



UNIVERSIDADE FEDERAL DA FRONTEIRA SUL
CAMPUS DE LARANJEIRAS DO SUL
CURSO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

NAIANE MIRIAM MALHERBI

**DESENVOLVIMENTO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS A BASE DE POLÍMEROS
DE FONTES RENOVÁVEIS E POLPA DE GUABIROBA (*Campomanesia
xanthocarpa*)**

LARANJEIRAS DO SUL

2015

NAIANE MIRIAM MALHERBI

**DESENVOLVIMENTO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS A BASE DE POLÍMEROS
DE FONTES RENOVÁVEIS E POLPA DE GUABIROBA (*Campomanesia
xanthocarpa*)**

Trabalho de conclusão de curso de graduação
apresentado como requisito para obtenção de grau de
Bacharel em Engenharia de Alimentos da
Universidade Federal da Fronteira Sul.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Larissa Canhadas Bertan

Coorientadora: Cátia Tavares dos Passos

Coorientador: Luciano Tormen

LARANJEIRAS DO SUL

2015

NAIANE MIRIAM MALHERBI

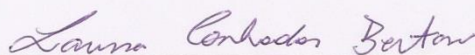
**DESENVOLVIMENTO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS A BASE DE
POLÍMEROS DE FONTES RENOVÁVEIS E POLPA DE GUABIROBA
(*Campomanesia xanthocarpa*)**

Trabalho de conclusão de curso de graduação apresentado como requisito para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Alimentos na Universidade Federal da Fronteira Sul – Campus Laranjeiras do Sul-PR.

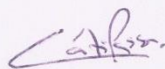
Orientador: Professor Dr^a. Larissa Canhadas Bertan

Este trabalho de conclusão de curso foi defendido e aprovado pela banca em: 10 / 12 / 2015

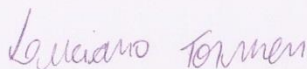
BANCA EXAMINADORA



Prof. Larissa Canhadas Bertan



Prof. Cátia Tavares dos Passos



Prof. Luciano Tormen

AGRADECIMENTOS

A Deus por estar constantemente presente em minha vida, por ser meu guia, me fornecendo força, coragem e fé durante toda esta longa caminhada.

À minha orientadora Prof.^a Dr.^a, Larissa Canhadas Bertan, pela oportunidade, ensinamentos durante a graduação, paciência, palavras de apoio, amizade e confiança a mim depositada para realizar este trabalho, e por me apresentar o fascinante mundo dos filmes biodegradáveis.

À Prof.^a Dr.^a, Cátia Tavares do Passos, pela coorientação, incentivo, ensinamentos durante a graduação, palavras de apoio, oportunidade e pela contribuição no desenvolvimento deste trabalho.

Ao Prof.^o Dr.^o Luciano Tormen pela coorientação, ensinamentos durante a graduação, palavras de apoio, incentivo e auxílio nas análises deste trabalho.

Ao Prof.^o Dr.^o Fabio Yamashita e Ana Blick, da Universidade Estadual de Londrina, pelo auxílio no desenvolvimento das análises mecânicas neste trabalho.

À Dr.^a Danielle Carpiné pelo grande apoio e contribuição nesta pesquisa.

Ao Prof.^o Gustavo Fidelis dos Santos pelo tempo disponível para sugestões e auxílio na finalização deste trabalho.

À Cargill Agrícola S/A pela doação do amido de milho nativo.

À UFFS e a Fundação Araucária por apoiar o desenvolvimento e execução deste trabalho.

A meus pais, José Romildo e Silvana, minhas irmãs, Aline e Giovanna, minha vó Lídia, que de forma especial e carinhosa me apoiaram durante toda a minha vida.

A meu namorado James, por toda a paciência, compreensão, carinho, amor, palavras de apoio e incentivo durante toda a minha graduação.

A todos os meus amigos, professores e colegas pelos momentos de descontração, apoio e amizade.

E a todos que direta ou indiretamente contribuíram para a execução deste trabalho: Muito obrigado!

*“O correr da vida embrulha tudo.
A vida é assim: esquenta e esfria,
aperta e daí afrouxa,
sossega e depois desinquieta.
O que ela quer da gente é coragem.”*

João Guimarães Rosa

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da incorporação de polpa de guabiroba (*Campomanesia xanthocarpa*) (PG) nas propriedades de barreiras, mecânicas e ópticas de filmes compostos e verificar o efeito antioxidante no acondicionamento de azeite de oliva. O presente trabalho foi dividido em três etapas. Na primeira etapa foram elaborados filmes compostos à base de gelatina (GEL) 5 e 10%, amido de milho nativo (AMN) 2 e 4% e glicerol (GLI) 10% (em relação a massa seca de AMN e GEL) como plastificante, nas proporções 2:1, 1:1 e 1:2. Os mesmos foram caracterizados quanto: análise visual e tátil, umidade, atividade de água (a_w), espessura, permeabilidade ao vapor de água (PVA), solubilidade em água (SOL), resistência a tração (RT), porcentagem de alongação (ELO) e opacidade (OP). O filme que obteve melhor resultado quanto a PVA, foi selecionado para segunda etapa, a qual consistiu da elaboração dos filmes compostos ativos (com adição de PG a 10 e 20% m/v) e caracterização quanto às mesmas propriedades da primeira etapa. O filme que obteve melhor resultado quanto a PVA na segunda etapa, foi selecionado para terceira etapa, a qual consistiu de elaboração de sachês para verificação do efeito antioxidante no acondicionamento de azeite de oliva extra-virgem através do índice de acidez (IA), índice de peróxido (IP), presença de compostos fenólicos (CF) e determinação de TBARS por 15 dias. A variação das concentrações utilizadas tanto de GEL (5 para 10%), como de AMN (2 para 4%), assim como as proporções estudadas (2:1, 1:1 e 1:2) apresentaram diferenças significativas nas propriedades analisadas. O filme composto elaborado com 5% de GEL e 2% de AMN na proporção 1:1, foi selecionado para a segunda etapa do trabalho, pois se destacou entre as demais formulações quanto a análise de PVA (3,88 g.mm/m².d.kPa) e SOL (19,78%). A adição de PG (10 e 20%) no filme composto provocou redução da RT e aumento da PVA, SOL, ELO e OP. O filme composto ativo com 10% de PG foi selecionado para a terceira etapa do trabalho, pois obteve menor valor de PVA (6,75 g.mm/m².d.kPa) comparado com o filme composto ativo com 20% (12,95 g.mm/m².d.kPa). Os sachês elaborados de filmes compostos com adição de 10% de PG apresentaram-se frágeis comparados aos sachês sem adição de PG. Ao final do período de acondicionamento (15 dias), os valores de IA e IP do azeite tanto do filme elaborado com PG e o controle não atingiram o limite máximo permitido pela legislação vigente. Os valores obtidos dos CF, mostraram que no tempo 0 dias ao tempo 7 dias, ocorreu a diminuição dos CF do azeite de oliva, porém no tempo 15 dias, tais valores não alteraram significativamente. Com isso, pode-se concluir que os resultados obtidos neste trabalho podem ser úteis para futuros estudos e aplicações utilizando filmes ativos e biodegradáveis em produtos alimentícios, pois se mostrou aplicável no acondicionamento de azeite de oliva extra-virgem.

Palavras-chaves: Proteína. Filme biodegradável. Amido. Oxidação.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the effect of guabiroba pulp merger (*Campomanesia xanthocarpa*) (PG) in barrier properties, mechanical and optical composite films and verify the antioxidant effect in olive oil packaging. This study was divided into three stages. In the first step they were prepared composite films of gelatin (GEL) 5 to 10% native corn starch (AMN) 2 to 4% and glycerol (GLY) 10% (relative to dry mass of AMN and GEL) as plasticizer in the proportions 2: 1, 1: 1 and 1: 2. It was characterized as: Visual and tactile analysis, humidity, water activity (a_w), thickness, permeability to water vapor (PVA), water solubility (SOL), tensile strength (RT), percent elongation (ELO) and opacity (OP). The film obtained best results as PVA, is selected for the second stage, which consisted of the preparation of films active compounds (with addition of PG to 10 and 20% w/v) and featuring the same properties as the first step. The film that won best result as the PVA in the second stage, was selected for the third stage, which consisted of preparing sachets to verify the antioxidant effect in extra-virgin olive oil packaging through the acid value (IA), index peroxide (IP), the presence of phenolic compounds (CF) and determination of TBARS for 15 days. The range of concentrations used both gel (5 to 10%) as AMN (2 to 4%), as well as the studied ratios (2: 1, 1: 1 and 1: 2) showed significant differences in properties analyzed. The composite film prepared with 5% GEL and 2% of AMN in the ratio 1:1, was selected for the second stage of labor, it stood out among the other formulations as the analysis of PVA (3.88 g.mm/m².d.kPa) and SOL (19.78%). Addition of PG (10 and 20%) in the film compound caused reduction in RT and increasing PVA, SOL, ELO and OP. The film active compound with 10% PG was selected for the third stage of labor, as had lower amount of PVA (6.75 g.mm/m².d.kPa) compared to the film active compound with 20% (12, 95 g.mm/m².d.kPa). The composite films prepared in sachets with addition of 10% PG showed is weak compared to sachets without addition of PG. At the end of the conditioning period (15 days), the IA values and olive oil IP both the film prepared with PG and control not reached the maximum allowed by law. The CF values showed that in time to the time 0 days 7 days, there was a decrease in CF of olive oil, but on day 15, such values do not change significantly. Thus, we can conclude that the results obtained in this study may be useful for future studies and applications using active and biodegradable films for food products, as proved applicable in the extra-virgin olive oil packaging.

Keywords: Protein. Biodegradable film. Starch. Oxidation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Representação esquemática e foto, respectivamente, de: a) cobertura (ASSIS e LEONI, 2003) e b) filme (SIQUEIRA, 2004).	16
Figura 2 - Matérias primas utilizadas na elaboração de coberturas e filmes biodegradáveis... 17	
Figura 3 - Ciclo de degradação dos polímeros biodegradáveis provenientes de fontes renováveis.	20
Figura 4 - Funções básicas das embalagens, juntamente com a atuação das embalagens ativas e inteligentes.	22
Figura 5 - Estrutura da amilose (a) e amilopectina (b).	25
Figura 6 - Esquema de formação do filme de amido.....	26
Figura 7 - Desnaturação do colágeno.	27
Figura 8 - Estrutura química do glicerol.....	28
Figura 9 - Guabiroba (<i>Campomanesia xanthocarpa</i>).....	30
Figura 10 - Permeação de vapor de água em filmes poliméricos.....	33
Figura 11 - Fluxograma de metodologia de elaboração dos filmes compostos de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), plastificados com glicerol (GLI).	42
Figura 12 - Fluxograma de metodologia de elaboração dos filmes compostos de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), polpa de guabiroba (PG), plastificados com glicerol (GLI).	43
Figura 13 - Esquema da análise da permeabilidade a vapor de água.	45
Figura 14 - Sachês para armazenamento de azeite de oliva, em porções individuais, produzidos a partir de: a) GEL (5%), AMN (2%) e GLI e b) GEL (5%), AMN (2%), PG (10%) e GLI.....	48
Figura 15 - Filmes elaborados com gelatina (GEL) e amido de milho nativo (AMN), adicionado de glicerol (GLI) em diferentes proporções.	51
Figura 16 - Opacidade dos filmes compostos de gelatina, amido de milho nativo, plastificados com glicerol. GEL= gelatina; AMN= amido de milho nativo. (2_1, 1_1, 1_2): proporção de gelatina/amido.	60
Figura 17 - Filmes compostos de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN) com adição de polpa de guabiroba (PG): a)10% de PG; b)20% de polpa.	62
Figura 18 - Opacidade dos filmes compostos de gelatina, amido de milho nativo, polpa de guabiroba 10 e 20%, plastificados com glicerol. GEL= gelatina; AMN= amido de milho nativo; PG= polpa de guabiroba. (1_1): proporção de gelatina/amido.	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Faixa de temperatura de gelatinização de alguns tipos de amido.....	25
Tabela 2- Formulação de elaboração dos filmes compostos de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN) e glicerina (GLI).	40
Tabela 3-Teor de umidade dos filmes elaborados com gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN) com glicerina (GLI).	52
Tabela 4-Espessura, permeabilidade a vapor de água e solubilidade dos filmes de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), plastificados com glicerol (GLI).	55
Tabela 5-Propriedades mecânicas (resistência a tração e alongação) dos filmes de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), plastificados com glicerol (GLI).	58
Tabela 6-Teor de umidade dos filmes elaborados com gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), com adição de 10 e 20% de polpa de guabiroba (PG), plastificados com glicerol(GLI).	63
Tabela 7-Espessura, permeabilidade a vapor de água e solubilidade dos filmes de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), polpa de guabiroba (PG) (10 e 20%), plastificados com glicerol (GLI).	64
Tabela 8-Resistência à tração (RT) e alongação (ELO) dos filmes de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), polpa de guabiroba (PG) (10 e 20%), plastificados com glicerol. ...	66
Tabela 9-Valores obtidos na análise de Índice de Acidez (IA).	69
Tabela 10-Valores obtidos na análise de Índice de Peroxido (IP).	70
Tabela 11 - Valores obtidos de Compostos Fenólicos (CF) no azeite armazenado nos filmes controle e com PG.	71

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 OBJETIVOS	15
2.1 OBJETIVO GERAL	15
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	15
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
3.1 FILMES E COBERTURAS COMESTÍVEIS E BIODEGRADÁVEIS	16
3.1.1 Filmes biodegradáveis.....	19
3.1.2 Filmes ativos	21
3.2 MATÉRIAS-PRIMAS UTILIZADAS EM FILMES BIODEGRADÁVEIS	24
3.2.1 Amido.....	24
3.2.2 Gelatina	26
3.2.3 Glicerol.....	28
3.3 GUABIROBA (<i>Campomanesia xanthocarpa</i>)	29
3.4 PROPRIEDADES E CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES BIODEGRADÁVEIS	31
3.4.1 Espessura.....	31
3.4.2 Propriedades de barreira ao vapor de água (PVA)	32
3.4.3 Solubilidade em água	33
3.4.4 Propriedades mecânicas (resistência a tração e porcentagem de alongação)	34
3.4.5 Opacidade.....	35
3.5 AZEITE DE OLIVA	35
4 MATERIAL E MÉTODOS	39
4.1 MATERIAIS	39
4.2. EQUIPAMENTOS.....	39
4.3. REAGENTES	39
4.4 MÉTODOS	40
4.4.1 Elaboração das soluções à base de gelatina (GEL)	41
4.4.2 Elaboração de biofilmes à base de amido de milho nativo (AMN)	41
4.4.3 Elaboração de filmes compostos	41
4.4.4 Elaboração de filmes compostos ativos.....	42
4.5 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES COMPOSTOS E COMPOSTOS ATIVOS	43
4.5.1 Aspecto visual	43
4.5.2 Umidade	44
4.5.3 Atividade de água (a_w).....	44
4.5.4 Espessura.....	44
4.5.5 Permeabilidade ao vapor de água (PVA)	44
4.5.6 Solubilidade em água (SOL)	46
4.5.7 Propriedades mecânicas (RT e ELO)	46
4.5.8 Opacidade (OP)	47
4.6 MOLDAGEM DOS FILMES	47
4.7 MONITORAMENTO DA ESTABILIDADE DO AZEITE DE OLIVA	48
4.7.1 Índice de Acidez (IA)	49
4.7.2 Índice de Peróxidos (IP)	49
4.7.3 Teor de compostos fenólicos (CF)	49
4.7.4 Determinação de substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS).....	49
4.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA	50
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	51

5.1 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES COMPOSTOS DE GELATINA (GEL) E AMIDO DE MILHO NATIVO (AMN)	51
5.1.1 Análise visual e tátil	51
5.1.2 Umidade e Atividade de Água (a_w)	52
5.1.3 Espessura, permeabilidade a vapor de água (PVA) e solubilidade (SOL)	54
5.1.4 Resistência a tração (RT) e alongação (ELO)	57
5.1.5 Opacidade (OP)	59
5.2 FILME COMPOSTO SELECIONADO	61
5.3 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES COMPOSTOS ATIVOS, ADICIONADOS DE POLPA DE GUABIROBA (PG)	61
5.3.1 Análise visual e tátil	61
5.3.2 Umidade e Atividade de Água (a_w)	62
5.3.3 Espessura, permeabilidade a vapor de água (PVA) e solubilidade (SOL)	63
5.3.4 Resistência a tração (RT) e alongação (ELO)	66
5.3.5 Opacidade (OP)	67
5.4 FILME COMPOSTO ATIVO SELECIONADO	69
5.5 MONITORAMENTO DA ESTABILIDADE DO AZEITE DE OLIVA	69
5.5.1 Índice de Acidez (IA)	69
5.5.2 Índice de Peróxido (IP)	70
5.5.3 Teor de Compostos Fenólicos (CF)	71
5.5.4 Determinação de substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS)	72
6 CONCLUSÃO	73
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	74
ANEXOS I – Certificado de Análise do amido de milho nativo	87

1 INTRODUÇÃO

Diversos métodos são utilizados para a conservação de alimentos, dentre eles estão os métodos físicos como: pasteurização, esterilização comercial, congelamento, etc, e métodos químicos: aditivos químicos, salga, defumação, etc. Usualmente, utilizam-se esses métodos de forma combinada, sendo também necessária uma proteção física ao produto, adquirida através do uso de uma embalagem adequada (SOUZA, 2001). As embalagens possuem a função de proteger e conservar os alimentos, mantendo-os sem consideradas alterações em sua qualidade e composição, reduzindo também, a ação de fenômenos (SOLDÁ; NEVES, 2013), como a oxidação lipídica, que pode ocorrer em produtos como o azeite de oliva acarretando na diminuição de sua vida de prateleira.

Existem inúmeras opções de embalagens no mercado, sendo as mais utilizadas as embalagens de vidro e latas metálicas, em virtude das suas propriedades mecânicas e de barreira ao vapor de água e gases. Comumente, também são utilizados filmes plásticos flexíveis, que garantem proteção desejada para muitos produtos, porém causam sérios problemas ambientais (SOBRAL et al., 1997).

As embalagens convencionais contribuem para a produção de resíduos no Brasil, o qual produz cerca de 240 mil toneladas diariamente, sendo este valor superior ao da Suécia (10.400 t/dia) e Alemanha (85.000 t/dia) e inferior aos Estados Unidos (607.000 t/dia) (FARIAS et al., 2012b). Quanto à composição deste lixo, cerca de 50% é proveniente de matéria orgânica, sendo o restante composto de resíduos orgânicos, os quais são constituídos de plásticos sintéticos, que variam de 50 a 200 anos para se decompor no ambiente (DIAS, 2002). Atualmente, muitos países já reconhecem a necessidade de diminuir a quantidade de materiais de difícil degradação, principalmente os plásticos sintéticos, realizando esforços em pesquisas para encontrar alternativas viáveis (FARIAS et al., 2011). Assim, uma das soluções encontradas é o desenvolvimento de embalagens e filmes biodegradáveis, que utilizam polímeros provenientes de fontes renováveis não agressivos ao meio ambiente (SOUZA, 2001).

O desenvolvimento de filmes biodegradáveis a base de fontes renováveis, ganhou maior interesse nos últimos anos, devido ao impacto ambiental que polímeros sintéticos, utilizados para confecções de embalagens convencionais, causam ao meio ambiente. Aliado a isso, cada vez mais consumidores buscam produtos com maior qualidade, maior vida de prateleira e de preferência, que não causem danos ambientais.

As vantagens dos filmes biodegradáveis têm despertado interesse, em virtude de suas múltiplas funções: (i) controlar a permeabilidade de oxigênio e dióxido de carbono, (ii) controlar a migração de vapor d'água e (iii) de compostos lipídicos nos alimentos. Além disso, também podem ser introduzidos aditivos a esses filmes, tais como: aromas, antioxidantes e agentes antimicrobianos, que melhoram a integridade do produto, além de proporcionar uma barreira adicional, dependendo do agente adicionado (KESTER; FENNEMA, 1986).

Embalagem ativa é um conceito inovador, definido como um tipo de embalagem que atua nas condições de armazenamento, prolongando a vida de prateleira e melhorando a segurança ou propriedades sensoriais, enquanto mantém a qualidade do produto (SOARES et al., 2002). Entre as substâncias que promovem tais efeitos podemos destacar os agentes antimicrobianos e antioxidantes. O uso de embalagens antioxidantes em sistemas alimentícios podem reduzir as reações de oxidação (CAETANO et al., 2009), sendo uma vantagem principalmente nas indústrias alimentícias, pois essas reações são responsáveis pela formação de sabor e aroma indesejável, afetando a qualidade nutricional, físico-química e sensorial dos produtos alimentícios (RAVELLI, 2011).

As embalagens ativas que utilizam agentes antioxidantes, normalmente empregam antioxidantes sintéticos, no entanto, o uso dos mesmos tem sido questionado, pois diversos trabalhos afirmam que estes antioxidantes promovem efeitos tóxicos e carcinogênicos aos indivíduos (BERNARDO-GIL; RIBEIRO; ESQUÍVEL, 2002). Com isso, a busca por antioxidantes naturais, extraídos de vegetais, frutas e especiarias, que sejam capazes de retardar a oxidação de alimentos e substituir os aditivos sintéticos, tem despertado interesse entre os pesquisadores (RAVELLI, 2011).

A guabiroba (*Campomanesia xanthocarpa*) é uma planta alimentícia pertencente à família *Myrtaceae*, sendo nativa do Brasil e encontrada desde o estado de Minas Gerais até o Rio Grande do Sul (SANT'ANA, 2012). Dentre as frutas que possuem a presença de compostos antioxidantes naturais, a guabiroba constitui uma importante fonte, pois em sua composição são encontrados compostos fenólicos e o ácido ascórbico (ALVES et al., 2013). Assim, além do efeito antioxidante, esses compostos possuem ação benéfica para ao organismo humano, devido também a sua atividade anti-inflamatória, podendo interferir em alguns processos carcinogênicos do organismo humano (SILVA et al., 2010). Dessa maneira, a utilização desse aditivo na elaboração de um filme pode ser interessante, pois além de ser incorporado em matrizes biodegradáveis, possui também ação antioxidante, a qual pode ser

uma alternativa para diminuir a oxidação lipídica de produtos, bem como, promover efeitos benéficos ao organismo humano.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Elaborar filmes biodegradáveis e avaliar o efeito da incorporação de polpa de guabiroba (*Campomanesia xanthocarpa*) nas propriedades de barreiras, mecânicas e ópticas e verificar o efeito antioxidante no acondicionamento de azeite de oliva.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Elaboração dos filmes biodegradáveis, compostos de gelatina e amido de milho nativo, nas proporções de 1:1, 1:2 e 2:1 adicionados de glicerol;
- Caracterização dos filmes biodegradáveis, quanto à análise visual e tátil, umidade, atividade de água, espessura, permeabilidade ao vapor de água, solubilidade em água, resistência a tração, porcentagem de alongação e opacidade;
- Elaboração dos filmes biodegradáveis ativos, através da incorporação da polpa de guabiroba (10 e 20%);
- Caracterização dos filmes biodegradáveis ativos, quanto à análise visual e tátil, umidade, atividade de água, espessura, permeabilidade ao vapor de água, solubilidade em água, resistência a tração, porcentagem de alongação e opacidade;
- Avaliar o efeito antioxidante do filme biodegradável ativo no acondicionamento de azeite de oliva extra-virgem.

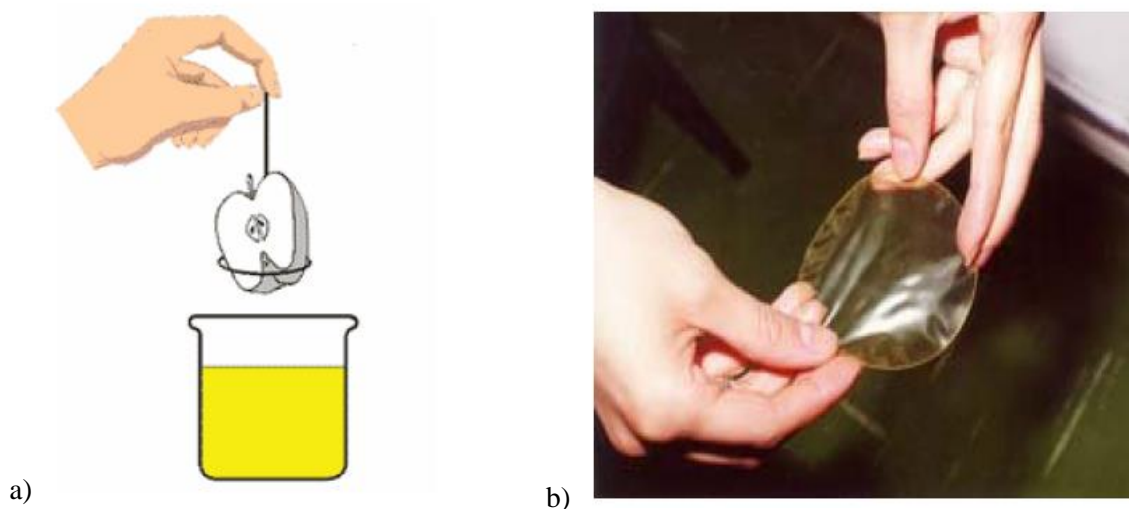
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 FILMES E COBERTURAS COMESTÍVEIS E BIODEGRADÁVEIS

O uso de filmes e coberturas na conservação de alimentos foi empregado pelos chineses no século XII, com o intuito de retardar a desidratação e melhorar a aparência de frutas cítricas (CUQ et al., 1995; THARANATHAN, 2003). Atualmente, são usados em uma variedade de aplicações, como: revestimento para linguiça, coberturas de ceras para frutas, nozes e verduras (DONHOWE; FENNEMA, 1994).

Os termos “filme” e “cobertura” são usados, muitas vezes, sem distinção. Entretanto, a diferença básica é que as coberturas são formadas diretamente sobre a superfície do alimento (Figura 1a), enquanto que filmes (Figura 1b), são pré-formados separadamente, sendo posteriormente utilizado no produto (KROCHTA; DE MULDER-JOHNSTON, 1997).

