

**UFRRJ
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA
E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

DISSERTAÇÃO

Elaboração de filmes comestíveis de amido adicionados de polpa de acerola

MÔNICA GUIMARÃES FARIAS

2011



**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

**ELABORAÇÃO DE FILMES COMESTÍVEIS DE AMIDO
ADICIONADOS DE POLPA DE ACEROLA**

MÔNICA GUIMARÃES FARIAS

Sob a Orientação do pesquisador
Dr. Carlos Wanderlei Piler de Carvalho

e Co-Orientação do pesquisador
Dr. José Luiz R. Ascheri

Dissertação submetida como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Ciências** no Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, área de concentração em Tecnologia de Alimentos.

Seropédica, RJ
Fevereiro de 2011

688.8
F224e
T

Farias, Mônica Guimarães, 1965-

Elaboração de filmes comestíveis de amido adicionados de polpa de acerola / Mônica Guimarães Farias - 2011.

117 f : il.

Orientador: Carlos Wanderlei Piler de Carvalho.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Curso de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Bibliografia: f. 80-95

1. Alimentos - Embalagens - Teses. 2. Revestimentos para comestíveis - Teses. 3. Filmes finos - Teses. I. Carvalho, Carlos Wanderlei Piler de, 1967-. II. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro. Curso de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos. III. Título.

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

MÔNICA GUIMARÃES FARIAS

Dissertação submetida como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Ciências, no Programa de Pós-Graduação em CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS, área de Concentração em Tecnologia de Alimentos.

DISSERTAÇÃO APROVADA EM 28/ 02/ 2011

Carlos Wanderlei Piler de Carvalho. Dr. Embrapa Agroindústria de Alimentos
(Orientador)

Farayde Matta Fakhouri. Dra. Universidade Estadual de Campinas

Renata Valeriano Tonon. Dra. Embrapa Agroindústria de Alimentos

Janine Passos Lima da Silva. Dra. Embrapa Agroindústria de Alimentos

DEDICATÓRIA

A minha família: minha mãe Creuza, meu pai Edmilson base de minha vida, pela confiança, apoio e exemplo de vida, que tornaram possível a realização de mais uma etapa de minha vida.

A meu namorado, Carlos, pelos conselhos, companheirismo, apoio e dedicação nos momentos difíceis e pela colaboração na realização deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

A Deus, que me deu saúde, força e perseverança para vencer esta etapa, que esteve sempre ao meu lado e me proporcionou a realização deste trabalho, me guiando por este longo caminho.

À Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro e ao Programa de Pós Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, pela oportunidade de realização deste estudo.

Ao orientador Carlos Wanderlei Piler de Carvalho, pela orientação, transmissão de conhecimentos, dedicação e incentivo, fator primordial para a realização deste estudo.

Ao Co-orientador José Luiz R. Ascheri, pelo apoio, confiança e orientação.

À pesquisadora Janine Passos pela boa vontade, amizade e ajuda continua, meu agradecimento carinhoso de coração.

À pesquisadora Cristina Takeiti pelos ensinamentos e orientações.

Ao pesquisador Ronoel Luiz de Oliveira Godoy pela boa vontade e ajuda como professor de metodologia e pela disponibilização continua do laboratório, meu sincero agradecimento.

A pesquisadora e colaboradora Farayde Matta Fakhouri pelas orientações, ajuda e dedicação.

Aos professores do Programa de Pós Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, pelos ensinamentos e à professora Arlene Gaspar pelos sábios conselhos, que custei em ouvir.

À Embrapa Agroindústria de Alimentos pelas instalações que viabilizou esta dissertação.

Expresso também todo meu agradecimento por minha formação moral e educacional aos meus pais Creuza e Edmilson, pelo apoio incondicional em todos os momentos. E a meus irmãos Ana Lúcia, Alessandra e Edmilson pelo amor, carinho e incentivo. À Vó Carmem, que nunca deixou de me apoiar com todo seu amor. A amiga Eulina e ao amigo Gilberto pela ajuda constante e incentivo. Ao meu namorado, Carlos, por todo companheirismo, apoio, amor, carinho e incentivo durante estes dois anos, em todas as fases do trabalho, nos momentos bons e difíceis dessa trajetória. Aos meus dois filhos do coração Carol e Filipe pela amizade, força e incentivo. Aos amigos UFRRJ e Embrapa: Eliana, Thiago, Vanessa, Carla Teba, Juan, Talita e Kelita, pelos ensinamentos, companheirismo, conversas e pela amizade. Aos Assistentes de pesquisa: Vanessa, Adriana, Tatiana, Sidney, Francisco, David, Sergio, William, Claudio, Manuela, Priscila e Luzimar pelo apoio, atenção e disponibilidade em ajudar. Á todos que de uma forma ou de outra colaboraram prontamente, na execução de meu trabalho, tornando possível a realização desta Dissertação quero expressar minha gratidão.

Ao CNPq, pelo apoio financeiro.

Muito obrigada!

MENSAGEM

“Determinação, coragem e autoconfiança são fatores decisivos para o sucesso. Se estamos possuídos por uma inabalável determinação, conseguiremos superá-los. Independentemente das circunstâncias, devemos ser sempre humildes, recatados e despidos de orgulho.”

Dalai Lama

RESUMO

FARIAS, Mônica Guimarães. **Elaboração de filmes comestíveis de amido adicionados de polpa de acerola**. 2011. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 2011.

Em decorrência do impacto ambiental gerado pelo uso contínuo de material inerte oriundo exclusivamente de derivados de petróleo, houve o aumento de pesquisas visando o desenvolvimento de filmes a base de biopolímeros, pois estes se reincorporam mais rapidamente ao meio ambiente. Os filmes biodegradáveis comestíveis elaborados a base de biopolímeros podem ser consumidos juntamente com os alimentos, pois desempenham funções de suporte de nutrientes, conservação, melhoria das características nutricionais e sensoriais dos alimentos, elevando com isso a qualidade e vida de prateleira do alimento. Neste contexto, os polissacarídeos apresentam-se como alternativa, pois são capazes de formar matrizes poliméricas contínuas. Este trabalho teve como objetivo desenvolver e caracterizar filmes finos flexíveis elaborados a partir de amido de mandioca, pela técnica de espalhamento (*casting*), avaliando-se o efeito do amido de mandioca na formação dos filmes em condições das variáveis de polpa de acerola centrifugada e liofilizada e plastificante a partir de soluções filmogênicas (SF) a 4,0% (p/p) de sólidos totais de amido mandioca, de polpa de acerola (34.54, 42, 60, 78 e 85.45%), de glicerol (15.86, 20, 30, 40 e 44.14%). As SF foram desidratadas a 30°C por 24 à 48h. Os filmes resultantes foram acondicionados em umidade relativa do ar controlada a 52,9% por seis dias para posterior caracterização. Os filmes foram desenvolvidos e caracterizados quanto a espessura, solubilidade em água, permeabilidade ao vapor de água (PVA), atividade de água, ângulo de contato e propriedades mecânicas. Analisando-se os resultados observou-se que: a redução da espessura foi influenciada pela interação entre a concentração de polpa e glicerol; a elevação da concentração de polpa reduziu a PVA; a elevação da concentração de polpa e de glicerol e a interação entre eles influenciaram na redução da solubilidade em água (vantajoso para a utilização proposta); A elevação da concentração de glicerol aumentou e a interação entre polpa e glicerol reduziu a atividade de água dos filmes; a elevação da concentração de polpa provocou a redução do ângulo de contato. Quanto às propriedades mecânicas, observou-se que a força na perfuração foi reduzida com a elevação da concentração de polpa e de glicerol. Houve uma redução da deformação na perfuração com a elevação da concentração de polpa até 60%. A elevação da concentração de polpa reduziu a tensão na ruptura dos filmes. O aumento da deformação na tração foi observado com a elevação na concentração de polpa e de glicerol. A redução no módulo de elasticidade ocorreu com o aumento na concentração de polpa e de glicerol, mas a interação entre polpa e glicerol influenciou elevando o módulo de elasticidade. O aumento da concentração de polpa provocou a elevação do teor de vitamina C e de beta caroteno dos filmes.

Palavras chave: filmes biodegradáveis, amido de mandioca, acerola, liofilização.

ABSTRACT

FARIAS, Mônica Guimarães. **Elaboration of starch edibles films added of acerola pulp**. 2011. Dissertation (Master of Science and Technology) – Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 2009.

