



INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
GOIANO – IF GOIANO - CAMPUS RIO VERDE. PROGRAMA DE
PÓS-GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

**FILME COM POTENCIAL ATIVO ELABORADO COM
MESOCARPO DE PEQUI E INCORPORADO COM
EXTRATO DE PRÓPOLIS**

Autora: Lilianne Balduino Monteiro
Orientadora: Prof^ª. D^a Geovana Rocha Plácido

RIO VERDE - GO
Abril – 2021



INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
GOIANO – IF GOIANO - CAMPUS RIO VERDE. PROGRAMA DE
PÓS-GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

**FILME COM POTENCIAL ATIVO ELABORADO COM
MESOCARPO DE PEQUI E INCORPORADO DE
EXTRATO ETANÓLICO DE PRÓPOLIS (EEP)**

Autora: Lilianne Baldoino Monteiro
Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Geovana Rocha Plácido

Dissertação apresentada como parte das exigências para a 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.

RIO VERDE – GO
Abril – 2021

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

MM775f MONTEIRO, LILIANNE BALDOINO
FILME COM POTENCIAL ATIVO ELABORADO COM MESOCARPO
DE PEQUI E INCORPORADO COM EXTRATO DE PRÓPOLIS /
LILIANNE BALDOINO MONTEIRO; orientadora GEOVANA
ROCHA PLÁCIDO; co-orientador MARCO ANTONIO PEREIRA
DA SILVA. -- Rio Verde, 2021.
53 p.

Dissertação (Mestrado em TECNOLOGIA DE
ALIMENTOS) -- Instituto Federal Goiano, Campus Rio
Verde, 2021.

1. CARYOCAR BRASILIENSE CAMB. 2. BIOFILME. 3.
PECTINA. 4. REAPROVEITAMENTO. I. PLÁCIDO, GEOVANA
ROCHA, orient. II. SILVA, MARCO ANTONIO PEREIRA DA,
co-orient. III. Título.

TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIZAR PRODUÇÕES TÉCNICO-CIENTÍFICAS NO REPOSITÓRIO INSTITUCIONAL DO IF GOIANO

Com base no disposto na Lei Federal nº 9.610/98, AUTORIZO o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, a disponibilizar gratuitamente o documento no Repositório Institucional do IF Goiano (RIIF Goiano), sem ressarcimento de direitos autorais, conforme permissão assinada abaixo, em formato digital para fins de leitura, download e impressão, a título de divulgação da produção técnico-científica no IF Goiano.

Identificação da Produção Técnico-Científica

- Tese Artigo Científico
 Dissertação Capítulo de Livro
 Monografia – Especialização Livro
 TCC – Graduação Trabalho Apresentado em Evento
 Produto Técnico e Educacional - Tipo: _____

Nome Completo do Autor: LILIANNE BALDOINO MONTEIRO
Matrícula: 2019102330740093
Título do Trabalho: FILME COM POTENCIAL ATIVO ELABORADO COM MESOCARPO DE PEQUI E INCORPORADO DE EXTRATO ETANÓLICO DE PRÓPOLIS (EEP)

Restrições de Acesso ao Documento

Documento confidencial: Não Sim, justifique _____

Informe a data que poderá ser disponibilizado no RIIF Goiano: 17/03/2021

O documento está sujeito a registro de patente? Sim Não

O documento pode vir a ser publicado como livro? Sim Não

DECLARAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO NÃO-EXCLUSIVA

O/A referido/a autor/a declara que:

- o documento é seu trabalho original, detém os direitos autorais da produção técnico-científica e não infringe os direitos de qualquer outra pessoa ou entidade;
- obteve autorização de quaisquer materiais inclusos no documento do qual não detém os direitos de autor/a, para conceder ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano os direitos requeridos e que este material cujos direitos autorais são de terceiros, estão claramente identificados e reconhecidos no texto ou conteúdo do documento entregue;
- cumpriu quaisquer obrigações exigidas por contrato ou acordo, caso o documento entregue seja baseado em trabalho financiado ou apoiado por outra instituição que não o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano.

Fazenda Nova - Goiás, 25/04/2021.

Local Data



Assinatura do Autor e/ou Detentor dos Direitos Autorais

Ciente e de acordo:



Assinatura do(a) orientador(a)



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
SECRETARIA DE EDUCAÇÃO PROFISSIONAL E TECNOLÓGICA
INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO

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

FILME COM POTENCIAL ATIVO ELABORADO COM MESOCARPO DE PEQUI E INCORPORADO COM EXTRATO DE PROPOLIS

Autora: Lilliane Balduino Monteiro
Orientadora: Geovana Rocha Plácido

TÍTULO/AO: Mestre em Tecnologia de Alimentos — Área de Concentração em Tecnologia e Processamento de Alimentos.

APROVADA em 02 de março de 2021.

Dra. Mariana Buranelo Egea
Avaliadora interna
IF Goiano/Rio Verde

Dr. Rogério Favareto
Avaliador interno
IF Goiano/Rio Verde

Dra. Clarice Aparecida Megguer
Avaliadora externa
IF Goiano/Morrinhos

Dra. Geovana Rocha Plácido
Presidente da banca
IF Goiano/Rio Verde

Documento assinado eletronicamente por:

- Rogério Favareto, PROFESSOR ENS **BÁSICO** TECN **TECNOLÓGICO**, em 02/03/2021 23:22:34.
- Mariana Buranelo Egea, **PROFESSOR ENS BÁSICO** TECN **TECNOLÓGICO**, em 02/03/2021 20:32:10.
- Clarice Aparecida Megguer, **PROFESSOR ENS BÁSICO** TECN **TECNOLÓGICO**, em 02/03/2021 20:17:51.
- **Geovana Rocha Plácido**, **PROFESSOR ENS BÁSICO** TECN **TECNOLÓGICO**, em 02/03/2021 19:00:23.

Este documento foi emitido pelo SUAP em 09/02/2021. Para comprovar sua autenticidade, faça a leitura do QRCode ao lado ou acesse <https://suap.ifgoiano.edu.br/autenticar-documento/> e forneça os dados abaixo:

Código Verificador: 238400
Código de Autenticação: 3f9c06c739



INSTITUTO FEDERAL GOIANO

C

campus Rio Verde Rodovia Sul Goiana, Km 01, Zona Rural, None, RIO VERDE / GO, CEP 75901-970
(64) 3620-5600

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por me conceder a oportunidade de investir nos estudos e assim buscar oportunidades mais justas na vida, além de me presentear com uma família maravilhosa que acredita em mim e me apoia em tudo.

Em especial, aos meus pais José Baldoino Nogueira Neto e Luzenita Martins Monteiro Baldoino, meu irmão Jeann Cássio Baldoino Monteiro e toda minha família (tios, primos), que estão no meu coração e em minhas orações, que me apoiaram durante toda minha vida e possibilitaram minha mudança de cidade e dedicação exclusiva aos estudos do Mestrado para terminar antes do previsto essa etapa da vida acadêmica. Essa conquista dedico a vocês, meus amados!

Agradeço também aos meus amigos e a tantas pessoas que sempre acreditaram no meu potencial, me deram apoio e me distraíram nos momentos mais difíceis dessa jornada, mesmo àquelas pessoas que surgiram no meio do processo e ainda assim tiveram sua contribuição para esse momento.

Agradeço aos meus colegas de mestrado, que foram muito unidos e com quem pude dividir as frustrações e os medos desse caminho. Fiz amigos fraternos durante o convívio.

Não poderia deixar de agradecer a todas as ajudas de estadia, alimentação e carinho que tive em Rio Verde e aos laços de amizade que conquistei nessa cidade. Não irei citar nomes para não correr o risco de esquecer alguém tão especial.

Ao IF Goiano, por disponibilizar estrutura e laboratórios para as pesquisas, além de ser referência na educação. Aos alunos que utilizam o laboratório de frutas e hortaliças, com os quais convivi, troquei conhecimentos e que me ajudaram demais nas análises e responsabilidades com os equipamentos e produtos ali disponíveis.

À minha orientadora e a todos os professores do Mestrado, sempre compartilhando conteúdos e experiências profissionais valiosas.

BIOGRAFIA DO AUTOR

Lilianne Baldoino Monteiro, é filha de Luzenita Martins Monteiro Baldoino e José Baldoino Nogueira Neto. Nasceu em 07/06/1993 e foi criada na cidade de Fazenda Nova – Goiás, sempre estudou nos colégios da própria cidade, a maioria particulares, e o ensino médio em escola pública. Fez a faculdade de Tecnologia de Alimentos na FMB, na cidade de São Luis de Montes Belos, 80 km de distância da sua moradia, com bolsa integral do Prouni durante todo o curso. Fez a pós-graduação em Gestão da Qualidade e Produtividade em Alimentos na mesma instituição da graduação, no ano seguinte à sua formação.

Após esses anos de dedicação exclusiva aos estudos, ingressou na função de Agente Local de Inovação pelo Sebrae – Goiás. Após 30 meses no Sebrae, se tornou professora regente pelo Pronatec em um curso de curta duração no município de Fazenda Nova.

Depois dessas experiências aleatórias em outras áreas de conhecimento, resolveu se dedicar novamente aos estudos, escolhendo então buscar a titulação de Mestre. Para isso, mudou-se para a cidade de Rio Verde - Goiás, onde residiu por um ano até cursar todas as disciplinas e completar os créditos do mestrado e dar início à sua pesquisa de tese. Após isso, retornou a casa, mas continuou indo periodicamente a Rio Verde para finalizar sua pesquisa. Mesmo passando por uma pandemia mundial da coronavírus, as análises que já estavam encaminhadas deram os resultados necessários para a conclusão da pesquisa.

RESUMO

MONTEIRO, LILIANNE BALDOINO. Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde – GO, abril de 2021. **Filme com potencial ativo elaborado com mesocarpo de pequi e incorporado com extrato de própolis.** Orientadora: Profa. Doutora Geovana Rocha Plácido. Co-orientador: Prof. Doutor Marco Antônio Pereira da Silva.

O presente estudo surgiu da necessidade de encontrar soluções alternativas para diminuir o impacto da alta quantidade de resíduos plásticos descartados no meio ambiente, podendo utilizar como matéria-prima principal um produto de descarte, a casca do pequi, e assim evidenciar as riquezas do cerrado em suas inúmeras aplicabilidades, além de ser um material que se degrada facilmente no meio ambiente, o que permite dizer que é uma embalagem desenvolvida pensando também no futuro da nação, que gera uma maior quantidade de resíduos. Além do mesocarpo do pequi, o filme produzido é incorporado de extrato etanólico de própolis, o que fortalece o material produzido. O filme tem a função de embalar alimentos, garantindo proteção contra microrganismos e mantendo por mais tempo suas características sensoriais originais. Sendo assim, o objetivo da produção e caracterização das embalagens bioativas é servir como parâmetro para novas formas de produzir plásticos, com a determinação das características qualitativas em relação às análises físico-químicas, mecânicas, propriedades térmicas, de barreira e biodegradabilidade. Em todos os resultados obtidos, foram feitas comparações qualitativas do filme 1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de própolis) com o filme 2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de própolis), que apresentaram características muito semelhantes quanto a todos os aspectos observados, visto utilizarem em sua composição as mesmas matérias-primas, modificando apenas a quantidade aplicada de cada componente da formulação. Em linhas gerais, os biofilmes 1 e 2 produzidos pelo mesocarpo de pequi e acrescidos de própolis apresentaram boas características quanto à manuseabilidade, uniformidade e ausência de bolhas, porém com

alta higroscopicidade e permeabilidade ao vapor de água, limitando sua utilização a produtos com baixa umidade. A coloração dos filmes de pectina do mesocarpo do pequi apresentou-se escura, o que pode favorecer a embalagem de alimentos sensíveis à luz e, assim, conservar suas características por mais tempo. Quanto à biodegradabilidade, o filme aplicado ao solo desapareceu em menos de 48 h, fator positivo no quesito diminuição do impacto do descarte de resíduos.

Palavras- chave: *Caryocar brasiliense* Camb. Biofilme. Pectina. Reaproveitamento

ABSTRACT

MONTEIRO, LILIANNE BALDOINO. Instituto Federal Goiano (Goiano Federal Institute), Rio Verde Campus, Goiás State (GO), Brazil, April 2021. **Film with active potential made with pequi mesocarp and incorporated with propolis extract.** Advisor: Prof. Dr Plácido, Geovana Rocha. Co-advisor: Prof. Dr Silva, Marco Antônio Pereira da.

This study came from the need to find alternative solutions to reduce the impact of the high amount of plastic waste discarded in the environment. The pequi peel, which is a disposal product, can be used as the main raw material for packaging, which, besides to being a material easily degradable in the environment, is a packaging developed with the future of the nation in mind, which generates a large amount of waste. Pequi is abundant in the Cerrado (Brazilian Savannah), so, it is possible to highlight the richness of this biome in its many applications. In addition to the pequi mesocarp, the film produced is incorporated with ethanolic extract of propolis, which strengthens the material produced. The film is suitable to packaging food, guaranteeing protection against microorganisms, maintaining its original sensory characteristics for a longer time. Therefore, the production and characterization of bioactive packaging aim to serve as parameters for new ways to produce plastics, determining the qualitative characteristics by analysis of physicalchemical, mechanical, thermal, barrier, and biodegradability properties. In all results obtained, qualitative comparisons carried out about film 1 (1.9% pectin, 0.57% glycerol, and 0.3% propolis) and film 2 (1.6% pectin, 0, 7% glycerol, and 0.6% propolis) showed similar characteristics in all aspects, since they have the same raw materials in their composition, modifying only the applied amount of each formulation component. In general, biofilms 1 and 2 produced with the pequi mesocarp and propolis showed good characteristics related to handling, uniformity, and absence of bubbles, but with high hygroscopicity and water vapor permeability, limiting their use in products with low

humidity. The coloring of the pectin films of the pequi mesocarp showed dark, which may favor packaging food sensitive to light and thus being able to retain its characteristics for a longer time. As for biodegradability, the film applied to the soil disappeared in less than 48 h, a positive factor in terms of reducing the impact of waste disposal.

Keywords: *Caryocar brasiliense* Camb. Biofilm. Pectin. Reuse.

LISTA DE TABELAS

	Página
Tabela 1	Parâmetros reológicos do modelo de Newton e Lei da Potência nas temperaturas de 25°C e 40°C da solução Filmogênica F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis) 32
Tabela 2	Resultado das médias \pm desvio padrão dos resultados de cor para F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e para F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis) 33
Tabela 3	Valores da opacidade dos filmes. Médias \pm desvio padrão dos resultados de opacidade para F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e para F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis) 34
Tabela 4	Valores da solubilidade em água, umidade em base úmida (bu), gramatura e espessura dos filmes analisados. Médias \pm desvio padrão dos resultados de solubilidade para F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e para F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis) 35
Tabela 5	Valores da Permeabilidade dos filmes em duas formulações. Médias \pm desvio padrão da permeabilidade ao vapor de água (PVA) de F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e de F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis) 37
Tabela 6	Média \pm desvio padrão dos resultados de Tensão Máximo (Mpa), Tensão na Ruptura (Mpa), Elongação (%), Módulo de Elasticidade 38

(Mpa) do filme F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e do filme F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis)

LISTA DE FIGURAS

		Página
Figura 1	Tratamento da mistura do solo para realização da análise de biodegradabilidade. A: Recipientes com massa de mistura de solo com baixo teor de argila, areia e esterco bovino; B: Peso da amostra úmida; C: condicionamento em estufa a 25 °C.....	28
Figura 2	Curva de fluxo tensão de cisalhamento x taxa de deformação de F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e de F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis) a 25 °C e 40 °C.....	30
Figura 3	Viscosidade x Taxa de deformação de F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e de F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis) a 25°C e 40 °C	31
Figura 4	Análise termogravimétrica do filme F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e do filme F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis)	40
Figura 5	Imagem do espectro do filme F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e do filme F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis)	41
Figura 6	Microestrutura transversal da Formulação F1: a) com aumento de 2500x; b) com aumento de 1000x; e c) com aumento de 500x.....	42
Figura 7	Microestrutura transversal da Formulação F2: a) com aumento de 2500x; b) com aumento de 1000x; e c) com aumento de 500x	43

Figura 8	Microestrutura de superfície da formulação F1: a) com aumento de 10000x; b) com aumento de 5000x; c) com aumento de 2500x; e d) com aumento de 1000x	43
Figura 9	Microestrutura de superfície da formulação F2: a) com aumento de 10000x; b) com aumento de 5000x; c) com aumento de 2500x; e d) com aumento de 1000x	44
Figura 10	Imagem do filme F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e do filme F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis), em contato com as cepas de bactérias para observação da atividade antimicrobiana	45
Figura 11	Análise de biodegradabilidade do filme 1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de própolis) em solo previamente tratado, realizada o monitoramento de 12 em 12 h	46
Figura 12	Análise de biodegradabilidade do filme 2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de própolis) em solo previamente tratado, realizada o monitoramento de 12 em 12 h	47

LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS, ABREVIACÕES E UNIDADES

AT	⇒	Acidez titulável
A _w	⇒	Atividade de água
DSC	⇒	Elongamento até a ruptura
E	⇒	Elongamento até a ruptura
FT-IR	⇒	Espectrofotometria por infravermelho
ME	⇒	Módulo de elasticidade
MEV	⇒	Microscopia eletrônica de varredura
Mpa	⇒	Mega Pascal – Unidade de medida
MY	⇒	Módulo Young
Pa	⇒	Pascal – Unidade de medida
PMP	⇒	Pectina do mesocarpo do pequi
PVA	⇒	Permeabilidade ao vapor de água
RS	⇒	Resistência à tração
SST	⇒	Sólidos solúveis totais
TS	⇒	Tensão Máxima

SUMÁRIO

	Página
1	INTRODUÇÃO 1
2	REVISÃO DE LITERATURA..... 3
2.1	Embalagens convencionais para Alimentos 3
2.2	Biodiversidade do cerrado e características do pequi..... 4
2.3	Caracterização de biofilmes..... 5
2.4	Pectinas: características e funções 7
2.5	Metoxilação e reticulação..... 8
2.6	Biodegradabilidade das embalagens bioativas..... 8
2.7	Propriedades bioativas do própolis..... 9
2.8	Objetivos..... 11
2.9	Referências 12
3	CAPÍTULO I..... 16
3.1	Introdução 17
3.2	Material e métodos 19
3.2.1	Extração da pectina..... 19
3.2.2	Preparo do extrato etanólico de própolis 20
3.2.3	Preparo da solução filmogênica..... 20
3.2.4	Comportamento reológico da solução filmogênica – curvas de escoamento. ...21
3.2.5	Análise de cor e opacidade 21
3.2.6	Solubilidade em água..... 22
3.2.7	Umidade e gramatura..... 23
3.2.8	Espessura dos filmes..... 24
3.2.9	Permeabilidade ao vapor de água 24
3.2.10	Propriedades mecânicas..... 25

3.2.11	Análises térmicas – análise termogravimétrica	26
3.2.12	Espectroscopia em infravermelho.....	26
3.2.13	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	26
3.2.14	Atividade antimicrobiana – capacidade em filmes.....	27
3.2.15	Biodegradabilidade	27
3.2.16	Análise estatística	29
3.3	Resultados e discussão.....	29
3.3.1	Rendimento da pectina	29
3.3.2	Comportamento reológico	30
3.3.3	Análise de cor e opacidade	33
3.3.4	Solubilidade em água, umidade, gramatura e espessura dos filmes.....	35
3.3.5	Permeabilidade ao vapor de água	37
3.3.6	Propriedades mecânicas.....	38
3.3.7	Análise termogravimétrica (PPA/TG)	40
3.3.8	Espectroscopia em infravermelho.....	41
3.3.9	Microestrutura eletrônica de varredura (MEV)	42
3.3.10	Atividade antimicrobiana.....	44
3.3.11	Biodegradabilidade.....	45
3.4	Conclusão	47
3.5	Referências	48

1 INTRODUÇÃO

O pequi (*Caryocar brasiliense* Camb) é um fruto rico em proteínas, lipídios, vitaminas e sais minerais, sendo constituído por fruto (amêndoa – reaproveitada para fins alimentares depois do processamento, e polpa – parte comestível após cozimento) e casca (formada pelo epicarpo e mesocarpo, não utilizados para consumo). Além de se perceber o desperdício de um subproduto, a casca do pequi tem um alto potencial de industrialização, mas pode se tornar um problema, pois não há de fato formas corretas de descarte para esse resíduo. A farinha do mesocarpo do pequi (casca) é rica nutricionalmente em fibra alimentar total, carboidratos, cinzas, magnésio, cálcio, manganês e cobre, o que é de grande interesse para a indústria de alimentos e de embalagens (SOARES JÚNIOR *et al.*, 2010).

