

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE ENGENHARIA
CAMPUS DE ILHA SOLTEIRA**

HUÉBERTON BARBOSA NAVES

**DESENVOLVIMENTO DE NOVOS FILMES COMESTÍVEIS CONTENDO
RESÍDUO DE CAMU-CAMU E BIOPLÁSTICO.**

Ilha Solteira
2023

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

HUÉBERTON BARBOSA NAVES

**DESENVOLVIMENTO DE NOVOS FILMES COMESTÍVEIS CONTENDO
RESÍDUO DE CAMU-CAMU E BIOPLÁSTICO.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, Universidade Estadual Paulista - UNESP, Faculdade de Engenharia do Campus de Ilha Solteira – SP, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Área de concentração: **Química dos materiais**

Márcia Regina de Moura Aouada
Orientadora

Ilha Solteira

2023

FICHA CATALOGRÁFICA
Desenvolvido pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação

Naves, Huéberton Barbosa.
N323d Desenvolvimento de novos filmes comestíveis contendo resíduo de camu-
camu e bioplástico / Huéberton Barbosa Naves. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2023
42 f. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de
Engenharia de Ilha Solteira. Área de conhecimento: Química dos Materiais,
2023

Orientador: Márcia Regina de Moura Aouada
Inclui bibliografia

1. Camu-camu. 2. Filmes comestíveis. 3. Resíduo. 4. Gelatina. 5. Glicerol.


Raiane-da-Silva-Santos

Supervisora Técnica de Seção
Seção Técnica de Referência, Atendimento ao usuário e Documentação
Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação
CRUB - 9999

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: DESENVOLVIMENTO DE NOVOS FILMES COMESTÍVEIS CONTENDO
EXTRATOS DE CAMU-CAMU E BIOPLÁSTICO

AUTOR: HUÉBERTON BARBOSA NAVES

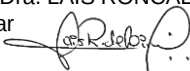
ORIENTADORA: MARCIA REGINA DE MOURA AOUADA

Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em Ciência dos Materiais,
área: Química dos Materiais pela Comissão Examinadora:

Profa. Dra. MARCIA REGINA DE MOURA AOUADA (Participação Virtual)
Departamento de Física e Química / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira - Unesp



Profa. Dra. LAIS RONCALHO DE LIMA (Participação Virtual)
UFSCar



Profa. Dra. GRASIELE SCARAMAL MADRONA (Participação Virtual)
Departamento de Engenharia de Alimentos / Universidade Estadual de Maringá



Ilha Solteira, 25 de janeiro de 2023

À minha família

E ao Leandro.

Com todo o meu amor.

“Jamais considere seus estudos como uma obrigação, mas como uma oportunidade invejável para aprender a conhecer a influência libertadora da beleza do reino do espírito, para seu próprio prazer pessoal e para proveito da comunidade à qual seu futuro trabalho pertencer.”

(Albert Einstein, 1933)

AGRADECIMENTOS

À Deus primeiramente, por ter sido luz e direção nos momentos difíceis, por mesmo assim estar ao meu lado.

À minha avó Nilva (in memoria) que sempre me incentivou, acreditou e torceu por mim.

Aos meus pais, Humberto e Rosana, que desde o início da caminhada me motivaram em cada decisão, além da distância me apoiaram incondicionalmente.

Ao meu irmão Carlos Humberto, minha cunhada Camila e meu sobrinho Lorenzo, pela presença e apoio em todos os momentos possíveis.

Ao meu companheiro de vida Leandro que, com carinho e amor, me apoiou, me ouviu e me motivou a prosseguir a cada dificuldade, contribuiu significativamente para o meu êxito.

A minha orientadora Profa. Dra. Márcia Regina de Moura Aouada pela orientação, pelo apoio, compreensão e a confiança a mim depositado. Seu cuidado e dedicação foi fundamental para realização do trabalho.

A parceria da Profa. Dra. Grasielle Scaramal Madrona pela realização das análises de antioxidantes, na Universidade de Maringá-PR, e a Profa Dra Vanusca Dalosto Jahno, da Universidade Feevale, pela colaboração na realização da biodegradação dos filmes.

Aos meus amigos gestores e professores da Escola Estadual Donato Marcelo Balbo, gestores e professores da escola Objetivo Estrela D'Oeste, e todos meus alunos, pelo apoio, compreensão e incentivo na realização do trabalho.

Ao meu amigo Biólogo Gabriel Cervantes por estar sempre presente em nossas reuniões particulares, me motivando e acreditando no meu potencial.

Aos meus amigos professores Ruanito, Beatriz e Diogo por todas as risadas, conselhos e incentivo. Em destaque a professora Beatriz por me ajudar com as citações.

Aos meus amigos Érika, Fabíola e Kely vocês foram importantes dentro e fora do laboratório.

A todos os professores do departamento de Física e Química pelo conhecimento e aconselhamentos durante as aulas e no decorrer desta pesquisa.

Ao GCNH, pelo apoio nas pesquisas e infraestrutura.

Aos colegas e funcionários do Departamento de Física e Química, que sempre me ajudaram no decorrer do trabalho.

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, pela oportunidade.

RESUMO

O uso de filmes comestíveis vem se tornando tópico de grande interesse, para as áreas alimentícias e ambientais, devido ao potencial para evitar a deterioração dos alimentos e pela característica de biodegradabilidade. Desta forma, as pesquisas sobre bioplásticos têm sido focadas em filmes e revestimentos comestíveis à base de biopolímeros, que são completamente biodegradáveis, dentro de um período curto, contribuindo sobremaneira para a diminuição da poluição ambiental. Alguns frutos apresentam grande diversidade de formas, tamanhos, cores e sabores. Para esses, a definição e a caracterização desses atributos são muito importantes para a comercialização e para o consumidor final. O uso do resíduo de camu-camu foi definido devido sua grande utilização na exportação apenas da polpa do fruto, onde o resíduo é descartado e sem aplicação definida, além de ser uma alternativa para melhoria de suas características físicas e organolépticas para uma aplicação inovadora como proteção de outras substâncias aumentando o tempo de prateleira. Neste contexto, o objetivo do presente estudo foi desenvolver e caracterizar filmes comestíveis à base de resíduo de camu-camu, gelatina e glicerol, avaliando suas propriedades de solubilidade, mecânicas, térmicas, degradabilidade, antioxidante e de permeabilidade ao vapor de água da matriz de gelatina incorporada, sendo este o primeiro trabalho com incorporação de camu-camu em matriz de gelatina e glicerol. Os filmes foram obtidos por *casting* a partir de soluções filmogênicas de gelatina incorporada com substrato de camu-camu e glicerol como plastificante. Os filmes produzidos com a incorporação do resíduo de camu-camu mostraram-se manuseáveis e solubilizados, com a presença de alguns resíduos não solubilizado, dando um brilho e um aspecto bem apresentado. O filme sem resíduo teve um WVP de aproximadamente 20% de diferença no controle de umidade, em relação ao filme com a presença de resíduo, deixando claro que a incorporação do resíduo insolúvel na matriz, colabora com a passagem de vapor d'água. Na análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) identifica-se que houve alteração quanto à rugosidade superficial e formação de aglomerados com a imersão do resíduo de camu-camu, devido a aproximação das cadeias polares que ocorre da matriz polimérica, a imersão do resíduo de camu-camu provocou mudanças na

microestrutura dos filmes. Análise da capacidade antioxidante pode-se referenciar que na amostra de resíduo puro, apresenta-se um resultado muito satisfatório, quando comparado com os filmes incorporados com o resíduo, mesmo que estando com concentrações menores, podemos afirmar a presença de antioxidantes e compostos fenólicos. No resultado da biodegradação quando comparado os diferentes materiais no período de 30 dias, aparentemente a Amostra 03 e 04 foram as que mais degradaram, sendo duas de três amostras da triplicata mais afetadas, os filmes apresentaram modificações de degradação desde o terceiro dia de experimento. Na análise da germinação e do crescimento das plantas, a Amostra 04 apresentou um desenvolvimento satisfatório em comparação as demais amostras, sendo esta a Amostra com melhor resultado nas análises em geral.

Palavras-chave: Camu-camu; Filmes comestíveis; Resíduo; Gelatina; Glicerol.

ABSTRACT

The use of edible films has become a topic of great interest, for the food and environmental areas, due to their potential to prevent food deterioration and their biodegradability. In this way, research on bioplastics has been focused on edible films and coatings based on biopolymers, which are completely biodegradable within a short period, greatly contributing to the reduction of environmental pollution. Some fruits have a great diversity of shapes, sizes, colors and flavors. For these, the definition and characterization of these attributes are very important for marketing and for the final consumer. The use of camu-camu residue was defined due to its great use in exporting only the pulp of the fruit, where the residue is discarded and without defined application, in addition to being an alternative for improving its physical and organoleptic characteristics for an innovative application such as protection from other substances increasing the shelf life. In this context, the objective of the present study was to develop and characterize edible films based on camu-camu extract, gelatin and glycerol, evaluating their solubility, mechanical, thermal, degradability, antioxidant and water vapor permeability properties of the matrix of incorporated gelatin, this being the first work with the incorporation of camu-camu in a matrix of gelatin and glycerol. The films were obtained by casting from gelatin filmogenic solutions incorporated with camu-camu substrate and glycerol as plasticizer. The films produced with the incorporation of camu-camu extract proved to be manageable and solubilized, with the presence of some non-solubilized extracts, giving a shine and a well-presented appearance. The film without extract had a WVP of approximately 20% difference in humidity control, in relation to the film with the presence of residue, making it clear that the incorporation of the insoluble extract in the matrix collaborates with the passage of water vapor. In the scanning electron microscopy (MEV) analysis, it was identified that there was a change in surface roughness and formation of agglomerates with the immersion of the camu-camu extract, due to the approximation of the polar chains that occur in the polymeric matrix, the immersion of the extract of camu-camu caused changes in the microstructure of the films. Analysis of the antioxidant capacity can be mentioned that in the pure extract sample, a very satisfactory result is presented, when compared with the films incorporated with the extract, even with lower concentrations, we can affirm the presence of antioxidants and

phenolic compounds. In the result of biodegradation when comparing the different materials in the period of 30 days, apparently Sample 03 and 04 were the ones that degraded the most, being two of the three samples of the triplicate most affected, the films presented degradation modifications from the third day of the experiment. In the analysis of germination and plant growth, Sample 04 showed a satisfactory development compared to the other samples, this being the Sample with the best result in the analyzes in general.

Keywords: Camu-camu; Edible films; Residue; Gelatin; Glycerol.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Arbusto (A) e frutos do camu-camu (B) e (C).....	24
Figura 2 - Estrutura química das principais biomoléculas presentes no camu-camu.....	25
Figura 3 - Reação de oxidação do ácido ascórbico a ácido dehidroascórbico....	26
Figura 4 - Representação da estrutura da gelatina.....	27
Figura 5 - hidratação da gelatina.....	34
Figura 6 - maceração e pesagem do resíduo.....	35
Figura 7 - procedimentos de agitação.....	36
Figura 8 - Solução filmogênica de camu-camu, depositada em suporte de poliéster em superfície plana, tendo a temperatura e umidade monitoradas, para serem secas durante 24 horas.....	37
Figura 9 - Soluções filmogênicas de camu-camu, depositadas em suporte de poliéster em superfície plana após 24 horas.....	38
Figura 10 - Desenho representativo da análise de ATR.....	41
Figura 11 - Placas de Teflon® utilizadas na análise de WVP.....	44
Figura 12 - Placa com filme incorporado com camu-camu, colocada em estufa com a temperatura controlada de 25 ± 2 °C e 50 ± 3 % de umidade.....	45
Figura 13 - Preparado das amostras para o teste de degradação.....	46
Figura 14 - Disposição das amostras nos recipientes com o substrato para plantas.....	47
Figura 15 - Fotografia do filme incorporado ausente de resíduo não solubilizado, com características rugosa, quebradiça e difícil manuseio.....	49
Figura 16 - Fotografia do filme nomeado amostra 4.....	50

Figura 17 - Micrografias obtidas por MEV da superfície e fraturas criogênicas dos filmes, puro 35%.....	52
Figura 18 - Micrografias obtidas por MEV da superfície e fraturas criogênicas dos filmes da amostra 3.....	54
Figura 19 - Micrografias obtidas por MEV da superfície e fraturas criogênicas dos filmes da amostra 4.....	56
Figura 20 - Valores médios de tensão máxima dos filmes.....	58
Figura 21 - Espectros de FTIR do resíduo seco e das amostras dos filmes.....	61
Figura 22 - Espectro do resíduo de camu-camu e filmes.....	62
Figura 23 - Resultados para permeabilidade a vapor de água.....	64
Figura 24 - Resultados para permeabilidade a vapor de água dos filmes de gelatina a 2% com 35% de glicerina, incorporado com 0,25g de camu-camu. Com uso do substrato na secagem (C.E), sem uso do substrato na secagem (S.E)...	65
Figura 25 – Fotografias das amostras antes da biodegradação e após o período de 3, 5, 10, 15 e 30 dias.....	66
Figura 26 – Micrografias da superfície superior com o aumento de 500x das amostras antes da biodegradação e após o período de 3, 5, 10, 15 e 30 dias.....	67
Figura 27 – Germinação de sementes em: a) 3 dias, b) 6 dias e c) 10 dias.....	68
Figura 28 – Germinação de sementes após 10 dias.....	69
Figura 29 – a) germinação de sementes (%), b) crescimento da parte aérea (cm), c) crescimento da raiz (cm) e d) biomassa total (g).....	70

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição de aminoácidos residuais de gelatina e colágeno (resíduos por 1000 resíduos)	28
Tabela 2 - Amostras com diferentes concentrações.....	38
Tabela 3 - Caracterização do substrato para plantas.....	46
Tabela 4 - Amostras com diferentes concentrações e respectivos pH.....	51
Tabela 5 - Influência da incorporação de resíduo de camu-camu na elongação e módulo de elasticidade dos filmes.....	58
Tabela 6 – Principais picos observados nos espectros das amostras.....	60
Tabela 7 – Resultados das análises da capacidade antioxidantes.....	63
Tabela 8 - Desvio padrão para as amostras analisadas.....	64
Tabela 9 - Desvio padrão para as amostras de gelatina a 2% com 35% de glicerina, incorporado com 0,25g de camu-camu.....	65

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

WVP	Inglês (Water Vapor Permeability) - Permeabilidade ao Vapor de Água
UR	Umidade Relativa
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
rpm	rotações por minuto
FT IR	Espectroscopia no Infravermelho com transformada de Fourier
Td	Temperatura de Degradação
T.E.	Temperatura de Ebulição
pH	potencial hidrogeniônico
GI	grau de intumescimento
TG	análise termogravimétrica
-COO⁻	grupo carboxílico
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
DPPH	2,2-difenil-1-picrilhidrazil
FRAP	Poder antioxidante redutor de ferro
ABTS	2,2-azinobis (3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico)

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	19
2. REVISÃO BIBLIOGRAFICA	21
2.1 Frutas exóticas nativas	21
2.2 Ca-camu (<i>Myrciaria dubia</i> (H. B. K.) Mcvaugh)	23
2.2.1 Principais compostos bioativos em camu-camu	25
2.3 GELATIVA	26
2.4 FILMES COMESTÍVEIS	29
3. OBJETIVO	33
3.1 Objetivo geral	33
3.2 Objetivo específico	33
4. MATERIAIS E MÉTODOS	34
4.1 Materiais	34
4.2 Métodos	34
4.2.1 Preparação da solução filmogênica de gelatina	34
4.2.2 Preparação e pesagem do resíduo de camu-camu	35
4.2.3 Incorporação do resíduo na matriz	36
4.2.4 Análise de pH dos filmes de gelatina a 2% incorporado com glicerina e resíduo de camu-camu.	37
4.2.5 Determinação da espessura	37
4.2.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	37
4.2.7 Propriedades mecânicas	37
4.2.8 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) adaptada com a Técnica de Refletância Total Atenuada (ATR)	40
4.2.9 Quantificação da capacidade antioxidante	41
4.2.9.1 Radical ABTS (2,2-azinobis (3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico))	41
4.2.9.2 Radical DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazil)	42
4.2.9.3 Determinação do poder antioxidante redutor de ferro (FRAP).....	42

4.2.9.4 Determinação do teor de compostos fenólicos totais	43
4.3.0 Permeabilidade ao vapor de água (WVP)	44
4.3.1 Biodegradação em solo	45
4.3.2 Análise morfológica	48
4.3.3 Avaliação de toxicidade	48
4.3.4 Germinação de sementes com a presença do filme degradado	48
 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	 49
5.1 Filmes de gelatina a 2% incorporado com glicerina e resíduo de camu-camu	49
5.2 Análise de pH dos filmes de gelatina a 2% incorporado com glicerina e resíduo de camu-camu	50
5.3 Espessura dos filmes	51
5.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	51
5.5 Análise de propriedade mecânica	58
5.6 Análise espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)	59
5.7 Quantificação da capacidade de antioxidante	62
5.8 Permeabilidade ao vapor de água (WVP)	63
5.9 Biodegradação das amostras	66
5.9.1 Análise morfológica nas amostras em processo de biodegradação..	67
5.9.2 Sementes germinadas com a presença dos filmes degradados	68
 6. CONCLUSÃO	 71
 7. IMPACTO/RELEVÂNCIA CIENTÍFICO-SOCIAL	 74
 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	 76

1. INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, a indústria alimentícia tem sido marcada pelo grande volume de resíduos produzidos. Aproximadamente um terço das partes comestíveis de alimentos produzidos para o consumo humano, é perdido ou desperdiçado mundialmente, o que representa em torno de 1,3 bilhões de toneladas por ano (MILLER; BROWN; IBRAHIM et al., 2015). A maior quantidade de perda é verificada por frutas e hortaliças, que representa 0,5 bilhões de toneladas e em países em desenvolvimento, grande parte da perda ocorre durante o processamento, no entanto, perdas durante a pós-colheita e a distribuição são também significativas (MILLER; BROWN; IBRAHIM et al., 2015).

No Brasil, o crescimento das atividades de processamento dos alimentos tem acontecido de forma intensa para atender a demanda do mercado por alimentos processados (CHANDIKA; KO; JUNG, 2015). O processamento de frutas e vegetais resulta em uma quantidade substancial de resíduos na forma de cascas, sementes, polpa e bagaço, e estes subprodutos são conhecidos por serem uma rica fonte de nutrientes, principalmente biopolímeros (como polissacarídeos e fibras alimentares) e compostos bioativos (LIAO; UNNITHAN; JOSHI et al., 2015). A partir deste conhecimento, se deu a necessidade de uma aplicação para o resíduo de camu-camu, tendo como pré-requisito que a polpa do fruto é rica em vitamina.

Os biopolímeros, como polissacarídeos e proteínas, obtidos a partir de subprodutos de origem agrícola têm sido propostos para formulação de materiais biodegradáveis por serem passíveis de biodegradação (exceto quando modificações químicas severas são aplicadas), oriundos de fontes renováveis e não tóxicos para o solo e para o ambiente (MOMOH; BOATENG; RICHARDSON et al., 2015). Por essas questões ambientais, grande atenção tem sido voltada para o desenvolvimento de filmes comestíveis/biodegradáveis. No entanto, estes filmes podem também agregar valor nutricional e melhorar características sensoriais quando consumidos junto com o produto a qual foram aplicados, além de ser uma alternativa às matérias-primas derivadas do petróleo, reforçando a sustentabilidade do processamento (ZAHARAN; AHMED; EL-RAFIE, 2014; AGUILA, 2004).

A composição e as propriedades funcionais dos filmes biodegradáveis variam de acordo com o biopolímero utilizado como matéria-prima. Proteínas e polissacarídeos resultam em filmes com boas propriedades mecânicas e organolépticas e são barreiras efetivas a compostos de aroma e gases de baixa massa molar como oxigênio e dióxido de carbono, embora sejam sensíveis à umidade devido à natureza hidrofílica desses componentes (ARRUDA; JACOMINO; SARANTÓPOULOS, 2009; BRITTO; CAMPANA FILHO; ASSIS, 2015). Buscando-se fontes alternativas de biopolímeros para elaboração desse tipo de embalagem, tem se estudado a utilização de frutas e hortaliças nesse processo (COOPLANTIO, 2003; DEVLIEGHERE; VERMEULEN; DEBEVERE, 2004).

Os filmes elaborados a partir de vegetais apresentam de baixa a moderada permeabilidade ao oxigênio e propriedades mecânicas aceitáveis, como exemplo, o filme incorporado com polpa de couve, sendo sugeridos como alternativa para a produção de embalagens e revestimentos comestíveis (COOPLANTIO, 2003; EWEIS; ELKHOLY; ELSABEE, 2006). No entanto, ainda há poucos estudos sobre a utilização de resíduos do processamento de frutas e hortaliças na elaboração de filmes biodegradáveis (FARES; NANTES, 2003; FORATO; YUSHMANOV; COLNAGO, 2004). Com anseio de encontrar uma benévola aplicação para o resíduo de camu-camu, tendo em mente que o fruto é rico em vitamina, fez-se a incorporação do resíduo em matriz de gelatina e glicerina e analisou-se suas características. Sendo esta, a primeira pesquisa com filmes de gelatina e glicerina, incorporados com resíduos de camu-camu.

Com relação a embalagens de alimentos, no Brasil, de acordo com a Associação Brasileira de Embalagens (ABRE), os plásticos representam 37,47% o valor total da produção de embalagens, o que representa, conseqüentemente, um volume semelhante em descarte inadequado. Além da emissão de gases tóxicos e poluentes, durante as etapas produtivas. Porém, devido à diversidade e versatilidade, os polímeros derivados de petróleo proporcionam avanços tecnológicos, economia de energia e diversos outros benefícios para a sociedade por meio da produção de uma variedade de produtos. Os bioplásticos, como os filmes comestíveis desenvolvidos a partir de biopolímeros, como o

hidroxipropil metilcelulose (HPMC), a quitosana, alginatos, gelatinas são alternativas naturais atóxicas, extremamente promissoras para substituir as embalagens convencionais, além de alguns serem fontes abundantes e com ação antimicrobiana (FORATO; YUSHMANOV; COLNAGO, 2004; NEDOROSTOVA; KLOUCEK; KOKOSKA et al., 2009).

Uma das principais características da gelatina é o elevado caráter higroscópico. Em contato com a água fria suas partículas intumescem, aumentando em cerca de dez vezes a sua massa. Ao ser aquecida acima de sua temperatura de desnaturação (40 °C), a gelatina forma uma solução coloidal com a água e gelifica após o resfriamento. Esse comportamento permite que filmes oriundos desse material tenham maior propensão em se dissolverem quando imersos em água acima dessa temperatura (MARIOD e ADAM, 2013; QIAO et al., 2017).

Diante do cenário, considerando a crescente geração de resíduos pelo processamento de frutas e hortaliças bem como do potencial destes na síntese de novos produtos, aliado ao impacto ambiental causado por embalagens plásticas, largamente utilizadas na indústria de alimentos, a proposta deste trabalho foi conferir o potencial de utilização de resíduos de frutas na elaboração de um filme biodegradável e potencial aplicação.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. FRUTAS EXÓTICAS NATIVAS

O Brasil, devido a sua localização geográfica, dimensão territorial e clima tropical, possui uma das maiores reservas de espécies nativas do mundo, com importantes centros de diversidade genética (RUFINO; ALVES; FERNANDES et al., 2011). No entanto, várias dessas espécies são pouco conhecidas e ainda pouco exploradas. Como consequência, seus níveis de produção e consumo são comparativamente modestos. Pode receber a denominação de comercialmente não tradicionais, quando são produtos agrícolas nativos ou exóticos de uma determinada região de rica biodiversidade, conhecidos simplesmente como exóticos, tropicais ou especialidades (COSTA; GARCIA-DIAZ; JIMENEZ et al., 2013; ULLOA; SUÁREZ, 2004).

