ciências Agrárias, Londrina, v. 31, n. 1, p. 137-156, 2010.
- MATHEW, A. P.; DUFRESNE, A. Morphological investigation of nanocomposites from sorbitol plasticized starch and tunicin whiskers. Biomacromolecules, v. 3, p. 609-617, 2002.
- MENSOR, L. L.; MENEZES, F. S.; LEITÃO, G. G.; REIS, A. S.; SANTOS, T. C.; COUBE, C. S.; LEITÃO, S. G. **Screening of brazilian plant extracts for antioxidant activity by the use of DPPH free radical method.** Phytotherapy Research, v. 15, n. 2, p. 127-130, 2001.
- OLIVEIRA FILHO, J. G. Obtenção de peptídeos bioativos a partir de subproduto do algodão para aplicação em filmes ativos e biodegradáveis. 2018, 88 f. Dissertação (Mestrado). Instituto Federal Goaino, Rio Verde-GO, 2018.
- OLIVEIRA, L. M.; ALVES, R.M.V.; SARANTÓPOULOS, C. I. G. L.; PADULA, M.; GARCIA, E. E. C.; CPLTRO, L. **Ensaios para avaliação de embalagens plásticas flexíveis.** Centro de Tecnologia de Embalagem, CETEA. Campinas. p. 219, 1996.
- ORTEGA-TORO, R.; JIMÉNEZ, A.; TALENS, P.; CHIRALT, A. **Effect of the incorporation of surfactants on the physical properties of corn starch films.** Food Hydrocolloids. v. 38, p. 66-75, 2014.
- PENG, B. L.; DHAR, N.; LIU, H. L.; TAM, K.C. Chemistry and applications of nanocrystalline cellulose and its derivatives: a nanotechnology perspective. The Canadian Journal of Chemical Engineering, v.89, p.1191–1206, 2011.
- PEREIRA, V. A.; ARRUDA, I. N. Q. D.; 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, 2015.
- PÉREZ-MATEOS, M.; MONTERO, P.; GÓMEZ-GUILLÉN, M. C. Formulation and stability of biodegradable films made from cod gelatin and sunflower oil blends. Food Hydrocolloids, v. 23, n. 1, p. 53-61, 2009.
- PETRIKOSKI, A. P. Elaboração de biofilmes de fécula de mandioca e avaliação do seu uso na imobilização de caulinita intercalada com ureia. 2013. 131 f. Dissertação (Mestrado) Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco-PR, 2013.
- POMMET, M.; REDL, A.; MOREL, M. H.; GUILBERT, S. Study of wheat gluten plasticization with fatty acids. Polymer, v. 44, p. 115-122, 2003.
- RODRIGUEZ-AMAYA, D.B.;RAYMUNDO, I. C.; LEE, T-C.; SIMPSON, K. L.; CHICHESTER, C. O. Carotenoid pigment changes in ripening Momordica charantia fruits. Annals of Botany, v. 40, p. 615-24, 1976.
- ROJAS-GRAU, M. A.; AVENA-BUSTILHOS, R. J.; OLSEN, C.; FRIEDMAN, M.; HENIKA, P. R.; MARTIN-BELLOSO, O.; PAN, Z. L.; MCHUGH, T. H.; J. **Effects of plant essential oil and oil compounds on mechanical barrier and antimicrobial properties of alginate-apple purce edible films.** Journal of Food Engineering. v. 81, p. 634-641, 2007.

- ROSEN, S. L. **Fundamental principles of polymeric materials.** 2 ed. New York: Wiley Interscience, 1993.
- SANTOS, M. F. G.; ALVES, R. E.; ROCA, M. Carotenoid composition in oils obtained from palm fruits from the Brazilian Amazon. Grasas Aceites. v. 66, 2015.
- SEYDIM, C. C.; SARIKUS, G. Antimicrobial activity of whey protein based edible films incorporated with oregano, rosemary and garlic essential oils. Food Research International, v. 39, p. 639-644, 2006.
- SILVERSTEIN, R. M.; BASSLER, G. C. & MORRILL, T. C. "Infrared Spectrometry". in: Spectrometric Identification of Organic Compound, John Wiley & Sons, Singapura, p.91, 1991.
- SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. **Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos.** 7ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2007.
- SOARES, D.S.B. Influência do pH e da irradiação em filmes biodegradáveis de proteínas do soro de leite. 2012. 94f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2012.
- SOBRAL, P. J. A. **Propriedades funcionais de biofilmes de gelatina em função da espessura.** Ciência & Engenharia, Uberlândia, v. 8, n. 1, p. 60-67, 1999.
- SOBRAL, P. J. A. Influência da espessura de biofilmes feitos à base de proteínas miofibrilares sobre suas propriedades funcionais. Pesquisa Agropecuária Brasileira, Brasília, v. 35, n. 6, p. 1-14, 2000.
- SONG, N. B.; LEE, J. H.; AL-MIJAN, M.; SONG, K. B. Development of a chicken feather protein film containing clove oil and its application in smoked salmon packaging. LWT e Food Science & Technology, v. 57, p. 453-460, 2014.
- SOUZA, A. C. Desenvolvimento de embalagem biodegradável ativa a base de **fécula de mandioca e agentes antimicrobianos naturais**. 2011. 136 p. Tese (Doutorado) Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo-SP, 2011.
- SOUZA, M. C. P.; MAIA, G. A.; GUEDES, Z. B. L.; ORIÁ, H. F.; HOLANDA, L. F. F. **Amadurecimento natural e artificial do buriti.** Pesquisa agropecuária brasileira. v. 19, n. 7, p. 891-896, 1984.
- SPERANZA, P.; FALCÃO, A. O.; MACEDO, A. J.; SILVA, L. H. M.; RODRIGUES, A. M.; MACEDO, A. G. **Amazonian Buriti oil: chemical characterization and antioxidant potential.** Grasas Aceites. n. 2, v. 67, 2016.
- TACO. **Tabela Brasileira de Composição de Alimentos.** 4ª edição revisada e ampliada. Campinas SP. Núcleo de Estudos e Pesquisas em Alimentação NEPA, Universidade Estadual de Campinas UNICAMP, 2011.
- VICENTINI, N. M. Elaboração e caracterização de filmes comestíveis à base de fécula de mandioca para uso em pós-colheita. 2003. 198 f. Tese (Doutorado). Universidade Estadual Paulista, Botucatu, 2003.
- YUAN, G.; LV, H.; YANG, B.; CHEN, X.; SUN, H. Physical properties, antioxidant and antimicrobial activity of chitosan films containing carvacrol and pomegranate peel extract. Molecules, n. 20, v. 6, p. 11034-11045, 2015.