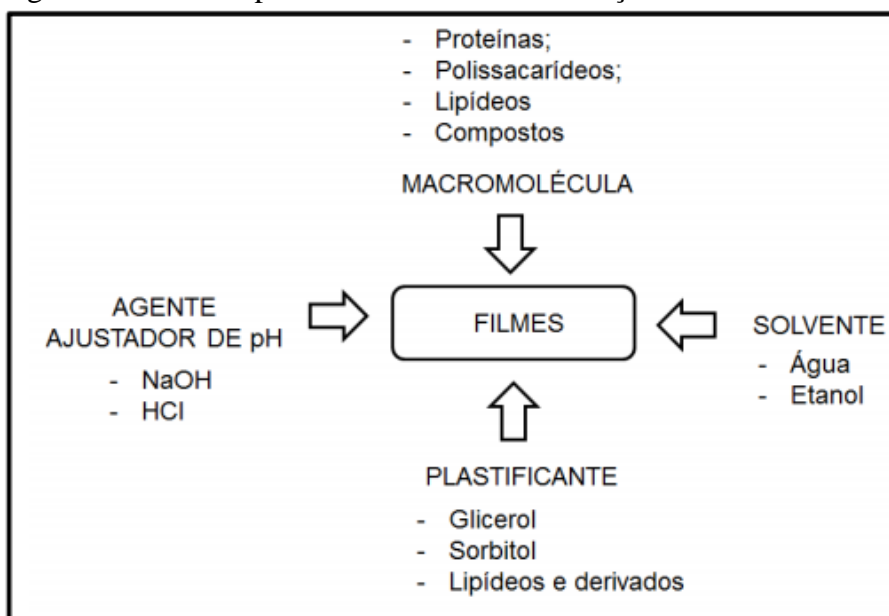
Figura 1- Representação esquemática e foto, respectivamente, de: a) cobertura (ASSIS e LEONI, 2003) e b) filme (SIQUEIRA, 2004).



Em sistemas alimentícios os filmes e coberturas são usados com diversas finalidades: (i) retardar a perda de umidade, aroma e a cor dos produtos, (ii) reduzir a taxa de respiração, (iii) melhorar a integridade mecânica e textura e (iv) inibir crescimento de microrganismos (MORETTI, 2007). Além disso, podem apresentar em sua estrutura compostos ativos tais como: antioxidantes, flavorizantes e antimicrobianos (KROCHTA; DE MULDER-JOHNSTON, 1997), os quais proporcionam uma barreira adicional aos filmes.

Nos filmes, diversos componentes são utilizados para sua elaboração, sendo suas formulações constituídas de, pelo menos, um agente formador de filme (proteína, carboidratos, lipídeos, etc), plastificante (glicerol, sorbitol, etc.), solvente (água, etanol, água/etanol, etc), agente ajustador de pH (ácido acético, hidróxido de amônio, etc) e aditivos (antioxidantes, antimicrobianos, vitaminas, etc) (Figura 2) (ANTUNES, 2003; BERTAN, 2008).

Figura 2 - Matérias primas utilizadas na elaboração de coberturas e filmes biodegradáveis



Fonte: Pavlath; Ortis (2009).

Os filmes a base de proteínas e polissacarídeos possuem boa resistência mecânica e permeabilidade a gases, entretanto são sensíveis a umidade, devido sua característica hidrofílica. Já os filmes elaborados a base de lipídeos, devido sua natureza hidrofóbica, apresentam boa barreira a umidade, porém baixa resistência a tração (DONHOWE; FENNEMA, 1994). Cada uma dessas matérias primas possui vantagens e desvantagens, desta forma, utiliza-se a combinação de materiais, no qual podem resultar em melhores propriedades funcionais dos filmes (MATTA JUNIOR, 2009; AMORIM, 2004).

De acordo com a União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC), os “plastificantes são substâncias incorporadas a plásticos com a finalidade de aumentar sua flexibilidade, processabilidade ou capacidade de alongamento” (FORINI, 2008). O uso de plastificantes na elaboração de filmes é fundamental, pois promove mudanças nas propriedades físicas, químicas e mecânicas dos filmes (MATTA JUNIOR, 2009). Além disso, por serem moléculas pequenas são facilmente retidas entre as cadeias poliméricas, afastando-

as uma das outras, reduzindo as forças de atração intermoleculares, aumentando a mobilidade das cadeias, melhorando a flexibilidade e extensibilidade dos filmes (LOPES; LOBO; COSTA, 2005; FORINI, 2008).

Entre os plastificantes utilizados estão os monossacarídeos (principalmente a frutose), dissacarídeos (sacarose), polióis (glicerol, sorbitol, entre outros), lipídios e derivados (REIS, 2011). O mecanismo de ação das moléculas do plastificante envolve a redução das forças de Van der Waals, que agem entre as cadeias poliméricas, diminuindo a atração molecular e aumentando a flexibilidade dos mesmos (FORINI, 2008). Estes agentes possuem caráter hidrofílico, devido à presença de grupos hidroxila na cadeia, o que possibilita uma interação satisfatória com o amido (SOUZA; SILVA; DRUZIAN, 2012).

Filmes biodegradáveis com diferentes agentes plastificantes têm sido estudados nos últimos anos. Moro et al., (2013) avaliou o efeito da adição de diferentes concentrações de glicerol (30, 31, 33, 35 e 36%), como plastificante, em filmes biodegradáveis de amido de mandioca e albedo de maracujá. O autor constatou que não foram observadas modificações quanto às propriedades avaliadas (espessura, solubilidade em água, transmitância de luz e ângulo de contato). Já Santana (2010) utilizou vários tipos de plastificantes (glicerol, manitol, xilitol, sorbitol, entre outros), em filmes biodegradáveis de alginato de cálcio, e obteve resultados satisfatórios de ação plastificante do glicerol e xilitol.

O ajustador de pH é um aditivo empregado na elaboração de filmes, principalmente em filmes proteicos, pois o mesmo atua colaborando na solubilidade das proteínas, fazendo com que as mesmas permaneçam distantes de seus pontos isoelétricos, permitindo a sua solubilização e geleificação (WOLF, 2007). Vários são os solventes utilizados na elaboração de filmes comestíveis, sendo eles: água, etanol ou a combinação de ambos (KESTER; FENNEMA, 1986). A solubilidade do agente formador está relacionada com a capacidade do mesmo interagir com o solvente usado, sendo este um aspecto determinante na formação de filmes, pois é necessário que ocorra a solubilidade total do polímero utilizado na solução formadora de filme (SOARES, 2012). Muitos trabalhos utilizam a água como solvente para elaboração de filmes biodegradáveis (MATTEI et al., 2013; ROCHA et al., 2014; ALMEIDA et al., 2013; PIRAN et al., 2008), bem como também o etanol, utilizado no estudo de Serna (2015) para elaboração de filmes biodegradáveis à base de zeína.

Desta forma, o tipo de solvente e o pH da solução, utilizados na elaboração das soluções formadoras de filmes, são aspectos que podem ser modificados para melhorar e/ou alterar as propriedades dos filmes (ARVANITOYANNIS; NAKAYAMA; AIBA, 1998). Os filmes biodegradáveis podem ser obtidos por meio de vários processos, dentre os principais

estão: *casting*, revestimento por imersão e extrusão. A técnica *casting* consiste no espalhamento da solução filmogênica sobre uma superfície lisa onde, no processo de secagem, o solvente tende a evaporar em condições ambientes ou em umidade relativa controlada (CUQ et al., 1995; BRIZOLA, 2013).

O revestimento por imersão ou aspersão, conhecido como “cobertura”, consiste na elaboração da solução formadora de filme, sendo posteriormente pulverizada sobre a superfície do alimento, ou o alimento é imerso nesta solução, que após a sua secagem, forma a camada protetora na superfície do alimento (THARANATHAN, 2003; BOURTOOM, 2008). Já o processo de extrusão consiste na passagem forçada do polímero fundido pela adição de calor, por um molde, de modo a se obter a forma final desejada (KRISHNA, NINDO e MIN, 2012).

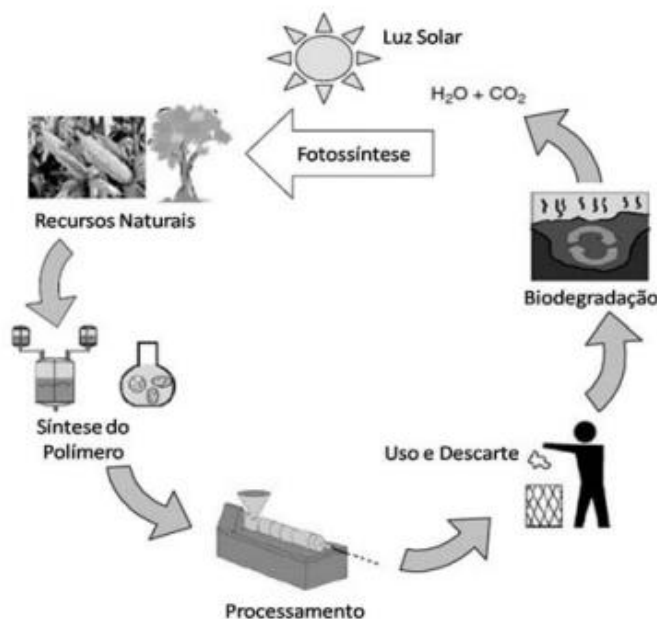
3.1.1 Filmes biodegradáveis

Filmes biodegradáveis podem ser definidos como camadas finas de um material, podendo 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 (GUILBERT, GONTARD; GORRIS, 1996).

A biodegradação (Figura 3), é um processo natural onde materiais orgânicos são convertidos em fragmentos de baixa massa molar, que são mineralizados e através de ciclos elementares, redistribuídos. É importante ressaltar que os microrganismos (fungos e bactérias), têm um papel importante neste processo (CHANDRA; RUSTGI, 1998) que pode ocorrer em condições anaeróbias e aeróbias e, em ambos os casos, não há a liberação de substâncias tóxicas e resíduais no ambiente (CARR, 2007).

Fechine (2010) afirma que a biodegradação ocorre basicamente em dois estágios: despolimerização e mineralização. A despolimerização ocorre devido à quebra das ligações poliméricas da embalagem, o que conseqüentemente fragmenta o material, ocorrendo um o aumento da área de contato do polímero com o microrganismo e suas enzimas, iniciando a decomposição das macromoléculas em cadeias menores. Já a etapa de mineralização, ocorre quando os fragmentos são muito pequenos para serem transportados para o interior dos organismos vivos presentes no solo. Assim, são transformados em biomassa e posteriormente mineralizados, com a formação de metano, gás carbônico, hidrogênio, nitrogênio, água e sais minerais.

Figura 3 - Ciclo de degradação dos polímeros biodegradáveis provenientes de fontes renováveis.



Fonte: Adaptado de Mohanty et al., (2005).

Os polímeros biodegradáveis demoram cerca de 6 a 12 meses para se degradar, enquanto que os polímeros sintéticos levam 40, 50 ou até 200 anos para se decompor no meio ambiente (COUTINHO et al., 2004). Desta maneira, nos últimos anos, houve um grande interesse, em relação aos polímeros biodegradáveis, principalmente no desenvolvimento de novos produtos que provoquem menor impacto ambiental (BONA, 2007).

Entre os materiais que são utilizados para elaboração de filmes biodegradáveis, os materiais de origem agrícola apresentam destaque, pois estão disponíveis o ano todo, são relativamente baratos e advindos de fonte renovável (CARR, 2007). Assim dentre as matérias primas mais utilizadas estão: polissacarídeos, proteínas e lipídios. Geralmente, ocorre o uso combinado desses materiais, pois cada grupo desses materiais, utilizados na formulação dos filmes, tem suas vantagens e desvantagens. Dessa maneira, muitos filmes atualmente são produzidos através da combinação dos mesmos (ASSIS; BRITO, 2014; ROSENTHAL, 2008).

Atualmente muitos estudos têm sido desenvolvidos buscando produzir polímeros biodegradáveis com a utilização de fontes renováveis. Henrique, Cereda e Sarmiento (2008) desenvolveram filmes biodegradáveis elaborados com diferentes tipos de amidos modificados de mandioca, e constataram que os mesmos mostraram-se manuseáveis, transparentes e bem homogêneos. Além disso, não houve interferência da espessura na permeabilidade ao vapor

d'água, e independente do tipo de amido, os filmes foram mais permeáveis, quando comparados com o filme de PVC (Cloro de Polivinil).

Brito et al., (2013) elaboraram filmes biodegradáveis por meio de extrusão, utilizando o amido de mandioca, gelatina, PBAT (polibutileno adipato co-tereftalato), glicerol e óleo essencial de orégano. Os resultados mostraram que os filmes elaborados com a adição do óleo essencial de orégano, promoveram uma diminuição na resistência mecânica, mas apresentaram ganho na flexibilidade e elasticidade. Porém, a adição da gelatina tornou os filmes, opacos e menos resistentes mecanicamente, mas ambos os componentes adicionados, não modificaram a permeabilidade ao vapor d'água e a solubilidade dos biofilmes formados.

3.1.2 Filmes ativos

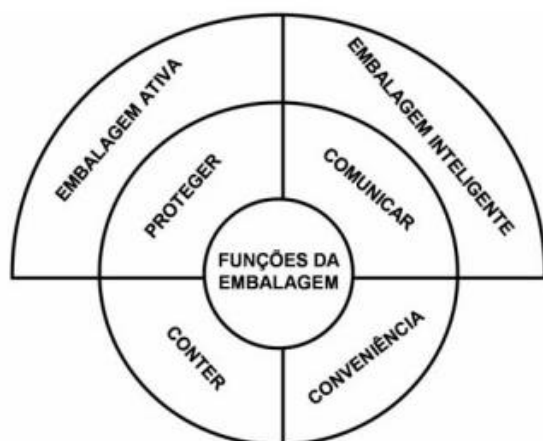
As principais funções das embalagens convencionais são (Figura 4) conter, comunicar, proteger e conferir conveniência ao produto elaborado, preservando ao máximo a qualidade do mesmo, prolongando também a sua vida de prateleira (YAM; TAKHISTOV; MILTZ, 2005, SANTOS; YOSHIDA, 2011). Além disso, elas possuem uma mínima interação entre a embalagem e o conteúdo durante as etapas de armazenamento e distribuição. Contudo, as embalagens convencionais estão lentamente perdendo espaço para as embalagens “ativas” e “inteligentes” que interagem e promovem aumento de vida de prateleira do produto, incorporando também substâncias de interesse, além de assegurar qualidade e proporcionar maiores informações aos consumidores sobre o estado atual do produto quando comparadas às embalagens convencionais (BRAGA; PERES, 2010).

Segundo Soares et al., (2002) a embalagem ativa é um tipo de embalagem que atua nas condições de armazenamento do alimento, prolongando a vida de prateleira e melhorando a segurança ou as propriedades sensoriais, enquanto mantém a qualidade do produto. Esse tipo de tecnologia vem sendo utilizada em um grande número de produtos alimentícios tais como: bolos, pães, pizza, massa fresca, peixe, chá, feijão, farinhas, vinhos, “snacks”, frutas e hortaliças, entre outros (VERMEIREN et. al., 2000).

Os compostos ativos que estão sendo normalmente incorporados ao material da embalagem são substâncias bactericidas, antioxidantes, anti-tumores, antimicrobianos, enzimas, entre outros (SANTOS e YOSHIDA, 2011). Bertan (2008) em seu estudo no desenvolvimento de filmes ativos de gelatina e diferentes tipo de amido, utilizou como agente antimicrobiano, sorbato de potássio nas concentrações 2 e 4% (m/v), para embalar pão de

forma. A autora constatou que o uso de filmes entre as fatias provocou aumento da firmeza, diminuição da umidade e da atividade de água do produto, porém, na análise microbiológica, não constatou diferença significativa entre a estocagem com filmes ativos e o controle, na conservação do pão fatiado. Pelissari (2009) incorporou 1% de óleo de orégano, como agente antimicrobiano, em filmes de amido de mandioca, quitosana plastificados com glicerol e constatou que o mesmo possibilita ação antimicrobiana para 4 microrganismos testados (*E. coli*, *L. monocytogenes*, *S. typhimurium* e *S. aureus*). Já Silva (2009) em seu estudo empregou como agente antioxidante derivados de cacau e café, em embalagens biodegradáveis ativas à base de amido de mandioca, plastificados com sacarose e açúcar invertido. Este autor concluiu que, quanto maior o teor de antioxidantes presentes na embalagem, maior é a estabilidade do produto embalado contra a oxidação.

Figura 4 - Funções básicas das embalagens, juntamente com a atuação das embalagens ativas e inteligentes.



Fonte: Adaptado de Yam, Takhistov e Miltz (2005).

Em virtude da infinidade de agentes ativos que podem ser incorporados nas embalagens, é primordial o conhecimento dos processos fisiológicos, físicos e químicos que envolvem o alimento a ser embalado, pois segundo Braga e Peres (2010) cada alimento possui o seu mecanismo de degradação, podendo variar de acordo com o tipo de processamento e a sua composição. Deste modo, diversos processos podem ocorrer internamente nas embalagens que dependem das propriedades do alimento e da interação com o ambiente que o cerca e consequentemente, tais eventos influenciam na escolha do agente ativo a ser incorporado na embalagem.

Para Azeredo, Faria e Azeredo (2000) os filmes compostos de sistemas ativos constituem uma ferramenta tecnológica importante para aumentar a vida de prateleira dos produtos alimentícios, principalmente, aqueles que são suscetíveis à oxidação. O uso de embalagens antioxidantes consiste na adição de compostos que possuem atividade antioxidante em filmes plásticos, papéis ou sachês, de onde são liberadas, retardando as reações de oxidação (CAETANO et al., 2009).

Os compostos antioxidantes normalmente utilizados para conservação de alimentos são o BHA (butil-hidroxianisol), BHT (butil-hidroxitolueno) e o TBHQ (tertbutil-hidroquinona), no entanto, o uso dos mesmos tem sido questionado, pois diversos trabalhos afirmam que estes apresentam efeitos tóxicos e carcinogênicos aos indivíduos (BERNARDOGIL; RIBEIRO; ESQUÍVEL, 2002). Assim, a busca por antioxidantes naturais extraídos de vegetais, frutas e especiarias, que são capazes de retardar o processo de oxidação de alimentos e substituir os aditivos sintéticos, tem aumentado o interesse dos pesquisadores (RAVELLI, 2011).

Diversos estudos têm sido realizados visando verificar a potencialidade dos antioxidantes naturais na elaboração de filmes ativos. Reis (2011) avaliou a aplicação de filmes de fécula de mandioca, plastificados com glicerol, com adição de polpa de manga (até 20% m/m) e extrato de erva-mate (até 30% m/m), como fontes de compostos ativos, na conservação do produto (azeite de dendê) embalado. Os resultados demonstraram que os antioxidantes provenientes da polpa de manga e do extrato de erva mate, permaneceram na matriz do filme, mesmo após 45 dias de estocagem. Além disso, os filmes com a maior concentração dos aditivos, diminuíram a oxidação do azeite de dendê embalado, onde o que possuía baixas concentrações na matriz apresentou índice de peróxido de 107,0 meq kg⁻¹, enquanto que o com alta concentração de aditivos, obteve 87,50 meq kg⁻¹.

Resultados semelhantes foram relatados por Santana et al., (2013) que desenvolveu embalagens biodegradáveis ativas a base de quitosana, glicerol e urucum, em diferentes proporções (0,25, 0,5 e 1,0 %). Os filmes ativos incorporados com a concentração máxima de urucum conferiram um pronunciado efeito protetor contra a oxidação lipídica do azeite de dendê embalado, no período estudado (0, 7, 15, 30 e 45 dias), obtendo ao final dos 45 dias um valor de índice de peróxido de 22,40 meq kg⁻¹, enquanto que o filme controle (sem aditivos) obteve 63,02 meq kg⁻¹.

3.2 MATÉRIAS-PRIMAS UTILIZADAS EM FILMES BIODEGRADÁVEIS

As matérias-primas utilizadas na elaboração dos filmes comestíveis e biodegradáveis devem ser GRAS (Generally Recognized As Safe), compostos reconhecidos como seguros ao consumo pelo FDA (Food and Drug Administration) ou atender normas rigorosas, aplicadas a todos os ingredientes alimentares (KROCHTA, 2009).

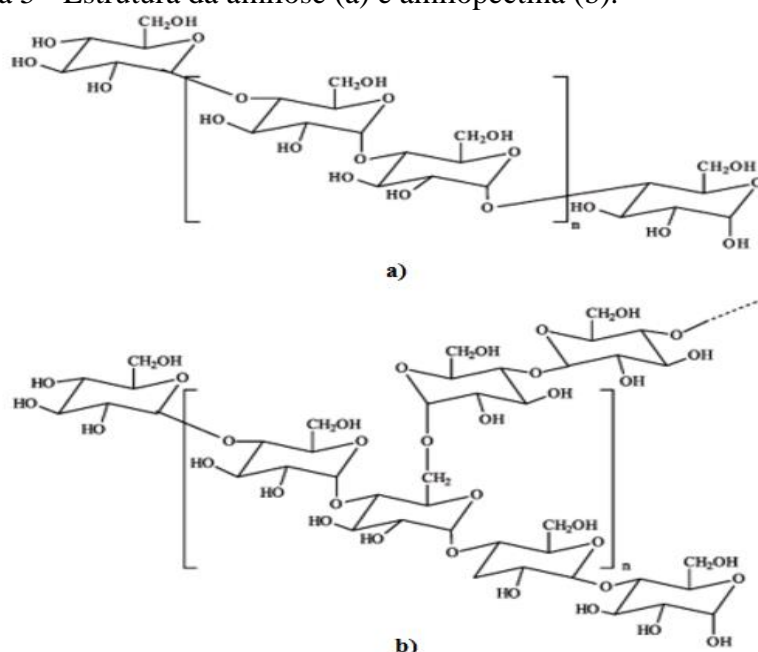
3.2.1 Amido

O amido é um polissacarídeo natural, que pertence à classe dos carboidratos sendo encontrado em abundância em sementes, raízes e tubérculos, em proporções que variam de acordo com a espécie e o grau de maturação. É considerada a fonte de energia mais importante dos vegetais, podendo ser obtidos de milho, mandioca, trigo, arroz e batata. (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007). Pela legislação brasileira (BRASIL, 2005), os amidos são definidos como produtos amiláceos extraídos de partes comestíveis de cereais, raízes, tubérculos ou rizomas, sendo denominados de fécula, os amidos extraídos das partes subterrâneas comestíveis (raízes, tubérculos e rizomas).

Os grânulos de amido são formados por uma mistura de dois polissacarídeos: a amilose e a amilopectina (Figura 5). A amilose possui cadeia linear de unidades de D-glicose unidas por ligações glicosídicas α -1,4 e seu teor, em amidos, é em torno de 17 a 30%, sendo que em alguns pode constituir até 75% (MAIA et al., 2000; RIBEIRO; SERAVALLI, 2007). A amilopectina possui estrutura ramificada com unidades de D-glicose unidas através das ligações α -1,4, sendo suas ramificações unidas através das ligações α -1,6 (ELLIS et al., 1998).

O arranjo estrutural do amido está organizado em regiões amorfas e cristalinas. Na região amorfa está presente a amilose, enquanto que na região cristalina estão presentes as cadeias laterais da amilopectina (PARKER; RING, 2001). Segundo Biliaderis (1991) a região amorfa é menos densa, sendo mais susceptível ao ataque enzimático absorvendo mais água em temperaturas abaixo da temperatura de gelatinização. Enquanto, que as regiões cristalinas possuem a capacidade de controlar o seu comportamento na presença de água tornando-os consideravelmente resistentes aos ataques químicos e enzimáticos.

Figura 5 - Estrutura da amilose (a) e amilopectina (b).



Fonte: Corradina (2005).

Os grânulos de amido quando aquecidos em excesso de água e a uma determinada temperatura, tendem a sofrer um processo conhecido como gelatinização. Esse fenômeno transforma o amido granular em uma pasta viscoelástica, que leva a diminuição da cristalinidade e destruição da ordem molecular, através do rompimento das ligações de hidrogênio (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010). Além disso, neste processo, ocorre lixiviação de compostos solúveis, principalmente a amilose, e ruptura total dos grânulos (DAMODARAN; PARKIN; FENNEMA, 2010). A energia requerida para que ocorra o processo de gelatinização, vai depender da fonte do amido, ocorrendo em determinadas faixas de temperaturas, como mostra a Tabela 1, onde estão elencadas algumas temperaturas de gelatinização para alguns tipos de amidos.

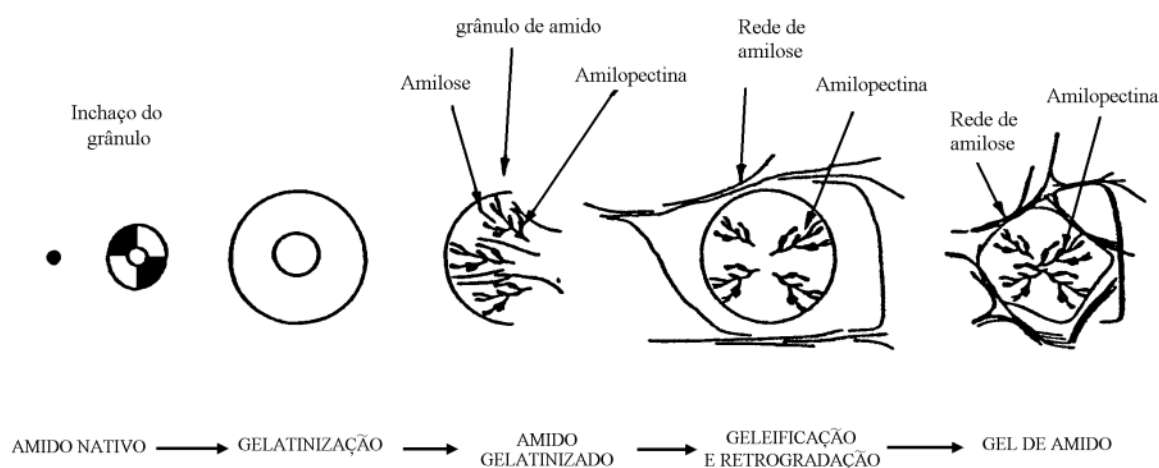
Tabela 1- Faixa de temperatura de gelatinização de alguns tipos de amido.

Amido	Intervalo de Temperatura de Gelatinização (°C)
Batata	56-66
Mandioca	58-70
Milho	62-72
Sorgo	68-75
Trigo	52-63
Milho Ceroso	63-72

Fonte: Feira (2010).

Após a gelatinização, as moléculas de amido iniciam a sua reassociação, passando por um conjunto de alterações, conhecido como retrogradação ou recristalização do amido. Esse tipo de alteração acontece quando as moléculas de amido começam a se aproximar o suficiente para formar pontes de hidrogênio, constituindo uma estrutura ordenada e cristalina (WURZBURG, 1986) (Figura 6).

Figura 6 - Esquema de formação do filme de amido



Fonte: Vicentini (2003).

Para a elaboração de filmes biodegradáveis, o amido é considerado a matéria-prima mais promissora, principalmente porque o mesmo apresenta baixo custo, grande produção mundial, permitindo várias possibilidades de modificação física, química ou genética, originando filmes resistentes. O polissacarídeo responsável pela capacidade do amido formar filme é a amilose, pois suas cadeias lineares apresentam a tendência de formar pontes de hidrogênio entre as moléculas, favorecendo a formação de filmes resistentes (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010). Na literatura diversos tipos de amido são empregados para elaboração de filmes biodegradáveis, sendo eles o amido de mandioca (SHIMAZU; MALI; GROSSMANN, 2007; KECHICHIAN et al., 2010; MACHADO, 2013), amido de milho (RIGO, 2006; BERTAN, 2008; HORN, 2012) e amido de pinhão (SILVA, 2011), amido de ervilha (MATTA JUNIOR, 2011).

