



UNIVERSIDADE DO VALE DO TAQUARI  
CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS  
DE AMIDO DE PINHÃO E BATATA-DOCE**

Suélen Nichel

Lajeado, junho de 2020

Suélen Nichel

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS  
DE AMIDO DE PINHÃO E BATATA-DOCE**

Monografia apresentada na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso II, do Curso de Graduação em Engenharia Química, da Universidade do Vale do Taquari - Univates, como parte da exigência para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

Orientador: Prof. André Luis Catto

Lajeado, junho de 2020

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus que sempre iluminou meus caminhos e esteve presente em minha vida dando sabedoria, perseverança e força, para a conclusão desta etapa importante em minha caminhada.

Aos meus pais Claudia e Osmar, pela educação que me deram, pelo exemplo de vida, pelo incentivo e pelo amor em todos os momentos da minha vida.

A minha irmã Luana e ao meu cunhado Henrique, pelo amor, paciência, companheirismo, apoio e amizade.

Ao meu namorado Cassio por me apoiar durante este período, pela ajuda, compreensão, paciência, incentivo e amor.

Ao professor André Luis Catto, pela orientação, pela disponibilidade em ajudar e pelas contribuições.

A todas as minhas amigas e colegas, em especial Bárbara, Júlia e Daiane, pelo apoio, auxílio, companheirismo, carinho e amizade em todos os momentos.

Aos meus colegas de trabalho, pelo apoio, auxílio, amizade e boa convivência todos os dias.

Aos meus professores da graduação que contribuíram para a minha formação, apoiando e dando conselhos.

E a todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

## RESUMO

Devido aos problemas ambientais gerados pelo grande acúmulo de resíduos poliméricos descartados inadequadamente na natureza nas últimas décadas, vem aumentando o número de pesquisas relacionadas a materiais biodegradáveis. Entre estes materiais, os filmes biodegradáveis vêm ganhando destaque, pois formam uma solução filmogênica que pode ser utilizada como um revestimento protetor, podendo ser utilizado para conservação de alimentos como frutas. Assim, este trabalho avaliou a extração do amido do pinhão e da batata-doce para posterior produção de filmes biodegradáveis, analisando suas propriedades e aplicação como revestimento de frutas. A extração dos amidos foi realizada por processo de trituração e posterior filtração e secagem. Os filmes biodegradáveis foram obtidos a partir do método de *casting*, onde ocorre a formação da solução filmogênica através do amido de pinhão e do amido da batata-doce juntamente com plastificante (glicerol). As análises de caracterização dos filmes de amido de pinhão (GFP), amido de batata-doce (GFB) e do polímero comercial (CFMM) foram realizadas por meio de ensaios de solubilidade, espessura, análise térmicas e morfológicas, além de ensaios visuais e de perda de massa, utilizando como fruta o tomate. Os resultados obtidos indicam que todos os filmes biodegradáveis apresentaram uma solubilidade baixa e o filme CFMM apresentou menor espessura ( $0,0026 \pm 0,002$  mm) comparado aos demais filmes. Na análise termogravimétrica (TGA) os filmes GFP e GFB apresentaram estabilidades térmicas inferiores ao CFMM, já no comportamento térmico por calorimetria exploratória diferencial (DSC), verificou-se que todos os filmes apresentaram uma adequada resistência a altas temperaturas. Na análise morfológica os filmes GFP e GFB mostraram certas irregularidades e defeitos, já o filme CFMM apresentou uma morfologia homogênea e compacta. Por fim, no teste de aplicação como revestimento em tomates, a solução filmogênica não aderiu completamente ao fruto, não mostrando bons resultados relacionados ao seu aspecto visual. Em relação a perda de massa, os resultados mostraram uma maior perda de massa no início, indicando que após o sexto dia o fruto começou a perder menos água. Assim, conclui-se que o filme comercial (CFMM) apresentou melhor desempenho quando comparado aos filmes GFP e GFB, que não apresentaram uma adequada efetividade quando aplicados como revestimento de proteção em frutas.

**Palavras-chave:** Amido. Pinhão. Batata-doce. Filmes biodegradáveis.

## ABSTRACT

Due to environmental issues generated by the large accumulation of improperly discarded polymeric waste in nature in recent decades, the number of research related to biodegradable materials is increasing. Among these materials, biodegradable films have been gaining prominence as they form a filmogenic solution that can be used as a protective coating and can be used for the conservation of food such as fruit. Thus, this work evaluated the extraction of starch from pine nuts and sweet potatoes for subsequent production of biodegradable films, analyzing its properties and application as a coating for fruit. The extraction of starch was carried out by the crunch process and subsequent filtration and drying. The biodegradable films were obtained from the casting method, where the formation of the filmogenic solution occurs through pine nuts starch and sweet potato starch together with a plasticizer (glycerol). The characterization analyses of pine nuts starch (GFP), sweet potato starch (GFB) films, and commercial film (CFMM) were performed through solubility, thickness, thermal and morphological analysis, as well as visual and mass loss tests using tomatoes as fruit. The results obtained indicate that all biodegradable films had a low solubility and CFMM03 film had a lower thickness ( $0.0026 \pm 0.002$  mm) compared to other films. In the Thermogravimetric Analysis (TGA) GFP and GFB films showed thermal stabilization lower than CFMM, while in the thermal behavior by Differential Scanning Calorimetry (DSC) all films showed good resistance to high temperatures. In the morphological analysis, GFP and GFB films showed certain irregularities and defects, while CFMM film showed a homogeneous and compact morphology. Finally, in the application test as a coating on tomatoes, the filmogenic solution did not fully adhere to the fruit, not showing good results related to its visual aspect. Regarding the loss of mass, the results showed a greater loss of mass at the beginning, indicating that after the sixth day the fruit began to lose less water. Thus, it is concluded that the commercial film (CFMM) showed better performance when compared to the GFP and GFB films, which did not show adequate effectiveness when applied as a protective coating on fruit.

**Keywords:** Starch. Pine nuts. Sweet potatoes. Biodegradable films.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

### LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Rotas de obtenção de alguns polímeros biodegradáveis .....	16
Figura 2 – Esquema ilustrativo do processo de degradação dos polímeros biodegradáveis .....	17
Figura 3 – Representação do processo de casting para a produção de filmes poliméricos biodegradáveis de amido .....	19
Figura 4 – Micrografias de alguns amidos presentes em fontes naturais.....	23
Figura 5 – Representação da estrutura molecular da amilose e amilopectina .....	24
Figura 6 – Elementos constituintes de um MEV e sua emissão de sinais para detecção .....	29
Figura 7 – Fluxograma da metodologia de extração do amido do pinhão e da batata doce, preparo dos filmes e ensaios de caracterização.....	31
Figura 8 – Etapas do processo de extração do amido de pinhão.....	32
Figura 9 – Etapas do processo de extração do amido de batata-doce .....	33
Figura 10 - Imagem do micrômetro utilizado para a análise de espessura .....	35
Figura 11 – Filmes biodegradáveis de amido de batata-doce (A) e de pinhão (B) ....	38
Figura 12 – Imagem do plástico filme biodegradável comercial produzido a partir da biomassa do milho e da mandioca .....	39

Figura 13 – Curvas de TGA para as amostras GFP, GFB e CFMM .....	42
Figura 14 – Curvas de DSC dos filmes GFP, GFB e CFMM .....	44
Figura 15 – Micrografias da superfície das amostras de filmes biodegradáveis GFP (A), GFB (B) e CFMM (C).....	47
Figura 16 – Micrografias da seção transversal das amostras GFP (A), GFB (B) e CFMM (C).....	47
Figura 17 – Valores de perda de massa (%) do fruto tomate revestido com GFP, GFB e CFMM.....	49
Figura 18 – Aspecto visual dos tomates no primeiro dia (0 dia) revestidos com os filmes GFP, GFB e CFMM .....	51
Figura 19 – Aspecto visual dos tomates no 3º dia revestidos com os filmes GFP, GFB e CFMM.....	51
Figura 20 – Aspecto visual dos tomates no 6º dia revestidos com os filmes GFP, GFB e CFMM.....	52
Figura 21 – Aspecto visual dos tomates no 9º dia revestidos com os filmes GFP, GFB e CFMM.....	52
Figura 22 – Aspecto visual dos tomates no 12º dia revestidos com os filmes GFP, GFB e CFMM.....	53

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição físico-química do pinhão cru e cozido em porcentagem (%)	21
Tabela 2 – Temperatura de gelatinização para diferentes fontes de amido.....	24
Tabela 3 – Solubilidade (%) com desvio padrão dos filmes biodegradáveis à base de amido e do filme controle .....	39
Tabela 4 – Espessura (mm) dos filmes a base de amido .....	41
Tabela 5 – Temperatura de início da gelatinização (Tonset), temperatura de fusão (Tf) e variação de entalpia no evento térmico ( $\Delta H$ ) dos filmes biodegradáveis .....	45

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CH <sub>4</sub>	Metano
cm	Centímetro
CO <sub>2</sub>	Dióxido de carbono
DSC	Calorimetria diferencial de varredura
g	Gramas
g/L	Gramas por litro
h	Horas
H <sub>2</sub> O	Água
HCl	Ácido clorídrico
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
Kcal/ha/dia	Quilocaloria por habitante por dia
Kg	Quilograma
Kv	Quilovolt
L	Litro
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
min	Minutos
mL	Mililitros
mL/min	Mililitos por minuto
mm	Milímetro
m/v	Massa por volume
pH	Potencial Hidrogeniônico
TECNOVATES	Parque Científico e Tecnológico da Univates

TGA	Análise termogravimétrica
$\alpha$	Alfa
$\emptyset$	Diâmetro
$^{\circ}\text{C}$	Graus Celsius
$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	Graus Celsius por minuto

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....</b>	<b>6</b>
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>13</b>
1.1 Objetivos .....	14
1.1.1 Objetivo geral .....	14
1.1.2 Objetivos específicos.....	14
1.2 Justificativa.....	15
<b>2 REFERENCIAL TEÓRICO.....</b>	<b>16</b>
2.1 Polímeros biodegradáveis .....	16
2.2 Filmes biodegradáveis produzidos a partir do amido .....	18
2.3 Formação de filmes de amido .....	20
2.3.1 Pinhão .....	20
2.3.2 Batata-Doce .....	21
2.3.3 Amido .....	22
2.3.4 Plastificante .....	25
2.4 Técnicas de caracterização dos filmes biodegradáveis.....	26
2.4.1 Espessura .....	26
2.4.2 Solubilidade.....	27
2.4.3 Propriedades térmicas.....	27
2.4.4 Análise morfológica por microscopia eletrônica de varredura .....	28
3.1 Material.....	30
3.2 Método .....	30
3.2.1 Produção dos filmes biodegradáveis de amido de pinhão e batata-doce .....	30
3.2.1.1 Extração do amido do pinhão e da batata-doce .....	31
3.2.1.2 Preparo dos filmes de amido .....	33

3.2.2 Caracterização dos filmes biodegradáveis .....	34
3.2.2.1 Análise de solubilidade em água .....	34
3.2.2.2 Espessura .....	35
3.2.2.3 Calorimetria diferencial de varredura.....	35
3.2.2.4 Análise Termogravimétrica .....	36
3.2.2.5 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	36
3.2.3 Aplicação dos filmes biodegradáveis como revestimentos de frutas.....	36
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>38</b>
4.1 Aspecto visual dos filmes biodegradáveis .....	38
4.2 Análise de solubilidade em água .....	39
4.3 Espessura .....	41
4.4 Propriedades Térmicas .....	42
4.4.1 Análise Termogravimétrica (TGA).....	42
4.4.2 Calorimetria exploratória diferencial (DSC) .....	44
4.5 Propriedades Morfológicas.....	46
4.6 Aplicação dos filmes biodegradáveis como revestimento de frutas.....	49
<b>5 CONCLUSÃO .....</b>	<b>55</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>57</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Os polímeros podem ser classificados como sintéticos ou naturais, produzidos a partir de altas cadeias moleculares onde o carbono é o principal elemento. São materiais altamente duráveis e elásticos. Atualmente, devido ao aumento populacional e econômico vem ocorrendo um aumento significativo na geração de resíduos sólidos urbanos, sendo que, no Brasil, cerca de 30-40% destes resíduos são provenientes de embalagens plásticas, sendo destinados a aterros sanitários ou descartados de forma inadequada no meio ambiente (DAS; TIWARI, 2018).

Devido aos problemas gerados e diante da dificuldade de reciclar embalagens sintéticas há um aumento no incentivo às pesquisas relacionadas a materiais biodegradáveis. Um exemplo dessas pesquisas é o desenvolvimento de filmes plásticos biodegradáveis obtidos através de materiais biológicos, sendo que este tipo de material vem crescendo mundialmente como embalagens de alimentos, com o intuito de substituir os filmes convencionais (DIAS et al., 2010). Este tipo de filme também pode formar uma solução filmogênica e ser utilizada como um revestimento de frutas, o qual forma na fruta uma camada protetora promovendo uma mudança no aspecto visual, textura, perda de massa, composição de gases e prorroga a vida útil da mesma (DONG; WANG, 2017). Os polímeros biodegradáveis em contato com o meio ambiente são consumidos por microrganismos e enzimas que estão presentes no solo, através de condições normais de umidade, temperatura e pressão, e contribuem assim para a redução da poluição (LIMA, 2004).

Os filmes biodegradáveis são produzidos com materiais biológicos, como proteínas, lipídios, polissacarídeos e derivados. Sua obtenção ocorre através da dispersão ou solubilização dos biopolímeros em solvente (água, etanol ou ácidos

orgânicos) e adição de aditivos (plastificante), com isso obtém-se uma solução filmogênica. Após este processo, a solução filmogênica passa por uma etapa de secagem formando assim o filme (GONTARD; GUILERT; CUQ, 1992; HENRIQUE; CEREDA; SARMENTO, 2008).

Filmes produzidos apenas com amido possuem pouca flexibilidade, são quebradiços, apresentam elevada higroscopia e baixa adequação ao processamento industrial (MALI et al., 2004). Porém, com a adição do plastificante, ocorre uma melhora nas propriedades mecânicas dos polímeros (aumento da flexibilidade), como também nas temperaturas de transição vítrea e temperatura de fusão, pois a função do plastificante é reduzir e neutralizar as forças intermoleculares, mas não modificar a natureza química do polímero (RABELO, 2000).

Assim, neste contexto, o intuito deste trabalho consiste em extrair o amido do pinhão e da batata-doce para desenvolvimento de filmes biodegradáveis utilizando o plastificante glicerol. Após desenvolvidos os filmes, suas propriedades serão analisadas através de testes físicos, térmicos e morfológicos, sendo estes também realizados em um polímero biodegradável comercial feito de milho e mandioca para fim de comparação entre os filmes biodegradáveis produzidos. Com a realização dos testes será possível verificar as propriedades dos filmes biodegradáveis, vislumbrando futuras aplicações como revestimentos de frutas.

## **1.1 Objetivos**

### **1.1.1 Objetivo geral**

O objetivo geral deste trabalho consiste na extração de amido do pinhão e da batata-doce para posterior produção de filmes biodegradáveis, analisando suas propriedades e aplicação como revestimento de frutas.

### **1.1.2 Objetivos específicos**

As atividades desta pesquisa são justificadas pelos seguintes objetivos específicos:

- Realizar a extração do amido por meio de processos físicos e mecânicos;

- Produzir filmes biodegradáveis a partir do amido de batata-doce e do amido de pinhão pelo método de *casting*, utilizando o plastificante glicerol;
- Caracterizar os filmes quanto às suas características físicas, morfológicas e térmicas;
- Comparar as propriedades dos filmes biodegradáveis produzidos com uma embalagem comercial produzida a partir do milho e da mandioca;
- Realizar análise visual e de perda de massa usando como fruto o tomate, revestindo-o com os filmes biodegradáveis produzidos e comparando com uma embalagem comercial produzida a partir do milho e da mandioca.

## 1.2 Justificativa

O amido é um polissacarídeo que vem sendo amplamente estudado para a fabricação de filmes poliméricos, destacando-se por ser uma matéria-prima abundante, de baixo custo, apresenta possibilidades de modificações químicas e físicas, além de originar filmes resistentes e biodegradáveis, não agredindo assim o meio ambiente (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA; 2010).