Due to the environmental impact generated by the continued use of inert material derived solely from petroleum derivatives, there was an increase in research aimed at development of films based on biopolymers, as they quickly reincorporate the environment. The biodegradable edible films prepared on the basis of biopolymers can be consumed together with food because they play support roles of nutrients, conservation, improvement of nutritional and sensory characteristics of foods, thereby raising the quality and shelf life of food. In this context, the polysaccharides present themselves as an alternative because they are able to form solid polymeric matrices. This study aimed to characterize and develop flexible thin films made from cassava starch, by the spreading technique (casting), evaluating the effect of cassava starch in the film formation conditions on the variables of the pulp and centrifuged lyophilized and plasticizer film formation from solutions (SS) at 4.0% (w / w) total solids cassava starch in the pulp (34.54, 42, 60, 78 and 85.45%), glycerol (15.86, 20, 30, 40 and 44.14%). The SF were dried at 30 ° C for 24 to 48 hours. The films were placed in relative humidity controlled at 52.9% for six days for further characterization. The films were developed and characterized for thickness, water solubility, water vapor permeability (WVP), water activity, contact angle and mechanical properties. Analyzing the results showed that the thickness reduction was influenced by the interaction between the concentration of pulp and glycerol; the concentration increase pulp reduced the PVA, the concentration increased pulp and glycerol and their interaction influenced the reduction solubility in water, the elevation of glycerol concentration and increased interaction between pulp and glycerol reduced the water activity of the films, the increase of pulp concentration, a decrease of contact angle. Concerning the mechanical properties, it was observed that the strength of drilling was reduced with increasing concentration of pulp and glycerol. There was a reduction of the puncture deformation with increasing concentration of pulp. The rise in pulp reduced the tensile strength of films. The increase in tensile strain was observed with increasing the concentration of pulp and glycerol. The reduction in modulus occurred with increasing concentration of pulp and glycerol, but the interaction between pulp and glycerol influenced by raising the elastic modulus. The increase in pulp concentration caused the increase in vitamin C and beta carotene from the movies.

Keywords: edibles films, cassava starch, acerola, lyophilization.

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Composição centesimal da acerola.....	10
Tabela 2 - Concentração de ácido ascórbico de algumas frutas.....	12
Tabela 3 - Variáveis independentes e seus respectivos níveis.....	32
Tabela 4 - Delineamento completo do desenho experimental do processo de elaboração de biofilme de amido de mandioca e polpa de acerola centrifugada e liofilizada.....	32
Tabela 5 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à espessura, dos filmes biodegradáveis.....	44
Tabela 6 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à permeabilidade ao vapor de água, dos filmes biodegradáveis.....	46
Tabela 7 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à solubilidade em água, dos filmes biodegradáveis.....	48
Tabela 8 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à atividade de água, dos filmes biodegradáveis.....	50
Tabela 9 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada ao ângulo de contato, dos filmes biodegradáveis.....	52
Tabela 10 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à força na ruptura, dos filmes biodegradáveis.....	54
Tabela 11 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à deformação na ruptura, dos filmes biodegradáveis.....	56
Tabela 12 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à tensão no teste de tração, dos filmes biodegradáveis.....	58
Tabela 13 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada a deformação no teste de tração, dos filmes biodegradáveis.....	60
Tabela 14 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada ao módulo de elasticidade, dos filmes biodegradáveis.....	62
Tabela 15 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à determinação de vitamina C, dos filmes.....	64
Tabela 16 - Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à determinação de beta-caroteno, dos filmes.....	66

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1- Estrutura do glicerol.....	08
Figura 2 - Estrutura química da vitamina C.....	12
Figura 3 -. Carotenóides precursores de vitamina A.....	14
Figura 4 - Representação esquemática do teste de perfuração na ruptura dos filmes.....	23
Figura 5 - Curva característica da relação resistência a tração versus deformação.....	24
Figura 6 - Fluxograma de liofilização da polpa de acerola centrifugada.....	27
Figura 7a - Liofilizador Liotop L101 e Polpa liofilizada.....	28
Figura 7b – Poupa de acerola liofilizada.....	28
Figura 8 - Viscoamílografo Brabender usado no preparo da solução filmogênica.....	29
Figura 9 - Câmaras herméticas a vácuo usadas no condicionamento dos filmes.....	30
Figura 10- Esquema do equipamento utilizado para teste de permeabilidade ao vapor de água.....	34
Figura 11- Medidor do ângulo de contato KSV CAM 10.....	35
Figura 12a e 12b - Analisador de textura Texture Analyzer TA XT no teste de tração	36
Figura 13a e 13b - Analisador de textura Texture Analyzer TA XT no teste de perfuração	37
Figura 14 - Fluxograma da análise cromatográfica para determinação de vitamina C.....	38
Figura 15 - Fluxograma da análise cromatográfica para determinação de carotenóides totais e beta-caroteno.....	39
Figura 16 - Filme de amido e polpa de acerola liofilizada.....	41
Figura 17 - Imagem ilustrativa dos 13 filmes de amido de mandioca com polpa de acerola liofilizada.....	42
Figura 18 - Gráfico da curva para PVA em função da concentração de polpa e glicerol... 47	
Figura 19 - Superfície de resposta para Solubilidade em função a concentração de polpa e glicerol.....	49
Figura 20 - Superfície de resposta para Atividade de água em função da concentração de polpa e glicerol.....	51

Figura 21 - Gráfico linear para ângulo de contato dos filmes biodegradáveis de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada em função do teor de polpa (%).....	53
Figura 22 - Superfície de resposta para Força na perfuração em função da concentração de polpa e glicerol.....	55
Figura 23 - Superfície de resposta para Deformação na perfuração em função da concentração de polpa e glicerol	57
Figura 24 - Gráfico linear da tensão na tração dos filmes biodegradáveis de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada em função do teor de polpa (%).....	59
Figura 25 -. Superfície de resposta para Deformação na perfuração em função da concentração de polpa e glicerol.....	61
Figura 26 - Superfície de resposta para Módulo de elasticidade em função da concentração de polpa e glicerol	63
Figura 27- Gráfico linear do teor de vitamina C dos filmes biodegradáveis de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada em função do teor de polpa (%).....	65
Figura 28 - Gráfico linear do teor de beta-caroteno dos filmes biodegradáveis de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada em função do teor de polpa (%).....	67

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2	OBJETIVOS	2
2.1	Objetivo geral	2
2.2	Objetivo específico	2
3	REVISÃO DE LITERATURA	3
3.1	Materiais sintéticos e seus prejuízos ao meio ambiente	3
3.2	Filmes biodegradáveis comestíveis	4
3.3	Amido	6
3.4	Plastificante	7
3.5	Acerola	9
3.5.1	Polpa de fruta	10
3.6	Vitamina C	11
3.7	Carotenóides	13
3.7.1	Método de análise de carotenóides	15
3.7.2	Extração de carotenóides	15
3.7.3	Beta caroteno	16
3.7.4	Análise cromatográfica	16
3.8	Centrifugação e liofilização	16
3.9	Filme ativo	17
3.10	Análises realizadas na caracterização dos filmes	19
3.10.1	Aspecto visual	19
3.10.2	Espessura dos filmes	19
3.10.3	Solubilidade em água	19
3.10.4	Permeabilidade ao vapor de água	20
3.10.5	Ângulo de contato	21
3.10.6	Atividade em água	22
3.10.7	Propriedades mecânicas	22

3.10.7.1	Teste de perfuração	23
3.10.7.2	Teste de tração	24
4	MATERIAIS E MÉTODOS	25
4.1	Matéria prima	25
4.2	Equipamentos utilizados	25
4.3	Centrifugação e liofilização da polpa	26
4.3.1	Centrifugação	26
4.3.2	Liofilização	26
4.4	Preparo dos filmes por casting	29
4.4.1	Secagem dos filmes	30
4.4.2	Condicionamento dos filmes	30
4.5	Delineamento experimental e Análise estatística dos resultados	30
4.6	Caracterização da matéria prima	33
4.6.1	Umidade	33
4.7	Caracterização analítica dos filmes obtidos	33
4.7.1	Aspecto visual	33
4.7.2	Determinação da espessura	33
4.7.3	Solubilidade em água	33
4.7.4	Permeabilidade ao vapor de água	34
4.7.5	Determinação da atividade de água dos filmes	35
4.7.6	Medidas de ângulo de contato	35
4.7.7	Propriedades mecânicas	36
4.7.7.1	Teste de tração	36
4.7.7.2	Teste de perfuração	37
4.8	Determinação do teor de vitamina C e beta-caroteno por cromatografia líquida de alta eficiência	37
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
5.1	Avaliações gerais dos filmes elaborados	41
5.2	Composição da matéria- prima	44