# 6 CAPÍTULO III - AVALIAÇÃO PÓS-COLHEITA DE FRUTOS DE JABUTICABA ACONDICIONADOS EM EMBALAGENS À BASE DE FÉCULA DE MANDIOCA INCORPORADOS DE ÓLEO DE BURITI (Mauritia flexuosa)

### **RESUMO**

A dificuldade de conservação de frutas frescas instiga estudos sobre a aplicação de atmosfera modificada para minimizar perdas pós-colheita, reduzir a atividade metabólica, a perda de água e preservar a qualidade. Objetivou-se avaliar parâmetros físico-químicos de frutos de jabuticaba acondicionados em embalagens à base de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti (Mauritia flexuosa). Os filmes foram preparados pela técnica de casting, a solução filmogênica contendo fécula de mandioca (3 % p/v), glicerol (0,06 % p/v), as variáveis estudadas foram o óleo de buriti e o tween-20 de acordo com o planejamento experimental fatorial 2<sup>2</sup> com 3 pontos centrais. Para a aplicação de cada um dos tratamentos foram produzidas cinco embalagens que continham oito jabuticabas, armazenadas em B.O.D. a 6 ± 0,5 °C, por 15 dias. Para avaliar a vida útil dos frutos foram realizadas análises de pH, acidez titulável (AT), teor de sólidos solúveis totais (SST), relação SST/AT, perda de massa e pressão de turgor nos tempos 0, 5, 10 e 15 dias após a colheita. Os valores de pH variaram de 3,64 a 4,42, acidez variou de 0,82 a 1,21 % ácido cítrico. O teor de sólidos solúveis totais variou de 12,53 a 17,57 ° Brix. Os resultados de SST/AT variaram de 11,10 a 21,31. A perda de massa das amostras D e PC foram inferiores a 5 % durante todo o período de estocagem. A pressão de turgescência variou de 392 a 575 kgf/cm<sup>2</sup>. A formulação do ponto central protegeu as jabuticabas acondicionas e minimizou a perda de firmeza, tal formulação foi a que proporcionou menor perda de massa dos frutos durante todo o período de armazenamento.

Palavras-chave: biopolímero, óleo contendo bioativos, fruto tropical.

### **ABSTRACT**

The difficulty of preserving fresh fruits instigates studies on the application of modified atmosphere to minimize postharvest losses, reduce metabolic activity, loss of water and preserve quality. The objective of this study was to evaluate the physicochemical parameters of jaboticaba fruits packed in cassava starch based containers with buriti oil (Mauritia flexuosa L. f.). The films were prepared by the casting technique, the filmogenic solution containing manioc starch (3% w / v), glycerol (0.06% w / v), the variables studied were buriti oil and tween-20 according to the experimental design of factorial 2<sup>2</sup> with 3 central points. For the application of each treatments were produced five packages that contained eight jaboticabas, stored in B.O.D. at  $6 \pm 0.5$  °C, for 15 days. pH, titratable acidity (TA), total soluble solids content (TSS), TSS / TA ratio, mass loss and turmeric pressure at 0, 5, 10 and 15 days were evaluated to evaluate fruit shelf life after harvest. The pH values ranged from 3.64 to 4.42, acidity ranged from 0.82 to 1.21 % citric acid. The total soluble solids content ranged from 12.53 to 17.57 ° Brix. The TSS / TA results ranged from 11.10 to 21.31. The mass loss of samples D and PC were less than 5% throughout the storage period. The turgescence pressure ranged from 392 to 575 kgf/cm<sup>2</sup>. The formulation of the center point protected the conditioned jaboticabas and minimized the loss of firmness, such formulation was the one that provided less loss of mass of the fruits during the whole period of storage.

**Key-words:** biopolymer, oil containing bioactive, tropical fruit.

# 6.1 INTRODUÇÃO

As perdas ocorridas no campo e na pós-colheita de frutas, contribuem para o aumento do custo ao consumidor. Elas chegam a representar 40 % da produção brasileira, podendo ser maior para frutas perecíveis, perdas essas que podem ocorrer por colheita ou transportes inadequados, armazenamento ineficiente e infecção por patógenos (CHITARRA & CHITARRA, 2005). Quando se trata do segmento de frutas, pode-se observar aumento na procura de frutas frescas em comparação às frutas processadas, porém há dificuldade no que diz respeito à conservação (PEREIRA et al., 2003).

A jabuticaba apresenta curto período até três dias de vida útil para comercialização porque após a colheita, ela é altamente perecível, devido a intensa perda de umidade, alta taxa respiratória, deterioração e fermentação da polpa, causada

sobretudo pelo alto teor de água e açúcares contidos na fruta (ASCHERI et al., 2006; SATO & CUNHA, 2009).

A vida útil, preço de mercado, comercialização a lugares distantes do país ou mesmo ao exterior deste fruto são afetados pela perda de turgescência em decorrência da diminuição da umidade, do enrugamento e perda do brilho da casca e do crescimento de fungos junto ao pedúnculo, que em conjunto, reduzem a aceitabilidade do produto pelo consumidor (BARROS et al., 1996).

Várias são as alternativas que visam a conservação de frutas entre elas estão o resfriamento e a atmosfera modificada (VILA et al., 2007) tais métodos são largamente aplicados na preservação da qualidade desse produto, contribuindo para minimizar as perdas pós-colheita, reduzir a atividade metabólica e a perda de água, conservando os atributos comerciais. A associação do resfriamento com a atmosfera modificada propicia a diminuição da taxa respiratória dos frutos devido ao aumento da concentração de CO<sub>2</sub> e a redução do O<sub>2</sub> no ambiente interno da embalagem (RAI et al., 2002).

Diversos fatores ambientais e de cultivo podem influenciar a qualidade dos frutos de jabuticaba, um deles são a posição do fruto na planta mãe, pois luz solar incidi sobre o fruto e a planta que está ligada a fotossíntese associada ao teor de açúcares da estrutura do vegetal (CITADIN et al., 2005). Este fator pode interferir nos índices de qualidade do fruto, destacando-se o tamanho, a firmeza, o teor de sólidos solúveis, o grau de acidez, a coloração da casca e o teor de vitamina C (DETINI et al., 2009).

Grande percentagem de água está contida nas frutas e vegetais, que é responsável pela turgidez nos tecidos moles. Para determinar a qualidade dos produtos alimentares, é importante compreender o efeito da pressão turgescência nas células (VACLAVIK & CHRISTIAN, 2007). Objetivou-se avaliar parâmetros físico-químicos de frutos de jabuticaba acondicionados em embalagens à base de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti (*Mauritia flexuosa L. f.*).

# 6.2 MATERIAL E MÉTODOS

# **6.2.1** Elaboração dos biofilmes

O material utilizado para a elaboração dos filmes foi o glicerol (Dinâmica), tween 20 (Vetec), fécula de mandioca lote HW294 (Amafil) e óleo de buriti. Os experimentos foram conduzidos no Laboratório do IFGoiano - Campus Rio Verde. Foram produzidos os filmes de acordo com metodologia adaptada de Acosta et al. (2016), e produzidas embalagens para o acondicionamento das jabuticabas. Para o

preparo dos filmes utilizaram valores fixos de fécula de mandioca (3% p/v), glicerol (0,6% p/v), e seguiu-se um planejamento experimental fatorial 2<sup>2</sup> com 3 pontos centrais conforme a Tabela 1.