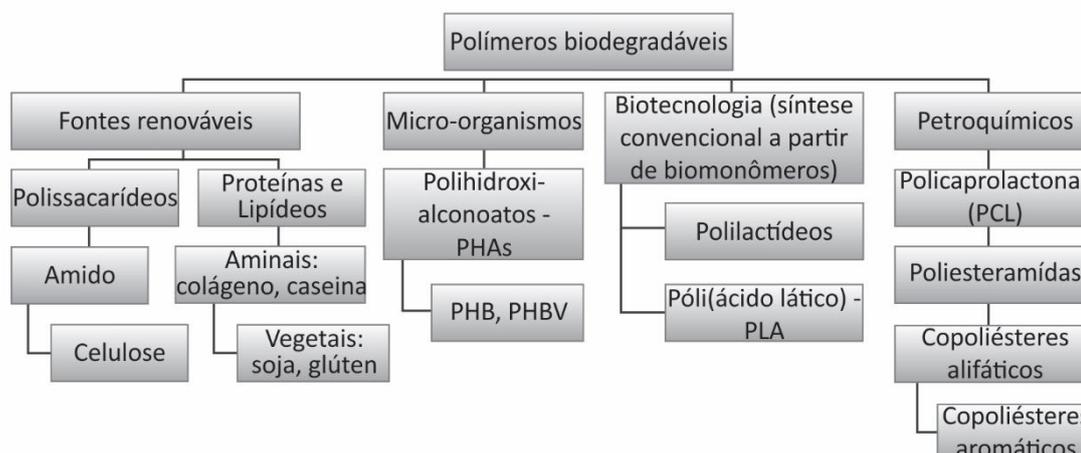
Atualmente há diversas fontes de pesquisas que utilizam o amido na produção de filmes para embalagens poliméricas, sendo este proveniente majoritariamente da batata, do milho, da mandioca, entre outros. No entanto, são encontradas poucas pesquisas relacionadas ao uso do pinhão e da batata-doce como fonte de amido. Neste sentido, levando-se em conta aspectos econômicos, culturais e ambientais envolvidos no tema de estudo optou-se pela escolha destas fontes de matérias-primas específicas para o desenvolvimento do trabalho, buscando assim uma nova alternativa mais sustentável e amigável ao meio ambiente.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Polímeros biodegradáveis

A crescente geração de resíduos poliméricos provenientes de processos, serviços e produtos utilizados na vida moderna vem causando danos e agressão ao meio ambiente. Esses resíduos são acumulados em aterros sanitários, provocando uma série de problemas ambientais e resistência a degradação (KUMAR et al., 2010). Neste contexto, pesquisas vem sendo desenvolvidas para minimizar os impactos ambientais e dentre as alternativas estudadas está a produção de polímeros biodegradáveis, cuja degradação é ocasionada por atividade biológica associada a alterações da estrutura química do material (NUNES; LOPES, 2014). A Figura 1 apresenta um fluxograma de algumas rotas para a obtenção de alguns polímeros biodegradáveis.

Figura 1 – Rotas de obtenção de alguns polímeros biodegradáveis



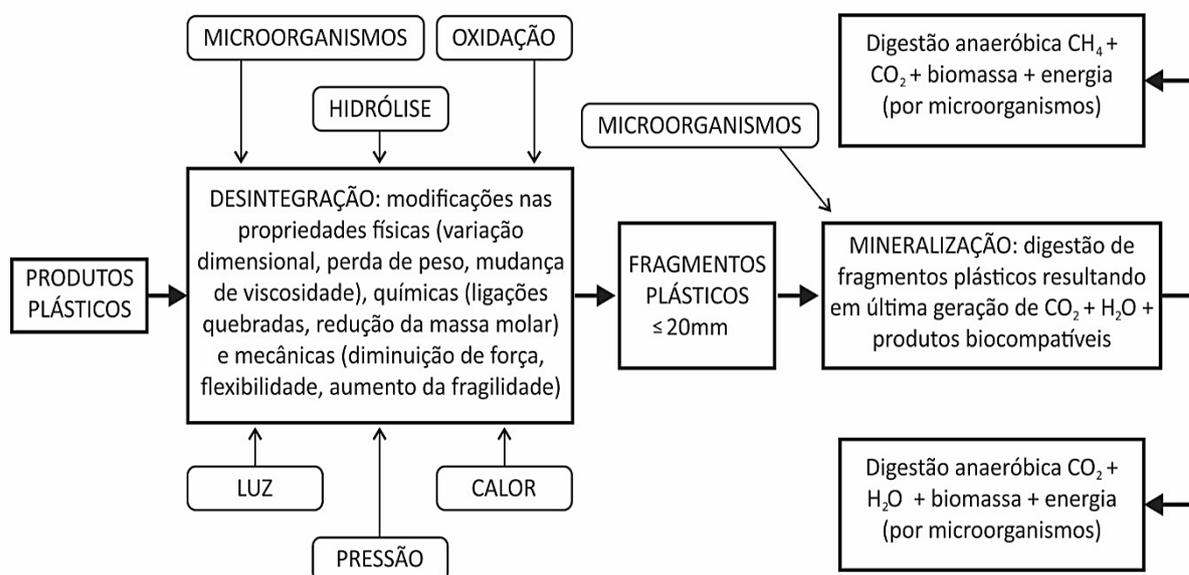
Fonte: Avérous (2008).

Os polímeros biodegradáveis mais importantes são os de origem natural e os sintéticos. A síntese dos polímeros biodegradáveis naturais envolve reações que são catalisadas por enzimas e reações que formam o crescimento de cadeia a partir de monômeros ativados, formados no interior das células por processos metabólicos complexos (FRANCHETTI; MARCONATO, 2006).

Os principais polímeros de polissacarídeos são a celulose, o amido e a quitina. Suas estruturas são formadas por glicose, ligada com os anéis de aldeído e álcool, possuindo grande quantidade de hidroxilas (FRANCHETTI; MARCONATO, 2006). A quitina é encontrada em crustáceos e insetos, já a celulose está presente na madeira, papel, algodão e outras fibras vegetais. Por fim, o amido pode ser proveniente de milho, batata, cana de açúcar, pinhão, entre outros (BRITO et al., 2011).

A degradação dos polímeros biodegradáveis ocorre por dois mecanismos, sendo eles desintegração e mineralização. Na desintegração há a deterioração das propriedades físicas dos polímeros e na mineralização os microrganismos consomem os produtos que estavam no processo de degradação em condições anaeróbias ou aeróbias, sendo capaz de transformá-los em produtos inertes, como água, biomassa e CO<sub>2</sub> (aeróbias) e CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub> e biomassa celular (anaeróbias) (KRZAN et al., 2006). A Figura 2 ilustra um esquema do processo de degradação em polímeros biodegradáveis.

Figura 2 – Esquema ilustrativo do processo de degradação dos polímeros biodegradáveis



Fonte: Krzan et al., (2006).

Geralmente os polímeros biodegradáveis possuem propriedades físicas e químicas parecidas com um polímero tradicional, porém seu tempo de degradação é reduzido, podendo variar entre 18 a 24 meses. Este tempo de degradação se dá pela presença de microrganismos, como fungos e bactérias presentes no solo, que liberam enzimas que aceleram sua decomposição (RAMALHO, 2009).

## **2.2 Filmes biodegradáveis produzidos a partir do amido**

Os filmes biodegradáveis são produzidos com materiais biológicos ou biopolímeros, sendo eles os polissacarídeos, proteínas e lipídios. Possuem duas formas diferentes, como revestimento e filme. O revestimento é uma fina camada de material aplicado diretamente sob a superfície do produto, já o filme é classificado como pré-formado separadamente e aplicado no produto. São classificados como comestíveis e biodegradáveis, pois dependem da forma como são produzidos e a quantidade de substâncias empregadas (FAKHOURI et al., 2007).

Os revestimentos ou filmes comestíveis aplicados em produtos contribuem para a redução das perdas pós-colheita, conserva os alimentos por um tempo maior e também podem ser consumidos ainda com a película sem causar danos à saúde do consumidor (SOUZA et al., 2009). Segundo Luvielmo e Lamas (2012), os revestimentos que possuem como base os polissacarídeos apresentam em sua estrutura baixa permeabilidade a gases, contribuindo para a redução da taxa de escurecimento enzimático.

Em escala industrial os filmes biodegradáveis produzidos a partir do uso de amido passam por processos térmicos, onde ocorre a fusão do amido. Os tipos de processamento mais usado para estes filmes são injeção, extrusão/sopro e compressão. Em escala laboratorial, a técnica mais utilizada é chamada de *casting*. Nesta técnica, após a gelatinização dos grânulos de amido com excesso de água, ocorre a separação da amilose e amilopectina em solução aquosa, que após o processo de secagem se refazem formando os filmes (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010). A Figura 3 apresenta um esquema de produção do filme utilizando a técnica de *casting*, onde as soluções filmogênicas são aplicadas em placas de Petri e em sequência ocorre a evaporação do solvente pela temperatura ambiente ou por convecção forçada de ar.

Figura 3 – Representação do processo de *casting* para a produção de filmes poliméricos biodegradáveis de amido



Fonte: Liu e Han (2005).

Para a formação de filmes a base de amido é necessário avaliar alguns fatores, como: origem do amido; quantidade de amilopectina/amilose; grau de cristalinidade; interações entre o amido e os plastificantes; e o método utilizado para o processamento dos filmes (LÓPES et al., 2015).

Atualmente há diversas publicações utilizando amido para a fabricação de filmes. De acordo com pesquisa realizada na base de dados do *Science Direct* (realizada em agosto de 2019), há em torno de 22.048 trabalhos encontrados utilizando a frase “*starch food films*” (filmes de amido para alimentos) no item de busca.

Osés et al. (2009) estudaram o efeito de filmes à base de amido de batata atuando como barreira à rancidez oxidativa de óleos vegetais. Para a fabricação do filme foi utilizado como plastificante o glicerol e a secagem foi em estufa a 60 °C por aproximadamente 24 horas, obtendo no final um filme transparente, flexível e homogêneo, com superfícies lisas e sem poros ou rachaduras, com uma boa permeabilidade gasosa. Porém maiores teores de glicerol fizeram com que ocorresse uma maior redução à permeabilidade dos filmes.

Já em trabalho de Nogueira et al. (2019) foi avaliada a eficiência da incorporação de amora preta nas propriedades de filmes de amido de araruta. O plastificante utilizado para o desenvolvimento do filme foi o glicerol e sua secagem foi realizada a temperatura ambiente (25 +/- 5 °C) por 24 horas. Os resultados demonstraram que o filme de araruta obteve boa aparência, transparência e flexibilidade, não apresentando fraturas ou sulcos. Os filmes onde utilizou-se uma concentração de amido superior apresentaram uma estrutura mecanicamente mais

forte. Também observaram que quando a concentração da amora preta foi aumentada, ocorreu um aumento na intensidade da coloração vermelha a olho nu.

Fitch-Vargas et al. (2016) utilizaram o processamento dos polímeros por extrusão como um pré-tratamento para o processo de fundição a fim de alterar a estrutura do amido, buscando obter filmes com propriedades físico-químicas melhoradas. Os plastificantes utilizados foram o glicerol e o sorbitol. Como resultado obteve-se filmes com maior probabilidade de quebra, força de deformação e permeabilidade ao vapor de água baixa.

Henrique, Cereda e Sarmiento (2008) verificaram as características físicas dos filmes biodegradáveis desenvolvidos com amido de mandioca modificado através do processo de *casting*. O plastificante utilizado foi a água e a secagem do filme ocorreu em uma estufa com ventilação de ar forçada por 24 horas a uma temperatura de 40 °C. Como resultado os filmes biodegradáveis apresentaram uma boa permeabilidade ao vapor d'água. Esta característica é importante para a aplicação dos polímeros como filmes, pois quando estes possuem uma permeabilidade baixa não devem ser usados como embalagens de alimentos, devido à probabilidade de ocorrência de problemas relacionados a fermentação.

## **2.3 Formação de filmes de amido**

### **2.3.1 Pinhão**

O pinhão é uma semente proveniente do pinheiro brasileiro (*Araucaria angustifolia*), sua espécie é subtropical e importante para a economia brasileira (ZANDAVALLI; DILLENBURG; DE SOUZA, 2004). A árvore é encontrada principalmente em climas de montanha como nos estados da região sul do Brasil, Paraná, Santa Catarina e Rio Grande do Sul, e também em países como Argentina, Chile e Paraguai (THYS et al., 2010).

Anualmente o pinheiro brasileiro produz cerca de 40 pinhas, chegando a atingir até 200 pinhas por árvore. Para iniciar a produção de pinhões, cada árvore leva um tempo em torno de 10 a 15 anos. A maturação da pinha ocorre em diferentes épocas do ano, dependendo do local, sendo que no Brasil os pinhões são colhidos entre os meses de março a setembro (CARVALHO, 1994).

Diversas partes da Araucária são utilizadas na medicina popular, como tinturas

retiradas dos nós, empregadas para o tratamento de reumatismos e infusões também dos nós, que tratam doenças sexualmente transmissíveis e renais. As infusões realizadas com as cascas tratam deformações musculares e varizes. Com a resina também é produzido o xarope utilizado no tratamento de infecções respiratórias, e com as folhas são realizadas infusões para tratar anemia e fadiga (CARVALHO, 2003; MARQUES, 2007).

A casca da semente do pinhão é marrom avermelhada e sua polpa corresponde à parte comestível, estando dura quando crua, com isso necessita passar por um processo de cozimento para permitir seu consumo. Suas dimensões podem variar dependendo da região, sendo seu comprimento de cerca de 3 a 8 cm por 1 a 2,5 cm de largura, possuindo um peso médio de 8,7 g (PERALTA et al., 2016). A polpa e o embrião presentes no pinhão são ricos em celulose, amido e lipídeos (CAPELLA; PENTEADO; BALBI, 2009). A Tabela 1 apresenta a composição físico-química do pinhão cru e cozido.

Tabela 1 – Composição físico-química do pinhão cru e cozido em porcentagem (%)

Análise	Pinhão Cru	Pinhão cozido
Umidade (%)	49,50 +/- 0,02	50,35 +/- 0,71
Proteína (%)	3,57 +/- 0,05	3,31 +/- 0,05
Lipídeos (%)	1,26 +/- 0,07	1,26 +/- 0,09
Resíduo mineral fixo (%)	1,60 +/- 0,01	1,41 +/- 0,02
Amido (%)	36,28 +/- 0,11	34,48 +/- 0,72
Fibra dietética solúvel (%)	0,63 +/- 0,13	0,55 +/- 0,18
Fibra dietética insolúvel (%)	4,26 +/- 0,20	5,17 +/- 0,25
Açúcares solúveis totais (%)	2,43	0,64

Fonte: Cordenunsi et al. (2004).

### 2.3.2 Batata-Doce

A batata-doce (*Ipomoea batatas* L.) possui uma cultura muito popular, apresentando um alto índice de consumo em todo o país, classificada como uma hortaliça tuberosa, rústica, com fácil produção e alta tolerância a secas, sendo capaz de desenvolver uma maior capacidade de energia por área e tempo (kcal/ha/dia) (NUNES; CRUZ; FORTUNA, 2012; CAVALCANTE et al., 2006). Recomenda-se seu cultivo em climas quentes, com temperatura média acima de 24 °C, se cultivada em

temperaturas abaixo de 10 °C ocorre atraso no seu desenvolvimento (SILVA; LOPES; MAGALHÃES, 2008).

A nível mundial, a batata-doce é a sexta cultura alimentar mais importante, ficando atrás do arroz, trigo, batata, milho e mandioca (CIP, 2019). O maior produtor consumidor mundial de batata-doce é a China, representando cerca de 82,30 % da produção mundial, logo em seguida vem a Nigéria, com 1,92 %, sendo que o Brasil representa 0,30 % deste total (FAOSTAT, 2016).

Segundo dados do IBGE (2017), no Brasil no ano de 2017 foram produzidos em torno de 776.285 mil toneladas de batata-doce, em aproximadamente 54.1 mil hectares, consolidando o país como o quarto maior produtor mundial de batata-doce. As regiões brasileiras com maior produção são a região Sul, com 17.309 hectares e a região Nordeste, com 23.136 hectares.

A batata-doce apresenta em sua composição carboidratos (particularmente amido), com proporções de 13,4 a 29,2 %, açúcares de 4,8 a 7,8 %, baixas proporções de proteína, entre 2,0 a 2,9 % e gorduras de 0,3 a 0,8 % (SILVA; LOPES; MAGALHÃES, 2002). Classifica-se também como ótima fonte de vitamina C, B2, B6 e E, fibras dietéticas, potássio, cobre, manganês e ferro (FU et al, 2016).

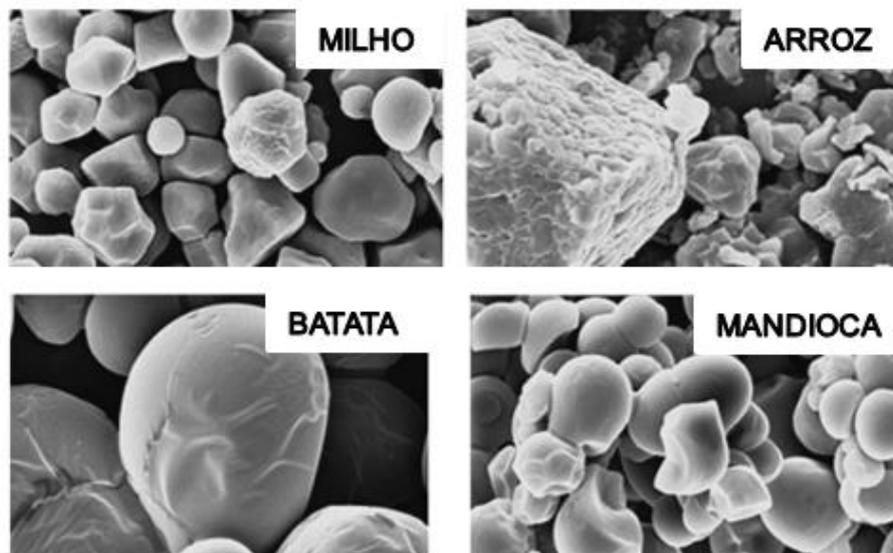
### **2.3.3 Amido**

O amido é classificado como a reserva alimentar das plantas, fornecendo em torno de 70 a 80% das calorias de consumo humano no mundo (DAMODARAM; PARKIN; FENNEMA, 2010). É insolúvel em água fria e em seu modo nativo exhibe grânulos parcialmente cristalinos, porém a estrutura molecular e composição química são atributos de cada espécie em particular (BELLO-PÉREZ; MONTEALVO; ACEVEDO, 2006).