5.2.1	Umidade da polpa	44
5.3	Avaliação dos filmes obtidos	44
5.3.1	Espessura	44
5.3.2	Permeabilidade ao vapor de água	45
5.3.3	Solubilidade em água	48
5.3.4	Determinação da atividade de água dos filmes	50
5.3.5	Determinação do ângulo de contato dos filmes	51
5.3.6	Força na ruptura no teste de perfuração	53
5.3.7	Deformação no teste de perfuração	55
5.3.8	Tensão na ruptura no teste de tração	57
5.3.9	Deformação na ruptura no teste de tração	60
5.3.10	Módulo de elasticidade	62
5.3.11	Determinação do teor de vitamina C	64
5.3.12	Determinação do teor de beta-caroteno por CLAE	65
6	CONCLUSÃO	68
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	69
8	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	70

ANEXOS		84
A	Resultados experimentais das análises de espessura, permeabilidade ao vapor de água, solubilidade em água e atividade de água dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola.	85
B	Resultados experimentais das análises de ângulo de contato, teor de vitamina C e teor de beta-caroteno dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola.	86
C	Resultados experimentais das análises de tensão na tração, deformação na tração, força na perfuração, deformação na perfuração e módulo de elasticidade no teste de tração dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola.	87
D	Análise de variância do ajuste do modelo obtido dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola.	88

1 INTRODUÇÃO

A substituição de materiais oriundos exclusivamente de derivados de petróleo é uma nova tendência mundial em resposta à grande interferência do homem na natureza resultando em aumento da poluição. Dessa forma ocorre um considerável aumento da pesquisa sobre o uso de polímeros naturais na elaboração de filmes que funcionem como embalagem. A possibilidade em aumentar a qualidade e a vida de prateleira de frutas e vegetais, reduzindo perdas pós-colheita, além de possibilitar a adição de aditivos tais como: antioxidantes, vitaminas, agentes antimicrobianos e aromas, serviram como grande incentivo para tal propósito. A principal justificativa do uso do amido como principal constituinte de filmes é devido à sua abundância, disponibilidade e baixo custo relativo e da acerola (*Malpighia glaba*) por destacar-se como excelente fonte de vitamina C, agregando valor quando incorporado na elaboração de outros produtos, resultando em filme com funcionalidade e passível de ser comestível. A liofilização foi escolhida como técnica de desidratação por aumentar a concentração em comparação à secagem minimizando perdas de vitamina C e β -caroteno da polpa utilizada nos filmes.

O Brasil está situado em terceiro lugar mundial entre os países produtores de frutas, com 41,2 milhões de toneladas. Apesar desta potencialidade agroindustrial, a perda de qualidade durante o armazenamento, transporte e distribuição de alimentos frescos ainda é um problema a solucionar. Para reduzir estas perdas os frutos são conservados usando-se técnicas de refrigeração, controle da respiração, produção de conservas e doces.

A combinação de técnicas de conservação com embalagens tem-se mostrado promissora como o uso de embalagem rígida ou flexível para proteção física do alimento, visto que esta tem que agir como uma barreira entre o ambiente externo e o alimento sem afetá-lo.

As embalagens convencionais são grandes contribuintes para a produção de lixo no Brasil, o qual produz cerca de 240 mil toneladas de lixo por dia, sendo superior a Alemanha (85.000 t/dia) e Suécia (10.400 t/dia) e inferior aos Estados Unidos (607.000 t/dia). Pensando desta forma vários países já reconheceram a necessidade de reduzir a enorme quantidade de material de difícil degradação principalmente os plásticos sintéticos, desempenhando esforços nas pesquisas no sentido de encontrar alternativa ecologicamente viável proporcionando um desenvolvimento sustentável.

Desde o surgimento das primeiras pesquisas na década de 1970, vêm sendo realizados estudos visando à redução da poluição ambiental, misturando-se substâncias biodegradáveis (como o amido) com polímeros sintéticos, objetivando a elaboração de embalagens degradáveis. Apesar de estas serem declaradas “biodegradáveis”, o teor de amido era pequeno em relação ao teor de material sintético. Esses materiais eram “desintegráveis” e não “biodegradáveis”, uma vez que os fragmentos dos polímeros sintéticos continuavam a acumular-se no ambiente (DAVIS e SONG, 2006). Outras fontes de polímeros que fossem 100% assimiláveis por microorganismos, continuavam a serem buscadas para serem considerados efetivamente biodegradáveis. Uma das alternativas tem sido o desenvolvimento de filmes comestíveis e/ou biodegradáveis, que servem como embalagem, ou diretamente sobre os produtos, como cobertura ou recobrimento (KESTER e FENNEMA, 1986). Com o intuito de minimizar este problema, uma das soluções encontradas, especificamente na área de embalagens de alimentos, foi o desenvolvimento de filmes e embalagens biodegradáveis a partir de biopolímeros, capazes de formar adequadamente uma matriz coesa e contínua. Os filmes biodegradáveis não ocasionam impacto ambiental se forem levados a locais adequados de compostagem, uma vez que podem ser consumidos junto com os alimentos ou serem

facilmente degradados pela ação de microrganismos saprófitos e serem convertidos em adubo orgânico.

Uma característica interessante que pode ser incorporada ao filmes é a sua capacidade de inibir o crescimento de microrganismos objetivando a segurança, melhoria da qualidade e propriedades sensoriais, através da incorporação de substâncias inibitórias na formulação da solução formadora de embalagem, caracterizando as embalagens ativas. A adição de substâncias antimicrobianas possibilita a redução da taxa de crescimento de microrganismos, permitindo a extensão da fase “lag” do microorganismo alvo, prolongando a vida de prateleira do alimento.

As vantagens dos filmes ou coberturas comestíveis e/ou biodegradáveis têm despertado interesse em razão de suas possibilidades: adição de aditivos ao filme, como antioxidantes, agentes antimicrobianos e aromas, melhorando assim a integridade do alimento (KESTER e FENNEMA, 1986), controle da migração de vapor d'água, da permeabilidade ao oxigênio e dióxido de carbono e da migração lipídica de um sistema alimentício.

O objetivo deste trabalho foi desenvolver, caracterizar e avaliar filmes de amido de mandioca adicionados de polpa de acerola, por meio de várias análises físicas e químicas, tais como espessura, solubilidade em água, permeabilidade ao vapor de água, atividade de água, ângulo de contato, força na perfuração, deformação na perfuração, tensão na tração, deformação na tração, módulo de elasticidade, teor de vitamina C, teor de beta caroteno, efetividade dos antimicrobiano naturais óleo essencial de canela e cravo através do teste do halo. À formulação selecionada por meio da avaliação física dos filmes, foram adicionados agentes antimicrobiano natural (óleo essencial de cravo e óleo essencial de canela) na concentração de 10 e 20% (p/p) e foi avaliada a efetividade do antimicrobiano.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Desenvolver e caracterizar filmes a partir de polímeros biodegradáveis, pelas técnicas de *casting*, avaliando seu potencial de uso em embalagens e como recobrimento em frutos *in natura*.

2.2 Objetivos Específicos

- Estudar o efeito da concentração de glicerol e polpa de acerola centrifugada e liofilizada na formação de filmes de amido de mandioca;
- Estudar o efeito das variáveis respostas: permeabilidade ao vapor de água, solubilidade em água, ângulo de contato ou molhabilidade, atividade água, propriedades mecânicas no desenvolvimento e formação de filmes e revestimentos biodegradáveis produzidos a partir de misturas de amidos;
- Estudar o efeito da incorporação de vitamina C e betacaroteno presentes na polpa de acerola liofilizada nas propriedades físicas e morfológicas dos filmes produzidos por *casting*;
- Estudar a retenção de vitamina C e carotenóides por cromatografia líquida.