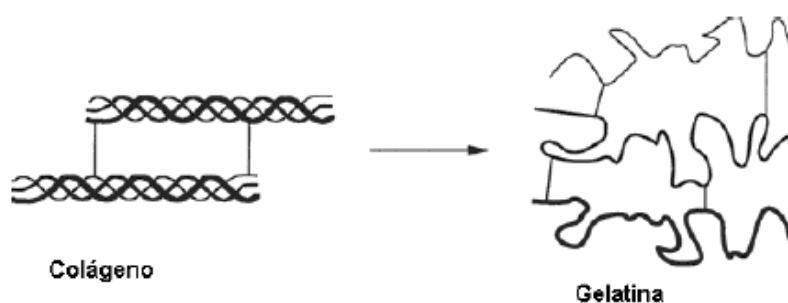
3.2.2 Gelatina

A gelatina é uma proteína solúvel em água e pode ser obtida não apenas da pele de suínos e bovinos, mas também de ossos e tecidos conectivos de animais (SARMENTO,

1999). Comercialmente, possui composição química que varia de 84 a 90% de proteína, 8 a 12% de água e 2 a 4% de sais minerais (SOUZA, 2008). Além disso, na sua composição, praticamente todos os aminoácidos estão presentes, com exceção somente do triptofano e da cisteína (POPPE, 1987).

O processo de obtenção da gelatina é realizado em duas etapas: primeiramente o colágeno é desnaturado a 40°C sendo submetida seguidamente a hidrólise (ácida ou básica), para a quebra de ligações covalentes. Pode ser classificada de duas maneiras: gelatina tipo A e gelatina tipo B. A gelatina tipo A recebe o pré-tratamento através de um precursor ácido, com um ponto isoelétrico entre 7 e 9, enquanto que gelatina tipo B no seu pré-tratamento se utiliza um precursor alcalino, obtendo um ponto isoelétrico de 4,6 a 5,2 (SARMENTO 1999). A desnaturação do colágeno acarreta na destruição da estrutura tripla helicoidal do colágeno. No entanto, no processo de geleificação, essa configuração é parcialmente recuperada, sendo uma das propriedades mais importantes da gelatina (MAMANI, 2009) (Figura 7).

Figura 7 - Desnaturação do colágeno.



Fonte: Hansen e Lee (1991) apud Mamani (2009).

As características da gelatina, como sua capacidade de formar gel e ser hidrocolóide, garante a ela uma infinidade de aplicações, tal como agente de geleificação (COSTA et al., 2011). A formação de gel (gelificação), envolve a renaturação da estrutura em seu estado desordenado, para estruturas de tripla hélice (presente no colágeno no estado nativo). A renaturação da tripla hélice atua como junções na formação da rede, mantendo a estrutura e as propriedades físicas do gel de gelatina (ACHET; HE, 1995).

Quanto as suas características, a gelatina é encontrada na cor branca ou levemente amarelada, com odor e sabor pouco pronunciável (ROSENTHAL, 2008). Pode ser dissolvida de forma direta ou indireta, sendo que no método indireto as partículas em repouso são levadas a aquecimento (60 a 80°C), até sua dissolução completa. A dissolução direta é obtida

adicionando água quente na temperatura de 60 a 80°C, sob forte agitação. No entanto, o método direto, devido a agitação, pode proporcionar que a gelatina forme espuma (JOHNSTON-BANKS, 1990 apud SANTOS, 2012).

Os filmes, com a adição de gelatina, são obtidos através da solubilização, aquecimento e desidratação da solução. Estes filmes apresentam resistência e principalmente flexibilidade, sendo eficazes também como barreiras às trocas gasosas, contudo possuem baixa resistência ao vapor de água (WOLF, 2007).

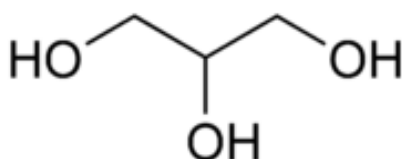
Trabalhos vêm sendo realizados utilizando a gelatina para a obtenção de filmes. Brazeiro et al., (2014), elaboraram filmes à base de gelatina suína e de pescado, com adição de glicerol, em diferentes proporções (0, 15 e 30%), e avaliaram o filme obtido quanto permeabilidade ao vapor de água (PVA). Os autores relataram que, com o aumento da quantidade de glicerol adicionado aos filmes de gelatina, aumentou a permeabilidade ao vapor de água dos filmes obtidos. Os autores explicaram que este comportamento ocorre devido aos plastificantes, como o glicerol possuírem característica higroscópica, atraindo mais água para dentro dos filmes.

Cao; Fu e He (2007) em estudos sobre as propriedades físicas de filmes, com isolado protéico de soja e gelatina, em diversas proporções (10:0; 8:2; 6:4; 4:6; 2:8 e 0:10), constataram que, com o aumento da proporção de gelatina, ocorreu uma elevação da transparência e resistência a tração dos filmes compostos.

3.2.3 Glicerol

Segundo a IUPAC o glicerol ou propano-1,2,3-triol (Figura 8) é um composto orgânico ligado a ácidos graxos (ácido esteárico, palmítico e láurico), formando a molécula de triacilglicerol. Em temperatura ambiente (25°C) é líquido, higroscópico, viscoso e possui sabor adocicado (ALVES et al., 2007).

Figura 8 - Estrutura química do glicerol.



Fonte: Tang, Alavi e Herald (2008).

O glicerol é um dos agentes plastificantes mais efetivos e mais utilizados, pois possui maior capacidade de interação com as moléculas de amido, fornecendo maior mobilidade as cadeias da matriz polimérica dos filmes, devido ao fato de que, na sua estrutura química, existem três carbonos ligados a três hidroxilas, possuindo também baixo peso molecular (SHIMAZU; MALI; GROSSMANN, 2007).

Diversos estudos têm utilizado o glicerol na elaboração de filmes. Rocha et al., (2014), ao elaborar filmes compostos a base de amido e proteína de soja, utilizou como plastificante o glicerol, obtendo filmes flexíveis. Shimazu, Mali e Grossmann (2007), avaliando o efeito da adição do glicerol e também do sorbitol, em filmes de amido de mandioca, constataram que a adição desses agentes (glicerol e sorbitol), pode apresentar um efeito antiplastificante quando empregados em baixas concentrações (≤ 15 g/100 g amido) e sob baixos valores de atividade de água ($\leq 0,58$). No entanto, quando adicionados em concentrações elevadas e sob maiores atividades de água, os plastificantes empregados exercem o efeito esperado de plastificação.

3.3 GUABIROBA (*Campomanesia xanthocarpa*)

A guabiroba (Figura 9) é uma planta alimentícia pertencente à família *Myrtaceae*, sendo nativa do Brasil e encontrada desde o estado de Minas Gerais até o Rio Grande do Sul (SANT'ANA, 2012). Os frutos são de formato redondo possuindo cor verde, quando jovens, e amarelos, ácidos e levemente adocicados, quando maduros, apresentando potencial para serem utilizados *in natura*, na preparação de diversos produtos como: sucos, doces e sorvetes (VALLILO et al., 2008).

Os frutos da guabiroba apresentam composição nutricional com elevados teores de umidade e fibra alimentar, resultando em baixa densidade energética, possuindo também altas concentrações de magnésio, potássio, fósforo e ferro. Além disso, contém quantidades apreciáveis de compostos bioativos, como o ácido ascórbico e os compostos fenólicos sugerindo assim boa atividade antioxidante (ALVES et al., 2013).

Os compostos fenólicos são substâncias largamente distribuídas na natureza, encontrados em uma variedade de vegetais e frutas, podendo ser pigmentos, ou produtos do metabolismo secundário (BRAND-WILLIAMS; CUVELIER; BERSSET, 1995). Em sua estrutura, os compostos fenólicos apresentam hidroxilas e anéis aromáticos, sendo encontradas de forma simples ou polímeros, o que confere ao mesmo um poder antioxidante, sendo os de fonte natural mais comum os flavonóides, taninos, ácidos fenólicos, e os tocoferóis (ANGELO; JORGE, 2007).

Figura 9 - Guabiroba (*Campomanesia xanthocarpa*)



Fonte: <http://www.viveirofeltrin.com.br>

De acordo com Degáspari e Waszczynsyj (2004) os compostos fenólicos possuem ação antioxidante, devido às suas propriedades redutoras e sua estrutura química, que realizam um papel importante na redução de radicais livres e quelação de metais, atuando tanto na etapa de iniciação como na de propagação do processo de oxidação. Assim, além de proporcionar atividade antioxidante que prolongam o armazenamento de produtos, os compostos fenólicos podem ser benéficos no controle de diversas doenças como aterosclerose, cataratas e câncer (RAMARATHNAM et. al., 1995), pois possuem atividade anti-inflamatória, reduzindo a ação de radicais livres, podendo abortar alguns processos carcinogênicos no organismo humano (SILVA et al., 2010).

Atualmente, muitos estudos têm sido desenvolvidos buscando verificar a presença de compostos antioxidantes naturais na guabiroba. Alves et al., (2013) analisaram o teor de compostos fenólicos totais e a atividade antioxidante da polpa e do resíduo de guabiroba. Os resultados demonstraram que o resíduo de guabiroba apresentou maior teor de fenólicos totais de 1,78 g AGE (ácido gálico equivalente)/100 g, em relação a polpa que foi de 1,22 g AGE (ácido gálico equivalente/100 g). No entanto, é importante ressaltar que os valores encontrados na polpa são superiores aos de muitos frutos consumidos tradicionalmente, como a acerola, que possui teor de fenólicos totais de 1,06 g AGE (ácido gálico equivalente/100 g).

Pereira et al., (2014) avaliaram os compostos antioxidantes em frutas amarelas e constataram que das cinco espécies (guabiroba, uvaia, maracujá, butiá e araçá amarelo)

analisadas, a fruta que obteve destaque pela alta concentração de compostos fenólicos foi a guabiroba com cerca de 2,78 g do equivalente em ácido clorogênico/100 g, seguida do butiá (0,63 g do equivalente em ácido clorogênico/100 g) e do araçá amarelo (0,41 g do equivalente em ácido clorogênico/100 g).

Neste contexto, como os compostos fenólicos são encontrados naturalmente nos alimentos e possuem efeitos promissores a saúde humana prevenindo doenças e inibindo o estímulo dos processos oxidativos no organismo (GIADA; FILHO, 2006), é sugerido que o resíduo e a polpa de guabiroba sejam utilizados nos setores alimentícios e farmacêuticos, pois seus elevados conteúdo de compostos fenólicos podem contribuir com a ingestão diária de antioxidantes e proteção do organismo, contra os danos oxidativos (ALVES et al., 2013).

Diversos estudos foram realizados quanto à adição de agentes antioxidantes naturais em filmes biodegradáveis. Reis (2011) utilizou como antioxidante natural, para elaboração de filmes biodegradáveis de fécula de mandioca plastificados com glicerol, a polpa de manga e extrato de erva-mate, para acondicionamento de azeite de dendê em porções individuais. Já Silva (2009), com o intuito de também acondicionar azeite de dendê em sachês, desenvolveu filmes de amido de mandioca, adicionado de açúcar invertido e sacarose, utilizando como agente antioxidante, derivados de cacau e café. Souza, Silva e Druzian (2012), adicionaram polpa de manga e acerola, em filmes biodegradáveis de fécula de mandioca, sacarose e açúcar invertido.

3.4 PROPRIEDADES E CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES BIODEGRADÁVEIS

As propriedades dos filmes dependem diretamente das interações entre os constituintes utilizados em sua elaboração, assim como as condições de preparo, secagem e armazenamento, refletindo nas propriedades funcionais dos filmes, tais como, espessura, propriedades de barreira ao vapor de água, solubilidade em água, propriedades mecânicas (tração e alongação) e opacidade. Desta maneira, serão apresentadas as técnicas mais utilizadas na caracterização de filmes biodegradáveis.

3.4.1 Espessura

A espessura é definida como a distância perpendicular entre duas superfícies de um dado material (PETRIKOSKI, 2013). É um parâmetro que influencia as propriedades dos filmes e quando controlada permite a uniformidade do material e a validade das comparações

entre suas propriedades (HENRIQUE; CEREDA; SARMENTO, 2008). O controle da espessura é um parâmetro que assegura a homogeneidade do material. Variações na espessura dos filmes podem causar alteração nas propriedades mecânicas e de barreira (PETRIKOSKI, 2013).

Fakhouri et al. (2007), em seu estudo com filmes compostos de gelatina e amido de milho, batata, trigo, sorgo e arroz, obteve espessuras que variaram de 0,053 mm a 0,063 mm. Já Souza, Silva e Druzian (2012), ao elaborar filmes de fécula de mandioca, polpa de manga e acerola, controlando o nível da solução no suporte, obtiveram espessuras superiores, cujos valores variaram de 0,123 mm (para filmes com 20% de polpa de manga e 10% de polpa de acerola) a 0,141 mm para filmes com 17,10% de polpa de manga e 2,90% de polpa de acerola.

3.4.2 Propriedades de barreira ao vapor de água (PVA)

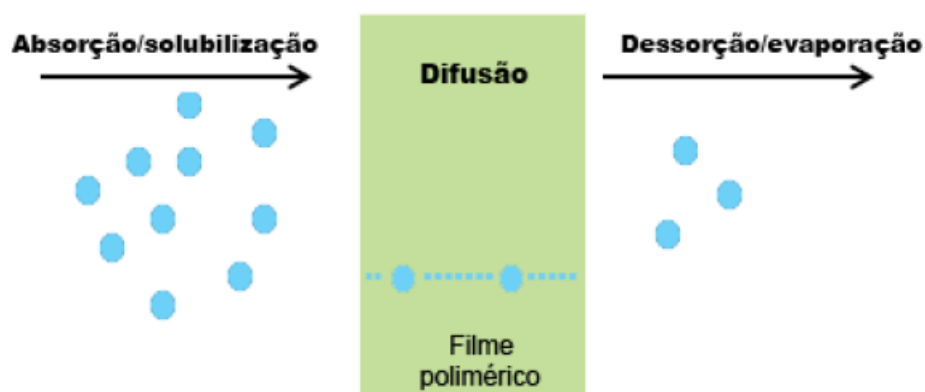
Um dos principais fatores que alteram a qualidade sensorial e a estabilidade no armazenamento de alimentos é a migração de vapor de água (GONTARD et al., 1994). O excesso de umidade no produto provoca alterações na cor, sabor, mudança de textura podendo acarretar em condições favoráveis para o desenvolvimento de microrganismos. Assim a embalagem deve atuar como uma barreira adequada ao vapor de água assegurando a estabilidade do produto (SANTOS; YOSHIDA, 2011).

A permeabilidade ao vapor de água é definida como a taxa de transmissão de vapor de água, por unidade de área, de um material com espessura conhecida, induzida por um gradiente de pressão, entre duas superfícies específicas, de temperatura e umidade relativa, também específica (ASTM, 1995). A permeabilidade, através de um filme, indica a facilidade com que um soluto migra de uma face do filme à outra, sendo a difusão molecular a principal causa para que ocorra transferência de água. O processo de difusão molecular ocorre em três etapas: primeiramente há o movimento do permeante (gás ou vapor) para a superfície do filme e sua absorção dentro da matriz polimérica. Após ocorre a difusão através dos poros e por último, a evaporação da água, a partir da superfície do filme, como mostra a Figura 10 (HORN, 2012). A difusão depende do tamanho, formato e polaridade das moléculas penetrantes, assim como do movimento segmentado da cadeia polimérica na matriz do filme (WOLF, 2007).

Farias et al., (2012a) devolveram filmes a base de amido de mandioca, glicerol e polpa de acerola, sendo caracterizados quanto a permeabilidade a vapor de água (PVA). Os resultados mostraram que o aumento do teor de polpa até 60%, provocou um aumento da

PVA. Os autores explicaram que este aumento foi devido à concentração de polpa, que provocou um aumento na espessura dos filmes, influenciando nos valores da PVA dos mesmos.

Figura 10 - Permeação de vapor de água em filmes poliméricos



Fonte: Horn (2012).

De acordo com Petrikoski (2013) a permeabilidade ao vapor de água é também altamente influenciada pela quantidade e características da matéria prima utilizada no desenvolvimento dos filmes, bem como também, a espessura do filme, presença de plastificantes e aditivos, condições de temperatura, umidade do ambiente em que são expostos.

3.4.3 Solubilidade em água

A solubilidade em água é um fator importante, uma vez que a maioria dos filmes a base de proteínas e carboidratos, apresentam em sua estrutura, uma forte interação com a água, o que eleva a solubilidade do material (VICENTINI, 2003). Neste contexto, a solubilidade indica o comportamento do filme ao entrar em contato com a água em superfícies úmidas ou quando imerso em água, sendo influenciada pelo tipo e concentração do agente formador, plastificante e aditivos que são adicionados na matriz (MÜLLER; YAMASHITA; LAURINDO, 2008).

A obtenção de filmes com boas propriedades de barreira ao vapor de água, isto é, com baixa permeabilidade dentro de uma grande faixa de umidade relativa, implica na utilização de um material de baixa solubilidade em água, ou seja, de caráter mais hidrofóbico. Assim,

quando necessário, pode submeter os filmes à modificações químicas, utilizando os aditivos (SARMENTO, 1999).

Müller, Yamashita e Laurindo (2008), em seus estudos avaliaram os efeitos da concentração de glicerol e sorbitol, umidade relativa do ar sobre o coeficiente de solubilidade em água, em filmes de amido de mandioca. Os autores constataram que a concentração dos plastificantes sobre as propriedades dos filmes, teve grande influência, devido aos grupamentos hidroxila, presentes nos plastificantes, o que tornou os filmes mais higroscópicos, aumentando os coeficientes de solubilidade dos mesmos.

3.4.4 Propriedades mecânicas (resistência a tração e porcentagem de alongação)

As propriedades mecânicas estão relacionadas com a integridade, tanto do produto, quanto da própria embalagem. Pela determinação destas propriedades é possível avaliar o desempenho dos materiais, quando submetidos a esforços mecânicos, sendo possível a escolha do melhor material para o acondicionamento, transporte e manuseio do produto (SANTOS; YOSHIDA, 2011).

As principais propriedades mecânicas dos filmes são a resistência à tração e a porcentagem de alongação. A resistência a tração expressa a máxima resistência do material à deformação, enquanto que a porcentagem de alongação refere-se a capacidade do filme em se estender (HORN, 2012). Os filmes devem ser resistentes à abrasão e a ruptura, para que o alimento não perca sua integridade durante o manuseio e transporte. Essas características dependem da formulação (solvente, macromolécula, plastificante, ajustador de pH e aditivos), do processo de obtenção e do tipo de aplicação (cobertura, suspensão fundida, entre outros) (SARMENTO, 1999).

Araújo (2014) desenvolveu filmes biodegradáveis de amido de mandioca incorporados com extrato etanólico de própolis (EEP). O autor concluiu que a resistência máxima à tração dos filmes, com adição de diferentes teores EEP, não apresentaram diferença significativa em relação ao filme controle. Entretanto, para a alongação máxima na ruptura, apenas o filme com a concentração de 0,75% de EEP apresentou um aumento significativo de resistência. Faria, Vercelheze e Mali (2012) produziram filmes biodegradáveis à base de misturas de amido de mandioca/álcool polivinílico/glicerol, com adição de nanoargilas e constatou que a resistência máxima à tração, não foi influenciada pela adição de nanoargila e álcool polivinílico, porém a alongação das amostras aumentou com a adição de álcool polivinílico e diminuiu com a adição de nanoargilas.

3.4.5 Opacidade

A opacidade de um filme é um indicador da quantidade de luz que pode atravessar a superfície de um material. Assim, quanto maior o valor de opacidade, menor será a quantidade de luz que poderá entrar em contato com o produto alimentício (PINHEIRO et al., 2010). A caracterização da opacidade de um material é importante, pois ela pode influenciar na aceitação do produto pelo consumidor, podendo o filme ser transparente, que faz com que o consumidor conheça o produto a ser adquirido, bem como também opacos onde podem ser utilizados como rótulos de produtos alimentícios (FAKHOURI, 2009).

Valores baixos e altos na opacidade indicam filmes transparentes e opacos, respectivamente (ALMEIDA et al., 2013). Younan et al., (2014) verificou a influência da adição do óleo essencial de cravo e orégano na concentração de 8% em filmes elaborados a partir de amido de arroz e proteína de pescado, constatando que no óleo de cravo, a opacidade do filme composto foi maior (cerca de 10,83%), do que no filme com adição óleo essencial de orégano (9,68%). O autor concluiu que essas diferenças estão relacionadas com o espalhamento da luz provocado pelas gotículas de lipídios. Rodrigues et al., (2013) verificaram a influência de amido de mandioca e cera de carnaúba, na opacidade de filmes à base de goma de cajueiro, plastificados com glicerol. Os autores concluíram que houve um aumento da opacidade, com o incremento da cera de carnaúba, indicando que a presença da cera não pode ser recomendada para aplicações que requerem um filme ou revestimento transparente.

3.5 AZEITE DE OLIVA

De acordo com a Resolução nº 270, de 23 de setembro de 1999, da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), o azeite de oliva é definido como “[...] o produto obtido somente dos frutos da oliveira (*Olea europaea L.*), excluídos os óleos obtidos através de solventes ou processos de reesterificação e ou qualquer mistura de outros óleos [...]” (BRASIL, 2005). Os azeites podem ainda ser classificados, quanto ao processo de obtenção nos seguintes grupos: azeite de oliva refinado, azeite de oliva virgem, azeite de oliva e óleo de bagaço de oliva refinado (BRASIL, 2012).

O azeite de oliva virgem é aquele obtido do fruto da oliveira, sendo extraído por processos mecânicos ou meios físicos, sob condições térmicas que não alterem a qualidade do azeite, e que também não tenham sido submetidas a outros tratamentos além da lavagem, decantação, centrifugação e filtração. A acidez deste tipo de óleo é expressa em ácido oleico, que deve ser menor ou igual a 0,8%, sendo o índice de peróxido menor ou igual a 20,0 (meq kg⁻¹) (BRASIL, 2012).

Os principais países produtores de azeite de oliva são a Espanha (49%), seguida da Itália (19%), Grécia (12%), Tunísia (7%) e Síria (4%). No Brasil, tanto a área de plantio como a de produção são insignificantes, pois ele é o quinto maior importador mundial de azeite de oliva. No entanto, existem áreas com plantios nos estados do Rio Grande do Sul, Minas Gerais e em Santa Catarina (COUTINHO; RIBEIRO; CAPPELLARO, 2009).

Em relação ao consumo mundial do azeite de oliva mundialmente o mesmo alcançou 2.875 milhões de toneladas, no ano de 2008, onde 68,5% foram consumidos pelos países da Comunidade Européia. No Brasil o consumo foi de cerca de 35 mil toneladas, no ano de 2008 (COUTINHO; RIBEIRO; CAPPELLARO, 2009).

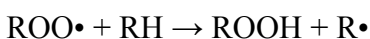
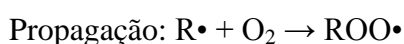
Quanto à composição do azeite de oliva, ele é constituído por aproximadamente 98% de triglicerídeos, sendo os 2% restantes, compostos de 230 elementos químicos, tais como: hidrocarbonetos, álcoois alifáticos e triterpenos, compostos orgânicos voláteis, esteróis e antioxidantes (compostos fenólicos e carotenóides) (QUILES; RAMÍRES-TORTOSA; YAQOOB, 2006). Além disso, o azeite de oliva é uma ótima fonte de ácidos graxos monoinsaturados, representados pela série ômega-9, sendo atraente do ponto de vista nutricional, pois não interferem na concentração de colesterol dos indivíduos, sendo o principal deles o oléico (HEGSTED et al., 1965).

Desta forma, como a maioria dos azeites é composta por lipídios, a sua conservação e qualidade são limitadas pela oxidação lipídica. Este tipo de deterioração trata-se de uma série complexa de reações químicas que ocorrem entre o oxigênio, presente na atmosfera, e os ácidos graxos insaturados (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007), induzindo o desenvolvimento de uma alteração sensorial conhecida como rancidez oxidativa (AZEREDO, 2012). Segundo Azeredo (2012) a auto-oxidação ocorre em três estágios: iniciação, propagação e terminação, como segue:

Iniciação: ocorre à quebra de ligações covalentes de ácidos graxos (RH), formando radicais livres (R•), caracterizados por serem compostos altamente instáveis e reativos, contendo um elétron desemparelhado. A iniciação é causada pelos chamados iniciadores, como luz, calor ou metais de transição.



Propagação: na propagação, ocorrem reações entre radicais $\text{R}\cdot$ e oxigênio (O_2), formando radicais peróxido ($\text{ROO}\cdot$), que sequestram átomos de hidrogênio vizinhos nas insaturações de outras moléculas, produzindo hidroperóxidos (ROOH) e novos radicais $\text{R}\cdot$, que por sua vez reagem com O_2 , e, assim, se estabelece uma sequência de reações em cadeia, conforme abaixo.



Terminação: a propagação continua até que ocorram reações de adição entre os radicais livres, para formar compostos não radicais, estáveis.

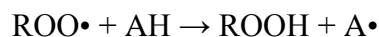


Nas gorduras rancificadas uma grande variedade de substâncias são encontradas como: aldeídos, cetonas, alcoóis, oxiácidos, ácidos de baixo peso molecular, entre outros. (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007). Para avaliar o processo de oxidação dos lipídios, existem análises no qual monitoram as alterações ocorridas, como: índice de peróxidos, determinação de dienos conjugados, análise sensorial, entre outras (ANTONIASSI, 2001). Assim dentre as citadas a mais utilizada é a análise do índice de peróxidos pois, quando ocorre a deterioração de óleos e gorduras, os peróxidos são os primeiros compostos formados, assim toda gordura oxidada dá resultado positivo no teste (REIS, 2011).

Assim, para retardar ou inibir a oxidação lipídica nos alimentos são empregados compostos químicos conhecidos como antioxidantes (RAMALHO; JORGE, 2005). De acordo com a Portaria nº 540, de 27 de outubro de 1997, da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), o antioxidante é definido como uma substância que retarda o aparecimento de reações de oxidação no alimento (BRASIL, 1997). Do ponto de vista químico, eles são compostos aromáticos que contém pelo menos uma hidroxila em sua estrutura (SANTOS; BECKER, 2011).

Os antioxidantes (AH), para Ribeiro e Seravalli (2007), interferem na participação do oxigênio ou atuam como inibidores da reação na fase de iniciação, fazendo papel de doadores

de hidrogênio ou aceptores de radicais livres. Esses aceptores de radicais livres reagem primeiramente com o oxigênio ($RO_2\bullet$) e não com os radicais ($R\bullet$), conforme reação abaixo.