Usualmente, o amido é encontrado em sementes de cereais, como milho, trigo, arroz, tubérculos e raízes, como batata, batata-doce e mandioca. Possui numerosas aplicações, como elemento de recobrimento (filmes de cobertura), polvilho, reforçador de espuma, gelificante, retenção de umidade, estabilizante, texturizante e espessante (DAMODARAM; PARKIN; FENNEMA, 2010). Um outro fator importante na caracterização do amido é o tamanho e a forma dos grânulos, sendo eles característicos de cada planta (MOORTHY, 2002). A Figura 4 apresenta imagens de micrografias das estruturas moleculares de alguns grânulos de amido provenientes de

fontes naturais.

Figura 4 – Micrografias de alguns amidos presentes em fontes naturais



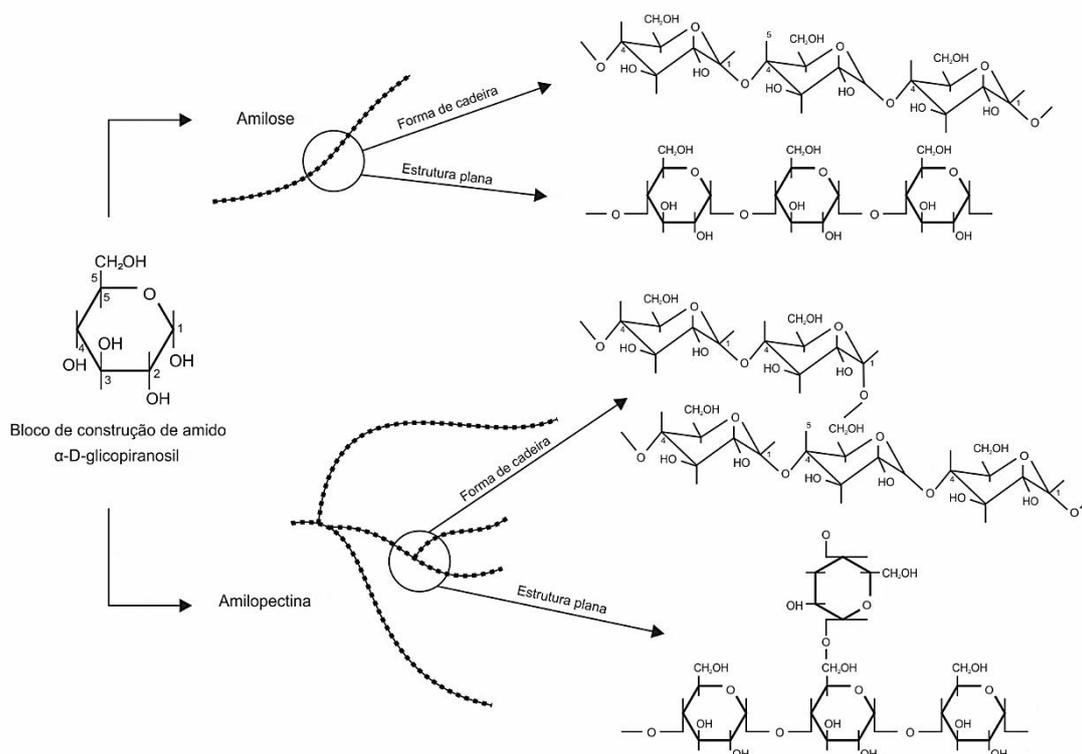
Fonte: Guinesi et al. (2006).

Segundo Damodaram, Parkin e Fennema (2010), os grânulos de amido são compostos por uma mistura de dois polímeros, sendo eles um polissacarídeo linear, denominado amilose e um polissacarídeo ramificado, denominado amilopectina, cujas estruturas moleculares podem ser observadas na Figura 5.

A amilose é formada por unidade de  $\alpha$ -D-glicopiranosil unidas por ligações  $\alpha$ -(1 $\rightarrow$ 4). Sua forma é helicoidal ou espiral, voltada para a direita. No interior da hélice contém predominância de átomo de hidrogênio e no exterior há grupos de hidroxilas. Cada volta da hélice contém cerca de seis unidades de  $\alpha$ -D-glicopiranosil (DAMODARAM; PARKIN; FENNEMA, 2010).

A amilopectina é formada por cadeias glicosídicas ligadas por ligações  $\alpha$ -(1 $\rightarrow$ 4) e ramificações  $\alpha$ -(1 $\rightarrow$ 6). Sua estrutura possui apenas grupos redutores terminais, nos quais estão ligadas a numerosas cadeias ramificadas, sendo que, essas ramificações são agrupadas e apresentam-se como hélices duplas. A amilopectina está presente em todos os amidos, constituindo cerca de 75% da maioria dos amidos comuns (DAMODARAM; PARKIN; FENNEMA, 2010).

Figura 5 – Representação da estrutura molecular da amilose e amilopectina



COPELAND et al. (2009).

A formação de gel consiste no aquecimento de uma solução que contém amido e água até uma determinada temperatura, esta temperatura depende do tipo de amido, conforme a Tabela 2. A ruptura da região cristalina do grânulo acontece com o aquecimento, pois o grão absorve a água e intumescce, com isso adquire um tamanho e forma maior que o original. A amilose presente nos grânulos é liberada durante e após a gelatinização, resultando em um aumento da viscosidade. Logo após a gelatinização ocorre um rearranjo das moléculas por ligação de hidrogênio, este fator favorece a recristalização, portanto, neste processo ocorre a liberação de moléculas de água anteriormente ligadas a cadeias de amilose (BOBBIO; BOBBIO, 2003).

Tabela 2 – Temperatura de gelatinização para diferentes fontes de amido

Amido	Milho	Trigo	Arroz	Batata	Mandioca
T (°C)	62-72	58 -64	68-78	59-68	49-75

Fonte: Denardin e Silva (2008).

A produção de filmes se baseia nas propriedades químicas, físicas e funcionais

da amilose para formar géis e filmes. As moléculas de amilose se orientam paralelamente e formam pontes de hidrogênio entre as hidroxilas dos polímeros após a gelatinização. Assim há uma diminuição de volume e a afinidade do polímero pela água diminui, permitindo ao amido se gelatinizar e formar filmes flexíveis e estáveis (DIAS, 2010).

### **2.3.4 Plastificante**

Plastificantes são moléculas pequenas e pouco voláteis que quando adicionadas a polímeros que possuem alto peso molecular tendem a amolecê-los ou diminuir seu ponto de fusão durante o processamento, como também adicionar flexibilidade ou extensibilidade como uma borracha, com isso provocam mudanças nas suas propriedades físicas, químicas e mecânicas (CANGEMI; DOS SANTOS; CLARO NETO, 2005). A flexibilidade é alterada porque o plastificante reduz as pontes de hidrogênio entre as cadeias poliméricas interferindo no espaço molecular das estruturas poliméricas (MALI; GROSSMANN, 2003).

Geralmente os plastificantes utilizados nos filmes a base de amido são polióis, como o glicerol e o sorbitol, sendo estes responsáveis pela melhora das propriedades mecânicas (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010). Segundo Petersson e Stading (2005), para a redução do caráter hidrofílico dos filmes de amido utilizam-se também ácidos graxos como plastificantes.

Durante o processo de gelatinização do amido são liberadas na solução as moléculas de amilose e amilopectina, essas moléculas irão assim interagir com as pontes de hidrogênio. Com isso, sem o plastificante, a amilose e amilopectina criariam filmes de amido com uma fase rica em amilose e amilopectina (estrutura bifásica), formando assim interações fortes que tornam os filmes quebradiços e rígidos (LIU; HAN, 2005; ZHANG; HAN, 2006).

Quando não forem adicionadas concentrações ideais de plastificantes nos filmes pode ocorrer o efeito antiplastificante, diminuindo a flexibilidade e hidroflicidade do filme de amido (GAUDIN et al., 2000). Isto ocorre quando as concentrações de plastificantes são baixas, abaixo de 20 g por 100 g de amido, onde o plastificante consegue interagir com a matriz polimérica, mas não o aceitável para aumentar sua mobilidade molecular, aumentando apenas o grau de interações e rigidez da matriz (MALI; GROSSMANN, 2003).

Zhang e Han (2006), desenvolveram filmes comestíveis de amido de ervilha com a adição de diversos plastificantes como manose, glicose, frutose, glicerol e sorbitol. Os filmes com manose, glicose e frutose tornaram-se mais fortes, com maior resistência a tração e mais elásticos do que os filmes fabricados com glicerol e sorbitol. Também segundo Laohakunjit e Noomhorm (2004), o glicerol é considerado o um dos plastificantes mais utilizados na fabricação de filmes comestíveis.

## **2.4 Técnicas de caracterização dos filmes biodegradáveis**

Os filmes biodegradáveis tendem a inibir ou reduzir em produtos alimentícios a migração de umidade, dióxido de carbono, oxigênio, aromas, lipídeos, entre outros, pois favorecem a formação de barreiras semipermeáveis. Também podem transportar ingredientes alimentícios como antioxidantes, flavorizantes, antimicrobianos, como também melhorar a integridade mecânica e as características de manuseio do produto (FAKHOURI et al, 2007).

Assim, as propriedades funcionais dos filmes utilizados como revestimento de frutas são de extrema importância para manter a qualidade do produto. Dentre as principais propriedades que podem ser avaliadas em filmes biodegradáveis de amido estão a espessura, solubilidade, propriedades térmicas e análise morfológica da sua estrutura molecular. Dentro desta gama de propriedades, existem diversas técnicas de caracterização que podem ser empregadas, auxiliando assim na verificação da qualidade dos filmes e na detecção de problemas que podem ocorrer nos produtos.

### **2.4.1 Espessura**

Pode-se definir a espessura como a distância perpendicular entre duas superfícies de um material. A definição da espessura de filmes poliméricos é um parâmetro inicial importante a ser verificado, pois pode estar relacionado a resistência mecânica e as propriedades de barreira aos gases e ao vapor d' água (OLIVEIRA et al., 1996; PETRIKOSKI, 2013).

Este parâmetro, quando controlado, permite a uniformidade do material e a validade das comparações entre suas propriedades (HENRIQUE; CEREDA; SARMENTO, 2008). Variações na espessura dos filmes causam mudanças nas propriedades mecânicas, de barreiras e flutuações (PETRIKOSKI, 2013).

Em processos de produção do tipo *casting* o controle da espessura nos filmes biodegradáveis torna-se mais difícil por se trabalhar com uma solução viscosa, pois pode haver dificuldade de espargir o material (SOBRAL, 1999).

Basiak, Lenart e Debeaufort (2017) em seus estudos investigaram as propriedades microestruturais, ópticas, mecânicas e térmicas de filmes de batata, trigo e milho. A partir dos testes e por meio de micrografias transversais, os autores verificaram que a forma do grânulo, o tamanho e a relação amilose/amilopectina afetaram a espessura dos filmes, obtendo assim filmes com espessuras inferiores.

#### **2.4.2 Solubilidade**

A solubilidade em água informa o desempenho de filmes a base de amido ao entrar em contato com a água em áreas úmidas ou até mesmo quando imerso em água, onde ocorre a concentração do agente formador, do plastificante e aditivos que foram adicionados na matriz (MILLER; YAMASHITA; LAURINDO, 2008).

Filmes biodegradáveis utilizados como embalagens para produtos alimentícios que possuem total solubilidade em água são geralmente benéficos em produtos semiprontos que são destinados ao preparo utilizando como fonte o aquecimento. Porém, quando o alimento for líquido, filmes que possuem um elevado grau de solubilidade não são indicados (FAKHOURI et al., 2007). Com isso, Miller, Yamashita e Laurindo (2008) afirmam que a solubilidade é influenciada pela concentração do plastificante sobre as propriedades dos filmes, influenciando no agrupamento das hidroxilas presentes e aumentando assim os coeficientes de solubilidade.

#### **2.4.3 Propriedades térmicas**

A técnica de calorimetria diferencial de varredura (DSC) é muito importante na ciência dos polímeros, pois geralmente é utilizada para medir e analisar as reações dos polímeros ao calor. Os principais parâmetros que podem ser verificados pelo DSC são capacidade calorífica, temperatura de transição vítrea, temperatura de cristalização e temperatura de fusão dos polímeros (MULLER; MICHELL, 2016).

Segundo Muller e Michell (2016), a utilização do DSC em polímeros ajuda também a determinar a entalpia de transição, o grau de cristalinidade e a condutividade térmica nos materiais poliméricos. Existe uma ampla variedade de

varreduras para o DSC, de  $1 \mu\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$  a  $1 \text{MK}\cdot\text{s}^{-1}$ , porém, o nível de varredura depende do tipo de polímero (SCHICK, 2009).

O modo mais comum de operação de um DSC é por aquecimento ou resfriamento a taxas constantes. O resultado é a taxa de fluxo de calor em função do tempo, porém, se a temperatura da posição da amostra for reconhecida, os dados são representados como taxa de fluxo de calor *versus* temperatura (SCHICK, 2009).

A análise termogravimétrica (TGA), é uma técnica termoanalítica que acompanha a perda ou o ganho de massa de uma determinada amostra em função do tempo ou temperatura. O equipamento para este tipo de análise permite uma pesagem contínua de uma amostra à medida que ela é aquecida e resfriada (DENARI; CAVALHEIRO, 2012).

#### **2.4.4 Análise morfológica por microscopia eletrônica de varredura**

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi inventada por Manfred Von Ardenne na década de 1930, sendo uma técnica que utiliza o comportamento dos elétrons para criar imagens tridimensionais de objetos, fornecendo informações sobre sua topologia, composição e morfologia. As aplicações utilizando o MEV vão desde setores industriais e comerciais, investigação forense, como também para análises de rotina na ciência e indústria. Este instrumento permite a observação de materiais e superfícies orgânicas e inorgânicas heterogêneas (GOLDSTEIN et al., 1981).

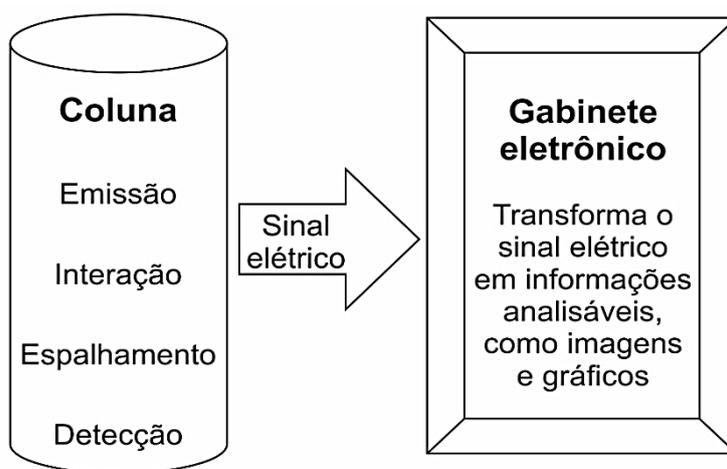
Até o início do século 20, as amostras eram observadas utilizando a luz visível através do microscópio óptico, sendo que esta técnica dependia da utilização de lentes ópticas apropriadas para atingir um limite de resolução com menor comprimento de onda visível (PEREIRA-DA-SILVA; FERRI, 2017).

Hoje em dia a técnica de microscopia produz imagens de alta resolução com ampliação de até 300.000 vezes. Este equipamento funciona pela aplicação de uma diferença de potencial (0,5 a 30 kV), com isso ocorre a emissão de feixes bem finos de elétrons que varrem a amostra em uma área muito pequena, usando um filamento de tungstênio, determinado eletrodo negativo. A diferença de potencial tem a função de atrair os elétrons que foram gerados, resultando em uma aceleração em direção ao eletrodo positivo (SILVA, 2010). A interação que ocorre entre um feixe de elétrons e a amostra desenvolve uma imagem como o resultado (RODRIGUES, 2011).

O MEV apresenta duas partes principais, a coluna e o gabinete, conforme

ilustrado na Figura 6. A coluna é classificada como uma extensão em que os elétrons atravessam até atingirem a amostra, onde os detectores instalados capturam os sinais entre os elétrons e a amostra. Os detectores têm a função de transformar a energia em sinais elétricos, que são enviados ao gabinete de controle. Este, porém, possui sistemas eletrônicos que são capazes de quantificar os sinais elétricos e transformá-los em informações, como imagens e gráficos (PEREIRA-DA-SILVA; FERRI, 2017).