3 REVISÃO DE LITERATURA

A conscientização ambiental, os aspectos negativos dos materiais inertes oriundos de derivados de petróleo, a alta resistência, a não deterioração em curto prazo destes materiais e o descarte começaram a ser um sério problema a solucionar desde 1980. No Brasil, em torno de 240 mil toneladas de lixo são produzidas diariamente, sendo que a maior parte desse lixo tem como destino os lixões a céu aberto, originando um sério problema sanitário (CEREDA, 2003). A princípio, a incineração pareceu ser uma alternativa viável no gerenciamento deste lixo polimérico, entretanto mais além se pôde evidenciar problemas ambientais advindos da incineração como: a destruição ambiental pela queima de recursos fósseis, o aquecimento global devido a produção de dióxido de carbono e a poluição gerada pela liberação de agentes químicos agressivos na atmosfera (BAUMANN *et al.*, 1998). Essa preocupação com a qualidade do meio ambiente, a procura por alimentos microbiologicamente seguros, maior praticidade, pequenos volumes, prazo de validade mais extenso e o acúmulo de resíduo não biodegradável, tem gerado pesquisas no sentido de incrementar e desenvolver embalagens biodegradáveis provindas de fontes renováveis. Filmes oriundos de fontes de recursos renováveis tendo como base biopolímeros, podem diminuir a pressão sobre o meio ambiente através da diminuição de taxas de poluição e volume de material descartado (BARRETO, 2003). Os biopolímeros mais utilizados para este fim nas pesquisas são as proteínas e os polissacarídeos, pois estes são capazes de formar matrizes contínuas e originar filmes e revestimentos comestíveis e/ou biodegradáveis (MALI e GROSSMANN, 2003).

O uso de amido para produzir biofilmes teve início nos anos 70 por possuir as vantagens de ser barato, abundante e renovável (CURVELO *et al.*, 2001).

A investigação sobre a utilização de filmes comestíveis como materiais de embalagem é contínua devido ao grande potencial desses filmes em melhorar e manter a qualidade do alimento, possibilitar o alimento seguro e aumentar a vida de prateleira. Além de agir como uma barreira contra a difusão (umidade, gases e voláteis), ainda podem servir como suporte para uma ampla gama de aditivos alimentares, incluindo agentes antioxidantes, vitaminas e corantes (CAGRI e RYSER, 2004).

A formação de biofilmes pela técnica *casting* ou espalhamento baseia-se na dispersão de biopolímeros em solvente (água, etanol ou ácido orgânico) e a adição de aditivos (plastificantes, agentes de ligação) obtendo-se uma dispersão filmogênica. O processo dá seqüência através da secagem com controle de temperatura e umidade relativa, onde ocorrerá aumento da concentração do biopolímero na solução por evaporação do solvente e agregação das moléculas formando uma estrutura tridimensional (GONTARD, 1991). A incorporação de aditivos promove a formação de ligações cruzadas resultando em maior ordenação molecular, ou seja, maior coesão e rigidez dos filmes, facilitando sua formação, pois estes são formados principalmente por forças coesivas entre as moléculas de polímeros (GUILBERT *et al.*, 1996).

3.1 Materiais Sintéticos e Seus Prejuízos ao Meio Ambiente

A busca por soluções que levem a um plástico descartável ideal vem mobilizando cientistas e ambientalistas há algum tempo. As pesquisas apontam a substituição dos plásticos convencionais por plásticos biodegradáveis, uma vez que segmentos de mercado que apresentam uma grande conscientização da população pela preservação do meio ambiente, se

disponibilizam a tentar uma alternativa, por um produto não poluidor, resultando daí ganhos ambientais, econômicos e sociais. Filmes flexíveis sintéticos garantem uma boa proteção para diversos tipos de alimentos, mas estas embalagens acarretam sérios problemas ambientais (SOBRAL *et al.*, 1997). Em decorrência do uso contínuo desses materiais plásticos convencionais vem ocorrendo um agravamento dos problemas ambientais, prejudicando, inclusive, o tempo de vida útil dos locais de destino do lixo, como os aterros sanitários, visto que esses plásticos demoram, em média, cem anos ou mais para se decompor totalmente (HUANG *et al.*, 1990).

Os polímeros, cuja produção é estimada em 180.000.000 t/ano, têm um papel importantíssimo na sociedade moderna, estando presente em praticamente em todos os setores da economia como: medicina, agricultura, construção civil, embalagens e eletroeletrônicos (PRADELLA, 2006).

A necessidade de se reduzir a quantidade de materiais plásticos desperdiçados e descartados têm sido reconhecida por vários países, que além de incentivarem a reciclagem, não atingem a totalidade de recicláveis. Neste contexto, o interesse na utilização de produtos que tenham origem vegetal e a produção de materiais, principalmente plásticos com caráter biodegradável tem se intensificado como política em diversos setores da sociedade (RÓZ, 2003).

3.2 Filmes Biodegradáveis Comestíveis

Devido à poluição causada pelas embalagens plásticas para alimentos, houve um interesse considerável em relação aos filmes comestíveis biodegradáveis elaborados com biopolímeros.

Uma embalagem, filme, camada protetora ou cobertura é qualificada como comestível quando se torna parte integrante do alimento e é consumida com ele (GONTARD e GUILBERT, 1996). Na elaboração de filmes biodegradáveis comestíveis um dos constituintes necessários é uma macromolécula, ou seja, um constituinte capaz de formar uma matriz coesa e contínua (GUILBERT *et al.*, 1997). Esses componentes podem ser divididos de acordo com os seus componentes principais: hidrocolóides (proteínas, derivados de celulose, alginato, pectinas, amidos e outros polissacarídeos), lipídeos (ceras, acilglicerol e ácidos graxos) e os compostos que contêm os dois componentes. Os principais constituintes utilizados nos filmes a base de proteínas são: caseína, proteínas do soro do leite, proteína do milho (zeína), proteína do trigo (glúten), colágeno e gelatina. Os filmes baseados em polissacarídeos e derivados são: derivados da celulose, quitosana, amido, alginatos, pectinas e gomas e os com base em lipídeos: monoglicerídeos, ácidos graxos, ceras naturais etc. (GUILBERT, 1986). Os filmes elaborados a partir de polissacarídeos ou proteínas possuem excelentes propriedades mecânicas e ópticas, porém são sensíveis à umidade e apresentam alto coeficiente de permeabilidade ao vapor d'água. Ao contrário, os filmes compostos de lipídeos apresentam boas propriedades de barreiras ao vapor d'água, mas são opacos e pouco flexíveis (GUILBERT, 1986; GALLO *et al.*, 2000). Os filmes a base de hidrocolóides podem ser aplicados onde o controle de migração de vapor de água não é o objetivo principal, pois estes filmes possuem boa propriedade de barreira ao oxigênio, dióxido de carbono e lipídeos, que são freqüentemente utilizados como barreira ao vapor de água devido à sua natureza hidrofóbica (DONHOWE e FENNEMA, 1994). Já os filmes compostos baseados na combinação de proteínas e lipídeos, podem reunir as melhores propriedades mecânicas e físico-químicas de cada um deles. A utilização de películas comestíveis biodegradáveis tem sido bastante explorada para revestimento de frutas e hortaliças frescas, com intuito de minimizar as perdas de umidade, reduzir as taxas de respiração, amadurecimento e

deterioração, além de conferir melhor aparência ao fruto (AZEREDO, 2003; SANTOS *et al.*, 2005). A utilização desse tipo de filme com essa finalidade constitui vantagem econômica, evitando a necessidade de estocagem em atmosfera controlada, o que geraria custos de energia, operacionais e de equipamentos. O desempenho deste dependerá do produto a ser embalado e do tipo de deterioração do produto envolvido (MAIA *et al.*, 2000).

As propriedades funcionais, sensoriais e nutricionais de filmes comestíveis também podem ser alteradas pela adição de vários aditivos em pequenas quantidades, como aromatizantes, corantes, vitaminas e agentes antimicrobianos.