A eliminação dos resíduos oriundos do beneficiamento de frutos como o pequi acontece de forma espontânea, sendo retirado o comum para uso e jogado fora o restante. Mas é possível tornar o produto como um todo mais interessante, tanto para o produtor, quanto para a indústria, pelo aproveitamento das cascas descartadas, contribuindo com a redução do descarte inadequado em lixões e terrenos baldios. Do ponto de vista ambiental, esta ação reduziria significativamente os resíduos descartados. A casca do pequi é formada pelo epicarpo e mesocarpo, representa cerca de 80% do peso do fruto e tem alto teor de fibras alimentares, que não são consumidas. Toda essa parte dá origem à pectina, que está presente na casca e pode ser extraída, mas que na maioria das vezes está sendo descartada nos centros urbanos, causando poluição ambiental (MORAES *et al.*, 2017).

A pectina é uma matriz polimérica que pode ser utilizada para produzir embalagens em razão de suas características formadoras de filme, baixo custo, facilidade de manuseio e disponibilidade, visto poder ser extraída de diversas fontes alimentares. Além dessas características, a pectina é uma fonte renovável e totalmente biodegradável no solo e na água, o que é uma grande vantagem do ponto de vista ambiental no contexto

da preservação da natureza (JIMÉNEZ *et al.*, 2012).

Nesse contexto, surgem os biofilmes, que são uma alternativa para aumentar a vida útil de frutas e hortaliças, pela modificação da atmosfera entre o alimento e o meio. Além de serem atóxicos, os biofilmes preservam a qualidade, retardando a deterioração, reduzindo a velocidade do escurecimento enzimático, uma vez que regulam suas atividades metabólicas, melhorando a aparência do fruto armazenado, conferindo brilho como fator atraente para o consumidor. É uma solução cabível para assegurar a qualidade do produto embalado, conservando suas características *in natura* (AMARIZ *et al.*, 2010).

O desenvolvimento das embalagens bioativas contendo compostos ativos que possam atuar como antioxidante e antimicrobiano natural é uma estratégia interessante para a indústria de alimentos. Existem vários ingredientes naturais que podem ser adicionados aos biofilmes, tais como óleos essenciais e extrato de laranja, que têm como objetivo fortalecer as características dos biofilmes e conferir funções como a antimicrobiana e intensificar suas propriedades (HAFSA *et al.*, 2016).

Outro ingrediente natural apontado como possibilidade para desempenhar uma característica de embalagem bioativa é a própolis, que consiste em uma mistura de substâncias utilizadas pelas abelhas na defesa da colmeia. Essa proteção consiste no preenchimento de cavidades nas paredes da colmeia, diminuindo a entrada em dias frios, mumificando os invasores existentes, evitando, assim, sua decomposição (ZABAIUO *et al.*, 2017).

Diante da base teórica exposta, foram desenvolvidas embalagens bioativas a partir da pectina extraída do mesocarpo do pequi, com a incorporação de extrato de própolis, a fim de obter embalagens com características importantes do ponto de vista microbiológico e biodegradável, além de determinar sua composição e caracterização, possibilitando a realização de comparações qualitativas entre as duas formulações produzidas.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Embalagens convencionais para alimentos

As embalagens alimentícias têm como principal função manter a qualidade e a segurança dos alimentos, desde o armazenamento até o consumo, a fim de prolongar a vida útil desses produtos e impedir seu contato com fatores desfavoráveis como microrganismos, contaminantes químicos, oxigênio, umidade e luz (RHIM.; PARK; HA, 2013).

A utilização e a consolidação de materiais plásticos como embalagens de alimentos mostram indiscutíveis vantagens em relação a outros tipos de materiais, o que justifica seu uso soberano. O volume descartado de embalagens plásticas pós-consumo no ambiente sem destinação racional tem preocupado a sociedade quanto à implementação e adequabilidade de intervenções, notadamente nos aspectos social, econômico e sanitário-ambiental, sem deixar de ponderar seu excelente desempenho e vantagens como embalagens de alimentos (JORGE, 2013).

Um fator considerável a ser analisado é o crescimento populacional e econômico mundial, que tem como consequência o aumento na geração de lixo urbano. Dados estatísticos mostram que, somente no Brasil, 240 a 300 mil toneladas de resíduos sólidos urbanos são produzidas diariamente, sendo, em grande parte, destinados a aterros sanitários ou descartados no meio ambiente. Desse total, cerca de 30-40% são de resíduos sólidos atribuídos a materiais plásticos usados como embalagens, causando o descarte incorreto desses materiais elevado impacto ambiental, pois a maioria não é biodegradável e não tem destinação coerente para fins de tratamento de lixo (DAS; TIWARI, 2018).

Além disso, no processo de reciclagem, são consumidas grandes quantidades de energia térmica. No futuro, esses danos tendem a aumentar, visto que o mercado de embalagens apresenta perspectivas de crescimento como consequência do aumento populacional em razão da busca por praticidade e segurança alimentar por parte dos

consumidores. Estima-se que no ano de 2030 haverá mais de 8,5 bilhões de pessoas no mundo, e o aumento da população é proporcional à geração de lixo (ONU, 2017).

Segundo a Associação Brasileira de Embalagens (ABRE, 2014), existem diversos tipos de embalagens que atendem a diversas funcionalidades, de acordo com o que se deseja para cada produto. Os plásticos mais utilizados e produzidos são polietileno, polipropileno, poliestireno, poli (tereftalato de etileno) e poli (cloreto de vinila). Quando descartados, a maior parte destes resíduos é encaminhada para aterros a céu aberto. Estes materiais são de difícil degradação após descarte, sendo que alguns levam mais de 100 anos para sua total degradação, gerando um grande impacto ambiental.

Cada embalagem tem sua função e, de acordo com a utilização, as embalagens são classificadas em primárias, secundárias e terciárias. As embalagens primárias estão em contato direto com o produto. As secundárias têm a função de agrupar, para facilitar a manipulação e a apresentação, exercendo a função de proteger a embalagem primária em seu interior, evitando choques e vibrações excessivas. Já as embalagens terciárias protegem a mercadoria durante as fases do transporte e assim por diante. Isso torna crescente a quantidade de resíduo sólidos referentes às embalagens, tanto para o contato direto com os alimentos, quanto para a destinação final do lixo produzido após o uso (CORTEZ, 2019).

Atualmente, está havendo um grande interesse por diversas pesquisas que procuram aperfeiçoar a elaboração de materiais biodegradáveis de fontes renováveis diversas e desenvolver embalagens biodegradáveis, procurando manter e/ou melhorar a qualidade de alimentos embalados, além de reduzir o impacto causado ao ambiente pelo descarte de embalagens convencionais, o que demonstra comprometimento com o planeta (LANDIM *et al.*, 2016).

2.2 Biodiversidade do cerrado e características do pequi

Considerado um *hotspot*, o Cerrado apresenta grande abundância de espécies endêmicas e sofre uma excepcional perda de habitat em razão de inúmeros fatores ambientais, como queimadas, desmatamento, exploração da terra para a pecuária e grandes mudanças de temperatura por fatores climáticos mundiais. Do ponto de vista da diversidade biológica, o Cerrado brasileiro é reconhecido como a savana mais rica do

mundo, abrigando 11.627 espécies de plantas nativas já catalogadas (MACHADO *et al.*, 2016).

Além dos aspectos ambientais, o Cerrado tem grande importância social. Muitas populações sobrevivem de seus recursos naturais, incluindo etnias indígenas, raizeiros, ribeirinhos, babaçueiras, vazanteiros e comunidades quilombolas que, juntas, fazem parte do patrimônio histórico e cultural brasileiro, e detêm um conhecimento tradicional de sua biodiversidade. Mais de 220 espécies de plantas nativas têm uso medicinal e mais 416 espécies podem ser usadas na recuperação de solos degradados como barreiras contra o vento, proteção contra a erosão, ou para criar habitat de predadores naturais de pragas. Todo esse conhecimento das espécies é algo das comunidades locais, passado de geração em geração (BRASIL, 2019).

Em se tratando de uma das espécies mais conhecidas na região, segundo a visão de Nascimento (2018), o uso tradicional do pequi vai além da alimentação, pois pode ser usado com propósitos medicinais, na prevenção e tratamento de várias doenças, por apresentar ação antioxidante associada a seus princípios ativos. Sua polpa e a amêndoa têm quantidades expressivas de ácidos graxos, carotenoides, compostos fenólicos e vitaminas, potenciais antioxidantes. Na época de colheita, a comercialização movimenta grande parte da economia na região do cerrado, rendendo lucro. Estudos da caracterização química do pequi evidenciam que tanto a polpa, quanto a amêndoa do pequi são ricas em lipídios, ácidos graxos insaturados e ácidos graxos saturados.

Dentro do contexto da amplitude do uso das espécies nativas, Gomes *et al.* (2018) observaram que as plantas e os frutos do Cerrado têm sido foco de estudos para uso como medicamentos, visto serem utilizadas popularmente como plantas medicinais. Análises do pequi mostram sua importância farmacológica para a população que utiliza esta planta na medicina popular. O óleo do pequi já teve sua capacidade alimentar e curativa comprovada por diversos estudos e por ocorrerem inúmeros efeitos terapêuticos ele se torna alvo de grandes pesquisas e experimentações pela riqueza de seus nutrientes e possíveis ações farmacológicas e industriais de um modo geral, estando seu interesse em diversas áreas de produção.

2.3 Caracterização de biofilmes

Os filmes biodegradáveis são uma tecnologia inovadora que permite que o

produto e seu ambiente interajam para prolongar a vida útil de um produto e/ou para garantir a segurança microbiana, mantendo a qualidade do alimento embalado dentro dos padrões aceitáveis. Eles são produzidos a partir de diversos materiais biológicos, agindo como barreira a elementos externos, protegendo o produto embalado de danos físicos e biológicos, aumentando, assim, a vida útil do alimento. O desenvolvimento destes biofilmes tem avançado consideravelmente devido ao interesse por alimentos de alta qualidade, à preocupação ambiental e às oportunidades para criar mercados para as matérias-primas formadoras de filme, derivadas de produtos agrícolas, normalmente sobras que seriam descartadas com inúteis (REIS *et al.*, 2011).

O uso dos filmes biodegradáveis como embalagem depende de várias características como suas propriedades funcionais, mecânicas de resistência e flexibilidade, ópticas de cor e opacidade, de barreira de permeabilidades ao vapor de água, ao oxigênio (O₂) e ao gás carbônico (CO₂), solubilidade em água e sensoriais. Essas propriedades dependem do biopolímero usado, das condições de fabricação e das condições ambientais importantes em razão da natureza higroscópica dos biopolímeros e do plastificante usados (TEIXEIRA; PERON, 2013).

Como exemplo de fator importante, temos os valores de permeabilidade ao vapor de água, que são essenciais para definir as possíveis aplicações dos filmes no setor de embalagens. Outra característica importante a ser avaliada nos filmes biodegradáveis são suas propriedades ópticas, parâmetros importantes em relação ao acondicionamento de produtos e à sua aparência para o consumidor final (PAGNO *et al.*, 2015).

Já pela visão de Vicentino *et al.* (2011), a solubilidade dos filmes é uma propriedade importante para a aplicação da película, pois essas aplicações exigem insolubilidade em água para aumentar a integridade do produto. Em alguns casos, como no revestimento de alguns alimentos, principalmente os mais suscetíveis à deterioração, a solubilização em água antes do consumo do produto pode ser benéfica.

Por outro lado, em se tratando das substituições de produtos na indústria de alimentos, a demanda por antioxidantes naturais também tem recebido atenção especial de pesquisadores de todo o mundo. Devido à natureza carcinogênica de alguns antioxidantes sintéticos, as preferências dos consumidores passaram de antioxidantes sintéticos para naturais, mesmo fato que motiva a busca por embalagens feitas de matéria-prima natural. Os antioxidantes sintéticos são usados rotineiramente na indústria de alimentos, principalmente em alimentos que contêm óleos e gorduras, para proteger contra a oxidação de lipídios (REIS *et al.*, 2017).

Os filmes biodegradáveis são produzidos a partir de polímeros naturais. Entre os biopolímeros utilizados para a fabricação de embalagens, estão os polissacarídeos, tais como pectina, alginato, amido, quitosana e celulose. O material a ser utilizado é escolhido de acordo com suas características e depende do tipo de alimento a ser recoberto para preservar ao máximo todas as características naturais do produto (ANDRADE-MOLINA *et al.*, 2013).

2.4 Pectinas: características e funções

A pectina compreende os ácidos pectínicos solúveis na água, com grau de esterificação (metoxilação) variado, capazes de formar gel em condições especiais. A pectina é encontrada em frutas em quantidades variáveis, conforme o tipo de fruta e o estágio de maturação. Sendo assim, o uso dos resíduos provenientes do processamento de frutas é de grande interesse para a indústria e para o desenvolvimento de novos produtos, contribuindo para a reutilização de resíduos de processos agroindustriais. Além de serem fonte natural de compostos antioxidantes, antimicrobianos, aromatizantes, corantes e texturizantes, também são fontes de pectina e fibra alimentar (PETROWICZ, 2017).

Para uso alimentar, as pectinas são classificadas de alta metoxilação, com 60% a 90% de grupos carboxílicos esterificados, e de baixa metoxilação, com 5% a 50% de esterificação. Pectinas com muitos grupos metílicos podem formar geleia na presença de quantidade alta de açúcar e acidez. Já as pectinas com poucos grupos metoxílicos podem formar geleia na ausência de açúcar, porém na presença de certos íons metálicos como o cálcio. Por isso, devem-se distinguir as pectinas altamente metoxiladas das pectinas com teor metoxílico baixo. O mecanismo de geleificação é complexo e controlado pelos seguintes parâmetros: temperatura, qualidade da pectina, pH, açúcar e outros solutos e íons de cálcio (DAMODARAN, 2018).

As pectinas compreendem o grupo dos polissacarídeos presentes na parede celular, participando, além de sua função estrutural, de várias outras funções, como o crescimento e desenvolvimento vegetal. As pectinas também estão envolvidas em vários processos, como os relacionados à sinalização e à expansão celular. Do ponto de vista estrutural, as pectinas correspondem a uma família de polissacarídeos ácidos, formados por unidades de ácido galacturônico (OCHOA-VILLARREAL *et al.* 2012).

2.5 Metoxilação e reticulação

A formação de zonas de junção de uma rede de cadeias poliméricas com solução aquosa de moléculas de soluto é favorecida pela presença de alta concentração (~65%, pelo menos 55%) de açúcar, que compete com as moléculas de pectina pelas moléculas de água, reduzindo a hidratação das cadeias, permitindo que elas interajam umas com as outras. O mesmo modelo geral de “caixa de ovo”, usado para descrever a formação de géis de alginato de cálcio, é usado para explicar a geleificação de soluções de pectinas LM (padrão e amidadas), produzidas pela adição de íons de cálcio. Como não necessita de açúcar para a geleificação, a pectina LM é usada na confecção de geleias e marmeladas com baixo teor de açúcar (DAMODARAN, 2018).

A eficácia do plastificante está associada às suas propriedades intrínsecas: tamanho molecular, formato, número de grupos hidroxila, espaçamento de átomos de oxigênio, capacidade de ligação à água, entre outros. A compatibilidade do plastificante com o biopolímero influencia na distribuição e formação da estrutura tridimensional do filme, pois sua adição melhora a maleabilidade do biofilme criado. O aumento do plastificante glicerol promove o aumento da permeabilidade aos gases em filmes hidrofílicos, pois este aditivo se liga às moléculas do biopolímero, aumentando a mobilidade e diminuindo a densidade entre suas moléculas, facilitando a passagem dos gases através do material (SABERI *et al.*, 2017).

Para que as propriedades mecânicas dos filmes sejam melhoradas, é necessário um processo de reticulação das cadeias de pectina, que pode ser conduzido basicamente por dois métodos: os íons podem ser adicionados diretamente à solução filmogênica com posterior secagem em um molde ou podem ser aplicados à superfície de um filme já formado (BIERHALZ, 2010).