Tabela 1. Valores codificados e reais para o preparo das soluções filmogênicas.

Amostras	Óleo de buriti (% m/v)	Emulsificante (% m/v)
A	-1 (0,15)	-1 (0,02)
В	-1 (0,15)	1 (0,04)
C	1 (0,45)	-1 (0,02)
D	1 (0,45)	1 (0,04)
E	0 (0,30)	0 (0,03)
F	0 (0,30)	0 (0,03)
G	0 (0,30)	0 (0,03)

A gelificação da fécula de mandioca foi obtida elevando-se a temperatura da solução a 70 °C e mantendo-se por 10 min, adicionando-se o glicerol quando a solução alcançou 40 °C. Em recipiente independente o tween-20 foi aquecido até 40 °C e adicionado o óleo de buriti de acordo com o planejamento experimental. Uniu-se as duas misturas. Em placas de Petri de poliestireno foram colocados volumes conhecidos de solução filmogênica, a secagem foi realizada em estufa (Fanem 315 SE, São Paulo, Brasil) a 45 °C por 24 h.

# 6.2.2 Acondicionamento dos frutos nas embalagens

Após o envase dos frutos ilustrado na Figura 1, as embalagens foram seladas em seladora R. Baião 1450 (Ubá-MG, Brasil), para cada um dos tratamentos foram feitas cinco embalagens, as quais foram armazenadas em B.O.D. (Tecnal TE-371, Piracicaba-SP, Brasil com temperatura controlada a 6  $\pm$  0,5 °C, por 15 dias. Como amostra controle foram utilizadas jabuticabas sem embalagem, acondicionadas nas mesmas condições que as demais.



Figura 1. Jabuticabas embaladas com os filmes incorporados de óleo de buriti.

# 6.2.3 Caracterização físico-química dos frutos

Para avaliação da vida da útil das jabuticabas aos 0, 5, 10 e 15 dias após a colheita foram realizadas análises físico-químicas de pH - em potenciômetro (método N° 981.12 - AOAC, 1997); acidez titulável (AT) (% ácido cítrico) - por titulação potenciométrica (método N° 942.15 - AOAC, 1997); teor de sólidos solúveis totais (SST) (°Brix) - em refratômetro (método N° 932.12 - AOAC,1997); relação SST/AT (BRASIL, 2005) e perda de massa por gravimetria e expressos em percentagem, foram realizadas em triplicata de cada tratamento.

A pressão de turgescência foi determinada pela técnica da aplanação descrita por Calbo e Nery (1995), e calculada a firmeza por meio da Equação 1.

$$P(Kgf/cm^2) = F/A$$
 (1)

Na qual: P-pressão, F-força (peso da ponta de prova) e A- área (A=0,784\*diâmetro maior\*diâmetro menor).

# 6.2.4Análise estatística

Para a análise de variância e comparação de médias de pH, AT, SST e relação SST/AT realizou-se o teste de Tukey (p  $\leq$  0,05) utilizando-se o programa estatístico Sisvar® - versão 5.3 (FERREIRA, 2010). Os resultados de perda de massa e pressão de turgescência foram submetidos a regressão linear utilizando planilha eletrônica do excel  $2010^{\$}$  de propriedade da Microsoft Inc.

# 6.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela 2 foram apresentados os resultados de pH, AT, SST e relação SST/AT realizadas nas jabuticabas acondicionadas a 6 °C nos tempos 0,5, 10 e 15 dias de armazenamento.

Tabela 2. Média±desvio padrão de pH, acidez titulável (AT), sólidos solúveis totais (SST) e relação SST/AT das jabuticabas acondicionadas a 6 °C nos tempos 0, 5, 10 e 15 dias de acondicionamento.

Donêmatras Amastra		Tempo de armazenamento (dias)						
Parâmetros	Amostras –	0	5	10	15			
	Controle	$3,84^{Dc}\pm0,02$	4,31 <sup>Aa</sup> ±0,53	3,93 <sup>Ba</sup> ±0,06	3,86 <sup>Ca</sup> ±0,01			
	A	$3,90^{\text{Ba}} \pm 0,06$	$3,96^{Ac}\pm0,08$	$3,85^{\text{Cb}} \pm 0,03$	$3,77^{\text{Cc}} \pm 0,08$			
"II	В	$3,77^{\text{Bd}} \pm 0,12$	$3,87^{Ae}\pm0,12$	$3,76^{\text{Cd}} \pm 0,01$	$3,75^{\text{Bd}} \pm 0,01$			
pН	C	$3,84^{Bc}\pm0,02$	$4,06^{Ab}\pm0,18$	$3,75^{\text{Ce}} \pm 0,01$	$3,74^{\text{De}} \pm 0,51$			
	D	$3,75^{\text{Be}} \pm 0,15$	$3,87^{Ae}\pm0,10$	$3,69^{Cf}\pm0,01$	$3,68^{\text{Dd}} \pm 0,01$			
	PC	$3,89^{\text{Bb}} \pm 0,02$	$3,90^{Ad}\pm0,03$	$3,84^{\text{Cc}}\pm0,01$	$3,83^{\text{Db}}\pm0,01$			
	Controle	$1,17^{Ab}\pm0,06$	$0,92^{De}\pm0,01$	$0,93^{\text{Ce}} \pm 0,02$	$0,94^{\text{Be}} \pm 0,01$			
AT	A	$1,15^{Ad}\pm0,03$	$1,00^{\text{Db}} \pm 0,05$	$1,01^{\text{Cb}}\pm0,01$	$1,04^{\text{Bb}}\pm0,03$			
	В	$1,21^{Aa}\pm0,01$	$1,08^{\text{Da}} \pm 0,02$	$1,09^{\text{Ca}}\pm0,01$	$1,10^{\text{Ba}}\pm0,01$			
(% em ac.	C	$1,16^{Ac}\pm0,04$	$0,90^{\mathrm{Df}} \pm 0,02$	$0,95^{\text{Cd}} \pm 0,02$	$0,96^{\text{Bd}} \pm 0,01$			
cítrico)	D	$1,17^{Ab}\pm0,01$	$0.98^{Dc} \pm 0.04$	$1,00^{\text{Cc}} \pm 0,03$	$1,02^{Bc}\pm0,02$			
	PC	$1,08^{Ae}\pm0,03$	$0,97^{\mathrm{Dd}} \pm 0,06$	$1,00^{\text{Cc}} \pm 0,01$	$1,02^{Bc}\pm0,01$			
	Controle	$15,52^{\text{Db}}\pm0,15$	15,57 <sup>Cb</sup> ±0,12	15,93 <sup>Bb</sup> ±0,06	17,57 <sup>Aa</sup> ±0,15			
	A	$15,70^{Da}\pm0,17$	$16,07^{\text{Ca}} \pm 0,15$	$16,53^{\text{Ba}}\pm0,12$	$16,97^{Ab}\pm0,06$			
SST (°Brix)	В	$13,77^{\text{De}} \pm 0,06$	$14,07^{\text{Cf}} \pm 0,15$	$15,60^{Bc}\pm0,01$	$16,37^{Ad}\pm0,06$			
SSI ( BIIX)	C	$15,00^{Dc}\pm0,01$	$15,10^{\text{Cd}} \pm 0,10$	$15,17^{\text{Be}} \pm 0,01$	$15,23^{Af}\pm0,06$			
	D	$15,00^{Dc}\pm0,26$	$15,53^{Cc}\pm0,25$	$15,60^{Bc}\pm0,17$	$16,77^{Ac}\pm0,06$			
	PC	$14,43^{\text{Dd}} \pm 0,15$	$14,80^{\text{Ce}} \pm 0,10$	$15,40^{\text{Bd}} \pm 0,10$	$15,63^{Ae}\pm0,06$			
	Controle	$13,61^{Da}\pm0,80$	$17,17^{\text{Ca}}\pm0,28$	$18,27^{\text{Ba}}\pm0,38$	19,60 <sup>Aa</sup> ±0,11			
Relação	A	$13,61^{Da}\pm0,46$	$16,26^{\text{Cc}}\pm0,65$	$17,20^{Ab}\pm0,26$	$16,76^{\text{Bd}} \pm 0,40$			
	В	$11,35^{\text{De}} \pm 0,05$	$12,71^{\text{Cf}}\pm0,30$	$14,83^{\text{Be}} \pm 0,15$	$16,88^{Ac}\pm0,24$			
SST/AT	C	$12,94^{Dc}\pm0,40$	$16,77^{Ab}\pm0,40$	$15,90^{\text{Cc}} \pm 0,28$	$16,74^{\text{Be}} \pm 0,30$			
	D	$12,80^{\text{Dd}} \pm 0,12$	$15,90^{\text{Bd}} \pm 0,38$	$15,59^{\text{Cd}} \pm 0,26$	$16,37^{Af}\pm0,29$			
	PC	$13,33^{\text{Cb}} \pm 0,46$	$15,27^{\text{Be}}\pm0,93$	$13,14^{\mathrm{Df}}\pm0,14$	$17,58^{Ab}\pm0,24$			