A água, o etanol ou a combinação de ambos são os solventes utilizados na elaboração de filmes comestíveis (KESTER e FENNEMA, 1986). Durante a dissolução, a macromolécula forma uma dispersão coloidal e assim um sistema é formado por moléculas dispersas, que têm dimensões muito maiores que as moléculas do solvente, portanto, a solubilização da macromolécula está relacionada à sua capacidade de interagir com o solvente utilizado, sendo este um aspecto determinante na formação de filmes, visto que a solubilidade total é necessária para o processo de sua formação (XIONG, 1994). A adição de um plastificante às vezes se faz necessária para a formação dos filmes, pois estes são substâncias que, quando adicionados a outro material, provocam mudanças nas suas propriedades físicas, químicas e mecânicas (McHUGH e KROCHTA, 1994). Sua incorporação aos biopolímeros modifica a organização molecular tridimensional da rede, reduz as forças de atração intermoleculares e aumenta o volume livre do sistema, melhorando a flexibilidade e extensibilidade dos filmes (CUQ *et al.*, 1996; SOTHORNVIT e KROCHTA, 2000). Entre os plastificantes utilizados em biofilmes, podem ser encontrados mono, di e oligossarídeos (glicose e sacarose), polióis (glicerol, sorbitol, derivados da glicerina e gliceróis), lipídios (ácidos graxos saturados, monoglicerídeos e derivados de éster, fosfolipídios e surfactantes) e triacetina (GUILBERT, 1986; FAKHOURI *et al.*, 2003; BERTAN *et al.*, 2003). Esse plasticizante deve ser compatível com o polímero e o solvente utilizado, ou seja, deve ser miscível para que não ocorra uma separação prematura de fases durante o processo de secagem do filme (GUILBERT, 1986). O método de fabricação de filmes baseados em biopolímeros pode ser úmido ou seco. O processo úmido se faz através da dispersão da macromolécula produzindo uma solução formadora de filme (KESTER e FENNEMA, 1986) e envolve uma primeira etapa de solubilização da macromolécula (na água, no etanol, em solução de ácido acético e entre outros), em cujo solvente podem ser incorporados diversos aditivos (plastificantes, agentes reticulantes, outros); na segunda etapa, essa solução é aplicada sobre um suporte e submetida à secagem (CUQ *et al.*, 1995). O processo seco baseia-se nas propriedades termoplásticas de alguns biopolímeros em condições de baixo conteúdo de umidade e tem sido aplicada com sucesso por usar tecnologia comum do processo de fusão, como a extrusão (FRITZ *et al.*, 1994). As características finais dos filmes comestíveis e/ou biodegradáveis são resultantes de inúmeros parâmetros, tais como: natureza química, concentração da macromolécula e demais constituintes (solvente, plastificante), pH; condições de desnaturação, tipo de suporte utilizado, condições de secagem e condições ambientais (temperatura e umidade) para aplicação (CARVALHO, 2002).

O uso de revestimentos comestíveis tem recebido um interesse crescente, pois os revestimentos podem servir como veículos para uma ampla gama de aditivos alimentares, incluindo os agentes anti escurecimento, corantes, sabores, nutrientes, especiarias e vários antimicrobianos que podem estender vida útil do produto e reduzir o risco de crescimento de patógeno nas superfícies dos alimentos (CAGRI *et al.*, 2004; PRANOTO *et al.*, 2005). Alguns dos antibióticos mais comumente usados são o ácido benzóico, ácido sórbico, lisozima, lactoferrina, bacteriocinas (nisina e pediocina) e derivados de plantas de metabólitos secundários, tais como óleos essenciais e fitoalexinas.

Kester e Fennema (1986) sugeriram o uso de filmes comestíveis em frutas e vegetais que minimizam a respiração aeróbia, como meio análogo ao armazenamento em atmosfera controlada, que é dispendioso.

McHugh *et al.* (1996) desenvolveram os primeiros filmes comestíveis elaborados de purê de frutas, demonstrando ser uma ferramenta promissora para melhorar a qualidade e prolongar a validade comercial de frutas minimamente processadas (MCHUGH e SENESI, 2000; SALCINI e MASSANTINI, 2005).

Rojas-Grau *et al.* (2006) investigaram o efeito de óleos essenciais vegetais sobre propriedades antimicrobianas e físicas de filmes comestíveis de purê de maçã.

3.3 Amido

O amido é um polissacarídeo natural encontrado na forma de grânulos em cereais (milho, trigo, arroz, sorgo, aveia), raízes (mandioca, inhame), tubérculos (batata) e leguminosas (feijão, soja, lentilha, grão-de-bico) (HUANG, 2006). Esses grânulos são compostos por duas macromoléculas: a amilose, essencialmente linear, com unidades D-glicose ligada por ligações $\alpha(1-4)$, grau de polimerização de 200 a 300, de acordo com a fonte do amido e de menor massa molecular (20-800 Kg/mol) e a amilopectina, altamente ramificada com unidades D-glicose ligada por ligações $\alpha(1-6)$ e $\alpha(1-4)$ (ELLIS *et al.*, 1998) e de elevada massa molecular (5000-30000 kg/mol) (PERESSINI *et al.*, 2003). É a maior reserva de polissacarídeo, que no estado nativo se compõe e por grânulos cristalinos insolúveis em água, sendo o biopolímero mais abundante no mundo após a celulose (BAYER e LAMED, 1992) além da grande produção mundial e do baixo custo. A amilose e a amilopectina se associam através de pontes de hidrogênio, formando áreas cristalinas.

O amido sob aquecimento (acima de 60°C) em excesso de água, provoca o rompimento das pontes de hidrogênio ocorrendo o intumescimento do grânulo devido à maior absorção de água, liberando a amilose para o meio, contribuindo para o aumento da viscosidade. Após a gelatinização, as moléculas de amilose, devido a sua linearidade, aproximam-se suficientemente, ficando lado a lado, para formar pontes de hidrogênio entre as hidroxilas de polímeros adjacentes (fenômeno de retrogradação). Ocorre a redução do volume livre, diminuindo a afinidade do polímero pela água, podendo o amido gelatinizado formar filmes estáveis e flexíveis (WURZBURG, 1986). A utilização dos polissacarídeos em filmes comestíveis tem sido reconhecida em razão da sua capacidade de formar uma matriz apropriada (GUILBERT, 1986; CUQ *et al.*, 1994; GARCIA *et al.*, 2000a). Os filmes de amido podem ser homogêneos e suas propriedades mecânicas dependem da proporção de amilose e amilopectina, que está relacionada à espécie vegetal (LOURDIN *et al.*, 1995). O principal componente responsável pela capacidade de formação de filmes de amido é a amilose, devido à linearidade de suas moléculas. Entretanto, filmes compostos essencialmente por amido são muito quebradiços, com isso se torna inevitável a adição de plastificantes, compostos estes que melhoram a flexibilidade dos filmes (MALI, 2004). As proporções entre amilose e amilopectina em suas estruturas e propriedades, resultam em grânulos de amido com propriedades funcionais e físico-químicas diferentes, podendo afetar sua aplicabilidade industrial (YOUNG, 1984).

A obtenção de filmes biodegradáveis de amido está baseado no princípio da geleificação e retrogradação dessa matéria prima, que ocorre através da dissolução em água sob aquecimento (CEREDA *et al.*, 1992). O amido geleificado tem a capacidade de formar gel, que ao ser desidratado dará origem a películas rígidas e transparentes. Um dos processos de obtenção de filmes a partir do amido baseia-se na técnica denominada *casting* ou espalhamento, em que ocorre dispersão, solubilização e gelatinização do amido em um

solvente, formando uma solução filmogênica. Esta solução então é aplicada sobre um suporte e seca por evaporação do solvente. Após a gelatinização, grânulos com excesso de água, amilose e amilopectina se dispersam na solução aquosa, que no período de secagem, se reorganiza, dando origem à uma matriz contínua e coesa, ou seja, o filme (MALI, 2004).

O uso de amido para elaboração de filmes tem sido investigado por vários autores. Segundo Azeredo (2003), o amido em filmes apresenta reduzida propriedade de barreira à umidade, devido à sua natureza hidrofílica. Garcia *et al.* (2000) estudaram a adição de lipídios em filmes de amido e observaram que esses, com alto teor de amilose, se mostraram menos permeáveis ao vapor de água e gases.

Quanto às propriedades mecânicas dos filmes, Lourdin *et al.* (1995) estudando o efeito do conteúdo de amilose nas propriedades dos filmes, observaram que a resistência à tração se eleva com o aumento do teor de amilose.

Alves *et al.* (2007) estudando a influência de uma solução rica em amilose e glicerol, em diversas proporções, nas propriedades de barreira e mecânica de filmes de amido de mandioca, observaram que o enriquecimento da solução formadora de filme com solução de amilose originou filmes mais fortes e permeáveis, enquanto que a adição de glicerol provocou aumento da permeabilidade ao vapor de água.