Figura 6 – Elementos constituintes de um MEV e sua emissão de sinais para detecção



Fonte: Pereira-da-silva e Ferri (2017).

## **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

### **3.1 Material**

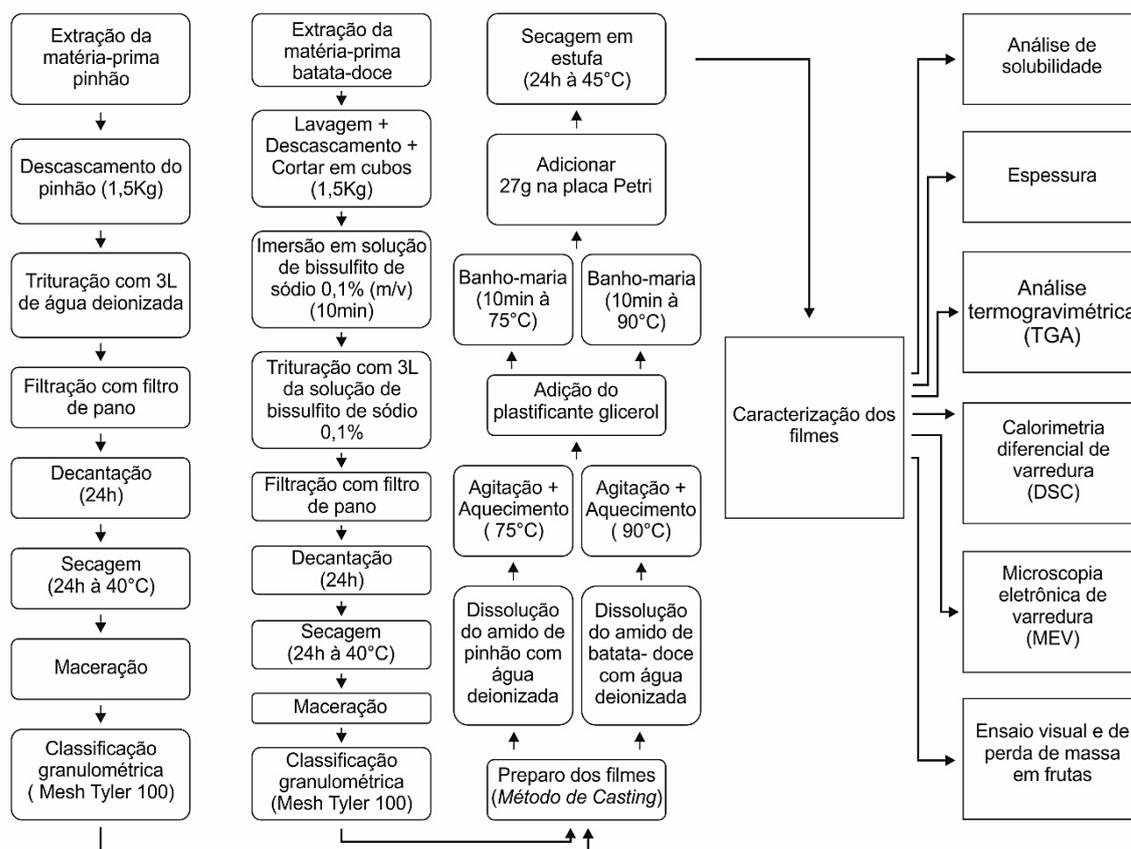
As principais matérias-primas utilizadas no trabalho foram o pinhão e a batata-doce. Devido à sazonalidade da safra, os grãos de pinhão foram obtidos no comércio no mês de julho de 2019 e posteriormente congelados, até a utilização nas etapas de extração do amido e produção dos filmes biodegradáveis. A batata-doce foi obtida no comércio local de Lajeado no mês de fevereiro de 2020, mês em que foi realizada a extração do amido. O glicerol foi cedido pelo laboratório de química do Prédio 8 da Universidade Univates, a marca disponibilizada foi Synth, lote 217634 e validade 06/07/2023. Já o polímero biodegradável comercial foi adquirido da marca *Weasy* no mês de fevereiro de 2020, produzido a partir de matérias-primas obtidas de fontes renováveis, como a biomassa da mandioca e do milho.

### **3.2 Método**

#### **3.2.1 Produção dos filmes biodegradáveis de amido de pinhão e batata-doce**

Para a produção dos filmes biodegradáveis de amido de pinhão e batata-doce primeiramente foi extraído o amido destas matérias-primas. A metodologia de extração do amido, o preparo dos filmes e os ensaios de caracterização das amostras são apresentados no fluxograma da Figura 7.

Figura 7 – Fluxograma da metodologia de extração do amido do pinhão e da batata doce, preparo dos filmes e ensaios de caracterização



Fonte: Da autora (2020).

Foram produzidas duas formulações de filmes biodegradáveis, destes 2 tipos 1 foi de amido de pinhão e 1 de amido de batata-doce. Além destes filmes, um filme controle foi utilizado, sendo este um filme polimérico biodegradável feito de milho e mandioca da marca *Weasy*, obtido no comércio virtual. Os testes de caracterização foram realizados a partir destes três modelos de filmes, comparando os filmes de amido produzidos entre si em relação à amostra referência (controle). Os filmes foram nomeados como GFP (filmes de amido de pinhão com glicerol), GFB (filmes de amido de batata-doce com glicerol) e CFMM (filme comercial de mandioca e milho).

### 3.2.1.1 Extração do amido do pinhão e da batata-doce

A extração do amido do pinhão foi realizada conforme a metodologia adaptada de Da Costa et al. (2013). Na primeira etapa foi realizado o descascamento do pinhão,

retirando o embrião e a película interna que envolve o endosperma. O endosperma foi lavado para retirar os oxidantes presentes na casca.

Na etapa seguinte, o pinhão com água deionizada (1,5 kg/3 L) foi triturado em um liquidificador, posteriormente o material triturado foi filtrado em um filtro de tecido de algodão. A água contendo o amido foi decantada em bandejas plásticas por 24 h. Após o processo de decantação o excesso de água foi removido. Para finalizar o amido foi seco em estufa (Pardal, Modelo PEG60) com recirculação de ar por 24 h a 40 °C. Após a secagem o amido foi macerado com o auxílio de um almofariz e pistilo e logo após classificado em um classificador granulométrica de 100 *mesh* Tyler. O processo de extração do amido de pinhão está apresentado na Figura 8.

Figura 8 – Etapas do processo de extração do amido de pinhão



1- Pesagem. 2- Trituração. 3 – Filtração. 4 – Decantação. 5 – Amido decantado. 6 – Amido seco estufa. 7 – Amido macerado. 8 – Classificação granulométrica do amido. 9 – Amido pronto.

Fonte: Da autora (2020).

Para o processo de extração do amido da batata-doce utilizou-se a metodologia adaptada de trabalho de Huang et al. (2015). Aproximadamente 1,5 kg de batatas-doces foram lavadas, descascadas e cortadas em cubos. Os cubos foram embebidos em uma solução de bissulfito de sódio 0,1% (m/v) por 10 min para prevenir que fiquem com coloração marrom devido ao processo de oxidação, sendo que, após passarem por esse processo os cubos foram triturados em um liquidificador com 3 L de bissulfito de sódio 0,1 % (m/v). O amido com o bissulfito foi filtrado em um filtro de tecido de algodão e após passou para o processo de decantação em bandejas plásticas por

aproximadamente 24h, neste processo a água foi descartada cuidadosamente, para não eliminar o precipitado. O amido foi seco em estufa (Pardal, Modelo PEG60) por aproximadamente 24 h a 40 °C. Após seco, o amido foi macerado em um almofariz e pistilo e também classificado em um classificador granulométrica de 100 *mesh* Tyler. O processo de extração do amido de batata-doce está representado Figura 9.

Figura 9 – Etapas do processo de extração do amido de batata-doce



1- Pesagem. 2- Cubos de batata-doce embebido em solução de bissulfito 0,1% (m/v). 3-Trituração. 4 – Filtração. 5- Decantação. 6 – Amido decantado. 7 – Secagem do amido. 8 – Amido macerado. 9 - Classificação granulométrica do amido. 10 – Amido pronto.

Fonte: Da autora (2020).

### 3.2.1.2 Preparo dos filmes de amido

Para a produção dos filmes biodegradáveis de amido de pinhão e batata-doce foi utilizado o método de *casting*, o qual consiste em aplicar as soluções filmogênicas em placas de Petri, para em seguida ocorrer a evaporação do solvente por convecção forçada de ar.

O desenvolvimento dos filmes biodegradáveis seguiu uma metodologia adaptada de Luchese, Spada e Tessaro (2017). Foram dissolvidos 2,0039 g de amido de pinhão e 2,0133 g de amido de batata-doce em 100 mL de água deionizada sob agitação e aquecimento em uma chapa aquecedora (FISATOM, Modelo 752A) a 75 °C para o amido de pinhão e 90 °C para o amido de batata-doce. Em seguida foi

adicionado 0,9 g de glicerol e as soluções foram colocadas em banho-maria (FISATOM, modelo 550) a 75 °C para o amido de pinhão e 90 °C para o amido de batata-doce por 10 min. Quantidades de 27 g foram adicionados em cada placa de Petri (Ø 9,0 cm) e colocados para secar em estufa com circulação de ar (Pardal, Modelo PEG60) por 24 h a 45 °C.

Para a remoção dos filmes das placas de Petri, as mesmas foram colocadas em um dessecador por um período de uma semana.

### 3.2.2 Caracterização dos filmes biodegradáveis

Para caracterizar os filmes produzidos do amido de pinhão e batata-doce como também do filme comercial biodegradável feito de milho e mandioca foram realizados testes físicos, térmicos e morfológicos nas respectivas amostras, realizando análises de solubilidade em água, espessura, análise térmica termogravimétrica (TGA), calorimetria diferencial de varredura (DSC) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

#### 3.2.2.1 Análise de solubilidade em água

A solubilidade em água é descrita através do teor de massa seca obtido de amostras de filmes que foram solubilizadas e passaram por imersão em água a 25 °C por um tempo de 24 h (DE FREITAS et al., 2018). A metodologia foi adaptada de Spada, Da Silva e Tessaro (2014), onde os filmes biodegradáveis foram cortados em pedaços de 2 x 2 cm e secos em estufa (Pardal, Modelo PEG60) a 80 °C por 24 h. Após este período foram pesados em uma balança analítica (BEL ENGINEERING, modelo 210A) e imersos em água deionizada por 24 h a temperatura ambiente. Posteriormente as amostras foram colocadas novamente em estufa a 80 °C por 24 h e pesadas, sendo que a solubilidade foi determinada através da Equação 1. Os testes foram realizados em triplicata.

$$pm = \frac{mi-mf}{mi} \times 100 \quad (1)$$

Onde

pm = perda de massa (%)

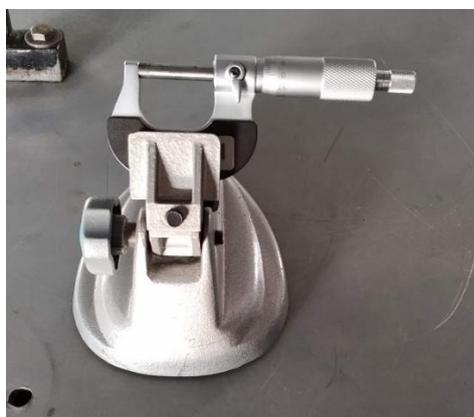
mi= massa inicial (g)

mf= massa final (g)

### 3.2.2.2 Espessura

A espessura dos filmes biodegradáveis de amido de pinhão e batata-doce bem como do polímero biodegradável comercial foi determinada através da metodologia adaptada por Dash et al. (2019), usando um micrômetro (DIGIMESS, modelo 110.200) com sensibilidade de 0,01 mm, conforme mostra a Figura 10. As medições foram realizadas nos três tipos de amostra, sendo realizadas cinco medições em cada amostra e em locais diferentes, uma média aritmética dos resultados medidos foi realizada após os testes.

Figura 10 - Imagem do micrômetro utilizado para a análise de espessura



Fonte: Da autora (2020).

### 3.2.2.3 Calorimetria diferencial de varredura

O comportamento térmico das amostras de filmes biodegradáveis produzidos e do plástico biodegradável comercial foi avaliado por calorimetria exploratória diferencial (DSC) em um equipamento Perkin Elmer, modelo DSC 4000.

Na primeira etapa, as amostras passaram por uma taxa de aquecimento de 10 °C/ min com temperaturas variando de 25 a 200 °C, por 5 min, seguindo de uma taxa de resfriamento de 10 °C/min para eliminar os efeitos da história térmica. O

aquecimento final seguiu até uma temperatura de 200 °C à mesma taxa de aquecimento de 10 °C/min. O procedimento foi realizado sob atmosfera de nitrogênio com fluxo de 20 mL/min, conforme a ASTM D-3418 (1999), sendo realizado no Tecnovates (Univates).

### **3.2.2.4 Análise Termogravimétrica**

A estabilidade térmica dos filmes biodegradáveis e do plástico biodegradável comercial foi avaliada através do ensaio termogravimétrico (TGA), em um equipamento Shimadzu-50. Para cada amostra foi utilizada uma massa de 10 mg sob uma atmosfera de nitrogênio. A taxa de aquecimento foi de 10 °C/min, com as temperaturas variando de 25 a 900 °C. O ensaio foi realizado no Tecnovates (Univates).

### **3.2.2.5 Microscopia Eletrônica de Varredura**

Para a análise da estrutura e morfologia dos filmes e do plástico biodegradável comercial foi usado o ensaio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando o microscópio Carl Zeiss EVO-LS10 com voltagem de 10 kV. As amostras foram colocadas sobre suportes metálicos (*stubs*), em fita de carbono e metalizadas com ouro para a análise. O ensaio foi realizado no Tecnovates (Univates).

### **3.2.3 Aplicação dos filmes biodegradáveis como revestimentos de frutas**

Para a realização desta análise foi utilizada a metodologia de Lins (2018). A fruta utilizada foi o tomate, sendo este lavado em água corrente para remoção de sujidades e em seguida realizada sua sanitização, mantendo-os por 15 minutos em uma solução de hipoclorito de sódio (0,01 %). Esta análise foi realizada em triplicata.

As frutas (tomate) foram mergulhadas nas soluções filmogênicas de pinhão e batata-doce por 1 minuto e secas a temperatura ambiente, criando assim uma película de filme ao redor da fruta. Para realizar uma comparação com essas amostras de filmes, foi utilizado o plástico filme comercial biodegradável feito de milho e mandioca da marca *Weasy*. As frutas foram pesadas em uma balança analítica (BEL ENGINEERING, modelo 210A) e fotografadas por um certo período de análise (0, 3,

6, 9 e 12 dias), para assim, realizar o acompanhamento de aspecto visual e de perda de massa das amostras. A análise de perda de massa foi calculada conforme a Equação 2.

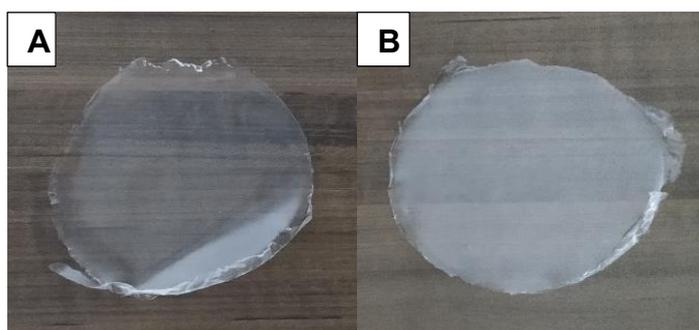
$$pm = \frac{mi-mf}{mi} \times 100 \quad (2)$$

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Aspecto visual dos filmes biodegradáveis

Para obter os filmes biodegradáveis foi necessário realizar a extração do amido presente no pinhão e na batata-doce. Após, os filmes foram produzidos utilizando uma quantidade de 0,9 g de glicerol como plastificante, sendo utilizado o processo de *casting*. A Figura 11 mostra o aspecto visual dos filmes produzidos a partir do amido da batata-doce e do pinhão.

Figura 11 – Filmes biodegradáveis de amido de batata-doce (A) e de pinhão (B)



Fonte: Da autora (2020).

A partir da obtenção destas amostras de filmes biodegradáveis e do polímero biodegradável comercial feito de milho e mandioca da marca Weasy (FIGURA 12), realizou-se comparação de suas características através dos ensaios de caracterização. A caracterização foi constituída pelas análises de solubilidade, espessura, propriedades térmicas e propriedades morfológicas

Figura 12 – Imagem do plástico filme biodegradável comercial produzido a partir da biomassa do milho e da mandioca



Fonte: Da autora (2020).

## 4.2 Análise de solubilidade em água

A solubilidade é uma propriedade essencial para embalagens de alimentos e frutas, pois quando a água é absorvida pela embalagem interfere nas suas propriedades e na capacidade de proteção. Com isso, o filme biodegradável deve possuir estabilidade e sendo menos solúvel terá uma melhor aplicabilidade em frutas e alimentos que não possuem água (FONSECA, 2015).