2.6 Biodegradabilidade das embalagens bioativas

Os materiais plásticos podem ser classificados em quatro tipos: plástico convencional, plástico biodegradável de origem não renovável e aqueles de base bio (matéria-prima renovável), considerados não biodegradáveis e biodegradáveis. O processo de biodegradação consiste na modificação física ou química de um material pela ação de microrganismos (principalmente fungos e bactérias), influenciada pelo calor,

umidade, radiação e nutrientes. A ação combinada dos microrganismos promove no final uma degradação completa, que pode variar no tempo e na velocidade da atividade, a depender do tipo de material utilizado na composição dos filmes (GÓMEZ; MICHEL JR, 2013).

A norma brasileira para avaliação da biodegradação e compostagem de embalagens plásticas degradáveis e/ou de fontes renováveis é a ABNT NBR 15448 (2008), baseada na norma europeia EN 13432 (2000).

2.7 Propriedades bioativas do própolis

As abelhas recolhem resinas de botões, exsudatos e outras partes das plantas, misturam-nas com suas próprias enzimas salivares e cera de abelha, criando a própolis. Os diferentes continentes, regiões e espécies de plantas utilizadas na produção da própolis diferenciam sua composição. Embora a própolis tenha uma composição química diferente, ela tem atividade antibacteriana, antifúngica, antiviral, antiparasitária, antiinflamatória, antiproliferativa e antioxidante. A própolis é um artigo de luxo e serve para a proteção (FRANCHIN *et al.*, 2016).

A própolis tem natureza pegajosa, não podendo, portanto, ser utilizada em sua forma bruta. Por isso, muitas vezes é purificada por extração com solventes como o álcool etílico em diferentes concentrações, sendo destinado a preservar os compostos fenólicos, pois o método de extração também pode afetar sua atividade biológica. Também tem propriedade antisséptica, adstringente, espasmolítica e anestésica, sendo sua lista de preparações e uso quase infinita (ALENCAR *et al.*, 2013).

Nos últimos anos, o preço do quilo da própolis brasileira bruta sofreu aumento de mais de 50% no mercado internacional e o preço da própolis vermelha foi cinco vezes maior que os demais tipos de própolis. O aumento dos estudos e dos testes realizados com essa matéria-prima, além de sua valorização no mercado, se deve ao uso para elaboração de cosméticos, antissépticos e cremes dentais, bem como na indústria de alimentos e bebidas (FREIRES; DE ALENCAR; ROSALEN, 2016).

O Brasil é o país líder em pesquisas com produtos de abelhas, incluindo a própolis. No país, existem muitos tipos de própolis que se distinguem por sua origem botânica. Um dos tipos mais comuns de própolis brasileira, conhecida como vermelha, tem como fonte vegetal primária a *Dalbergia ecastophyllum*. São observados o efeito do

tempo de coleta da própolis, sua composição química e atividade antibacteriana, bem como a variabilidade sazonal entre a concentração de vestitol, neovestitol e isoliquiritigenina. O maior teor desses ingredientes e a atividade antibacteriana foram registrados durante a estação chuvosa, no período de janeiro a maio (BUENO-SILVA *et al.*, 2017).

A própolis e alguns dos componentes cinâmicos e flavonoides são capazes de desestabilizar a membrana citoplasmática, afetar a função de barreira e inibir a motilidade bacteriana, o que contribui ainda mais para seu efeito antimicrobiano. Os antioxidantes presentes na própolis previnem danos teciduais e impedem a perturbação e a perda da funcionalidade das enzimas e membranas biológicas, sequestrando radicais livres que, de outra maneira, poderiam induzir a oxidação de lipídios, proteínas e DNA, fato que pode ajudar a prolongar a vida útil dos alimentos (CASTRO *et al.*, 2014).

Em termos de atividade antibacteriana, o conteúdo de substâncias como flavonoides e compostos fenólicos ganha destaque. Os flavonoides (flavonas, flavonóis, flavononas), fenólicos e aromáticos são os constituintes com ação farmacológica mais importante da própolis. Os flavonoides têm amplo espectro de propriedades biológicas tais como ação antibacteriana, antiviral e anti-inflamatória. Em regiões tropicais, o teor de flavonoides é utilizado como critério de avaliação da qualidade da própolis, por isso toda sua composição depende muito da origem geográfica de extração da própolis (HUANG, 2014).

A própolis crua não pode ser usada diretamente no tratamento. Primeiramente, ela deve ser extraída para dissolver e liberar os ingredientes mais ativos. Os solventes mais utilizados e usados como extratantes são etanol, metanol, água, hexano, acetona, diclorometano e clorofórmio. Os extratos contêm concentração de aproximadamente 70% de própolis. No entanto, dependendo do solvente usado, são encontradas diferentes atividades biológicas (INUI *et al.*, 2014).

A aplicação de ingredientes derivados de fontes naturais na indústria de alimentos, adicionados como conservantes naturais, é uma nova tendência para redução de substâncias sintéticas e de aditivos alimentares, tanto para o produto alimentar, quanto para as embalagens produzidas para os alimentos (DICASTILLO *et al.*, 2016).

As pesquisas que relatam a incorporação de própolis para melhorar as propriedades de filmes e revestimentos ainda são limitadas nos registros literários. Bodini *et al.* (2013) investigaram as propriedades de filmes de gelatina incorporados a extratos etanólicos de própolis. Kechichian *et al.* (2010) estudaram vários ingredientes

microbianos, entre eles a própolis incorporada a filmes biodegradáveis à base de fécula de mandioca.

O extrato etanólico da própolis verde apresenta grande potencial para uso como composto bioativo, com propriedades antioxidantes no desenvolvimento de embalagens ativas produzidas a partir do amido de mandioca. A incorporação do extrato de própolis aos biofilmes de amido resultou em filmes homogêneos, que se refletem na compatibilidade dos compostos presentes na própolis extraída com amido de mandioca. Os filmes mostraram diminuição na resistência mecânica e flexibilidade aprimoradas, que podem ser apreciadas pela indústria de embalagens (CUNHA *et al.*, 2020).

Em razão das inúmeras propriedades antibacterianas, antivirais, antifúngicas, antioxidantes, anti-inflamatórias, imunostimulantes, propriedades anticancerígenas e de os principais componentes serem geralmente reconhecidos como seguros para o consumo humano, além de os consumidores estarem em busca de produtos ecológicos, é que a própolis está ganhando popularidade como conservante natural para novas aplicações na indústria de alimentos, sendo adicionada a alimentos e bebidas como fonte de compostos bioativos para melhorar a saúde (LUIS-VILLAROYA *et al.*, 2015).

2.8 Objetivos

Constitui **Objetivo Geral** desenvolver filmes com potencial ativo com a pectina do mesocarpo externo do pequi e incorporar com extrato etanólico de própolis (EEP) para aproveitamento de resíduos e possibilitar a agregação de características intrínsecas que facilitem sua biodegradabilidade.

Os **Objetivos específicos** são:

- a) extrair pectina do mesocarpo do pequi e determinar seu rendimento;
- b) caracterizar os filmes quanto às propriedades físicas: solubilidade em água, análise da superfície dos filmes longitudinal e transversal por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), espessura dos filmes, cor, umidade e opacidade;
- c) determinar propriedades mecânicas: Modulo de Young, tração à ruptura, elasticidade;
- d) determinar as propriedades de barreira: permeabilidade ao vapor de água;
- e) caracterizar os filmes quanto à temperatura de transição vítrea;

- f) analisar o biofilme quanto à espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier;
- g) analisar a atividade microbiológica dos filmes com a própolis e definir o filme ideal para a aplicabilidade em alimentos embalados; e
- h) estimar a biodegradabilidade do filme feito de pectina do mesocarpo do pequi com extrato etanólico de própolis.

2.9 Referências

ABNT, NBR 15448-2. **Embalagens plásticas degradáveis e/ou renováveis–Parte 2: Biodegradação e compostagem–Requisitos e métodos de ensaio**. Rio de Janeiro, 2008.

ALENCAR, S. M.; KOO, H.; BUENO-SILVA, B.; IKEGAKI, M.; SILVA, G. V.; NAPIMOGA, M. H.; ROSALEN, P. L. Avaliação antiinflamatória e antimicrobiana de neovestitol e vestitol isolados da própolis vermelha brasileira. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 61, n.19, p.4546-4550, 2013.

AMARIZ, A.; DE LIMA, M. A. C.; DA TRINDADE, D. C. G.; DOS SANTOS, A. C. N.; RIBEIRO, T. P. Recobrimentos à base de carboximetilcelulose e dextrina em mangas' Tommy Atkins' armazenada sob refrigeração. **Ciência Rural**, v.40, n.10, 2010.

ANDRADE-MOLINA, T. P.; SHIRAI, M. A.; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F. Active biodegradable packaging for fresh pasta. **LWT-Food Science and Technology**, v.54, p. 25-29, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE EMBALAGENS (ABRE). **Estudo macroeconômico da embalagem**. São Paulo, 2014.

BIERHALZ, A. C. K. **Confecção e caracterização de biofilmes ativos à base de pectina BTM e pectina BTM/alginate reticulados com cálcio**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2010.

BODINI, R. B.; SOBRAL, P. J. A.; FAVARO-TRINDADE, C. S.; CARVALHO, R. A. Properties of gelatin-based films with added ethanol–propolis extract. **LWT- Food Science and Technology**, v.51, n.1, p.104-110, 2013.

BRASIL. MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. **Portal Eletrônico**. Brasília. Disponível em: <https://mma.gov.br/biomas/cerrado>. Acesso em: 29 set. 2019.

BUENO-SILVA, B.; MARSOLA, A.; IKEGAKI, M.; ALENCAR, S. M.; ROSALEN, P. L. O efeito das estações do ano na própolis vermelha brasileira e sua fonte botânica: composição química e atividade antibacteriana. **Pesquisa de produtos naturais**, v.31, n.11, p.1318-1324, 2017.

CASTRO, A. P. G.; PAUL, C. P. L.; DETIGER, S. E. L.; SMIT, T. H.; VAN ROYEN, B. J.; PIMENTA CLARO, J. C.; ALVES, J. L. Long-term creep behavior of the intervertebral disk: comparison between bioreactor data and numerical results. **Frontiers in bioengineering and biotechnology**, v.2, n.56, p.2014.

CORTEZ, A. T. C. Embalagens: o que fazer com elas. **Revista Geográfica de América Central**, v. 2, n.47E, p.1-15., 2011. Disponível em: <http://www.revistas.una.ac.cr/index.php/geografica/article/view/2568/2453>. Acesso em: 28 set. 2019.

CUNHA, G. F.; SOARES, J. C.; DE SOUSA, T. L.; BURANELO, M. **Cassava-Starch-Based Films Supplemented with Propolis Extract: Physical, Chemical, and Microstructure Characterization**. 2020.

DAMODARAN, S.; PARKIN, KIRK L. **Química de alimentos de Fennema**. Artmed Editora, 2018.

DAS, P.; TIWARI, P. Valorization of packaging plastic waste by slow pyrolysis. **Resources, Conservation & Recycling**, v.128, p.69-77, 2018.

DICASTILLO, C. L.; BUSTOS, A.; GUARDA, A.; GALOTTO, M. J. Cross-linked methyl cellulose films with murta fruit extract for antioxidant and antimicrobial active food packaging. **Food Hydrocolloids**, v.60, p.335-344, 2016.

FRANCHIN, M.; COLON, D. F.; CASTANHEIRA, F. V.; DA CUNHA, M. G.; BUENO-SILVA, B.; ALENCAR, S. M.; ROSALEN, P. L. Vestitol isolado da própolis vermelha brasileira inibe a migração de neutrófilos no processo inflamatório: elucidação do mecanismo de ação. **Journal of natural products** v.79, n.4, p.954-960, 2016.

FREIRES, I. A.; DE ALENCAR, S. M.; ROSALEN, P. L. Uma perspectiva farmacológica do uso da Própolis Vermelha Brasileira e seus compostos isolados contra doenças humanas. **Revista Europeia de química medicinal**, n.110, p.267-279, 2016.

GOMES, D. J.; SALES, D. S.; CAETANO, B. R. F.; DA SILVA, F. R. A.; PEDROZA, A. P.; CARVALHO, E. K. M. D. A. Possibilidades de uso de Caryocar brasiliense numa perspectiva farmacológica. **Sousa – PB - Brasil**, ISSN 2595-0045 v.2, n.1, p.13-20, jan – jun. 2018.

GÓMEZ, E. F.; MICHEL, J. R. F. C. Biodegradability of conventional and bio-based plastics and natural fiber composites during composting, anaerobic digestion and long-term soil incubation. **Polymer Degradation and Stability**, v.98, 2013.

HAFFSA, J.; ALI SMACH, M.; KHEDHER, M. R. B.; CHARFEDDINE, B.; LIMEM, K.; MAJDOUB, H.; ROUATBI, S. Propriedades físicas, antioxidantes e antimicrobianas de filmes de quitosana contendo óleo essencial de Eucalyptus globulus. **LWT-Food Science and Technology**, n.68, 356-364, 2016.

HUANG, N. E. H. Transformada de Hilbert-Huang e suas aplicações. **World Scientific**, v.16, 2014.

INUI, S.; HATANO, A.; YOSHINO, M.; HOSOYA, T.; SHIMAMURA, Y.;

MASUDA, S.; KUMAZAWA, S. Identification of the phenolic compounds contributing to antibacterial activity in ethanol extracts of Brazilian red propolis. **Natural product research**, v.28, n.16, p.1293-1296, 2014.

JIMÉNEZ, A.; FABRA, M. J.; TALENS, P.; CHIRALT, A. Effect of re-crystallization on tensile, optical and water vapour barrier properties of corn starch films containing fatty acids. **Food Hydrocolloids**, v.26, n.1, p.302-310, 2012.

JORGE, N. **Embalagens para alimentos**. São Paulo: Cultura Acadêmica, 2013.
KECHICHIAN, V.; DITCHFIELD, C.; VEIGA-SANTOS, P.; TADINI, C. C. Natural antimicrobial ingredients incorporated in biodegradable films based on cassava starch. **LWT-Food Science and Technology**, v.73, p.1088-1094, 2010.

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.

LUIS-VILLAROYA, A.; ESPINA, L.; GARCÍA-GONZALO, D.; BAYARRI, S.; PÉREZ, C.; PAGÁN, R. Bioactive properties of a propolis-based dietary supplement and its use in combination with mild heat for apple juice preservation. **International Journal of Food Microbiology**, v.2015, p.90-97, 2015.

MACHADO, R. B.; RAMOS NETO, M. B.; PEREIRA, P. G. P.; CALDAS, E. F.; GONÇALVES, D. A.; SANTOS, N. S.; TABOR, K.; STEININGER, M. Estimativa de perda da área do Cerrado brasileiro. Relatório técnico não publicado. **Conservação Internacional**, 25p., Brasília, DF, 2016.

MORAIS, M. J.; OLIVEIRA, M. S.; BARBOSA, E. G.; CRUZ, G. H. T. Caracterização da casca de pequi (*Caryocar Brasiliense* Camb.) para sua utilização como biomassa. **III Congresso de Ensino, Pesquisa e Extensão UEG**. Pirenópolis (GO), 2017.

NASCIMENTO, L. M. do. **Óleo de pequi: um nutracêutico com propriedades antioxidantes**: uma revisão de literatura. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Farmácia), Universidade de Brasília, Brasília, DF.2018.

OCHOA-VILLARREAL, M.; AISPURO-HERNÁNDEZ, E.; VARGAS-ARISPURO, I.; MARTÍNEZ-TÉLLEZ, M. Á. Polímeros de parede celular vegetal: função, estrutura e atividade biológica de seus derivados. **Polimerização**, nv.4, p.63-86, 2012.

ONU (ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS). ONU faz alerta sobre produção de resíduos na América Latina. **FONPLATA**, Banco de Desenvolvimento, Notícias, 2017. Disponível em: <https://www.fonplata.org/pt/noticias/17-12-2017/onu-faz-alerta-sobre-producao-de-residuos-na-america-latina>. Acesso em: 20 jul..2020.

PAGNO, C. H.; COSTA, T. M. H.; DE MENEZES, E. W.; BENVENUTTI, E. V.; HERTZ, P. F.; MATTE, C. R.; TOSATI, J. V.; MONTEIRO, A. R.; RIOS, A. O.; FLÔRES, S. H. Development of active biofilms of quinoa (*Chenopodium quinoa* W.) starch containing gold nanoparticles and evaluation of antimicrobial activity. **Food Chemistry**, v.173, p.755-762, 2015.

- PETROWICZ, MARCIN. Dynamiki w grach—definicje i wykorzystanie w analizie. *Teksty Drugie. Teoria literatury, krytyka, interpretacja*, n.3, p.178-191, 2017.
- REIS, L. C. B.; BARCELOS, A. D.; MACHADO, B. A. S.; DRUZIAN, J. A. Filme biodegradável incorporado com glicerol e aditivos naturais. *Cadernos de Prospecção*. Salvador/BA, v.4, n.4, p.23-32, abr. 2011.
- REIS, A. S.; DIEDRICH, C.; MOURA, C.; PEREIRA, D.; ALMEIDA, J. F.; SILVA, L. D.; PLATA-OVIEDO, M. S. V.; TAVARES, R. A. W.; CARPES, S. T. Physico-chemical characteristics of microencapsulated propolis co-product extract and its effect on storage stability of burger meat during storage at -15°C . *LWT-Food Science and Technology*, v.76, part B, p.306–313, 2017.
- 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.
- SABERI, B.; CHOCKCHAIWASDEE, S.; GOLDING, J. B.; SCARLETT, C. J.; STATHOPOULOS, C. E. Physical and mechanical properties of a new edible film made of pea starch and guar gum as affected by glycols, sugars and polyols. *International Journal of Biological Macromolecules*, v.104, p.345-359, 2017.
- SOARES JÚNIOR, M. S.; BASSINELLO, P. Z.; CALIARI, M.; REIS, R. C.; LACERDA, D. B. C. L.; KOAKUZU, S. N. Development and chemical characterization of flour obtained from mesocarpo of "pequiizeiro" fruit. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, v.30, n.4, p.949-954, 2010.
- TEIXEIRA, B. A.; PERON, C. L.; **Produção e caracterização de biofilme a base de amido, biossurfactante e celulose bacteriana**. Trabalho de conclusão de curso (Tecnólogo em Alimentos), Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa (PR), 2013.
- VICENTINO, S. L.; FLORIANO, P. A.; DRAGUNSKI, D. C.; CAETANO, J. Filmes de amidos de mandioca modificados para recobrimento e conservação de uvas. *Química Nova*, v.34, n.8, p.1309-1314. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422011000800003>, 2011.
- ZABAIU, N.; FOUACHE, A.; TROUSSON, A.; BARON, S.; ZELLAGUI, A.; LAHOUEL, M.; LOBACCARO, J. M. A. Propriedades biológicas dos extratos de própolis: algo novo de um produto antigo. *Chemistry and physics of lipids*, n.207, p.214-222, 2017.