3.4 Plastificante

Os plastificantes são aditivos essenciais para a produção de filmes biodegradáveis e/ou comestíveis. No processamento de plásticos, são incorporados com a finalidade de aumentar seu potencial de extensão e flexibilidade. São geralmente líquidos, inodoros, incolores, miscíveis, com alto ponto de ebulição, baixo poder volátil e têm suas propriedades físicas e mecânicas alteradas quando adicionado a outro material. Os plastificantes devem ter compatibilidade com o biopolímero e os mais aplicados em combinação com os filmes de amido são os polióis (glicerol e sorbitol), que interagem com as cadeias de amido, aumentando a mobilidade molecular e provocando o aumento da flexibilidade dos filmes. Outra propriedade demonstrada com a adição de polióis é o aumento da hidroflicidade e permeabilidade ao vapor de água (MALI *et al.*, 2004). Os polióis são ditos como plastificantes efetivos devido à sua capacidade de reduzir as ligações de hidrogênio internas ao mesmo tempo em que aumentam os espaços intermoleculares, evitando com isso que os filmes se tornem quebradiços (GONTARD e CUQ, 1993; MCHUGH e KROCHTA, 1994). O aumento da extensibilidade e flexibilidade do filme ocorre através da adição do plastificante no momento em que a organização tridimensional da rede polimérica é modificada, assim há o enfraquecimento das forças de atração intermoleculares, aumento do volume livre do sistema e relaxamento da matriz dos filmes (CUQ *et al.*, 1998). Algumas das características essenciais requeridas de um bom plastificante são baixa volatilidade, pouca migração para a superfície, alta resistência à extração por água, óleos e solventes, baixa toxicidade e resistência térmica (NUNES e RODOLFO Jr, 2006). A água também é considerada um plastificante em filmes hidrofílicos, resultando em produtos com alto brilho (COUPLAND *et al.*, 2000).

A adição de plastificantes na produção de biopolímeros pode provocar um fenômeno de separação entre uma fração mais concentrada em plastificante e outra fração mais concentrada em macromolécula. Isso ocorre quando os plastificantes não são totalmente miscíveis com a macromolécula e essa separação de fase pode provocar perda de elasticidade (SOBRAL *et al.*, 2001), ou ainda, as regiões mais concentradas em plastificantes podem levar a formação de zonas de descontinuidades (CARVALHO e GROSSO, 2004), durante o processo de secagem (MENEGALLI *et al.*, 1999), aumentando a difusão e conseqüentemente

a permeabilidade ao vapor de água. O plastificante e o polímero mantêm-se ligados devido a forças intermoleculares secundárias, formando um agregado molecular. Na Figura 1 pode-se observar a estrutura química do glicerol.

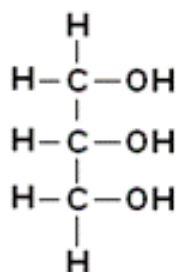


Figura 1 Estrutura do glicerol

Dois tipos de plastificação podem ocorrer, a plastificação externa ou a interna. No caso da plastificação externa, usada na produção de filmes, o plastificante é adicionado ao polímero, ocorrendo apenas interações de natureza físico-químicas, reduzindo a coesão, enquanto que na plastificação interna, o plastificante altera a estrutura interna do polímero, como por exemplo, por copolimerização (BANKER, 1966). Os plastificantes podem ser classificados em solúveis em água ou hidrofílicos e insolúveis em água ou hidrofóbicos segundo Siepmann *et al.* (1998). Os plastificantes hidrofílicos possuem a habilidade de se inserirem entre as cadeias protéicas e romper as ligações de hidrogênio, as quais são responsáveis pela estabilização da rede protéica (GONTARD *et al.*, 1993). A adição de plasticizante hidrofílico usualmente aumenta a permeabilidade ao vapor de água dos filmes devido à sua afinidade pela água (DONHOWE e FENNEMA, 1994). Os efeitos do tipo de plastificante e a escolha de sua concentração é complexa, visto que, com o aumento da mobilidade da cadeia, os coeficientes de difusão também aumentam, resultando numa maior permeabilidade aos gases e ao vapor de água (FAIRLEY *et al.*, 1996). Sua composição, tamanho e forma influenciam a habilidade em interagir com cadeias protéicas e em se ligar com moléculas de água, causando, assim, maior poder plasticizante. Além disso, em sua maioria, apresentam caráter hidrofílico e, por serem normalmente moléculas pequenas, são facilmente acoplados entre as cadeias poliméricas em virtude de sua habilidade de reduzir a formação de pontes de hidrogênio entre as cadeias, causando um aumento do volume livre ou da mobilidade molecular do polímero (BODMEIER e PAERATAKUL, 1997).

Matrizes não plastificadas, uma vez secas, são frequentemente frágeis e rígidas, devido às fortes interações entre cadeias de polímeros que favorecem o desenvolvimento do cristal. O plastificante uma vez adicionado melhorara a flexibilidade dos filmes, reduzindo as interações entre as cadeias de polímeros.

Em estudos onde quatro tipos de plasticizante (glicerol, propileno glicol, etileno glicol e o dietileno glicol) foram utilizados em filmes de elastina, em diferentes concentrações, o glicerol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$, peso molecular = 92g/ g mol) mostrou, de maneira geral, o maior efeito e eficiência plasticizante (VANIN *et al.*, 2005). O aumento da sua concentração proporcionou aumento na deformação à ruptura do filme.

Wang *et al.* (2010) trabalhando com filmes elaborados com purê de cenoura, carboximetilcelulose (CMC), amido de milho, gelatina e glicerol, observaram que a PVA dos filmes aumentou com o aumento da concentração de glicerol. Esse aumento de glicerol favoreceu a PVA devido à sua natureza hidrofílica e a maior taxa de difusão de água dentro do filme, permitindo uma maior mobilidade da cadeia polimérica. Resultados semelhantes

foram relatados por Yang e Paulson (2000); Bertuzzi *et al.* (2007). Os autores também observaram que o aumento da concentração de glicerol reduziu a tensão na tração dos filmes de purê de cenoura.

Sothornvit e Pitak (2007) estudando filmes elaborados com amido de banana, pectina e glicerol, observaram que a elevação do teor de glicerol favoreceu o aumento da deformação na tração e a redução da tensão na tração e do módulo de elasticidade.

3.5 Acerola

A acerola é uma planta frutífera, pertencente à família *Malpighaceae*, originada das Antilhas, norte da América do Sul e América Central (PIMENTEL, 2002), que vem apresentando boa adaptação em diversos países sendo, sobretudo, cultivada no Brasil, Porto Rico, Cuba e Estados Unidos (COELHO *et al.*, 2003). A aceroleira é um arbusto de tamanho médio com altura de 2 a 3 metros, de ramos densos, folhagem verde-escura e floração de cor rosa esbranquiçada a vermelha. Os frutos variam de 2 a 10 g, de diâmetro variando de 3 a 6 cm com forma ovalada e subglobosa com tonalidades variando do verde, quando em desenvolvimento, passando a amarelo e finalmente vermelho intenso quando bem maduro. A polpa geralmente representa 80% do peso do fruto (MARINO, 1986). A acerola vem apresentando-se como alternativa comercial altamente viável no mercado fruticultor, gerando uma super produção que vem justificando estudos direcionados ao desenvolvimento de novos produtos a partir desta matéria-prima, que concentra na fruta *in natura* e na polpa, sua maior forma de consumo. Segundo Marino (1986), a Universidade Federal Rural de Pernambuco introduziu-a no estado de Pernambuco, em 1955, porém em São Paulo, já era conhecida há mais de cinquenta anos, tendo sido encontrada em plantios sem finalidade comercial ou industrial.

Temperaturas médias de 26°C, e índice pluviométrico variando de 1200 a 1600 mm são as melhores condições para o desenvolvimento da aceroleira, pois chuvas excessivas provocam formação de frutos aquosos, menos ricos em açúcares e em vitamina C (KAWATI, 1995; ALVES e MENEZES, 1995). A frutificação inicia-se, em média, a partir de dois anos do plantio, o período de colheita reduz-se para 4 a 6 meses (KAWATI, 1995). Pelo seu potencial como fonte natural de vitamina C e sua capacidade de aproveitamento industrial, a aceroleira tem atraído o interesse dos fruticultores e passou a ter importância econômica em várias regiões do Brasil (NOGUEIRA, 2002). Além de possuir um elevado teor de vitamina C é fonte de carotenóides (MESQUITA, 2000; HWANG *et al.*, 2007), antocianinas e pigmentos antioxidantes que, quando combinados, são responsáveis pela coloração vermelha dos frutos (LIMA, 2003). Alguns carotenóides podem ser convertidos em vitamina A, e como tal, desempenham um importante papel na prevenção da síndrome xerofáltica, bem como distúrbios de crescimento na primeira infância (RAMALHO, 2001). O grande interesse pelas antocianinas vem sendo demonstrado pelas observações promissoras de seu potencial benéfico à saúde decorrente de sua ação antioxidante (VENDRAMINI, 2004). Além da fruta e da polpa, o pó da acerola apresenta um grande interesse nutricional. Sendo assim, esta seria uma alternativa viável para a preservação da acerola através de sua desidratação pelo processo de liofilização que permite a obtenção de polpa de acerola desidratada com elevado teor de vitamina C.