De acordo com seu mecanismo de ação, os antioxidantes podem ser classificados como primários ou secundários. Os antioxidantes primários são compostos fenólicos que promovem a remoção ou inativação dos radicais livres formados durante a iniciação ou propagação da reação oxidativa, como Butil Hidroxianisol (BHA), Butil Hidroxitolueno (BHT), Terc-Butil-Hidroquinona (TBHQ) e Propil Galato (PG) (REIS, 2011). Já os antioxidantes secundários diminuem taxa de oxidação por diferentes formas, mas não convertem radicais livres em produtos mais estáveis. Este tipo de antioxidante é classificado como sinergista por promoverem a atividade dos antioxidantes primários. Além disso, possui a capacidade de quelar metais oxidantes, decompor hidroperóxidos em espécies não radicais, desativar o oxigênio singlete, doar átomos de hidrogênio a antioxidantes primários ou agir como sequestrante de oxigênio. Como exemplo de antioxidante secundário, podem ser citados: ácido ascórbico, o ácido cítrico e ácido tartárico (REISCHE; LILLARD; EITENMILLER, 2002).

Estas substâncias podem ser naturais ou sintéticas. No entanto devido a alguns efeitos indesejáveis, causados por doses elevadas de alguns antioxidantes sintéticos, nos anos 80, ocorreu o início do interesse pelos antioxidantes naturais (DURAN; PADILLA, 1993). Estudos com o uso de antioxidantes naturais têm se mostrados promissores. Souza et al., (2006) avaliaram o potencial antioxidante da ficocianina, frente a oxidação lipídica de óleo de soja e azeite de oliva. Os autores constataram que a ficocianina apresentou potencial antioxidante frente ao objetivo proposto. Souza (2010) observou que a incorporação de polpas de manga e de acerola a filmes de fécula de mandioca, plastificados com sacarose e açúcar invertido, teve viabilidade no armazenamento de azeite de dendê. O autor concluiu que foi possível observar diferença estatística ($p < 0,05$), entre a formulação somente com polpa de manga, que apresentou o índice de peróxidos do produto embalado menor (61,28%), do que o embalado somente com polpa de acerola (63,69%). Além disso, os resultados também indicaram que mesmo sem a presença de aditivos antioxidantes, os filmes elaborados possuíram efeito protetor maior da oxidação do azeite ($p < 0,05$), quando comparado aos filmes de polietileno de baixa densidade (PEBD).

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados para elaboração dos filmes foram: gelatina tipo A (NP comércio de produtos alimentícios LTDA, São Paulo, Brasil), amido de milho nativo (AMILOGILL[®]2100) fornecido pela Cargill (São Paulo, Brasil), água destilada, guabiroba, azeite de oliva extra-virgem (Basso Fedele & Figli LTDA, Itália) e placas de acrílico.

4.2. EQUIPAMENTOS

Os equipamentos utilizados foram: (i) estufa (Solab, SL-102, Brasil), (ii) banho termostático (Quimib, Q215S2, Brasil), (iii) agitador magnético (Nova Instruments, NI1103, Brasil) (iv) vortex (Marconi, MA-162, Brasil), (v) centrífuga (Sigma, 3-16KL, Alemanha), (vi) fogão doméstico a gás (Eletrolux, 52SX, São Paulo), (vii) medidor de atividade de água (Novasina AG, CH-8953, Suíça), (viii) espectrofotômetro (Thermo Scientific, China), (ix) freezer (Eletrolux, H500, Brasil), (x) chapa de aquecimento elétrica (Nova Instruments, NI1103, Brasil), (xi) balança analítica (Shimadzu, AUY220, Brasil), (xii) micrometro digital (Insize, IP54, Brasil), (xiii) shaker (Solab, SL222, Brasil), (xiv) texturometro (Stable Micro System, TATX2i, Inglaterra), (xv) colorímetro (BYK Gardner, Estados Unidos), (xvi) seladora de pedal (R.Baião, Brasil), (xvii) câmera de germinação (Biofoco, BF2CGFP 295, Brasil).

4.3. REAGENTES

Os reagentes utilizados foram: (i) nitrato de magnésio P.A (Cisética[®]), (ii) cloreto de cálcio anidro P.A (Alphatec[®]) (iii) cloreto de sódio P.A (Alphatec[®]), (iv) éter etílico P.A (Dinâmica[®]), (v) álcool etílico P.A (Dinâmica[®]), (vi) hidróxido de sódio P.A (Dinâmica[®]), (vii) tiosulfato de sódio P.A (Dinâmica[®]), (viii) iodeto de potássio P.A (Dinâmica[®]), (ix) amido solúvel P.A (Alphatec[®]), (x) ácido acético glacial P.A (Vetec[®]), (xi) clorofórmio P.A (Dinâmica[®]), (xii) folin-ciocalteau (Dinâmica[®]), (xiii) carbonato de sódio P.A (Dinâmica[®]), (xiv) ácido gálico (Vetec[®]), (xv) cloreto de potássio P.A (Alphatec[®]), (xvi) ácido tricloacético P.A (Dinâmica[®]), (xvii) ácido tiobarbitúrico (Sigma Aldrich[®]), (xviii) 1-butanol

P.A (Alphatec®), (xix) ácido bórico (Alphatec®), (xx) iodato de potássio P.A (Neon®), (xxi) ácido clorídrico P.A (Alphatec®), (xxii) biftalato de potássio P.A (Neon®), (xxiii) nitrato de sódio (Quimisul®), (xxiv) Glicerol P.A (Synth®).

4.4 MÉTODOS

O presente trabalho foi dividido em três etapas, onde a primeira etapa foi a elaboração e caracterização dos filmes compostos a base de gelatina (GEL) 5 e 10%, amido de milho nativo (AMN) 2 e 4% e glicerol (GLI) 10% (em relação a massa seca de AMN e GEL) como plastificante, nas proporções de 2:1, 1:1 e 1:2 como mostra a Tabela 2. Essas formulações foram caracterizadas quanto à (i) análise visual e tátil, (ii) umidade, (iii) atividade de água, (iv) espessura, (v) permeabilidade ao vapor de água, (vi) solubilidade em água, (vii) resistência à tração, (viii) porcentagem de alongação e (ix) opacidade. Todas as análises foram realizadas após 48 h de armazenamento, em dessecador com umidade relativa (UR) a $52 \pm 3\%$ e temperatura de $25 \pm 3^\circ\text{C}$.

Tabela 2- Formulação de elaboração dos filmes compostos de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN) e glicerina (GLI).

Filme***	Porcentagem (%)	Proporção (GEL:AMN)*
GEL (5%)/AMN (2%)/GLI	100:50	2:1
	50:50	1:1
	50:100	1:2
GEL (5%)/AMN (4%)/GLI	100:50	2:1
	50:50	1:1
	50:100	1:2
GEL (10%)/AMN (2%)/GLI	100:50	2:1
	50:50	1:1
	50:100	1:2
GEL (10%)/ AMN (4%)/GLI	100:50	2:1
	50:50	1:1
	50:100	1:2

*GEL=gelatina; AMN=amido de milho nativo; GLI=glicerina.

Na segunda etapa, o filme que obteve o melhor resultado na etapa anterior quanto à permeabilidade a vapor de água foi selecionado para elaboração do filme composto ativo com polpa de guabiroba (PG) 10 e 20% (m/v). Os filmes compostos ativos foram caracterizados quanto (i) análise visual e tátil, (ii) umidade, (iii) atividade de água, (iv) espessura, (v) permeabilidade ao vapor de água, (vi) solubilidade em água, (vii) resistência a tração, (viii)

porcentagem de alongação e (ix) opacidade. Para verificar o efeito da adição da PG foi elaborada uma formulação controle (sem a adição da polpa). As análises também foram realizadas após 48 horas de armazenamento em dessecador ($52 \pm 3\%$ UR, $25 \pm 3^\circ\text{C}$).

Na terceira etapa, o filme composto ativo que obteve melhor resultado na etapa anterior quanto a permeabilidade ao vapor de água, foi selecionado para acondicionar azeite de oliva extra-virgem, para verificar o efeito antioxidante do filme, com a adição do composto ativo, na conservação do mesmo, através das seguintes análises: (i) índice de acidez (IA); (ii) índice de peróxido (IP); (iii) compostos fenólicos (CF) e (iv) determinação de TBARS. As análises foram realizadas em duplicata, após o período de acondicionamento dos filmes em dessecador ($63 \pm 3\%$ UR) e em estufa, fotoperíodo a $30 \pm 3^\circ\text{C}$, durante 7 e 15 dias.

4.4.1 Elaboração das soluções à base de gelatina (GEL)

A solução formadora de filme foi obtida hidratando-se 5 e 10 g de gelatina, em 100 mL de água destilada, por $1\text{ h}/25 \pm 3^\circ\text{C}$. Após esse período, a solução foi solubilizada a 55°C , em banho termostático por 10 min. Após completa solubilização, foi adicionado glicerol (10% em relação a massa seca da gelatina), sob agitação magnética, até a homogeneização da amostra. A agitação foi realizada de maneira suave para evitar formação de bolhas na amostra, sendo mantido o pH natural da solução (BERTAN, 2008).

4.4.2 Elaboração de biofilmes à base de amido de milho nativo (AMN)

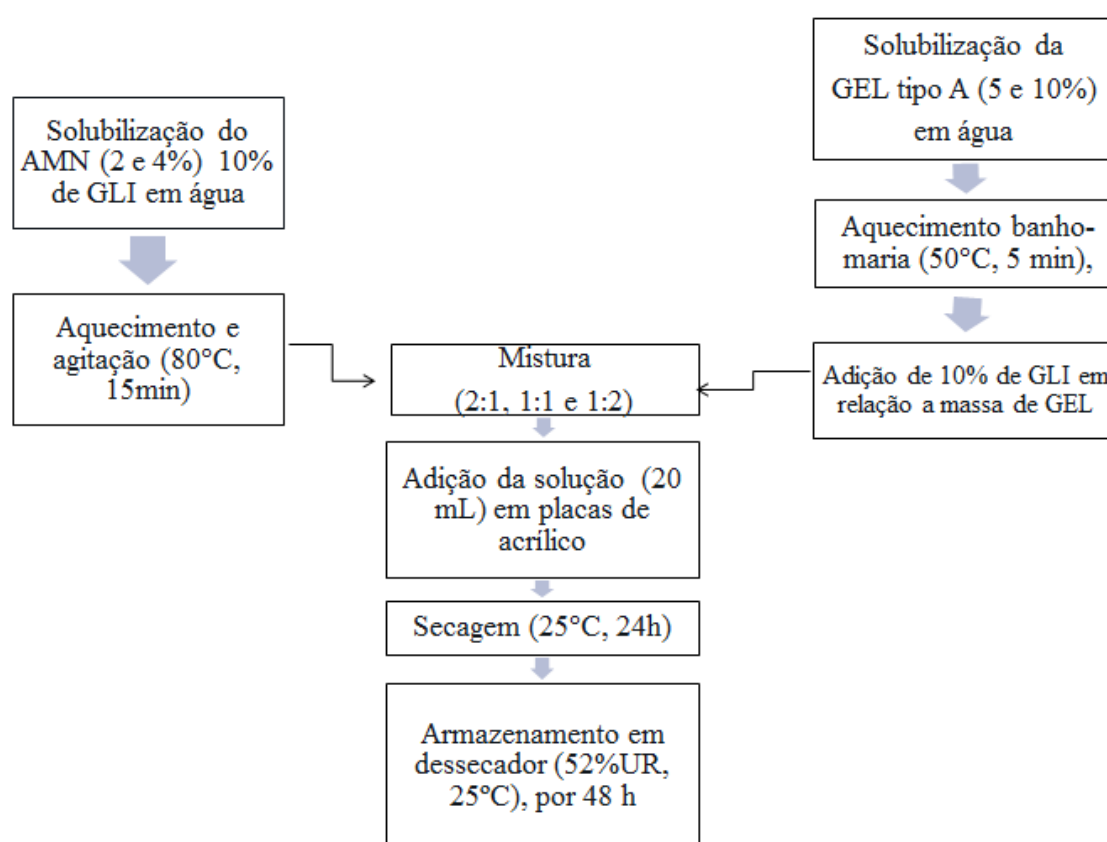
A solução formadora de filme foi preparada utilizando amido de milho nativo (AMN) (2 e 4%), glicerol (10% em relação à massa seca do amido) e água destilada, sob agitação manual e aquecimento à 80°C por 15 min (BERTAN, 2008).

4.4.3 Elaboração de filmes compostos

Os filmes compostos de GEL/AMN/GLI (5 e 2%), GEL/AMN/GLI (5 e 4%), GEL/AMN/GLI (10 e 2%) e GEL/AMN/GLI (10 e 4%) foram confeccionados através da mistura das soluções formadoras de filme de GEL (Item 4.4.1) e AMN (Item 4.4.2), em agitador magnético por 60 s, em diversas proporções (1:1; 1:2 e 2:1 v/v) (TANADA-PALMU et al., 2002). O volume de cada proporção da solução formadora do filme (20 ml), foi vertido sobre placas de acrílico (14 cm x 14 cm) e secos à temperatura ambiente (25°C) por

aproximadamente 24 h. Durante a secagem, as placas de acrílico foram mantidas sob uma mesa, onde foi medido o nível da mesma, a fim de minimizar irregularidades na espessura dos filmes. Após secos, foram retirados das placas com o uso de uma espátula de metal e foram acondicionados em dessecadores, com solução saturada de nitrato de magnésio P.A, a $25 \pm 3^\circ\text{C}$ e $52 \pm 3\%$ UR, durante 48 h, antes das análises de caracterização (BERTAN, 2008). O fluxograma de elaboração dos filmes compostos está descrito na Figura 11.

Figura 11 - Fluxograma de metodologia de elaboração dos filmes compostos de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), plastificados com glicerol (GLI).



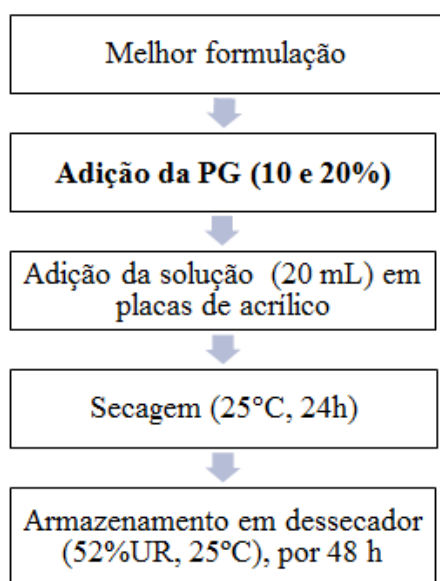
Fonte: O autor.

4.4.4 Elaboração de filmes compostos ativos

À solução formadora de filme escolhida, foi adicionado de polpa de guabiroba (PG) nas concentrações de 10 e 20% (m/v) para confecção dos filmes compostos ativos. As etapas de elaboração das soluções filmogênicas de GEL e AMN, foram realizadas da mesma maneira que nos itens 4.4.1 e 4.4.2. Após a mistura da proporção, as concentrações de polpa de guabiroba (PG) 10 e 20% foram adicionadas em relação à solução final da mistura. Após, a

solução foi homogeneizada com agitador magnético durante 2 minutos. Posteriormente, as etapas de adição da solução na placa de acrílico, secagem e acondicionamento, foram realizadas da mesma maneira que no item 4.4.3. O fluxograma de elaboração dos filmes compostos ativos está descrito na Figura 12.

Figura 12 - Fluxograma de metodologia de elaboração dos filmes compostos de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), polpa de guabiroba (PG), plastificados com glicerol (GLI).



Fonte: O autor.

4.5 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES COMPOSTOS E COMPOSTOS ATIVOS

4.5.1 Aspecto visual

Para cada tipo de filme, foi realizada a análise visual e tátil, visando selecionar apenas os filmes homogêneos (avaliação quanto à presença de partículas insolúveis e coloração uniforme), que apresentaram continuidade (sem a presença de rupturas ou zonas quebradiças) e possibilidade de manuseio (facilidade em retirar os biofilmes do suporte). Os filmes que não apresentaram tais características foram descartados (BERTAN, 2008).

4.5.2 Umidade

A umidade dos filmes foi determinada de acordo com o método proposto por Gontard et al., (1994). Amostras dos filmes com 2 cm de diâmetro tiveram a massa medida em balança analítica e após previamente secos e pesados, foram submetidos a secagem em estufa a 105°C até massa constante. A determinação de umidade foi realizada em triplicata nas 12 formulações dos filmes compostos de GEL/AMN/GLI e nas 2 formulações com GEL/AMN/GLI, com 10 e 20% de PG, totalizando 42 amostras, sendo a umidade calculada conforme a seguinte equação:

$$U = \frac{m_i - m_f}{m_i} 100$$

Onde:

U= umidade dos filmes (%)

m_i= massa inicial da amostra (g);

m_f= massa final da amostra (g).

4.5.3 Atividade de água (a_w)

A atividade de água (a_w), realizada em triplicata nas 12 formulações dos filmes compostos de GEL/AMN/GLI e nas 2 formulações com GEL/AMN/GLI, com 10 e 20% de PG, totalizando 42 amostras, sendo determinada segundo metodologia descrita pelo Instituto Adolfo Lutz (2008).

4.5.4 Espessura

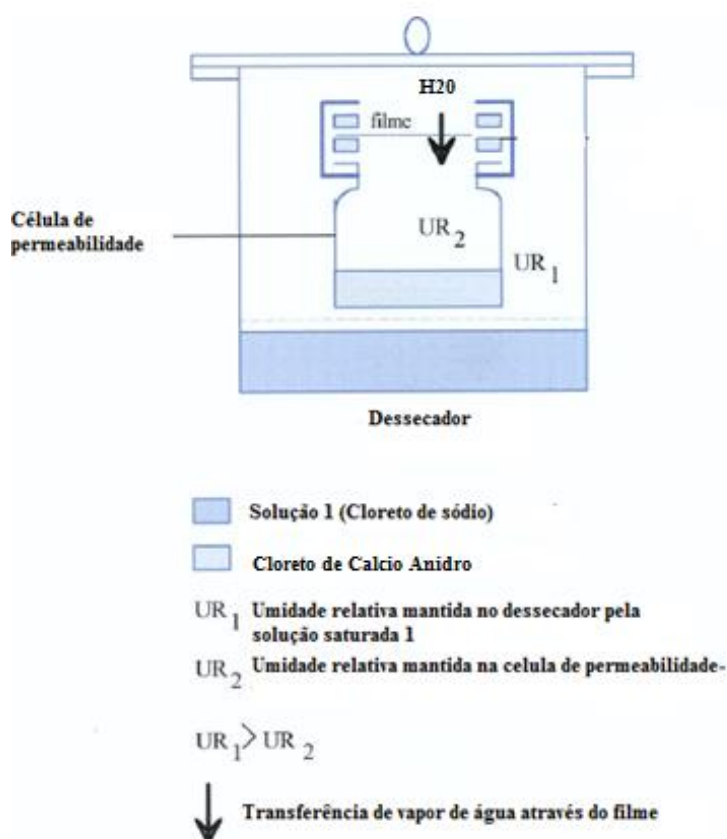
A espessura dos filmes foi determinada, utilizando um micrômetro digital com resolução de 0,001 mm. A espessura foi calculada pela média aritmética de quinze medidas aleatórias, sobre a área de cada filme composto. Essa medida foi realizada após o período de acondicionamento dos filmes (52 ± 3% UR, 25 ± 3°C, durante 48 h).

4.5.5 Permeabilidade ao vapor de água (PVA)

A permeabilidade ao vapor de água dos filmes, foi determinada gravimetricamente, de acordo com o método padrão E-96-95 da ASTM (ASTM, 1995). Os filmes em forma de disco

foram selados em células de permeação, circulares, de alumínio (0,06 m x 0,035 m) com uma área de exposição de 0,0028 m². Essas células foram preenchidas com cloreto de cálcio anidro e as amostras inseridas na abertura das mesmas, selando o conjunto com parafilme. Após foram acondicionadas em dessecador, contendo solução saturada de cloreto de sódio (25 ± 3°C, 75 ± 3% UR) como mostra a Figura 13.

Figura 13 - Esquema da análise da permeabilidade a vapor de água.



Fonte: Adaptado de Souza (2001).

O vapor de água difundido através do filme foi determinado pelo ganho de peso das células e foi monitorado a cada 24 h durante 7 dias. A análise foi realizada em triplicata nas 12 formulações dos filmes compostos de GEL/AMN/GLI e nas 2 formulações com GEL/AMN/GLI, com 10 e 20% de PG, totalizando 42 amostras e calculada pela seguinte equação:

$$PVA = \frac{G\bar{x}}{tAP(R_1 - R_2)}$$

Onde:

PVA é a permeabilidade ao vapor de água (g.mm/m². dia.kPa);

G/t é a inclinação da reta (g dia^{-1});

A é a área de permeação filme (m^2)

\bar{x} é a média aritmética de cinco medidas na área exposta do filme (mm)

P é a pressão parcial de vapor da água na temperatura do teste (kPa)

(R_1-R_2) é o gradiente de umidade relativa do ambiente contendo o cloreto de cálcio (0% UR) e a solução saturada de cloreto de sódio (75% UR).

4.5.6 Solubilidade em água (SOL)

Nesta análise, foi obtida a porcentagem de material seco do filme solubilizado em água, após 24 h de imersão (GONTARD et al., 1994). Discos de 2,0 cm de diâmetro dos filmes foram cortados e secos a $105^\circ\text{C}/24$ h em estufa, para obtenção da porcentagem de material seco. Posteriormente, as amostras foram imersas em 50 mL de água destilada e o sistema foi mantido durante 24 h à temperatura de 25°C , sob agitação (50 rpm) periódica e lenta, utilizando mesa agitadora orbital (shaker). Após este período, as amostras foram secas durante 24 h a 105°C , em estufa com circulação e renovação de ar, para determinar a massa seca final da amostra não solubilizada. A solubilidade foi realizada em triplicata nas 12 formulações dos filmes compostos de GEL/AMN/GLI e nas 2 formulações com GEL/AMN/GLI, com 10 e 20% de PG, totalizando 42 amostras e expressa de acordo com a seguinte equação:

$$SOL(\%) = \frac{(M_i - M_f)}{M_i} 100$$

Onde:

SOL é a massa solubilizada em função da massa seca inicial (%);

M_i é a massa seca inicial (g);

M_f é a massa seca final, após solubilização (g).

4.5.7 Propriedades mecânicas (RT e ELO)

Para os testes de tração foi utilizado o texturômetro de acordo com o método da American Society for Testing and Material (ASTM D-882-02, 2002). O teste foi realizado na Universidade Estadual de Londrina (UEL). As amostras foram cortadas em dimensões de 50 mm x 25 mm e acondicionadas em 53% de UR, obtida através da solução saturada de nitrato

de magnésio a 25°C, por 48 h antes da realização dos ensaios. A seguir foram ajustadas às garras pneumáticas do equipamento, com distância entre as garras de 30 mm e a velocidade de tração de 50 mm.min⁻¹. As propriedades de tração determinadas na análise foram resistência à tração (MPa), alongamento na ruptura (%). Para cada tratamento foram preparados 6 corpos de prova, totalizando 84 amostras.

4.5.8 Opacidade (OP)

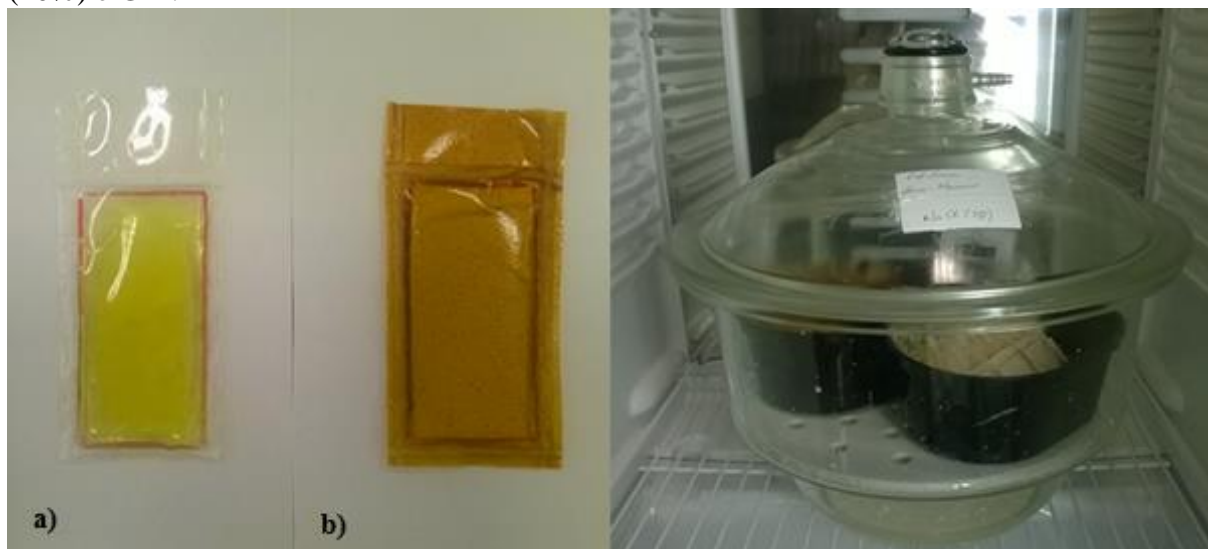
A opacidade foi realizada em triplicata nas 12 formulações dos filmes compostos de GEL/AMN/GLI e nas 2 formulações com GEL/AMN/GLI, com 10 e 20% de PG, totalizando 42 amostras e determinada utilizando um colorímetro, segundo o método descrito por Sobral et al. (2001), trabalhando com iluminante D65 (luz do dia) e ângulo visual de 10°. O teste foi realizado na Universidade Estadual de Londrina (UEL). A opacidade foi calculada, segundo os padrões de luminosidade e croma, como a relação entre a opacidade da amostra sobre o padrão preto (L*p) e a opacidade da amostra sobre o padrão branco (L*b), sendo apresentada em escala arbitrária (0 a 100%).

4.6 MOLDAGEM DOS FILMES

Sachês foram produzidos com o filme composto ativo que apresentou o menor valor de permeabilidade ao vapor de água na segunda etapa do trabalho. O desenvolvimento e aplicação foi baseado no estudo de Reis (2011), com modificações, relacionada a maneira de acondicionamento durante a análise. Duas formulações foram utilizadas para avaliar a estabilidade do azeite, sendo elas: formulação composta com 5% de GEL, 2% de AMN, 10 % de PG adicionados de glicerol e a formulação controle, sem PG, ambas na proporção 1:1. A formulação controle foi elaborada com o intuito de investigar o comportamento do antioxidante contido na embalagem, durante armazenamento.

Embalagens no formato de sacos retangulares (sachês), de dimensões de 6,5 cm x 3cm (19,5 cm²) (Figura 14), foram confeccionados utilizando uma seladora de pedal. As dimensões dos sachês foram estabelecidas de acordo com as dimensões de sachês comerciais. Alíquotas de 6 mL foram acondicionadas no sachês e estocadas em dessecador (63 ± 3% UR) e em estufa, sob condições de oxidação acelerada, com simulação de período diurno e noturno a 30 ± 3°C. (Figura 14), com o intuito de verificar a estabilidade do produto nesta condição.