Estudos epidemiológicos já apontaram a associação entre o aumento do consumo de frutas e legumes ricos em compostos bioativos, com a redução do risco de desenvolvimento de doenças crônicas e degenerativas, tais como cardiopatias, diabetes tipo 2 e câncer (KHAN; HUMA; DANGLES, 2014). Dentre as possíveis fontes naturais, estão as frutas exóticas e nativas, reconhecidas fontes de fitoquímicos capazes de produzir efeitos benéficos à saúde (AYALA-ZAVALA; VEGA-VEJA; ROSAS-DOMÍNGUEZ et al., 2011). Algumas frutas da região Nordeste do Brasil, como acerola, caju, cajá, uvaia, açaí, mangaba, tamarindo, umbu, entre outras, são objeto de estudos que apontam níveis consideráveis de compostos bioativos e capacidade antioxidante, indicando perspectivas promissoras para o melhor aproveitamento das mesmas (SILVA; SOUZA; THOMAZINI et al., 2014; CORREIA; BORGES; MEDEIROS et al., 2012; ALMEIDA; SOUSA; ARRIAGA et al., 2011; RUFINO; ALVES; PÉREZ-JIMÉNEZ et al., 2010). Acredita-se que o maior conhecimento das características dessas frutas poderia agregar valor a esses recursos naturais disponíveis, melhorando a renda das pequenas comunidades rurais e favorecendo a preservação das espécies nativas (EMBRAPA, 2010).

Para que isso aconteça, são necessários estudos mais aprofundados sobre os efeitos desses bioativos, incluindo análises *in vitro* e *in vivo* para determinar a melhor forma de incluí-las nas dietas alimentares e consolidar o uso desses exemplares da biodiversidade Brasileira (KHAN; HUMA; DANGLES, 2014; COSTA; GARCIA-DIAZ; JIMENEZ et al., 2013; DEVALARAJA; JAIN,S; YADAV, 2011).

O cenário para o mercado dos produtos processados de frutas e hortaliças é de crescimento em todos os países, já que os consumidores buscam cada vez mais sucos, molhos e condimentos prontos, por força da praticidade e conveniência encontrada nesses alimentos (MOREIRA, 2004). Atualmente, no Brasil, o processamento industrial de frutas e hortaliças é intenso e gera, além dos produtos de excelente aceitação no mercado (doces, geleias, sucos, néctares, xaropes concentrados, óleos essenciais, aromas etc.), elevada quantidade de resíduos que podem chegar a 50% da matéria-prima, como

exemplo o maracajá, a romã, o pequi etc. (MORETTI ,2007; MURIEL-GALET; CRAN, M; HERNÁNDEZ-MUÑOZ et al., 2015).

Uma estratégia de elevar o consumo de alimentos funcionais na alimentação diária é o aproveitamento integral dos alimentos, ou seja, a utilização de resíduos como cascas, bagaço, talos, folhas e etc., que também possuem em sua composição vitaminas, minerais, fibras e compostos antioxidantes, que auxiliam na redução do risco de doenças crônicas, contribuindo para a promoção da saúde. Além disso, a utilização desses resíduos é um meio sustentável de utilização dos mesmos uma vez que são largamente desperdiçados, principalmente pela indústria de alimentos (LIAO; UNNITHAN; JOSHI et al., 2015).

2.2 CAMU-CAMU (*Myrciaria dubia* (H. B. K.) Mcvaugh)

O camu-camu, também popularmente chamado de caçari ou araçá-d'água, é o fruto de um arbusto de pequeno porte pertencente à família Myrtaceae e se encontra disperso em quase toda Região Amazônica, principalmente nas margens de rios (Figura 1). Sua área de distribuição estende-se da região central do Pará até a Amazônia Peruana, passando pelos estados do Amazonas, Roraima e Rondônia, além do Maranhão e Tocantins. Os frutos de camu-camu são globosos, com 10 a 32 mm de diâmetro, com coloração que varia de verde a vermelha ou roxo escuro, quando no estágio final de maturação. Dada à elevada acidez e adstringência, estes dificilmente são consumidos na forma natural. Seus frutos podem ser utilizados para o preparo de refresco, sorvete, picolé, geleia, doce, licor, ou para conferir sabor a tortas e sobremesas (INPA, 2010). O resíduo do preparo de sucos, sorvete é doado para pesquisa para extração do resíduo. Quando a produção de camu-camu destina-se à comercialização em locais distantes, ou quando esta se efetiva durante um longo período, os frutos devem, de preferência, ser processados (INPA, 2010). Na medicina popular, o uso da fruta na forma de suco é recomendado como fortificante e para o tratamento de anemia. Há estudos que apontam o camu-camu como agente capaz de prevenir o câncer, em função dos frutos possuírem elevado teor de substâncias antimutagênicas (EMBRAPA, 2010).

Figura 1: Arbusto (A) e frutos do camu-camu (B) e (C).



Fonte: <<http://blog.mundoverde.com.br/2012/08/frutas-exoticas-varie-no-sabor/>>.

Esse fruto é caracterizado principalmente pelo seu alto teor de ácido ascórbico, que supera significativamente as frutas cítricas, como limão e laranja (50 a 60 vezes mais). Essa importante característica lhe rendeu notoriedade mundial e sua exploração se tornou de grande interesse para a indústria alimentícia e farmacêutica (VILLANUEVA-TIBURCIO; CONDEZO-HOYOS; ASQUIERI, 2010).

A Companhia de Entrepósitos e Armazéns Gerais de São Paulo (CEAGESP), maior entreposto de alimentos frescos na América Latina, constatou o aumento de 10.300 toneladas nas vendas de frutas exóticas em 2020. Além do mercado interno, as frutas exóticas apresentam alto potencial para exportação, mas no caso do camu-camu, essa oportunidade tem sido pouco explorada no Brasil (SEBRAE, 2022). A comercialização na região produtora é feita em pequena escala em feiras, porém grande parte é feita em forma de polpa congelada.

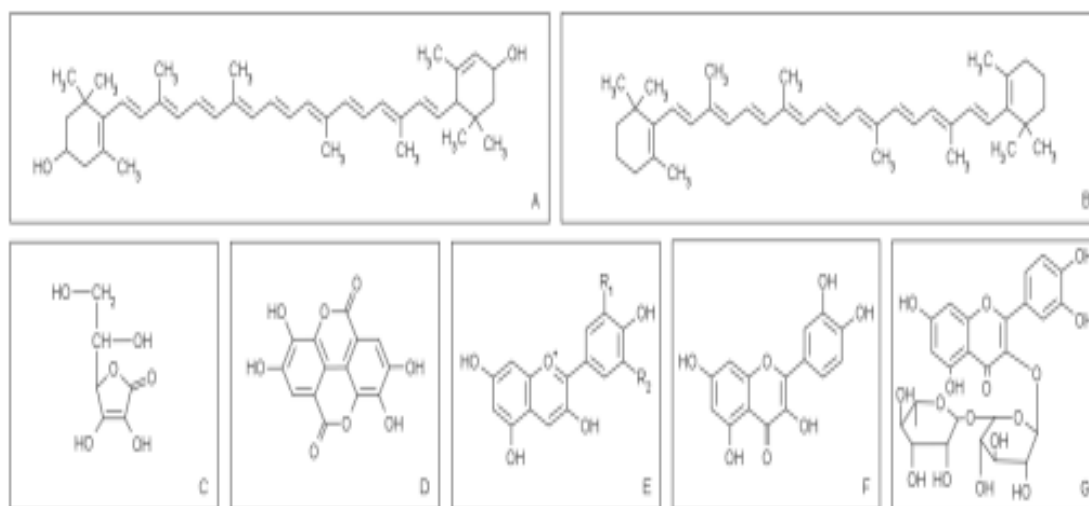
De acordo com informações da Diretoria de Geral Pesquisas e Estudos de Comércio Exterior do Mincetur, as vendas de camu camu, fruta com alto teor de vitamina C, somaram US\$ 4,7 milhões em 2020, 71% a mais que em 2019 (US\$ 2,7 milhões).

Em 2020, as exportações de camu camu, espécie nativa da Amazônia peruana, foram destinadas aos mercados dos Estados Unidos (47%), União Europeia (17%), Japão (8%), Canadá (7%) e Austrália (7%)(SEBRAE, 2022).

2.2.1 Principais compostos bioativos em camu-camu

O camu-camu (*Myrciaria dubia*), é considerado uma fonte promissora de compostos bioativos como vitamina C e carotenóides.

Figura 2: Estrutura química das principais biomoléculas presentes no camu-camu: (A) Luteína; (B) B-caroteno; (C) Ácido ascórbico (Vitamina C); (D) Ácido elágico; (E) Estrutura geral das antocianidinas; (F) Quercetina; (G) Rutina.

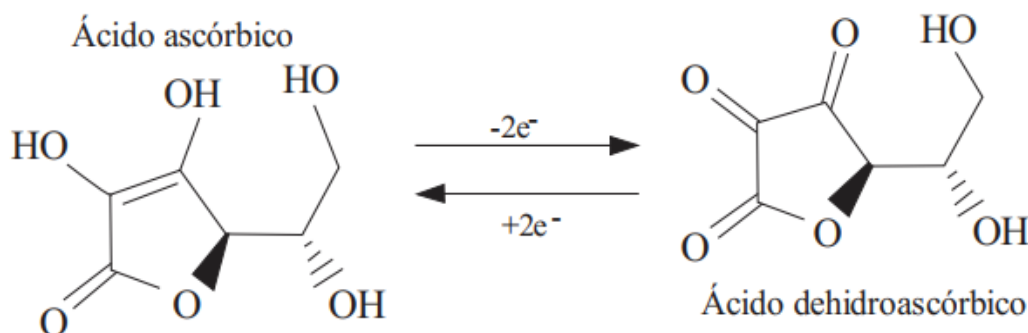


Fonte: (VALDUGA et al., 2009; BARRETO et al., 2011).

O ácido ascórbico (AA) é uma vitamina hidrossolúvel presente naturalmente em fontes vegetais e amplamente utilizado como aditivo antioxidante (PÉNICAUD, 2010). O homem não tem a capacidade de sintetizar o ácido ascórbico, sendo necessário suprir sua necessidade através da dieta. O AA pode ser oxidado a ácido dehidroascórbico (DHA) e ambos têm ação

vitamínica (Figura 3). Entretanto, a estabilidade de sua presença em alimentos é relacionada ao tipo de processo, as condições de estocagem e a composição da matriz alimentar (KUROZAWA, 2014).

Figura 3: Reação de oxidação do ácido ascórbico a ácido dehidroascórbico.



Fonte: Adaptado de ROSA et al., 2007

2.3 – GELATINA

A gelatina é um tipo de biopolímero extensivamente utilizado na indústria farmacêutica, alimentícia etc. (CHEN, 2009; STEYAERT, 2016). No setor farmacêutico é aplicada na formação de cápsulas duras e moles, pomadas, supositórios, expansor plasmático e emulsões (NUR HANANI; ROOS e KERRY, 2014). Na indústria alimentar é capaz de oferecer texturização, clarificação, gelificação e emulsificação na confeitaria, bebidas e lácteos (DJAGNY; WANG; XU, 2010), e também já foi aplicada como camada de revestimento em materiais fotográficos (HOWE, 2000).

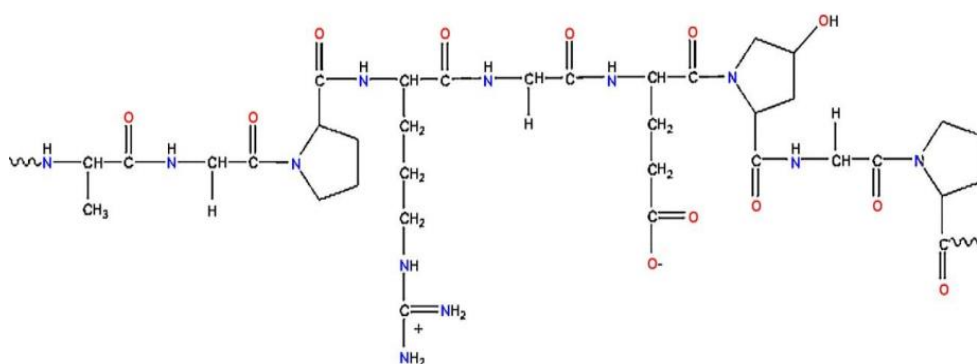
A principal fonte de obtenção da gelatina é o colágeno de ossos, peles e cartilagens de suínos e bovinos durante o abate e processamento (KANMANI; RHIM, 2014; YASIN; BABJI; NORRAKIAH, 2017). Entretanto, pesquisas mais recentes vêm explorando a caracterização e aplicação de gelatina extraída de peixes (DUAN, 2018; SOW, 2017) e aves (NAZMI; ISA; SARBON, 2017; SARBON; BADII; HOWELL, 2013).

O colágeno é a proteína mais abundante nos vertebrados, cerca de 30%, e pode ser denominado como o “aço da matéria biológica” devido sua importante função estrutural (AN; LIN; BRODSKY, 2015; SHERMAN; YANG; MEYERS,

2015). Essa proteína se dispõe em fibras interconectadas por ligações covalentes, e suas moléculas se arranjam em uma tripla hélice estabilizada por ligações hidrofóbicas e de hidrogênio. Nessa estrutura há uma sequência característica de aminoácidos que se repetem descrita como (Gli-XY)_n, sendo glicina, prolina, frequentemente na posição X e hidroxiprolina, geralmente em Y (NUR HANANI; ROOS; KERRY, 2014; PROCKOP, 2004). Além disso, o colágeno é uma das poucas proteínas que contém hidroxilisina e desprovida de triptofano (ARVANITOYANNIS, 2002).

De acordo com Ofori (1999), no processo de conversão de colágeno em gelatina, as fibras do colágeno, que são altamente organizadas e insolúveis em água, se transformam em uma rede assimétrica e solúvel em água. Essa conversão pode ser realizada através de dois tipos de pré-tratamentos, alcalino ou ácido. A gelatina tipo A é obtida através de um processo ácido que pouco afeta os grupos amida presentes, enquanto na gelatina tipo B, formada por tratamento alcalino, uma maior proporção de grupos amida se hidrolisam formando grupos carboxílicos carregados negativamente, diminuindo seu ponto isoelétrico (YOUNG, 2005). A estrutura geral de uma unidade de gelatina é ilustrada na figura 4.

Figura 4: Representação da estrutura da gelatina.



Fonte: Nur Hanani; Roos; Kerry (2014)

Em geral, a gelatina é composta por 50,5% de átomos de carbono, 25,2% de oxigênio, 17% de nitrogênio e 6,8% de hidrogênio, e a massa molecular média de gelatinas não hidrolisadas varia de 105 a 106 u (unidades) (ARVANITOYANNIS, 2002; NUR HANANI; ROOS; KERRY, 2014; SMITH,

1921). Entretanto, essa composição pode variar dependendo da fonte em que é extraída a gelatina. A espécie, tipo de colágeno e idade do animal influenciam diretamente na distribuição do peso molecular e composição de aminoácidos da gelatina obtida, principalmente em relação à glicina, prolina e hidroxiprolina (GÓMEZ-GUILLÉN, 2011).

A tabela 1 apresenta uma comparação entre a composição de aminoácidos presentes no colágeno e na gelatina de fonte bovina e suína.

Tabela 1: Composição de aminoácidos residuais de gelatina e colágeno (resíduos por 1000 resíduos).

Aminoácidos	Colágeno tipo I (bovino)	Gelatina		Gelatina (suína) Tipo A	Hidrofilico	Hidrofóbico
		Tipo A	Tipo B			
Alanina	114	112	117	86-107	-	+
Arginina	51	49	48	83-91	+	-
Asparagina	16	16	0	-	+	-
Ácido aspártico	29	29	46	62-67	+	-
Cisteína	-	-	-	-	+	-
Ácido glutâmico	48	48	72	113-117	+	-
Glutamina	25	25	0	-	-	+
Glicina	332	330	335	264-305	+	-
Histidina	4,4	4	4,2	8-10	-	+
Hidroxiprolina	104	91	93	135	+	-
Hidroxilisina	5,4	6,4	4,3	10	-	+
Isoleucina	11	10	11	14	-	+
Leucina	24	24	24,3	31-33	+	-
Lisina	28	27	28	41-52	-	+
Metionina	5,7	3,6	3,9	8-9	-	+
Fenilalanina	13	14	14	21-26	-	+
Prolina	115	132	124	162-180	+	-
Serina	35	35	33	29-41	+	-
Treonina	17	18	18	22	+	-
Triptofano	-	-	-	-	-	+
Tirosina	4,4	2,6	1,2	4-9	-	+
Valina	22	26	22	25-28	+	-

Fonte: Adaptado de Aryanitoyannis (2002); Schrieber e Gareis (2007).

As propriedades hidrodinâmicas da gelatina dependem da distribuição da sua massa molecular. A viscosidade, importante propriedade funcional, pode variar conforme o tipo de gelatina, concentração, tempo e temperatura do sistema. Gelatinas obtidas através de pré-tratamento alcalino do colágeno possuem viscosidade intrínseca de 30 a 50% maior do que aquelas processadas

em meio ácido, mas isso não influencia nos pontos de fusão dos géis (DJAGNY, 2011; SCHRIEBER; GAREIS, 2007).

Segundo (SCHRIEBER; GAREIS, 2007), as cadeias laterais da gelatina possuem grupos carregados e determinadas porções da proteína contêm aminoácidos hidrofóbicos e hidrofílicos e ambas tendem a se localizar na superfície, reduzindo a tensão superficial da solução aquosa e recobrando os componentes dispersos, quando o caso. Essa propriedade é vantajosa e utilizada para a estabilização de emulsões (O/A) e espumas, pois aumenta a viscosidade da fase aquosa mesmo sem a gelificação.

A literatura recente apresenta diversos trabalhos em relação às propriedades da gelatina para formação de filmes e revestimentos com potenciais aplicações na área de embalagens. De acordo com (FISHER; PHILLIPS, 2008; NAZMI, ISA; SARBON, 2017), sua biodegradabilidade, rentabilidade e abundância são fatores positivos que a tornaram uma proteína promissora dentro da classe dos biopolímeros.

(ADILAH; JAMILAH; HANANI, 2018) desenvolveram embalagens ativas utilizando isolado de proteína de soja e gelatina de peixe com diferentes concentrações de resíduo de semente de manga como agente antioxidante e observaram que os filmes de gelatina tiveram maior tensão de ruptura, espessura e transparência (KAVOOSI, 2014; SAHRAEE, 2017), relataram que a adição de lipídios à matriz de gelatina pode tanto aumentar quanto diminuir a permeabilidade e absorção de água pelo filme. GUERRERO, 2011 reportaram melhora nas propriedades mecânicas de filmes de isolado de proteína de soja após a adição de gelatina de peixe.

2.4 - FILMES COMESTÍVEIS

Filmes Comestíveis podem ser definidos como camadas finas de um material biodegradável, que podem ser aplicados como barreira entre o alimento e o ambiente circundante e, dependendo da matéria-prima utilizada, podem ser consumidos como parte do produto alimentar (NAZMI; ISA; SARBON, 2017; OLIVEIRA; QUEIROZ, 2008). Os filmes oferecem um potencial para prolongar a vida de prateleira e melhorar a qualidade dos alimentos através do controle da

transferência de umidade, oxigênio, dióxido de carbono, sabor e aroma entre os componentes do alimento e atmosfera que os envolve (PAIVA; MORALES; DÍAZ, 2008).

A busca por um material oriundo de fontes renováveis, com durabilidade em uso e degradabilidade após o descarte teve início com o conhecimento do crescente impacto ambiental causado por embalagens plásticas aliado ao crescimento do uso desse tipo de embalagem (PALHARINI; SARANTÓPOULOS; SIMIONATO et al., 2016; PEREDA; PONCE; MARCOVICH; RUSECKAITE et al., 2011). E segundo a ABRE – Associação Brasileira de Embalagem, tem como proposta de valor ser a referência e a conexão para prover o conhecimento e construir o ecossistema da embalagem para acelerar o desenvolvimento sustentável, registrando em 2020 no quadro de composição associativa por segmento, o segundo no lugar com 16% no fornecimento de matéria-prima e insumos para embalagens.

Para serem utilizados como embalagens, os filmes biodegradáveis devem atender a um número de requisitos funcionais específicos (barreira ao vapor de água e / ou a gás, solubilidade em água ou lipídio, características mecânicas e reológicas, não-toxicidade, etc). Estas propriedades funcionais são dependentes da composição, do procedimento de formação, do modo de aplicação, do condicionamento e da espessura do filme (NAZMI; ISA; SARBON, 2017; OLIVEIRA, 2008).

A formulação dos filmes biodegradáveis implica a utilização de pelo menos um componente capaz de formar uma matriz, tendo coesão e continuidade suficiente. De acordo com a literatura, esses filmes são comumente elaborados a partir de polissacarídeos, proteínas e lipídios (BETT; INGRAM; GRIMM et al., 2001; NAZMI; ISA; SARBON, 2017). Os lipídios, entretanto, em função de sua baixa polaridade, são mais utilizados na elaboração de revestimentos comestíveis ou juntamente com um polissacarídeo na elaboração de filmes com melhores propriedades mecânicas (ASTM E96-80, 1980; NAZMI; ISA; SARBON, 2017).

Estudos utilizando biopolímeros (amido, proteína ou a mistura destes) de diferentes fontes na formulação de filmes comestíveis têm sido amplamente realizados. O objetivo é de reduzir a necessidade de uso de polímeros derivados do petróleo além de criar novos mercados para as fontes de biopolímeros. Utilizando o amido como matéria prima, Araujo-Farro, 2010 elaboraram filmes a partir de amido de quinoa e verificaram a viabilidade desta matéria-prima na formação de filmes. (Larotonda, 2004), produziram filmes a partir do amido de mandioca, e (Mali, 2005) elaboraram filmes a partir de amido de inhame. A mistura de biopolímeros foi estudada por (Fakhouri, 2007) que elaboraram filmes com base de amido nativo e gelatina. Em relação à proteína, (Tanada-Palmu; Grosso, 2003) elaboraram filmes à base de glúten do trigo e concluíram que esta matéria-prima é uma boa fonte para elaboração de filmes proteicos. Outras fontes proteicas também foram estudadas por (Kokoszka, 2010), que elaboraram filmes a partir da proteína do soro do leite, e por (Sobral; Ocuno, 2000), que produziram filmes a partir de proteínas miofibrilares de carne bovina.

Os filmes compostos de polissacarídeos (celulose e seus derivados, amido e derivados, gomas etc) ou proteínas (gelatina, zeína, glúten etc) têm adequadas propriedades mecânicas e ópticas, mas são altamente sensíveis à umidade e apresentam alto coeficiente de permeabilidade ao vapor d'água. Em virtude disso, existe uma crescente busca por materiais de reforço, de caráter mais hidrofóbico, como fibras e nanopartículas, a fim de melhorar as propriedades mecânicas e de barreira dos filmes biopoliméricos à base de amido e/ou proteína (PIRES, 2016).

A combinação dos biopolímeros, formando filmes denominados multicompostos ou multicomponentes, (SOARES, 2009) tem como vantagem agregar os pontos positivos de cada um dos constituintes utilizados.