Sendo a vitamina C da acerola de origem natural, esta é completamente absorvida pelo organismo, diferentemente das vitaminas artificiais que são apenas parcialmente (50%) aproveitadas (GAYET, 1995; ARAÚJO e MINANI, 1994). Na Tabela 1 apresenta-se o teor de ácido ascórbico da acerola.

Tabela 1. Composição centesimal da acerola em 100g de polpa

Composição	Concentração de ácido
Umidade	91,10g
Proteína	0,63g
Carboidratos	6,98g
Ext. etéreo	0,19g
Á. ascórbico	6,98g
Caroteno	0,408mg
Cálcio	8,7mg
Fósforo	16,2mg
Tiamina	0,028mg
Riboflavina	0,079mg
Niacina	0,034mg
Ferro	0,7mg
Fibras	0,60g

Miller *et al.* (1961) citado por Tocchini *et al.* (1995)

A acerola é particularmente indicada nos casos de escorbuto, como preventivo, curativo e como coadjuvante nas anorexias de várias causas, nas restrições dietoterápicas prolongadas, nas infecções crônicas, gripes, lesões hepáticas, afecções pancreáticas, dispepsia, alterações do mecanismo da coagulação sangüínea, hemorragias capilares, estados de intoxicação por antibióticos e no tratamento de pessoas com câncer (MARINO, 1986). O consumo diário de 2 a 4 unidades de acerolas é quantidade suficiente para atender às necessidades normais do organismo humano (MARINO, 1986; BLISKA e LEITE, 1995).

De acordo com Itoo *et al.* (1990) o conteúdo de ácido ascórbico decresce com a maturação da acerola. Os autores constataram a redução do teor de vitamina C em acerolas produzidas em 3 regiões distintas do Japão. Nos frutos verdes o teor de ácido ascórbico foi 2150, 2775 e 3200 mg em 100 g de frutos, reduzindo-se para 1455, 1755 e 1825 mg em 100 g de frutos completamente maduros. Resultados semelhantes foram encontrados por Carvalho e Manica (1994), onde os frutos verdes apresentavam 3096 mg/100g de frutos e os maduros cerca de 1201 mg/100g de frutos. De acordo com Batista (2000) o teor de ácido ascórbico presente na acerola na fase madura fica em torno de 800mg, 1600mg em frutos meio-maduro e 2700mg em frutos verdes. Fato este comprovado por Gongatti Neto *et al.* (1996), os autores indicam que a quantidade de vitamina C encontrada no fruto varia com o seu estado de maturação deste.

Segundo Silva *et al.* (1998) as variedades de acerola são classificadas em doce e ácida. Deste modo, selecionam-se clones, levando em consideração o teor vitamínico. Nesta classificação, os frutos que produzem mais que 1000 mg de ácido ascórbico por 100 g de suco é que são considerados satisfatórios.

3.5.1 Polpa de fruta

Segundo o Instituto Adolfo Lutz, polpa de fruta é o produto extraído da fruta sã e madura, por processo tecnológico adequado e de acordo com o Ministério da Agricultura e Abastecimento, instrução em que estabelece os padrões de identidade e qualidade, como sendo um produto não fermentado, não concentrado, não diluído, obtido de frutos polposos, através de processo tecnológico adequado, com um teor mínimo de sólidos totais, proveniente da parte comestível do fruto (BRASIL, 2000). A comercialização de polpas de frutas tem

crescido nos últimos anos, sendo o Brasil o maior produtor e exportador dentre os países em desenvolvimento. Além das características aromáticas, os frutos e polpas de frutas representam excelentes fontes de provitamina A e Vitamina C (BRASIL, 2000). No entanto, a característica físico-química da polpa da fruta varia com a espécie frutífera e estado de maturação. O fruto da acerola apresenta um rendimento de polpa da ordem de 60 a 70%, podendo também ser utilizado na produção de néctares, sorvetes, geléias, entre outros (MARINO NETTO, 1986).

De acordo com Aldrigue *et al.* (2002) o conteúdo de umidade de um alimento é de grande importância, porém sua determinação precisa é muito difícil, uma vez que a água nos alimentos podem estar na forma de água ligada, água disponível e água livre. A técnica gravimétrica com o emprego de calor é a mais utilizada e baseia-se na determinação da perda de peso de alimento que se decompõe ou iniciam transformações a temperatura de 105 °C. A determinação de umidade é uma das medidas mais importante e utilizadas na análise de alimentos, pois a umidade de um alimento está relacionada com sua estabilidade, qualidade e composição, e pode afetar o armazenamento, embalagens e processamento.

Em estudo sobre o efeito do congelamento da polpa de acerola sobre o teor de carotenóides e antocianinas, Agostini-Costa *et al.* (2001) verificaram que a polpa fresca apresentou 1.262 U.I./100g, correspondendo a 25% das necessidades diárias de vitamina A/100g polpa (um copo de suco). Após congelamento, este potencial vitamínico não apresentou perda significativa até o sexto mês de estocagem: após este período o teor de vitamina foi reduzido em 70% e então mantido.

3.6 Vitamina C

O ácido L-ascórbico é um ácido altamente polar, sendo, portanto solúvel em água, levemente solúvel em acetona, metanol e etanol e insolúvel em éter, benzeno, clorofórmio e lipídios. Ele contém um grupo dienol que não somente contribui para a ação redutora, mas também confere um comportamento ácido à molécula (PELLETIER, 1985; GREGORY, 1996). Por ser uma vitamina solúvel em água, seu excesso é eliminado pelos rins através da urina (MEIRA, 1995). A vitamina C (Figura 2) é essencial para seres humanos, agindo como cōantioxidante, varredor de radicais livres, nutrindo as células e protegendo-as de danos causados pelos oxidantes, da mesma forma que o alfa-tocoferol e beta-caroteno (PADH, 1991). É uma das vitaminas mais amplamente adicionadas a alimentos, por dois propósitos: como suplemento vitamínico, reforçando a ingestão diária de vitamina C e como antioxidante, protegendo as qualidades sensoriais e nutricionais do alimento (KIRBY *et al.*, 1991). Vários fatores podem regular a biodisponibilidade do ácido ascórbico para os tecidos: o consumo dietético, sua ligação a uma proteína do soro ou plasma e a forma em que se encontra (DHARIWAL *et al.*, 1991). O teor de vitamina C de um alimento sofre a influencia de fatores como: condições de plantio, grau de maturação, manuseio pós-colheita, estocagem e tratos culturais (BELITZ, 1982). O ácido ascórbico acelera a absorção intestinal dos íons de ferro e sua mobilização influencia sua distribuição dentro do organismo (GUILLAND e LEQUEU, 1995).

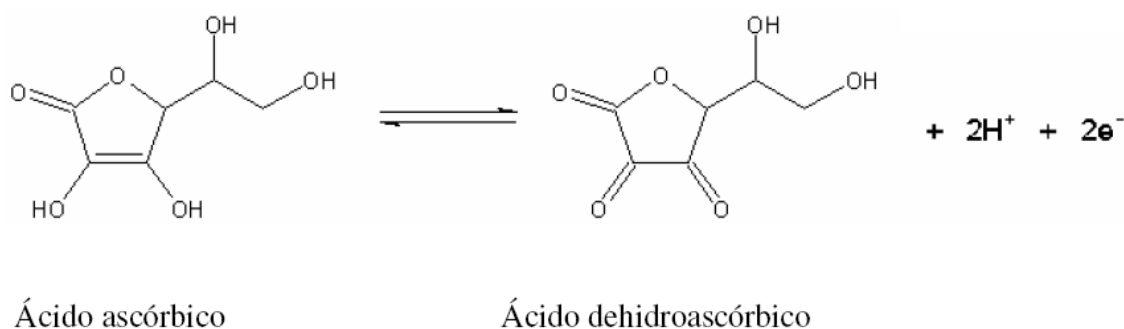


Figura 2 Estrutura química da vitamina C.

Existem fatores que podem facilmente oxidar a vitamina C, sendo que os que causam maior influência são: a pressão parcial de oxigênio, o pH, a temperatura e os íons de metais pesados, especialmente o cobre e o ferro (BELITZ, 1982). Gregory (1996) acrescenta ainda a concentração de sal, açúcar e a presença de enzimas, como fatores que afetam a deterioração da vitamina C. De acordo com Mapson (1970), no processo de destruição oxidativa do ácido ascórbico, as enzimas contendo ferro e cobre em seus grupos prostéticos são as mais eficientes. Existem pelo menos quatro enzimas que ocorrem em frutas e são as principais responsáveis pela destruição oxidativa da vitamina: ácido ascórbico oxidase, fenolase, citocromo oxidase e peroxidase.