3 CAPÍTULO I

Produção e caracterização de filmes ativos à base de pectina do mesocarpo do pequi incorporado de extrato etanólico de própolis

Resumo

O desenvolvimento de embalagens ativas biodegradáveis contendo extratos naturais derivados de plantas é uma estratégia considerada pela indústria de alimentos. Para o presente trabalho, foram feitas análises de comportamento reológico com curvas de escoamento, análise de cor e opacidade, solubilidade em água, umidade e gramatura, espessura dos filmes, permeabilidade ao vapor de água, propriedades mecânicas com análise termogravimétrica, espectroscopia em infravermelho, microestrutura eletrônica de varredura (MEV), atividade antimicrobiana e biodegradabilidade. Os filmes produzidos do mesocarpo do pequi incorporadas de própolis têm características biodegradáveis por utilizarem em sua formulação apenas matérias-primas que desaparecem no solo com facilidade, além de a matéria principal ser totalmente natural. Os resultados alcançados pelas análises feitas em diferentes perspectivas qualitativas mostraram que os filmes produzidos em duas formulações diferentes, filme 1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de própolis) e filme 2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de própolis), apresentam resultados favoráveis para serem aplicados posteriormente em alimentos. Com todas as características identificadas, pode-se afirmar que os biofilmes cumprem seu papel de criar barreira de proteção para o produto embalado, com ruptura necessária, e para o quesito cor, seu potencial está em proteger os alimentos sensíveis à luz para evitar perdas desnecessárias e não comprometer o produto embalado.

Palavras-chave: Análises. Biodegradáveis. Embalagens. Pequi.

CHAPTER I

Production and characterization of active films based on the pequi mesocarp pectin incorporated with ethanolic extract of propolis (EEP)

Abstract

The development of active biodegradable packaging containing natural plant-derived extracts is an appreciated strategy by the food industry. For this paper, rheological behavior analyzes were made, highlighting flow curves, color, opacity, water solubility, humidity, weight, film thickness, water vapor permeability, mechanical properties by thermogravimetric, spectroscopy in infrared, scanning electronic microstructure (SEM), antimicrobial activity, and biodegradability. The films produced from the pequi mesocarp and incorporated with propolis have biodegradable characteristics, as the main raw materials used in their formulation are easily disappear into the soil, besides being totally natural. Results obtained from the analyzes made in different qualitative perspectives showed that the films produced in two different formulations of film 1 (1.9% pectin, 0.57% glycerol, and 0.3% propolis) and film 2 (1.6% pectin, 0.7% glycerol, and 0.6% propolis) show favorable results to be applied later in food industry. With all the characteristics identified, it is possible to affirm that biofilms fulfill their role of creating a protective barrier for the packaged product, with the necessary rupture; regarding the color item, its potential lies in protecting light-sensitive foods to avoid losses unnecessary and do not compromise the packaged product.

Keywords: Analysis. Biodegradable. Packaging. Pequi.

3.1 Introdução

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

Os diversos tipos de biofilmes, extraídos de diferentes matérias-primas para

serem utilizados na fabricação de embalagens alimentícias, devem criar uma atmosfera protetora ao redor do produto, em todas as etapas, devendo melhorar a vida útil de alimentos perecíveis, agindo como uma barreira à umidade, gases e aroma, evitando danos mecânicos. Podem até mesmo ter propriedades antimicrobianas com a presença de óleos ou compostos essenciais (FALGUERA *et al.*, 2011).

Assim, desenvolver embalagens ativas biodegradáveis contendo extratos naturais derivados de plantas é uma estratégia considerada pela indústria de embalagens de alimentos com bastante interesse, pois a busca pelo prolongamento de um fruto com vida útil curta instiga estudos nesse sentido para aumentar sua vida de prateleira e melhorar os lucros do processo. Sobre o custo das embalagens biodegradáveis, ele é mais alto que o custo das embalagens tradicionais como as de polietileno. Porém o consumidor em geral está mais consciente quanto à sustentabilidade, optando muitas vezes por preços mais altos em favor da conservação do meio ambiente (COOPER, 2013).

Os filmes à base de polissacarídeos mostram características boas em propriedades de barreira mecânica e oxigênio, mas sua barreira ao vapor d'água e resistência à umidade são pobres pela natureza hidrofílica inerente a este amido. A solubilidade em água afeta a aplicabilidade do filme, pois os filmes a serem aplicados em superfícies de alimentos com elevada umidade devem ser insolúveis em água, para não haver troca de umidade entre o filme e o alimento embalado (GIANCONE *et al.*, 2011).

Os filmes biodegradáveis conferem proteção mecânica, previnem a deterioração oxidativa e microbiana, reduzem a troca de umidade, oxigênio, dióxido de carbono, aromas e possibilita a agregação de fatores sensoriais e nutricionais aos alimentos, permitindo estender sua vida de prateleira. Os filmes podem ser classificados em comestíveis e/ou biodegradáveis, dependendo dos constituintes utilizados para sua produção (SILVA, G. *et al.*, 2014; OLIVEIRA; SANTOS, 2015).

Na produção de embalagens biodegradáveis, é usado um plastificante para melhorar a flexibilidade, mas que também pode afetar a permeabilidade do vapor de água e gases, uma vez que é muito hidrofílico e higroscópico. O glicerol tem baixo peso molecular e tem a capacidade de alterar as interações entre as macromoléculas, que aumentam a mobilidade das cadeias poliméricas (CHIUMARELLI.; HUBINGER, 2014).

Como plastificante, o glicerol é o composto mais aplicado para melhorar as propriedades mecânicas da película, aumentando a flexibilidade e a resistência à tração pelo abaixamento da temperatura de transição vítrea (VIEIRA; ALTENHOFEN; OLIVEIRA, 2011).

A pectina é adequada para a elaboração de filmes pela sua biodegradabilidade, biocompatibilidade, comestibilidade e propriedades químicas e físicas versáteis. Ela pode ser encontrada no mesocarpo do pequi em quantidades consideráveis e pode ser extraída e utilizada como fonte alternativa do polissacarídeo na produção de biofilmes, geleias, iogurtes, balas de goma e outros produtos industrializados (PROVIN, 2012; ESPITIA *et al.*, 2014).

A eficiência de um filme é determinada pelas propriedades mecânicas e de barreira, que dependem da composição, estrutura e características do substrato. Com relação às propriedades mecânicas, a resistência dos filmes biodegradáveis deve ter flexibilidade suficiente para embalar e suportar o estresse externo, bem como manter as propriedades de barreira da embalagem, a fim de garantir que o produto embalado chegue até o consumidor com as características de controle intactas (RANJITHA *et al.*, 2017).

O presente trabalho visou a apresentar a elaboração e a caracterização de biofilmes produzidos com pectina extraída do mesocarpo do pequi, adicionada de extrato etanólico de própolis para lhe conferir características de barreiras contra microrganismos. Diante de todas as características representadas de uma embalagem bioativa própria para o uso com diferentes finalidades, inclusive embalar alimentos, é que se objetivou a caracterização dos filmes, estudando e comprovando suas principais características e funções.

3.2 Material e métodos

As cascas de pequi foram obtidas em feiras do município de Rio Verde, GO, e transportadas ao Laboratório de Frutas e Hortaliças do Instituto Federal Goiano – Câmpus Rio Verde – GO. Posteriormente, foram sanitizadas em água clorada por 3 min (100 mg. L⁻¹). Com auxílio de uma faca, foram descascadas, separando o pericarpo e o mesocarpo do pequi. O mesocarpo foi então submetido ao processo de branqueamento em água fervente por 6 minutos para conter a oxidação e o processo de escurecimento enzimático, sendo, então, desidratado em estufa com circulação e renovação de ar (Marconi, modelo MA035/5) por 16 h, à temperatura de 60 °C. Após a desidratação, o produto foi moído e armazenado em sacos de polietileno (SIQUEIRA *et al.*, 2012).

3.2.1 Extração da pectina

Da farinha do mesocarpo do pequi, foi extraída a pectina em meio ácido, com o uso de ácido cítrico, conforme Munhoz, Sanjinez-Argandoña e Soares Júnior (2010).

Uma amostra de 16 g de farinha do mesocarpo do pequi foi dissolvida em 800 mL de água destilada de solução com 32 g de ácido cítrico. O aquecimento para a extração ocorreu por aproximadamente 30 min, e após atingir a temperatura de 80 °C, permaneceu constante por mais 80 min em agitador magnético (Splabor, SP-10206/A). A amostra de pectina foi resfriada a 5 °C por 8 h, filtrada em papel filtro e descartado o sobrenadante. Ao filtrado se adicionou, na proporção de 1:2, álcool etílico (95%). Nesta solução houve precipitação da pectina que foi colocada em estufa para secagem a 60 °C até peso constante (SIQUEIRA *et al.*, 2012). O rendimento da pectina foi calculado [Equação (1)]:

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\text{massa pectina extraída (g)} \times 100}{\text{massa de farinha em base seca (g)}} \quad (1)$$

3.2.2 Preparo do extrato etanólico de própolis

A própolis foi comprada, em sua forma bruta, de fornecedores da região local. O extrato etanólico de própolis foi preparado segundo recomendações da literatura, em que se trituraram 30 g de resina de própolis, que foram misturados a 100 mL de álcool etílico (80%). A mistura foi mantida aquecida a 50 °C e agitada durante 30 min. Posteriormente, foi resfriada e armazenada a 10 °C durante 24 h, sendo, então, filtrada para posterior utilização nos biofilmes (BODINI *et al.*, 2013).

3.2.3 Preparo da solução filmogênica

Os biofilmes com base de pectina do mesocarpo do pequi foram preparados conforme a técnica de *casting* (LÓPEZ *et al.*, 2011). A solução filmogênica foi preparada após vários testes de formação dos filmes e definidas as concentrações de 1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato etanólico de própolis para a formulação 1 (F1) e a composição de 1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato etanólico de própolis para a formulação 2 (F2). A solução foi mantida em agitação constante por 20 a 35 min até atingir a temperatura de 70 °C. Posteriormente, foram depositadas em placas de acrílico de 14 cm de diâmetro e desidratadas em estufa convencional de secagem (Solab, SL - 100/81) por 20 h até peso constante (PETRIKOSKI, 2013).

3.2.4 Comportamento reológico da solução filmogênica - curvas de escoamento

As medidas reológicas das soluções filmogênicas foram feitas por meio de curvas de escoamento a 25 °C e 40 °C. As medidas foram feitas em triplicata, em geometria de placa-cone de 6 cm de diâmetro e ângulo de 2°, com temperatura controlada. As análises foram feitas em três etapas: a primeira etapa (subida 1), com taxa de deformação crescente de 0,1 a 300 s⁻¹, a segunda (descida), com taxa decrescente de 300 a 0,1 s⁻¹, e a terceira (subida 2), com taxa crescente novamente a 0,1 a 300 s⁻¹ para eliminar a tixotropia. Os reogramas obtidos foram ajustados de acordo com modelos matemáticos empíricos para fluidos newtonianos.

Foram utilizados o Reômetro (Physica, MCR 101, Ostfildern, Germany) e o Cromatógrafo (Varian, Polaris Pró Star, Walnut Creek, USA) do Labmut (Laboratório Multiusuário de Análises de Textura, Reologia e HPLC) da UFG, Goiânia – Goiás. As soluções foram testadas no modelo Lei da Potência e Newton pelo software Statistica versão 7, obtido pelo programa Excel, os coeficientes de determinação (R²) e os desvios percentuais médios (P) auxiliaram na modelagem matemática.

3.2.5 Análise de cor e opacidade

A avaliação colorimétrica do biofilme foi feita por meio de colorímetro (Hunterlab, ColorFlex EZ), utilizando os padrões CIEL*a*b, de acordo com Fernandes *et al.* (2015). Neste sistema de cor, foram determinados os parâmetros de luminosidade L*(luminosidade), variando de 0 (preto) a 100 (branco), a* (intensidade da cor verde a vermelho) e b* (intensidade da cor amarela a azul). A cromaticidade C* e o ângulo hue H, que indicam a intensidade da tonalidade da cor, respectivamente, foram calculados [Equações (2) e (3)]. Os filmes foram colocados no compartimento do equipamento e feitas cinco leituras em cada lado do filme.

$$H = \tan^{-1}(b^*/a^*) \quad (2)$$

$$C = [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{0,5} \quad (3)$$

Para a análise de cor, uma folha foi dividida em quadrantes, colocado o filme em cima, que foi direcionado a cada quadrante com o colorímetro. Esse procedimento foi feito três vezes em cada um dos quadrantes. Foram anotados os valores de L^* , a^* e b^* e feita uma média dos valores, tendo os parâmetros C^* e h° sido calculados de acordo com as equações de referência.

A tonalidade (h°), representada em graus, é a grandeza que caracteriza a qualidade da cor, sendo que o ângulo da tonalidade e os valores encontrados dos filmes de mesocarpo de pequi indicam algo próximo a 90, referência ao tom amarelo. O grau de saturação ou valor (C^*), que representa a pureza de cor e a distância do eixo de luminosidade (L^*), se inicia em zero no centro, tendo como referência valores expressos em graus, na seguinte proporção: 0° representa tons próximos do vermelho e 90° próximos do amarelo. Isso indica que, nos dois filmes analisados, os valores foram neutros e distantes das duas extremidades, ressaltando a característica de tons amarelo-avermelhados.

A opacidade foi determinada pela medida da absorvância dos filmes em espectrofotômetro (modelo UV-1800, Shimadzu, Japão). Para uma visão geral do comportamento dos filmes, eles foram submetidos a uma varredura nos comprimentos de onda entre 200 nm (região UV) e 700 nm (região visível). Os filmes foram cortados sem tamanho padrão, alojados diretamente numa cubeta de quartzo de teste do equipamento, tendo uma cubeta vazia sido utilizada como referência e branco. Os resultados foram apresentados como a razão entre a absorvância e a espessura do biofilme ($600 \text{ nm} \cdot \text{mm}^{-1}$) (RIGO, 2006).

A transparência no comprimento de onda de 600 nm ou a fração de luz incidente nesse comprimento específico foi utilizada para o cálculo da opacidade [Equação (4)] em que T_{600} é a transmitância fracional a 600 nm e x é a espessura do filme (mm):

$$\left(\frac{A}{\text{mm}}\right) = (-\log T_{600})/x \quad (4)$$

3.2.6 Solubilidade em água

Para a solubilidade em água dos biofilmes, foi calculada sua matéria seca pela secagem de uma amostra dos produtos por 24 h em estufa a 105°C . Após, as amostras foram imersas em 50 mL de água destilada e mantidas em agitação constante a 25°C por

24 h. A solução foi filtrada e o material restante foi seco novamente em estufa a 105 °C, determinando-se a quantidade de matéria seca solubilizada, massa inicial x massa final (BERTUZZI; ARMADA; GOTTIFREDI, 2007) [Equação (5)]:

$$SA = \frac{Mr}{Mam} \cdot 100 \quad (5)$$

em que:

SA - solubilidade em água, %;

Mam - massa da amostra, g; e

Mr - massa do resíduo da evaporação, g.

As amostras foram cortadas e pesadas para se proceder à análise de solubilidade. Depois, foram colocadas em béqueres e adicionadas de 50 mL de água destilada, tendo sido mantidas em agitação constante sem aquecer durante 24 h. Logo em seguida, filtros de papel foram pesados e com eles foram feitas as filtrações de cada amostra e suas repetições (3 repetições de cada formulação, usando 6 filtros de papel. A após finalizadas as filtrações, os filtros com os resíduos de filmes foram secos a 105 °C por 24 h. Terminada a secagem, foram colocados em dessecadores por 5 minutos para esfriar, em seguida, pesados. Após obter os resultados, eles foram transformados em solubilidade pela análise feita e gerada a Anova (Analysis of Variance) o statistic.

3.2.7 Umidade e gramatura

A umidade foi determinada por gravimetria em triplicata, conforme Pramod *et al.* (2019). Foram preparados discos de filmes de 2,5 cm de diâmetro, que foram submetidos à secagem em estufa (Solab, SL-100), a 105 °C por 24 h. O conteúdo de umidade foi expresso como fração da massa inicial do filme conforme método AOAC n° 925.10 (AOAC, 1997) (Equações (6) e (7)):

$$\% BU = \frac{MA}{MT} \times 100 \quad (6)$$

$$\% BS = \frac{MA}{MS} \times 100 \quad (7)$$

em que:

MA: Massa de água;

MS: Biomassa seca;
MT: Massa total (MA + MS);
BU: Umidade em base úmida; e
BS: Umidade em base seca.

Para determinar a umidade, foram cortados filmes 2x2 cm de cada formulação, pesados 3 placas e depois pesados os pedaços de filmes e anotados os valores. Foram levados em estufa por 1 h a 105 °C, após, foram retiradas as amostras das placas e postas em dessecador por 5 min para esfriar, para só então pesar e obter o peso final (placa + filme seco), tendo sido feitos os devidos cálculos em base úmida e seca.

A gramatura foi determinada de acordo com a norma ASTM D646-96(2007), e os resultados expressos em g/m². Foram cortados filmes de 2 x 2 cm, pesados em balança analítica [Equação (8)]:

$$G = 10.000 \times p/a \quad (8)$$

em que:

G: gramatura (g/m²);
P: peso do filme (g); e
A: área do filme (cm²)

Para determinar a gramatura, os filmes cortados em (2x2 cm) foram secos e pesados para fazer o cálculo de gramatura, usando a fórmula de referência.

3.2.8 Espessura dos filmes

A espessura dos filmes foi estudada e avaliada utilizando um micrômetro com resolução de 0,0001 mm (Qualitylabor modelo MEP/Q, Perus.), através da média da espessura em 10 pontos aleatórios do filme (TURBIANI; KIECKBUSCH, 2011).

Com o micrômetro foi medida a espessura de cada formulação em 10 pontos diferentes, feita em triplicata e calculada a média.

3.2.9 Permeabilidade ao vapor de água

A análise de permeabilidade ao vapor de água foi feita em triplicata pelo método

gravimétrico de acordo com ASTM E96/E96M-10(2010) com modificações, utilizando temperatura de resfriamento de 8 °C.