Os resíduos vegetais, que contém pectina, celulose, pigmentos e outros compostos funcionais podem também ser utilizados como matéria-prima para formulação de filmes biodegradáveis (COOPLANTIO, 2003; DEVLIEGHERE; VERMEULEN; DEBEVERE, 2004). Tais filmes proporcionam benefícios adicionais aos tradicionais elaborados por fornecerem sabor e cor únicos dos

vegetais, além do conteúdo de antioxidantes naturais presentes (COOPLANTIO, 2003).

Na literatura um número considerável de estudos sobre a utilização de frutas e hortaliças, principalmente na forma de purês, como matéria-prima para a elaboração de filmes biodegradáveis. Entretanto, poucos utilizam resíduos do processamento para esse fim. (PARK; ZHAO, 2006) elaboraram filmes a partir do bagaço de cranberry e demonstraram a viabilidade da utilização do resíduo aquoso desta matéria-prima na elaboração destes (LANA; SANTOS; LUENGO et al., 2005). Segundo os autores, dependendo da aplicação a que se destina o filme, a funcionalidade da película pode ser alterada através da concentração de um agente plastificante e da adição de determinado tipo de pectina. (SOTHORNVIT; PITAK, 2007) produziram filmes à base de farinha de banana que demonstraram boa capacidade de vedação, o que torna estes filmes adequados para uso como sachês ou sacos para alimentos secos, reduzindo assim a necessidade de materiais de plástico. (DU, 2011) elaboraram filmes antimicrobianos com boas propriedades físicas a partir do purê de maçã com adição de polifenóis extraídos da casca da maçã.

Os filmes e recobrimentos biodegradáveis, quando lançados no meio ambiente, uma grande maioria converte-se em compostos simples, mineralizados, que, redistribuídos através dos ciclos de carbono, nitrogênio e enxofre não agredem o biosistema (TEIXEIRA; DURIGAN; MATTIUZ et al., 2001).

Existem alguns requisitos específicos para o seu uso, tais como: boa aceitabilidade sensorial, propriedades de barreira e mecânicas adequadas, estabilidade bioquímica, físico-química e microbiológica, ser inócua, não-polvente, de processamento simples e de baixo custo (ARRUDA; JACOMINO; SARANTÓPOULOS, 2009). Esses filmes também devem ser, de preferência, transparentes, ter aderência suficiente para serem facilmente removíveis no manuseio e não introduzir alterações no gosto. Embora atributos de qualidade física e de proteção ao alimento sejam os objetivos principais de um revestimento, dá-se uma ênfase natural às características visuais (TURBIANI; KIECKBUSCH, 2011).

A elaboração de filmes comestíveis e/ou biodegradáveis requer a utilização de pelo menos um constituinte capaz de formar uma matriz contínua e de coesão adequada, sendo este uma macromolécula (DEVLIEGHER; VERMEULEN; DEBEVERE, 2004).

3. OBJETIVO

3.1 OBJETIVO GERAL

Determinar as melhores condições de produção dos filmes e classificar os melhores quanto à sua homogeneidade, continuidade e manuseabilidade.

Caracterizar os melhores filmes quanto à interação entre o resíduo de camu-camu e a matriz de gelatina e quanto às suas propriedades antioxidante, degradáveis, mecânicas e de barreira.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Este trabalho tem como objetivo a produção para caracterização de filmes de gelatina incorporados com glicerina BI-Destilada e resíduo de camu-camu, seco a 50°C por 24 horas, visando uma futura aplicação no setor de embalagens. Pretendendo caracterizar as interações que ocorrem entre o resíduo de camu-camu e a matriz de gelatina e como isso pode influenciar nas propriedades dos filmes e manter as propriedades do resíduo.

A diferença do tipo de filme se deu pela variação da concentração de glicerina (25% e 35%(m/v) em relação ao polímero), variação na concentração de resíduo de camu-camu (massa de 0,25g e 0,5g) e diferença na velocidade de rotação em dois aparelhos distintos para o preparo da incorporação do resíduo.

Com a intenção de ter-se um filme mais homogêneo, foram testados nas mesmas concentrações e condições de agitação, a produção de filmes incorporados sem a presença do resíduo insolúvel. Deixando as amostras em repouso, até que o resíduo insolúvel se decantasse, foi separado a solução não solubilizada. Em seguida, foi utilizado apenas a solução homogênea, sem o resíduo decantado, para o processo de secagem pelo método de *casting*. Entretanto, os filmes tiveram resultados positivos apenas nas análises de WVP,

sendo as outras características rugosas, quebradiças e difícil manuseio, essa hipótese foi descartada.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

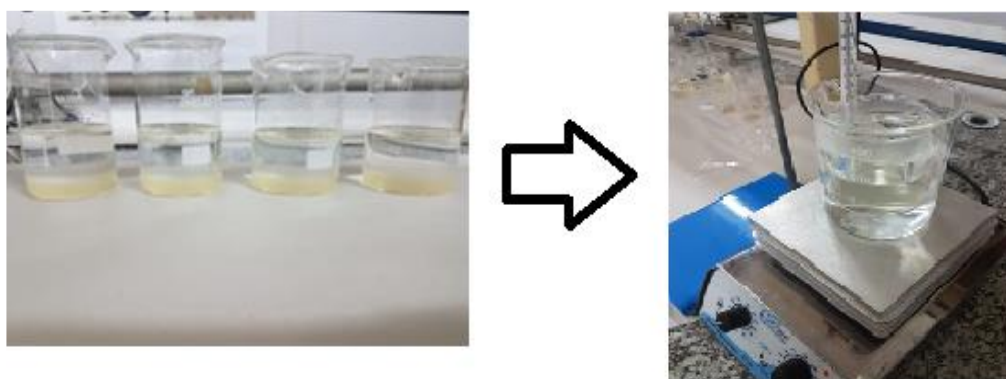
Gelatina em pó P.A. (bovina)(CAS [9000-70-8] Dinâmica (Indaiatuba – SP); Glicerol Bi-destilada U.S.P (P.M. 92,09) Synth (Diadema – SP); Resíduo seco a 50°C por 24 horas e triturado de Camu-camu – Universidade Estadual de Maringá-PR.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Preparação da solução filmogênica de gelatina

Com foco em uma caracterização de resultados positivos, e para a escolha do melhor filme, realizou-se uma análise subjetiva e uma análise de pH. Produziu-se soluções de gelatina a 2% (m/v), sendo essa considerada a matriz do filme. Pesou-se 1 g de gelatina em pó, hidratando com 49 g de água destilada, por uma hora. Após a hidratação condicionou-se a amostra em banho maria, monitorando a temperatura até 50°C para o término da dissolução da gelatina. Para finalizar, já com a gelatina toda dissolvida, agitou-se a solução, em agitador magnético (500rpm) até atingir 30°C.

Figura 5: Hidratação da gelatina.



Fonte: próprio autor.

Visando uma melhoria nas propriedades do filme, com base em outros trabalhos realizados pelo grupo de pesquisa do departamento de física e

química, da Unesp de Ilha Solteira/SP, utiliza-se 25% e 35%(m/v) de glicerina Bi-destilada, em reação a massa do polímero, sendo então, uma pesagem de 0,25 g e 0,35 g.

4.2.2 Preparação e pesagem do resíduo de camu-camu

Frutos de camu-camu (*Myrciaria dubia*) adquiridos diretamente do produtor localizado na cidade de Registro/SP, Brasil, foram transportados refrigerados em caixas térmicas a 10 °C para o campus da Universidade Estadual de Maringá na cidade de Maringá/PR, Brasil. A seleção dos frutos foi feita pela cor da casca, separados os vermelhos, higienizados com água corrente. Os frutos passaram pelo processo de descascamento e o material embalado separadamente em sacos de polietileno e armazenados a -18 °C no escuro até a secagem.

O resíduo de camu-camu fornecido pela Universidade Estadual de Maringá-PR, foi seco a 50°C por 24 horas. Foi macerado o resíduo para obtenção de grãos finos, com homogeneização máxima na matriz.

Foram utilizadas duas concentrações, para as caracterizações, a primeira, uma massa de 0,25 g, e a segunda uma massa de 0,5 g.

Figura 6: Maceração e pesagem do resíduo.



Fonte: próprio autor

4.2.3 Incorporação do resíduo na matriz

Os filmes foram produzidos utilizando a técnica de *casting*, foi incorporando a glicerina e o resíduo de camu-camu. A técnica de *casting*, é onde a solução filmogênica foi depositada em poliéster e secas em temperatura ambiente.

Executou-se dois procedimentos de agitação, para análise de melhor caracterização, a agitação pelo agitador magnético Mod.752 (Fisatom Brasil), com duração de duas horas, com velocidade de 500 rpm, como mostra na figura 9, lado esquerdo, e a agitação pelo homogeneizador Ultra-Turrax (Marconi-MA102), com duração de 30 minutos, com velocidade de 12000 rpm, lado direito.

Figura 7: Procedimentos de agitação.



Fonte: próprio autor

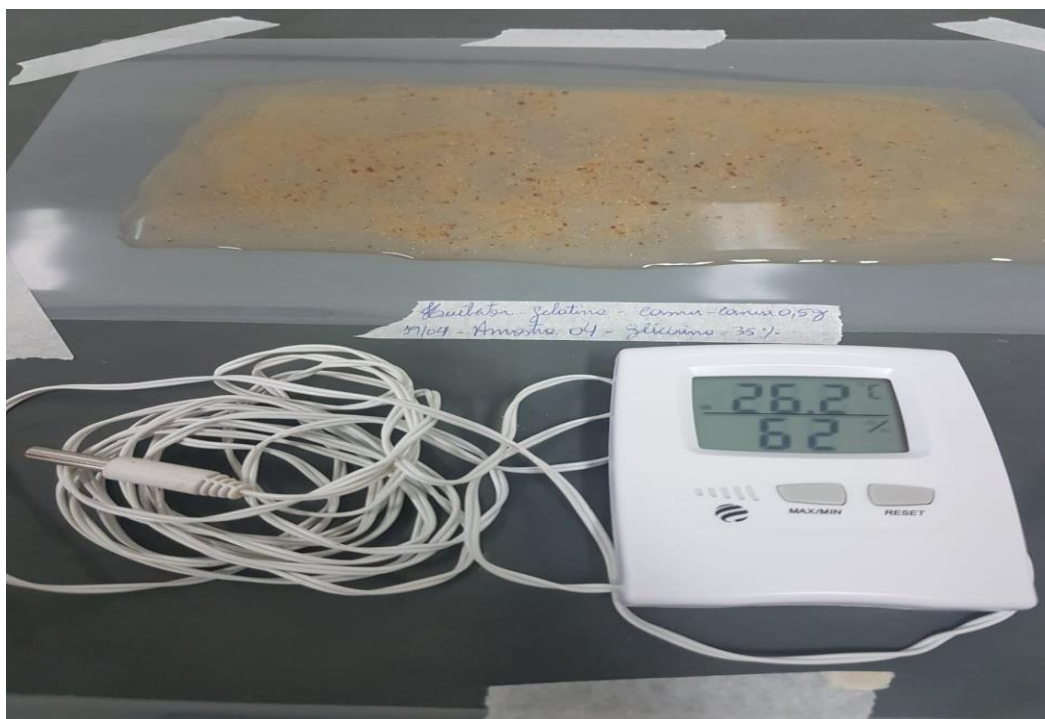
Após a agitação da solução polimérica contendo gelatina hidratada, glicerina e resíduo de camu-camu, pelo agitador magnético Mod.752 (Fisatom Brasil), as amostras foram em seguida depositadas em um suporte de poliéster e colocadas em uma superfície plana para serem secas durante 24 horas, em temperatura ambiente.

Já as amostras incorporadas pelo homogeneizador Ultra-Turrax (Marconi-MA102), foram mantidas em repouso por 24 horas para eliminação de bolhas. Após a eliminação das bolhas, as soluções poliméricas também foram

depositadas em um suporte de poliéster e adicionadas em uma superfície plana para serem secas durante 24 horas, em temperatura ambiente.

Nos dois processos realizou-se o método de *casting*, conforme mostra a Figura 8.

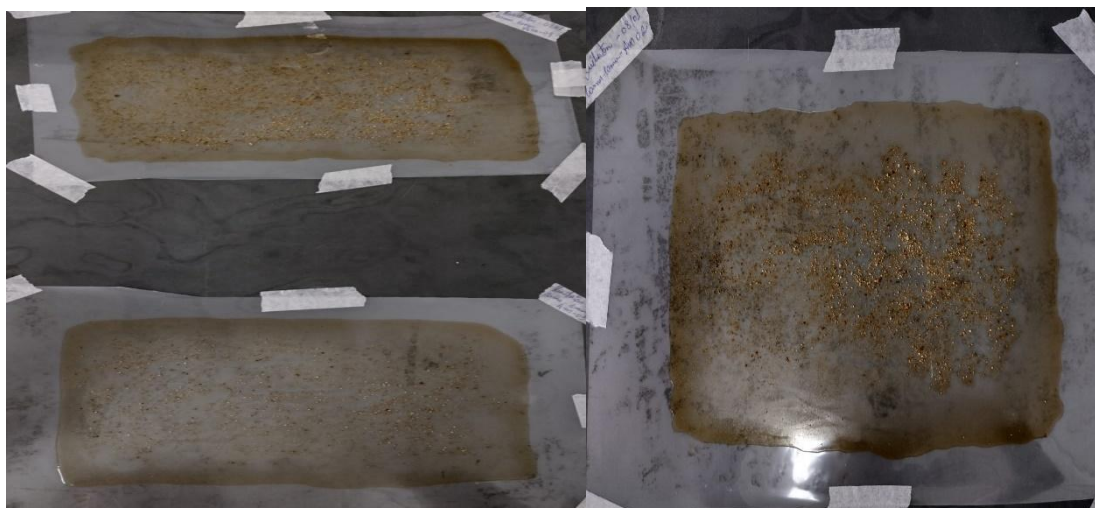
Figura 8: Solução filmogênica de camu-camu, depositada em suporte de poliéster em superfície plana, tendo a temperatura e umidade monitoradas, para serem secas durante 24 horas.



Fonte: próprio autor

Em todo o processo da técnica de *casting*, teve-se um controle na temperatura e umidade, sendo uma variação de $\pm 5^{\circ}\text{C}$ e $\pm 5\%$, respectivamente, dependendo do clima na época de execução.

Figura 9: Soluções filmogênicas de camu-camu, depositadas em suporte de poliéster em superfície plana após 24 horas.



Fonte: próprio autor.

O planejamento, mostrado na Tabela 2, é composto por (1, 2, 3 e 4): onde a amostra 1 contém incorporado na matriz, 0,25g de resíduo e 0,25g de glicerina, amostra 2 contém 0,5g de resíduo e 0,25g de glicerina, amostra 3 contém 0,25g de resíduo e 0,35g de glicerina e amostra 4 contém 0,5g de resíduo e 0,35g de glicerina. Todas as amostras foram testadas com o agitador magnético Mod.752 (Fisatom Brasil), com duração de duas horas, com velocidade de 500 rpm, também pelo homogeneizador Ultra-Turrax (Marconi-MA102), com duração de 30 minutos, com velocidade de 12000 rpm.

Tabela 2: Amostras com diferentes concentrações.

Amostra 1	Matriz de gelatina 2%(m/v)	0,25g resíduo	0,25g Glicerina
Amostra 2	Matriz de gelatina 2%(m/v)	0,5g resíduo	0,25g Glicerina
Amostra 3	Matriz de gelatina 2%(m/v)	0,25g resíduo	0,35g Glicerina
Amostra 4	Matriz de gelatina 2%(m/v)	0,5g resíduo	0,35g Glicerina

Fonte: Próprio autor.

Também será apresentado nos gráficos as amostras: pura de gelatina com 0,25g de glicerina, sendo essa nomeada - puro 25%. E pura de gelatina com 0,35g de glicerina, com referência - puro 35%.

4.2.4 Análise de pH dos filmes de gelatina a 2% incorporado com glicerina e resíduo de camu-camu

A fim de verificar qual a influência do resíduo na matriz do filme, em relação a viscosidade e acidificação, foi realizada análises de leitura de pH, em triplicatas, nas amostras ainda no estado líquido, pelo pHmetro do departamento de física e química, da Unesp de Ilha Solteira/SP.

4.2.5 Determinação da espessura

As espessuras dos filmes foram obtidas através de um micrômetro digital (No. 7326, Mitutoyo Manufacturing, Japan). Foram realizadas 5 análises em cinco diferentes áreas do filme. O micrômetro utilizado apresentava precisão de 0,001 mm (MCHUGH; AVENA-BUSTILLOS; KROCHTA, 1993).

4.2.6 Microscopia eletrônica de varredura (mev)

As análises da morfologia dos filmes foram obtidas usando um microscópio eletrônico de varredura computadorizado da marca ZEISS modelo EVO LS15, da Unesp de Ilha Solteira, com voltagem de 12 kV. Os filmes foram fixados em uma fita de carbono dupla face e metalizados por um *Sputter Coater* (metalizador) da marca Quorum, modelo Q150 T, durante um minuto e meio para que houvesse a deposição de uma fina camada de ouro sobre eles.

Para essa análise, as amostras foram colocadas em um dessecador de vidro com sílica durante 24 horas, para eliminação da umidade presente no filme. Somente após esse período é que os filmes foram cortados para a análise, em formatos quadrados, com 5cm de comprimento. Sendo essa técnica aplicada em outros trabalhos realizados pelo grupo de pesquisa do departamento de física e química, da Unesp de Ilha Solteira/SP.

4.2.7 Propriedades mecânicas

Para a determinação da resistência mecânica dos filmes produzidos neste trabalho, foi realizada a análise de tensão x deformação, utilizando o teste de tração. Os filmes foram cortados em forma de gravata como especificado no método (ASTM D882-97,1997): tendo 13 mm de largura e 100 mm de comprimento. Foram medidas as espessuras em três regiões diferentes de cada amostra. Em seguida, foram colocados em um dessecador com umidade

controlada, na temperatura de $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ durante 24 horas antes do teste. Os testes foram realizados em temperatura ambiente, em um equipamento da marca Instron, modelo 3369. A velocidade de tracionamento utilizada foi de 10 mm/min.

A deformação (ϵ) dos filmes foi determinada pela Equação 4, onde L e L_0 são os comprimentos de elongação do filme durante o experimento e o comprimento inicial do filme (JUNIOR, 2007), respectivamente.

$$\epsilon = \ln (L/L_0) \quad (4)$$

Através da medição da força necessária para se romper o filme, foi determinada a tensão (σ). A qual foi calculada pela Equação 5, onde F é o valor da força de ruptura exercida e S é a área seccional do filme (JUNIOR, 2007).

$$\sigma = F/S \quad (5)$$

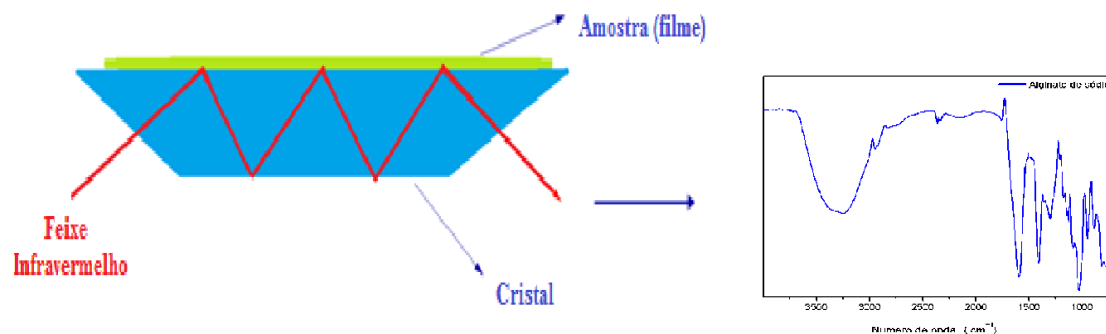
O módulo de elasticidade (E) foi calculado pela inclinação inicial da curva tensão-deformação obtida (JUNIOR, 2007).

4.2.8 Espectroscopia no Infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) adaptada com a Técnica de Refletância Total Atenuada (ATR)

Para analisar qualitativamente a incorporação do resíduo de camu-camu na matriz de gelatina, foi realizada a análise de Refletância Total Atenuada (ATR) nas amostras 3 e 4, no filme puro 35% e no resíduo puro.

A análise de ATR foi feita através de um acessório colocado no equipamento de FT-IR, o qual é composto por um feixe de luz refletido internamente pela superfície do equipamento. Quando o filme ou o resíduo é colocado na superfície refletora, a luz o penetra até a profundidade de alguns micrômetros, produzindo assim um espectro infravermelho, como mostra a Figura 10.

Figura 10: Desenho representativo da análise de ATR.



Fonte: Próprio autor

Para a produção dos espectros de ATR dos filmes foram utilizadas 128 varreduras de 4000 a 650 cm^{-1} , com resolução de 2 cm^{-1} . Já para com o resíduo foram utilizadas 96 varreduras, com resolução de 2 cm^{-1} , uma vez que o resíduo tem mais partículas sólidas na amostra utilizada, comparado com o filme. As análises foram feitas no espectrofotômetro NEXUS 670, Nicolet Instrument Corporation.

4.2.9 Quantificação da capacidade antioxidantes

As amostras 3, 4 e puro 35%, foram analisadas imediatamente após o preparo (1:3 g/v com metanol), após a extração. Os resíduos foram obtidos por homogeneização utilizando centrifugação (15 min, 4.000 rpm) e uma filtração (papel de filtro) (VITAL, 2016). A atividade antioxidante foi avaliada usando o ensaio de poder antioxidante redutor férrico (FRAP), ensaios ABTS, DPPH e compostos fenólicos totais.

4.2.9.1 Radical ABTS (2,2-azinobis (3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico))

O radical catiônico $\text{ABTS}^{\bullet+}$ é formado pela reação de 5 mL de solução aquosa de $\text{ABTS}^{\bullet+}$. O cátion radical $\text{ABTS}^{\bullet+}$ com 88 μL de persulfato de potássio (PP) (140 mol/L), deixando a reação ocorrer em temperatura ambiente, ao abrigo da luz, durante 16 horas antes do uso (RE, 1999). Antes do ensaio, a solução de $\text{ABTS}^{\bullet+}$ foi diluída em álcool etílico PA, a análise foi realizada em triplicatas.

Foram adicionadas aos tubos uma alíquota de 30 µL de resíduo de camu-camu, juntamente com 3 mL de reagente ABTS⁺⁺ já diluído.

As amostras foram incubadas durante 6 min, protegidas da luz à temperatura ambiente e a leitura foi realizada em um comprimento de onda de 734 nm em espectrofotômetro FEMTO (Cirrus 80MB). A capacidade antioxidante do resíduo de camu-camu foi determinada a partir da curva padrão de Trolox (2 mol/L) e expressos em mg Trolox/g de amostra. Foi realizada diluição do resíduo na concentração de 166 mg/mL para que os valores de ABTS ficassem dentro da curva padrão ($y = -0,0003x + 0,6889$ / $R^2 = 0,9925$).

4.2.9.2 Radical DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazil)

O ensaio para determinação da capacidade antioxidante das amostras através da captura do radical DPPH foi realizado de acordo com (THAIPONG, 2006). Previamente a solução de DPPH diluído em metanol até obter absorvância de 1,1 em 515 nm (nanômetro) no espectrofotômetro, posteriormente uma alíquota de 150 µL das amostras foram adicionadas a 2,85 mL de uma solução metanólica de DPPH, homogeneizadas e mantidas por 1 hora sob abrigo da luz. Em seguida, os valores de absorvância foram medidos no comprimento de onda de 515 nm no espectrofotômetro FEMTO (Cirrus 80 MB), o solvente metanol foi utilizado como branco.