Os resultados de solubilidade em água deionizada estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Solubilidade (%) com desvio padrão dos filmes biodegradáveis à base de amido e do filme controle

Filmes	Solubilidade (%)
GFP	18,64 ± 2,04
GFB	28,65 ± 4,27
CFMM	2,21 ± 0,05

Fonte: Da autora (2020).

Após o período de 24 h de imersão em água deionizada, os filmes permaneceram intactos. O resultado obtido para o filme GFP de 18,64 % foi similar ao resultado encontrado por Spada, da Silva e Tessaro (2014), onde foi avaliado a produção e caracterização dos biofilmes de amido de pinhão, sendo o valor

encontrado para a análise de solubilidade neste trabalho de 18,70 %. Já o filme GFB apresentou solubilidade de 28,65 %, semelhante ao resultado encontrado por Shen et al. (2010) que avaliou as propriedades antimicrobianas e físicas de filmes de amido de batata-doce incorporado com sorbato de potássio ou quitosana, onde encontraram na análise solubilidade 12 a 28 % para os filmes biodegradáveis de amido de batata-doce com sorbato de potássio e 4,5 a 14 % para o amido de batata-doce com quitosana.

O plastificante glicerol tem um grande papel na solubilidade de filmes de amido, por causa de seu caráter hidrofílico. Quando o glicerol interage com a matriz do filme, ocorre um aumento de espaços livres entre as cadeias, com isso há uma maior facilidade de entrar água no material, aumentando assim a solubilidade (MATTA et al., 2011).

Reis (2011) analisou filmes biodegradáveis de fécula de inhame e glicerol e encontrou uma solubilidade de 13 a 40 %, constatando em seu trabalho que foram obtidas maiores solubilidades com maiores níveis de glicerol e menores solubilidades em níveis menores de glicerol e maior teor de fécula. Também foi percebido que com até 2 g de glicerol a solubilidade é menor e acima de 3 g de glicerol maiores valores são encontrados. Tapia-Blácido, Sobral e Menegalli (2005) encontraram uma solubilidade de 33 e 77 % para filmes de farinha de amaranto e glicerol, constatando que a solubilidade dos filmes aumentou com o aumento da temperatura.

Os resultados obtidos nas amostras GFP e GFB mostram que a quantidade de glicerol utilizada assim como a baixa temperatura auxiliaram na redução dos valores de solubilidade obtidos. Comparando com o filme controle CFMM, percebe-se que houve uma grande diferença de solubilidade, encontrando para este um valor de 2,21 %. Segundo Reis (2011), que obteve filmes de fécula de inhame com glicerol, o menor valor de solubilidade está ligado ao fato da fécula de inhame ser pouco solúvel em água. Assim, o fato do filme CFMM apresentar um resultado baixo pode estar relacionada também à esta matéria-prima ser pouco solúvel em água.

Os filmes GFP, GFB e CFMM apresentaram resultados baixos para solubilidade, com isso classificam-se resistentes à absorção de água e podem ser aplicados em frutas e vegetais frescos. Entretanto, a alta solubilidade pode ser benéfica para alimentos semiprontos, em que é necessário o cozimento, porém, quando o alimento for líquido, filmes com elevada solubilidade não são indicados (FAKHOURI et al., 2007).

### 4.3 Espessura

A espessura é classificada como a distância perpendicular entre duas superfícies de um determinado material, seu controle é extremamente importante, pois pode influenciar no resultado de solubilidade e permeabilidade ao vapor de água (HENRIQUE; CEREDA; SARMENTO, 2008). A média dos resultados da análise de espessura dos filmes biodegradáveis GFP, GFB e CFMM encontra-se na Tabela 4.

Tabela 4 – Espessura (mm) dos filmes a base de amido

Filme	Espessura (mm)
GFP	0,098 ± 0,050
GFB	0,128 ± 0,013
CFMM	0,026 ± 0,002

Fonte: Da autora (2020).

Comparando os resultados obtidos, constatou-se que os filmes GFP e GFB são mais espessos que o filme controle CFMM. Nos estudos de Ávila, Ascheri e Ascheri (2012), que produziram filmes biodegradáveis a base da fécula de mangarito, verificou-se que a espessura de seus filmes variou em função da concentração de glicerol e da quantidade de solução filmogênica adicionada. Também Shimazu, Mali e Grossmann (2007) verificaram em seus filmes elaborados com amido de mandioca e glicerol uma espessura maior devido ao aumento de sólidos presentes na matriz polimérica após o processo de secagem.

A espessura encontrada para o filme GFP foi de  $0,098 \pm 0,050$  mm, este valor foi semelhante ao encontrado por Spada, da Silva e Tessaro (2014), que desenvolveram filmes biodegradáveis de pinhão, onde encontraram valores de  $0,11 \pm 0,03$  mm. O filme GFB obteve uma espessura de  $0,128 \pm 0,013$  mm, valor este semelhante com estudo de Farias et al. (2012), que encontraram para seus filmes à base de acerola uma espessura que variou de 0,121 a 0,158 mm. Segundo os autores a adição da polpa de acerola e de glicerol provocou um aumento de espessura dos filmes. Matta et al. (2011) produziu filmes de amido de ervilha associado a goma xantana e glicerol, obtendo uma espessura que variou 0,055 a 0,098 mm, com isso constatou que a espessura foi maior nos filmes que possuíam um teor maior de amido e de glicerol.

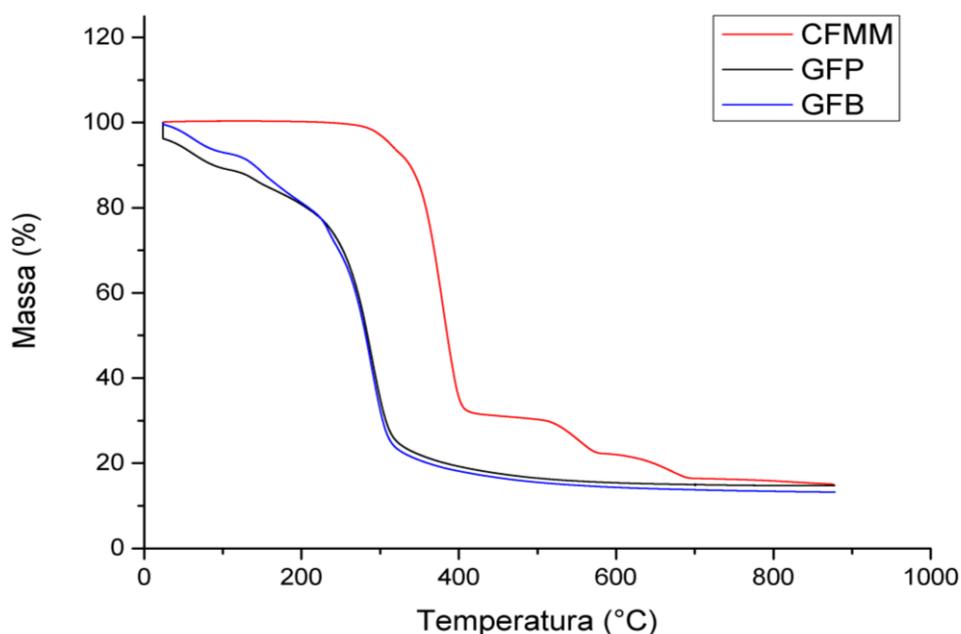
Os valores de espessura encontrados para os filmes GFP e GFB se assemelham a resultados obtidos usando outras metodologias. Verificou-se também que a quantidade de plastificante e de amido utilizada neste trabalho influenciou nos resultados. Para o filme controle CFMM notou-se uma espessura inferior ( $0,026 \pm 0,002$  mm) às demais amostras. Em trabalho de Luchese (2018) também foram obtidos filmes com baixa espessura utilizando um filme de amido comercial (*biobag*, Noruega) encontrando valores de espessura 0,008 mm, porém este valor é bastante inferior comparado com os filmes produzidos pelo método de *casting*.

#### 4.4 Propriedades Térmicas

##### 4.4.1 Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica foi utilizada para avaliar a estabilidade térmica das amostras e avaliar a influência da adição do plastificante glicerol no comportamento térmico de decomposição dos filmes GFP, GFB e CFMM. A Figura 13 mostra as curvas de TGA destas amostras.

Figura 13 – Curvas de TGA para as amostras GFP, GFB e CFMM



Fonte: Da autora (2020).

Através da Figura 13 observou-se que as amostras GFP e GFB possuem 3 estágios de perda de massa. No primeiro estágio há uma pequena perda de massa próxima a 100 °C, podendo ser atribuído ao teor de umidade, com isso, este primeiro estágio está associado a perda de água nos filmes (LUCHESE et al., 2017). No segundo estágio de perda de massa ocorre o processo de decomposição térmica das amostras, que aconteceu entre 190 °C a 310 °C. Segundo Machado et al. (2014) este estágio está relacionado à decomposição da matriz polimérica, apresentando-se uniforme, havendo uma forte interação entre os filmes e o plastificante.

Os filmes GFP e GFB apresentaram estágios praticamente iguais. Cyras et al. (2007) afirmam que a perda de água que ocorre no início do processo de degradação, no primeiro estágio, sugere que a mistura de amido com glicerol pode ter influenciado na estabilidade térmica do material. Shujun, Jiugão e Jinglin (2005), em seu estudo sobre a preparação e caracterização de componentes compatíveis de amido termoplástico/blendas de polietileno, encontrou para a análise de TGA três estágios de degradação térmica, o primeiro estágio ocorreu a 100 °C com evaporação de água, o segundo a 180 °C com a evaporação do glicerol e acima de 300 °C a degradação do amido, já a terceira etapa ocorreu a 400 °C com a degradação térmica do polietileno.

Bona (2007) obteve em análises de TGA para filmes biodegradáveis de amido de mandioca também três estágios de degradação, sendo o primeiro relacionado à degradação térmica de produtos de menor massa molar, como as moléculas de água até uma temperatura de 183,8 °C, no segundo estágio houve a degradação dos produtos de maior massa molar, como o amido de mandioca e por fim o último estágio referente à degradação final da amostra, onde obteve-se uma temperatura de 354,0 °C.

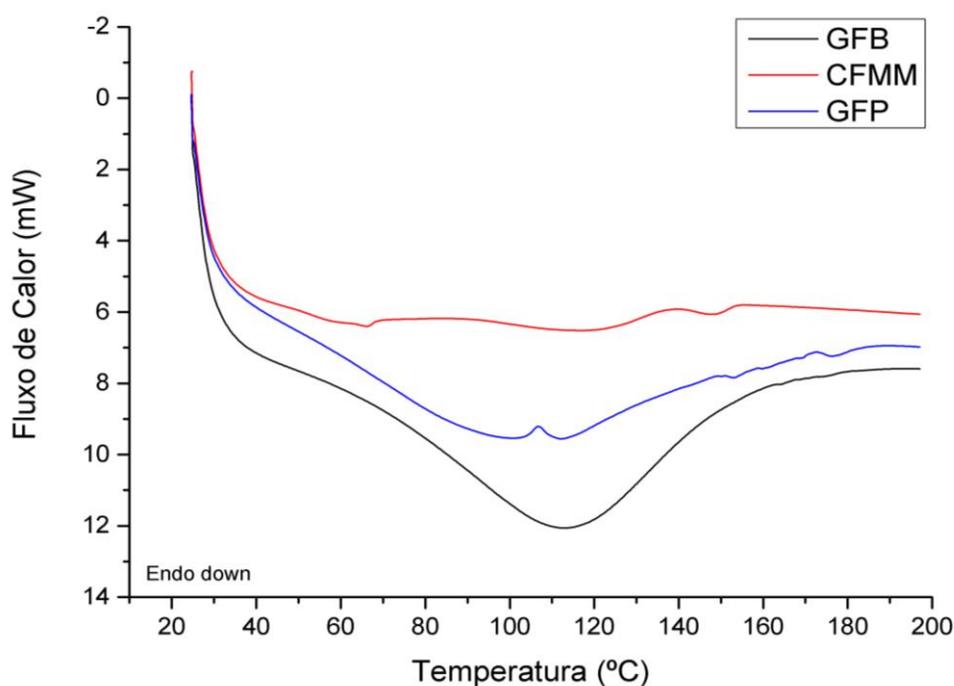
Observa-se também na Figura 14 que a amostra de filme comercial (CFMM) apresentou diferenças em relação às amostras de filmes obtidos a partir do amido de pinhão e batata-doce. Esta amostra apresentou uma estabilidade térmica bem superior as demais amostras, com a curva de TGA deslocada à direita, mostrando maiores temperaturas para início de perda de massa em cada estágio. Esta amostra também apresentou três estágios, sendo que o primeiro se apresentou constante até 290 °C, não havendo perda de umidade desta amostra. No segundo estágio, que se inicia em 290 °C até 400 °C, houve a decomposição inicial da matriz polimérica. Por fim o terceiro e último estágio corresponde a degradação total da amostra. Entre os

filmes GFP e GFB observou-se que estes se degradam a uma temperatura de 630 °C, já o plástico filme CFMM se degrada a uma temperatura de 700 °C, assim o tempo de degradação da amostra CFMM é maior que os filmes GFP e GFB.

#### 4.4.2 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

O objetivo desta análise é medir o fluxo de calor entre uma amostra e uma referência, exposta a uma variação controlada de temperatura (DA COSTA, 2017). A Figura 14, mostra o ciclo térmico das amostras GFP, GFB e CFMM através das curvas de DSC.

Figura 14 – Curvas de DSC dos filmes GFP, GFB e CFMM



Fonte: Da autora (2020).

Analisando a Figura 14, verifica-se que as curvas de DSC apresentam picos endotérmicos para as amostras GFP, GFB e CFMM, relacionados às temperaturas de fusão destes filmes. Com os dados extraídos das curvas detectou-se a temperatura inicial de gelatinização (*T<sub>onset</sub>*), temperatura de fusão (*T<sub>f</sub>*) e variação de entalpia no evento térmico ( $\Delta H$ ) das amostras conforme mostra a Tabela 5.

Tabela 5 – Temperatura de início da gelatinização (*Tonset*), temperatura de fusão (*Tf*) e variação de entalpia no evento térmico ( $\Delta H$ ) dos filmes biodegradáveis

<b>Amostras</b>	<b><i>Tonset</i> (°C)</b>	<b><i>Tf</i> (°C)</b>	<b><math>\Delta H</math> (J/g)</b>
GFP	105	112,33	1,77
GFB	68	113,45	101,85
CFMM	96	119,05	5,56

Fonte: Da autora (2020).

Através da Tabela 5, observa-se para os filmes GFP e GFB que a *Tonset* apresentou 68 °C e 105 °C, enquanto que a *Tf* apresentou um resultado de 112,33 °C a 113,45 °C, respectivamente. A amostra que apresentou a menor *Tf* foi a GFP (112,33 °C), esta diferença em relação a amostra GFB pode estar relacionada a não homogeneidade da solução filmogênica, pois este filme também apresentou alguns eventos térmicos distintos ao longo do processo de fusão (SPADA; DA SILVA; TESSARO, 2014). Notou-se que as três amostras, GFP, GFB e CFMM apresentaram *Tf* com altas temperaturas (112,33 °C, 113,45 °C e 119,05 °C) demonstrando que apresentam resistência a elevadas temperaturas.

Segundo De Souza, Silva e Druzian (2012), em seus estudos sobre filmes de mandioca contendo polpas de manga e acerola, foram encontrados para o filme com 17 % de polpa de manga e 17 % de polpa de acerola apenas um evento térmico, com isso concluiu-se que a máxima incorporação das polpas de manga e acerola diminuiu o número de eventos térmicos, indicando uma baixa separação de fases pelo fato dos aditivos nestas concentrações estarem mais envolvidos pela matriz, com isso o filme tornou-se mais homogêneo. Pode-se perceber comportamento semelhante para a amostra do filme GFB, pois apresentou apenas um evento térmico. A incorporação do amido no filme pode ter ocasionado um envolvimento maior com o glicerol, tornando assim o filme mais homogêneo.

Comparando os filmes GFP e GFB em relação ao filme comercial CFMM, nota-se que o filme GFB apresentou apenas um pico de fusão, já os demais filmes mostraram mais eventos endotérmicos ao longo do aquecimento. O filme comercial CFMM apresentou pequenos eventos térmicos ao longo do processo de fusão assim como o filme GFP, porém nota-se para o CFMM uma curva mais uniforme que a do filme GFP, apresentando a temperatura de fusão maior do que dos demais filmes obtidos.

A formulação de cada tipo de filme influencia na energia necessária para a desorganização da ordem molecular (MACHADO, 2014). Com isso, cada filme possui suas respectivas entalpias ( $\Delta H$ ), sendo que estas entalpias são energias necessárias que cada pico deve possuir para que haja a desorganização molecular das amostras.