Os filmes foram selados com parafina sobre uma cápsula de permeação de tecnil de 8 cm de diâmetro, contendo cloreto de cálcio anidro (Synth), previamente seco em estufa a 200 °C, com umidade relativa de 0 %. A cápsula foi então acondicionada em dessecador contendo solução saturada de cloreto de magnésio ($MgCl^2$), com umidade relativa de 74,8 %, mantido em câmara BOD (Tecnal, TE-371, Piracicaba-SP, Brasil). O peso das células foi acompanhado por medições periódicas em intervalos de 24 h, por 7 dias (ADILAH *et al.*, 2018).

As alterações do peso das cápsulas foram registradas como ganho de massa (g/dia) e analisadas em função do tempo T (dia). Calculou-se a taxa de permeabilidade ao vapor de água (PVA) [Equação (9)]:

$$PVA = \frac{G \times \delta}{A \times T \times DPH_2O} \quad (9)$$

em que:

PVA - Permeabilidade ao vapor de água [(g.mm) / (m².dia.kPa)];

G - Ganho de massa [g/dia];

T - Tempo em dias [dia];

δ - espessura inicial do filme [mm]; e

A - área exposta do filme [$5,02 \times 10^{-3} \text{ m}^2$];

DPH_2O é a diferença de pressão parcial do vapor de água no ambiente próximo às duas faces do filme na temperatura do ensaio [kPa].

3.2.10 Propriedades mecânicas

Os ensaios mecânicos foram analisados no texturômetro. As medidas de espessura dos filmes submetidos ao ensaio mecânico foram feitas com o texturômetro (Texture Analyser, TA-XT Plus, Surrey, England). As amostras foram cortadas em tamanhos estipulados e secas em estufa a 45 °C por 24 h. Após isso, foram reservadas em ambiente com umidade relativa média de 50% a 25 °C por sete dias. Este produto passou por testes mecânicos segundo Jiménez *et al.* (2012).

A resistência à tração (RT), o alongamento até a ruptura (AR) e o módulo de

Young (MY) foram feitos segundo a norma ASTM D882-02(2010). Os filmes foram cortados em tiras de 10 cm de comprimento e 2,0 cm de largura e acondicionados a 50 % \pm 10 de UR, a uma temperatura de 23°C \pm 2, durante 48 h. A espessura das tiras foi obtida antes do teste.

3.2.11 Análises térmicas - análise termogravimétrica

Os termogramas foram obtidos pela técnica de análise térmica diferencial e termogravimétrica, usando um analisador térmico Shimadzu (DTG-60H, Hitachi, Japão). As medidas foram feitas num intervalo de temperatura entre 25 °C e 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 μ L.

Foram utilizados os equipamentos Instrument type (SN): VERTEX 70 (1445); Accessory: A225/Q Platinum ATR, Multiple Crystals; CRY: Diamond \$15664839; e OPUS version: Version 7.2 Build: 7, 2, 139, 1294 20130108. As análises foram feitas no Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação – CRTI, Universidade Federal de Goiás.

3.2.12 Espectroscopia em infravermelho

O espectro da amostra foi adquirido pela técnica de ATR (*Attenuated Total Reflectance* – Refletância Total Atenuada) no espectrômetro de absorção no infravermelho *Bruker Vertex 70*, com o acessório *PLATINUM ATR UNIT A 225*. O espectro foi adquirido na faixa espectral de 400 a 4000 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} , sendo o espectro o resultado da média de 64 medidas. A análise de espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier foi feita em espectrofotômetro, com auxílio de pastilhas de brometo de potássio, KBr, previamente preparadas. Em cada espectro, foram observadas 16 varreduras com resolução de 2 cm^{-1} , segundo Petrikoski (2013).

3.2.13 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises foram feitas em um microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo (MEV-FEG), marca Jeol, modelo JSM-7100F, operando no modo SE

(Secondary Electrons). Para a análise microscópica, alíquotas de cada amostra 1 e 2 foram fixadas com fita adesiva dupla face em porta-amostras de latão. As amostras foram examinadas em diferentes regiões e em diferentes magnificações.

3.2.14 Atividade antimicrobiana – capacidade em filmes

A capacidade antimicrobiana dos filmes foi feita pelo ensaio de difusão em ágar, de acordo com Pelissari *et al.* (2009) e Shapi'i *et al.*, (2020), com algumas modificações, usando três microrganismos: *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa* e *Salmonella enteritidis*.

Os filmes foram cortados em discos de aproximadamente 1,5 cm. Cada disco foi esterilizado sob luz ultravioleta de 5 a 10 min de cada lado, antes da realização do teste antimicrobiano. Cada disco de filme foi colocado assepticamente na superfície do meio de cultura de Plate Count Agar (PCA), previamente inoculado com 250 µL de suspensão (escala de MacFarland 1) de cada microrganismo. As placas foram incubadas a 37 °C durante 24 h. O teste foi feito em duplicata para cada amostra e, posteriormente, feita uma replicação biológica.

Para a realização da análise antimicrobiana dos filmes, foi necessário preparar os meios de cultura e esterilizar todos os materiais que seriam utilizados. Foi preparada uma solução salina para suspender os microrganismos, a qual foi colocada em tubos, tendo as placas sido secas em estufa. Posteriormente, os meios de cultura foram colocados nas placas para observar seu crescimento e medir os halos de inibição formados durante o processo, além de observar se a estrutura do filme iria inibir o crescimento dos microrganismos em análise.

3.2.15 Biodegradabilidade

O teste de biodegradabilidade foi feito segundo a norma ASTM G160-98(1998), com modificações. Foram preparadas amostras em triplicata, com dimensões de 5 x 5, mm para serem pré-condicionadas em estufa de secagem (Solab, SL-100) a 40 °C por 24 h. Para os ensaios de biodegradabilidade, foi feito o preparo do solo, misturando em partes iguais esterco bovino, areia fina e solo fértil com baixo teor de argila, com massa total de 9 kg de solo. O solo foi peneirado, envelhecido por três meses e monitorado quanto ao

pH (6,5 a 7,5) e umidade (20% a 30%). As amostras foram enterradas em béqueres contendo solo previamente preparado e guardadas câmara BOD (Tecnal, TE 371, Piracicaba-SP, Brasil) com umidade de 99%, com a utilização de umidificadores de ar para alcançar esse índice, temperatura de 30 °C, ao abrigo da luz. As amostras foram avaliadas após 3 dias, quando o solo foi removido cuidadosamente, expondo as amostras para que fossem fotografadas para análise visual (AZEVEDO *et al.*, 2016; AQUINO *et al.*, 2017; YU *et al.*, 2018).

O solo foi devidamente preparado de acordo com a norma ASTM G160-98(1998), com modificações. Foram adicionadas e misturadas partes iguais de esterco bovino, areia fina e solo fértil com baixo teor de argila. Essa terra foi levada do município de Fazenda Nova – Goiás para o laboratório de Frutas e Hortaliças do IF Goiano, Campus Rio Verde.

A massa total da mistura foi de 9 kg, dividida em triplicadas em recipientes de alumínio com dimensões de 44 x 32 x10 cm, contendo, cada recipiente, massa de 3 kg da mistura. Inicialmente, a umidade da mistura foi elevada em média 25% e mantida entre 20% a 30% durante o envelhecimento, ocorrido durante três meses. Os recipientes com a mistura foram condicionados em câmara BOD, mantida na temperatura de 25 °C. Durante o envelhecimento, foram monitorados os parâmetros de pH e umidade (%), conforme pode ser visualizado na Figura 1.



Figura 1 - Tratamento da mistura do solo para realização da análise de biodegradabilidade. A: Recipientes com massa de mistura de solo com baixo teor de argila, areia e esterco bovino; B: Peso da amostra úmida; C: condicionamento em estufa a 25 °C

A umidade da mistura foi determinada pelo método da estufa (Gravimétrico), as amostras com estrutura deformada foram acondicionadas em latas de alumínio, numeradas, com peso conhecido. A amostra úmida foi pesada e, posteriormente, transferida para estufa a 105-110°C, ficando nesta condição durante 24 h. Após esse período, as amostras foram retiradas da estufa, colocadas em dessecador para resfriamento e feita a pesagem da amostra seca.

O pH das amostras após a secagem foi determinado com medidor de pH de bancada pelo princípio da medição do potencial eletronicamente por meio de um eletrodo combinado imerso em suspensão solo: líquido. Foram colocados 10 mL de solo em copo plástico de 100 mL numerado, posteriormente, adicionados 25 mL de líquido (água destilada), tendo a solução sido agitada com bastão de vidro individual e deixada em repouso por uma hora. Após o repouso, cada amostra foi agitada com um bastão de vidro e mergulhados os eletrodos na suspensão homogeneizada, procedendo-se à leitura do pH.

3.2.16 Análise estatística

As análises deste estudo foram feitas em triplicata, os dados foram avaliados utilizando a análise de variância (ANOVA) e, em caso de diferenças significativas, aplicado o teste de comparação de médias de Tukey a 5%.

3.3 Resultados e discussão

3.3.1 Rendimento da pectina

O rendimento da pectina produzida do mesocarpo do pequi com o uso de ácido cítrico alcançou rendimento bruto de 13,68%. Esse valor está dentro da média registrada na literatura, o que mostra que a pectina do mesocarpo do pequi é uma boa fonte de extração de pectina, pois garante uma quantidade normalizada de matéria-prima que pode ser utilizada para diferentes finalidades.

Segundo Munhoz, Sanjinez-Argandoña e Soares Júnior (2010), os rendimentos médios de pectina utilizando a extração ácida variaram de 5,65% a 47,63% de pectina extraída da casca da laranja, sendo que os maiores valores dos experimentos foram obtidos com temperaturas de 90 °C. Na extração da pectina da farinha de polpa com casca de goiaba com concentração de ácido cítrico de 5%, tempo de extração de 60 min e temperatura de 97 °C, os rendimentos foram acima 54 de 11%.

Esses comportamentos estão próximos aos observados por Siqueira *et al.* (2012) no seu trabalho de extração de pectina do mesocarpo do pequi, em que foram obtidos valores entre 11,79% e 48,07% pela ocorrência de hidrólise ácida, que degrada a protopectina.

3.3.2 Comportamento reológico

A Figura 2 mostra a relação de tensão de cisalhamento versus taxa de deformação das soluções, sendo observado comportamento linear, de acordo com a análise do gráfico, caracterizando fluido newtoniano.

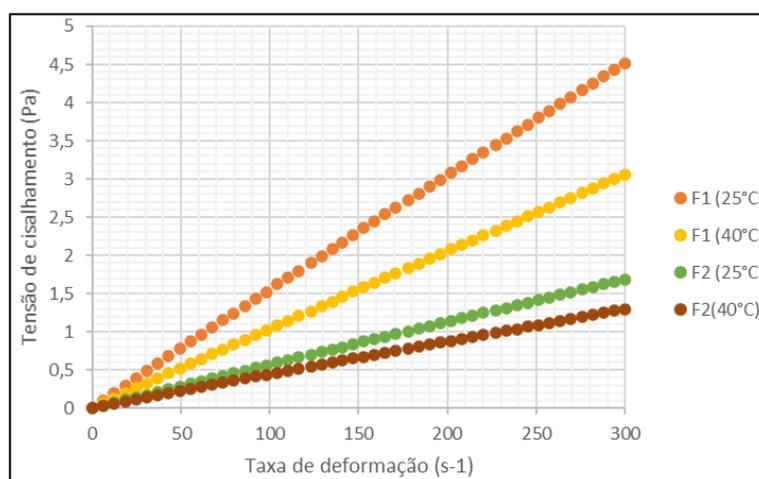


Figura 2 - Curva de fluxo tensão de cisalhamento x taxa de deformação de F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e de F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis) a 25 °C e 40 °C

Nas temperaturas avaliadas, os valores de tensão de cisalhamento foram maiores para a temperatura de 25 °C e os valores menores de tensão para a temperatura de 40 °C. As amostras F1 e F2 são compostas por extratos pépticos, considerando que, nesse caso, a temperatura influenciou no comportamento reológico das soluções filmogênicas, de modo que, ao sofrer aumento de temperatura, as soluções se tornam mais fluidas e escoam com mais facilidade. Este desempenho também já foi visto no trabalho de Marcotte *et al.* (2001), que fizeram um estudo das propriedades reológicas de diversos hidrocoloides sob diferentes concentrações e temperatura, e de acordo com as observações dos autores, as elevadas temperaturas são responsáveis pela redução da viscosidade dos extratos pépticos, sendo necessários menores valores de tensão para o escoamento do fluido.

A própolis, por sua vez, dispõe de vários compostos em sua composição e, de acordo com Sousa (2017) a presença ou o aumento da concentração da fase dispersa (óleo) sob homogeneização tende a aumentar a viscosidade do sistema com altos níveis de forças de cisalhamento. A Figura 2 mostra um comportamento contrário ao esperado, visto que F2, que tem maior quantidade de própolis, apresentou os menores valores de tensão de cisalhamento, e F1, que contém menor concentração de própolis, apresentou

maiores valores de tensão, portanto, considera-se que as concentrações utilizadas de própolis em F1 e F2 não promoveram mudança significativa no comportamento reológico das soluções. A concentração do extrato péptico assim como a temperatura são fatores que influenciam diretamente na reologia das soluções filmogênicas e isso é observado nas concentrações de pectina utilizadas em F1 e F2.

A Figura 3 mostra a relação entre viscosidade e taxa de deformação a 25 °C e 40°C das soluções filmogênicas de F1 e F2, respectivamente. Nota-se neste gráfico que os valores de viscosidade de F2 se mantiveram constantes em relação à variação dos valores de taxa de deformação, representando um comportamento reológico de fluido newtoniano, com base dos estudos recentes de Lahoud e Campos (2020) para definição de reologia. No entanto, para F1, suas linhas apresentam uma leve queda de valores de viscosidade, e foi devido a essa variação que se fez necessário obter os parâmetros reológicos pertencentes aos modelos matemáticos de fluido newtoniano e não newtoniano, para, então, descrever corretamente qual modelo melhor se ajusta ao comportamento da solução filmogênica F1. Com isso é compreendido o motivo de F1 ter maior concentração de pectina e apresentar valores mais altos de tensão e, conseqüentemente, de viscosidade.

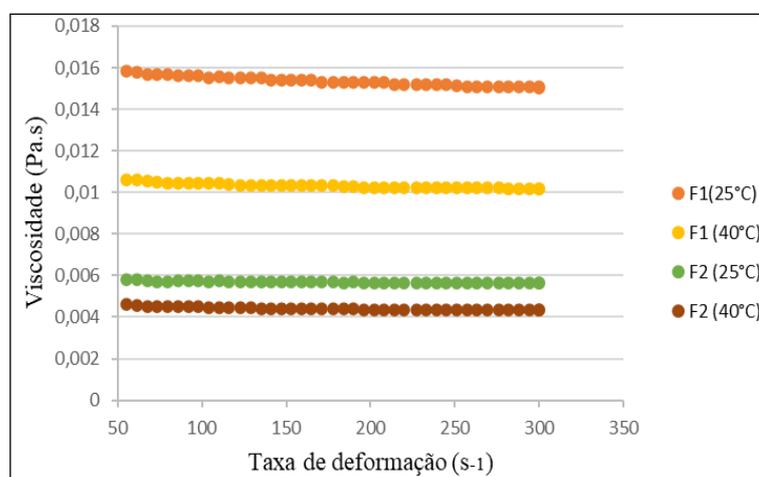


Figura 3 - Viscosidade x Taxa de deformação de F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e de F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis) a 25°C e 40°C

A Tabela 1 mostra os valores dos parâmetros reológicos dos modelos de Newton e Lei da Potência ajustados aos dados experimentais da curva de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação, a 25 °C e 40 °C, os coeficientes de determinação (R^2) e os desvios percentuais médios (P) de F1 e F2.

Tabela 1 - Parâmetros reológicos do modelo de Newton e Lei da Potência nas temperaturas de 25°C e 40°C da solução Filmogênica F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis)

Parâmetros	Unidades	Temperaturas (°C)	
		25	40
Newton	μ (Pa.s)	0,0152	0,0103
	R^2	0,9996	1,0000
	Erro (P) (%)	3,4624	3,2264
	K (Pa.s ⁿ)	0,0178	0,0115
Lei da potência	N	0,9707	0,9790
	R^2	1,0000	1,0000
	Erro (P) (%)	1,9716	1,8779
	μ (Pa.s)	0,001846	0,004364
Newton	R^2	0,9998	0,9996
	Erro (P) (%)	2,9344	4,1877
	K (Pa.s ⁿ)	0,2108	0,00511908
	N	0,9753	0,97
Lei da potência	R^2	0,999	1,0000
	Erro (P) (%)	2,2423	2,3117

F1 apresentou altos coeficientes de determinação (R^2) nos dois modelos, acima de 0,99, e valores de percentuais médios (P) inferiores a 10%, os quais indicam que os dois modelos podem ser utilizados para estimar o comportamento reológico da solução filmogênica em 25 °C, porém, ao analisar os parâmetros n e K do modelo de Lei de potência, são observados valores baixos de K, que tendem a se aproximar de 0 com o aumento de temperatura, e valores de n acima de 0,97, que aumentam com o ganho de temperatura, indicando que a solução filmogênica a 25 °C, nos valores de taxa de deformação de 50 a 250 s⁻¹ segundo Jardim (2007), tem comportamento de um fluido não newtoniano pseudoplástico ($n < 1$), isso quer dizer que a viscosidade da solução tende a se reduzir com o aumento da taxa de deformação nessa faixa de variação.

Entretanto o comportamento pseudoplástico não é permanente, visto que, conforme foram aumentadas a taxa de deformação (valores superiores a 250 s⁻¹) e a temperatura (linha de 40 °C), a solução filmogênica F1 se comportou como fluido newtoniano, com valores de viscosidade constantes, independentemente da variação da taxa de deformação.

Já os dados da solução filmogênica F2 mostram os valores dos parâmetros reológicos dos modelos de Newton e Lei da Potência ajustados aos dados experimentais da curva de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação, a 25 °C, os coeficientes de determinação (R^2) e os desvios percentuais médios (P) do filme 2.