A curva analítica foi preparada a partir de soluções etanólicas de Trolox nas concentrações com variação de 0 µmolL⁻¹ à 1000 µmolL⁻¹. A resposta foi expressa em equivalentes mg de Trolox por g de amostra. Os resultados foram calculados utilizando a curva padrão de Trolox e expressos em mg Trolox/g de amostra ($y = 0,1101x + 3,8612$ / $R^2 = 0,9979$).

4.2.9.3. Determinação do poder antioxidante redutor de ferro (FRAP)

O ensaio FRAP foi realizado segundo metodologia de (Benzie; Strain, 1996), o reagente FRAP foi preparado utilizando a combinação de tampão acetato 0,3 mol/L solução TPTZ 10 mol/L cloreto férrico 20 mol/L na proporção 10:1:1 (v: v: v). A solução tampão de acetato de sódio a 300 mol/L foi realizada adicionando 3,1 g de acetato de sódio anidro em 16 mL ácido acético glacial

completando com água destilada para um volume de 1000 mL. O preparo da solução 10 mol/L TPTZ (2, 4, 6 solução de tripiridil-s-triazina) foi realizado adicionando a massa de 0,312 g de TPTZ em 5 mL de HCl (ácido clorídrico) 40 mol/L. Seguindo o preparo da solução cloreto de ferro a 20 mol/L.

A nova solução de trabalho foi preparada misturando 25 mL de tampão acetato, 2,5 mL da solução de TPTZ e 2,5 mL de solução de cloreto de ferro a 20 mol/L. Foram adicionadas uma alíquota de 90 µL de resíduo da amostra, com 270 µL de água destilada e com 2,7 mL da solução FRAP por incubação de 30 min abrigado de luz a uma temperatura de 37°C. O reagente FRAP foi utilizado como branco, as leituras foram então realizadas em um comprimento de onda de 595 nm em espectrofotômetro FEMTO Cirrus 80MB. O padrão Trolox foi utilizado para o desenvolvimento da curva de calibração (0-700 µmol/L), os resultados foram expressos em mg de Trolox/g de amostra. Para essa análise de FRAP, os resíduos foram diluídos na concentração de 166 mg/mL ($y = 0,0016x - 0,0368$; $R^2 = 0,9901$).

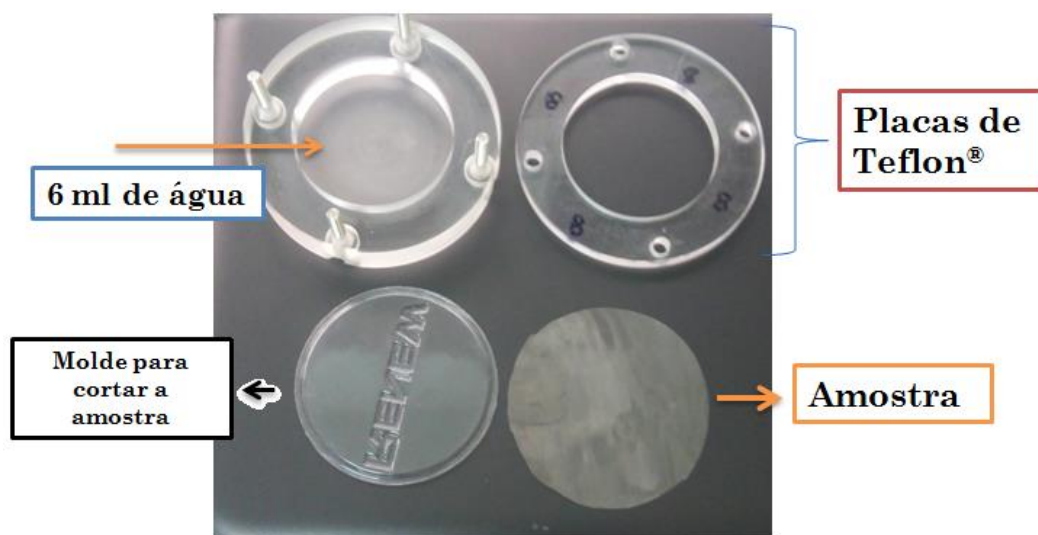
4.2.9.4 Determinação do teor de compostos fenólicos totais

O teor de compostos fenólicos totais foi determinado utilizando o método Folin-Ciocalteu (SINGLETON; ROSSI, 1965). Em tubos de ensaios em abrigo da luz, colocou-se 125 µL de resíduo e pipetou-se 125 µL de Folin 50%. Em seguida adicionou-se 2250 µL de carbonato de sódio (Na_2CO_3). Para o branco utilizou-se o mesmo processo, apenas substituindo a amostra por água destilada. As soluções foram incubadas no escuro, por 30 minutos para completa reação do reagente. A absorbância das amostras foi determinada por espectrofotômetro a um comprimento de onda de 725 nm. A análise foi realizada em triplicata. O ácido gálico foi utilizado para o desenvolvimento da curva de calibração (0-300 µmol/L), os resultados foram expressos em mg de equivalente de ácido gálico por 100 g de amostra em base seca (mg EAG g^{-1} base seca). Para essa análise de teor de compostos fenólicos, os resíduos foram diluídos na concentração de 166 mg/mL ($y = 0,0055x + 0,06$; $R^2 = 0,9957$).

4.3.0 Permeabilidade ao vapor de água (wvp)

Para as análises de WVP foi utilizado o método adaptado da norma (ASTM E96-80, 1980), como descrito na literatura por (MCHUGH; AVENABUSTILLOS; KROCHTA, 1993). Os filmes foram cortados na forma de um círculo com 5 cm de diâmetro e colocados em cima de placas de Teflon®, as quais comportavam 6 ml de água destilada. Uma segunda placa foi colocada por cima da primeira e ambas foram fixadas por parafusos, como mostra a Figura 11. As análises foram feitas em triplicata para todos os filmes.

Figura 11: Placas de Teflon® utilizadas na análise de WVP.



Fonte: Próprio autor

As placas com os filmes foram colocadas em uma estufa com a temperatura controlada de 25 ± 2 °C e 50 ± 3 % de umidade. Foi utilizada sílica para o controle da umidade interna. Foram feitas pesagens periódicas das placas (hora em hora) e suas massas foram anotadas para utilização na determinação da WVP.

Através dos valores de *WVTR* (velocidade de transmissão de vapor de água), foi determinado o valor de WVP para os filmes, utilizando as equações de 1 a 3.

$$\text{Velocidade de transmissão de vapor de água (WVTR)} = \frac{\text{perda de massa do filme}}{\text{área do filme}} \quad (1)$$

$$WVTR = \frac{mw.P.D.\ln[(P-p_2)/(P-p_1)]}{R.T.z} \quad (2)$$

$$WVP = \frac{WVTR}{(p_2-p_3)}y \quad (3)$$

Onde: mw é a massa molar da água (18 g/ mol), D é a difusividade do vapor de água pelo ar a 298 K (0,102 m²/ s), P é a pressão total (1 atm), p_1 é a pressão de vapor a 298 K, R é a constante de gases (82,1 x 10⁻⁶ m³ atm/ g mol K), z é a altura média que o gás inerte atinge, p_2 (Pressão parcial de vapor da parte inferior do filme), p_3 (Pressão parcial de vapor da parte superior do filme) e y (Espessura média dos filmes).

Figura 12: Placa com filme incorporado com camu-camu, colocada em estufa com a temperatura controlada de 25 ± 2 °C e 50 ± 3 % de umidade.



Fonte: próprio autor

4.3.1 Biodegradação em solo

Para avaliar a biodegradação em solo dos filmes desenvolvidos foi utilizado um substrato para plantas comercial da marca Carolina Soil. A sua composição possui turfa, vermiculita, resíduo orgânico agroindustrial Classe A (casca de arroz torrefada) e calcário. A caracterização do substrato, realizada pela indústria e descrita no rótulo, está apresentada na Tabela 3:

Tabela 3 – Caracterização do substrato para plantas.

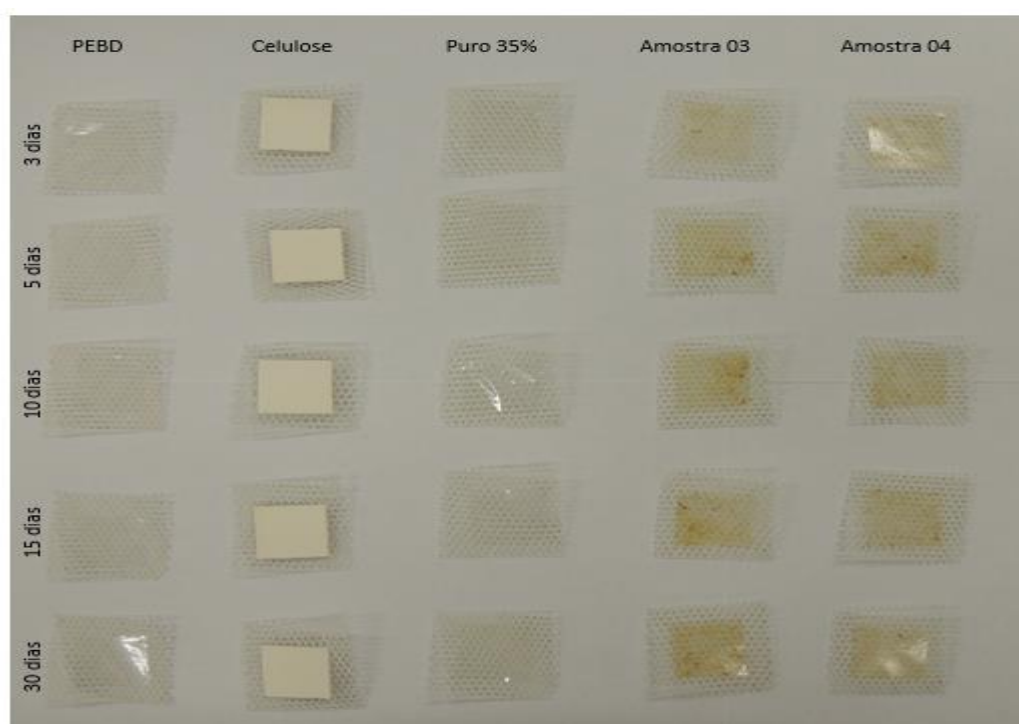
pH	5,5 +/- 1
Condutividade elétrica (mS/cm)	0,7 (até 50% para mais)
Umidade máxima (% m/m)	60 (até 10% para mais)
Densidade seca (kg/m ³)	130 +/- 20%
Capacidade de retenção de água	300 (até 10% para menos)

Fonte: Carolina Soil.

O substrato foi preparado conforme recomendação do fabricante, sendo descompactado antes da abertura da embalagem e adicionado 5 litros de água pura para cada 8kg de substrato.

De acordo com a metodologia aplicada por Pavoni, Luchese e Tessaro (2019), as amostras de filme com 25mm² foram dispostas em uma malha plástica, em triplicata, sendo enterradas no substrato a uma profundidade de aproximadamente 20mm em um recipiente de polipropileno (PP) com 14cm de diâmetro interno. O ensaio de biodegradação ocorreu em temperatura ambiente e água deionizada foi pulverizada diariamente para manter a umidade. Filmes comerciais de polietileno de baixa densidade (PEBD) e celulose foram testados como controle.

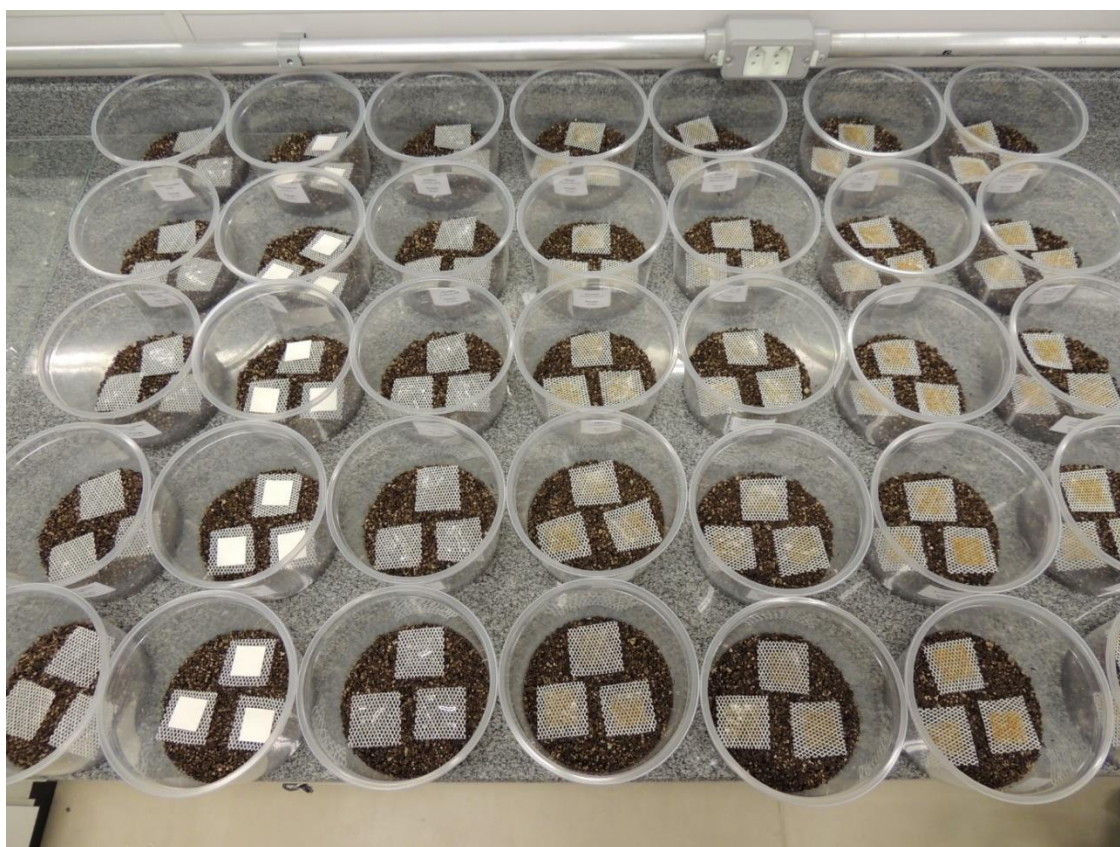
Figura 13: Preparado das amostras para o teste de degradação.



Fonte: Universidade Feevale - PPG em Qualidade Ambiental

Os filmes foram mantidos refrigerados até serem enterrados no substrato. Além disso, os materiais estavam sobre uma lâmina plástica e, ao serem retirados deste suporte, a característica apresentada pela superfície superior foi opaca e pela superfície inferior brilhosa. Portanto, foi nesse mesmo sentido que os filmes foram dispostos na malha plástica, com a superfície superior em contato com o substrato para plantas e a superfície inferior em contato com a malha plástica.

Figura 14: Disposição das amostras nos recipientes com o substrato para plantas.



Fonte: Universidade Feevale - PPG em Qualidade Ambiental

Conforme relatado por Abe et al. (2022), as medições de biodegradação por perda de massa dos bioplásticos são extremamente difíceis de serem realizadas. Portanto, as amostras foram cuidadosamente retiradas do substrato após 3, 5, 10, 15 e 30 dias para avaliação do processo de desintegração realizado por inspeção visual.

4.3.2 Análise Morfológica

Para a análise visual foi realizado fotomicrografias em um Stereo Microscópio Óptico da marca Zeiss, modelo Stemi 508, além de fotografias com uma câmera Nikon, modelo Coolpix P510. A análise morfológica foi realizada em um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), no equipamento JEOL, modelo JSM-6510LV. A preparação das amostras incluiu a secagem à 60°C em uma estufa sem circulação de ar durante 1 hora. Posteriormente, as amostras foram coladas em um suporte de cobre com fita carbono e foi realizada a metalização à vácuo com ouro, durante 3 minutos, em uma metalizadora da marca Denton Vacuum, modelo Desk V. Todas as amostras foram mantidas em dessecador até serem realizadas as análises (Abe, 2022).

4.3.3 Avaliação de Toxicidade

Por meio da adaptação da metodologia desenvolvida por Harada et al. (2019), foi realizada a avaliação de toxicidade do substrato para o crescimento de plantas após a degradação dos filmes no período de 30 dias. Dessa forma, 7 sementes de feijão comum preto *Phaseolus vulgaris* (L.) foram plantadas por recipiente, sendo utilizado como controle o substrato para plantas que não foi exposto às amostras durante o experimento de biodegradação. As sementes foram regadas com água deionizada diariamente durante 10 dias. Em seguida, foram limpas e avaliadas pelos parâmetros de germinação (%), crescimento (cm) e biomassa total (g).

4.3.4 Germinação de sementes com a presença do filme degradado

Por meio da adaptação da metodologia desenvolvida por Harada et al. (2019), foi realizada a avaliação de toxicidade do substrato para o crescimento de plantas após a degradação dos filmes no período de 30 dias. Dessa forma, 7 sementes de feijão comum preto *Phaseolus vulgaris* (L.) foram plantadas por recipiente, sendo utilizado como controle o substrato para plantas que não foi exposto às amostras durante o experimento de biodegradação. As sementes foram regadas com água deionizada diariamente durante 10 dias. Em seguida, foram limpas e avaliadas pelos parâmetros de germinação (%), crescimento (cm) e biomassa total (g).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 FILMES DE GELATINA A 2% INCORPORADO COM GLICERINA E RESÍDUO DE CAMU-CAMU.

Foi realizado um planejamento para a produção dos filmes que, depois de prontos passaram por uma avaliação subjetiva para classificá-los segundo sua continuidade (ausência de fratura ou ruptura após secagem), homogeneidade (ausência de partículas visíveis a olho nu, opacidade) e manuseabilidade (manusear o filme sem riscos de ruptura) (MONTERREY; SOBRAL, 1999).

Todas as amostras foram homogeneizadas com o agitador magnético Mod.752 (Fisatom Brasil), com duração de duas horas, com velocidade de 500 rpm. E na escolha do melhor agitador para o processo, em mesmas concentrações, utilizou-se o outro homogeneizador Ultra-Turrax (Marconi-MA102), com duração de 30 minutos, com velocidade de 12000 rpm.

Com resultado da análise subjetiva observou-se que a agitação não influenciou visivelmente nas condições dos filmes. Optando assim por seguir o preparo dos filmes, homogeneizando com o agitador magnético Mod.752 (Fisatom Brasil), com duração de uma hora, com velocidade de 500 rpm. Visando que esse, tem um ganho no processo de produção, pois quando utilizado o homogeneizador Ultra-Turrax (Marconi-MA102), há uma grande formação de bolhas na amostra, fazendo com que a solução permaneça em repouso por mais de cinco horas, para a eliminação.

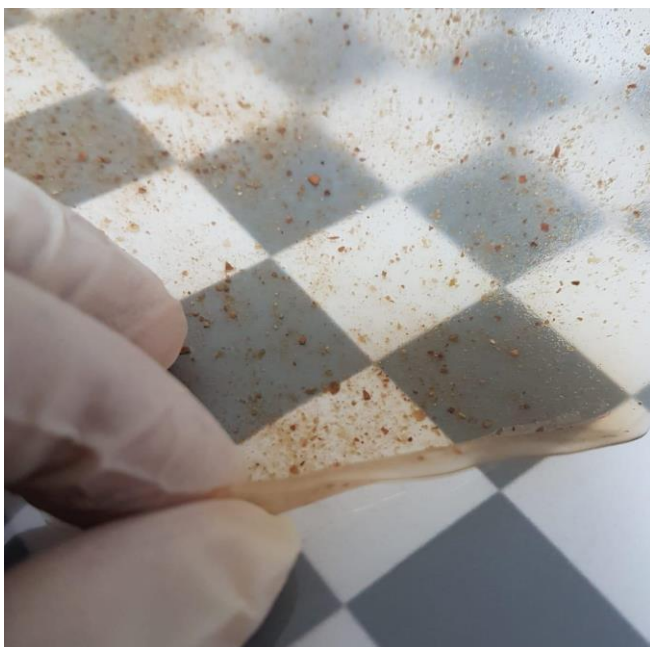
Figura 15: Fotografia do filme incorporado ausente de resíduo não solubilizado, com características rugosa, quebradiça e difícil manuseio.



Fonte: Próprio autor

Na análise subjetiva os filmes de melhor continuidade, homogeneidade e manuseabilidade, foram os produzidos com a matriz de gelatina 2%(m/v), classificados como amostras 3 e 4, e em segundo lugar os filmes titulados como amostras 1 e 2. Com base nessa análise, os filmes nomeados como amostras 1 e 2, foram eliminados do processo de preparo, pois apresentavam péssima manuseabilidade, rugosos e quebradiços.

Figura 16: Fotografia do filme nomeado amostra 4 (gelatina, 0,35g de glicerina e 0,5g de resíduo).



Fonte: Próprio autor.

Em todas as amostras preparadas para as análises, foi utilizado o resíduo insolúvel na incorporação, tendo o melhor resultado este apresentado na figura 16.

5.2 ANÁLISE DE pH DOS FILMES DE GELATINA A 2% INCORPORADO COM GLICERINA E RESÍDUO DE CAMU-CAMU.

A análise de pH também foi realizada a fim de verificar qual a influência do resíduo na matriz do filme, em relação a viscosidade e acidificação.

Os dados obtidos estão apresentados na tabela 4.

Tabela 4: Amostras com diferentes concentrações e respectivos pH.

PURO 25%	Matriz de gelatina 2%	---	0,25g Glicerina	pH 5,24
PURO 35%	Matriz de gelatina 2%	---	0,35g Glicerina	pH 5,26
Amostra 1	Matriz de gelatina 2%	0,25g resíduo	0,25g Glicerina	pH 4,50
Amostra 2	Matriz de gelatina 2%	0,5g resíduo	0,25g Glicerina	pH 4,14
Amostra 3	Matriz de gelatina 2%	0,25g resíduo	0,35g Glicerina	pH 4,50
Amostra 4	Matriz de gelatina 2%	0,5g resíduo	0,35g Glicerina	pH 4,13

Fonte: próprio autor.

Analisando os resultados da tabela, pode-se afirmar que a presença do resíduo camu-camu acidifica a solução filmogênica em pequena quantidade, sendo esse um resultado esperado, uma vez que os frutos adstringentes possuem essa característica, o que contribui para a formação dos filmes, pois a solução fica mais viscosa. Já é relatado na literatura que a viscosidade influencia na formação de filmes (ARRUDA; JACOMINO; SARANTÓPOULOS, 2009).

5.3 ESPESSURA DOS FILMES

A média das espessuras dos filmes com precisão de 0,001mm, realizada em 5 análises em cinco diferentes áreas do filme foi entre 0,020 e 0,080 mm. Sendo esse resultado compatível com outros resultados publicados (TURBIANI; KIECKBUSCH, 2011).