<sup>\*</sup>Médias seguidas de mesma letra minúscula em cada coluna e maiúscula em cada linha não diferenciaram significativamente pelo teste de Tukey ao nível de 5%. PC- ponto central do delineamento experimental.

Nos resultados de pH e acidez (Tabela 2) das jabuticabas estes índices foram inversamente proporcionais. Os valores de pH variaram de 3,68 a 4,31, não houve diferença pelo teste de Tukey (p<0,05) para o valor deste índice no tempo zero entre as amostras Controle e C, nos tempos cinco e quinze as amostras B e D. Garcia (2017) avaliou a conservação pós-colheita de jabuticaba variedade 'Pingo de mel' embaladas em potes de polipropileno e armazenadas em diferentes temperaturas (6, 12 e 25 °C) observou valores de pH entre 3 e 4,5, assemelhando-se as jabuticabas do presente estudo. E corroborando com Gava et al. (2007) que referem que para frutas a faixa de pH esperada é de 3 a 4,5.

Já quanto ao índice de acidez variaram de 0,92 a 1,21 % em ácido cítrico (Tabela 2), não houve diferença estatística das amostras ao longo do tempo de armazenamento pelo teste de Tukey (p<0,05). Porém na comparação entre as amostras, Controle e D foram semelhantes estatisticamente no tempo zero de armazenamento, assim como as amostras D e PC nos tempos dez e quinze. Para Chitarra & Chitarra (2005), quando o teor de ácidos se encontra na faixa entre 2,5 % e 0,5 %, o pH apresenta tendência a reduzir, enquanto a acidez se eleva.

Para a AT da jabuticaba 'Sabará' Lima et al. (2008) observou valores de 0,97 a 0,99 % em ác. cítrico, enquanto Oliveira et al. (2003) obtiveram valores mais elevados na faixa de 0,89 a 1,65 % em ác. cítrico. Apesar de serem jabuticabas de variedade diferente das analisadas neste estudo, os índices aproximaram-se dos obtidos. Enquanto, Garcia (2017) obteve valores índices de acidez de 0,85 a 1,35 % em ác. cítrico assemelhando-se aos exibidos no presente estudo para a mesma variedade de jabuticaba.

Ao avaliar o teor de SST (Tabela 2) os resultados variaram de 12,53 a 17,57 ° Brix, não houve diferença estatística das amostras ao longo do tempo de armazenamento pelo teste de Tukey (p<0,05). Porém na comparação entre as amostras, C e D foram semelhantes no tempo zero de armazenamento, e as amostras B e D no tempo dez. A amostra Controle ao fim do armazenamento chegou a 17,57 °Brix, maior valor exibido pelas jabuticabas.

O estádio de maturação no qual o fruto é colhido pode influenciar o teor de sólidos solúveis dos frutos. Este teor geralmente se eleva ao longo do período de maturação devido a biossíntese ou degradação de polissacarídeos (CHITARRA & CHITARRA, 1990). Garcia (2017) avaliou a conservação pós-colheita de jabuticaba variedade 'Pingo de mel' e observou valores próximos a 13,33 ° Brix próximo aos valores sólidos solúveis das jabuticabas avaliadas no presente estudo.

Ao avaliar os resultados de SST/AT (Tabela 2) observa-se que a amostra Controle apresentou maiores resultados para esta relação a partir do dia cinco de armazenamento, não houve diferença estatística das amostras ao longo do tempo de armazenamento pelo teste de Tukey (p<0,05). Porém na comparação entre as amostras, Controle e A não diferiram no tempo zero de armazenamento.

A relação SST/AT é um importante parâmetro de qualidade, sendo indicativo de contribuições referentes a compostos que designam a doçura e a acidez, indicando o sabor do fruto (PRASSANA et al., 2007). Considera-se esta proporção um marcador da fase de maturação da fruta pois pode predizer a doçura do fruto (NEVES et al., 2015).

Para Nunes et al. (2014) que avaliou jabuticabas 'Sabará' observaram para a relação SST/AT valor de 13,03. Enquanto, Garcia (2017) obteve valores 13,5 a 17,5 °Brix valores esses próximos aos exibidos no presente estudo para a mesma variedade de jabuticaba, pode-se considerar que as jabuticabas indicaram excelente combinação entre os açúcares e ácidos. O elevado valor para esta relação confere sabor mais agradável aos frutos, indicando excelente associação entre açúcares e ácido (NUNES et al., 2014).