Figura 14 - Sachês para armazenamento de azeite de oliva, em porções individuais, produzidos a partir de: a) GEL (5%), AMN (2%) e GLI e b) GEL (5%), AMN (2%), PG (10%) e GLI.



Fonte: O autor.

4.7 MONITORAMENTO DA ESTABILIDADE DO AZEITE DE OLIVA

A estabilidade referente à oxidação lipídica do azeite de oliva, em resposta a ação antioxidante dos filmes, foi monitorada por 15 dias, através das seguintes análises: (i) índice de acidez (IA), (ii) índice de peróxido (IP), (iii) teor de compostos fenólicos (CF) e (iv) determinação de substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS).

No tempo 0 (zero) dias, o azeite de oliva extra-virgem acondicionado em embalagem convencional foi aberto, e com auxílio de uma pipeta automática, inseridos alíquotas de 6 mL nos sachês elaborados com PG (10%) e também nos sachês controle (sem adição de polpa). Após, os sachês com o azeite de oliva, foram fechados utilizando uma seladora de pedal e, com o máximo de cuidado, para que bolhas de ar não ficassem retidas no interior do sachê, afim de que não ocorresse processo de oxidação antes de realizar as análises. Todos os sachês foram acondicionados em dessecador, com nitrato de sódio, a uma UR de $63 \pm 3\%$ e em estufa a $30 \pm 3^\circ\text{C}$ (REIS, 2011), com simulação de período diurno e noturno, sendo que uma parte dos sachês foi utilizada para realizar as análises descritas no item 4.7.1, 4.7.2, 4.7.3 e 4.7.4. No tempo 7 dias, os sachês com PG e controle foram retirados da estufa e do dessecador, sendo realizadas as análises anteriormente citadas, ocorrendo o mesmo para o tempo 15 dias. A análise de determinação do TBARS foi realizado somente no tempo 0 (zero) e no tempo 15 dias.

4.7.1 Índice de Acidez (IA)

O índice de peróxido do produto embalado foi determinado por titulometria de acordo com a metodologia da AOCS Cd 8b-90 (1990) nos dias 0, 7 e 15 dias.

4.7.2 Índice de Peróxidos (IP)

O monitoramento da oxidação foi realizado através do índice de peróxido do produto embalado, o qual foi determinado por titulometria de acordo com a metodologia da AOCS Cd 8b-90 (1990) nos dias 0, 7 e 15.

4.7.3 Teor de compostos fenólicos (CF)

A determinação dos compostos fenólicos foi realizada baseado no método de Follin-Ciocalteu, de acordo com Kwiatkowski et al (2010), com modificações. Foi utilizado 1,00 mL de amostra, sendo posteriormente homogeneizada com 20 mL de etanol 50% (v/v), durante 2 min e posteriormente centrifugada durante 5 min, a 5000 rpm. Foi transferido 0,5 mL desse extrato para um balão de 25 mL, protegidos da luz (envoltos em papel alumínio) e adicionado aproximadamente 2 mL de água destilada, 2,5 mL de solução de Follin-Ciocalteu a 10% e 2 mL de solução de carbonato de sódio a 7,5 % (m/v), completando o restante do volume do balão com água destilada. A mistura foi homogeneizada e mantida em repouso na ausência de luz por 2 h. A análise foi realizada em espectrofotômetro a 765 nm. De todas as medidas foi descontado o valor de absorvância de um branco. O ácido gálico (AG) foi usado como padrão, sendo elaborada uma curva de calibração com este reagente. Os resultados foram expressos em massa de AG/100 g de amostra.

4.7.4 Determinação de substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS)

Para a determinação de TBARS foi utilizado aproximadamente 1 mL da amostra (azeite de oliva), 5,0 mL de cloreto de potássio 1% sendo homogeneizado em vortex por 2 min. A mistura foi centrifugada por 10 min à 4000 rpm. Uma alíquota de 1,0 mL do sobrenadante foi transferido para um tubo de ensaio, adicionando 250 µL de ácido tricloroacético 30% (m/v), 500 µL de ácido tiobarbitúrico 0,8% (m/v) e água destilada

suficiente para completar o volume final de 2,0 mL. Após a adição de cada componente, a mistura foi novamente homogeneizada em vortex, seguindo a sequência indicada acima. Os tubos foram aquecidos em banho termostático a uma temperatura de 100°C por 30 min. Em seguida, foi adicionado na mistura 5,0 mL de 1-butanol, sendo posteriormente homogeneizado em vortex durante 2 min e centrifugado a 4000 rpm durante 15 min. A absorvância da fase orgânica foi medida em espectrofotômetro a 535 nm.

4.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA

As análises estatísticas da variância (ANOVA) foram realizadas utilizando o software ASSISTAT versão 7.7 beta (SILVA; AZEVEDO, 2009). As diferenças significativas entre as médias foram identificadas através do teste de Tukey ($p < 0,05$).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES COMPOSTOS DE GELATINA (GEL) E AMIDO DE MILHO NATIVO (AMN)

5.1.1 Análise visual e tátil

Os filmes elaborados com gelatina, amido de milho nativo e glicerol, em todas as concentrações e proporções apresentaram boa aparência, de fácil manuseio e visivelmente homogêneos, sem presença de partículas insolúveis e zonas quebradiças, como pode ser observado na Figura 15.

Figura 15 - Filmes elaborados com gelatina (GEL) e amido de milho nativo (AMN), adicionado de glicerol (GLI) em diferentes proporções.



Fonte: O autor.

De modo geral os filmes compostos que continham maior proporção de GEL (2:1) se mostraram mais rígidos e levemente opacos, sendo os que continham maior proporção de AMN (1:2) se apresentaram com maior opacidade, flexíveis e frágeis. No entanto, com o aumento na concentração do teor de gelatina (de 5 para 10 %) os filmes apresentaram-se mais rígidos, e com uma coloração levemente amarelada, isso ocorreu provavelmente devido ao aumento da concentração de gelatina. Aspecto semelhante foi obtido por Bertan (2008) em filmes de gelatina, amido de milho ceroso nativo (2 e 4%) e glicerol (10%) e por Fakhouri (2009) que elaborou filmes à base de gelatina (10%), amido de milho nativo (3 e 5%) plastificado com glicerol (10%) obtendo filmes homogêneos e de fácil desprendimento da placa.

5.1.2 Umidade e Atividade de Água (a_w)

A umidade e a atividade de água são fatores importantes na conservação de alimentos, sobretudo naqueles em que ocorre deterioração por ganho ou perda de água. Na Tabela 3, estão apresentados os valores médios e desvio padrão da umidade e atividade de água dos filmes compostos elaborados.

Tabela 3-Teor de umidade dos filmes elaborados com gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN) com glicerina (GLI).

Filme***	Porcentagem (%) (GEL:AMN)	Proporção (GEL:AMN)*	Umidade (%)**	Atividade de água (a_w)**
GEL (5%)/AMN (2%)/GLI	100:50	2:1	12,92 ± 0,70 ^{bc}	0,64 ± 0,19 ^a
	50:50	1:1	13,70 ± 0,93 ^b	0,62 ± 0,01 ^{ab}
	50:100	1:2	11,80 ± 0,24 ^{cd}	0,62 ± 0,01 ^{ab}
GEL (5%)/AMN (4%)/GLI	100:50	2:1	9,64 ± 0,19 ^{fg}	0,61 ± 0,00 ^{bcd}
	50:50	1:1	9,06 ± 0,56 ^g	0,61 ± 0,01 ^{bc}
	50:100	1:2	10,02 ± 0,71 ^{efg}	0,60 ± 0,00 ^{cde}
GEL (10%)/AMN (2%)/GLI	100:50	2:1	9,57 ± 0,45 ^{fg}	0,58 ± 0,00 ^e
	50:50	1:1	11,01 ± 0,19 ^{def}	0,58 ± 0,00 ^e
	50:100	1:2	10,92 ± 0,73 ^{def}	0,59 ± 0,01 ^{de}
GEL (10%)/AMN (4%)/GLI	100:50	2:1	11,61 ± 0,27 ^{cde}	0,58 ± 0,01 ^e
	50:50	1:1	9,87 ± 0,61 ^{efg}	0,59 ± 0,01 ^{cde}
	50:100	1:2	16,64 ± 0,91 ^a	0,59 ± 0,01 ^{cde}

*GEL=gelatina; AMN=amido de milho nativo; GLI=glicerina **Média e desvio padrão.***As proporções são em bases a soluções de GEL (5 e 10%) e AMN (2 e 4%). Valores que apresentam a mesma letra, em uma mesma coluna, não apresentam diferenças significativas ($p>0,05$) pelo Teste de Tukey a 95% de confiança.

Analisando a Tabela 3, é observado, que o conteúdo de umidade dos filmes elaborados variou de 9,06 a 16,64%. Foi verificado que, ao aumentar o teor de amido de 2 para 4%, nos filmes compostos elaborados com 5% de GEL, em todas as proporções estudadas (2:1, 1:1 e 1:2), ocorreu a diminuição do valor de umidade dos filmes, se diferenciando estatisticamente a $p < 0,05$. Esse comportamento pode ter ocorrido em virtude da formação de uma estrutura mais compacta, onde o aumento da concentração de amido (2 para 4%) provocou maior número de interações entre os biopolímeros (gelatina-amido e amido-amido) reduzindo desta forma a interação dos mesmos com a água e conseqüentemente ocorrendo uma redução no valor de umidade dos filmes. Kester e Fennema (1986) afirmam que a formação de filmes inicia-se com a formação do gel, envolvendo ligações inter e intramoleculares cruzadas entre cadeias de polímeros, formando uma matriz tridimensional semi-rígida que envolve e imobiliza o solvente utilizado.

Para os filmes elaborados com 10% de GEL, com o aumento da concentração de amido (2 para 4%), só foi possível observar a diminuição de umidade dos filmes na proporção de 1:1. Ao comparar as proporções 1:1 de cada formulação (5 e 10% de GEL), variando a porcentagem de amido (de 2 para 4%) pode-se notar que, houve uma diminuição dos valores de umidade.

Quando houve o aumento do teor de GEL (de 5 para 10%), a diminuição da umidade apenas ocorreu nos filmes elaborados com 2% AMN. Já os filmes elaborados com 4% de AMN apresentaram aumento do teor de umidade para todas as proporções, sendo mais intenso na proporção de 1:2 (10,02 para 16,64%). Esse comportamento ocorreu provavelmente por uma desestabilização da matriz, com o aumento da concentração de gelatina, a qual pode ter provocado exposição de grupamentos que poderiam ter interagido com a água. Gontard et al. (1994) relatam que acima de uma certa quantidade de lipídeos (20 g/100 g matéria seca), alguns filmes protéicos podem sofrer desestabilização parcial de sua estrutura, ocasionando redução das forças intermoleculares entre as cadeias de proteína.

Rigo (2006) elaborou filmes com 50% de amido modificado, 25% de amido de milho nativo e 25% de alginato de sódio, adicionados de glicerol e obteve valores de umidade próximos ao encontrados neste experimento, variando a umidade de 11,71% a 19,70%. Petersson e Stading (2005), avaliando filmes de amido com adição de monoglicerídeos obteve valores de umidade entre 11 e 15%, similar ao obtidos neste experimento.

Neste estudo, os valores obtidos de atividade de água, variaram de 0,58 a 0,64 (Tabela 3). Pode-se observar que os filmes elaborados com 5% de GEL nas proporções de 2:1 e 1:2, apresentaram uma redução dos valores de atividade de água quando houve o aumento do teor

de AMN (de 2 para 4%). Comportamento semelhante foi observado com o aumento do teor de GEL (de 5% para 10%), em filmes com 2 e 4% de AMN, onde ocorreu a diminuição do valor da atividade de água em todas as proporções estudadas. Este fato pode ser explicado devido o aumento da quantidade de gelatina e amido nos filmes, pois ao aumentar a concentração de sólidos na matriz, os mesmos podem acarretar na formação de filmes mais coesos, que promove maior interação entre a água e o biopolímero. Ribeiro (2014) ao produzir filmes à base de zeína, ácido oleico, adicionados com, 1 %, 2 % e 3 % de nanocarbonato, plastificados com glicerol, obteve valores de atividade de água variando entre 0,6858 a 0,7592. O autor constatou que os valores de a_w não diferiram estatisticamente ($p > 0,05$) com a adição das diferentes concentrações de nanocarbonato, pois todos os filmes foram armazenados nas mesmas condições, de temperatura (25 °C) e umidade relativa de 75%.

5.1.3 Espessura, permeabilidade a vapor de água (PVA) e solubilidade (SOL).

Os resultados da análise de espessura, permeabilidade a vapor de água e solubilidade dos filmes elaborados, encontram-se na Tabela 4.

As espessuras dos filmes elaborados variaram entre 0,025 mm a 0,069 mm, sendo menor para o filme de GEL(5%)/AMN(2%) na proporção 1:2 e maior para o filme GEL(5%)/AMN(4%) na proporção 2:1. Essa diferença ocorreu em virtude das diferentes proporções utilizadas na elaboração dos filmes compostos, as quais são dependentes da composição inerente a cada solução. Foi observado que ao variar o teor de AMN (de 2 para 4%), em filmes compostos de GEL(5%), na proporção 2:1 e 1:2, houve um aumento nas espessuras dos filmes, o mesmo comportamento ocorreu também na proporção 2:1, 1:1 e 1:2 em filmes com GEL (10%), variando a proporção de AMN de 2 para 4%. O aumento da concentração de GEL de 5 para 10%, provocou aumento na espessura em todas as proporções estudadas, tanto ao utilizar AMN 2% como 4%. Essa diferença está relacionada ao aumento na quantidade de matéria seca. Assim, quando há o aumento da concentração de proteínas nos filmes, ocorre o aumento de sólidos na matriz polimérica formada após a secagem, acarretando no aumento do valor de espessura dos mesmos (ZAVAREZE et al., 2012).

No presente estudo, ocorreu padronização da alíquota de solução filmogênica nas placas (20 mL), porém os filmes compostos apresentaram valores de espessura diferenciados. Sobral (2000) explica que o controle da espessura dos filmes em processos de produção do tipo “casting” se torna difícil, devido as dificuldades na precisão e no controle da alíquota adicionada no suporte.

Tabela 4-Espessura, permeabilidade a vapor de água e solubilidade dos filmes de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), plastificados com glicerol (GLI).

Filme***	Porcentagem (%) (GEL:AMN)	Proporção (GEL:AMN)*	Espessura (mm)**	PVA (g.mm/m ² .d.kPa)**	SOL (%)**
GEL(5%)/ AMN(2%) /GLI	100:50	2:1	0,04 ± 0,00 ^{fg}	4,22 ± 0,10 ^{fg}	43,30 ± 0,52 ^{bc}
	50:50	1:1	0,03 ± 0,00 ^g	3,88 ± 0,35 ^g	19,78 ± 0,20 ^h
	50:100	1:2	0,03 ± 0,00 ^h	4,17 ± 0,62 ^{fg}	33,97 ± 0,22 ^e
GEL(5%)/ AMN(4%) /GLI	100:50	2:1	0,04 ± 0,00 ^e	5,66 ± 0,37 ^{bcd}	44,35 ± 0,33 ^b
	50:50	1:1	0,04 ± 0,00 ^{fg}	4,85 ± 0,30 ^{def}	20,60 ± 0,53 ^{gh}
	50:100	1:2	0,04 ± 0,00 ^{ef}	4,65 ± 0,19 ^{efg}	26,03 ± 0,38 ^f
GEL (10%)/ AMN(2%) /GLI	100:50	2:1	0,06 ± 0,00 ^b	6,33 ± 0,28 ^b	48,32 ± 0,13 ^a
	50:50	1:1	0,05 ± 0,00 ^d	5,40 ± 0,19 ^{cde}	42,36 ± 0,53 ^c
	50:100	1:2	0,04 ± 0,00 ^{ef}	5,87 ± 0,16 ^{bc}	37,24 ± 0,95 ^d
GEL (10%)/ AMN(4%) /GLI	100:50	2:1	0,07 ± 0,00 ^a	7,60 ± 0,11 ^a	37,43 ± 0,60 ^d
	50:50	1:1	0,06 ± 0,00 ^c	6,21 ± 0,27 ^{bc}	21,59 ± 0,22 ^g
	50:100	1:2	0,05 ± 0,00 ^d	6,14 ± 0,12 ^{bc}	14,16 ± 0,39 ⁱ

*GEL=gelatina; AMN=amido de milho nativo; GLI=glicerina **Média e desvio padrão.***As proporções são em bases a soluções de GEL (5 e 10%) e AMN (2 e 4%). Valores que apresentam a mesma letra, em uma mesma coluna, não apresentam diferenças significativas ($p > 0,05$) pelo Teste de Tukey a 95% de confiança.

A permeabilidade a vapor de água (PVA) variou 3,88 a 7,60 g.mm/m².d.kPa. Os menores valores foram obtidos em filmes com 5% de GEL e 2% de AMN na proporção de 1:1 e maiores para os filmes de 10% de GEL e 4% de AMN na proporção 2:1.

Os filmes elaborados com 5% de GEL e 2% de AMN não diferiram estatisticamente entre si, em relação às proporções estudadas (2:1, 1:1 e 1:2). Um aumento na concentração de AMN de 2 para 4% nos filmes elaborados com 5% de GEL provocou aumento na PVA dos filmes nas proporções de 2:1 e 1:1. Este comportamento ocorreu provavelmente em função do aumento da espessura provocado pelo aumento de sólidos na solução. Segundo Park e Chinnan (1995), a permeabilidade ao vapor de água pode variar com a espessura dos filmes devido a mudanças estruturais causadas pelo inchamento da matriz hidrofílica, o que afeta a estrutura dos filmes e provoca tensões internas que podem influenciar a permeação.

O aumento da concentração de gelatina (de 5 para 10%) nos filmes compostos com 2 e 4% de AMN, provocou um aumento na permeabilidade a vapor de água, em todas as proporções. Isso ocorre devido ao caráter hidrofílico da gelatina, que induz a interação com a água, acarretando no aumento do valor da permeabilidade a vapor de água dos filmes (BERTAN, 2003).

Fakhouri (2002) em seus estudos sobre filmes elaborados com gelatina e triacetina observou que o aumento da concentração de proteína nos filmes, provocou um aumento no valor de espessura e na PVA. Bertan (2008) observou o mesmo comportamento em filmes de amido de milho ceroso e modificado, plastificados com glicerol.

Alves et al., (2007) obtiveram resultados acima dos encontrados neste trabalho, cujo valores variaram de 20,74 a 42,34 g.mm/m².d.kPa em filmes compostos de 2% de fécula de mandioca, plastificados com glicerol. Kechichian et al., (2010) em estudos prévios de filmes a base de amido de mandioca nativo, plastificados com açúcar invertido e sacarose, para incorporação de aditivos antimicrobianos, obteve valores variando entre 1,47 a 5,67 g.mm/m².d.kPa, sendo próximos aos encontrados neste trabalho. Já Ribeiro (2014), ao elaborar filmes à base de zeína, ácido oléico adicionado de nanocarbonato, plastificados com glicerol, encontrou um valor de PVA semelhante aos obtidos neste trabalho, variando o valor de PVA de 5,9561 a 7,0406 g.mm/m².d.kPa. O autor comparou os resultados obtidos com a PVA de celofane, material muito utilizado em indústrias de embalagens e constatou que os filmes de zeína, apresentaram valores de PVA bastante similares ao do celofane, cujo valor do mesmo é de 7,271 g.mm/m².d.kPa.

Os valores de solubilidade em água, variaram de 14,16 a 48,32%, sendo o menor valor obtido na proporção 1:2 de filmes de GEL(10%) e AMN(4%), e o maior valor obtido na proporção 2:1 de filmes composto de 10% de GEL e 2% de AMN.

O aumento da concentração de amido de milho nativo (de 2 para 4%), em filmes de 5% de GEL, aumentou o valor de SOL nas proporções 2:1 e 1:1, exceto na proporção 1:2 onde o valor de SOL diminuiu de 33,97% para 26,03%. Comportamento semelhante foi obtido em todas as proporções (2:1,1:1 e 1:2) de filmes de 10% de GEL quando houve o aumento do teor de AMN (de 2 para 4%), houve um decréscimo nos valores de SOL, provavelmente isso ocorreu em virtude da formação de uma matriz mais coesa, o que dificultou a solubilização.

O aumento da concentração de gelatina (5 para 10%) provocou um acréscimo na solubilidade dos filmes elaborados com 2% de AMN em todas as proporções estudadas. Já para os filmes de gelatina a 10% elaborados com 4% de AMN foi observada uma redução na SOL para os filmes na proporção de 2:1 (44,35 para 37,43) e na 1:2 (26,03 para 14,16%). A solubilidade dos filmes em água está diretamente relacionada aos seus componentes, ou seja, com a hidrofilicidade/hidrofobicidade, interação entre os componentes e conseqüentemente sua estrutura.

Resultados similares foram obtidos por Fakhouri (2009), com filmes elaborados com vários tipos de amido de milho (nativo, ceroso e ceroso modificado) e gelatina, plastificados com glicerol, cujos valores de solubilidade variaram entre 16,52 a 49,41%. Bertan (2008) também obteve valores de solubilidade próximos ao encontrados neste de trabalho, variando de 18,35 a 38,63%, sendo inferior aos encontrados por Matta Junior (2009), que obteve valores variando de 3,14 a 18,39% em filme de amido de ervilha e goma xantana, adicionados de glicerol.

Fakhouri et al., (2007) cita que a solubilidade, pode direcionar a aplicação do filme biodegradável como embalagem, pois dependendo da utilização do mesmo, em alguns casos, a sua total solubilização em água é requerida, como nos produtos semi prontos destinados ao preparo sob cozimento.

5.1.4 Resistência a tração (RT) e alongação (ELO)

Os valores de resistência à tração e alongação dos filmes de GEL/AMN encontram-se na Tabela 5. A resistência à tração (RT) dos filmes compostos elaborados variou de 10,95 a 79,04 MPa, sendo menor para o filme de GEL(10%)/AMN(2%) na proporção de 1:2 e maior para os filmes de GEL(5%)/AMN(2%) na proporção 2:1.

Na Tabela 5, é observado que ao aumentar a concentração de AMN de 2 para 4% com 5% de GEL, na proporção 2:1, houve um diminuição na RT dos filmes. Já o aumento na proporção de AMN (1:2) de 2 para 4% nos filmes compostos, provocou um aumento na RT dos filmes, independente da concentração de GEL (5 ou 10%) utilizada. Isso ocorreu provavelmente em virtude de maior concentração de sólidos estarem presentes na matriz do filme, tornando o mais coeso. Mali et al., (2004) explica que durante a secagem da solução formadora, a água é evaporada, permitindo uma aproximação das cadeias do amido, formando uma matriz mais densa.

Em contrapartida, ao aumentar o teor de GEL (5 para 10%) pode-se observar que a mesma, provocou um aumento nos valores de RT, para os filmes elaborados com AMN (2%), nas proporções de 1:1 (23,61 para 61,95 MPa) e para os filmes elaborados com AMN (4%) em todas as proporções estudadas, ou seja, a RT melhorou com a elevação da concentração de gelatina. Portanto, assim como a SOL, os valores da RT também aumentaram com a adição de maior teor (matéria seca) de gelatina nos filmes compostos. Segundo Cuq et al., (1996), a força na ruptura pode aumentar com o aumento da quantidade de matéria seca na superfície, que propicia o incremento superficial do número de cadeias de proteínas, conduzindo no

aumento do número potencial de interações intermoleculares. O efeito do aumento da RT com o aumento da concentração de gelatina, em filmes compostos de amido, também foi observado por Fakhouri (2002) e Bertan (2008).

Tabela 5-Propriedades mecânicas (resistência a tração e alongação) dos filmes de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), plastificados com glicerol (GLI).

Filme***	Porcentagem (%) (GEL:AMN)	Proporção (GEL:AMN)*	RT (MPa)**	ELO (%)**
GEL(5%)/AMN(2%)/GLI	100:50	2:1	79,04 ± 11,26 ^a	4,17 ± 0,89 ^{abcd}
	50:50	1:1	23,61 ± 4,77 ^{fg}	1,45 ± 0,61 ^d
	50:100	1:2	21,16 ± 6,56 ^g	1,67 ± 0,59 ^{cd}
GEL(5%)/AMN(4%)/GLI	100:50	2:1	37,98 ± 5,36 ^{de}	2,53 ± 0,75 ^{bcd}
	50:50	1:1	25,15 ± 5,29 ^{efg}	2,36 ± 0,52 ^{bcd}
	50:100	1:2	48,53 ± 9,74 ^{cd}	4,21 ± 1,73 ^{abc}
GEL(10%)/AMN(2%)/GLI	100:50	2:1	37,34 ± 4,16 ^{def}	2,63 ± 0,92 ^{bcd}
	50:50	1:1	61,95 ± 14,69 ^{bc}	5,01 ± 1,62 ^{ab}
	50:100	1:2	10,95 ± 4,62 ^g	1,60 ± 0,79 ^{cd}
GEL(10%)/AMN(4%)/GLI	100:50	2:1	69,23 ± 0,89 ^{ab}	4,89 ± 2,56 ^{ab}
	50:50	1:1	69,14 ± 4,71 ^{ab}	4,90 ± 1,65 ^{ab}
	50:100	1:2	64,86 ± 3,45 ^{ab}	6,19 ± 2,12 ^a

*GEL=gelatina; AMN=amido de milho nativo; GLI=glicerina **Média e desvio padrão.***As proporções são em bases a soluções de GEL (5 e 10%) e AMN (2 e 4%). Valores que apresentam a mesma letra, em uma mesma coluna, não apresentam diferenças significativas ($p > 0,05$) pelo Teste de Tukey a 95% de confiança.

Os resultados da resistência à tração, de todas as formulações avaliadas no presente estudo, são comparáveis aos relatados por Fakhouri (2009), ao elaborar filmes flexíveis e biodegradáveis à base de diferentes tipos de amido (3 e 5%), gelatina (10%), plastificados com glicerol e sorbitol, cujo valores variaram de 11,13 a 109,90 MPa, dentro da faixa dos obtidos neste trabalho. Pagno et al., (2014) estudaram o desenvolvimento de filmes biodegradáveis a partir de farinha integral de amaranto e amido de amaranto e apresentaram valores abaixo do presente trabalho, com RT para farinha integral de $4,82 \pm 0,54$ MPa, e para o filme de amido de amaranto valores de $7,58 \pm 1,30$ MPa.

A porcentagem de alongação (ELO) dos filmes compostos variou de 1,45 a 6,19%, sendo menor, no filme composto com 5% de GEL e 2% de AMN na proporção 1:1 e maior no filme composto de 10% de GEL e 4% de AMN na proporção 1:2. O aumento na concentração de amido (2 para 4%) nos filmes elaborados em filmes com 5% e 10% de gelatina provocou um aumento no valor de ELO na proporção de 1:2, tanto para os filmes de gelatina a 5% (1,67 para 4,21%), assim como para os filmes elaborados com 10% de gelatina (1,60 para 6,19%).