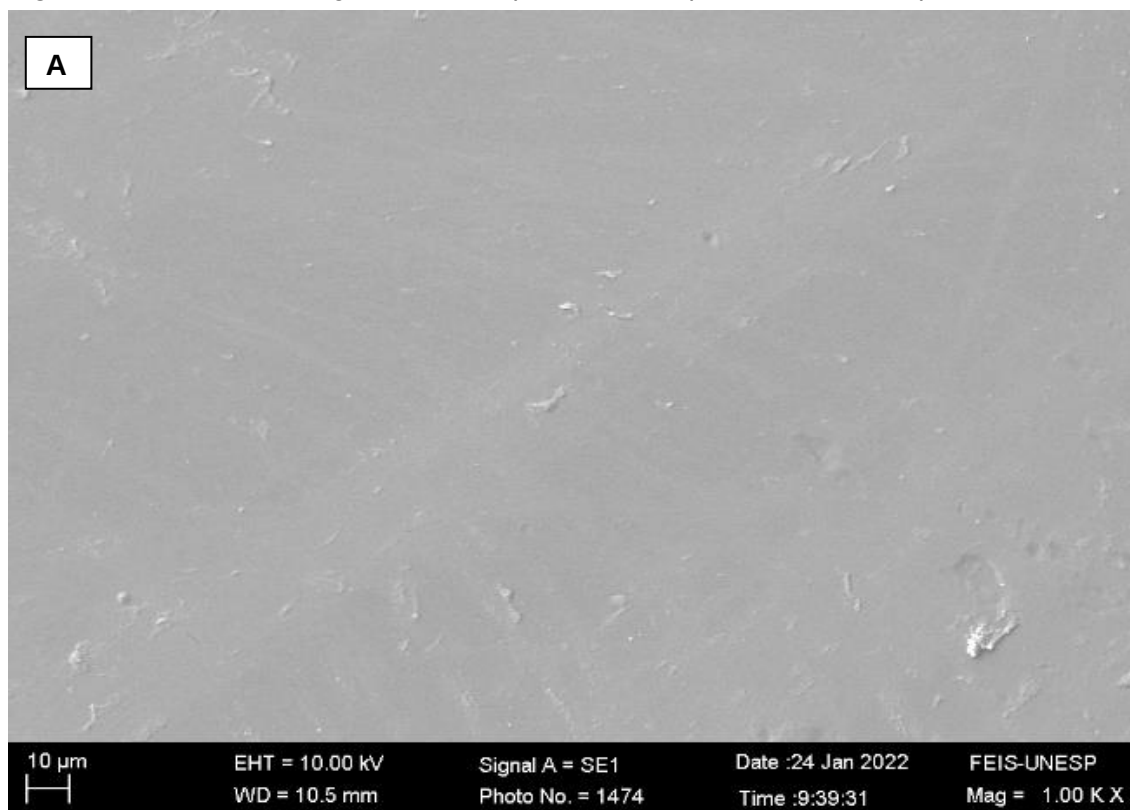
É válido ressaltar que por serem filmes incorporados com resíduo, não são totalmente dissolvidos, sendo assim, em algumas regiões a espessura destoa, comparado com regiões onde não teve a presença de resíduos insolúveis. Concluindo que a superfície apresenta uma heterogeneidade em relação a espessura.

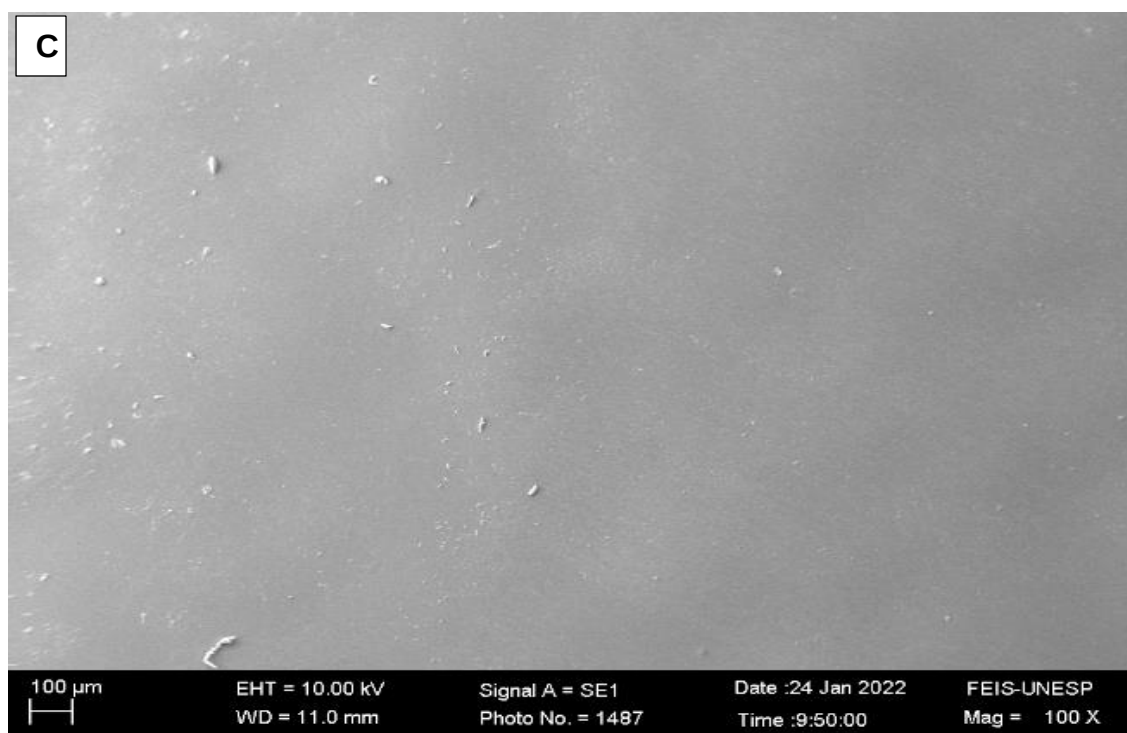
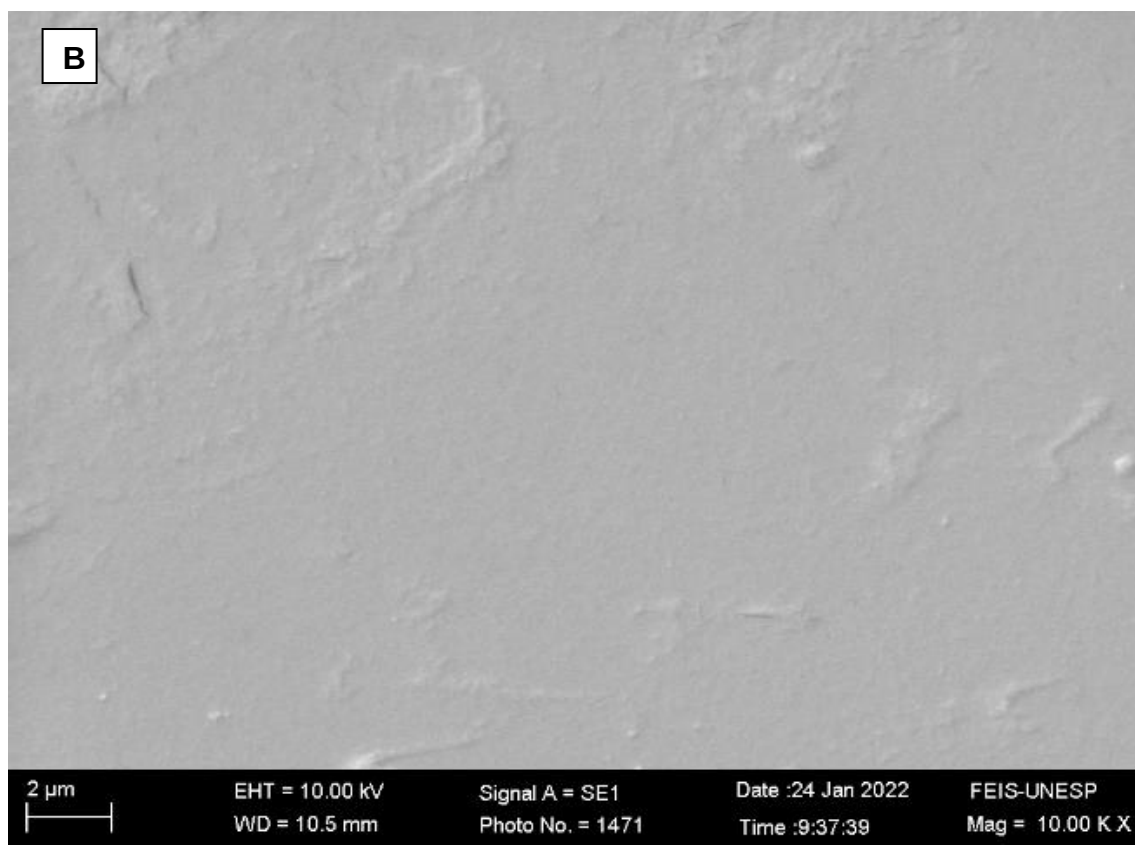
5.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A morfologia superficial dos filmes, bem como as fraturas criogênicas da secção transversal dos filmes de matriz pura 35% é apresentada na figura 17 e filmes amostras 3 e 4, são apresentadas nas figuras 18 e 19, respectivamente. As imagens da figura 17, apresentam uma superfície lisa e homogênea, sem separação de fases ou formação de aglomerados. Já as imagens das figuras 18 e 19, que mostram as superfícies das matrizes poliméricas e das fraturas

criogênicas, apresentam superfícies com alguns aglomerados, mostrando elevada similaridade em todas as amostras, tendo como considerações, as partes do resíduo não solubilizado.

Figura 17: A, B e C - Micrografias obtidas por MEV da superfície dos filmes, puro 35%.

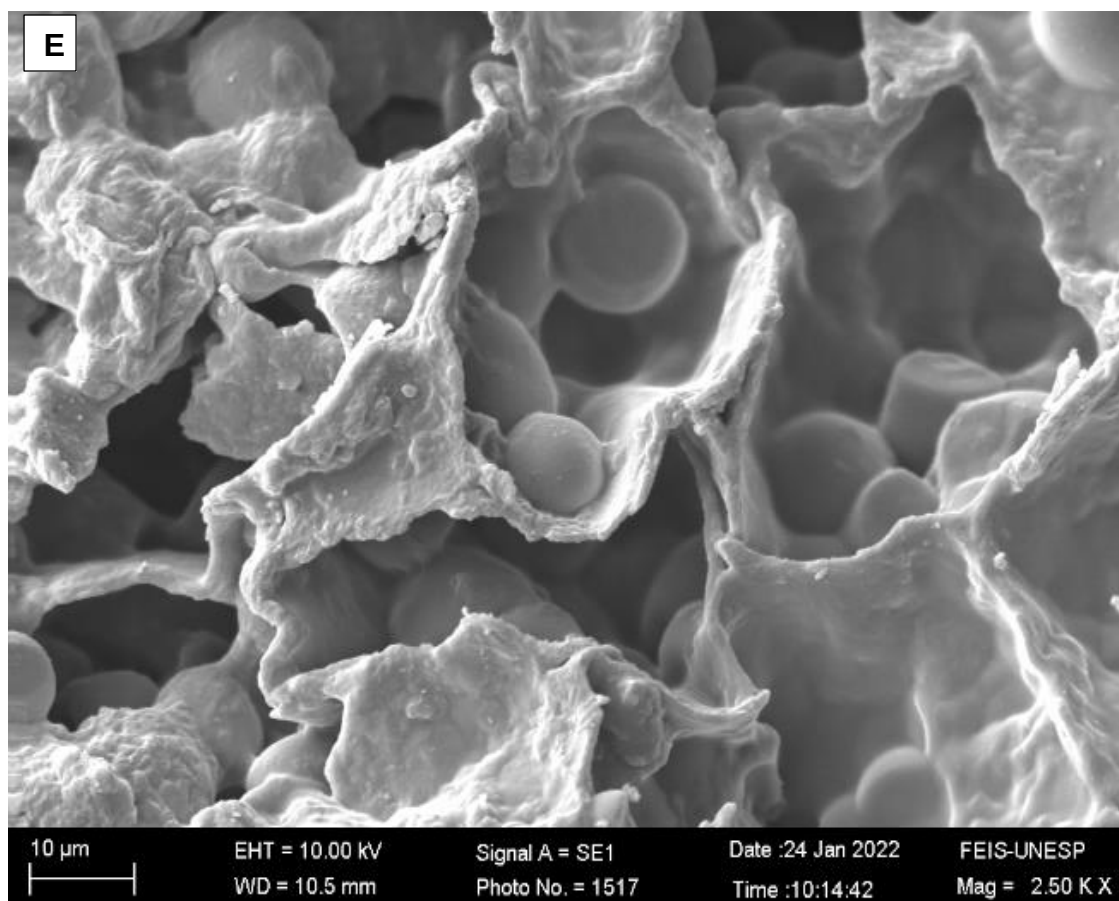


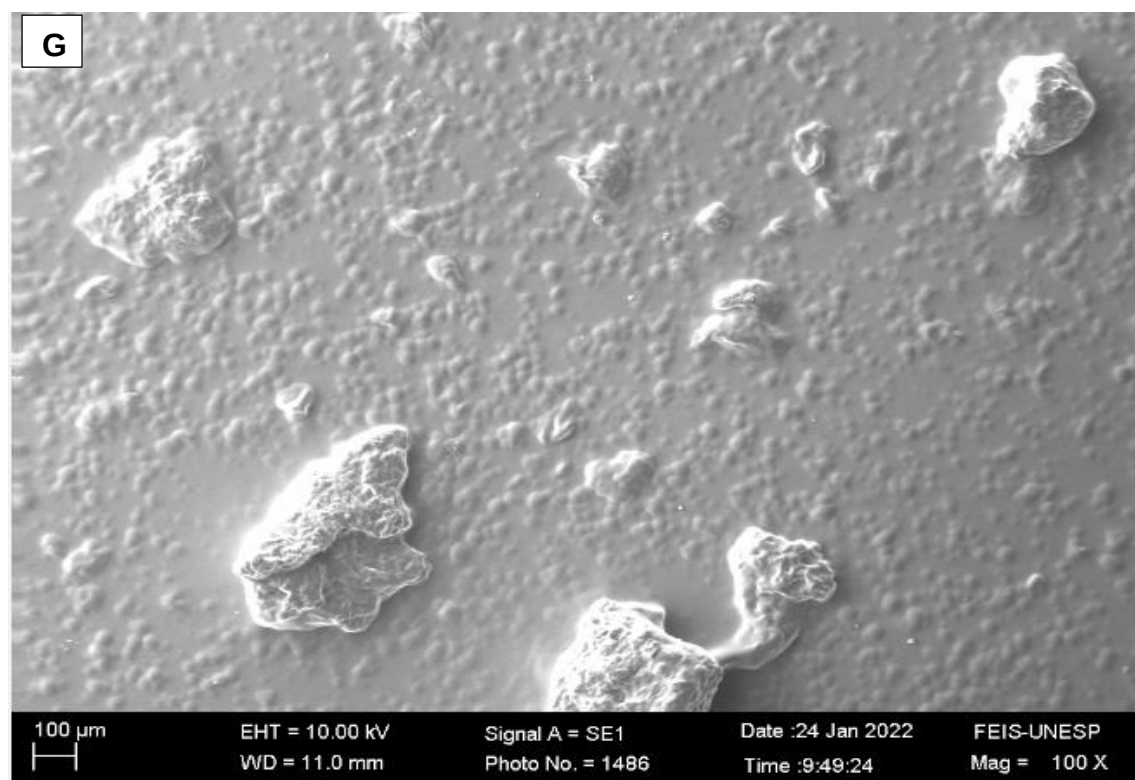
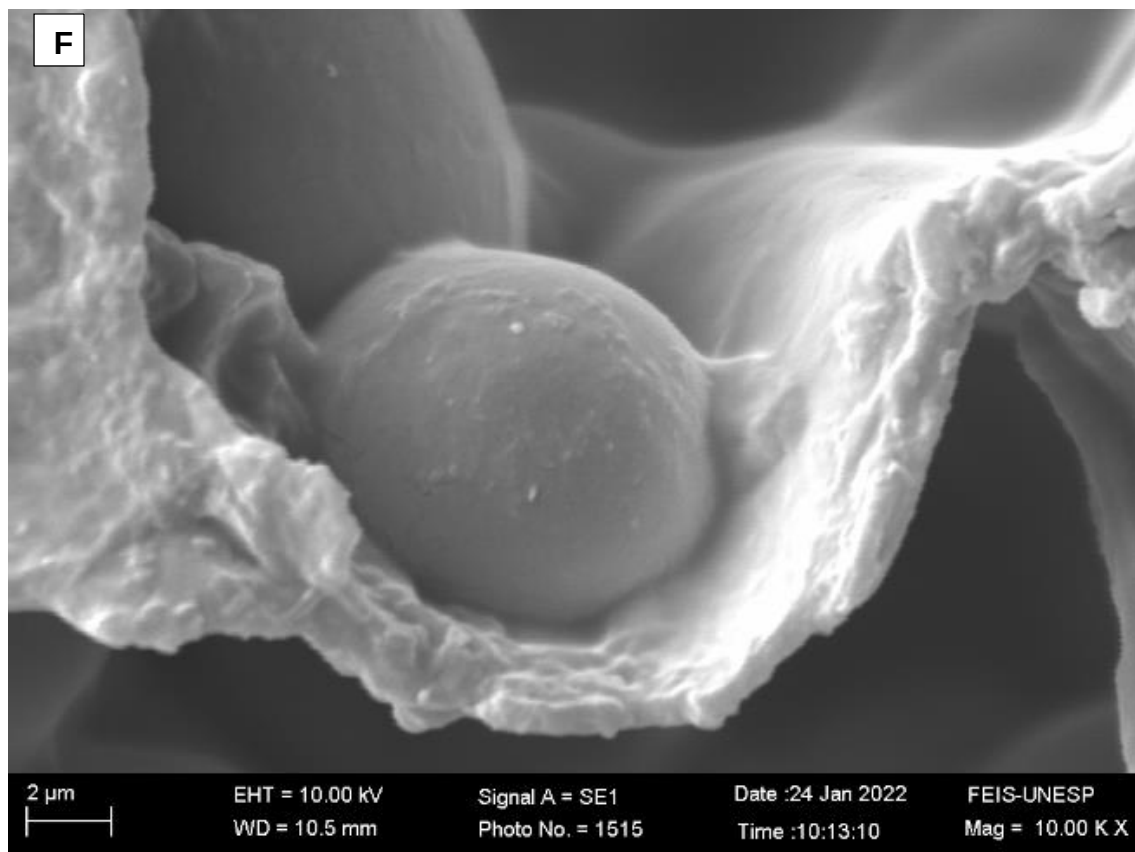


Fonte: Próprio autor.

Essa mudança na textura da superfície e interior do filme quando adicionada o resíduo de camu-camu está relacionada possivelmente à formação de aglomerados causados pela interação entre os componentes do filme de gelatina e o resíduo.

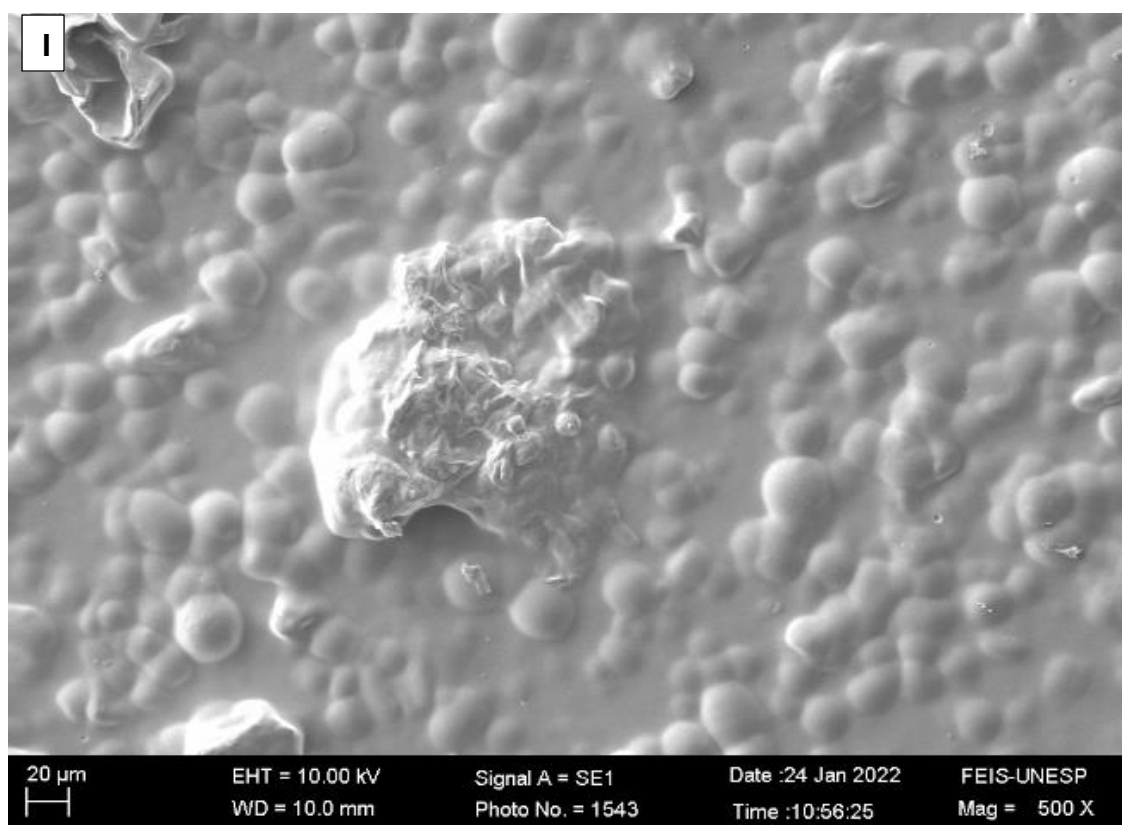
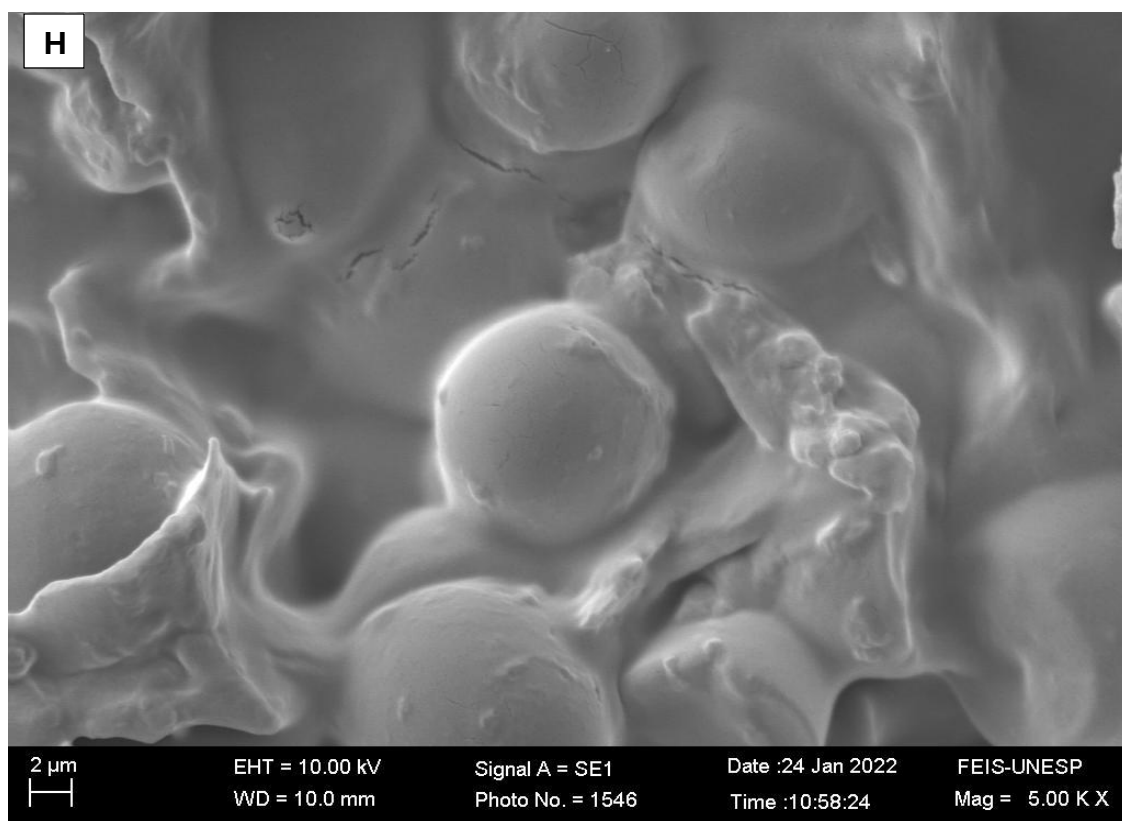
Figura 18: E, F - Micrografias obtidas por MEV da fraturas criogênicas dos filmes e G micrografias obtidas por MEV da superfície da amostra 3.