#### Perda de massa

A determinação da perda de massa ocorrida durante os dias de armazenamento ilustrada na Figura 2 demonstrou que as jabuticabas sem embalagem apresentaram perdas de massa semelhante às amostras D e PC até o tempo cinco de armazenagem, enquanto as demais amostras exibiram perdas mais acentuadas, chegando a 8 % as amostras A e B. Percebe-se que a formulação central obteve menor perda de massa durante todo o período de estocagem. Para Kays (1997) o decréscimo da massa de frutas pode ser associado a respiração, em menor grau, e à perda de água causada pela transpiração.

Em grande parte dos produtos hortícolas frescos, a perda de massa máxima tolerada oscila de 5 e 10 % para que a fruta não manifeste murchamento e/ou enrugamento da superfície (FINGER & VIEIRA, 2002). No presente estudo apenas a amostra Controle no final do tempo de armazenamento chegou a 10 % de perda de massa e as amostras D e PC exibiram perdas de massa inferiores a 5 % durante todo o período de conservação.

Existem diversos estudos que buscam prolongar a vida útil de jabuticabas, no estudo de Machado et al. (2007), que aplicaram embalagens plásticas e refrigeração para verificar a influência desses métodos sobre a pós-colheita desta fruta, notaram que, quando esta fruta foi armazenada sob refrigeração apresentou menor perda de massa. Em estudo com jabuticabas 'Sabará' realizado por Brunini & Coelho (2005) aplicando embalagens em associação com diferentes temperaturas de armazenamento observaram que as maiores perdas de massa foram exibidas a temperatura de 21 a 26 °C. A aplicação de embalagem associada a refrigeração no presente estudo promoveu o ambiente mais propício a preservação da perda de massa da jabuticaba.

Garcia (2017) avaliou a conservação pós-colheita de jabuticaba variedade 'Pingo de mel' armazenadas em diferentes temperaturas (6, 12 e 25 °C) e embaladas em

potes de polipropileno observou que as jabuticabas acondicionadas a 6 °C foram as que apresentaram menor perda de massa. No presente estudo todas as amostras foram acondicionadas a 6 °C e apenas a formulação central representada por PC exibiu menor perda de massa.

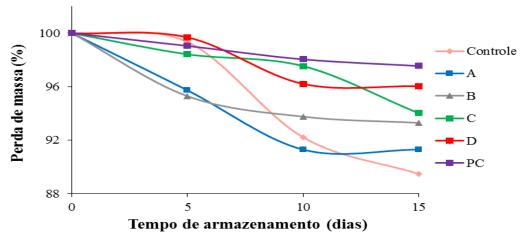


Figura 2. Perda de massa (%) das jabuticabas embaladas com os filmes (A, B, C, D e PC, sendo PC representa os pontos centrais do planejamento experimental) em função do tempo de armazenamento.

# Pressão de turgescência

A pressão de turgescência das jabuticabas ilustrada na Figura 3 variou de 392 a 575 kgf/cm², as formulações A e B foram as únicas que preservaram o turgor das jabuticabas até o tempo cinco de armazenamento, as demais prolongaram o turgor das jabuticabas até o tempo dez de armazenamento, demonstrando que promoveram maior firmeza do fruto, logo preservaram a perda de água por mais dias de estocagem, corroborando com os resultados de perda de massa.

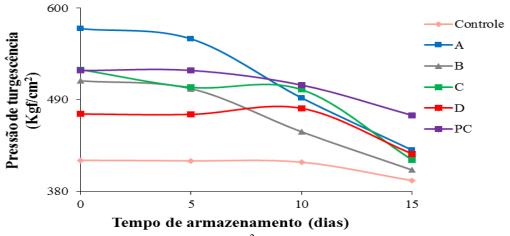


Figura 3. Pressão de turgescência (kgf/cm²) das jabuticabas embaladas com os filmes (A, B, C, D e PC, sendo PC representa os pontos centrais do planejamento experimental) em função do tempo de armazenamento.

Entretanto a amostra Controle e a formulação central dos filmes representada por PC demonstraram menores perdas de turgescência. De acordo com Silva et al. (2009), a despolimerização péctica da parede celular de frutas pode causar a diminuição da firmeza, além da solubilização das pectinas durante o amadurecimento devido a ação de enzimas hidrolíticas, ou seja, PC protegeu as jabuticabas acondicionas por esta formulação, minimizou a perda de firmeza.

### 6.4 CONCLUSÃO

Todas as amostras apresentaram índices de pH, AT, SST e a relação SST/AT durante todo o período de estocagem semelhantes aos encontrados na literatura, demonstrando que a aplicação dos filmes à base de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti preservou as jabuticabas. A formulação do ponto central protegeu as jabuticabas acondicionas e minimizou a perda de firmeza.

# 6.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AOAC. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis.**16 ed. Washington D.C.: AOAC, 1997. v. 2.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos.** 4. ed. Brasília: Ministério da Saúde, 2005. p. 1018.

BRUNINI, M. A.; COELHO, C. V. **Influência de embalagens em jabuticabas** '**Sabará'.** Revista Nucleus, Ituverava, v. 3, n. 1, p. 81-88, 2004/2005.

CALBO, A. G.; NERY, A. A. A medida de firmeza em hortaliças pela técnica de aplanação. Horticultura Brasileira. [S.I.], v. 12, n. 1, p 4-18, 1995.

CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de frutos e hortaliças: fisiologia e manuseio.** Lavras: ESAL/FAEPE, 1990. 293 p.

CITADIN, I.; VICARI, I. J.; SILVA, T. T.; DANNER, M. A. Qualidade de frutos de jabuticabeira (*Myrciaria cauciflora*) sob influência de duas condições de cultivo: sombreamento natural e pleno sol. Revista Brasileira de Agrociência, Pelotas, v. 11, n. 3, p 373-375, 2005.

FERREIRA, D. F. **SISVAR - Sistema de análise de variância**. Versão 5.3. Lavras-MG: UFLA, 2010.

GARCIA, L. G. C. **Desenvolvimento fisiológico e conservação pós-colheita de jabuticaba.** 2017. 94p. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Goiás; Goiânia, 2017.

GAVA, A. J.; SILVA, C. A. B.; FRIAS, J. R. G. **Tecnologia de alimentos: princípios e aplicações.** São Paulo: Nobel. 2007. 512p.

KAYS, S. Postharvest physiology of perishable plant products. Georgia: Exon Press, 1997 532 p.