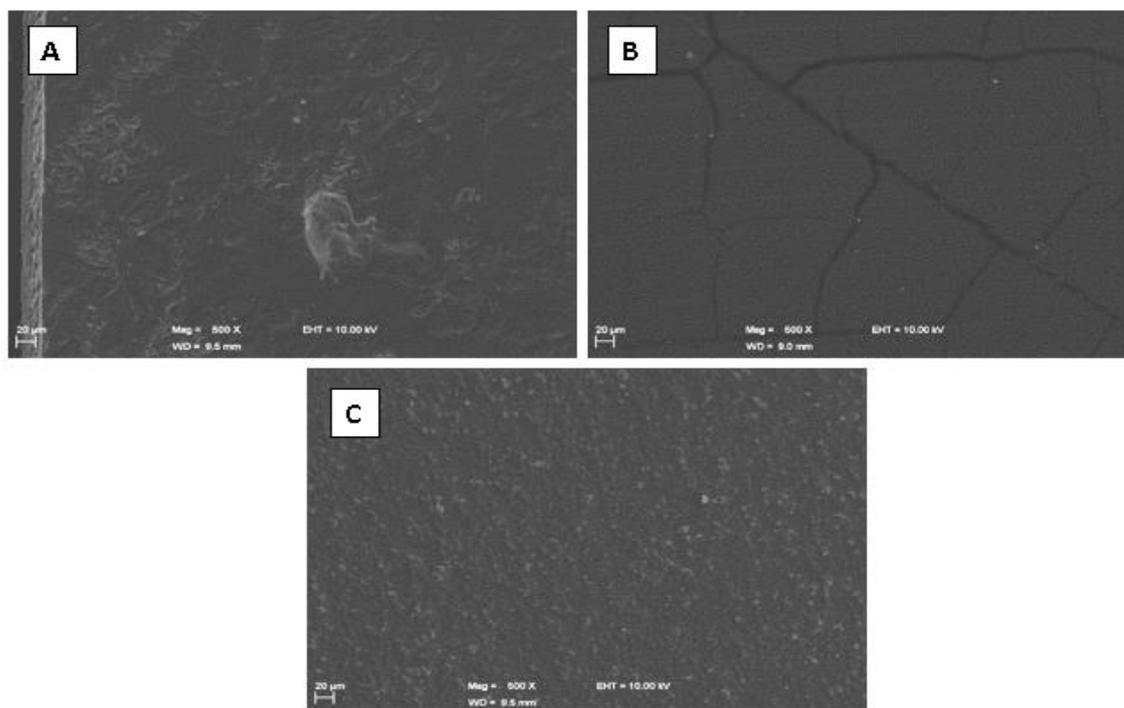
Através da Tabela 5, notou-se uma variação de entalpia ( $\Delta H$ ) muito grande entre as amostras GFP (1,77 J/g) e GFB (101,85 J/g), isto ocorreu pelo fato da amostra GFB apresentar somente um evento térmico acentuado, com isso a demanda de energia é maior, já a amostra GFP apresentou alguns eventos térmicos menores, com isso a variação de energia foi menor. De Souza, Silva e Druzian (2012) também encontraram resultados semelhantes em seu estudo sobre filmes biodegradáveis de amido de mandioca contendo polpas de manga e acerola, encontrando um valor de  $\Delta H$  de 113 J/g, semelhante ao filme GFB. Por fim, o filme controle CFMM apresentou uma variação de entalpia ( $\Delta H$ ) de 5,56 J/g, este resultado é semelhante ao filme GFP, pois a variação de entalpia foi distribuída entre os picos pelo fato de haver vários eventos térmicos na amostra.

Mothé (2009) afirma que quanto mais unidos estiverem os componentes das matrizes, maior será a energia para que as reações de transição ocorram. Assim, como o filme GFP apresentou valor de entalpia mais baixo (1,77 J/g) e vários eventos térmicos ao longo do aquecimento da amostra, este fato pode estar relacionado com fracas ligações entre os componentes quando comparada ao filme GFB.

#### **4.5 Propriedades Morfológicas**

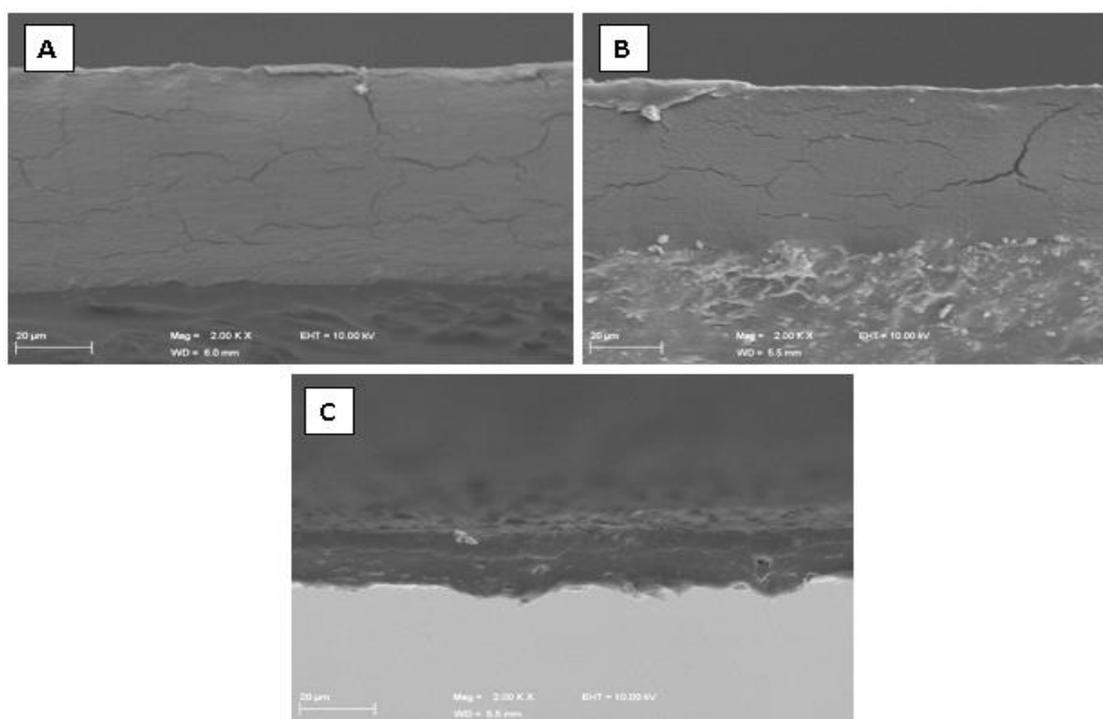
As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície dos filmes encontram-se na Figura 15 e as imagens da seção transversal encontram-se na Figura 16.

Figura 15 – Micrografias da superfície das amostras de filmes biodegradáveis GFP (A), GFB (B) e CFMM (C)



Fonte: Da autora (2020).

Figura 16 – Micrografias da seção transversal das amostras GFP (A), GFB (B) e CFMM (C)



Fonte: Da autora (2020).

Através das micrografias mostradas nas Figuras 15 e 16, percebe-se que houve uma grande diferença nas morfologias dos filmes GFP e GFB, onde o filme GFP apresentou acúmulo de amido em sua superfície, algumas porosidades, rachaduras e rugosidades, como pode-se visualizar na Figura 15-A. Já o filme GFB mostrou pequenas porosidades e uma grande quantidade de rachaduras devido ao filme estar mais seco, com pouca flexibilidade, como visto na Figura 15-B. Em relação a seção transversal dos dois filmes, notou-se que os filmes GFP (Figura 16-A) e GFB (Figura 16-B) apresentaram rachaduras nas laterais, apresentando uma estrutura frágil. Segundo Araújo (2014) a rugosidade nos filmes está associada a formação de caminhos preferenciais durante o processo de secagem, onde ocorre a eliminação do ar produzido durante a agitação intensa utilizada no processo de produção dos filmes. Já as rachaduras podem ocorrer quando a quantidade de plastificante utilizada não é suficiente, podendo ocasionar a ação antiplastificante, onde em vez de ocorrer um aumento da flexibilidade e hidrofiliçidade ocorre o efeito contrário, com isso, o plastificante interage com a matriz polimérica, mas não o suficiente para aumentar a mobilidade molecular, deixando o filme rígido (MALI et al., 2005).

Spada, Da Silva e Tessaro (2014) produziram biofilmes de amido de pinhão com goma xantana e glicerol pelo processo de *casting*, e encontraram nas micrografias dos filmes uma estrutura densa com pequenas rachaduras em sua estrutura, afirmando que este problema pode estar relacionado as condições de armazenamento das amostras durante o processo de secagem, pela convecção forçada do ar ou pela alta temperatura. Luchese et al. (2015) desenvolveu filmes de amido de pinhão utilizando diferentes concentrações de HCl, glicerol e goma xantana e encontrou nas superfícies dos filmes grânulos de amido que não foram gelatinizados durante a preparação da solução filmogênica, como também os filmes se apresentaram não uniformes e não homogêneos, podendo este fato estar relacionado ao tempo de agitação insuficiente ou pela temperatura utilizada para a sua preparação.

Comparando os filmes GFP (Figura 15-A) e GFB (Figura 15-B) com o filme controle CFMM (Figura 15-C), percebe-se que houve uma grande diferença entre as micrografias, o filme CFMM apresentou uma estrutura mais homogênea e compacta, com pequenos grânulos de fécula. Já a seção transversal desta amostra (Figura 16-C) apresentou-se inteira e homogênea. Matrizes compactas e homogêneas dos filmes indicam uma boa integridade estrutural e boas propriedades mecânicas, com alta

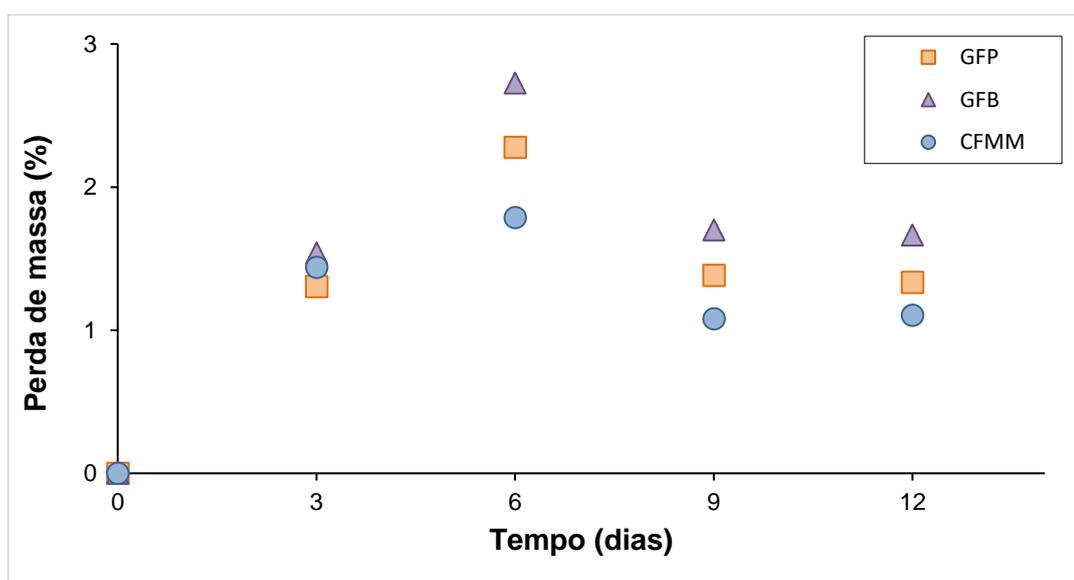
resistência e alongamento (GARCÍA et al. 2009).

Araújo (2014) desenvolveu filmes biodegradáveis de amido de mandioca incorporados com extrato de própolis, onde na análise por MEV encontrou para todos os filmes uma estrutura compacta, homogênea, sem poros e rachaduras, possuindo assim filmes com uma ótima integridade estrutural. De Lucema (2017) desenvolveu biofilmes à base de xilana extraída do sabugo de milho e xilana/gelatina utilizando diferentes concentrações de glicerol (5 %, 10 % e 15 %), com ou sem adição de gelatina e constatou nas análises de MEV que os filmes apresentaram em sua estrutura resíduos sólidos provenientes da xilana, porém a presença destas partículas apresentou nos filmes pouca rugosidade, indicando uma boa miscibilidade entre a xilana, a gelatina e o glicerol.

#### 4.6 Aplicação dos filmes biodegradáveis como revestimento de frutas

A perda de massa acontece durante o período de armazenamento do fruto devido ao processo respiratório, transferência de umidade e processos de oxidação (COLLA; SOBRAL; MENEGALLI, 2006). A Figura 17 apresenta os valores de perda de massa do fruto tomate revestido com os filmes biodegradáveis GFP, GFB e CFMM, durante 12 dias de armazenamento. Este teste foi realizado em triplicata.

Figura 17 – Valores de perda de massa (%) do fruto tomate revestido com GFP, GFB e CFMM



Fonte: Da autora (2020).

Foi observado na Figura 17 que a perda de peso dos tomates aumentou até o 6º dia, apresentando neste dia uma perda de massa de 2,28 % para o filme GFP, 2,73 % para o GFB e 1,79 % para o controle CFMM, após este período a perda de massa desses frutos diminuiu, apresentando no 12º dia uma perda de massa de 1,33 % para o GFP, 1,66 % para o GFB e 1,10 % para o CFMM. Nota-se que os tomates revestidos com o filme controle CFMM apresentaram uma perda de massa total igual a 5,3 %, comparado com os frutos revestidos com os filmes biodegradáveis GFP e GFB produzidos com glicerol, que apresentaram uma perda de massa de 6,2 % e 7,4 % respectivamente.

Oliveira, Coneglian e Carmo (2015) avaliaram tomates cerejas revestidos com película de fécula de mandioca armazenados durante 24 dias e encontraram uma perda de massa de 7 % em frutos revestidos com féculas de 1 e 3 %. Já Melo et al. (2016) aplicaram fécula de batata para a conservação de tomates e encontraram uma perda de massa total de 10,7 % para tomates com recobrimento de 4 g/L e 6 g/L de fécula e para os tomates com 2 g/L a perda foi de 11,35 %. Melo et al. (2016) também relatam que essa perda de massa pode estar relacionada a degradação das membranas celulares, que funcionam como barreiras aos movimentos da célula, com a desintegração desta barreira ocorre uma perda dos processos bioquímicos e fisiológicos da célula.

Segundo Luvielmo e Lamas (2012), a formação das películas que possuem como base os carboidratos ajudam na formação de trocas gasosas entre o vegetal e o meio externo, que é influenciada por um menor quociente respiratório. Esse fato pode estar relacionado com a menor perda de massa encontrada nos frutos revestidos com o filme controle CFMM, onde as trocas gasosas entre o fruto e o ambiente foram restringidas, com isso pode ocorrer uma redução na taxa respiratória e na transpiração, sendo esses fatores essenciais para a perda de massa (MENEZES et al, 2017).

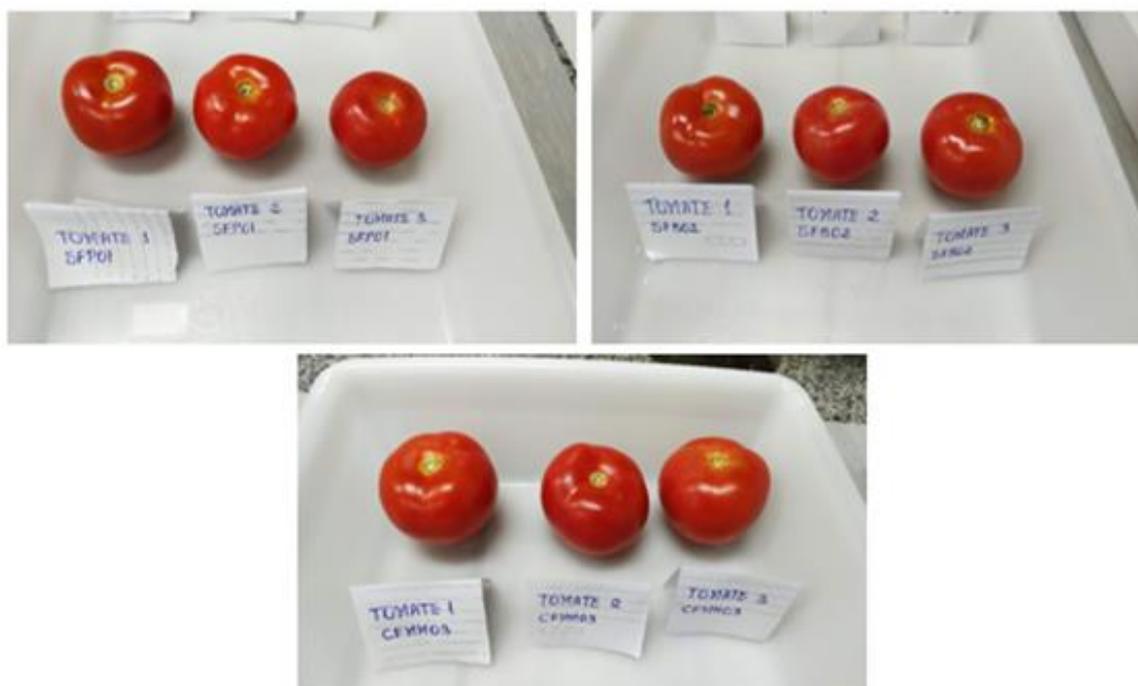
As Figuras 18 a 22 mostram o aspecto visual do fruto tomate revestido com os filmes GFP, GFB e CFMM, durante um período de 0, 3, 6, 9 e 12 dias, respectivamente. Essas imagens foram fotografadas no mesmo dia em que foi realizada a análise de perda de massa. Os frutos com o filme comercial CFMM foram armazenados dentro das embalagens biodegradáveis, porém para a pesagem dos frutos os sacos foram removidos e apenas os tomates foram pesados. As imagens a seguir mostram apenas o fruto sem as embalagens externas.