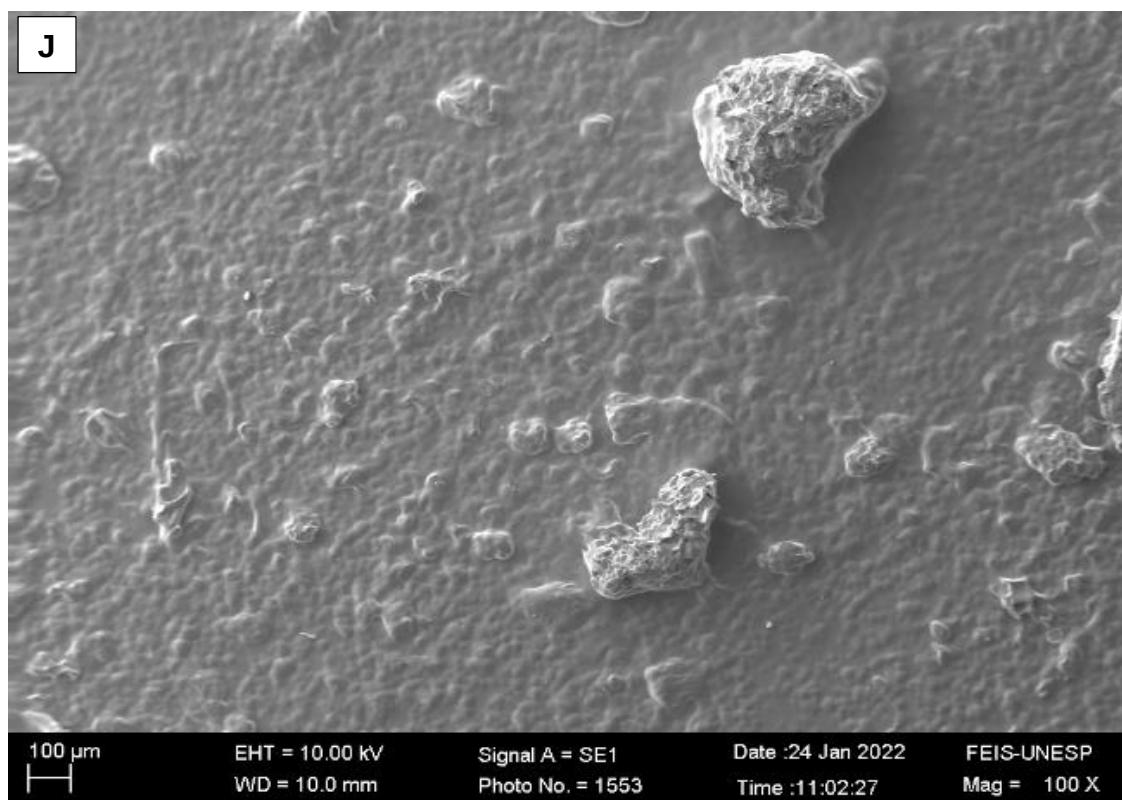




Fonte: Próprio autor.

Figura 19: H - Micrografias obtidas por MEV da fraturas criogênicas e, I e J - micrografias obtidas por MEV da superfície dos filmes da amostra 4.





Fonte: Próprio autor.

A figura 17 apresenta uma limitada morfologia superficial quanto as de fraturas criogênicas dos filmes, puro 35%. Nas imagens é possível observar uma superfície lisa e homogênea, quando comparada com a imagem da figura 18, que apresenta as micrografias obtidas por MEV da superfície e fraturas criogênicas dos filmes da amostra 3. Foi observado uma superfície com rugosidade superficial e formação de aglomerados, assim como analisado nas imagens da figura 19 onde apresenta as micrografias obtidas por MEV da superfície e fraturas criogênicas dos filmes da amostra 4.

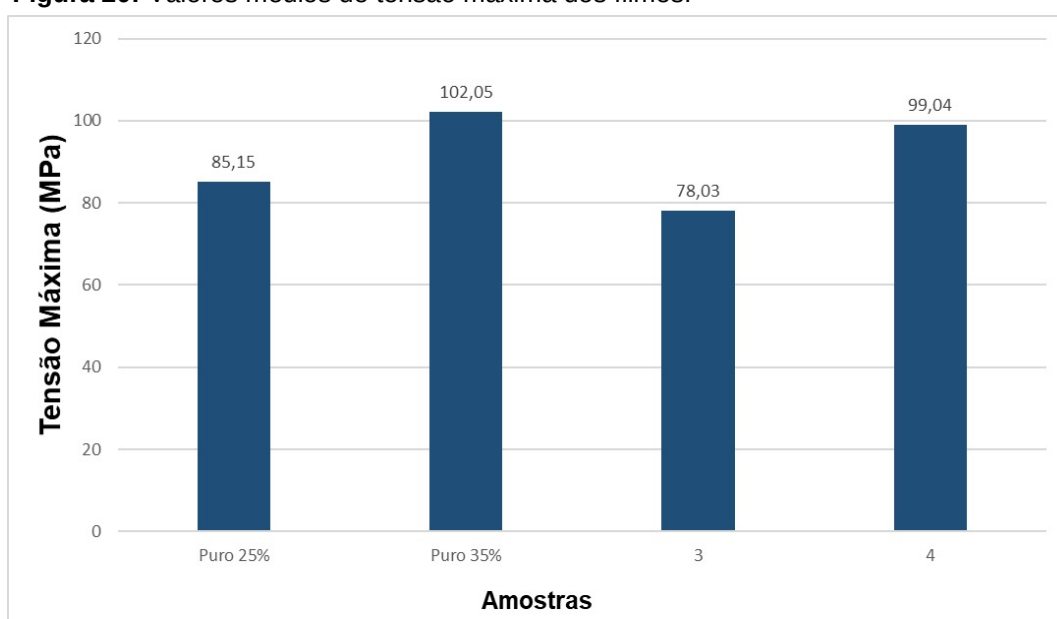
É possível identificar que houve alteração quanto à rugosidade superficial e formação de aglomerados com a imersão do resíduo de camu-camu, devido a aproximação das cadeias polares que ocorre da matriz polimérica. No entanto, como pode ser observado nas imagens das figuras 18 e 19, a imersão do resíduo de camu-camu provocou mudanças na microestrutura dos filmes. Claramente é possível verificar a presença de poros nos filmes, indicando, de acordo com (MELQUIADES, 2014), que estudou a adição de farinha de hortaliças em filmes comestíveis. Isso ocorre devido à incorporação de um componente de natureza

hidrofóbica, e com elevada quantidade de fibra, em uma fase hidrofílica. Possivelmente, a adição do resíduo de camu-camu causou certa perturbação entre as interações da rede polimérica, dificultando o alinhamento ordenado das cadeias e, conseqüentemente, causando uma heterogeneidade no sistema, conforme apresentado nas micrografias de secção transversal.

5.5 ANÁLISE DE PROPRIEDADE MECÂNICA

A tensão máxima dos filmes é representada na figura 20 assim como os valores de % de elongação e módulo de elasticidade estão presentes na tabela 5.

Figura 20: Valores médios de tensão máxima dos filmes.



Fonte: Próprio autor.

A tensão máxima de ruptura (TM) e a elongação na ruptura (E) são parâmetros utilizados para associar certas propriedades mecânicas às estruturas químicas dos materiais. A tensão máxima indica a resistência às forças de tensão e a elongação está relacionada à capacidade de deformação do filme até a sua ruptura (OTONI, 2014; ROJAS-GRAÜ, 2007).

Tabela 5: Influência da incorporação de resíduo de camu-camu na elongação e módulo de elasticidade dos filmes.

Filmes	Espessura (mm)	E (%)	Módulo de elasticidade (MPa)
Puro 25%	0,028 ± 0,001	4 ± 1	(3,7 ± 0,5) x 10 ³

Puro 35%	$0,032 \pm 0,005$	$2,8 \pm 0,3$	$(4,8 \pm 0,2) \times 10^3$
Amostra 3	$0,026 \pm 0,001$	$3,6 \pm 0,7$	$(3,7 \pm 0,3) \times 10^3$
Amostra 4	$0,031 \pm 0,002$	$3,2 \pm 0,4$	$(4,2 \pm 0,2) \times 10^3$

Fonte: próprio autor.

A adição do resíduo de camu-camu nos filmes de gelatina aumentou a tensão máxima de ruptura e o módulo de elasticidade e diminuiu a elongação, ou seja, uma quantidade maior de energia foi requerida para a ruptura do filme quando este sofreu um estresse mecânico.

Sabe-se que as plantas e frutas possuem diversos compostos polifenólicos, e seus grupos hidroxilos podem ser capazes de interagir com os receptores de hidrogênio da molécula de gelatina através de ligações de hidrogênio e interação hidrofóbica, o que fortalece as ligações intermoleculares e, assim, diminui a mobilidade das cadeias, aumentando a resistência dos filmes (GÓMEZ-GUILLÉN, 2009; HOQUE, 2011).

A incorporação de resíduo de camu-camu no filme de gelatina causou uma discreta diminuição da resistência à tração e aumento da elongação. Esse comportamento pode ser atribuído à menor interação entre as cadeias de gelatina causadas pelo resíduo insolúvel de camu-camu, resultando em uma descontinuidade e redução da coesão. Quando o resíduo de camu-camu foi inserido nos filmes de gelatina a 2% com 35% glicerina, houve aumento na tensão máxima de ruptura, no entanto, considerando o desvio padrão, os valores de elongação e módulo de elasticidade se mantiveram praticamente os mesmos.

5.6 ANÁLISE DE ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FT-IR)

O método de espectroscopia FTIR é utilizado para investigar os componentes químicos e interações intermoleculares através da transmissão de ondas infravermelhas em todo o material, medindo o número de onda de transmissão em uma resolução de $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ (SIRIPATRAWAN; HARTE, 2010). A tabela 6 mostra os principais picos observados nos espectros dos materiais analisados.

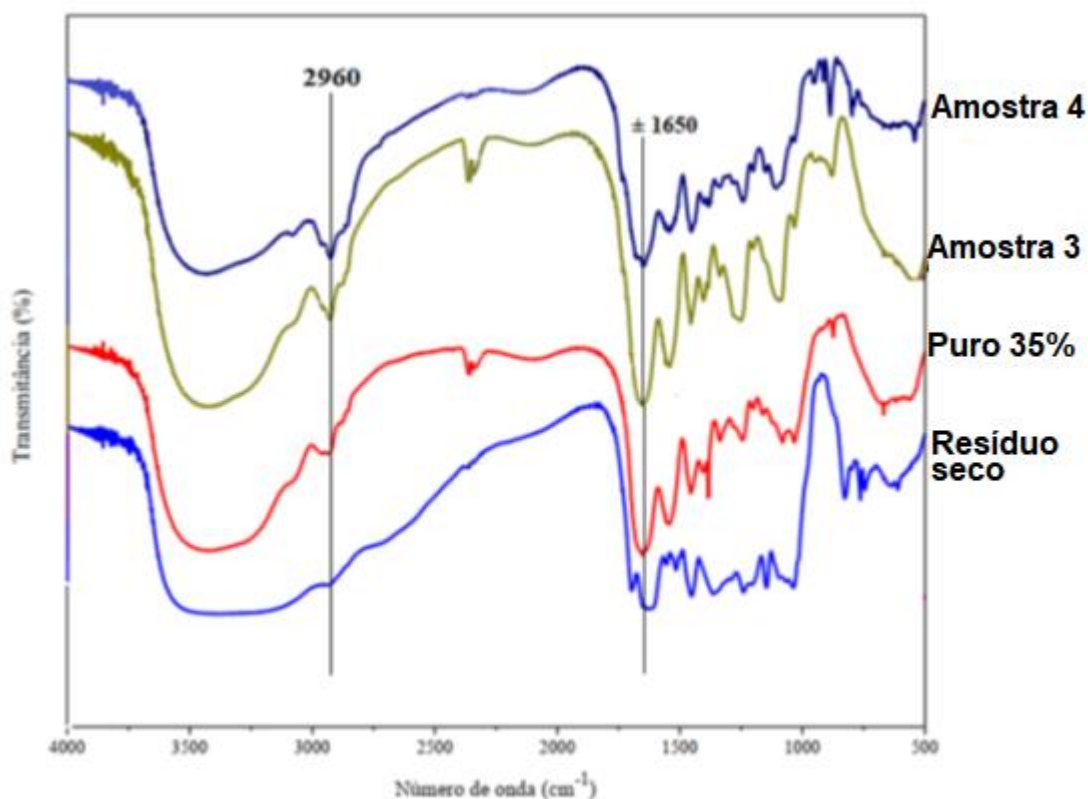
Tabela 6: Principais picos observados nos espectros das amostras.

Componentes	Número de onda (cm ⁻¹)
OH N-H	3250-3650
C-H	2960/1455/2616
C-O-C	1039
C=C	1636
O-H	1361
Citrais	1681
Epicatequina	825
Catequina	760

Fonte: SIRIPATRAWAN; HARTE, 2010.

As amostras apresentadas no gráfico da figura 21, refere à análise do resíduo de camu-camu, seco a 50°C por 24 horas e macerado, as amostras, puro 35%, amostra 3 e amostra 4, conforme concentração apresentada no cronograma. Com base na análise nos espectros da figura 21, existe uma banda entre 3250-3650 cm⁻¹ que pode estar relacionada ao estiramento de O-H. Nesta banda, também podem ser observadas vibrações de estiramento de ligação de N-H que indicam a presença de ligação de hidrogênio intramolecular entre as cadeias de gelatina (DUHORANIMANA, 2017). Um pico próximo a 2960 cm⁻¹ foi observado em todos os espectros, sendo atribuído às vibrações de estiramento e flexão C-H da gelatina (GÓMEZ-GUILLÉN, 2007).

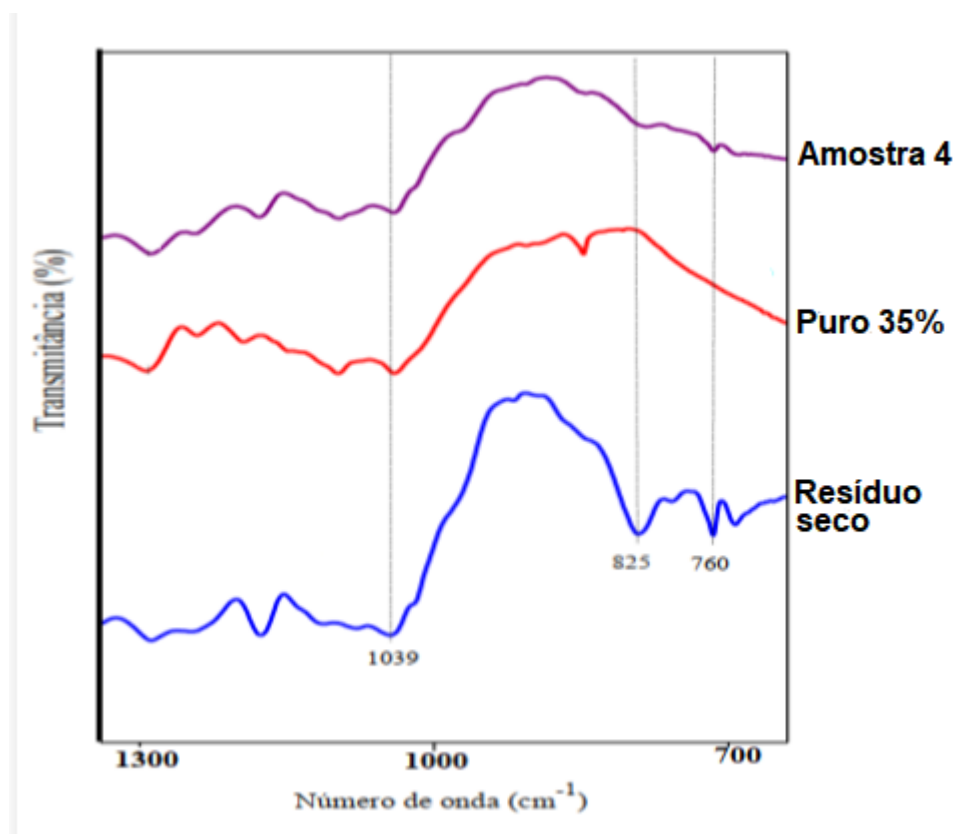
Figura 21: Espectros de FTIR do resíduo seco e das amostras dos filmes.



Fonte: Próprio autor.

Na figura 22 aponta-se que alguns resultados do espectro do resíduo de camu-camu, seco a 50°C por 24 horas e macerado acabam se sobrepondo com os da amostra 4. (ARRONDO, 1993). O pico em 1514 cm^{-1} no resíduo de camu-camu indica a presença de grupos aromáticos ($-\text{C}=\text{C}$) com menor intensidade (JAYARAMUDU, 2017). E o pico em 1650 cm^{-1} correspondente a carbonilas presentes no resíduo camu-camu, definindo os filmes com maior quantidade, comprovando a incorporação do resíduo e a presença de carbonila livre no filme (JAYARAMUDU, 2017).

Figura 22: Espectro do resíduo de camu-camu e filmes. Amostra representativa.



Fonte: próprio autor.

No espectro do resíduo de camu-camu seco e macerado, podem-se encontrar alguns picos característicos, como em 760 cm⁻¹ e 825 cm⁻¹ relacionados à deformação de OH da catequina e da epicatequina, respectivamente. Resultados semelhantes foram relatados por (MATSUURA, 2017). Aponta-se em 1039 cm⁻¹ um pico que indica a vibração de alongamento de C-O-C, também relatado por (HUANG, 2015).

5.7 QUANTIFICAÇÃO DA CAPACIDADE ANTIOXIDANTES

Análises da capacidade antioxidantes pelos métodos de DPPH, FRAP e ABTS expressos em µg Trolox/g de amostra e Compostos fenólicos totais em mg EAG/ g de amostra.

Tabela 7: Resultados das análises da capacidade antioxidantes.

Amostras	DPPH (mg Trolox/g filme)	FRAP (mg Trolox/g filme)	ABTS (mg Trolox/g filme)	Compostos fenólicos totais (mg EAG/g filme)
Amostra 3	2,44 ^b ± 0,03	6,27 ^b ± 0,10	0,51 ^b ± 0,04	0,23 ^b ± 0,04
Amostra 4	2,63 ^a ± 0,05	15,45 ^a ± 0,09	1,42 ^a ± 0,02	0,53 ^a ± 0,05
Puro 35%	N.D.*	0,37 ^c ± 0,03	N.D.*	N.D.*
Substrato	35,07 ± 0,10	58,75 ± 0,02	49,79 ± 0,05	14,28 ± 0,08

Valores médios ± desvio-padrão (DP); n=3 (triplicata de análise); letras minúsculas sobrescritas diferentes, na mesma coluna são significativamente diferentes ($p \leq 0,05$).

N.D.* - não detectado.

Fonte: próprio autor.

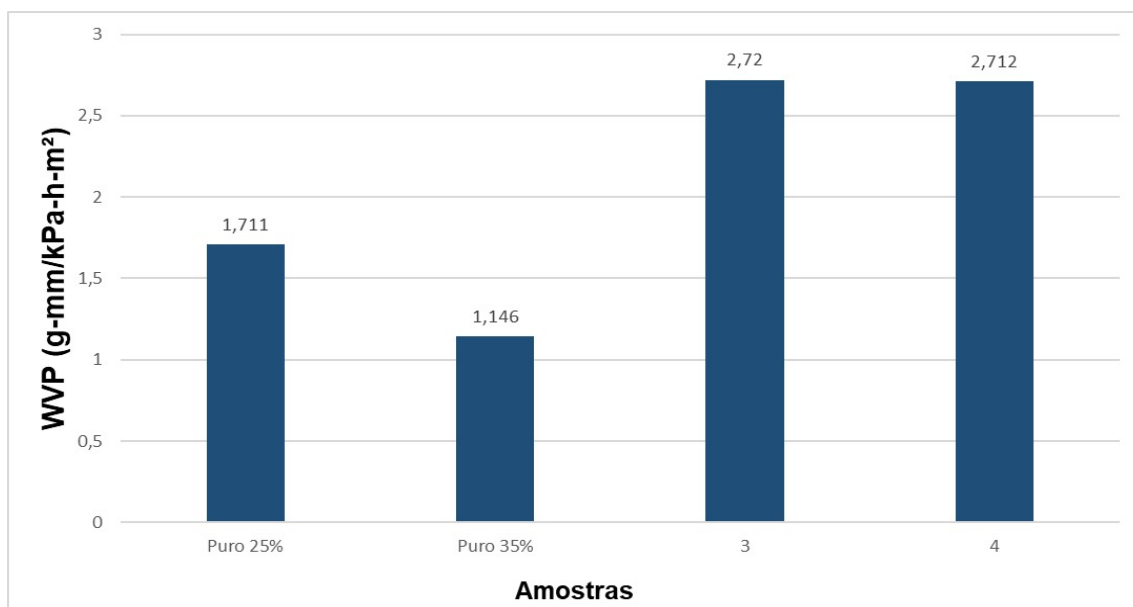
Diante dos valores apresentados, podemos referenciar que na análise de resíduo puro, apresenta-se um resultado muito satisfatório, quando comparado com os filmes incorporados com o resíduo, mesmo que estando com concentrações menores, podemos afirmar a presença de antioxidantes e compostos fenólicos, fazendo jus o resultado, quando não detectado no filme sem a presença de resíduo.

5.8 PERMEABILIDADE AO VAPOR DE ÁGUA (WVP)

Os resultados obtidos para permeabilidade a vapor de água dos filmes produzidos encontram-se no gráfico da figura 23. A permeabilidade ao vapor de água (WVP) ocorre devido à diferença de umidade relativa (RH) dentro das celas utilizadas. Esta análise mede a capacidade do vapor de água em se difundir em uma região com menor ambiente de pressão de vapor de água a partir de uma região com maior pressão de vapor de água (CHIN; LYN; NUR; et al., 2017).

É possível observar que o filme produzido somente a partir de gelatina a 2% com 25% e 35% de glicerina apresenta valores de permeabilidade a vapor de água significativamente menores que aos das outras duas formulações de gelatina a 2% com 35% de glicerina, incorporado com 0,25g e 0,5g de camu-camu.

Figura 23: Resultados para permeabilidade a vapor de água.



Fonte: Próprio autor.

Tabela 8: Desvio padrão para as amostras analisadas.

AMOSTRAS	WVP (g-mm/kPa-h-m²)	DESVIO %
Puro 25%	1,711	0,1082
Puro 35%	1,146	0,0966
Amostra 3	2,720	0,0900
Amostra 4	2,712	0,0886

Fonte: próprio autor.