A amostra apresentou altos coeficientes de determinação (R^2) nos dois modelos, acima de 0,99, e valores de percentuais médios (P) inferiores a 10%, os quais indicam

que os dois modelos podem ser utilizados para estimar o comportamento reológico da solução filmogênica em de 25 °C, porém, ao analisar os parâmetros n e K do modelo de Lei de potência, foram observados valores baixos de K , que tendem a se aproximar de 0 com o aumento de temperatura, e valores de n acima de 0,97, que aumentam com o ganho de temperatura, indicando que a solução filmogênica a 25 °C, nos valores de taxa de deformação de 50 a 250 s^{-1} , tem comportamento de um fluido não newtoniano pseudoplástico ($n < 1$), isso quer dizer que a viscosidade da solução se reduz com o aumento da taxa de deformação nessa faixa de variação.

Entretanto é observado que a variação da viscosidade é muito baixa, logo, o comportamento pseudoplástico não é permanente, visto que, conforme são aumentadas a taxa de deformação (valores maiores de 250 s^{-1}) e a temperatura (linha de 40 °C), a solução filmogênica se comporta como fluido newtoniano, com valores de viscosidade constantes, independentemente da variação de taxa de deformação. Dito isto, pode-se afirmar que a amostra é considerada um fluido newtoniano de viscosidade constante ao ser submetida a uma taxa de deformação superior a 250 s^{-1} e a uma tensão de cisalhamento linear crescente em relação à taxa de deformação de maneira geral (Figura 3)

3.3.3 Análise de Cor e Opacidade

Os resultados mostram que quanto maior o valor da coordenada L^* , mais próxima ao branco está a amostra, indicando que os filmes de mesocarpo do pequi têm cor clara em razão da média observada nos valores dos dois filmes em análise. Essa coordenada indica a luminosidade do objeto em estudo (Tabela 2).

Tabela 2 – Resultado das médias \pm desvio padrão dos resultados de cor para F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e para F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis)

		F1	F2
Parâmetros de cor	L^*	61,56 ^b \pm 1,44	68,86 ^a \pm 0,87
	a^*	7,55 ^a \pm 0,55	7,42 ^a \pm 0,07
	b^*	23,94 ^a \pm 1,36	24,69 ^a \pm 0,41
	C^*	25,10 ^a \pm 1,46	25,78 ^a \pm 0,41
	h°	72,83 ^a \pm 0,66	73,27 ^a \pm 0,14

Médias seguidas de mesma letra na linha não diferem entre si pelo Teste de Tukey a 5%.

Já para as coordenadas cromáticas a^* e b^* , que expressam a variação de cor das amostras entre verde e vermelho ($-a^*$ e $+a^*$) e entre azul e amarelo ($-b^*$ e $+b^*$), os dois

filmes praticamente se igualam ao observar sua tendência ao vermelho e amarelo, com ainda mais realce nessa última cor.

Resultados pouco diferentes foram notados por Couto (2007), que analisou a cor da farinha do mesocarpo do pequi, matéria-prima dos filmes analisados, obtendo L^* 51,07, a^* 9,11 e b^* 28,86. A aparência, a cor e a opacidade são aspectos importantes quando relacionados a embalagens pela necessidade de os consumidores verem o que está dentro da embalagem.

Quanto à coordenada h° , expressa em graus e que representa a tonalidade, ela indica que os filmes do mesocarpo do pequi incorporados de extrato etanólico de própolis apresentaram coloração com tonalidade marrom amarelada e, diante dessa característica de tom dos filmes, salienta-se que eles podem ser indicados para proteger alimentos contra a transmitância. O uso do fator sustentabilidade pode se tornar um fator relevante na decisão de compra do consumidor. Alguns estudos indicam que a aparência das embalagens e os filmes com a finalidade de usos alimentares exercem papel importante na aceitabilidade do consumidor e influenciam diretamente na decisão de compra.

Quanto ao acondicionamento de produtos, a opacidade dos filmes desempenha papel de destaque, pois uma embalagem atrativa e com maior brilho pode ser uma ferramenta valiosa no marketing do produto (AQUINO *et al.*, 2017).

Os filmes produzidos por Martelli, Barros e Assis (2014), com o purê da polpa de banana apresentaram tendência natural de manutenção da cor da polpa de banana, apresentando tons com tirantes de amarelo mais intenso ou vermelho, o que o autor justificou pela produção de melanoidinas.

Em se tratando de opacidade, os valores do filme 1 são bem menores que os do filme 2, mostrando que o primeiro tem baixa opacidade e é mais transparente. Embora o filme 2 apresente valores maiores, ainda é possível afirmar que está na média de baixa opacidade e um pouco menos transparente que o filme 1 (Tabela 3).

Tabela 3 - Valores da opacidade dos filmes. Médias \pm desvio padrão dos resultados de opacidade para F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e para F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis)

Opacidade	F1	F2
Abs600 nm/mm	0,84 ^a \pm 0,58	2,76 ^a \pm 1,94

Médias seguidas de mesma letra na linha não diferem entre si pelo Teste de Tukey a 5%.

Como referência dos valores, os resultados de Almeida, (2013) confirmam a baixa opacidade, entre 6,25 e 14,8 Abs 600.mm⁻¹, para filmes formados pela blenda de celulose bacteriana e fécula de batata.

A opacidade está relacionada à quantidade de luz absorvida pela dispersão dos compostos na matriz polimérica e influencia diretamente na aparência e na cor da embalagem final, aquela a que o consumidor tem acesso (FADINI *et al.*, 2013).

3.3.4 Solubilidade em água, umidade, gramatura e espessura dos filmes

Os resultados mostram que os filmes do mesocarpo do pequi estão dentro da média da literatura quanto ao teor de solubilidade detectado, sendo que o filme 2 tem aspecto mais solúvel que o filme 1 (Tabela 4). Não se pode afirmar sobre qual agente predominante ocorre essa diferença, mas levando em consideração que nessa formulação a quantidade de glicerol é maior, isto indica que pode ser uma alternativa para a diferença final, pois a maior solubilidade é explicada pelo fato de o glicerol ser um material muito higroscópico que influencia na distribuição global dos grupos hidrófilos e hidrofóbicos.

Tabela 4 - Valores da solubilidade em água, umidade em base úmida (bu), gramatura e espessura dos filmes analisados. Médias \pm desvio padrão dos resultados de solubilidade para F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e para F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis)

Análise	F1	F2
Solubilidade (%)	38,22 ^a \pm 34,36	56,90 ^a \pm 24,47
Umidade (%)	82,94 ^a \pm 2,09	80,92 ^a \pm 1,76
Gramatura (g.m ⁻²)	215,75 ^a \pm 66,03	261,66 ^a \pm 20,97
Espessura (mm)	0,1187 ^a \pm 0,036	0,1187 ^a \pm 0,028

Médias seguidas de mesma letra na linha não diferem entre si pelo Teste de Tukey a 5%.

Mehyar e Han (2004) consideram moderadas as solubilidades em água apresentadas pelos biofilmes de amido de arroz (44,4 %) e de ervilha (32,0 %) com o plastificante glicerol. Segundo os autores, o glicerol é um componente solúvel que pode ser incorporado à água provocando solubilidade da estrutura do biofilme. A solubilidade em água dos biofilmes de féculas de inhame foi significativamente influenciada ao nível de 5 % pelo tipo de fécula. Esses biofilmes apresentam menores solubilidades em água que os biofilmes de féculas modificadas, exibem forças de interação entre um número maior de moléculas de amido e glicerol, reduzindo a quantidade de glicerol solubilizada em água.

O teor de umidade (Tabela 4) em base úmida (relação entre a massa de água e a massa total do filme m/m), indica que a formulação 1 apresenta uma porcentagem de umidade pouco maior que a formulação 2. Além das características das matérias-primas que conferem aos dois filmes formação de pontes de hidrogênio que se ligam com a água, o filme 1 tem mais glicerol que o 2, o que pode ter aumentado os valores de referência.

A presença do glicerol na formulação favorece a absorção de água pela sua higroscopicidade e aumenta o teor de água dos filmes, podendo conferir maior mobilidade às cadeias dos polímeros (ALMASI, 2011).

Costa *et al.* (2017) estudaram a umidade de filmes à base de amido de feijão e observaram valores entre 14,45% e 26,50%, sendo que o aumento na quantidade de glicerol nas formulações promoveu o aumento da umidade pelo caráter hidrofílico dos filmes.

Segundo Fennema, Donhowe e Kester (1994), os filmes biodegradáveis podem contribuir como barreira à água, retardando, assim, a perda de umidade.

O filme de pectina do mesocarpo do pequi, nas duas formulações testadas, apresentou alto valor de gramatura (medida da grossura e densidade do filme) em comparação com os valores de outros trabalhos com registros na literatura. Isso ocorre pela presença de fibras insolúveis do mesocarpo do pequi, que podem não ter sido separadas totalmente durante a extração da matéria-prima (Tabela 4).

Por outro lado, a formulação 1 alcançou gramatura de 215,75(g.m⁻²), um pouco menor que a formulação 2, de 261,66 (g.m⁻²). Esse fato ressalta a ação da própolis sobre a importância de sua atuação na elaboração do filme produzido, podendo melhorar a gramatura e a espessura dos materiais, conferindo maior resistência mecânica, visto que sua quantidade é maior na formulação 2.

Henrique, Cereda e Sarmiento (2008) constataram maior valor de gramatura para filmes de diferentes tipos de amido modificado de mandioca, variando entre 321,8 g/cm² e 457,9 g/cm². De acordo com Silva, P. *et al.* (2016) a gramatura de filmes está diretamente relacionada à resistência mecânica dos filmes biodegradáveis, sendo que quanto maior a gramatura, maior é a resistência mecânica.

A presença do glicerol contribui com a redução da fragilidade do material e elimina as forças intramoleculares que proporcionam aumento da mobilidade da cadeia polimérica. De acordo com a literatura, o conteúdo de água do filme também contribui para a estrutura flexível e esticável, confirmando os dados de umidade encontrados (GALDEANO *et al.*, 2014; SUDERMAN; ISA; SARBON, 2018).

A Tabela 4 também é referente à espessura dos filmes e mostra com clareza que os valores obtidos estão bem elevados em relação aos registros de outros estudos com diferentes matérias-primas, o que torna uma característica de alta qualidade do filme produzido e possibilita maior proteção aos alimentos que podem ser embalados, criando uma barreira protetora. Os valores dos filmes variaram em pequena quantidade da formulação 1 para a formulação 2, de $0,1187 \pm 0,036$ para $0,1187 \pm 0,028$, respectivamente. Essa característica pode ser beneficiada pelo uso da própolis, pois nos demais registros citados como referência, não houve aplicação de outros produtos além dos componentes normais para elaboração do filme.

Nos estudos de Salazar *et al.* (2019) produziram filmes mais finos com pectina de manga, que apresentaram espessura de 0,06 mm, e com pectina de laranja, de 0,05 mm. Em filmes de amidos de mandioca modificados sob diferentes concentrações, Henrique, Cereda e Sarmiento (2008) encontraram variação de espessura entre 0,06 e 0,12 mm.

O aumento significativo na espessura do polímero deve-se principalmente ao teor de sólidos incorporados, impedindo o empacotamento de cadeias moleculares de forma eficiente (SHANKAR; WANG; RHIM, 2017).

Pelos coeficientes de variação abaixo de 0,04, foi possível obter filmes com espessuras homogêneas, pois o espalhamento e a secagem dos filmes no suporte podem gerar filmes não homogêneos, sendo necessário um controle rigoroso da forma do suporte e do nível da estufa (MALLI; GROSSMAN; YAMASHITA, 2010).

3.3.5 Permeabilidade ao vapor de água

A Tabela 5 mostra valores elevados de permeabilidade ao vapor de água das formulações 1 e 2 dos filmes produzidos em comparação com os relatos de filmes semelhantes na literatura, o que pode aumentar a força do filme e dar vantagens competitivas para a embalagem produzida.

Tabela 5 - Valores da Permeabilidade dos filmes em duas formulações. Médias \pm desvio padrão da permeabilidade ao vapor de água (PVA) de F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e de F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis)

	F1	F2
Permeabilidade ao vapor de água [(g.mm)/(m ² .dia.kPa)]	6,6780 ^b \pm 0,1763	7,9475 ^a \pm 0,1989

Médias seguidas de mesma letra na linha não diferem entre si pelo Teste de Tukey a 5%.

Melo, Aouada e Moura (2017) encontraram taxas de permeabilidade de filmes produzidos de pectina com polpa de cacau um pouco inferiores, entre 2,47 e 2,69 g.mm/kPa.h.m², em relação às taxas encontradas no presente trabalho, que foram de 6,67 e 7,94 g.mm/kPa.h.m² para os filmes 1 e 2, respectivamente. Já os filmes produzidos de purê de goiaba e purê de manga apresentaram taxas de permeabilidade ao vapor de água bem mais elevadas, de 25 e 75 g.mm/kPa.h.m², respectivamente.

Estas altas taxas de permeabilidade ao vapor de água (PVA) indicam a passagem de grande quantidade de vapor de água entre as membranas do filme e podem se tornar uma característica indesejável para embalagens de alimentos, pois uma maior quantidade de água acelera o processo de deterioração, reduzindo a vida de prateleira do produto (VIANA *et al.*, 2018). Essa taxa de permeabilidade é avaliada como característica de barreira à umidade de uma embalagem, 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. Um dos fatores importantes para determinar essa grandeza é a interação entre o polímero formador do filme, do plastificante ou outros aditivos (GARCÍA; MARTINO; ZARITZKY, 2000).

3.3.6 Propriedades mecânicas

Quando são avaliados os filmes produzidos e comparados com os dados constantes da literatura, observa-se que eles apresentam maior espessura em razão da baixa homogeneidade da solução filmogênica e da presença de impurezas, próprias da matéria-prima principal de extração da pectina, resultando em um filme mais espesso e com piores características mecânicas. Além disso, a formulação F1 apresenta resultados semelhantes à formulação F2 no que diz respeito a todos os fatores de propriedades mecânicas analisados. Esses valores oscilam dependendo de a grandeza analisada ser maior em uma ou outra formulação, o que não atribui características a nenhum componente da composição e nem à sua quantidade diretamente (Tabela 6).

Tabela 6 – Média ± desvio padrão dos resultados de Tensão Máximo (Mpa), Tensão na Ruptura (Mpa), Elongação (%), Módulo de Elasticidade (Mpa) do filme F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e do filme F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis)

	TM (MPa)	TR (MPa)	E (%)	ME (MPa)
F1 (A)	0,54 ^a ±0,38	0,15 ^b ±0,18	39,78 ^a ± 17	4,90 ^a ± 3,03
F2 (B)	0,96 ^a ± 0,7	0,73 ^a ±0,56	36,22 ^a ±16,96	4,19 ^a ± 1,98

Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna diferem entre si pelo teste de Tukey a 5%.

Estes resultados confirmam aqueles encontrados por Pirsá (2020), que afirma que a produção de filmes utilizando somente pectina apresenta muitas propriedades desejáveis, mas eles ainda têm resistência mecânica reduzida, absorção de água não controlada, biodegradação rápida e baixa atividade antimicrobiana. O mesmo autor ainda afirma que uma das formas de melhorar essas características seria utilizando e adicionando nanopartículas de diferentes materiais à formulação dos filmes.

A tensão máxima na ruptura é a resistência oferecida pelo material no ponto de ruptura. A elongação na ruptura (ϵ) é a forma como o material pode se deformar até a ruptura. O módulo de elasticidade, também conhecido como módulo de Young (E), é um indicador da rigidez do filme. Quanto maior o módulo, menor a deformação elástica resultante da aplicação de uma tensão (CALLISTER; RETHWISCH, 2011).

As propriedades mecânicas dos materiais são obtidas por ensaios, que reproduzem as possíveis condições de serviço do polímero desenvolvido. Os fatores avaliados nos ensaios incluem a natureza da carga aplicada (CALLISTER; RETHWISCH, 2011).

Todas essas evidências podem ser justificadas pelo fato de que somente após a preparação da solução filmogênica é que foi adicionada a própolis líquida sem ela se misturar completamente com o glicerol e a pectina, evidenciando que o composto antimicrobiano poderia ser aquecido junto à solução para melhorar seu desempenho como coadjuvante do processo.

O aumento de capacidade de carga se reflete na sua tensão de ruptura, uma vez que ela representa a resistência oferecida pelo material no ponto de ruptura. Essas mudanças nas características mecânicas dos filmes se devem ao aumento de glicerol, que nesse caso atua como um plastificante, auxiliando as características elásticas dos filmes.

Bierhalz, Da Silva e Kieckbusch (2012) atribuem a redução na resistência à tração a modificações na estrutura polimérica e que este comportamento pode ser causado por diferenças na espessura e no grau de reticulação.

Uma das soluções apresentadas na literatura, como incremento para melhorar as características dos filmes, foi apresentada por Mendes *et al.* (2019) que avaliou a adição de pó de café a filmes de pectina, melhorando suas características mecânicas, e atribuiu esses ganhos às características plastificantes que o pó de café apresenta, o que permite seu rearranjo dentro do material, além de apresentar interação e dispersão mais eficiente na matriz polimérica dos polímeros, entre eles, a pectina.

Meerasri e Sothornvit (2020), ao avaliar as características mecânicas dos seus filmes em comparação a outros autores, afirmam que as diferenças entre a tensão de ruptura e o alongamento na ruptura podem ser afetadas pelo método de extração diferente e pelo grau de metilação da pectina usada.

3.3.7 Análise termogravimétrica (PPA/TG)

A avaliação termogravimétrica dos filmes mostra que todas as amostras apresentaram três estágios de perda de massa com um pico de temperatura de 92,40 °C. De acordo com Liu *et al.* (2009), a perda de massa na primeira etapa depende do teor de água presente na amostra, referindo que em filmes de amido essa perda ocorre de 70 °C a 100 °C, valor aproximado do exibido no presente estudo no primeiro estágio de perda de massa, apesar de também ser observado um prolongamento dessa fase de queda até a temperatura de 200 °C, aproximadamente (Figura 4).