O aumento na concentração da solução de gelatina na formadora de filme de 5 para 10%, provocou um aumento na porcentagem de ELO para os filmes elaborados com 2% de AMN nas proporções de 1:1 (1,45 para 5,01%) e para os filmes elaborados com 4% de AMN nas proporções de 2:1 (2,53 para 4,89%), 1:1 (2,36 para 4,90%) e 1:2 (4,21 para 6,19%). Essas diferenças foram observadas ao aumentar a concentração dos componentes utilizados, ou seja, gelatina (5 para 10%) e amido de milho nativo (2 para 4%), assim como a variação da proporção (2:1, 1:1 e 1:2), está diretamente relacionada com as interações que esses componentes realizam, influenciando conseqüentemente nas propriedades obtidas.

As propriedades dos filmes são influenciadas pela interação entre as proteínas na matriz filmogênica, em diversos sítios ativos das cadeias protéicas (LIM; MINEY; TUNG, 1998). Da mesma forma, a interação das proteínas com os polissacarídeos, pode ser influenciada, por vários fatores como: natureza, proporção proteína/polissacarídeo, estrutura e massa molecular dos biopolímeros (GIRARD et al., 2002).

Bertan (2008) elaborou filmes a base de amido de milho ceroso nativo ou modificado e gelatina, e obteve valores de porcentagem de alongação entre 2,01 a 4,96%, sendo valores abaixo dos encontrados neste trabalho. Fakhouri et al., (2007), elaboraram filmes compostos à base de amidos nativos e gelatina, cujo valor da ELO variou de 2,86% a 8,10%, um pouco acima dos encontrados neste trabalho.

5.1.5 Opacidade (OP)

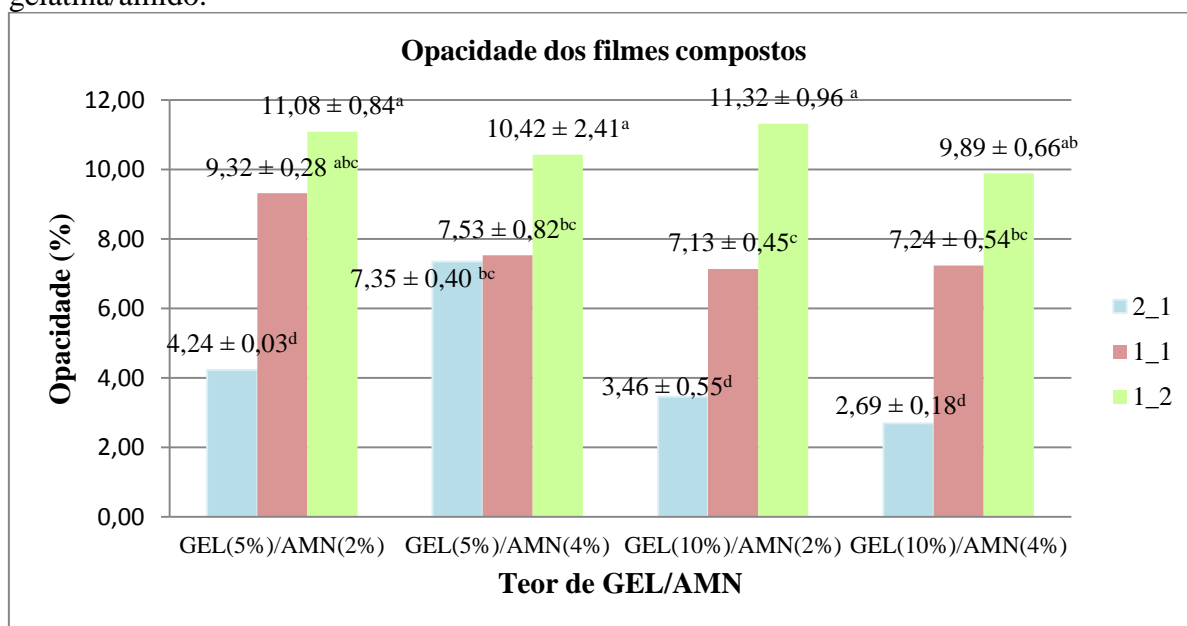
Na Figura 16 estão os resultados obtidos da opacidade dos filmes compostos. Pode-se observar que a porcentagem de opacidade variou de 2,69 a 11,32%. De modo geral, a adição de maior quantidade de gelatina em todas as proporções (2:1), dos filmes compostos elaborados apresentou menores valores de opacidade, comparada às demais proporções 1:1 e 1:2. Efeito semelhante foi encontrado por Fakhouri (2009) que, com a adição de gelatina na elaboração de filmes compostos, constatou que a opacidade dos filmes de amido de milho (ceroso, ceroso modificado e nativo) também diminuiu.

Observou-se na Figura 16 que a medida que se elevou o teor de AMN de 2 para 4% na proporção 2:1 em filmes de GEL com 5%, houve um aumento no valor de opacidade do material, se diferenciando estatisticamente ($p < 0,05$) em relação a mesma proporção. Quando houve o aumento do teor de GEL (de 5 para 10%) na proporção 2:1, foi observado que os valores de opacidade não se diferenciaram quando um maior teor de gelatina foi adicionado à solução filmogênica. Estes resultados demonstram que as diferentes concentrações, tanto de

GEL como de AMN, na elaboração dos filmes compostos, não afetaram a opacidade dos materiais em filmes da mesma proporção.

A adição de gelatina na matriz polimérica de filmes de amido de milho, para Fakhouri (2009), diminui a opacidade dos mesmos, devido a conformação tripla hélice presente na estrutura da gelatina, fazendo com que a matriz tenha tendência a ficar mais aberta, permitindo uma maior passagem de luz, diminuindo sua opacidade. Em contrapartida, uma maior concentração de amido na matriz polimérica, pode dificultar a passagem de luz, visto que a matriz ficará menos aberta, devido a presença de anéis glicosídicos do amido, como pode ser observado nos resultados obtidos neste trabalho.

Figura 16 - Opacidade dos filmes compostos de gelatina, amido de milho nativo, plastificados com glicerol. GEL= gelatina; AMN= amido de milho nativo. (2_1, 1_1, 1_2): proporção de gelatina/amido.



Valores abaixo dos obtidos neste trabalho foram encontrados por Rocha et al. (2014), ao avaliar o efeito da adição de extrato proteico de soja, em filmes de amido de mandioca plastificados com glicerol, pela técnica de *casting*. Os autores constataram que o aumento do teor de proteína de soja, que possui uma coloração amarelada, acarretou no aumento da opacidade dos filmes, variando de 2,16 a 4,88%. Já valores acima dos obtidos neste trabalho, foram encontrados por Fakhouri, Batista e Grosso (2003), ao desenvolverem filmes feitos de gelatina (5, 10 e 15%), triacetina e ácidos graxos (esteárico, láurico e palmítico), simples, compostos e de dupla camada, cujos valores obtidos variaram aproximadamente de 18 a 25%.

5.2 FILME COMPOSTO SELECIONADO

Com base nos resultados obtidos, os filmes compostos que apresentaram menores valores de PVA foram os filmes elaborados com 5% de GEL e 2% de AMN, em todas as proporções (2:1; 1:1 e 1:2), assim como a proporção 1:2, do filme elaborado com a mesma concentração de GEL (5%), com 4% de AMN. Assim a escolha do melhor filme composto foi baseada em quatro proporções, sendo elas: (i) 5% de GEL e 2% AMN na proporção 2:1, (ii) 5% de GEL e 2% AMN na proporção 1:1, (iii) 5% de GEL e 2% AMN na proporção 1:2 (iv) 5% de GEL e 4% de AMN, na proporção de 1:2.

Deste modo, para a escolha da melhor concentração e proporção para a elaboração do filme composto ativo, com a adição de polpa de guabiroba, os filmes foram escolhidos em função das suas características. Primeiramente, foi verificado a manuseabilidade do filme, quanto a um esforço manual produzido pela mão. Foram descartadas as proporções de 2:1 do teor GEL(5%)/AMN(2%) e a proporção 1:2 de GEL(5%)/AMN(2%), pois ao aplicar a força os mesmos não permaneceram intactos. Assim, a escolha da melhor formulação foi baseada na análise de solubilidade, cujo filme que obteve menor valor foi a proporção 1:1 de GEL(5%) e AMN(2%), obtendo cerca de 19,78% de SOL, sendo este o filme selecionado para a adição da polpa de guabiroba (10 e 20%). As propriedades mecânicas não foram utilizadas como parâmetros de escolha, pois as mesmas foram realizadas através de parceria com a Universidade Estadual de Londrina, a qual foi firmada após a elaboração e caracterização dos filmes ativos já estarem em andamento.

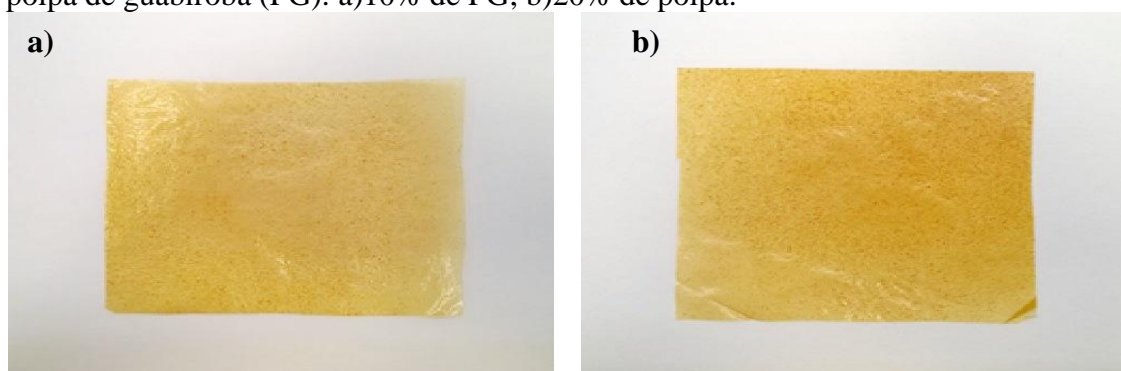
5.3 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES COMPOSTOS ATIVOS, ADICIONADOS DE POLPA DE GUABIROBA (PG)

5.3.1 Análise visual e tátil

Os filmes compostos ativos elaborados com GEL, AMN e polpa de guabiroba (PG), plastificados com glicerol, se apresentaram com boa aparência e flexíveis, porém a adição de PG (10 e 20%) tornaram os filmes compostos pegajosos e frágeis, principalmente o que continha maior quantidade de polpa. Além disso, foi observado que a adição de polpa, fez os filmes compostos, apresentarem coloração alaranjada, sendo esta coloração mais intensa no filme composto ativo com adição de 20% de PG, como pode ser observada na Figura 17.

A incorporação de 10 e 20% de PG na matriz polimérica dos filmes compostos, apresentou, em apenas um dos lados dos filmes compostos, uma textura granular, decorrente das fibras insolúveis oriundas da polpa de guabiroba que não se solubilizaram na solução filmogênica. Aspecto semelhante foi obtido por Reis (2011) ao elaborar filmes base de fécula de mandioca incorporada com polpas de manga e extrato de erva mate.

Figura 17 - Filmes compostos de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN) com adição de polpa de guabiroba (PG): a)10% de PG; b)20% de polpa.



Fonte: o autor

5.3.2 Umidade e Atividade de Água (a_w)

Na Tabela 6 são apresentados os valores médios e os desvios padrão do teor de umidade e da atividade de água dos filmes compostos controle e ativos, de acordo com a quantidade de polpa de guabiroba utilizada, obtidos conforme descrito no item 4.5.2 e 4.5.3.

Da Tabela 6, pode-se notar que os valores obtidos de umidade dos filmes com adição de PG variaram de 15,79 a 16,50%. O filme composto ativo com adição de 10% de PG pela análise estatística não se diferenciou ($p > 0,05$) do filme ativo com 20% de PG, no entanto, ao comparar com o filme controle (sem a adição de PG), houve diferença significativa nos valores de umidade. O acréscimo do valor de umidade nos filmes ativos foi influenciado pela adição de polpa nos mesmos, uma vez que a polpa possui em sua composição, constituintes higroscópicos, tais como carboidratos, proteínas e fibras que, conseqüentemente incrementaram no teor de umidade dos filmes ativos. Segundo Vallilo et al., (2008) a polpa de guabiroba (*C. xanthocarpa*) possui teores elevados de umidade, cujo valor é de cerca de 81,4%. Santos (2011), ao realizar estudo da caracterização do fruto e polpa de guabiroba também obteve valores próximos ao encontrados pelo o autor, supracitado onde no fruto a umidade encontrada foi de 79,41% e para a polpa a umidade foi de 79,52 %.

Tabela 6-Teor de umidade dos filmes elaborados com gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), com adição de 10 e 20% de polpa de guabiroba (PG), plastificados com glicerol(GLI).

Filme***	Porcentagem (%) (GEL: AMN)	Proporção (GEL:AMN)*	Umidade (%)**	Atividade de água (a_w)**
GEL (5%)/AMN (2%)/GLI	50:50	1:1	13,70 ± 0,93 ^b	0,62 ± 0,01 ^a
GEL (5%)/AMN (2%)/GLI/ PG (10%)	50:50	1:1	15,79 ± 0,23 ^a	0,61 ± 0,01 ^a
GEL (5%)/AMN (2%)/GLI/ PG (20%)	50:50	1:1	16,50 ± 0,37 ^a	0,61 ± 0,00 ^a

*GEL=gelatina; AMN=amido de milho nativo; GLI=glicerina **Média e desvio padrão.***As proporções são em bases a soluções de GEL (5 e 10%), AMN (2 e 4%) e PG(10 e 20%). Valores que apresentam a mesma letra, em uma mesma coluna, não apresentam diferenças significativas ($p > 0,05$) pelo Teste de Tukey a 95% de confiança.

Comparando estes resultados com os valores relatados na literatura, os filmes compostos ativos estão na faixa dos valores de umidade relatado por Arenas (2012), que obteve valores variando entre 14,46 a 14,47% em filmes biodegradáveis a base de fécula de mandioca, incorporados de antocianina natural, em concentrações de 0,05 e 0,10 g/100 g de solução filmogênica, plastificados com glicerol. Neste estudo, ao autor ressalta que o incremento do plastificante teve efeito significativo no valor de umidade dos filmes, pois também é um composto higroscópico, sendo um fator que também influencia no aumento do valor desta propriedade. Valores abaixo dos obtidos neste trabalho foram relatados por Borges (2013), ao produzir filmes à base de gelatina e colágeno, com adição de extrato de própolis, com concentrações de 0, 100 e 200 g/g de massa de gelatina e colágeno, cujo valor variou de 12,0 a 13,1%.

A atividade de água dos filmes ativos (0,61) não apresentou diferença estatística ($p > 0,05$) significativa do filme controle (0,62). Arenas (2012), obteve valores acima dos encontrados neste trabalho, cujos valores variaram de 0,750 a 0,753. O ator explica que os filmes apresentaram este valor, pois foram acondicionados em umidade relativa de 75% a 25 ± 1°C. Além disso, os valores de a_w encontrados são inferiores a 0,80, onde de modo geral, o crescimento de bactérias é considerado baixo, pois as mesmas requerem a_w mais alta que fungos que podem se multiplicar em a_w até 0,60 (FRANCO; LANDGRAF, 2008).

5.3.3 Espessura, permeabilidade a vapor de água (PVA) e solubilidade (SOL)

A Tabela 7 apresenta os valores médios e os desvios padrões, dos valores de espessura, PVA e SOL, de acordo com a quantidade de GEL, AMN e PG utilizada na

elaboração dos filmes compostos ativos.

Tabela 7-Espessura, permeabilidade a vapor de água e solubilidade dos filmes de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), polpa de guabiroba (PG) (10 e 20%), plastificados com glicerol (GLI).

Filme***	Porcentagem (%) (GEL:AMN)	Proporção (GEL: AMN)*	Espessura (mm)**	PVA (g.mm/m ² .d.k Pa)**	SOL (%)**
GEL (5%)/ AMN(2%)/ GLI	50:50	1:1	0,04± 0,00 ^c	3,88± 0,35 ^c	19,78± 0,20 ^c
GEL (5%)/ AMN (2%)/ GLI/ PG (10%)	50:50	1:1	0,09± 0,01 ^b	6,75± 0,38 ^b	28,84± 0,93 ^b
GEL (5%)/ AMN (2%)/ GLI/ PG (20%)	50:50	1:1	0,12± 0,01 ^a	12,95± 0,61 ^a	36,92± 0,47 ^a

*GEL=gelatina; AMN=amido de milho nativo; GLI=glicerina **Média e desvio padrão.***As proporções são em bases a soluções de GEL (5 e 10%), AMN (2 e 4%) e PG(10 e 20%). Valores que apresentam a mesma letra, em uma mesma coluna, não apresentam diferenças significativas ($p>0,05$) pelo Teste de Tukey a 95% de confiança.

Os valores de espessura dos filmes ativos variaram de 0,090 mm a 0,124 mm. Foi observado que, apesar dos filmes terem sido elaborados a partir de um valor pré-estabelecido (20 mL), para ser adicionada na placa, resultando em espessuras semelhantes, foram constatadas diferenças significativas ($p<0,05$), entre as formulações (Tabela 7). Uma possível justificativa para este fato pode estar relacionada aos componentes presentes na polpa, tais como as fibras, carboidratos e proteínas, que são polímeros de alta massa molecular, no qual aumentou os sólidos na solução e com isso contribuiu para o aumento da espessura. Comportamento semelhante foi relatado por Souza, Silva e Druzian (2012) ao desenvolverem filmes a base de amido de mandioca (4%), com polpa de manga (0 a 20%) e de acerola (0 a 20%), adicionados de sacarose (0,7%) e açúcar invertido (1,4%).

Os valores de permeabilidade ao vapor de água (PVA) dos filmes compostos ativos variaram de 6,75 a 12,95 g.mm/m².d.kPa, enquanto que o filme controle apresentou um valor de 3,88 g.mm/m².d.kPa, constatando diferenças significativas ($p<0,05$) entre as formulações (Tabela 7). O incremento da PG, nas duas concentrações (10 e 20%), resultou em um aumento nos valores de PVA, quando comparada com o filme controle. A adição de um menor percentual de polpa (10%) acarretou em um menor valor de PVA, quando comparada a da formulação com teor de 20% de PG. Segundo Avérous, Fringant e Moro (2001), este

resultado pode ser explicado devido a presença de materiais hidrofílicos na matriz polimérica dos filmes, provenientes tanto do amido, como também das fibras oriundas de polpas de frutas.

De acordo com Napoli, Andrade e Helm (2014), ao realizar a composição centesimal do fruto da guabiroba para a produção de geleia, constataram que a mesma possui 13,04 g.100g⁻¹ de fibra alimentar total, sendo a fração de fibras solúveis 1,91 g.100 g⁻¹ e a de fibras insolúveis 11,13 g.100 g⁻¹, mostrando que na fruta são encontradas mais fibras insolúveis do que solúveis, que podem ter acarretado no aumento de espessura e PVA dos filmes compostos ativos.

Arenas (2012), que encontrou valores de permeabilidade ao vapor de água variando entre 5,45 a 7,54 g.mm/m².d.kPa, onde o menor e maior valor obtido está relacionado com a quantidade de antocianina em pó utilizada na elaboração dos filmes compostos. No presente estudo, somente o filme composto ativo com adição de 10% de PG se encontra na faixa de valor encontrado pelo autor supracitado. Kechichian et al., (2010), ao incorporar aditivo antimicrobiano (canela e cravo em pó) na elaboração de filmes à base de amido de mandioca nativo, plastificados com açúcar invertido e sacarose, obteve medidas de PVA que variaram de 4,65 a 9,01 g.mm/m².d.kPa. Os autores constataram que a adição dos aditivos antimicrobianos influenciou a PVA dos mesmos, onde em formulações, com quantidades intermédias de canela em pó (0,20 g / 100 g) teve menor valor de PVA, do que em quantidades superiores estudadas de aditivos, indicando que há um limite para a adição dos mesmos.

As porcentagens médias dos valores de SOL em água, dos filmes, estão apresentadas na Tabela 7. Nota-se que o maior valor obtido de solubilidade foi de 36,92% oriundo do filme ativo, com 20% de polpa, enquanto que o menor valor obtido foi a do filme controle, cujo valor foi de 19,78%, apresentando diferença estatística ($p < 0,05$) significativa entre as formulações. Foi observado que, assim como os valores de espessura e PVA aumentaram, com a incorporação de PG na matriz dos filmes compostos, ocorreu o mesmo para SOL. Desta forma, a adição da polpa de fruta propiciou aumento na espessura, PVA e SOL dos filmes.

Tal variação pode ser atribuída a alguns compostos naturais presentes em frutas, tais como a glicose, sacarose, maltose, e celulose, que podem afetar significativamente a matriz filmogênica, pois os filmes à base de amido, são altamente hidrofílicos. Assim com a presença dos componentes naturais das frutas, a sua hidrofílicidade deve ter sido aumentada, absorvendo ainda mais água (VEIGA-SANTOS; DITCHFIELD; TADINI, 2011), acarretando em um aumento de SOL e PVA.

O resultado obtido da análise de solubilidade pode ser comparado com o do relatado por Farias et al., (2012) que produziu filmes com amido de mandioca, polpa de acerola, plastificados com glicerol. Este autor obteve resultados semelhantes aos encontrados neste trabalho, cujo valor de SOL variou de 16,8 a 52,9%. Souza (2010) ao elaborar filmes a base de proteínas miofibrilares de carne bovina também obteve valores próximos aos encontrados neste trabalho variando os valores de SOL de 2,42% a 27.65%.

5.3.4 Resistência a tração (RT) e alongação (ELO)

Na Tabela 8 são mostrados os valores obtidos da resistência a tração e da alongação dos filmes, respectivamente, com a quantidade de polpa de guabiroba utilizada na solução filmogênica dos filmes compostos. A resistência à tração (RT), dos filmes compostos ativos variou de 4,24 a 8,67 MPa (Tabela 8), sendo menor para o filme de GEL (5%)/AMN (2%) com 20% de PG, e maior no filme composto de GEL (5%)/AMN (2%), com adição de 10% de PG.

Tabela 8-Resistência à tração (RT) e alongação (ELO) dos filmes de gelatina (GEL), amido de milho nativo (AMN), polpa de guabiroba (PG) (10 e 20%), plastificados com glicerol.

Filme***	Porcentagem (%) (GEL:AMN)	Proporção (GEL:AMN)*	RT (MPa)**	ELO (%)**
GEL (5%)/AMN (2%)/GLI	50:50	1:1	23,61 ± 4,77 ^a	1,45 ± 0,61 ^c
GEL (5%)/AMN (2%)/GLI/ PG (10%)	50:50	1:1	8,67 ± 0,67 ^b	11,04 ± 1,09 ^b
GEL (5%)/AMN (2%)/GLI/ PG (20%)	50:50	1:1	4,24 ± 0,16 ^c	19,67 ± 2,39 ^a

*GEL=gelatina; AMN=amido de milho nativo; GLI=glicerina **Média e desvio padrão.***As proporções são em bases a soluções de GEL (5 e 10%), AMN (2 e 4%) e PG(10%). Valores que apresentam a mesma letra, em uma mesma coluna, não apresentam diferenças significativas ($p > 0,05$) pelo Teste de Tukey a 95% de confiança.

Percebe-se que houve efeito negativo quanto a RT, ao adicionar maior concentração de PG ao filme composto, pois o mesmo obteve menor valor de RT, comparado com as demais formulações. O mesmo comportamento ocorreu com o filme de 10% de PG, que se diferenciou estatisticamente ($p < 0,05$), da formulação controle e também do filme composto com 20% de PG, mostrando que as adições de concentrações diferentes de PG influenciaram nos valores obtidos de RT. Isso ocorreu, provavelmente, devido a PG possuir fibras insolúveis, óleo e açúcar, que afetam na matriz polimérica dos filmes, diminuindo as forças de

ligação, aumentando o espaço livre entre as moléculas, e conseqüentemente acarretando na diminuição de RT.

Valores de RT, acima dos obtidos neste trabalho, foram encontrados por Arenas (2012), na qual obteve a RT de filmes, variando de 2,92 a 6,50 MPa. Silva (2009) ao estudar a viabilidade da utilização de derivados de cacau e café, como aditivos de ação antioxidante em filmes biodegradáveis, à base de amido de mandioca, plastificados com açúcar invertido e sacarose, obteve de RT de 3,4 a 4,4 MPa.

A porcentagem de alongação dos filmes compostos ativos variou de 11,04 a 19,67%, havendo diferenças significativas a $p < 0,05$ entre as formulações. Pode-se observar (Tabela 8) que os filmes ativos de 5% de GEL e 2% de AMN com 10 e 20% de PG, apresentaram um acréscimo no valor de ELO, quando a polpa foi adicionada à solução filmogênica. Uma possível explicação seria a presença natural dos açúcares na polpa da fruta, tais como glicose e frutose, bem como também, a presença do óleo na PG, que pode ter influenciado os valores obtidos de ELO, pois tanto os açúcares como, os óleos, possuem a função de agente plastificante, contribuindo na flexibilidade dos filmes. De acordo com Matta Junior (2009), quando a estrutura do filme torna-se menos rígida, as propriedades de resistência/tensão são reduzidas e o alongamento aumenta. Um alongamento maior indica que o filme é mais flexível. Portanto, como a maior porcentagem de ELO foi proveniente do filme com 20% de PG (19,67%), constatou-se que, com adição de polpa de guabiroba, os filmes de GEL e AMN se tornaram mais elásticos.