Figura 18 – Aspecto visual dos tomates no primeiro dia (0 dia) revestidos com os filmes GFP, GFB e CFMM



Fonte: Da autora (2020).

Figura 19 – Aspecto visual dos tomates no 3º dia revestidos com os filmes GFP, GFB e CFMM



Fonte: Da autora (2020).

Figura 20 – Aspecto visual dos tomates no 6º dia revestidos com os filmes GFP, GFB e CFMM



Fonte: Da autora (2020).

Figura 21 – Aspecto visual dos tomates no 9º dia revestidos com os filmes GFP, GFB e CFMM



Fonte: Da autora (2020).

Figura 22 – Aspecto visual dos tomates no 12º dia revestidos com os filmes GFP, GFB e CFMM



Fonte: Da autora (2020).

A aparência do fruto é um fator muito importante na escolha do consumidor, com isso percebe-se a importância desta análise. Os tomates apresentaram-se intactos e brilhoso até o 3º dia de armazenamento, após este período os tomates revestidos com o filme GFB apresentaram um pequeno murchamento e enrugamento na superfície externa, já os outros filmes estavam mais conservados neste período. Porém, no 12º dia de armazenamento, os tomates revestidos com os filmes GFP e GFB apresentaram parte de superfície escurecida e enrugada, sendo classificados inadequados para consumo e comercialização. Os frutos revestidos com o filme controle CFMM continuaram a apresentar melhor aspecto visual em relação a cor e brilho neste último dia de armazenamento. Com isso, percebe-se que os frutos revestidos com os filmes GFB e GFP não se mostraram tão efetivos, pois as soluções filmogênicas não aderiram completamente no fruto deixando algumas regiões provavelmente sem o revestimento, o que ocasionou uma maior perda de massa nestes frutos. Já os frutos que estavam revestidos com o filme controle CFMM apresentaram uma melhor efetividade, pois estes estavam totalmente envolvidos no filme. Oliveira, Coneglian e Carmo (2015) verificaram em tomates cereja revestidos com filmes à base de fécula de mandioca a 5 % que essa película ao redor do fruto

demorou para secar, sendo que após a secagem houveram danos ao fruto como desenvolvimento de fungos e perda de líquido. Também, segundo os autores, em alguns frutos a película não os revestiu adequadamente, apresentando um aspecto quebradiço.

Oliveira et al. (2018) relatam que perdas de massa de 3 % a 6 % são suficientes para afetar a qualidade do produto, apresentando alterações quantitativas e na aparência, murchamento e enrugamento da casca, na firmeza, na perda de frescor e qualidade nutricional. Porém, dependendo do tipo de fruto, mesmo apresentando uma perda de massa de 10 % a 15 %, estes frutos podem ser ainda comercializáveis.

Lima et al. (2014) afirmam que os resultados de perda de massa e aspecto visual são melhores quando os frutos são refrigerados. Reis et al. (2006) em seu estudo aplicou filmes de fécula de mandioca na conservação de pepinos e manteve-os sob refrigeração, no final estes pepinos apresentaram um estado de conservação melhor, tornando os produtos mais atraentes visualmente. Assim, uma sugestão viável para os frutos tomates revestidos com os filmes GFP e GFB seria o armazenamento em temperaturas baixas, para assim manter uma melhor conservação destes frutos.

## 5 CONCLUSÃO

Neste trabalho foram avaliadas várias características de filmes biodegradáveis produzidos à base de pinhão e de batata-doce, comparando-as com um filme comercial a base de milho e mandioca. Avaliando os resultados obtidos, observa-se que nos ensaios de solubilidade em água os filmes GFP, GFB e CFMM apresentaram resultados distintos entre si, com valores de 18,64 %, 28,65 % e 2,21 % respectivamente. Estes resultados são considerados baixos, portanto os filmes mostraram ser resistentes à absorção da água com boa probabilidade de utilização em revestimentos de frutas. Já para a análise de espessura verificou-se que houve uma grande diferença entre os filmes GFP e GFB comparados com o filme controle CFMM. Como o filme controle é um filme comercial biodegradável, apresenta uma menor espessura comparado aos filmes feitos pelo processo de *casting*. Através do processo de *casting* não se consegue uma exatidão de medidas em todos os pontos dos filmes, pois este processo é manual e feito para ser realizado em pequena escala. Já o filme comercial é produzido em maior escala, sendo vendido no mercado em maior quantidade e produzido com equipamentos adequados à sua produção, garantindo melhor homogeneidade e uniformidade em seu aspecto e propriedades de forma geral.

Na análise termogravimétrica (TGA) notou-se que todos os filmes apresentaram três estágios de degradação, porém o filme comercial CFMM apresentou uma maior estabilidade térmica, bastante superior aos demais filmes produzidos à base de pinhão e de batata-doce. O comportamento térmico avaliado por calorimetria exploratória diferencial (DSC) mostrou que o filme GFB apresentou um envolvimento maior entre a matriz, tornando o filme mais homogêneo comparado

ao filme GFP. Também observou-se que todos os filmes apresentaram temperaturas de fusão ( $T_f$ ) altas, apresentando assim boa resistência a elevadas temperaturas.

De acordo com a avaliação morfológica dos filmes usando MEV verificou-se que os filmes GFP e GFB apresentaram em sua estrutura porosidades, rachaduras e rugosidades, já o filme controle CFMM apresentou maior homogeneidade e estrutura mais compacta.

Por fim, em relação à aplicação dos filmes produzidos como revestimentos de frutos, mais especificamente usando tomates no teste, mostraram não ter uma adequada eficiência, pois a solução filmogênica não aderiu completamente ao fruto, ocasionando uma maior perda de massa e conseqüentemente uma maior degradação do fruto ao longo dos dias. O filme controle CFMM apresentou uma boa eficiência na aplicação como revestimento dos frutos, comparados aos demais filmes, pois aderiu melhor às superfícies dos tomates, fazendo com que estes não entrassem em contato com o ambiente externo, o que auxiliou na sua aparência e na sua menor perda de massa.

Assim, conclui-se que os filmes biodegradáveis GFP e GFB, apesar de apresentarem resultados adequados de solubilidade e de resistência a altas temperaturas, não foram tão eficientes quanto o filme comercial, mostrando menor estabilidade térmica e maior probabilidade de defeitos em suas estruturas, o que impactou também em sua aplicação com revestimento nos frutos. Com isso, alguns aspectos de fabricação destes filmes devem ser aprimorados, bem como o método de aplicação do revestimento em frutas, a fim de garantir que o filme cubra todo o fruto e não haja contato com o meio externo. Porém, verifica-se que o uso de fontes renováveis como o pinhão e a batata-doce, além de outras fontes de amido são promissoras em futuros estudos e desenvolvimentos de novos materiais neste segmento, contribuindo assim com um meio-ambiente mais limpo e com menos resíduos nas cidades, florestas e oceanos.

## REFERÊNCIAS

ASTM. Standard test methods of water vapor transmission of materials. **Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers By Differential Scanning Calorimetry**. D 3418 - 99, p. 1-5, 1999.

ARAÚJO, G. K. P. **Desenvolvimento de filmes biodegradáveis de amido incorporados com extrato de própolis**. 2014. 43 f. Monografia (Graduação) - Curso Superior de Tecnologia de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, Campo Mourão, 2014. Disponível em: <[http://repositorio.roca.utfpr.edu.br/jspui/bitstream/1/2508/1/CM\\_COALM\\_2013\\_2\\_09.pdf](http://repositorio.roca.utfpr.edu.br/jspui/bitstream/1/2508/1/CM_COALM_2013_2_09.pdf)>. Acesso em: maio de 2020.

AVÉROUS. L. Polylactic Acid: Synthesis, Properties and Applications. In: BELGACEM M. N.; GANDINI A. **Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources**. 1 ed. Elsevier, 2008. p. 433-450. Disponível em: <[http://www.if.ufrj.br/biolig/art\\_citados/Monomers,%20Polymers%20and%20Composites%20from%20Renewable%20Resources.pdf](http://www.if.ufrj.br/biolig/art_citados/Monomers,%20Polymers%20and%20Composites%20from%20Renewable%20Resources.pdf)>. Acesso em: agosto 2019.

ÁVILA, R.; ASCHERI, D. P. R.; ASCHERI, J. L. R. Caracterização dos rizomas filhos e da fécula do mangarito (*Xanthosoma mafaffa Schott*) e elaboração de filmes biodegradáveis. **Boletim do centro de pesquisa de processamento de alimentos**, v. 30, n. 1, p. 1-18, 2012.

BASIAK, E.; LENART, A.; DEBEAUFORT, F. Effect of starch type on the physico-chemical properties of edible films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 98, p. 348-356, 2017.

BELLO-PÉREZ, L. A.; MONTEALVO, M. G.M.; ACEVEDO, E. A. Almidón: definición, estructura y propiedades. In: LAJOLO, F. M.; MENEZES, E. W. **Carbohidratos em alimentos regionales ibero-americano**. São Paulo: Edusp, 2006. Cap. 1, p. 17-46.

BONA, J. C. **Preparação e caracterização de filmes biodegradáveis a partir de blendas de amido com polietileno**. 2007, 115 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. 2007. Disponível em: <[http://www.pgeal.ufsc.br/files/2011/01/Disserta%C3%A7%C3%A3o\\_Jaqueline-C-De-Bona\\_2007.pdf](http://www.pgeal.ufsc.br/files/2011/01/Disserta%C3%A7%C3%A3o_Jaqueline-C-De-Bona_2007.pdf)>. Acesso em maio de 2020

BRITO, G. F. et al. Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**. v. 6, p. 127-139, 2011.

BOBBIO, A. P.; BOBBIO, F. O. **Introdução a Química de Alimentos**. 3ª ed. São Paulo: Livraria Varela, 2003.

CANGEMI, J. M.; DOS SANTOS, A. M.; CLARO NETO, S. Biodegradação: Uma alternativa para minimizar os impactos decorrentes dos resíduos plásticos. **Química nova na escola**, v. 22, p. 17-21, 2005.

CAPELLA, A. C. V.; PENTEADO, P. T. P. S.; BALBI, M. E. Semente de *Araucaria angustifolia*: aspectos morfológicos e composição química da farinha. **CEPPA**, v. 27, n. 1, p. 135-142, 2009.

CARVALHO, P. E. R. Espécies arbóreas brasileiras. **Embrapa Informação Tecnológica**, v. 1, Brasília, 2003.

CARVALHO, P.E.R. *Araucaria Angustifolia* (Bertoloni) Otto Kuntze: pinheiro-do-paraná. In: \_\_\_\_\_. **Espécies florestais brasileiras: recomendações silviculturais, potencialidades e uso da madeira**. p. 70-78, Brasília: 1994. Disponível em: <<http://www.bdpa.cnptia.embrapa.br/consulta/busca?b=ad&id=301445&biblioteca=vazio&busca=autoria:%22CARVALHO,%20P.E.R%22&qFacets=autoria:%22CARVALHO,%20P.E.R%22&sort=&paginacao=t&paginaAtual=1>>. Acesso em: 23 agosto 2019.

CAVALCANTE, J. T. et al. Análise de trilha em caracteres de rendimento de clones de batata-doce (*Ipomoea batatas*). **Acta Scientiarum Agronomy**, v. 28, p. 261-266, 2006.

CYRAS, V. P. et al. A Physical and mechanical properties of thermoplastic starch/montmorillonite nanocomposite films. **Carbohydrate Polymers**, v. 73, p. 55-63, 2007.

COLLA, E.; SOBRAL, P. J. A.; MENEGALLI, F. C. Effect of composite edible coating from *AMARANTHUS CRUENTUS* flour and stearic acid on refrigerated strawberry (*FRAGARIA ANANASSA*) quality. **Latin American Applied Research**, v. 36, n. 4, p. 249-254, 2006.

COPELAND, L.; BLAZEK, J.; SALMAN, H.; TANG, M.C. Form and functionality of starch. **Food Hydrocolloids**, v. 23, p. 1527-1534, 2009.

CORDENUNSI, B. R. et al. Chemical composition and glycemic index of brazilian pine (*araucária angustifolia*) seeds. **Journal of Agricultural and food chemistry**, n.11, v. 52. p. 3412-3416, 2004.

DA COSTA, F. J. O. G. et al. Characterisation of native starches of seeds of *Araucaria angustifolia* from four germplasm collections. **Thermochimica Acta**, v. 565, p. 172-177, 2013.

- DA COSTA, L. A. **Elaboração e caracterização de filmes biodegradáveis à base de amido de semente de Jaca incorporados com antocioninas**. 2017, 58 f. Monografia (Graduação) – Curso de Química Industrial, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza. 2017. Disponível em: <[http://www.repositorio.ufc.br/bitstream/riufc/29767/1/2017\\_tcc\\_lacosta.pdf](http://www.repositorio.ufc.br/bitstream/riufc/29767/1/2017_tcc_lacosta.pdf)>. Acesso em: maio de 2020
- DAS, P.; TIWARI, P. Valorization of packaging plastic waste by slow pyrolysis. **Resources, Conservation & Recycling**, v. 128, p. 69-77, 2018.
- DAMODARAM, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. Química de alimentos de Fennema. In: BEMILLER, J. N.; HUBER, K. C. **Carboidratos**. 4 ed. Porto Alegre: Artmed, 2010. p. 1-75.
- DASH, K. K. et al. Thorough evaluation of sweet potato starch and lemon-waste pectin based-edible films with nano-titania inclusions for food packaging applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 139, p. 449 – 458, 2019.
- DE FREITAS, T. B. et al. Antioxidants extraction from Pinhão (*Araucaria angustifolia* (Bertol.) Kuntze) coats and application to zein films. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 15, p. 28-34, 2018.
- DE LUCEMA, C. A. A. et al. Desenvolvimento de biofilmes à base de xilana e xilana/gelatina para produção de embalagens biodegradáveis. **Polímeros**, v. 27, p. 35-41, 2017.
- DE SOUZA, C. O.; SILVA, L. T.; DRUZIAN, J. I. Estudo comparativo da caracterização de filmes biodegradáveis de amido de mandioca contendo polpas de manga e de acerola. **Química Nova**, v. 35, n.2, p. 262-267, 2012.
- DENARDIN, C. C.; SILVA, L. P. Estrutura dos grânulos de amido e sua relação com propriedades físico-químicas. **Ciência Rural**, v. 39, n. 3, p. 945-954, 2008.
- DENARI, G. B.; CAVALHEIRO, E. T. G. **Princípios e Aplicações de Análise Térmica**. Material de Apoio - Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos, p. 40, 2012.
- DIAS, A. B. et al. Biodegradable films based on rice starch and rice flour. **Journal of Cereal Science**, v. 51, n. 2, p. 213–219, 2010.
- DONG, F.; WANG, X. Effects of carboxymethyl cellulose incorporated with garlic essential oil composite coatings for improving quality of strawberries. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 104, p. 821-826, 2017.
- FAKHOURI, F. M. et al. Filmes e coberturas comestíveis compostas à base de amidos nativos e gelatina na conservação e aceitação sensorial de uvas Crimson. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.27, n.2, p. 369-375, 2007.

FAOSTAT – Estatística de banco de dados da Food and Agriculture Organization das Nações Unidas-2016. **Estudo da batata-doce utilizando mapeamento de prospecção tecnológica**. Disponível em: <<http://www.fao.org/faostat/en/#home>>. Acesso em: 13 agosto 2019.

FARIAS, M. G. et al. Caracterização físico-química de filmes comestíveis de amido adicionado de acerola (*Malpighia emarginata* D.C.). **Química Nova**, v. 35, n. 3, p. 546–552, 2012.

FITCH – VARGAS, P. R. et al. Physicochemical and Microstructural Characterization of Corn Starch Edible Films Obtained by a Combination of Extrusion Technology and Casting Technique. **Journal of Food Science**, n. 9, v. 81, p. E2224-E2232, 2016.

FONSECA, L. M. **Produção e caracterização de filmes biodegradáveis de amido de batata (*Solanum tuberosum* L.) para aplicação em embalagens de alimentos**. 2015, 127 f. Dissertação (Mestrado em Engenharias) - Universidade Federal do Pampa, Bagé. 2015. Disponível em: <<http://dspace.unipampa.edu.br:8080/bitstream/riu/2428/1/Dis%20Laura%20Fonseca%202015.pdf>>. Acesso em: maio de 2020.

FRANCHETTI, S. M.M.; MARCONATO, J. C. Polímeros biodegradáveis – uma solução parcial para diminuir a quantidade dos resíduos plásticos. **Química Nova**, n. 4, v. 29, p. 811-816, 2006.

FU, Z. et al. Antioxidant activities and polyphenols of sweet potato (*Ipomoea batatas* L.) leaves extracted with solvents of various polarities. **Food Bioscience**, v.15, p. 11-18, 2016.