- LIMA, A. J. B.; CORRÊA, A. D.; ALVES, A. P. C.; ABREU, C. M. P.; DANTAS-BARROS, A. M. Caracterização química do fruto jabuticaba (Myrciaria cauliflora Berg) e de suas frações. Archivos Latinoamericanos de Nutricion, Caracas, v.58, n.4, p.416-421, 2008.
- MACHADO, N. P.; COUTINHO, E. F.; CAETANO, E. R. Embalagens plásticas e refrigeração na conservação pós-colheita de jabuticabas. Revista Brasileira de Fruticultura, Jaboticabal, v. 29, n. 1, p. 166-168, 2007.
- NEVES, L. C.; SILVA, V. X.; PONTIS, J. A.; FLACH, A.; ROBERTO, S. R. **Bioactive compounds and antioxidant activity in pre-harvest camu-camu** [Myrciaria dubia (H.B.K.) McVaugh] fruits. Scientia Horticulturae, v. 186, p. 223-229, 2015.
- NUNES, J. S.; CASTRO, D. S.; SOUSA, F. C.; SILVA, L. M. M.; GOUVEIA. J. P. G. Obtenção e caracterização físico-química de polpa de jabuticaba (*Myrciaria Cauliflora Berg*) congelada. Revista Verde (Mossoró RN), v. 9, n.1, p.234-237, 2014.
- OLIVEIRA, A.L. de; BRUNINI, M.A.; SALANDINI, C.A.R.; BAZZO, F.R. Caracterização tecnológica de jabuticabas 'sabará' provenientes de diferentes regiões de cultivo. Revista Brasileira de Fruticultura, Jaboticabal, v. 25, n. 3, p. 397-400, 2003.
- PRASANNA, V.; PRABHA, T. N.; THARANATHAN, R. N. Fruit ripening phenomenadan overview. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, v. 47, p. 1-19, 2007.
- RAI, D. R.; OBEROI, H. S.; BABOO, B. Modified atmosphere packaging and its effect on quality and shelf-life of fruits and vegetables An overview. Journal of Food Science and Technology, Mysore, v. 39, n. 3, p. 199-207, 2002.
- SILVA, E. P.; VILAS BOAS, E. V. B.; RODRIGUES, L. J.; SIQUEIRA, H. H. **Physical, chemical and physiological characterization of gabiroba fruit** (*Campomanesia pubescens*) during its development. Food Science and Technology, Campinas, v.29, n.4, p.803-809, 2009.
- VILA, M. T. R.; LIMA, L.C.O.; BOAS, E.V.B.V.; HOJO, E.T.D.; RODRIGUES, L.J.; PAULA, N.R.F. Caracterização química e bioquímica de goiabas armazenadas sob refrigeração e atmosfera modificada. Ciência e Agrotecnologia, Lavras, v. 31, n. 5, p. 1435-1442, 2007.

# **CONCLUSÃO GERAL**

Na avaliação reológica os filmes apresentaram comportamento nãonewtonianos e pseudoplástico. As amostras que possuíam menor teor de emulsificante na formulação demonstraram menor interação entre os componentes de sua formulação pois apresentaram maiores índices de consistência e menores índices de comportamento, e maior resistência ao escoamento.

O pH da formulação central foi próximo a neutralidade, tal formulação foi a que manteve estabilidade no teste de cremeação. Já o teste de centrifugação mostrou que com o aumento da concentração de óleo e decréscimo do teor de emulsificante ocorre a diminuição da separação de fases. O que corrobora com o comportamento do pH, pois favorece os pontos centrais de óleo e emulsificante das formulações.

O óleo de buriti contribuiu para o aumento da espessura e gramatura dos filmes. Já a solubilidade em água foi favorecida pelas formulações centrais 6,55 %. Os melhores valores para a permeabilidade ao vapor d'água foram de 0,22 a 0,28 g.mm.h<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>.kPa<sup>-1</sup>. A TGA demonstrou que todas as amostras apresentaram dois estágios perda de massa característica degradação térmica do amido.

Os valores de resistência à tração, módulo de elasticidade e elongamento até a ruptura apresentaram melhores valores de 4,21 Mpa, 722,78 Mpa e 1,66 %, respectivamente. A deformação na punção das formulações com menor teor de emulsificante apresentou maiores valores e que esse parâmetro não aumentou com o aumento da espessura dos filmes.

Na cor os filmes foram caracterizados como amarelados, escuros, coloração intensa (maior teor de óleo) e fraca (menor teor de óleo). No infravermelho pode-se observar bandas características de amido. Os filmes apresentam potencial antioxidante,

com 74,28 a 87,74 % pelo DPPH e teor de carotenoides que variou de 3,63 a 29,73  $\mu$ g de  $\beta$ -caroteno. $g^{-1}$ .

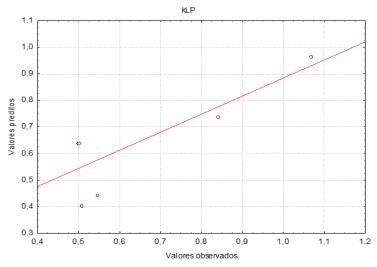
Os filmes das formulações centrais apresentaram melhor desempenho, podem ser aplicados como embalagens, para alimentos com menor teor de água e que necessitem de proteção contra luz e oxidação.

Todas as amostras apresentaram índices de pH, AT, SST e a relação SST/AT durante todo o período de estocagem semelhantes aos encontrados na literatura, demonstrando que a aplicação dos filmes à base de fécula de mandioca incorporados de óleo de buriti preservou as jabuticabas.

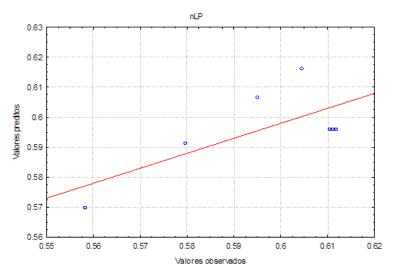
A formulação do ponto central protegeu as jabuticabas acondicionas e minimizou a perda de firmeza, tal formulação foi a que proporcionou menor perda de massa dos frutos durante todo o período de armazenamento.



Figuras e tabelas referentes aos resultados do Capítulo I



Apêndice A - Figura 1. Resultados preditos e observados para o índice de consistência das soluções filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)



Apêndice A - Figura 2. Resultados preditos e observados para o índice de comportamento das soluções filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)

Apêndice A - Tabela 1. Resultados do teste de cremeação das soluções filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)

Amostras	24	48	72	96	120	144	168
A	N	N	N	LM	M	M	M
В	N	N	N	N	LM	M	M
$\mathbf{C}$	N	N	N	LM	LM	LM	LM
D	N	N	N	N	LM	M	M
${f E}$	N	N	N	N	N	N	N
$\mathbf{F}$	N	N	N	N	N	N	N
${f G}$	N	N	N	N	N	N	N

N - normal, LM - levemente modificado, M - modificado

Apêndice A - Tabela 2. Resultados numéricos do teste de cremeação das soluções filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)

Índice de cremeação							
	Tempo (h)						
Amostras	24	48	72	96	120	144	168
A	0,00	0,00	0,00	0,03	0,14	0,28	0,48
В	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03	0,06	0,16
$\mathbf{C}$	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,01	0,01
D	0,00	0,00	0,00	0,00	0,07	0,29	0,29
${f E}$	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
${f F}$	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
${f G}$	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