Conforme apresentado na figura 23, o valor de WVP aumentou de 1,146 para 2,72 g-mm/kPa-h-m² quando ocorreu a incorporação do resíduo com 0,25g de camu-camu, e de 1,146 para 2,712 g-mm/kPa-h-m² quando ocorreu a incorporação do resíduo com 0,5g de camu-camu.

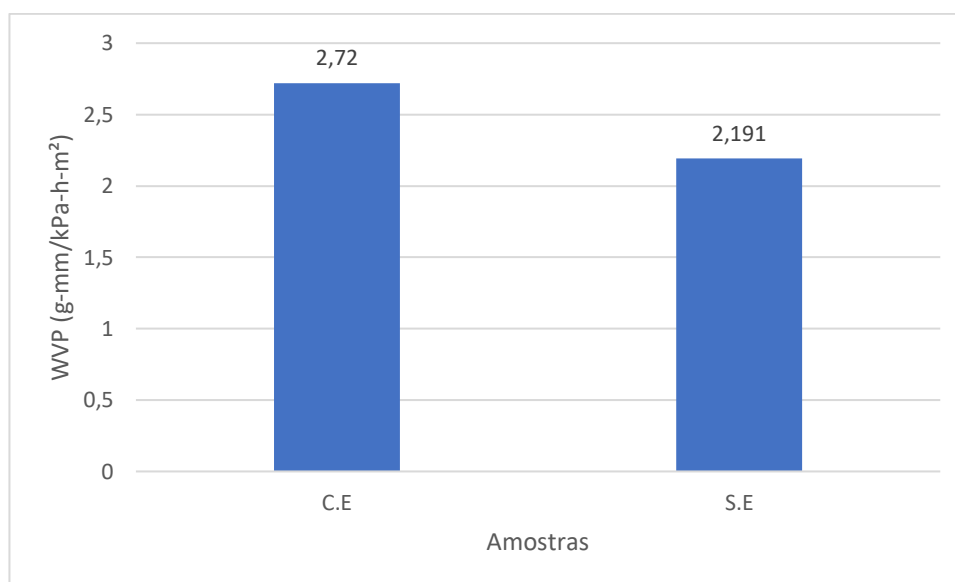
Esse aumento pode ser atribuído à presença de glicose presente nas frutas em maiores quantidades nessas duas formulações, prejudicando as propriedades de barreira do material. Contudo, maiores análises precisam ser feitas para confirmar essa hipótese.

Quando analisado os resultados das matrizes de gelatina sem incorporação do substrato, pode-se dizer que a presença da glicerina como plastificantes, afasta as cadeias poliméricas permitindo com que os vapores

passem de forma mais livre, a comparação faz-se pela diferença de 10% de glicerina nas amostras apresentadas. A maior quantidade de hidroxilas livres neste caso também favorece o aumento da permeação do vapor. Uma vez que a glicerina realiza uma ponte de hidrogênio com água.

Uma comparação entre os filmes de mesma concentração, gelatina a 2% com 35% de glicerina, incorporado com 0,25g de camu-camu, com igual processo de produção, tendo-se como diferença, quando adicionado na base de poliéster para o processo de secagem, não se utilizou o substrato insolúvel, deixando-o no fundo do béquer. O resultado está apresentado no gráfico da figura 24 e na tabela 9.

Figura 24: Resultados para permeabilidade a vapor de água dos filmes de gelatina a 2% com 35% de glicerina, incorporado com 0,25g de camu-camu. Com uso do substrato na secagem (C.E), sem uso do substrato na secagem (S.E).



Fonte: Próprio autor.

Tabela 9: Desvio padrão para as amostras de gelatina a 2% com 35% de glicerina, incorporado com 0,25g de camu-camu.

AMOSTRAS	WVP (g-mm/kPa-h-m²)	DESVIO %
Com Resíduo	2,720	0,0900
Sem Resíduo	2,191	0,0866

Fonte: próprio autor.

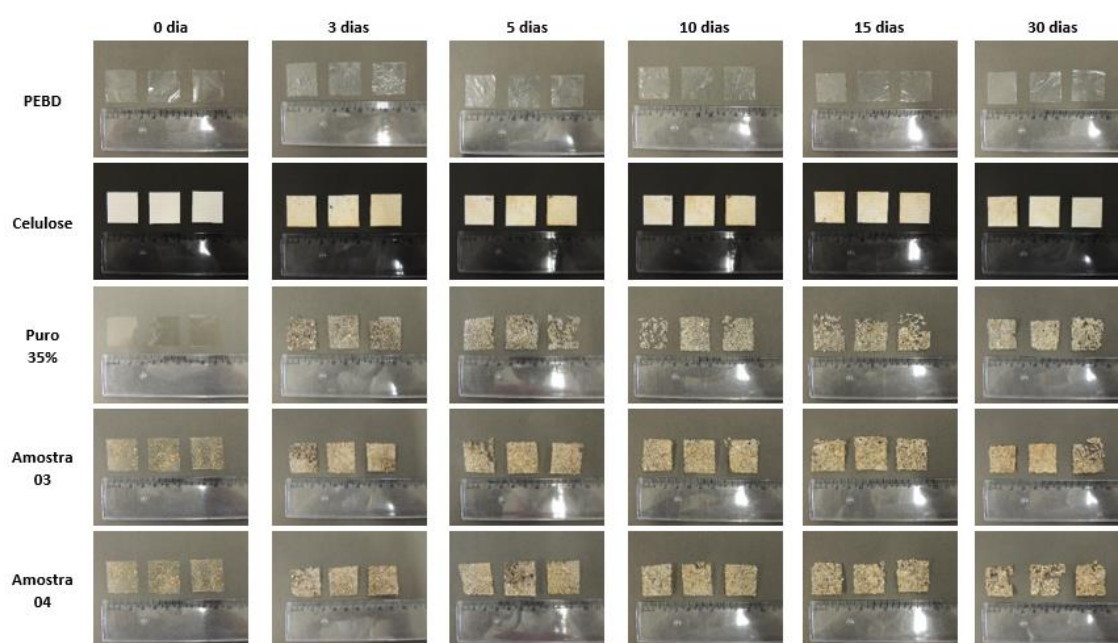
Observa-se que o filme sem resíduo teve um WVP de aproximadamente 20% de diferença, deixando claro que a incorporação do substrato insolúvel na matriz, no processo de secagem, colabora com a passagem de vapor d'água. Assim confirmando a diferença apresentada de WVP da matriz pura de gelatina com as amostras incorporadas de substrato de camu-camu, analisadas no gráfico da figura 24.

Estes são resultados que podem ser favoráveis, dependendo das suas aplicações e estão de acordo com os resultados relatados por (Altiok, Altiok; Tihminlioglu, 2010; Kavoosi, 2014), por exemplo, se a aplicação for em um alimento que possa permitir essa passagem de WVP.

5.9 BIODEGRADAÇÃO DAS AMOSTRAS

A análise dos aspectos visuais realizada por meio das fotografias indicou que as amostras adquiriram uma opacidade maior do que a inicial, além de se tornarem rígidas e quebradiças. Os filmes apresentaram modificações desde o terceiro dia de experimento e ao final do período analisado não degradaram por completo, possivelmente devido ao suporte de malha plástica utilizado, impossibilitando o contato integral da superfície inferior das amostras com o substrato.

Figura 25: Fotografias das amostras antes da biodegradação e após o período de 3, 5, 10, 15 e 30 dias.



Fonte: Universidade Feevale - PPG em Qualidade Ambiental.

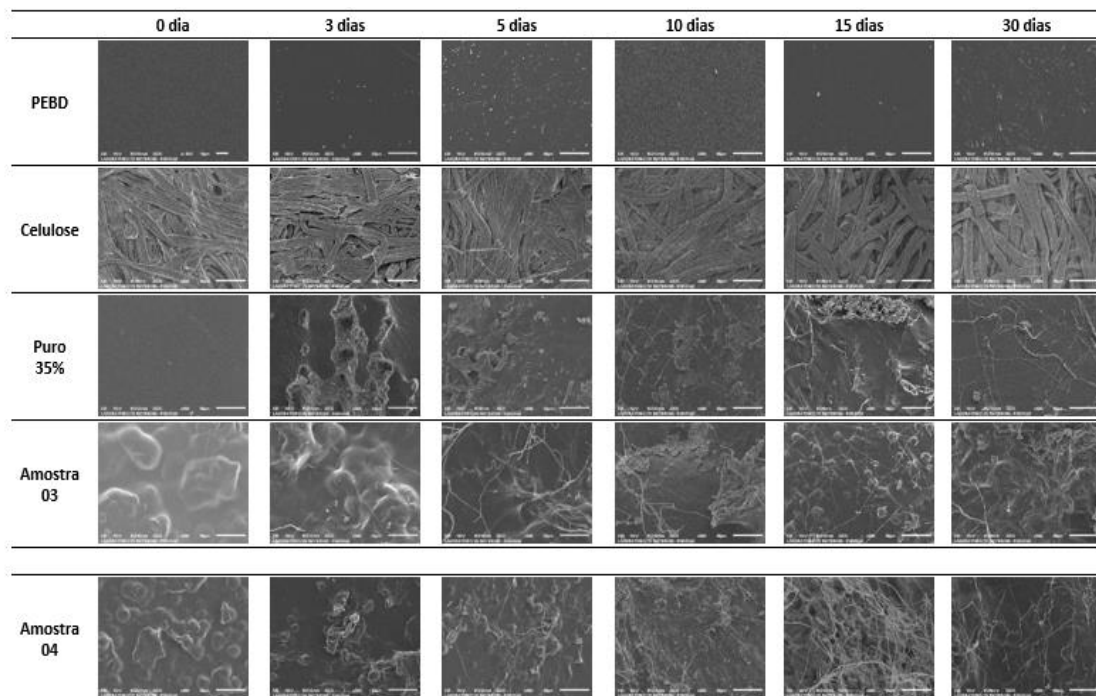
Algumas amostras se fragmentaram em partes menores. Por isso, foram dispostas cuidadosamente no mesmo lugar com o auxílio de uma pinça para serem registradas fotograficamente.

Ao comparar os diferentes materiais no período de 30 dias, aparentemente a Amostra 03 e 04 foram as que mais degradaram, sendo duas de três amostras da triplicata mais afetadas.

5.9.1 Análise morfológica nas amostras em processo de biodegradação

Os materiais apresentaram uma morfologia heterogênea devido aos diferentes tamanhos de cristais depositados na superfície. Por isso, as micrografias foram realizadas nas regiões de menores relevos.

Figura 26: Micrografias da superfície superior com o aumento de 500x das amostras antes da biodegradação e após o período de 3, 5, 10, 15 e 30 dias.



Fonte: Universidade Feevale - PPG em Qualidade Ambiental.

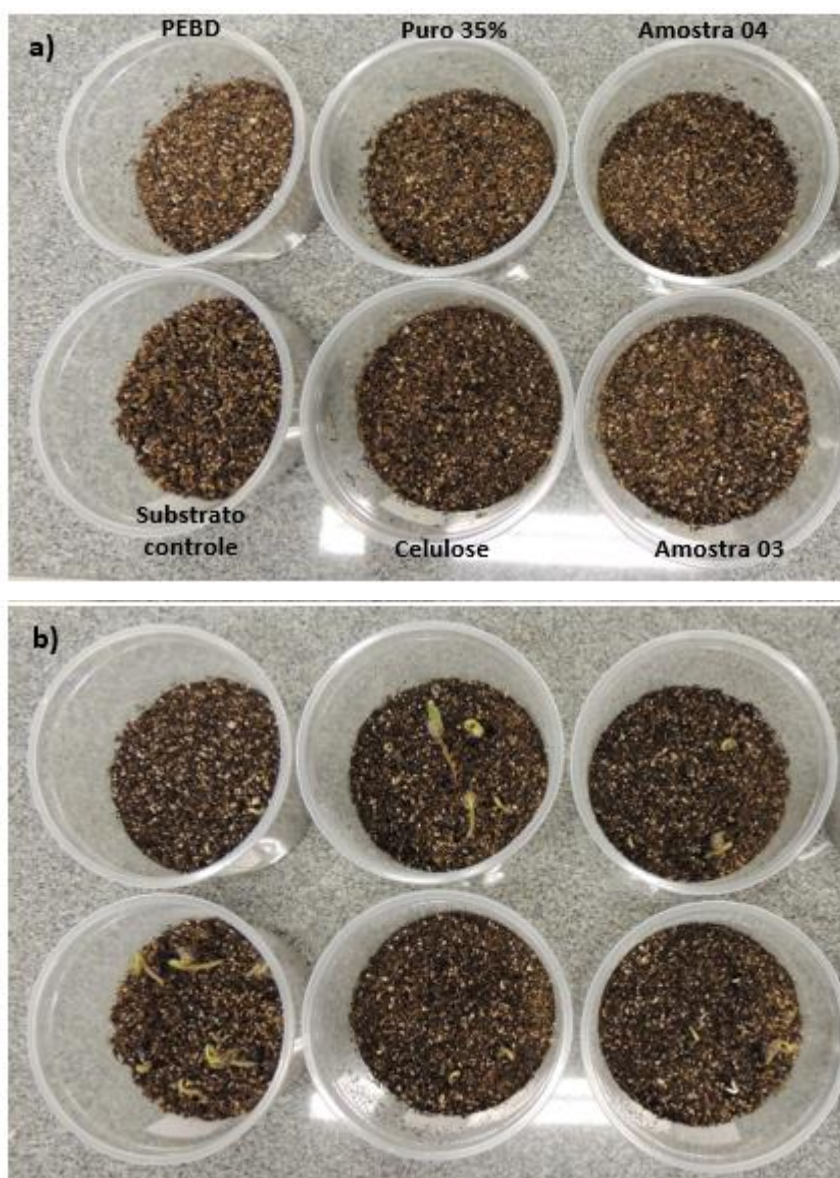
Foi identificado diversas fibras ou filamentos ramificados na superfície das amostras, sendo possivelmente fungos, dificultando a visualização do filme sob elas. Entretanto, ainda assim, foi observado grandes alterações morfológicas. Essas modificações podem ter ocorrido devido a partículas do substrato que ficaram aderidas a superfície, além da estrutura do material que sofreu

degradação pelo contato com o substrato para plantas, com os microrganismos do meio e com a umidade.

5.9.2 Sementes germinadas com a presença dos filmes degradados

São apresentados a seguir, os resultados das germinações inseridas em várias situações, onde a presença dos filmes degradados, mostra um grande potencial quando utilizados como substratos no plantio.

Figura 27: Germinação de sementes em: a) 3 dias, b) 6 dias e c) 10 dias.

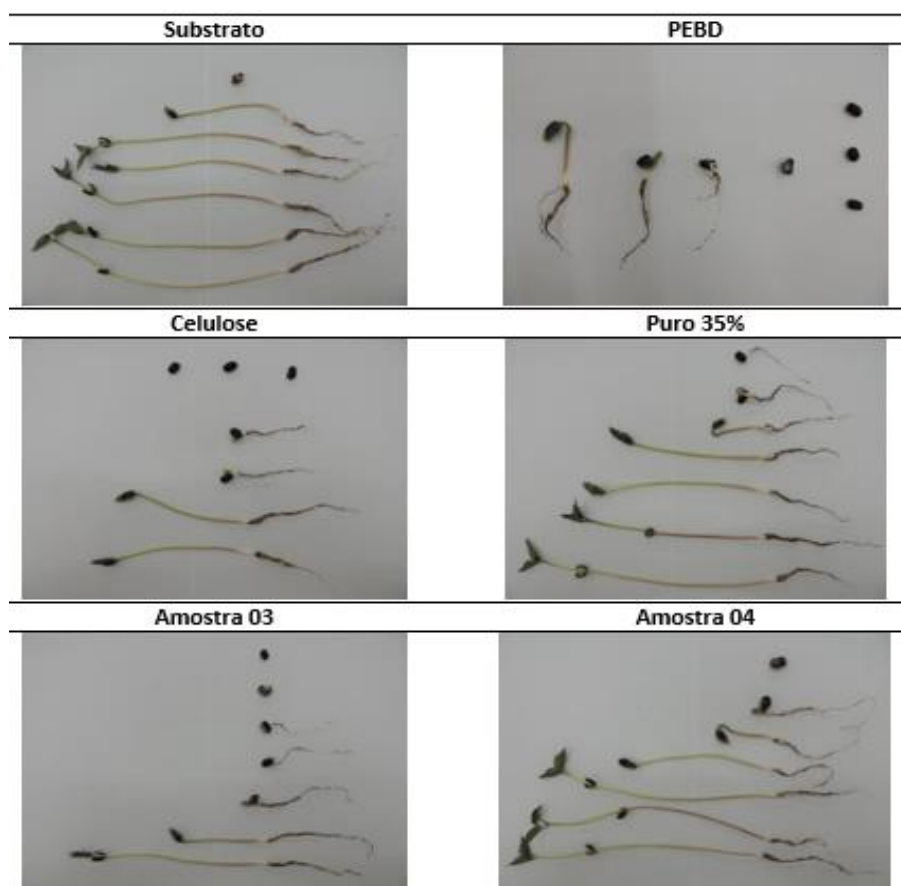




Fonte: Universidade Feevale - PPG em Qualidade Ambiental.

A germinação e o crescimento das plantas relacionadas a Amostra 04 apresentou um desenvolvimento satisfatório em comparação as demais amostras.

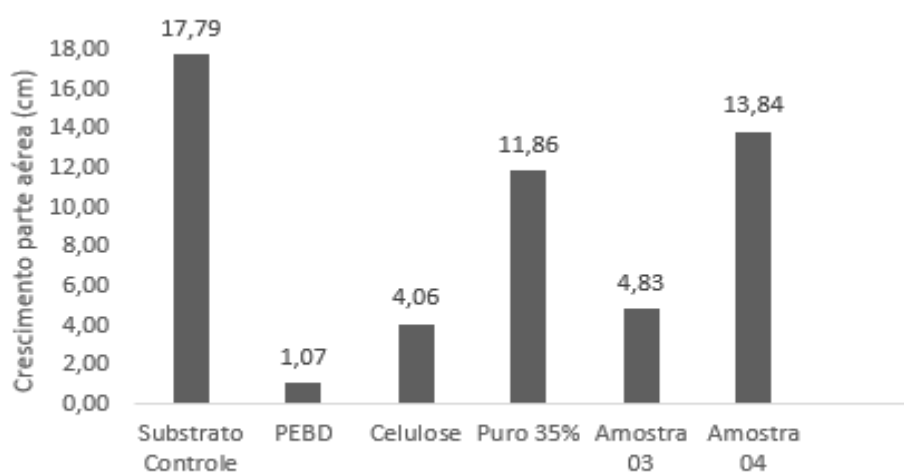
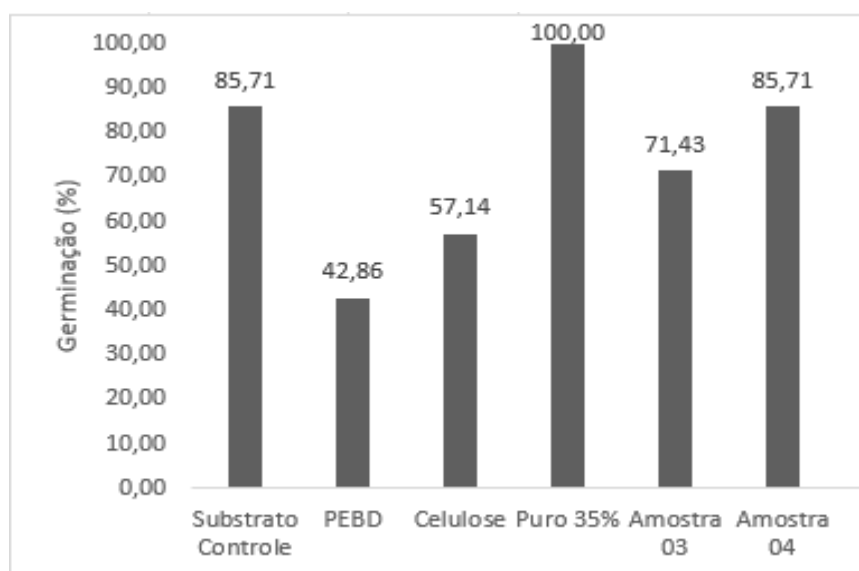
Figura 28: Germinação de sementes após 10 dias.

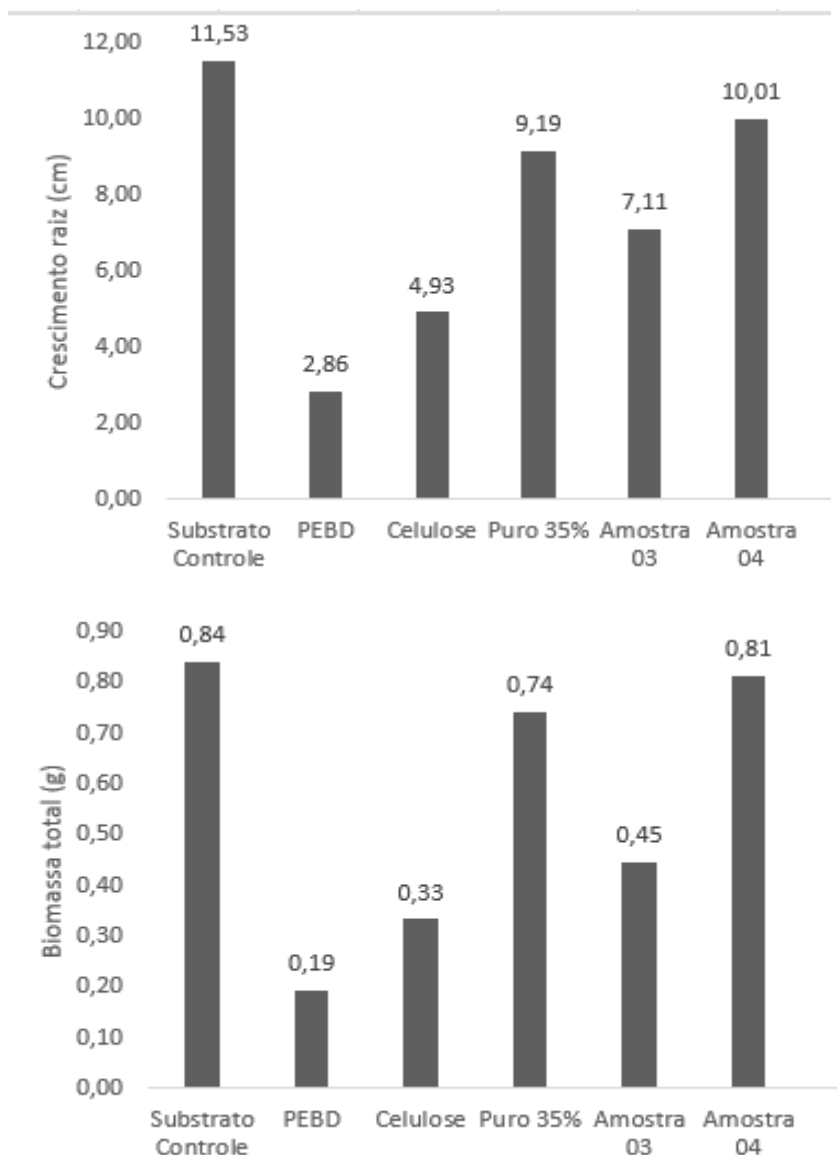


Fonte: Universidade Feevale - PPG em Qualidade Ambiental.