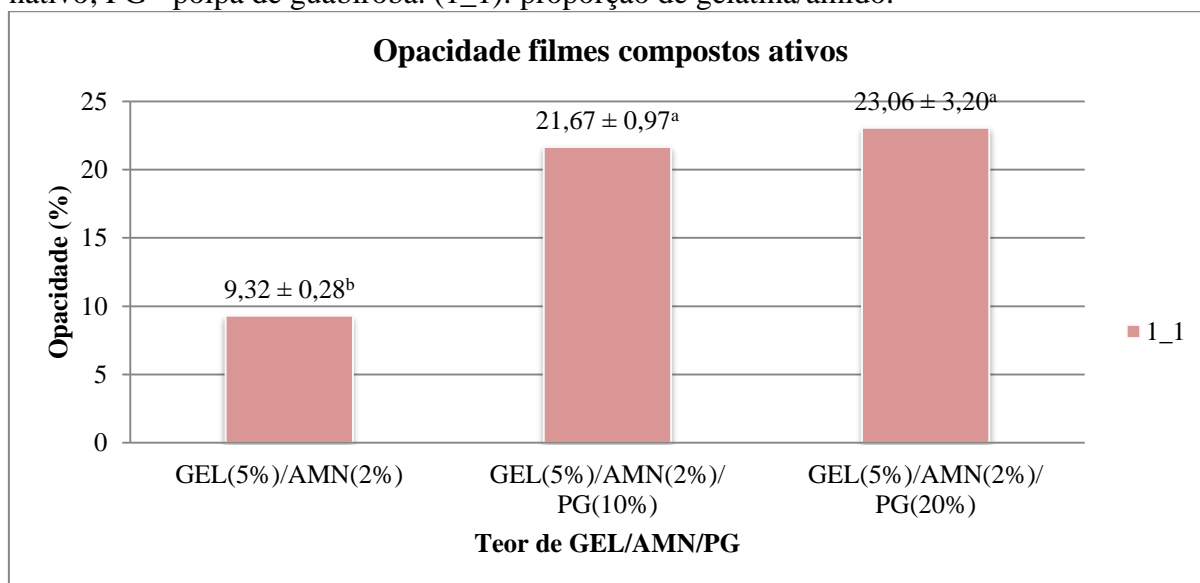
Reis (2011), ao formular filmes a base de fécula de mandioca, polpa de manga, extrato de erva mate, plastificados com glicerol obteve valores de porcentagem de alongação que variaram de 55,15 a 69,36%, acima dos valores encontrados neste trabalho. A autora concluiu que as formulações com maiores concentrações de polpa de manga, apresentaram maior percentual de alongação. O mesmo ocorreu com Kechichian et al., (2010) que obteve valores de ELO elevados, variando de 57,7 a 140%, com adição do aditivo antimicrobiano na matriz dos filmes. Santana et al., (2013) ao estudar a incorporação de diferentes concentrações do urucum, como aditivo antioxidante, em filmes a base de quitosana, plastificado com glicerol, obteve valores acima dos encontrados neste trabalho, variando de 23,20 a 23,98%.

5.3.5 Opacidade (OP)

Na Figura 18 estão os resultados obtidos da opacidade dos filmes compostos. Pôde-se observar que a porcentagem de opacidade, do filme composto ativo com 10% de PG obteve

um valor de 21,67%, enquanto que o filme com adição de 20% de PG, obteve valor de 23,06%, não apresentando diferenças significativas entre as formulações a $p > 0,05$. No entanto quando comparado com o filme controle, que obteve 9,32% de opacidade, nota-se que a adição de maior quantidade de polpa, acarretou em um aumento dos valores de opacidade, provavelmente devido à coloração alaranjada da PG.

Figura 18 - Opacidade dos filmes compostos de gelatina, amido de milho nativo, polpa de guabiroba 10 e 20%, plastificados com glicerol. GEL= gelatina; AMN= amido de milho nativo; PG= polpa de guabiroba. (1_1): proporção de gelatina/amido.



Comportamento semelhante foi obtido por Almeida et al., (2013) que obteve valores semelhantes ao encontrados neste trabalho, ao desenvolverem filmes de amido de batata e celulose microbiana, plastificados com glicerol, observando uma maior opacidade nos filmes, em função do aumento da concentração de celulose microbiana, apresentando valores de opacidade de 6,25 a 23,75%. O autor observou que a celulose bacteriana demonstrou ser fator que contribuiu para o aumento de opacidade dos filmes

Villanova et al., (2014), ao avaliar o efeito da adição de fibras de celulose em filmes de amido, goma guar, plastificados com glicerol, obteve um valor de opacidade para filmes com 0% de fibra, de cerca de 10,05%, enquanto que com a adição de fibra na solução filmogênica o valor de opacidade aumentou para cerca de 11,38%. Zanela et al., (2015) obteve resultados acima dos encontrados neste trabalho, para laminados produzidos por extrusão, utilizando amido de mandioca, poli(vinil álcool) e glicerol, obtendo valores de opacidade variando 31 a 56%.

5.4 FILME COMPOSTO ATIVO SELECIONADO

Com base nos resultados obtidos, foi selecionado o filme composto ativo com 10% de PG, para ser utilizado na elaboração dos sachês e no acondicionamento do azeite de oliva. Esse filme foi escolhido em função, do mesmo, possuir baixo valor de permeabilidade ao vapor de água ($6,75 \text{ g.mm/m}^2.\text{dia.kPa}$), se diferenciando estatisticamente do filme elaborado com 20% de polpa de guabiroba.

5.5 MONITORAMENTO DA ESTABILIDADE DO AZEITE DE OLIVA

5.5.1 Índice de Acidez (IA)

Na Tabela 9 estão apresentados os valores obtidos do índice de acidez (IA) do azeite de oliva extra-virgem, avaliados nos tempos 0, 7 e 15 dias após armazenamento.

Tabela 9-Valores obtidos na análise de Índice de Acidez (IA).

Filmes***	Porcentagem (%) (GEL:AMN)	Proporção (GEL:AMN)*	t=0 dias	t=7 dias	t=15 dias
			Índice de Acidez (IA) (% de ácido oleico)		
GEL (5%)/ AMN (2%)/ GLI	50:50	1:1	0,30 ± 0,02 ^{aA}	0,28 ± 0,01 ^{aA}	0,33 ± 0,05 ^{aA}
GEL (5%)/ AMN (2%)/ GLI/ PG (10%)	50:50	1:1	0,30 ± 0,02 ^{aA}	0,26 ± 0,02 ^{aA}	0,30 ± 0,02 ^{aA}

*GEL=gelatina; AMN=amido de milho nativo; GLI=glicerol; PG=polpa de guabiroba. **Média e desvio padrão. ***As proporções são em bases a soluções de GEL (5 e 10%), AMN (2 e 4%) e PG (10%). Médias com letras minúsculas iguais, na mesma coluna, não diferem ao nível de $p>0,05$. Médias com letras maiúsculas iguais, em uma mesma linha, não diferem ao nível de $p>0,05$ pelo Teste de Tukey a 95% de confiança.

Dessa forma, pode-se observar que as amostras após 15 dias de estocagem se apresentaram dentro dos padrões exigidos pelas legislações vigentes, que de acordo com a Instrução Normativa nº1, de 30 de janeiro de 2012, do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) e o Regulamento técnico para óleos vegetais, gorduras vegetais e creme vegetal (RDC nº. 270, de 22 de setembro de 2005) da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), o valor máximo de acidez permitido é de 0,8% de ácido oleico.

Os resultados apresentados na Tabela 9 não apresentaram diferenças significativas em relação ao tempo de estocagem, independente do filme utilizado para o acondicionamento do azeite de oliva. Além disso, não foram encontrados estudos anteriores, investigando o índice de acidez do azeite de oliva extra-virgem, armazenado em filmes compostos biodegradáveis ativos.

5.5.2 Índice de Peróxido (IP)

A Tabela 10 apresenta os valores de índice de peróxido (IP), obtido no tempo 0, 7 e 15 dias, para verificar a estabilidade do azeite de oliva extra-virgem acondicionado nos sachês. Os resultados demonstraram que os valores de IP, após 7 dias aumentaram de 6,14 a 8,21 meq kg⁻¹, para ambos os tratamentos (controle e com PG 10%), sendo observado diferença significativa ($p < 0,05$) entre as formulações, do tempo 0 com os demais tempos (7 e 15 dias). Este acréscimo no valor de IP, após 7 dias de estocagem pode ter ocorrido, devido a presença de oxigênio no interior da embalagem (*headspace*), ocasionando a oxidação de lipídios nos primeiros estágios de armazenamento do produto (CHO; LEE; RHEE, 2010).

Tabela 10-Valores obtidos na análise de Índice de Peroxido (IP).

Filmes***	Porcentagem (%) (GEL:AMN)	Proporção (GEL:AMN)*	t=0 dias	t=7 dias	t=15 dias
			Índice de Peroxido (IP) (meq kg ⁻¹)		
GEL (5%)/ AMN (2%)/ GLI	50:50	1:1	6,14±0,09 ^{aB}	8,21±0,13 ^{aA}	8,59±0,53 ^{aA}
GEL (5%)/ AMN (2%)/ GLI/ PG(10%)	50:50	1:1	6,14±0,09 ^{aB}	8,21±0,39 ^{aA}	9,15±0,26 ^{aA}

*GEL=gelatina; AMN=amido de milho nativo; GLI=glicerol; PG=polpa de guabiroba. **Média e desvio padrão.

***As proporções são em bases a soluções de GEL (5 e 10%), AMN (2 e 4%) e PG (10%). Médias com letras minúsculas iguais, na mesma coluna, não diferem ao nível de $p > 0,05$. Médias com letras maiúsculas iguais, em uma mesma linha, não diferem ao nível de $p > 0,05$ pelo Teste de Tukey a 95% de confiança.

Decorrido os 15 dias de armazenamento, o valor do IP aumentou de maneira lenta não se diferenciando estatisticamente ($p < 0,05$) do azeite armazenado no filme composto controle e no filme composto com adição de PG. Segundo o Regulamento Técnico para Óleos, Gorduras e Cremes Vegetais, emitido pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) em 2005 e a Instrução Normativa n°1, de 30 de janeiro de 2012, do Ministério da

Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). O valor máximo de índice de peróxido permitido para azeite de oliva virgem é de 20 meq kg⁻¹. No presente estudo, após 15 dias de armazenamento, o IP do azeite acondicionado nos sachês apresentou o valor de 8,59 meq kg⁻¹, no filme controle e 9,15 meq kg⁻¹, no filme ativo. Desta forma, não atingiu o limite máximo permitido na legislação vigente, mostrando que as amostras estão em boa qualidade e que filmes de GEL e AMN com e sem adição de PG, podem ser utilizados para o acondicionamento de azeite em porções individuais (sachês). No entanto é necessário estudos que melhorem a resistência deste tipo de embalagem no armazenamento de produtos.

Resultados semelhantes ao deste estudo foram encontrados por Carpiné (2015) que armazenou azeite de oliva em filmes biodegradável de proteína isolada de soja, óleo de coco e surfactantes naturais e avaliou a estabilidade do mesmo, embalado no filme composto durante 28 dias. Este autor constatou que o IP nos filmes aumentou com o tempo de estocagem, variando de 7,59 a 13,197 meq kg⁻¹, na formulação com maior proporção de óleo de coco e 7,59 a 12,56 meq kg⁻¹, em filmes compostos com menor proporção de óleo de coco.

5.5.3 Teor de Compostos Fenólicos (CF)

A Tabela 11 apresenta os valores de compostos fenólicos (CF) presentes na amostra, de acordo com a quantidade de GEL, AMN e PG utilizada nos filmes compostos ativos.

Tabela 11 - Valores obtidos de Compostos Fenólicos (CF) no azeite armazenado nos filmes controle e com PG.

Filmes***	Porcentagem (%) (GEL:AMN)	Proporção (GEL:AMN)*	t=0 dias	t=7 dias	t=15 dias
			Compostos Fenólicos (mg de AG/100 g)		
GEL (5%)/ AMN(2%)/ GLI	50:50	1:1	34,67± 2,23 ^{Aa}	11,89± 3,57 ^{aB}	15,91± 0,45 ^{aB}
GEL (5%)/ AMN(2%)/ GLI/ PG(10%)	50:50	1:1	34,67± 2,23 ^{aA}	14,57± 0,89 ^{aB}	12,33± 2,23 ^{aB}

*GEL=gelatina; AMN=amido de milho nativo; GLI=glicerol; PG=polpa de guabiroba; AG=ácido gálico.
Média e desvio padrão. Médias com letras minúsculas iguais, na mesma coluna, não diferem ao nível de p>0,05. *As proporções são em bases a soluções de GEL (5 e 10%), AMN (2 e 4%) e PG (10%). Médias com letras maiúsculas iguais, em uma mesma linha, não diferem ao nível de p>0,05 pelo Teste de Tukey a 95% de confiança.

O efeito da incorporação de 10% de PG nos sachês, durante o armazenamento, no período de 15 dias, indicou que ocorreram perdas significativas dos CF, após 15 dias de estocagem. Este fato foi observado também na amostra acondicionada no filme controle. Comparando o azeite armazenado no mesmo filme composto de 5% de GEL e 2% de AMN durante os dias de armazenamento (0, 7 e 15 dias), pôde-se constatar diferença significativa no tempo 0, com os demais tempos (7 e 15 dias). As perdas dos CF nas amostras provavelmente estão relacionadas com a fotodegradação dos CF, que provavelmente ocorreu durante a etapa de secagem dos filmes compostos ativos, bem como também na estocagem dos mesmos, sob oxidação acelerada, pois os mesmos são muito sensíveis a luz a altas temperaturas.

Este estudo pode ser comparado com o obtido por Santana et al., (2013), que avaliou o efeito da incorporação de 0,25, 0,5 e 1,0% de urucum, em embalagens biodegradáveis a base de quitosana e constatou que durante um período de 45 dias, ocorreram perdas significativas de compostos fenólicos no produto embalado (azeite de dendê), sendo que para embalagens com 1% de urucum, no tempo 0, o teor de CF era de $199,91 \text{ mg g}^{-1}$ e passou para $89,41 \text{ mg g}^{-1}$, após 45 dias. Machado (2011) avaliou a ação antioxidante de filmes de amido de mandioca, contendo nanocelulose, como reforço mecânico e extrato de erva-mate como aditivo antioxidante, ao embalar azeite de dendê. Foi relatado que houve uma diminuição no valor de compostos fenólicos dos filmes de $102,70$ para $60,72 \text{ mg g}^{-1}$, após 40 dias de armazenamento.

5.5.4 Determinação de substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS)

As análises de determinação de TBARS foram realizadas no tempo 0 dias e no período final de armazenamento (15 dias). Os resultados obtidos de absorvância, foram menores dos que os indicados na metodologia para verificar se há a presença de substâncias que reagem com ácido tiobarbitúrico. Dessa forma, os resultados mostraram que não houve substâncias que reagiram com o ácido tiobarbitúrico, para formar o malonaldeído.

As legislações vigentes no Brasil não apresentam limite máximo de valor para a determinação de TBARS em óleos e gorduras. Assim sendo, após os 15 dias de armazenamento o azeite de oliva extra-virgem não apresentou presença de produtos secundários no monitoramento da estabilidade oxidativa do azeite.

6 CONCLUSÃO

A elaboração de filmes compostos e compostos ativos a base de fontes renováveis com a adição de polpa de guabiroba foram viáveis.

Todas as propriedades avaliadas dos filmes compostos apresentaram diferenças significativas ($p < 0,05$), tanto para a variação das concentrações utilizadas de GEL (5 para 10%) e AMN (2 para 4%), assim como também, nas proporções estudadas (2:1, 1:1 e 1:2).

O filme composto selecionado para adição de PG (10 e 20%) foi o elaborado com 5% de GEL e 2% de AMN, na proporção 1:1, pois obteve menor valor de PVA (3,88 g.mm/m².d.kPa) e SOL (19,78%), se destacando entre as demais formulações.

A adição de PG (10 e 20%), no filme composto, provocou redução na RT e aumento do teor de umidade, espessura, PVA, SOL, ELO e OP, devido à presença de substâncias na polpa de guabiroba, como carboidratos, proteínas, fibras e óleo, que acarretaram alteração na matriz e, conseqüentemente, nos valores das propriedades analisadas.

O filme composto ativo com 10% de PG foi selecionado para elaboração do sachê, o qual foi utilizado no acondicionamento de azeite de oliva extra-virgem, pois obteve menor valor de PVA (6,75 g.mm/m².d.kPa), comparado com o filme composto ativo com 20% (12,95 g.mm/m².d.kPa).

Os sachês elaborados de filmes compostos com adição de 10% de PG apresentaram-se frágeis comparados aos sachês sem adição de PG.

Ao final do período de acondicionamento (15 dias) do azeite de oliva extra-virgem, os valores de IA e IP do azeite envasado tanto no filme elaborado com PG e o controle, não atingiram o limite máximo permitido pela legislação vigente. Os valores obtidos dos CF, mostraram que do tempo 0 dias ao tempo 7 dias, ocorreu a diminuição dos CF do azeite de oliva, porém no tempo 15 dias, tais valores não alteraram significativamente. Quanto ao teor de TBARS, analisado no tempo 0 e 15 dias de estocagem dos sachês, não foi suficiente para proporcionar a formação de produtos secundários da reação de oxidação. Assim, pode-se observar, que os sachês elaborados com adição de PG, não obteve diferenças significativas, comparado com o filme controle, quanto ao monitoramento da oxidação do azeite de oliva extra-virgem.

Os resultados obtidos neste trabalho podem ser úteis para futuros estudos, representando uma contribuição positiva na área de filmes compostos biodegradáveis, pois pôde-se verificar os efeitos que diferentes teores de AMN, GEL e PG acarretam na matriz polimérica dos filmes.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ACHET, D; HE, X.W. Determination of renaturation level in gelatin films. **Polymer**, Oxford, v. 36, n.4, p.787-791, 1995.
- ALMEIDA D. M. Propriedades Físicas, Químicas e de Barreira em Filme Formados por Blenda de Celulose Bacteriana e Fécula de Batata. **Polímeros**, vol. 23, n. 4, p. 538-546, 2013.
- ALVES A. M. et al., Caracterização física e química, fenólicos totais e atividade antioxidante da poupa e resíduo de guabiroba. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal - SP, v. 35, n. 3, p. 837-844, Setembro 2013.
- ALVES, V.D.; MALI, S.; BELÉIA, A.; GROSSMANN, M.V.E. Effects of glycerol and amylose enrichment on cassava starch films properties. **Journal of Food Engineering**, Kidlington Oxford, v.78, p.941-946, 2007.
- ALMEIDA, D. M. et al. Propriedades físicas, químicas e de barreira em filme formados por blenda de celulose bacteriana e fécula de batata. **Revista Polímeros Ciência e Tecnologia**, Ponta Grossa, v. 23, n. 4, p.538-546, set. 2013.
- AOCS, American Oil Chemist's Society. **Official methods and recommended practices of the American Oil**. Chemists Society. 4 th ed. Champaign, USA, AOCS, 1990. [AOCS Official method Cd 8-53].
- AMORIM, A. M. **Estudo da miscibilidade de blendas de poli(óxido de etileno) e poli(succinato de etileno)**. 64f. Dissertação (Mestrado em Química) - Departamento de Química. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2004.
- ANGELO, P. M.; JORGE, N. Compostos fenólicos em alimentos - uma breve revisão. **Revista Instituto Adolfo Lutz**. vol.66, n.1, pp. 01-09, 2007.
- ANTONIASSI, R. Métodos de avaliação da estabilidade oxidativa de óleos e gorduras. **Boletim do Centro de Pesquisa e Processamento de Alimentos**, Curitiba, v. 19, n. 2, p. 353-380, 2001.
- ANTUNES, A. J. **Funcionalidade de proteínas do soro de leite bovino**. São Paulo: Ed. Manole, p.142, 2003.
- ARAÚJO, G. K. P. **Desenvolvimento de filmes biodegradáveis de amido incorporados com extrato de própolis**. 2014. 43 p. (Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação do Curso Superior de Tecnologia de Alimentos). Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR. Campo Mourão, 2014.
- ARENAS, A. M. Z. **Filme biodegradável a base de fécula de mandioca como potencial indicador de mudança de pH**. 2012. 131 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestre em Engenharia Química, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

ARVANITOYANNIS, I. S.; NAKAYAMA, A.; AIBA, S. Chitosan and gelatin based edible films: state diagrams, mechanical and permeation properties. **Carbohydrate Polymers**, Oxford, v. 37, n. 4, p. 371-382, 1998.

ASSIS, O. B. G.; LEONI, A. M. Filmes comestíveis de quitosana. **Biotecnologia Ciência & Desenvolvimento**, n. 30, jan/junho, p. 33-38, 2003.

ASSIS, O. B. G.; BRITTO, D. Revisão: coberturas comestíveis protetoras em frutas: fundamentos e aplicações. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, p. 88-97. jun. 2014.

ASTM. **Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting – D 882-02**. Annual book of ASTM, Philadelphia: ASTM, 2002.

ASTM. **Standart test methods of water vapor transmission of materials**. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, E 96-95, 1995.

AVÉROUS, L.; FRINGANT, C.; MORO, L. Plasticized starch-cellulose interactions in polysaccharides composites. **Polymer**, v. 42; p. 6565-6572; 2001.

AZEREDO H. M. C. de. **Fundamentos de estabilidade de alimentos**. 2 ed. Brasília, DF : Embrapa, 2012. 326 p.

AZEREDO, H. M. C. de.; FARIA, J. A. F.; AZEREDO, A. M. C. de. Embalagens ativas para alimentos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**., Campinas, v. 20, n. 3, set./dez. 2000.

BERNARDO-GIL, M. G.; RIBEIRO, M. A.; ESQUÍVEL, M. M. Produção de extractos para a indústria alimentar: uso de fluidos supercríticos. **Boletim de Biotecnologia**, v. 73, n. 3, p. 14-21, 2002.

BERTAN, L. C. **Desenvolvimento e caracterização de biofilmes ativos à base de polímeros de fontes renováveis e sua aplicação no acondicionamento de pães de forma**. 2008. 188 f. Tese (Doutorado) - Curso de Tecnologia de Alimentos, Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2008.

BILIADERIS, C. G. The structure and interactions of starch with food constituents. **Canadian Journal of Physiology and Pharmacology**, Ottawa, v. 69, p. 60-78, 1991.

BONA, J. C. de. **Preparação e caracterização de filmes biodegradáveis a partir de blendas de amido com polietileno**. 2007. 99 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

BORGES, J.G. **Desenvolvimento de filmes de desintegração oral para liberação de compostos bioativos**. 2013. 105 f. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga 2013.

BOURTOOM, T. Edible films and coatings: characteristics and properties. **International Food Research Journal**, v. 15, p. 237-248, 2008.

BRAGA, L. R.; PERES, L. Novas tendências em embalagens para alimentos: revisão. **B.ceppa**, Curitiba, v. 28, n. 1, p.69-84, jan./jun. 2010.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **Lebensmittel-Wissenschaft Technologie**, London, v. 28, p. 25-30, 1995.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária - ANVISA. Portaria nº 540 de 27 de outubro de 1997. Regulamento Técnico: Aditivos Alimentares: definições, classificações e emprego. Diário Oficial União, Brasília, DF, 28 outubro de 1997.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária - ANVISA. Resolução nº 270, de 22 de setembro de 2005. Regulamento técnico para óleos vegetais, gorduras vegetais e creme vegetal. Diário Oficial da União, Brasília, 23 de setembro de 2005.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária - ANVISA. Resolução nº 263, de 22 de setembro de 2005. Regulamento técnico para produtos de cereais, amidos, farinhas e farelos. Brasília, Diário Oficial União, Brasília, 2005.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento – MAPA. Instrução Normativa 1, de 30 de janeiro de 2012. Regulamento Técnico do Azeite de Oliva e do Óleo de Bagaço de Oliva. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 01 de fevereiro de 2012.

BRAZEIRO, F. S. G. et al. Filmes de gelatina suína e de peixe com glicerol: avaliação da permeabilidade ao vapor de água. In: CONGRESSO REGIONAL DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA & TECNOLOGIA EM ENGENHARIA, XXVI., 2014. **Anais...** . Alegrete - RS: [s.n], 2014.

BRITO, R. M. **Elaboração e caracterização de filmes a base de amido, gelatina, glicerol e óleo essencial**, 2013. 39f. Trabalho de conclusão de curso (Curso Superior de Tecnologia em Alimentos) Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2013.

BRIZOLA, G. L. **Amido e Sericina na Produção de Filmes Biodegradáveis**. 2013. 44 p. Trabalho de Conclusão de Curso – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Apucarana, 2013

CAETANO, A. C. S.; MELO, E. A.; LIMA, V. L. A. G.; MACIEL, M. I. S.; ARAÚJO, C. R. Extração de antioxidantes de resíduos agroindustriais de acerola. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 12, n. 2, p. 155-160, 2009.

CAO, N.; FU, Y.; HE, J. Preparation and physical properties of soy protein isolate and gelatin composite films. **Food Hydrocolloids**, v. 21, n. 7, p. 1153-1162, 2007.

CARR, L. G. **Desenvolvimento de embalagem biodegradável a partir de fécula de mandioca**. 2007. 93 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Química, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007.

CARPINÉ, D. **Desenvolvimento e caracterização de filme emulsionado biodegradável produzido a partir de proteína isolada de soja, óleo de coco e surfactantes**

naturais. 2015. 116 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Alimento, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2015.

CHANDRA, R.; RUSTGI, R. Biodegradable polymers. **Progress in Polymer Science**. V. 23, n. 7, p. 1273-1335, 1998.

CHO, S. Y.; LEE, S. Y.; RHEE, C. Edible oxygen barrier bilayer film pouches from corn zein and soy protein isolate for olive oil packaging. **LWT-Food Science and Technology**, v. 43, n. 8, p. 1234-1239, 2010.

CORRADINA, E. Estudo Comparativo de Amidos Termoplásticos Derivados do Milho com Diferentes Teores de Amilose. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Paulo, v. 15, n. 04, p. 268 - 273, 2005.

COSTA, A. F. PIMENTEL, P. M. MELO, D. M. A. MELO, M. A. F. AQUINO, F. M. Síntese e caracterização de espinélios à base de ferritas com gelatina como agente direcionador. **Cerâmica**. vol.57, n.343, pp. 352-355, 2011.

COUTINHO, B.C., MIRANDA, G.B., SAMPAIO, G.R., et al., "A importância e as vantagens do Polihidroxibutirato (Plástico Biodegradável)", *Holos*, ano 20, pp. 76-81, dezembro de 2004.

COUTINHO, E. F.; RIBEIRO, F. C.; CAPPELLARO, T. H.. **Cultivo de Oliveira (*Olea europaea L.*)**. Pelotas: Embrapa Clima Temperado, 125 p, 2009.

CUQ, B.; AYMARD, C.; CUQ, J. L.; GUILBERT, S. Edible packaging film based on fish myofibrillar proteins: formulation and functional properties. **Journal of Food Science**, v. 60, n. 6, p. 1369-1374, 1995.

CUQ, B.; GONTARD, N.; CUQ, J. L.; GUILBERT, S. Stability of myofibrillar proteinbased biopackagings during storage. **Lebensmittel-Wissenschaft-und-Technologie**, v. 29, n.4, p. 344-348, 1996.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L; FENNEMA, O. R. **Química de Alimentos de Fennema**. Porto Alegre: Artmed, 2010. 900 p.

DEGÁSPARI, C. H.; WASZCZYNSYJ, K. N. Propriedades Antioxidantes de compostos fenólicos. **Visão Acadêmica**, v. 5, n. 1, p. 33-40, 2004.

DIAS, G. F. **Pegada Ecológica e sustentabilidade humana**. São Paulo: Gaia. 2002. 257p.

DONHOWE, I. G; FENNEMA. O Edible films and coatings: characteristic, formation, definitions and testing methods. In: KROCHTA, J. M.; BALDWIN, E. A. E NISPEROS-CARRIEDO, M. O. **Edible coating and films to improve food quality**, Lancaster: Technomic Publishing Company, Inc., p 1-24, 1994.

DURAN, R. M.; PADILLA, R. B. Actividad antioxidante de los compuestos fenolicos. **Grasas e Aceites**, v.44, n.2, p. 101-106, 1993.