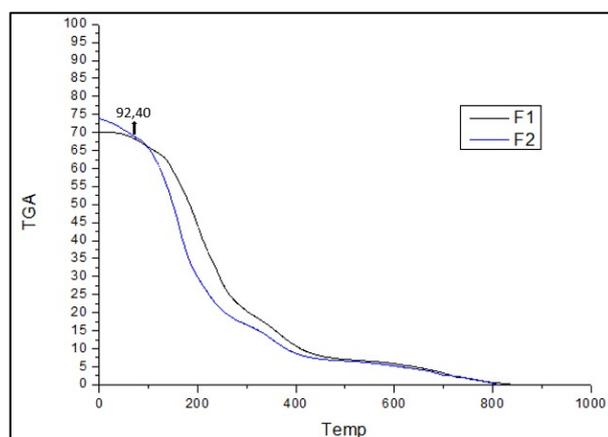


Figura 4 – Análise termogravimétrica do filme F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e do filme F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis)

Apesar de as duas amostras analisadas terem somente um pico de temperatura, registrado em 92,40 °C, foi observado que, no primeiro estágio de degradação ou perda de massa, houve variação de temperatura ambiente até a temperatura de 200 °C (zona 1), fato atribuído à perda de água. A segunda etapa do processo de degradação está entre 200 °C e 400 °C (zona 2), que ocorre pela degradação da estrutura do polissacarídeo e pela eliminação das moléculas de dióxido de carbono. O processo de degradação do estágio final varia entre 400 °C e 800 °C (zona 3), resultando na degradação das cadeias laterais, abandonando a massa residual, não tendo sido observada nenhuma mudança no

peso da amostra após o aquecimento adicional, onde se encontra o conteúdo residual de carvão proveniente da amostra.

Desse modo, esta técnica possibilita conhecer as alterações que o aquecimento pode provocar na massa de substâncias, permitindo estabelecer a faixa de temperatura em que elas adquirem composição química fixa, definida e constante, além de a temperatura em que começam a se decompor acompanhar o andamento de reações de desidratação, oxidação, combustão, decomposição. Essas curvas são denominadas curvas termogravimétricas ou simplesmente curvas de TGA. As curvas de TGA podem e devem ser derivadas (primeira) registrando-se a DTG (termogravimetria derivada), que fornece informações da derivada primeira da variação da massa em relação ao tempo (dm/dt) ou em função da temperatura (dm/dT) (CANEVAROLO JR, 2004).

3.3.8 Espectroscopia em infravermelho

As estruturas químicas dos filmes foram analisadas pelo FTIR, sendo avaliados os principais picos presentes no espectro.

A faixa espectral de interesse é a que compreende o intervalo de 1740 a 1350 cm^{-1} , região característica dos grupos carboxílicos com duas bandas, a banda esterificada $\text{C}=\text{O}$ (1750 cm^{-1}), relacionada aos grupos éster da carbonila, e a banda do grupo carboxilato COO^- (1600-1650 cm^{-1}), ambas relacionadas ao grau de metoxilação da pectina utilizada na produção do filme (Figura 5) (ZANELLA.; TARANTO, 2015).

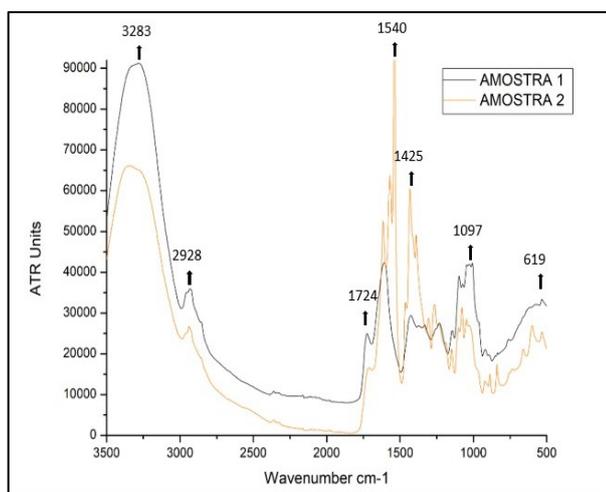


Figura 5 – Imagem do espectro do filme F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e do filme F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis)

Faixas entre a região de 1500 a 500 cm^{-1} referem-se a açúcares neutros. Bandas entre a região de 1200-1100 cm^{-1} são provenientes da absorção de éter (C O C) e carbono (C C), ligados na estrutura do anel da molécula de pectina. As bandas de absorção em torno de 1300 a 800 cm^{-1} são coletivamente chamadas de região da “impressão digital”. Esta região é exclusiva de um composto e considerada difícil de interpretar. A baixa intensidade na região 1740 a 1350 cm^{-1} mostra que a pectina utilizada para a confecção do filme foi de baixa metoxilação, tendo sido avaliadas as características químicas de pectinas extraídas de laranja pera (ZANELLA.; TARANTO, 2015).

Lima *et al.* (2015) apresentaram resultados semelhantes, ao avaliarem pectinas extraídas de cascas de melões, obtendo um grau de metoxilação de 40,9%.

Uma banda larga e intensa entre 3600 e 3000 cm^{-1} é atribuída ao alongamento dos grupos O-H, relacionados às ligações de hidrogênio intra e intermoleculares do polímero de ácido galacturônico. A intensidade dessa banda pode variar de acordo com a umidade do ar, dada a característica higroscópica da amostra.

3.3.9 Microestrutura eletrônica de varredura (MEV)

A avaliação da microscopia eletrônica por varredura se torna mais eficiente quando é utilizada para entender o resultado das características mecânicas dos filmes. Filmes mais espessos apresentam piores características mecânicas pela baixa homogeneidade, reticulação ineficiente e baixos níveis de plastificantes. Algumas evidências de partículas porosas ou irregulares podem ser justificadas pela presença de fragmentos de impurezas da matéria-prima utilizada para a confecção dos filmes 1 e 2.

O filme de pectina pura apresenta superfície porosa, que causa alta permeabilidade ao vapor de água, podendo apresentar rachaduras, que são responsáveis pela sua fragilidade (PIRSA, 2020).

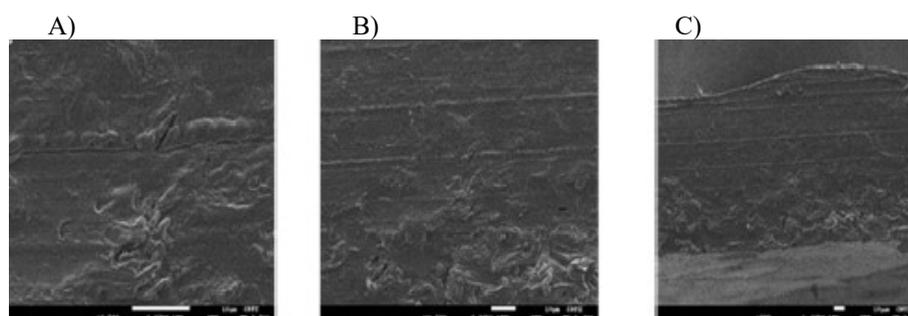


Figura 6 - Microestrutura transversal da Formulação F1: a) com aumento de 2500x; b) com aumento de 1000x; e c) com aumento de 500x

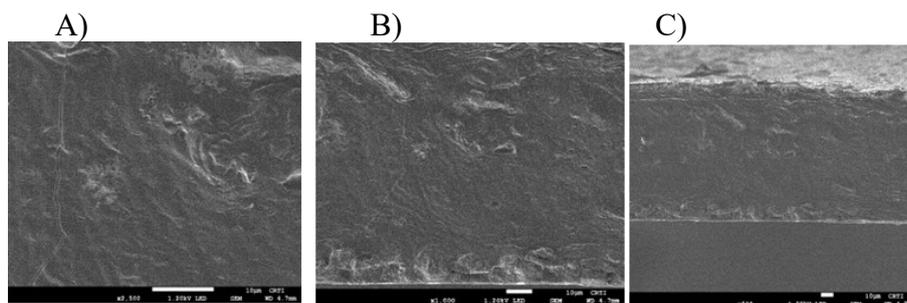


Figura 7 - Microestrutura transversal da Formulação F2: a) com aumento de 2500x; b) com aumento de 1000x; e c) com aumento de 500x

A seção transversal mostra algumas perfurações, que, em ambos os filmes, ficam mais evidentes quanto maior for o aumento da imagem. As ranhuras horizontais e alguns microfuros são as pequenas rachaduras que aparecem como um traço marcante na imagem de 500 vezes, conforme a figura 6 e 7 evidenciam.

A estrutura homogênea e compacta, sem pontos de fratura, pode estar relacionada ao módulo de elasticidade, que, quanto mais baixo, maior será a rigidez do filme e tendência a uma maior tensão máxima. Este comportamento pode ser explicado pela presença de glicerol, que exerce a função de preencher os espaços vazios da matriz e reduz os poros e rachaduras na superfície dos filmes, promovendo uma barreira à troca de gases (CHIUMARELLI; HUBINGER, 2012).

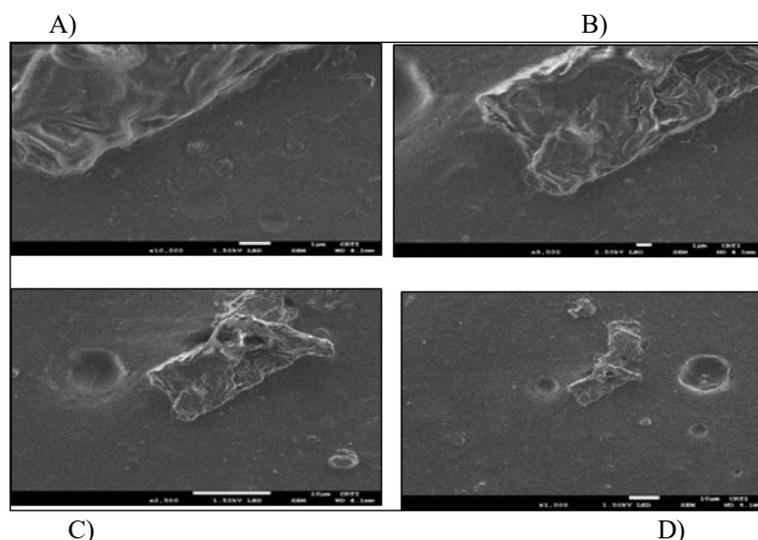


Figura 8 – Microestrutura de superfície da formulação FI: a) com aumento de 10000x; b) com aumento de 5000x; c) com aumento de 2500x; e d) com aumento de 1000x

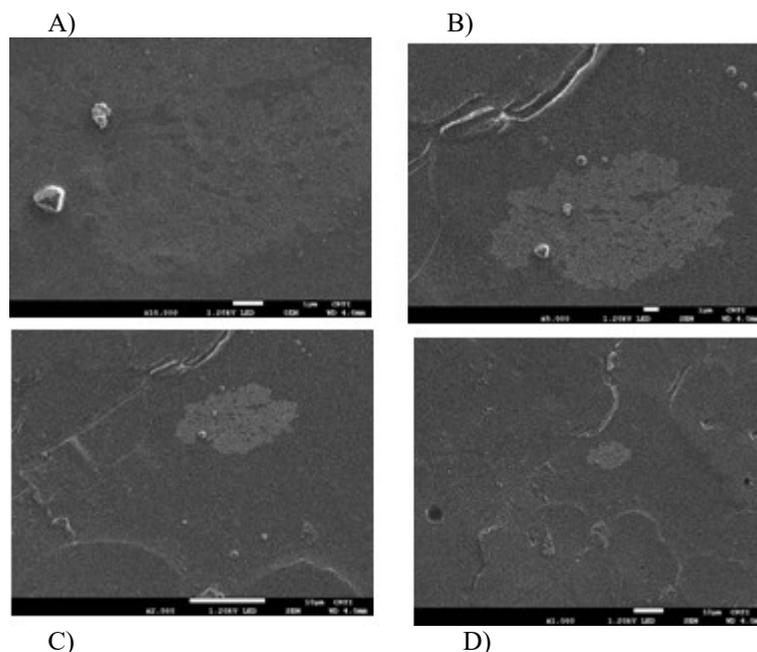


Figura 9 - Microestrutura de superfície da formulação F2: a) com aumento de 10000x; b) com aumento de 5000x; c) com aumento de 2500x; e d) com aumento de 1000x

Os filmes 1 e 2 não apresentaram estruturas homogêneas, e as imperfeições encontradas são justificadas pela presença de pectina insolubilizada durante o processo de produção da solução filmogênica, conforme as imagens das figuras 8 e 9. Esse fato pode ser resolvido com a utilização de equipamentos modernos para melhorar as características dos filmes, que, com o aumento da imagem, ficaram nítidos. Observam-se pequenos pontos brancos na superfície do filme, que podem estar associados ao cálcio adicionado durante a reticulação, que não foi completamente incorporado à matriz do filme, e a alguns microfuros, mas que não enfraqueceram a estrutura formada pelo biofilme.

Isso fica evidente ao observar agregados heterogêneos que também foram descritos por Mendes *et al.* (2019), que podem estar associados à sedimentação de partículas durante a secagem dos filmes. Todas as imagens de MEV das formulações F1 e F2 comprovam o quanto a estrutura final formada é semelhante nos dois filmes, mostrando também que a junção das matérias-primas permitiu a elaboração de um filme forte e consistente.

3.3.10 Atividade antimicrobiana

A Figura 10 mostra as embalagens bioativas elaboradas com a pectina do

mesocarpo do pequi, com duas formulações diferentes, em contato com cepas preparadas dos microrganismos *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella enteritidis* e *Staphylococcus aureus*.

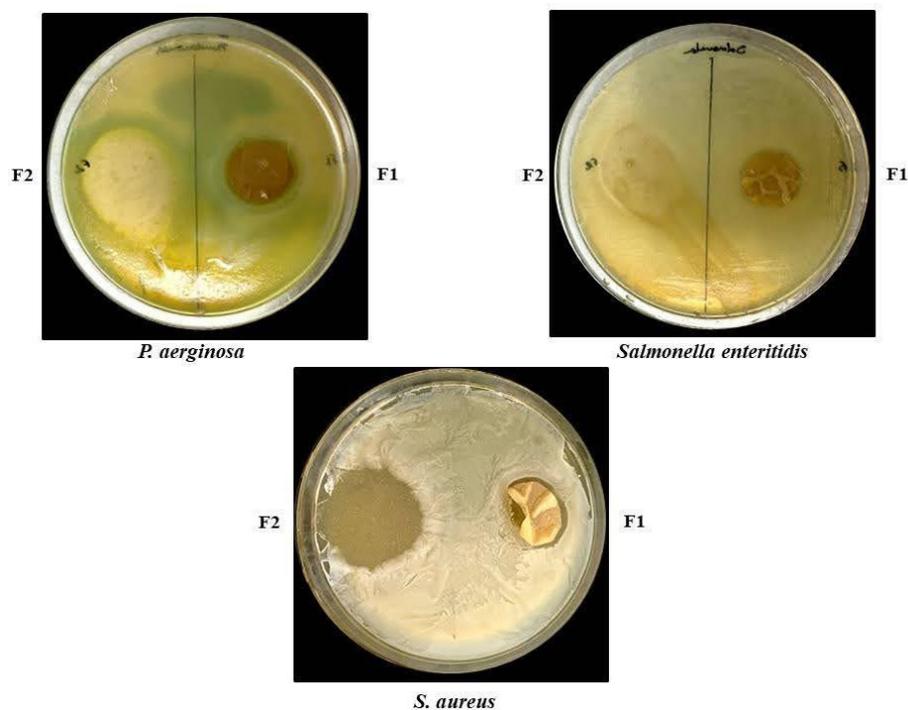


Figura 10 - Imagem do filme F1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de extrato de própolis) e do filme F2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de extrato de própolis), em contato com as cepas de bactérias para observação da atividade antimicrobiana

Constatou-se que com a *P. aeruginosa*, o filme 1 desenvolveu um halo de inibição de 0,3 cm, enquanto o filme 2 apresentou halo de inibição, mas o filme se derreteu antes de ser medido. Já a *Salmonella enteritidis* apresentou um halo de inibição de 0,2 cm no filme 1 e um halo de inibição de 0,1 cm no filme 2. Por último, a *S. aureus* obteve um halo de inibição de 0,5 cm no filme 1 e um halo de inibição de 0,4 cm no filme 2.

O desenvolvimento do halo de inibição em contato com todos os microrganismos testados determina que a embalagem bioativa desempenha a função antimicrobiana esperada, embora não se afirme por qual componente da formulação esse fato é alcançado.

3.3.11 Biodegradabilidade

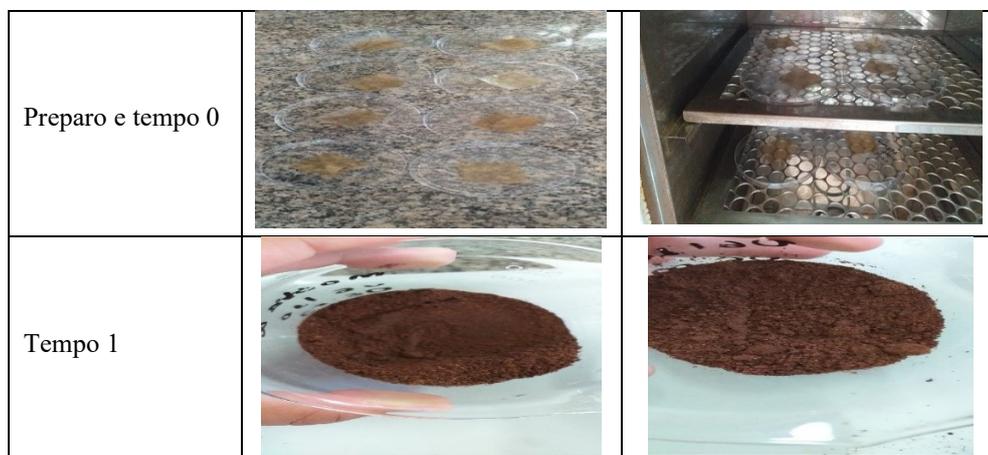
Segundo Azevedo *et al.* (2016), o processo de biodegradação pode ter sido favorecido pela diversidade da flora microbiana presente no solo utilizado, que mostra sua viabilidade para o estudo de biodegradação. A alta biodegradabilidade dos filmes

pode ser associada com a alta solubilidade em água dos filmes, que se desintegram na presença de umidade (SARAIVA, 2012).

As amostras das formulações 1 e 2 foram inseridas no solo devidamente preparado, com observação da decomposição dos biofilmes em contato com esse solo preparado nas condições de umidade e temperatura que constam na literatura (Figuras 11 e 12). Com referência aos dois filmes produzidos, observa-se que, no intervalo de 12 h, a mudança no aspecto do solo é notória e que, ao final do experimento, em menos de dois dias, o filme já desaparece no sistema e se decompõe, comprovando sua característica biodegradável, reforçando seu potencial como solução para reduzir o acúmulo de lixo na natureza.