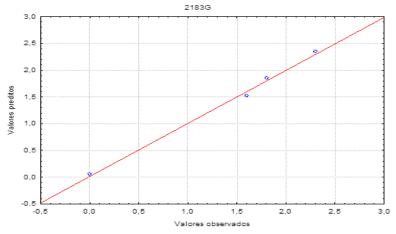
Apêndice A - Tabela 3. Resultados do teste de centrifugação das soluções filmogênicas  $(A,\,B,\,C,\,D,\,E,\,F\,e\,G)$ 

Amagtwag	Rotação						
Amostras	1000rpm (178G)	2500rpm (1113G)	3500rpm (2183G)				
A	N	N	M				
В	N	M	M				
$\mathbf{C}$	N	N	N				
D	N	LM	M				
${f E}$	N	LM	M				
$\mathbf{F}$	N	LM	M				
G	N	LM	M				

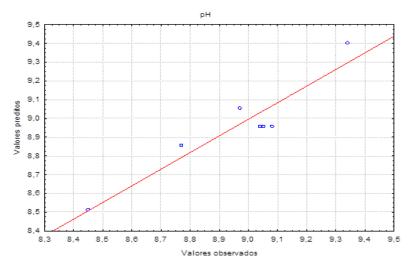
N - normal, LM - levemente modificado, M - modificado

Apêndice A - Tabela 4. Resultados numéricos do teste de centrifugação das soluções filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)

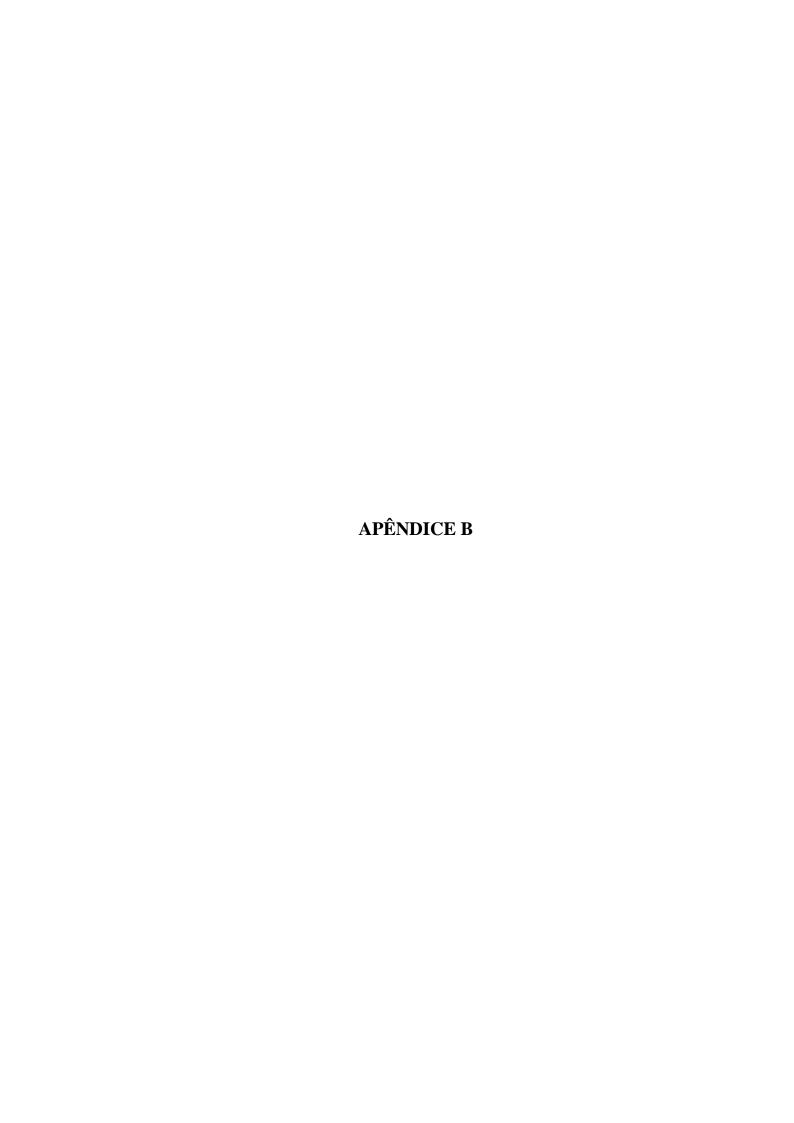
	Centrifugação						
Amastuas	Rotação						
Amostras	1000rpm (178G)	2500rpm (1113G)	3500rpm (2183G)				
A	0	0	1,8				
В	0	0,4	2,3				
C	0	0	0				
D	0	0,2	1,8				
E	0	0,2	1,6				
F	0	0,2	1,6				
G	0	0,2	1,6				



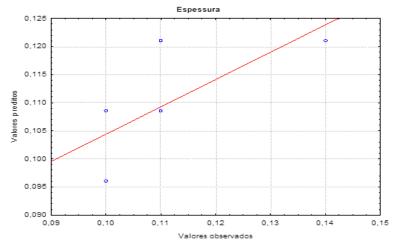
Apêndice A - Figura 3. Resultados preditos e observados para o teste de centrifugação a 2183 G das soluções filmogênicas (A, B, C, D, E, F e G)



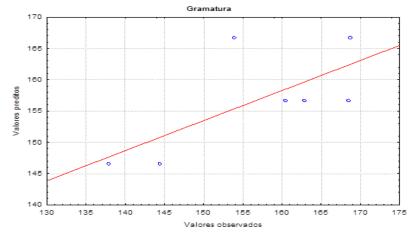
Apêndice A - Figura 4. Resultados preditos e observados para o pH das soluções filmogênicas  $(A,\,B,\,C,\,D,\,E,\,F\,e\,G)$ 



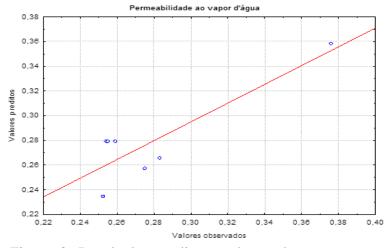
# Figuras referentes ao Capítulo II



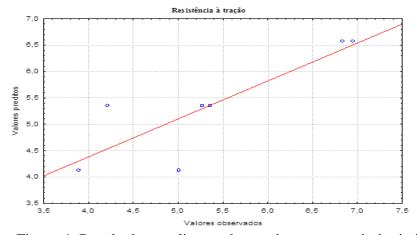
Apêndice B - Figura 1. Resultados preditos e observados para a espessura dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)