ELLIS, R.P.; COCHRANE, M. P.; DALE, M. F. B.; DUFFUS, C. M.; LYNN, A.; MORRISON, I. M.; PRENTICE, R. D. M.; SWANSTON, J. S.; TILLER, S. A. Starch production and industrial use (Review). **Journal of Science Food and Agriculture**, London, v.77, n. 3, p.289-311, 1998.

FAKHOURI, F. M.; BATISTA, J. A.; GROSSO, C. R. F. Desenvolvimento e caracterização de filmes comestíveis de gelatina, triacetina e ácidos graxos. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 6, n. 2, p. 301-308, 2003.

FAKHOURI, F. M. et al. Filmes e coberturas comestíveis compostas à base de amidos nativos e gelatina na conservação e aceitação sensorial de uvas Crimson. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, vol.27, n.2, pp. 369-375, 2007.

FAKHOURI, F. M. **Bioplásticos flexíveis e biodegradáveis à base de amido e gelatina**. 2009, 249 f. Tese Doutorado, Programa de Pós-graduação em Tecnologia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

FAKHOURI F. M . **Coberturas comestíveis aplicadas na preservação de goiabas in natura (Psidium guajava L.)**. 129f. Tese de mestrado (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Departamento de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2002.

FARIAS, M. G.; FAKHOURI, F. M.; CARVALHO, C. W. P de; ASCHERI, J. L. R.. Caracterização físico-química de filmes comestíveis de amido adicionado de acerola (*Malphigia emarginata D.C.*). **Química Nova**. vol.35, n.3, pp. 546-552, 2012a.

FARIAS, M. G.et al. Caracterização físico-química de filmes comestíveis de amido adicionado de acerola (*Malphigiaemarginata D.C.*). **Quimica Nova**, Rio de Janeiro, v. 35, n. 3, p.546-552, ago. 2011.

FARIAS, M. G.et al. Efeito do ultrassom de ponta no preparo de filmes de amido com óleo essencial de cravo e acerola. In: WORKSHOP DE NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO, VII. **Anais...** . Juiz de Fora/MG: Embrapa Instrumentação, p. 190 - 193, 2012b.

FARIA, F. O.; VERCELHEZE, A. E. S.; MALI, S. Propriedades físicas de filmes biodegradáveis à base de amido de mandioca, álcool polivinílico e montmorilonita. **Quím. Nova**. vol.35, n.3, pp. 487-492, 2012.

FEIRA, J. M. C. da. **Obtenção de polieletrólito polimérico a partir da modificação química de amido de mandioca**. 2010, 79 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Tecnologia dos Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

FECHINE, G. J. M. A era dos polímeros biodegradáveis. **Plástico Moderno**, v. 423, 2010. Disponível em:< <http://www.plastico.com.br/plastico/7618/tecnica-a-era-dos-polimeros-biodegradaveis/2/>>. Acesso em: 23 mar. 2015.

FRANCO, B.D.G.M.; LANDGRAF, M. **Microbiologia dos Alimentos**. São Paulo:Atheneu, 2008. 182p.

FORINI, S. H. **Estudo da Dispersão e Incorporação de Argilas Esmectíticas em Plastisol**. 2008. 117 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

GIADA, M. L. R.; MANCINI FILHO, J. Importância dos compostos fenólicos da dieta na promoção da saúde humana. **Publicação UEPG Ciências Biológicas e da Saúde**, v. 12, n. 4, p. 7-15, 2006.

GIRARD, M.; TURGEON, S. L.; GAUTHIER, S. F. Interbiopolymer complexing between b-lactoglobulin and low- and high-methylated pectin measured by potentiometric titration and ultrafiltration. **Food Hydrocolloids**, v. 16, p. 585-591, 2002.

GONTARD, N.; DUCHEZ, C.; CUQ, J-L.; GUILBERT, S. Edible composite films of wheat and lipids: water vapor permeability and other physical properties. **International J. Food Science and Technology**, v.29, p.39-50, 1994.

GUILBERT, S.; GONTARD, N.; GORRIS, L. G. M. Prolongation of the shelf-life of perishable food products using biodegradable films and coatings. **LWT-Food Science and Technology**, v. 29, p.10-17, 1996.

HEGSTED, D.M.; MCGANDY, R.B., MYERS M.L., STARE F.J.. Quantitative effects of dietary fat on serum cholesterol in man. **The American Journal of Clinical Nutrition.**; 17(5):281-95, 1965.

HENRIQUE, C. M.; CEREDA, M. P.; SARMENTO, S. B. S. Características físicas de filmes biodegradáveis produzidos a partir de amidos modificados de mandioca. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 28, n. 1, p.231-240, jan./mar. 2008.

HORN, M. M. **Blendas e filmes de quitosa/amido: estudo da influência da adição de polióis, oxidação do amido e razão amilose/amilopectina nas suas propriedades**. 2012, 147p. Tese (Doutorado em Química) – Instituto de Química de São Carlos – Universidade de São Paulo – São Carlos, 2012.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4^a. ed. 1^a edição digital. São Paulo, 2008.

JOHNSTON-BANKS, F. A. **Gelatin**. In P. Harris (Ed.), Food gels. London: Elsevier Applied Science Publishers, p. 233-289, 1990.

KECHICHIAN, V.; DITCHFIELD, C.; VEIGA-SANTOS, P.; TADINI, C. C. Natural antimicrobial ingredients incorporated in biodegradable films based on cassava starch. **LWT - Food Science and Technology**, v. 43, n. 7, p. 1088-1094, 2010.

KESTER, J. J.; FENNEMA. O.R. Edible films and coatings: a review. **Food Technology**, v.40, n.12, p.47-59, 1986.

KRISHNA, M.; NINDO, C. I.; MIN, S. C. Development of fish gelatin edible films using extrusion and compression molding. **Journal of Food Engineering**, v. 108, n. 2, p. 337-344, 2012.

KROCHTA, J. M.; de MULDER-JOHNSTON, C. Edible and biodegradable polymer films: challenges and opportunities. **Food Technology**, v. 51, n, 2, p.60-74, 1997.

KROCHTA, J. M. Film, Edible. In: YAM, K. L. **The Wiley Encyclopedia of Packaging**, 3a ed. Hoboken: John Wiley & Sons, p. 457-464, 2009.

KWIATKOWSKI, A., FRANÇA, G., OLIVEIRA, D. M., ROSA, C. I. L. F., CLEMENTE, E. Avaliações químicas da polpa e resíduo da polpa de amora-preta Orgânica, cv. Tupy. **Revista Brasileira de Pesquisa em Alimentos**, v. 1, n. 1, p. 43-45 Campo Mourão (PR), jan./jun. 2010.

LIM, L. T.; MINEY, Y.; TUNG, A. Transglutaminase cross-linked egg white proteins films: tensile properties and oxygen permeability. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 46, n.10, p. 4022-4029, 1998.

LOPES, C. M.; LOBO, J. M. S.; COSTA, P. Formas farmacêuticas de liberação modificada: polímeros hidrofílicos. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**. vol.41, n.2, pp. 143-154, 2005.

MACHADO, T. R. **Elaboração e avaliação de filmes biodegradáveis a base de amido de mandioca e bagaço de cevada**. 2013 56f. Trabalho de conclusão de curso (Química Licenciatura)- Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 2013.

MACHADO, B. A. S. **Desenvolvimento e Caracterização de Filmes Flexíveis de Amido de Mandioca com Nanocelulose de Coco**. 2011. 161 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Faculdade de Farmácia, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2011.

MAIA, L. H.; PORTE, A.; SOUZA, V. F. Filmes comestíveis: Aspectos gerais, propriedades de barreira a umidade e oxigênio. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos – B. CEPPA**, v. 18, n. 1, p. 105-128, 2000.

MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E.; GARCIA, M. A.; MARTINO, M. N.; ZARITZKY, N. E. Barrier, mechanical and optical properties of plasticized yam starch films. **Carbohydrate Polymers**, v. 56, n. 2, 129-135, 2004.

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

MAMANI, H. N. C. **Produção e caracterização de filmes compostos de metilcelulose, glucomanana, pectina, gelatina e lipídios**. 2009. 158 f. Tese (Doutorado) - Curso de Alimentos e Nutrição, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2009.

MATTA JUNIOR, M. D. da. **Caracterização de biofilmes obtidos a partir de amido de ervilha (*Pisum sativum*) associado à goma xantana e glicerol**. 2009. 111 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Piracicaba, 2009.

MATTA JUNIOR, M. D. da; SARMENTO, S. B. S.; SARANTOPOULOS, C. I. G. L.; ZOCCHI, S. S. Propriedades de barreira e solubilidade de filmes de amido de ervilha

associado com goma xantana e glicerol. **Polímeros**. 2011, vol.21, n.1, pp. 67-72. 2011. ISSN 0104-1428.

MATTEI, D.; GUIMARÃES, L. F.; FERREIRA, F. B. P.; SANTOS, S. R. S. R. dos; MARTIN, A. A.; GAZIM, Z. C.; DRAGUNSKI, D. C. MATTEI, D. Análises das propriedades físicas e antimicrobianas de filmes à base de amido contendo óleo essencial de *Tetradenia riparia* (Hochst.) Codd e *Rosmarinus officinalis* L. - LAMIACEAE. **Arquivos de Ciências Veterinárias e Zoologia da Unipar**, Umuarama, v. 16, n. 2, p. 129-136, 2013.

MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. T.; SELKE, S. E.; HARTE, B. R.; HINRICHSEN, G. Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites: An Introduction. In: MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. T. **Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites**. Boca Raton: Taylor & Francis, 2005.

MORETTI, C. L. **Manual de Processamento Mínimo de Frutas e Hortaliças**. Brasília : Embrapa Hortaliças, 2007. 531 p.

MORO, T. M. A. et al. Efeito plastificante do glicerol nas propriedades físicas de bioplásticos de amidos e maracujá. In: VII workshop de nanotecnologia aplicada ao agronegócio, 7., 2013, São Carlos. **Anais...** . São Carlos: Embrapa Instrumentação, p. 146 – 148, 2013.

MÜLLER, C. M. O.; YAMASHITA, F.; LAURINDO, J. B. Evaluation of the effects of glycerol and sorbitol concentration and water activity on the water barrier properties of cassava starch films through a solubility approach. **Carbohydrate Polymers**, v. 72, n. 01, p. 82-87, abri. 2008.

NAPOLI, B.; ANDRADE, D. R. M.; HELM, C. V. Elaboração de geleia tradicional e light de guabiroba. In: XXIII Congresso brasileiro de fruticultura, 23., 2014, Cuiabá. **Anais...** . Cuiabá: Se, 2014. p. 1 - 5.

PAGNO, C. H. et al. Desenvolvimento e caracterização de filmes biodegradáveis de farinha de amaranto (*amaranthus caudatus*). In: XX congresso brasileiro de engenharia química. 20 2014, Florianópolis. **Anais...** . Florianópolis: 2014. p. 1 - 6.

PARK, H. J.; CHINNAN, M. S. Gas and water vapor barrier properties of edible films from protein and cellulosic materials. **J. of Food Eng.**, Oxford, v. 25, p. 497-507, 1995.

PARKER, R.; RING, S. G. Aspects of the physical chemistry of starch. **Journal of Cereal Science**, v. 34, n. 1, p. 1-17, 2001.

PAVLATH, A. E.; ORTS, W. Edible Films and Coatings: Why, What, and How? In: EMBUSCADO, M. E.; HUBER, K. C. (Eds). **Edible films and Coatings for Food Applications**. New York: Springer, 2009. p. 1-24.

PELLISSARI, F.M. **Produção e caracterização de filmes de amido de mandioca, quitosana e glicerol com incorporação de óleo essencial de orégano**. 2009. 122p. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2009.

PEREIRA, E. S. et al. Compostos bioativos em frutas nativas amarelas – araçá, guabiroba, uvaia, maracujá e butiá. In: VI Encontro sobre pequenas frutas e frutas nativas do mercosul. **Anais...** . Pelotas/RS: [s.n], 2014. p. 139 - 139.

PETERSSON, M.; STADING M. Water vapour permeability and mechanical properties of mixed starch-monoglyceride films and effect of film forming conditions. **Food Hydrocolloids, Oxford**, v. 19, n. 2, p. 123-132, 2005.

PETRIKOSKI, A. P. **Elaboração de biofilmes de fécula de mandioca e avaliação do seu uso na imobilização de caulinita intercalada com ureia**. 2013. 131 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos). Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco, 2013.

PIRAN, A. R. et al. Avaliação de filmes fortificados com ferro. **Brazilian Journal of Food Technology**. São Paulo, p. 153-157. dez. 2008.

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

POPPE, J. Gelatin, In: **Thickening and Gelling Agents for Food**, New York. Ed. Alan Imeson, Blackie Academic & Professional, Ch. 7, p 144-168, 1987.

QUILES, J.L; RAMÍRES-TORTOSA,C; YAQOOB, P. Chemical composition, Types and Characteristics of Olive Oil. **Olive Oil and Health**.Londos: CABI, 2006.

RAMALHO, V. C.; JORGE, N. Antioxidantes utilizados em óleos, gorduras e alimentos gordurosos. **Química Nova**, São José do Rio Preto - SP, v. 29, n. 4, p.755-760, dez. 2005.

RAMARATHNAM, N.; OSAWA. T.; OCHI, H.; KAWAKISHI S. The contribution of plant food antioxidants to humans health. **Food Science & Nutrition**, v. 6, n. 3, p. 75-82, 1995.

RAVELLI, D. **Estabilidade oxidativa de óleo de soja adicionado de extratos de especiarias: correlação entre parâmetros físico-químicos e avaliação sensorial**. 2011. 113 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Piracicaba, 2011.

REISCHE, D. W.; LILLARD, D.A.; EITENMILLER, R.R. Antioxidants. In: AKON, C.; MIN, D.B. (Ed.). **Food lipids: chemistry, nutrition and biotechnology**. New York: Marcel Dekker, 2002.

REIS, L. C. B. **Formulação e caracterização de filmes biodegradáveis de fécula de mandioca incorporados com polpa de manga e extrato de erva-mate, e seu efeito na preservação de alimentos**. 2011. 153 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência dos Alimentos, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2011.

RIBEIRO, E. P. SERAVALLI, E. A. G. **Química de Alimentos**. São Paulo, Edgard Blücher, 2ª ed., 2007.

RIBEIRO, W. X. **Caracterização de biofilme à base de zeína e ácido oléico adicionado de nanocarbonato**. 2014. 55 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, São José do Rio Preto, 2014.

RIGO, L. N. **Desenvolvimento e caracterização de filmes comestíveis**. 2006. 130f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Departamento de Ciências Agrárias, URI, Erechim, 2006.

ROCHA, G. O. et al. **Filmes compostos biodegradáveis a base de amido de mandioca e proteína de soja**. *Polímeros*. vol.24, n.5, pp. 587-595, 2014.

RODRIGUES, D. C. et al. Propriedades mecânicas de filmes biodegradáveis à base de goma de cajueiro com influência de amido de mandioca e cera de carnaúba. In: 12º Congresso Brasileiro de Polímeros - 12º CBPol, 2013, Florianópolis. **Anais do 12º Congresso Brasileiro de Polímeros - 12º CBPol**, 2013.

ROSENTHAL, A. **Tecnologia de alimentos e inovação: tendências e perspectivas**. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2008. 193 p.

SANT'ANA L. S. **Efeitos do extrato da *Campomanesia xanthocarpa* sobre parâmetros cardiovasculares em ratos tratados com frutose**. Dissertação de Mestrado em Bioquímica. Uruguaiana, 2012.

SANTANA, A. A. **Influência de características físicas e químicas de plastificante na confecção e no comportamento estrutural e higroscópico de filmes de alginato de cálcio**. 2010. 154 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Química, Campinas, 2010.

SANTANA, M. C. C. B. de et al. Incorporação de urucum como aditivo antioxidante em embalagens biodegradáveis a base de quitosana. **Ciência Rural**. 2013, vol.43, n.3, pp. 544-550. 2013.

SANTOS J. H. de P.; BECKER, E. M. Estudo da ação de alimentos com potencial antioxidante na proteção contra a oxidação do ferro. In: SALÃO INTERNACIONAL DE ENSINO, PESQUISA E EXTENSÃO, 2011, Rio Grande do Sul. **Anais... ..** [s.n], 2011. v. 3.

SANTOS, A.M.P.; YOSHIDA, C.M.P. **Técnico em alimentos: Embalagens**. Recife: UFRPE, 2011.

SANTOS, T. M. dos. **Influência de nanocristais de celulose sobre as propriedades de filmes de gelatina de resíduos de tilápia**. 2012. 79 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Química, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2012.

SANTOS, M. S. **Impacto do processamento sobre as características físico químicas, reológicas e funcionais de frutos da guabirobeira (*Campomanesia Xanthocarpa*)**. 2011, 148 f. Tese (doutorado) - Setor de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em tecnologia de Alimentos - Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2011.

SARMENTO, A. L. S. da C. **Elaboração e Caracterização de biofilmes a partir de gelatina reticulada**. 1999. 149 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1999.

SERNA, C. P. **Desenvolvimento de filmes biodegradáveis à base de zeína, caracterização das propriedades funcionais e estruturais e avaliação do uso como cobertura na conservação das características físico-químicas do queijo Minas padrão**. 2015. 116 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, São José do Rio Preto, 2015.

SHIMAZU, A. A.; MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E. Efeitos plastificante e antiplastificante do glicerol e do sorbitol em filmes biodegradáveis de amido de mandioca. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 28, n. 01, p. 79-88, jan./mar. 2007.

SILVA, M. L. C.; COSTA, R. S.; SANTANA, A. S.; KOBLITZ, M. G. B. Compostos fenólicos, carotenoides e atividade antioxidante em produtos vegetais. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 31, n. 3, p. 669-682, 2010.

SILVA, L. T. **Eficácia da atividade antioxidante e caracterização de embalagens ativas biodegradáveis formuladas com amido de mandioca e derivados de cacau e café**. 2009. 148 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência dos Alimentos, Universidade Federal da Bahia, Faculdade de Farmácia, Salvador, 2009.

SILVA, E. M. da. **Produção e caracterização de filmes biodegradáveis de amido de pinhão**. 2011. 37 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

SILVA, F. de S.; AZEVEDO, C. A. V. Principal Components Analysis in the Software Assisat-Statistical Attendance. In: **WORLD CONGRESS ON COMPUTERS IN AGRICULTURE**, 7, Reno-NV-USA: American Society of Agricultural and Biological Engineers, 2009.

SIQUEIRA, S. **Embalagem comestível: uma opção ecologicamente correta**. Disponível: <http://www.ipen.br/scs/orbita/2001_7_08/filmes.htm>. Acesso em: 29/08/2015.

SOARES, D. S. B. **Influência do pH e da irradiação em filmes biodegradáveis de proteína de soro de leite**. 2012. 92 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Tecnologia dos Alimentos, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2012.

SOARES, N. F. F.; RUTISHAUSER, D. M.; MELO, N.; CRUZ, R. S.; ANDRADE N. J. Inhibition of microbial growth in bread through active packaging. **Packaging Technology and Science**, v. 15, p. 129-132, 2002.

SOBRAL, P. J. A.; MENEGALLI, F. C.; CARVALHO, R.A.; SOUZA, S.M.A.; MONTERREY, E.S. Elaboração de filmes de proteína para uso como impermeabilizante ou embalagem flexível. **Seminário Internacional- Tópicos Especiais em Ciências e Tecnologia de Alimentos**. Instituto de Tecnologia de Alimentos, Campinas, p. 95-104, 1997.

SOBRAL, P. J. A. Influência da espessura de biofilmes feitos à base de proteínas miofibrilares sobre suas propriedades funcionais. **Pesquisa agropecuária brasileira**. 2000, vol.35, n.6, pp. 1251-1259.

SOBRAL, P.J.A.; MENEGALLI, F.C.; HUBINGER, M.D.; ROQUES, M.A. Mechanical, water vapor barrier and thermal properties of gelatin based edible films. **Food Hydrocolloids**, v.15, p.423-432, 2001.

SOLDÁ, C. E.; NEVES, E. Design e simulação de uma embalagem vítrea para capsicum baccatum. **Revista Citino**, [S.l], v. 3, n. 2, p.8-22, jun. 2013.

SOUZA, S. M. A.de. **Elaboração e caracterização de filmes comestíveis biodegradáveis a base de proteínas miofibrilares de origem bovina**. 2001. 224 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2001.

SOUZA, F.T.; MARGARITES, A.C.; COLLA, L.M.; COSTA, J.A.V.; BERTOLIN, T. Avaliação do potencial antioxidante da ficocianina em sistema lipídico óleo de soja e azeite de oliva. **Alimentos e Nutrição**, v.17, n.3, p.275-279, jul./set. 2006.

SOUZA, R. F. de. **Investigação da presença de resíduo de pentaclorofenol em gelatina comestível por cromatografia a gás com captura de elétrons (CG/DCE)**. 2008. 77 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

SOUZA, C. O. de. Preparação, caracterização e avaliação da eficácia de biofilmes a base de fécula de mandioca (*manihot Esculenta crantz*) e incorporados com polpas de manga (mangifera indica l) e de acerola (malpighia emarginata l) como aditivos antioxidantes. **Dissertação de mestrado**, Universidade Federal da Bahia, 2010.

SOUZA, C. O. de; SILVA, L. T.; DRUZIAN, J. I. Estudo comparativo da caracterização de filmes biodegradáveis de amido de mandioca contendo polpas de manga e de acerola. **Quim. Nova**, Salvador, v. 35, n. 2, p.262-267, ago. 2012.

TANADA-PALMU. P. S.; FAHKOURI, F. M.; GROSSO, C. R. F. Filmes Biodegradáveis. **BioTecnologia Ciência & Desenvolvimento**, ano V, n. 26, maio/junho, p. 12-17, 2002.

TANG, X.; ALAVI, S.; HERALD, T. J. Effects of plasticizers on the structure and properties of starch-clay nanocomposite films. **Carbohydrate Polymers**, Oxford, v. 74, n. 3, p. 552-558, 2008.

THARANATHAN, R.N. Biodegradable films and composite coatings: past, presente and future. **Trends in Food Science & Technology**, v 14, p.71-78, 2003.

VALLILO M. I. et al. **Composição química dos frutos de *Campomanesia xanthocarpa* Berg-Myttaceae**. Ciência e Tecnologia de Alimentos Campinas, ed. 28, 231-237, dez. 2008.

VEIGA-SANTOS, P.; DITCHFIELD, C.; TADINI, C. C. Development and evaluation of a novel pH indicator biodegradable film based on cassava starch. **Journal of Applied Polymer Science**,v. 120, p. 1069–1079, 2011.

VERMEIREN, L.; DEVLIEGHERE, F.; VAN BESST, M.; KRUIJF, N.; DEBEVERE, J. Developments in the active packaging of food. **The Journal of Food Technology in Africa**, v.5, n.1, p. 6-13, jan./mar. 2000.

VICENTINI, N. M. **Elaboração e caracterização de filmes comestíveis à base de fécula de mandioca para uso em pós-colheita**. 2003. 198 f. Tese (Doutorado) - Curso de Agronomia/horticultura, Faculdade de Ciências Agrônômicas, Universidade Estadual Paulista, Botucatu, 2003.

VILLANOVA, F. A. et al. Efeito da Adição de Fibras de Celulose nas Propriedades Físicas de Filmes de Amido. In: VI conferência brasileira de pós-colheita, 2014, Maringá. **Anais...** . Maringá: 2014. p. 538 - 543.

WURZBURG, O B. Modified starches: properties and uses: **CRC Press Inc.**, Boca Raton, p. 277, 1986.

WOLF, K. L. **Propriedades físico-químicas e mecânicas de biofilmes elaborados a partir de fibra e pó de colágeno**. 2007. 101 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, São José do Rio Preto, 2007.

YAM, K.L.; TAKHISTOV, P.T.; MILTZ, J. Intelligent packaging: concepts and applications. **Journal of Food Science**, v.70, n.1, p.R1-R10, 2005.

YOUNAN, F. F. et al. Efeito da adição de dois diferentes óleos essenciais em filmes biodegradáveis de amido e proteína. In: XXVI Congresso regional de iniciação científica e tecnológica em engenharia – CRICTE 2014, Alegrete. **Anais** do XXVI Congresso regional de iniciação científica e tecnológica em engenharia – CRICTE 2014.

ZANELA, J et al. Laminados biodegradáveis de blendas de amido de mandioca e poli(vinil álcool): efeito da formulação sobre a cor e opacidade. **Polímeros**. vol.25, n.3, pp. 326-329, 2015.

ZAVAREZE, E. da R.; HALAL, S. L. M.; TELLES, A. C.; PRENTICE-HERNANDEZ, C. Filmes biodegradáveis à base de proteínas miofibrilares de pescado. **Brazilian Journal of Food Technology**. 2012, vol.15, n.spe, pp. 53-57. Epub Nov 27, 2012.

ANEXOS I – Certificado de Análise do amido de milho nativo

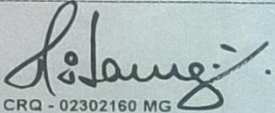
Cargill

CERTIFICADO DE ANALISES

Cliente CARGILL AGRICOLA SA
Destino AV GIUSEPPINA V DI NAPOLI N900, CIATEC II P A TEC, CAMPINAS, SP
Numero do Lote 00000018047
Data de Fabricação 11/10/14
Data de Validade 11/10/16
Data emissão Laudo 31/10/14
Número do Contrato - - -
Nota Fiscal 6667-63
Container/Placa
Quantidade 1,000 SC

95708 - AMILOGILL 2100 ALI SC 25KG

Analises	Resultados	Especificação
Umidade (%)	11,11	10,00 - 13,50
pH (1-5)	4,62	4,50 - 5,50
Dióxido de Enxofre	6,00	< = 50,00
Viscosidade (UB)	534,00	> = 480,00
Proteína (%)	0,37	< = 0,40
Cinzas (%)	0,04	< = 0,20
Acidez (ml de NaOH)	1,42	< = 2,00
Cloretos (ppm)	63,00	-
Mesófilos (UFC/g)	130,00	< = 1*10 ³
Bolores + Leveduras (UFC/g)	30,00	< = 5*10 ²
Coliformes Totais (NMP/g)	< 0,30	< 0,30
Staphylococcus aureus/1g	AUSENTE	AUSENTE
Salmonella sp/25g	AUSENTE	AUSENTE
Bacillus cereus (UFC/g)	< 1*10 ¹	< = 1*10 ³
Esporos aerób termófilo(UFC/g)	< 1*10 ¹	< = 1*10 ²
Escherichia coli/10g	AUSENTE	AUSENTE
Coliformes Fecais (NMP/g)	< 0,30	< 0,30


 CRQ - 02302160 MG
 JOSE DE RIBAMAR PIRES F FILHO
 Responsável Técnico

R WILL CARGILL N880, DISTRITO INDUSTRIAL, 38402350, UBERLANDIA, MG, BRAZIL

« Digitalizado e otimizado por HandyScan »