Figura 11 - Análise de biodegradabilidade do filme 1 (1,9% de pectina, 0,57% de glicerol e 0,3% de própolis) em solo previamente tratado, realizada o monitoramento de 12 em 12 h



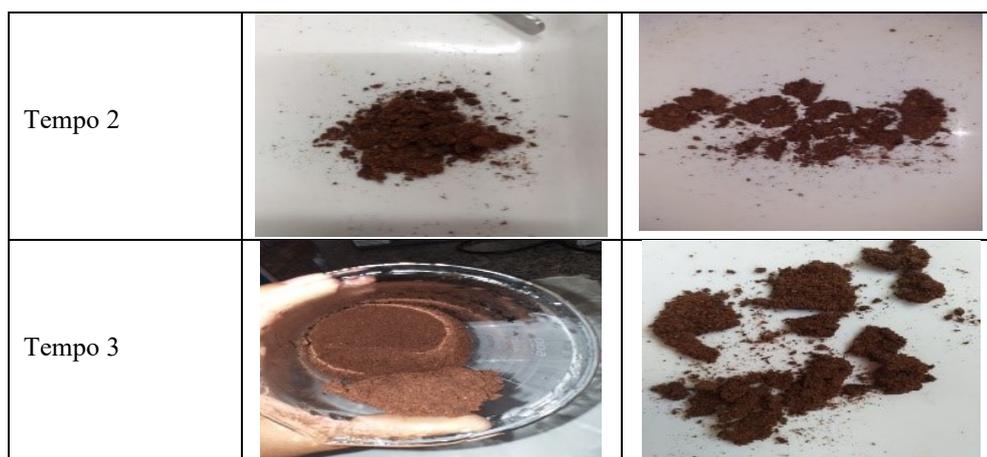


Figura 12 - Análise de biodegradabilidade do filme 2 (1,6% de pectina, 0,7% de glicerol e 0,6% de própolis) em solo previamente tratado, realizada o monitoramento de 12 em 12 h

A alta biodegradabilidade dos filmes observada nas duas formulações pode ser associada com a alta solubilidade em água dos filmes, que se desintegram na presença de umidade (SARAIVA, 2012). Já segundo Azevedo *et al.* (2016), o processo de biodegradação pode ter sido favorecido pela diversidade da flora microbiana presente no solo utilizado, que mostra sua viabilidade para o estudo de biodegradação.

Para fins comparativos, tempo bastante superior foi encontrado para filmes de resíduo industrial, pectina e álcool polivinílico, que nos ensaios de biodegradabilidade em solo tiveram degradação total em torno de 70 dias (AREVALO *et al.*, 2009). Toda essa alta taxa de biodegradação pode ser favorecida pela capacidade de reter a umidade de todas as matérias-primas utilizadas para a fabricação dos biofilmes, reforçando ainda que fica impossível visualizar algum material restante da decomposição (Figuras 11 e 12).

3.4 Conclusão

Foram observados diversos fatores relativos à caracterização da embalagem bioativa produzida de pectina extraída do mesocarpo do pequi e adicionada de extrato etanólico de própolis (EEP), o que evidenciou que foi desenvolvido um filme de qualidade.

Das características reológicas, pode-se afirmar que a amostra é considerada um fluido newtoniano, de viscosidade constante ao ser submetido a uma taxa de deformação superior a 250 s^{-1} e tensão de cisalhamento linear crescente em relação à taxa de deformação, de maneira geral.

Nos testes de biodegradabilidade, ambos os filmes apresentaram desintegração

completa após dois dias, o que é extremamente favorável para reforçar e comprovar sua característica biodegradável.

O uso deste tipo de embalagem biodegradável pode contribuir com a redução na quantidade de resíduos plásticos no ambiente, além de promover incentivo ao uso de recursos renováveis pelo uso de resíduos da produção de alimentos. O filme com potencial ativo é uma alternativa para substituir as embalagens plásticas de supermercado e panificadoras.

Os filmes apresentaram boas características quanto à manuseabilidade, uniformidade e ausência de bolhas, porém com alta higroscopicidade e permeabilidade ao vapor de água, limitando sua utilização a produtos com baixa umidade. A coloração dos filmes de pectina do mesocarpo do pequi apresentou-se escura, podendo ser indicados para embalar produtos sensíveis à luz, evitando, assim, a perda de características importantes.

3.5 Referências

- ADILAH, A. N.; JAMILAH, B.; NORANIZAN, M. A., NURHANANI, Z. A. Utilization of mango peel extracts on the biodegradable films for active packaging. **Food Packaging and Shelf Life**, v.16, n.1, p.1-7, 2018.
- ALMASI, H.; GHANBARZADEH, B.; ENTEZAMI, A. A. Improving the barrier and mechanical properties of corn starch-based edible films: Effect of citric acid and carboxymethyl cellulose. **Industrial Crops and products**, v.33, n.1, p.229-235, 2011.
- AOAC (ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS). Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists **International**. Arlington: Patricia Cuniff, p.37-10, 42-2, 44-3, 45-16, 1997
- AREVALO, K.; ALEMAN, E.; ROJAS, G.; MORALES, L.; GALAN, L. J. **Properties and biodegradability of cast films based on agroindustrial residues, pectin and polyvinilic alcohol (PVA)**. *New Biotechnology*, v.25, p. 287–288, 2009.
- ASTM G160-98, Standard Practice for Evaluating Microbial Susceptibility of Nonmetallic Materials by Laboratory Soil Burial, ASTM International, West Conshohocken, PA, 1998, www.astm.org
- ASTM D646-96(2007). Standard Test Method for Grammage of Paper and Paperboard (Mass Per Unit Area) (Withdrawn 2010), **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2007, www.astm.org
- ASTM D882-10(2010). Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2010, www.astm.org

ASTM E96/E96M-10(2010). **Standard test methods for water vapor transmission of materials. Standards designations: E96 e E95.** Philadelphia, PA (USA): American Society for Testing and Materials. 2011.

AZEVEDO, J. B.; CARVALHO, L. H.; CANEDO, E.L.; BARBOSA, J. D. V.; SILVA, M. W. S. **Avaliação da Biodegradação em Compósitos com Fibras Naturais através de Perda de Massa e Produção de CO₂.** Revista Virtual Química, v. 8, n.4, 1115-1129, 2016.

BERTUZZI, M. A.; ARMADA, M.; GOTTIFREDI, J. C. Physicochemical characterization of starch-based films. **Journal of Food Engineering**, v.82, n.1, p.17-25, 2007.

BIERHALZ, A. C. K.; DA SILVA, M. A.; KIECKBUSCH, T. Natamycin release from alginate/pectin films for food packaging applications. **Journal of Food Engineering**, v.110, n.1, p.18-25, 2012.

BODINI, R. B.; SOBRAL, P. J. A.; FAVARO-TRINDADE, C. S.; CARVALHO, R. A. Properties of gelatin-based films with added ethanol–propolis extract. **LWT-Food Science and Technology**, v.51, n.1, p.104-110, 2013.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials science and engineering.** NY: John wiley & sons, 2011.

CANEVAROLO JR, SEBASTIÃO V. (ed.) Técnicas de caracterização de polímeros. **Artliber**, São Paulo, 1.ed., 448p., 2004.

CHIUMARELLI, M.; HUBINGER, M. D. Stability, solubility, mechanical and barrier properties of cassava starch–Carnauba wax edible coatings to preserve fresh-cut apples. **Food hydrocolloids**, v.28, n.1, p.59-67, 2012.

CHIUMARELLI, M.; HUBINGER, M. D. Evaluation of edible films and coatings formulated with cassava starch, glycerol, carnauba wax and stearic acid. **Food Hydrocolloids**, v.38, p.20–27, 2014.

COOPER, T. A. Developments in bioplastic materials for packaging food, beverages, and other fast-moving consumer goods. *In* FARMER, N. (ed.). Trends pack food, beverages, and other fast-moving consumer goods (FMCG) UK. **Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition**, 1.ed., p.108-152, 344p., 2013.

COSTA, D. M. A.; SANTOS A. F. D.; SILVA E. D.; SILVA I. A. Desenvolvimento e caracterização de filmes à base de amido de feijão macáçar (*Vigna unguiculata* L.) Wap). **HOLOS**, v.7, p.2-16, 2017.

COUTO, E. M. **Utilização da farinha de casca de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) na elaboração de pão de forma.** 107p., 2007. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos), Universidade Federal de Lavras, Lavras, MG, 107p., 2007.

ESPITIA, P.; DU, W.; AVENA-BUSTILLOS, R.; SOARES, N.; MCHUGH, T.

Edible films from pectin: Physical-mechanical and antimicrobial properties - A review. **Food Hydrocolloids**, v.35, p.287-296, 2014. DOI:10.1016/J.FOODHYD.2013.06.005

FADINI, A.L., ROCHA, F.S., ALVIM, I.D., SADAHIRA, M.S., QUEIROZ, M.B., ALVES, R.M.V., SILVA, L.B. Mechanical properties and water vapour permeability of hydrolysed collagen–cocoa butter edible films plasticised with sucrose. **Food Hydrocolloids**, v.30, p.625-631, 2013.

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.

FENNEMA, O.; DONHOWE, I. G.; KESTER, J. J. Lipid type and location of the relative humidity gradient influence on the barrier properties of lipids to water vapor.. Department of Food Science, University of Wisconsin, 1605 Linden Drive, Madison, WI 53706, USA. **Journal of Food Engineering**, v.22, Issues 1-4, p.225-239, 1994. [https://doi.org/10.1016/0260-8774\(94\)90032-9](https://doi.org/10.1016/0260-8774(94)90032-9)

FERNANDES, A. P; COSTA, J. B.; SOARES, D. S. B.; MOURA, C. J.; SOUZA A. R. M. Application of biodegradable films produced from irradiated whey protein concentrate. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, v.45, n.2, p.192-199, 2015.

GALDEANO, M. C.; WILHLM, A. E.; GROSSMANN, M. V. E; MALI, S. Effect of processing and environmental conditions in the properties of oat starch biodegradable materials. **Polímeros**, v.24, n.1, p.80-87, 2014.

GARCÍA, 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.

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.

HENRIQUE, C. M; CEREDA, M. P.; SARMENTO, S.B.S. Physical characteristics of cassava modified starch films. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, v.28, n.1, 231-240, 2008.

LAHOUD, M. H.; CAMPOS, R. Aspectos teóricos relacionados à reologia farmacêutica. **Visão Acadêmica**, v.11, n.1, 2020.

LIMA, I. O.; MOREIRA, A. J.; DE SOUSA, G. F.; MARCONDES, K. C.; PEREIRA, M. R. Extração de pectina dos resíduos da casca de laranja e maracujá. *In: XII Congresso Nacional de Meio Ambiente de Poços de Caldas. Minas Gerais-MG*, 2015.

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.

MALLI, S.; GROSSMAN, M. V. E.; YAMASHITA, F. **Filmes de amido: produção**,

propriedades e potencial de utilização. Semina: Ciências Agrárias, v. 31, n. 1, p. 137-156, jan./mar, 2010.

MARTELLI, M.R.; BARROS, T.T.B.; ASSIS, O.B.G. Filmes de Polpa de Banana Produzidos por Batelada: Propriedades Mecânicas e Coloração. **Polímeros**, v.24, n.1, p.137-142, 2014.

MEERASRI, J.; SOTHORNVIT, R. Characterization of bioactive film from pectin incorporated with gamma-aminobutyric acid. **International journal of biological macromolecules**, v.147, p.1285-1293, 2020.

MEHYAR, G. F.; HAN, J. H. Physical and mechanical properties of high-amylose rice and pea starch films as affected by relative humidity and plasticizer. **Journal of Food Science**, v.69, n.9, p.449-454, 2004.

MELO, P. T. S.; AOUADA, F. A.; MOURA, M. R. Fabricação de filmes bionanocompósitos à base de pectina e polpa de cacau com potencial uso como embalagem para alimentos. **Química Nova**, v.40, n.3, p.247-251, 2017.

MENDES, J. F.; MARTINS, J. T.; MANRICH, A.; SENA NETO, A. R.; PINHEIRO, A. C. M.; MATTOSO, L. H. C.; MARTINS, M. A. Development and physical-chemical properties of pectin film reinforced with spent coffee grounds by continuous casting. **Carbohydrate Polymers**, v.210, p.92-99, 2019.

MUNHOZ, C. L.; SANJINEZ-ARGANDOÑA, E. J.; SOARES JÚNIOR, M. S. Extração de pectina de goiaba desidratada. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.30, p.119-125, 2010.

OLIVEIRA, E. N. A.; SANTOS, D. da C. **Tecnologia e processamento de frutas e hortaliças**. p.234, Natal: IFRN, 2015.

OLIVEIRA, L. C. da S. **Avaliação físico-química do abacate (*persea americana* Mill.) com uso de revestimento comestível produzido à base da pectina do pomelo (*Citrus grandis*)**. Monografia (Bacharelado em Engenharia de Alimentos), Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia Goiano, Campus Rio Verde, GO, 2020.

PELLISSARI, F. M.; GROSSMANN, M. V.; YAMASHITA, F.; PINEDA, E. A. G. Antimicrobial, mechanical, and barrier properties of cassava starch– chitosan films incorporated with oregano essential oil. **Journal of agricultural and food chemistry**, v.57, n.16, p.7499-7504, 2009. <https://doi.org/10.1021/jf9002363>

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.

PETRIKOSKI, A. P. **Elaboração de biofilmes de fécula de mandioca e avaliação do seu uso na imobilização de caulinita intercalada com uréia**. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) Universidade Tecnológica Federal do Paraná. 129f. Pato Branco, (PR), 2013.

PIRSA, S. Biodegradable film based on pectin/Nano-clay/methylene blue: Structural and physical properties and sensing ability for measurement of vitamin C. **International Journal of Biological Macromolecules**, v.163, p.666-675, 2020.

PRAMOD, A. G.; NADAF, Y. F.; RENUKA, C. G.; SUCHETA, M. Derivado de Biscoumarin para projetar os aplicativos de exibição WLED. *In: AIP Conference Proceedings*, v.2115, n.1, p.030206, 2019. AIP Publishing LLC.

PROVIN, L. **Extração, caracterização química e propriedades reológicas de pectinas da casca de *Caryocar brasiliense* Cambess (Pequi)**. 2012. Dissertação (Mestrado em Ciências – Bioquímica), Universidade Federal do Paraná, Curitiba-Paraná, 2012.

RANJITHA, K.; SUDHAKAR RAO, D. V; SHIVASHANKARA, K. S.; OBEROI, H. S.; ROY, T. K.; BHARATHAMMA, H. Shelf-life extension and quality retention in fresh-cut carrots coated with pectin. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v.42, n.3, p.91-100, 2017.

RIGO, L. N. **Desenvolvimento e caracterização de filmes comestíveis**. Tese de Doutorado. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) Universidade Regional Integrada do Alto Uruguia das Missões, Erechim, RS, 2006.

SALAZAR, A. S. S.; CAVAZOS, P. A. S.; PAZ, H. M.; FRAGOSO, A. V. External factors and nanoparticles effect on water vapor permeability of pectin-based films. **Journal of food engineering**, v.245, p.73-79, 2019. DOI10.1016/j.jfoodeng.2018.09.002

SARAIVA, A. F. **Estudo da biodegradabilidade de bioplásticos numa cultura de ciclo curto-melão (*Cucumis melo L. var. inodorus* N.)**. Tese (Doutorado em Engenharia do Ambiente), Instituto Superior de Agronomia, Lisboa, 39p., 2012.

SHANKAR, S.; WANG, L.-F.; RHIM, J.-W. Preparation and properties of carbohydrate-based composite films incorporated with CuO nanoparticles. **Carbohydrate Polymers**, v.169, p.264-271, 2017. DOI: 10.1016/j.carbpol.2017.04.025

SHAPI'I, R. A.; OTHMAN, S. H.; NORDIN, N.; BASHA, R. K.; NAIM, M. N. Antimicrobial properties of starch films incorporated with chitosan nanoparticles: In vitro and in vivo evaluation. **Carbohydrate Polymers**, n.230, p.115602. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115602>, 2020.

SILVA, G. D. da; LOCATELLI, G. O.; FINKLER, L.; FINKLER, C. L. Produção e caracterização de filmes comestíveis á base de alginato e pectina. **XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química**, p.1-8, 2014.

SILVA, P. L.; GOMES, A.M.M; RICARDO, N.M.P.; MACHADO, T.F. **Preparation and characterization of phosphorylated starch blends with chitosan and polyvinyl alcohol**. *Química Nova*, v. 39, n. 4, p. 450-455, 2016.

SIQUEIRA, B. D. S.; ALVES, L. D.; VASCONCELOS, P. N.; DAMIANI, C. JUNIOR, M. S. S. Extracted pectin of “pequi” peel and application in light mango jam.

Revista Brasileira de Fruticultura, v.34, n.2, p.560–567, 2012.

SOUSA, A.; RIBEIRO, A. C. B.; SANTOS, D. G.; RICARDO, N. M. P. S.; RIBEIRO, M. E. N. P.; CAVALCANTI, E. S. B.; RICARDO, N. M. P. S. Modificação química da pectina do melão caipira (*Cucumis melo var. Acidulus*). **Química Nova**, v.40, n.5, p.554-560, ref.3, 2017.

SUDERMAN, N.; ISA, M. I. N.; SARBON, N. M. The effect of plasticizers on the functional properties of biodegradable gelatin-based film: A review. **Food bioscience**, v.24, p.111-119, 2018.

TURBIANI, R. B. F.; KIECKBUSCH, T. G. Propriedades mecânicas e de barreira de filmes de alginato de sódio reticulados com benzoato de cálcio e/ou cloreto de cálcio. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.14, n.2, p.82–90, 2011.

VIANA, R. M.; SÁ, N. M. S. M.; BARROS, M. O.; BORGES, M. F.; AZEVEDO, H. M. C. Nanofibrillated bacterial cellulose and pectin edible films added with fruit purees. **Carbohydrate polymers**, v.196, p.27-32, 2018.

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.

YU, Z.; LI, B.; CHU, J.; ZHANG, P. Silica in situ enhanced PVA/chitosan biodegradable films for food packages. **Carbohydrate Polymers**, v.184, p.214-220, 2018.

ZANELLA, K.; TARANTO, O. P. Influence of the drying operating conditions on the chemical characteristics of the citric acid extracted pectins from ‘pera’ sweet orange (*Citrus sinensis* L. Osbeck) albedo and flavedo. **Journal of Food Engineering**, v.166, p.111-118, 2015.