A germinação de sementes após 10 dias apresentou um desenvolvimento muito satisfatório, mostrando que o resíduo contribuiu com o crescimento das sementes.

Figura 29: a) germinação de sementes (%), **b)** crescimento da parte aérea (cm), **c)** crescimento da raiz (cm) e **d)** biomassa total (g).





Fonte: Universidade Feevale - PPG em Qualidade Ambiental.

Com a análise dos gráficos, fica claro que a presença do resíduo de camu-camu, auxilia com grande satisfação na germinação das sementes, e mostra que o filme degradado faz bem ao crescimento das sementes.

6 CONCLUSÃO

Foram obtidos filmes de gelatina e glicerina incorporados com resíduos de camu-camu, material seco a 50°C por 24 horas. Macerado, para atingir o máximo de homogeneização do mesmo na matriz. Foram usadas duas concentrações, para as caracterizações. A primeira, uma massa de 0,25 g, e a segunda uma massa de 0,5 g. Os filmes produzidos com a incorporação do

resíduo de camu-camu mostraram-se manuseáveis e visualmente homogêneos, com a presença de alguns resíduos não solubilizados, tendo um brilho e um aspecto bem apresentados.

Os filmes gelatina e glicerina incorporados com resíduos de camu-camu, com a massa de 0,5 g, foram os que mostraram melhor interação entre as partículas e a matriz polimérica. Isso está relacionado com a presença de fibras do resíduo.

Através do planejamento e da análise subjetiva utilizada na aquisição dos filmes, foi possível produzir filmes que apresentassem boa homogeneidade, continuidade e manuseabilidade. Somente os melhores filmes produzidos foram escolhidos para serem caracterizados, no caso, os filmes com a presença do resíduo que não foram solubilizados.

Foi realizado amostras de filmes sem o resíduo insolúvel, tendo um resultado negativo, onde este não apresenta manuseabilidade e resistência, sendo um filme com fácil rugosidade, entretanto, com melhor resultado nas análises de WVP.

Observou-se que o filme sem resíduo insolúvel teve um WVP de aproximadamente 20% de diferença, em relação ao filme com resíduo insolúvel, deixando claro que a incorporação do resíduo insolúvel na matriz, colabora com a passagem de vapor d'água. Assim confirmando a diferença apresentada de WVP da matriz pura de gelatina 35% com as amostras 3 e 4, que são as incorporadas de resíduo de camu-camu. Este resultado foi importante para o trabalho, uma vez que, para uma futura aplicação, a presença dos resíduos não solubilizados no filme, realiza um pequeno afastamento na molécula polimérica.

Na análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) identifica-se que houve alteração quanto à rugosidade superficial e formação de aglomerados com a imersão do resíduo de camu-camu, devido a aproximação das cadeias polares que ocorre da matriz polimérica, a imersão do resíduo de camu-camu provocou mudanças na microestrutura dos filmes. Isso ocorre devido à incorporação de um componente de natureza hidrofóbica, e com elevada

quantidade de fibra, em uma fase hidrofílica. Possivelmente, a adição do resíduo de camu-camu causou certa perturbação entre as interações da rede polimérica, dificultando o alinhamento ordenado das cadeias e, conseqüentemente, causando uma heterogeneidade no sistema.

No resultado da medida de pH pode-se afirmar que a presença do resíduo camu-camu acidifica a amostra em pequena quantidade.

A incorporação de resíduo de camu-camu no filme de gelatina causou uma discreta diminuição da resistência à tração e aumento da elongação. Esse comportamento pode ser atribuído à menor interação entre as cadeias de gelatina causadas pelo resíduo insolúvel de camu-camu, resultando em uma descontinuidade e redução da coesão. Quando o resíduo de camu-camu foi inserido nos filmes de gelatina a 2% com 35% glicerina, houve aumento na tensão máxima de ruptura, no entanto, considerando o desvio padrão, os valores de elongação e módulo de elasticidade se mantiveram praticamente os mesmos.

No espectro do resíduo de camu-camu seco e macerado, podem-se encontrar alguns picos característicos, como em 760 cm^{-1} e 825 cm^{-1} relacionados à deformação de OH da catequina e da epicatequina, respectivamente, já nos filmes aponta-se em 1039 cm^{-1} um pico que indica a vibração de alongamento de C-O-C. E o pico em 1514 cm^{-1} no resíduo de camu-camu indica a presença de grupos aromáticos (-C=C) com menor intensidade.

Na análise para identificar a presença de antioxidantes e compostos fenólicos, teve-se um resultado plausível, podendo-se afirmar que à presença de compostos antioxidantes e compostos fenólicos, mesmo que com a quantidade menor de concentrações do resíduo incorporado no filme, quando comparado com o resíduo puro.

Na análise de degradação, apesar das amostras não degradarem completamente no período de 30 dias, foi possível avaliar o impacto que os materiais causaram no meio em que estavam inseridos. Dessa forma, o substrato controle obteve os melhores resultados, mesmo não germinando todas as sementes apresentou uma uniformidade das plantas, alcançando maiores

médias de crescimento e biomassa. Em seguida, a amostra 4 degrada, apresentando um resultado muito próximo ao do substrato controle, afirmando que a inserção desse filme no meio ambiente, só causaria benefícios aos vegetais.

Os filmes em geral apresentam resultados positivos, sendo estes, aprofundados para futuras aplicações na área da alimentação.

7. IMPACTO/RELEVÂNCIA CIENTÍFICO-SOCIAL

Soluções que levem ao plástico descartável ideal é uma busca incansável que mobiliza cientistas e ambientalistas do mundo todo. Pesquisas sugerem a substituição dos plásticos tradicionais pelos tipos biodegradáveis, visto que alguns segmentos de mercado que sabem da conscientização da população pela preservação do meio ambiente, se disponibilizam a pagar a mais por produtos menos poluidores, promovendo além de benefícios ambientais, ganhos econômicos e sociais.

A necessidade de reduzir a quantidade de resíduos plásticos desperdiçados incentiva até a reciclagem, mas apesar de a coleta seletiva estar presente em muitas cidades brasileiras, a totalidade de recicláveis está bem longe de ser alcançada. Diante deste cenário, o foco gira em torno de produtos de origem vegetal e a produção de materiais do tipo biodegradável.

Um plástico é considerado biodegradável quando é possível realizar sua decomposição de forma natural, isto é, sua biodegradação – que é realizada por micro-organismos como bactérias, algas e fungos, que convertem o material em biomassa, dióxido de carbono e água. A vantagem da embalagem biodegradável é que a sua permanência no ambiente é menor do que a permanência das embalagens não biodegradáveis, o que diminui as chances de efeitos nocivos como sufocamentos, entrada na cadeia alimentar, contaminação, entre outros.

A necessidade na redução das emissões de gás carbônico na atmosfera fez com que aumentasse a necessidade de produzir embalagens biodegradáveis e comestíveis, a finalidade deste trabalho é de substituir as embalagens plásticas primárias convencionais contidas em alimentos.

Contudo, uma coisa ainda é fato: os plásticos são fundamentais na sociedade moderna. Quase tudo que consumimos é feito do material, mas

combater o desperdício de plástico envolve mais do que apenas procurar novas soluções. Mesmo com o uso de uma embalagem biodegradável, ecológica ou compostável, a má gestão e descarte incorreto de resíduos devem ser evitados ao máximo.

A proposta aqui apresentada se enquadra na demanda de novas embalagens para alimentos, pois estimula pesquisas na área de embalagens biodegradáveis com características específicas e funcionais. Além de utilizar resíduo à base de resíduo de frutos na elaboração dos filmes, o que também é algo inovador no trabalho. O trabalho atende às necessidades e exigências dos mercados, impulsionando, assim, o desenvolvimento de uma tecnologia de elaboração de produto de interesse mundial, focado na preocupação ambiental e de sustentabilidade.

O projeto impulsionou uma maior qualificação na formação acadêmica do estudante, por meio do grupo de pesquisa GCNH – Grupo de Compósitos e Nanocompósitos Híbridos do programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, UNESP, Brasil. As metas suplantadas estiveram de acordo com a política da própria universidade de formação qualificada de recursos humanos e capacitação científica de qualidade.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABE, M. M. et al. Production and assessment of the biodegradation and ecotoxicity of xylan- and starch-based bioplastics. **Chemosphere**, v. 287, n. P3, p. 132290, 2022.

AGUILA, J. S. del. Processamento mínimo de rabanete: estudos físico-químicos, fisiológicos e microbiológicos. 2004. 123p. Dissertação (Mestrado), Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2004.

ALMEIDA, M.M.B.; SOUSA, P.H.M.; ARRIAGA, A.M.C.; PRADO, G.M.; MAGALHÃES, C.E.C.; MAIA, G.A.; LEMOS, T.L.G. Bioactive compounds and antioxidant activity of fresh exotic fruits from northeastern Brazil. **Food Research International**, v. 44, p. 2155-2159, 2011.

American Society for Testing and Materials; Standard test method for water vapor transmission of materials. ASTM E96-80, Philadelphia, PA, 1980.

American Society for Testing and Materials; Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting. ASTM D882-97, Philadelphia, PA, 1997.

ARRUDA, M. C.; JACOMINO, A. P.; SARANTÓPOULOS, C. I. G. L. Embalagens para produtos minimamente processados. In: LUENGO, R. F. A.; CALBO, A. G. (Ed.). Embalagens para comercialização de hortaliças e frutas no Brasil. Brasília: Embrapa Hortaliças, 2009. cap. 11, p. 205-246.

AYALA-ZAVALA, J.F.; VEGA-VEGA, V.; ROSAS-DOMÍNGUEZ, C.; PALAFOX-CARLOS, H.; VILLA-RODRIGUEZ, J.A.; SIDDIQUI, M.W.; DÁVILA-AVIÑA, J.E.; GONZÁLEZ-AGUILAR, G.A. Review: Agro-industrial potential of exotic fruit byproducts as a source of food additives. **Food Research International**, v. 44, p. 1866-1874, 2011.

BALSA, I. M.; CULP, W. T. N. Wound Care. **Veterinary Clinics of North America: Small Animal Practice**, Philadelphia, v. 45, p. 1049–1065, 2015.

BENZIE, I. F.; STRAIN, J. J. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of "antioxidant power": the FRAP assay, **Analytical Biochemistry**, v.239, n.1, p.70-76, 1996.

BETT, K. L.; INGRAM, D. A.; GRIMM, C. C.; LLOYD, S. W.; SPANIER, A. M.; MILLER, J. M.; GROSS, K. C.; BALDWIN, E. A.; VINYARD, B. T. Flavor of fresh-cut gala apples, in barrier film packaging as affected by storage time. *Journal of Food Quality*, Westport, v. 24, n. 2, p. 141-156, 2001.

BRITTO, D.; CAMPANA FILHO, S. P.; ASSIS, O. B. G. Mechanical Properties of N,N,N-trimethylchitosan Chloride Films. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, São Carlos, v. 15, n. 2, p. 129-132, 2015.

CHANDIKA, P.; KO, S.; JUNG, W. Marine-derived biological macromolecule-based biomaterials for wound healing and skin tissue regeneration. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 77, p. 24-35, 2015.

COOPLANTIO - Cooperativa dos Agricultores de Plantio Direto. Galeria de fotos. 2003.

CORREIA, R.T.P; BORGES, K.C. MEDEIROS, M.F.; GENOVESE, M.I. Bioactive compounds and phenolic-linked functionality of powdered tropical fruit residues. **Food Science and Technology International**, 18(6), 539–547, 2012.

COSTA, A.G.V.; GARCIA-DIAZ, D.F.; JIMENEZ, P.; SILVA, P.I. Bioactive compounds and health benefits of exotic tropical red–black berries. **Journal of functional foods**, v. 5, p. 539 –549, 2013

DEVALARAJA, S.; JAIN, S.; YADAV, H. Exotic fruits as therapeutic complements for diabetes, obesity and metabolic syndrome. **Food Research International**, v. 44, p. 1856-1865, 2011.

DEVLIEGHERE, F.; VERMEULEN, A.; DEBEVERE, J. Chitosan: antimicrobial activity, interactions with food components and applicability as a coating on fruit and vegetables. *Food Microbiology*, London, v. 421, p. 703-714, 2004.

EMBRAPA - Fruto da Amazônia tem propriedades medicinais, Disponível em: <<http://www.embrapa.br/imprensa/noticias/2004/maio/bn.2004-11-25.9768809887/>> Acesso em 29 de novembro de 2010.

EWEIS, M.; ELKHOLY, S. S.; ELSABEE, M. Z. Antifungal efficacy of chitosan and its thiourea derivatives upon the growth of some sugar-beet pathogens. *International journal of biological macromolecules*, Guildford, v. 38, p. 18, 2006.

Exportações de camu-camu. Disponível em: <<https://www.gob.pe/institucion/mincetur/noticias/345752-exportaciones-de-camu-camu-alcanzaron-record-historico-en-2020>> acesso: 07 de novembro 2022.

FARES, C. B.; NANTES, J. F. D. Transações comerciais entre a indústria de vegetais minimamente processados e o setor varejista. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DE ECONOMIA E GESTÃO DE REDES AGROALIMENTARES, 4., Ribeirão Preto, 2003. Ribeirão Preto: FEA/USP, 2003.

FORATO, L. A.; YUSHMANOV, V.; COLNAGO, L. A. The interaction of two prolamins with 1-¹³C oleic acid by ¹³C NMR. *Biochemistry*, Easton, v. 43, p. 7121-7126, 2004.

HARADA, J. et al. Soil culture: Influence of different natural fillers incorporated in biodegradable mulching film. **Journal of Molecular Liquids**, v. 273, p. 33–36, 2019.

HOFFMAN, H. I.; HAN, I.Y.; DAWSON, O. I. Antimicrobial effects of corn zein films impregnated with Nisin, Lauric acid and EDTA. *Journal of food Protection*, Des Moines, v. 64, n. 6, p. 885-889, 2001.

INPA – Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia. Cultivo do camu-camu. Disponível em: <<http://www.inpa.gov.br/cpca/areas/camu-camu.html>> Acesso em: 29 de novembro de 2010.

JUNIOR, S. V. C. **Técnicas de Caracterização de Polímeros**. 2º ed, São Paulo, SP: Artliber, 2007.

KHAN, M.K.; HUMA, Z.; DANGLES, O. A comprehensive review on flavanones, the major citrus polyphenols. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 33, p. 85–104, 2014.

LANA, M. M.; SANTOS, F. F. dos; LUENGO, R. de F. A.; TAVARES, S. A.; MELO, M. F. de; MATOS, M. J. L. F. Hortaliças: cará. Embrapa Hortaliças. 2005.

LIAO, N.; UNNITHAN, A. R.; JOSHI, M. K.; TIWARI, A. P.; HONG, S. T.; PARK, C.; KIM, C. S. Electrospun bioactive poly (ϵ -caprolactone)–cellulose acetate–dextran antibacterial composite mats for wound dressing applications. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, Amsterdam, v. 469, p. 194–201, 2015.

MCHUGH, T. H.; AVENA-BUSTILLOS, R.; KROCHTA, J. M. Hydrophilic Edible Films: Modified Procedure for Water Vapor Permeability and Explanation of Thickness Effects. **Journal of Food Science**, Hoboken, v. 58, p. 899–903, 1993.

MILLER, K. J.; BROWN, D. A.; IBRAHIM, M. M.; RAMCHAL, T. D.; LEVINSON, H. MicroRNAs in skin tissue engineering. **Advanced Drug Delivery Review**, Amsterdam, v. 88, p. 16-36, 2015.

MOMOH, F. U.; BOATENG, J. S.; RICHARDSON, S. C. W.; CHOWDHRY, B. Z.; MITCHELL, J. C. Development and functional characterization of alginate dressing as potential protein delivery system for wound healing. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 81, p.137–150, 2015.

MONTERREY, E. S.; SOBRAL, P. J. A. Characterization of mechanical and optical properties of tilapia myofibrillar proteins-based biofilms using a surface-response method. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas , v. 19, n. 2, p. 294-301, 1999.

MOREIRA, R. C. Processamento mínimo de tangor ‘Murcott’: caracterização fisiológica e recobrimentos comestíveis. 2004. 84p. Dissertação (Mestrado), Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, 2004.

MORETTI, C. L. (Ed.). Manual de processamento mínimo de frutas e hortaliças. Brasília, DF: Embrapa Hortaliças: Sebrae, 2007. 527 p.

MURIEL-GALET, V.; CRAN, M. J.; BIGGER, S. W.; HERNÁNDEZ-MUÑOZ, P.; GAVARA, R.; Antioxidant and antimicrobial properties of ethylene vinyl alcohol copolymer films based on the release of oregano essential oil and green tea extract components, *J. Food Eng.* 149 (2015) 9–16.

NAZMI, N.N.; ISA, M.I.N.; SARBON, N.M.; Preparation and characterization of chicken skin gelatin/CMC composite film as compared to bovine gelatin film. *Food Bioscience.* (2017).

NEDOROSTOVA, L.; KLOUCEK, P.; KOKOSKA, L.; STOLCOVA, M.; PULKRABEK, J.; Antimicrobial properties of selected essential oils in vapour phase against foodborne bacteria. *Food Control.* 20 (2009) 157–160.

OLIVEIRA, L. F. de; SRUR, A. U. O. S.; VACARI, F. Aproveitamento do chuchu (*Sechium edule*, Swartz) pelo processo de saturação com açúcar – uma alternativa alimentar. *Revista Universidade Rural, Série Ciências da Vida.* Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, v.22, p.09-14, 2003.

OLIVEIRA, L. M.; QUEIROZ, G. C. (Org.). Embalagens plásticas rígidas: principais polímeros e avaliação da qualidade. Campinas: CETEA/ITAL, 2008. 372 p

PAIVA, L. B.; MORALES, A. R.; DÍAZ, F. R. V.; Argilas organofílicas: características, metodologias de preparação, compostos de intercalação e técnicas de caracterização. *Cerâmica*. 54 (2008) 213-226.

PALHARINI, M. C. A.; SARANTÓPOULOS, C. I. G. L.; SIMIONATO, E. M. R. S.; CECHIN, T. F. F. Preservation of minimally processed snap beans in passive modified atmosphere packaging. *Braz. J. Food Technol.* Campinas, v. 19, e2015114, 2016

PAVONI, J. M. F.; LUCHESE, C. L.; TESSARO, I. C. Impact of acid type for chitosan dissolution on the characteristics and biodegradability of cornstarch/chitosan based films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 138, p. 693–703, 2019.

PEREDA, M.; PONCE, A.G.; MARCOVICH, N.E.; RUSECKAITE, R.A.; MARTUCCI, J.F.; Chitosan-gelatin composites and bi-layer films with potential antimicrobial activity. *Food Hydrocolloids*. 25 (2011) 1372-1381.

PEREIRA, L. M. A condicionamento de goiabas minimamente processadas por desidratação osmótica em embalagens sob atmosfera modificada passiva. FEA, Unicamp, 2005.

PIRES, V.G.A; Incorporação de nanoemulsões de óleos essenciais de melaleuca, copaíba e limão em filmes de alginato de sódio para utilização como curativo. (2016), 81 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais). Universidade Estadual Paulista.

RE, R.; PELEGRINI, N.; PROTEGGENTE, A. et al. Antioxidant activity applying and improved ABTS radical cation decolorization assay, **Free Radical Biology and Medicine**, v.26, n.9/10, p.1231-1237, 1999.

RUFINO, M. S. M.; ALVES, R. E.; FERNANDES, F. A. N.; BRITO, E. S. Free radical scavenging behavior of ten exotic tropical fruits extracts. **Food Research International**, v. 44, p. 2072-2075, 2011.

RUFINO, M.S.M.; ALVES, R.E.; BRITO, E.S.; PÉREZ-JIMÉNEZ, J.; SAURACALIXTO, F.; MANCINI-FILHO, J. Bioactive compounds and antioxidant capacities of 18 non-traditional tropical fruits from Brazil. **Food Chemistry**, v. 121, p. 996-1002, 2010.

SEBRAE - Serviço Brasileiro de Apoio as Micros e Pequenas empresas. Produza e Comercialize frutas que estão conquistando o mercado. Disponível em: <<http://www.sebraemercados.com.br/produza-e-comercialize-frutas-que-estaoconquistando-o-mercado/?imprimir=1>> Acesso em: 13 de janeiro 2022.

SILVA, M.C.; SOUZA, V.B.; THOMAZINI, M.; SILVA, E.R.; SMANIOTTO, T.; CARVALHO, R.A.; GENOVESE, M.I.; FAVARO-TRINDADE, C.S. Use of the jabuticaba (*Myrciaria cauliflora*) depulping residue to produce a natural pigment powder with functional properties. **LWT - Food Science and Technology**, v. 55, p. 203 e 209, 2014.

SINGLETON, V. L.; ROSSI, J. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagentes, American, **Journal of Enology and Viticulture**, v.16, n.3., p.144-158, 1965.

SOARES, A.G. Perdas Pós-Colheita de Frutas e Hortaliças. In: FÓRUM AGRONEGÓCIOS DA UNICAMP, maio 2009, Campinas. Qualidade e Segurança de Alimentos. Campinas: UNICAMP, 2009.

Soluções biodegradáveis aumentam para reduzir impactos ambientais. Disponível em: <<https://gauchazh.clicrbs.com.br/economia/conteudo-publicitario/2020/05/solucoes-biodegradaveis-aumentam-para-reduzir-impactos-ambientais-ckae9hjev00e6015nlk9cpbu7.html>> Acesso em: 25 de novembro 2022.

TEIXEIRA, G. H. A.; DURIGAN, J. F.; MATTIUZ, B.; ROSSI JUNIOR, O. D. Processamento mínimo de mamão 'Formosa'. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, v.21, n.1, p.47-50, 2001.

THAIPONG, K.; BOONPRAKOB, U.; CROSBY, K. et al. Comparison of ABTS, DPPH, FRAP, and ORAC assays for estimating antioxidant activity from guava fruit extracts, **Journal Food Composition and Analysis**, v.19, p.669–675, 2006.

TURBIANI, Franciele Rezende Barbosa; KIECKBUSCH, Theo Guenter. Propriedades mecânicas e de barreira de filmes de alginato de sódio reticulados com benzoato de cálcio e/ou cloreto de cálcio. *Brazilian Journal Of Food Technology*, [s.l.], v. 14, n. 02, p.82-90, 10 maio 2011.

ULLOA, J. Z.; SUÁREZ, H. R. De México al mundo: importância y perspectiva de los productos no tradicionales. **Rev. Claridades Agrop.**, México, n. 132, 2004.

VILLANUEVA-TIBURCIO, J. E.; CONDEZO-HOYOS, L. A.; ASQUIERI, E. R. Antocianinas, ácido ascórbico, polifenoles totales y actividad antioxidante, en la cáscara de camu-camu (*Myrciaria dubia* (H.B.K) McVaugh). **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, 30 (Supl.1): 151-160, 2010.

Vital ACP, Guerrero A, Monteschio JdO, Valero MV, Carvalho CB, de Abreu Filho BA, et al. (2016) Effect of Edible and Active Coating (with Rosemary and Oregano Essential Oils) on Beef Characteristics and Consumer Acceptability. *PLoS ONE* 11(8): e0160535. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0160535>

YUYAMA, K. A cultura de camu-camu no Brasil. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 33, n. 2, p. 335-390, 2011.

ZAHARAN, M. K.; AHMED, H. B.; EL-RAFIE, M. H. Surface modification of cotton fabrics for antibacterial application by coating with AgNPs–alginate composite. **Carbohydrate Polymers**, Oxford, v. 108, p.145-152, 2014.