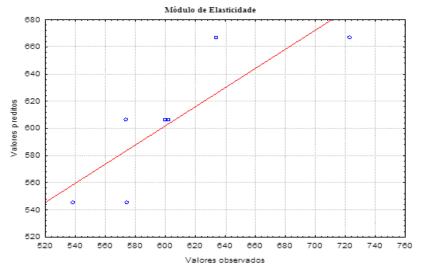
Apêndice B - Figura 2. Resultados preditos e observados para a gramatura dos filmes  $(A,B,C,D,E,F\,e\,G)$ 



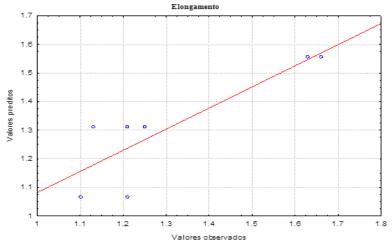
Apêndice B - Figura 3. Resultados preditos e observados para a permeabilidade ao vapor d'água dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)



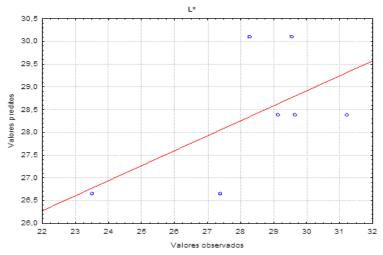
Apêndice B - Figura 4. Resultados preditos e observados para a resistência à tração dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)



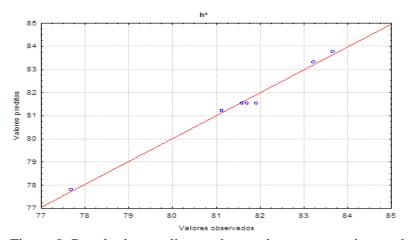
Apêndice B - Figura 5. Resultados preditos e observados para o módulo de elasticidade dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)



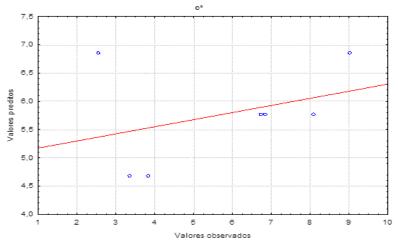
Apêndice B - Figura 6. Resultados preditos e observados para o elongamento até a ruptura dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)



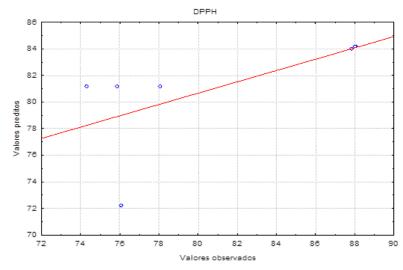
Apêndice B - Figura 7. Resultados preditos e observados para o parâmetro L\* dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)



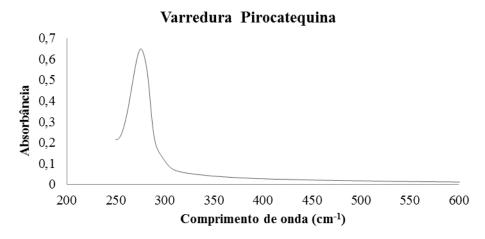
Apêndice B - Figura 8. Resultados preditos e observados para o parâmetro h\* dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)



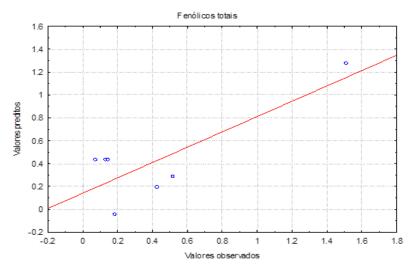
Apêndice B - Figura 9. Resultados preditos e observados para o parâmetro  $c^*$  dos filmes  $(A, B, C, D, E, F \, e \, G)$ 



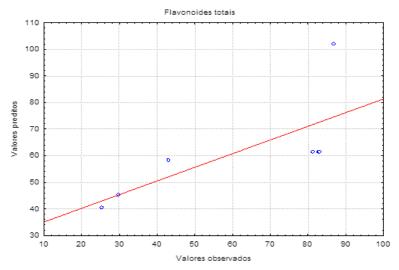
Apêndice B - Figura 10. Resultados preditos e observados para atividade antioxidante pelo DPPH dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)



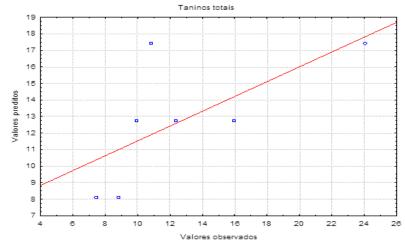
Apêndice B - Figura 11. Varredura espectral de 250 a 600 ηm para a Pirocatequina



Apêndice B - Figura 12. Resultados preditos e observados para o teor de compostos fenólicos totais dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)

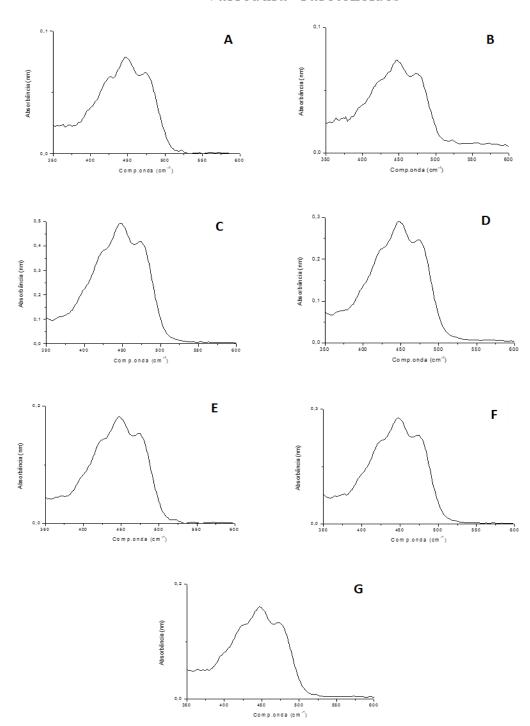


Apêndice B - Figura 13. Resultados preditos e observados para o teor de flavonoides totais dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)

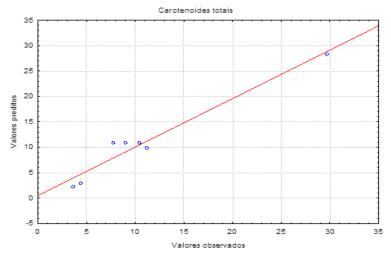


Apêndice B - Figura 14. Resultados preditos e observados para o teor de taninos totais dos filmes  $(A, B, C, D, E, F \, e \, G)$ 

# Varredura Carotenoides



Apêndice B - Figura 15. Varredura espectral do extrato etéreo de 250 a 600 ηm para carotenoides



Apêndice B - Figura 16. Resultados preditos e observados para o teor de carotenoides totais dos filmes (A, B, C, D, E, F e G)