GARCÍA, M. et al. Caracterização of starch and composite edible films and coating. In: EMBUSCADO, M.; HUBER, K. (Eds). **Edible films and coatings for food applications**, Nova York, 2009. p. 169-209. Disponível em: <[https://www.researchgate.net/publication/253174398\\_Edible\\_Films\\_and\\_Coatings\\_for\\_Food\\_Applications](https://www.researchgate.net/publication/253174398_Edible_Films_and_Coatings_for_Food_Applications)>. Acesso em: 31 maio, 2020.

GAUDIN, S. et al. Antiplasticisat ion and oxygen permeability of starch-sorbitol films. **Carbohydrate Polymers**, n. 1, v. 43, p. 33-37, 2000.

GOLDSTEIN, J. et al. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis: A Text for Biologists, Material Scientists and Geologists**. 1 ed. New York, 1981. p. 1-647.

GONTARD, N.; GUILBERT, S.; CUQ, J. L. Water and glycerol as plasticers affect mechanical and water vapor barrier properties of an edible wheat gluten film. **Journal of Food Science**, v. 53, n. 1, p. 206-211, 1992.

GUINESI, L. S. et al. Kinetics of thermal degradation applied to starches from different botanical origins by non-isothermal procedures. **Thermochimica Acta**, v. 447, n. 2, p. 190-196, 2006.

HENRIQUE, C. M.; CEREDA, M. P.; SARMENTO, S. B. S. Características físicas de filmes biodegradáveis produzidos a partir de amidos modificados de mandioca.

**Ciência Tecnologia Alimentos**, n.1, v. 28, p. 231-240, 2008.

HUANG, T. et al. Effect of debranching and heat-moisture treatments on structural characteristics and digestibility of sweet potato starch. **Food Chemistry**, v. 187, p. 218 -224, 2015.

IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **A cultura da batata-doce: Produção brasileira de batata-doce no período de 2016 a 2017**. Disponível em: <<https://sidra.ibge.gov.br/Tabela/1612#resultado>>. Acesso em: 13 agosto 2019

INTERNATIONAL POTATO CENTER (CIP). **Sweet potato facts and figures**.

Disponível em: <https://cipotato.org/crops/sweetpotato/sweetpotato-facts-and-figures/>. Acesso em: 29 setembro 2019.

KRZAN, A. et al. Standardization and certification in the area of environmentally degradable plastics. **Polymer Degradation and Stability**, v. 91, p. 2819-2833, 2006.

KUMAR, M. et al. Effect of glycidyl methacrylate (GMA) on the thermal mechanic and morphological property of biodegradable PLA/PBAT blend and its nanocomposites. **Bioresource Technology**, v. 21, p. 8406 – 8415, 2010.

LAOHAKUNJIT, N.; NOOMHORM, A. Effect of plasticizer on mechanical and barrier properties of rice starch films. **Starch – Stärke**, n. 8, v. 56, p. 348-356, 2004.

LIMA, G. S. et al. Uso de revestimentos comestíveis pós-colheita de pimentão verde armazenado em temperatura ambiente e sob refrigeração. **Caderno Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 4, p.1-6, 2014.

LIMA, S. L. T. Reciclagem e biodegradação de plásticos. **Revista Científica do IMAPES**, n. 2, v. 2, p. 28-34, 2004.

LINS, M. S. G. **Revestimento a base de amido de inhame, batata-doce roxa e mandioca na conservação de tomates (*lycopersicon esculentum* mil)**. 2018. 54 f. Dissertação (Mestrado Acadêmico em Sistemas Agroindustriais) – Universidade Federal de Campina Grande, Paraíba, Brasil, 2018. Disponível em: <<http://dspace.sti.ufcg.edu.br:8080/jspui/bitstream/riufcg/3304/1/MONICA%20STEFANY%20GUEDES%20LINS%20-%20DISSERTA%20c3%87%20c3%83O%20-%20PPGSA%20-%20ACAD%20c3%8aMICO%202018.pdf>>. Acesso em: maio de 2020.

LIU, Z.; HAN, J. H. Film-forming Characteristics of Starches. **Journal of food Science**, n. 1, v. 70, p. 31-36, 2005.

LÓPES, O. V. et al. Agro-industrial residue from starch extraction of *Pachyrhizus ahipa* as filler of thermoplastic corn starch films. **Carbohydrate Polymers**, v. 134, p. 324-332, 2015.

LUCHESE, C. L.; SPADA, J. C.; TESSARO, I. C. Starch content affects physicochemical properties of corn and cassava starch-based films. **Industrial Crops & Products**, v. 109, p. 619-626, 2017.

LUCHESE, C. L. et al. Development and characterization of cassava starch films incorporated with blueberry pomace. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 106, p. 834-839, 2017.

LUCHESE, C. L. Synthesis and characterization of biofilms using native and modified pinhão starch. **Food Hydrocolloids**, v. 45, p. 203-210, 2015.

LUCHESE, C. L. **Desenvolvimento de embalagens biodegradáveis a partir de amido contendo subprodutos provenientes do processamento de alimentos**. 2018, 226 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2018. Disponível em: <<https://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/178251/001065432.pdf?sequence=1&isAllowed=y>>. Acesso em: abril de 2020.

LUVIELMO, M. M.; LAMAS, S. V. Revestimentos comestíveis em frutas. **Estudos Tecnológicos em Engenharia**, v. 8, n. 1, p. 8-15, 2012.

MACHADO, B. A. S. et al. Obtenção de nanocelulose da fibra de coco verde e incorporação em filmes biodegradáveis de amido plastificados com glicerol. **Química Nova**, v. 37, n.8, p. 1275-1282, 2014.

MALI, S. et al. Relationships among the composition and physicochemical properties of starches with the characteristics of their Films. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, n. 25, p. 7720-7725, 2004.

MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F. Filmes de amido: produção, propriedades e potencial de utilização. **Semina Agrárias**, v.31, n.1, p.137-156, 2010.

MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E. Effects of Yam Starch Films on Storability and Quality of Fresh Strawberries (*Fragaria ananassa*). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, n. 24, v. 51, p. 7005-7011, 2003.

MALI, S. et al. Mechanical and thermal properties of yam starch films. **Food Hydrocolloids**, v. 19, n. 1, p. 157-164, 2005.

MARQUES, T. P. **Subsídios à recuperação florestais ripárias da floresta ombrófila mista do estado do Paraná, a partir de espécies fontes de produtos florestais não-madeiráveis**. 2007. 244 f. Dissertação (Mestrado em concentração de produção vegetal) - Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2007. Disponível em:<<https://acervodigital.ufpr.br/bitstream/handle/1884/14027/disserta%c3%a7%c3%a3o%20Themis%20Piazetta%20Marques%20PDF.pdf?sequence=1&isAllowed=y>>. Acesso em: setembro, 2019.

MATTA, M. D. J. et al. Propriedades de Barreira e Solubilidade de Filmes de Amido de Ervilha Associado com Goma Xantana e Glicerol. **Polímeros**, v. 21, n. 1, p. 67–72, 2011.

MELLO, C. L. et al. Aplicação de recobrimento de fécula de batata para a conservação de tomates. **Revista Tecnológica**, v. 25, n.1, p. 103-117, 2016.

MENEZES, K. R. P. et al. Influência dos revestimentos comestíveis na preservação da qualidade pós-colheita de tomate de mesa. **Colloquium Agrariae**, v. 13, n.3, 2017.

MILLER, C. M. O.; YAMASHITA, F.; LAURINDO, J. B. Evaluation of the effects of glycerol and sorbitol concentration and water activity on the water barrier properties of cassava starch films through a solubility approach. **Carbohydrate Polymers**, v. 72, p. 82-87, 2008.

MOORTHY, S. N. Physicochemical and functional properties of tropical tuber starches: a review. **Starch/Starke**, v.54, p.559-592, 2002

MOTHÉ, C. G. **Análise térmica de materiais**. 1<sup>a</sup> ed. São Paulo: Artliber, 2009.

MULLER, A. J.; MICHELL, R. M. Differential scanning calorimetry of polymers. In: GUO, Q. (Ed). **Polymer Morphology: Principles, Characterization, and Processing**. 1 ed. New Jersey, 2016. p. 72-99. Disponível em: <<https://books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=4UFICgAAQBAJ&oi=fnd&pg=PR13&dq=Polymer+Morphology:+Principles,+Characterization,+and+Processing&ots=uqL2EyJpiO&sig=FIH-q41M3B71tAYka8H7QtOURs#v=onepage&q=Polymer%20Morphology%3A%20Principles%2C%20Characterization%2C%20and%20Processing&f=false>>. Acesso em: setembro 2019.

NOGUEIRA, G. F. et al. Bioactive films of arrowroot starch and blackberry pulp: Physical, mechanical and barrier properties and stability to ph and sterilization. **Food Chemistry**, v. 275, p. 417-425, 2019.

NUNES, E. de D.; LOPES, F. S. Histórico e mercado atual dos polímeros. In:\_\_\_\_. **Conceitos, Estrutura Molecular, Classificação e Propriedades**. 1 ed. São Paulo: Érica, p. 40-55, 2014. Disponível em: <<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788536520506/cfi/39!/4/2@100:0.00>>. Acesso em: agosto 2019.

NUNES, M. U. C.; CRUZ, D. P.; FORTUNA, A. Tecnologia para Produção de Farinha de Batata-doce: Novo Produto para os Agricultores Familiares. **Embrapa Tabuleiros Costeiros**, p. 1-7, Aracaju, 2012.

OLIVEIRA, C. M.; CONEGLIAN, R. C. C.; CARMO, M. G. F. Conservação pós-colheita de tomate cereja revestidos com película de fécula de mandioca. **Horticultura brasileira**, v. 33, p. 471-479, 2015.

OLIVEIRA, L. M. et al. Ensaios para avaliação de embalagens plásticas flexíveis. **Centro de Tecnologia de Embalagem**, p. 219, Campinas:1996.

OLIVEIRA, G. S. et al. Avaliação de coberturas comestíveis para conservação de pimenta-biquinho (*Capsicum Chinense* JACQ.). **Revista Brasileira de Agropecuária Sustentável (RBAS)**, v. 8, n. 4, p. 19-29, 2018.

OSÉS, J. et al. Potato starch edible films to control oxidative rancidity of polyunsaturated lipids: effects of film composition, thickness and water activity. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 44, n. 7, p. 1360 – 1366, 2009.

PERALTA, R. M. et al. Biological activities and chemical constituents of *Araucaria angustifolia*: An effort to recover a species threatened by extinction. **Trends in Food Science & Technology**, v. 54, p. 85 – 93, 2016.

PEREIRA-DA-SILVA, M. De A.; FERRI, F.A. Scanning Electron Microscopy. In: DA RÓZ, A.L.; FERREIRA, M.; LEITE, F. De L.; OLIVEIRA, O. N. **Nanocharacterization Techniques**. 1 ed. p. 1-35, 2017. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/book/9780323497787/nanocharacterization-techniques#book-info>> Acesso em: setembro 2019.

PETERSSON, M.; STADING, M. Water vapour permeability and mechanical properties os mixed starch-monoglycerine films and effect os film forming conditions. **Food Hydrocolloids**, n.1, v. 19, p. 123-132, 2005.

PETRIKOSKI, A. P. **Elaboração de biofilmes de fécula de mandioca e avaliação do seu uso na imobilização de caulinita intercalada com ureia**. 2013. 131 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco. 2013. Disponível em: <[https://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/bitstream/1/649/1/PB\\_PPGTP\\_M\\_Petrikoski%2C%20Ana%20Paula\\_2013.pdf](https://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/bitstream/1/649/1/PB_PPGTP_M_Petrikoski%2C%20Ana%20Paula_2013.pdf)>. Acesso em: maio de 2020.

PINHEIRO, A. C. et al. Utilização de revestimento/filmes edíveis para aplicações alimentares. **Boletim de Biotecnologia**, v. 85, p.18-28, 2010.

RAMALHO, M. **Plásticos Biodegradáveis provenientes da cana de açúcar**. 2009. 45f. Monografia (Graduação) – Faculdade de Tecnologia da Zona Leste, São Paulo, 2009.

RABELO, M. **Aditivação de Polímeros**. In \_\_\_\_\_. **Plastificantes**. 1 ed. São Paulo: Artlibler Editora Ltda, 2000. Disponível em: <[https://issuu.com/arletesiqueira/docs/aditiva\\_\\_\\_\\_o\\_de\\_pol\\_\\_meros\\_-\\_rabelo](https://issuu.com/arletesiqueira/docs/aditiva____o_de_pol__meros_-_rabelo)>. Acesso em: setembro 2019.

REIS, R. C. **Curvas de secagem, propriedades tecnologicas e aplicação pos-colheita de filmes biodegradáveis de fécula de inhame e glicerol**. 2011, 109 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Sistemas Agrícolas) - Universidade Estadual de Goiás. Anápolis. 2011. Disponível em: <[http://bdtd.ibict.br/vufind/Record/UEG-2\\_5c258bdaaf1f113a60ca4d7781c2e062](http://bdtd.ibict.br/vufind/Record/UEG-2_5c258bdaaf1f113a60ca4d7781c2e062)>. Acesso em: maio de 2020.

REIS, K.C. et al. Pepino japonês (*Cucumis sativus* L.) submetido ao tratamento com fécula de mandioca. **Ciência Agrotécnica**, v. 30, p. 487-493, 2006.

RODRIGUES, J. S. **Estudo da corrosão de revestimentos de zinco-ligas obtidos por imersão a quente sobre aços baixo-carbono**. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2011. Disponível em: < <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/49059>>. Acesso em: abril de 2020.

SCHICK, C. Differential scanning calorimetry (DSC) of semicrystalline polymers. **Analytical and bioanalytical chemistry**, v. 395, n. 6, p. 1589 -1611, 2009.

SHIMAZU, A. A.; MALI, S.; GROSSMANN, M. E. V. Efeitos plastificante e antiplastificante do glicerol e do sorbitol em filmes biodegradáveis de amido de mandioca. **Ciência de Alimentos**, v. 28, n. 1, p. 79–88, 2007.

SHEN, X. L. et al. Antimicrobial and physical properties of sweet potato starch films incorporated with potassium sorbate or chitosan. **Food Hydrocolloids**, v. 24, p. 285–290, 2010.

SHUJUN, W.; JIUGAO, Y.; JINGLIN, Y. Preparation and characterization of compatible thermoplastic starch/polyethylene blends. **Polymer Degradation and Stability**, v. 87, p. 395-401, 2005.

SILVA, J. B. C.; LOPES, C. A.; MAGALHÃES, J. S. Batata-doce (*Ipomoea batatas*). **Embrapa Hortalças**. Sistema de produção 6. 2008. Disponível em: <[https://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Batata-doce/Batata-doce\\_Ipomoea\\_batatas/clima\\_solo.html](https://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Batata-doce/Batata-doce_Ipomoea_batatas/clima_solo.html)>. Acesso em: 13 agosto 2019.

SILVA, J.B.C.; LOPES, C. A.; MAGALHÃES, J.S. Cultura da batata-doce. In: CEREDA, M.P. **Agricultura: Tuberosas amiláceas latino americanas**. v. 2. São Paulo: Cargill, 2002. p. 449-503.

SILVA, R. F. **Nanocompósitos de poliolefinas e argila aniônica organofuncionalizada com ácido cinâmico**. 2010. 92 p. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2010. Disponível em: < <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/25507>>. Acesso em: abril de 2020.

SPADA, J. C.; DA SILVA, E. M.; TESSARO, I. C. Production and characterization of pinhão starch biofilms. **Revista Brasileira de Ciências Agrárias**, v. 9, n. 3, p. 365-369, 2014.

SOBRAL, P. J.A. Propriedades funcionais de biofilmes de gelatina em função da espessura. **Ciência e Tecnologia**, v. 8, n. 1, p. 60-67, 1999.

SOUZA, P. A. et al. Conservação pós-colheita de berinjela com revestimentos de amido de mandioca ou filme de PVC. **Horticultura Brasileira**, v. 27, p. 235-239, 2009.

TÁPIA-BLACIDO, D.; SOBRAL, P. J.; MENEGALLI, F. C. Effects of drying temperature and relative humidity on the mechanical properties of amaranth flour films plasticized with glycerol. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, São Paulo, v.22, n.2, p.249-256, 2005.

THYS, R. C.S. et al. Adsorption isotherms of pinhão (*Araucaria angustifolia* seeds) starch and thermodynamic analysis. **Journal of Food Engineering**, n. 3, v. 100, p. 468-473, 2010.

ZANDAVALLI, R. B.; DILLENBURG, L. R.; DE SOUZA, P. V. D. G. Growth responses of *Araucaria angustifolia* (Araucariaceae) to inoculation with the mycorrhizal fungus *Glomus clarum*. **Applied Soil Ecology**, n. 3, v. 25, p. 245-255, 2004.

ZHANG, Y.; HAN, J. H. Mechanical and Thermal Characteristics of Pea Starch Films Plasticized with Monosaccharides and Polyols. **Journal of food Science**, n. 2, v. 71, p. 109-118, 2006.