Existem numerosos procedimentos analíticos para detectar o ácido ascórbico, mas nenhum é totalmente satisfatório, seja por sua falta de especificidade ou porque a maioria dos alimentos possui numerosas substâncias interferentes (GREGORY, 1996). Para a quantificação do ácido ascórbico, é necessário primeiramente extraí-lo dos tecidos. Nessa extração, empregam-se soluções ácidas para prevenir a oxidação da vitamina. Na Tabela 2 pode-se observar a concentração de ácido ascórbico de algumas frutas.

Tabela 2. Concentração de ácido ascórbico de algumas frutas

Frutas	Ácido ascórbico
Abacate	15
Abacaxi	27,2
Acerola	1000-4676
Amora	210
Banana	10
Cabeludinha	706-2417
Camu-camu	2000-5000
Caju	147-548
Goiaba	30-486
Laranja	37-80
Limão	23-60
Manga	30-147
Mamão	36-109
Melão	12,5-58,7
Melancia	9
Morango	41-81
Pêssego	18,7-26,8
Tangerina	15-56

Adaptado de Silva (2000) e Figueiredo (1998)

O ácido ascórbico pode também atuar como antioxidante em produtos alimentícios, sendo sua ação principal a destruição de radicais livres resultando em produtos metabólicos com o oxigênio (KIRBY *et al.*, 1991). Sua aplicação como antioxidante se dá na proteção da fase aquosa. Sua propriedade redutora pode também melhorar a estabilidade e a utilização do ácido fólico (LUDOCK *et al.*, 1995) e da vitamina E (NIKI, 1991). A vitamina C é útil na regeneração da vitamina E, após sua interação com um radical livre.

A Ingestão Diária Recomendada (IDR) é a quantidade de um determinado nutriente que deve ser consumida diariamente para atender as necessidades nutricionais da maior parte dos indivíduos e grupos de pessoas de uma população sadia. De acordo com a legislação brasileira (BRASIL, 2007) a IDR para ácido ascórbico em um adulto é de 60 mg. As perdas da vitamina C podem ser atribuídas à oxidação enzimática; à degradação térmica em processos aeróbicos ou anaeróbicos; às reações químicas onde o ácido ascórbico atua como antioxidante; à difusão (principalmente em processos de inativação enzimática ou de branqueamento) ou à irradiação. Diversos são os fatores que participam da degradação da vitamina C, tais como pH, ácidos, metais, teor de umidade, atividade da água, aminoácidos, carboidratos e lipídios, sistemas enzimáticos, tensão de oxigênio (mecanismos aeróbicos ou anaeróbicos) e, principalmente, a temperatura. É extremamente sensível a todos estes fatores, podendo ser utilizada como parâmetro ou marcador, para avaliar as condições de manuseio, estocagem e processamento de alimentos (ARENA *et al.*, 2001; UDDIN *et al.*, 2002; VIEIRA *et al.*, 2000). O ácido ascórbico é o ácido mais amplamente usado para evitar escurecimento enzimático de frutas, devido à redução das quinonas, gerados pela ação das enzimas Polifenoloxidase (PPO) (MCEVILY; IYENGAR e OTWELL, 1992).

Com relação à aplicação da vitamina C em filmes e/ou revestimentos, Baldwin *et al.* (1996) observou que o revestimento à base de celulose com a adição de vários antioxidantes, incluindo o ácido ascórbico, reduziu o escurecimento e retardou a perda de água de ma, cortada de forma mais eficaz do que uma solução aquosa de antioxidantes. Perez-Gago *et al.* (2006) relataram uma redução substancial do escurecimento de maçãs minimamente processadas ao usar um concentrado de cera de abelha e proteínas do trigo no revestimento contendo ácido ascórbico, cisteína ou 4-hexilresorcinol. Eles observaram uma melhoria significativa da eficiência de agentes antioxidantes quando incorporados à formulação de revestimento, sendo o tratamento mais eficaz com 0,5% de cisteína.

3.7 Carotenóides

São pigmentos naturais responsáveis pelas cores que variam do amarelo ao laranja ou vermelho de muitas frutas e hortaliças (cenoura, manga, mamão, laranja tomates, abóbora melancia, goiaba, caqui, banana, tangerina, melão, milho, espinafre, brócolis e couve). São substâncias bioativas e alguns deles apresentam atividade pró-vitáminica A. Os carotenóides dos alimentos são tetraterpenóides C₄₀ formados pela união de oito unidades isoprenóides C₅. A estrutura básica desta família de moléculas pode ser modificada de diversas formas tais como: ciclização, hidrogenação, desidrogenação, introdução de grupos contendo oxigênio, rearranjos, encurtamento de cadeias ou combinações dessas modificações, resultando numa imensa variedade de estruturas (RODRIGUEZ-AMAYA, 1993). Os carotenóides podem ser acíclicos (licopeno), monocíclicos (γ -caroteno) ou bicíclicos (α - e β -caroteno). Mais de 650 diferentes carotenóides naturais já foram isolados e caracterizados (KULL e PFANDER, 1995; KRINSKY e JOHNSON, 2005). Os carotenóides encontram-se divididos em dois grupos, os precursores de vitamina A e os não precursores. Dentre os carotenóides conhecidos, existem apenas aproximadamente 30 que são considerados pró-vitamina A. Em frutas e vegetais as fontes de pró-vitamina A mais comuns são o β -caroteno, α -caroteno e o β -

criptoxantina. . A exigência mínima para um carotenóide possuir atividade pró-vitáminica A é ter um anel-β não substituído e o β-caroteno apresenta duas dessas estruturas, enquanto todos os demais carotenóides pró-vitamina A apresentam apenas uma. Deste modo, o β-caroteno é o metabólito vegetal mais importante como fonte de vitamina A, equivalendo a duas moléculas de retinol (Figura 3) (THURNHAM, 2007). Basicamente, a estrutura da vitamina A (retinol) é a metade da molécula do β-caroteno, com uma molécula de água adicionada no final da cadeia poliênica.

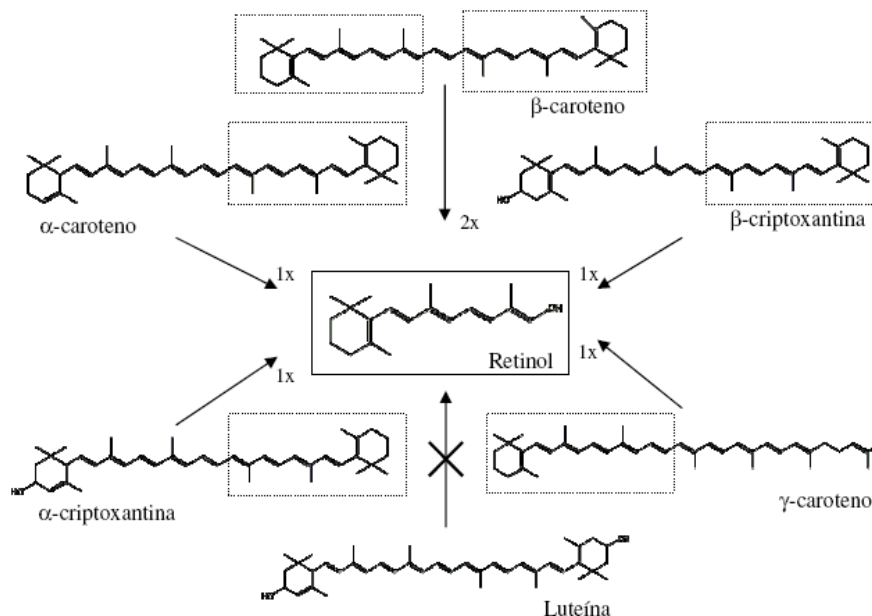


Figura 3 Carotenóides precursores de vitamina A.

Na natureza, os carotenóides se apresentam predominantemente na forma *trans*, que é mais estável, e são biossintetizados por plantas, algas, fungos, leveduras e bactérias. Os seres humanos são incapazes de sintetizá-los, necessitando da ingestão através da alimentação para sua obtenção. Os carotenóides mais estudados por seu envolvimento na saúde humana são o β-caroteno, α-caroteno, β-criptoxantina, licopeno, luteína e zeaxantina. São estes com exceção da zeaxantina, os mais comumente encontrados nos alimentos, sendo o β-caroteno o mais largamente distribuído (RODRIGUEZ-AMAYA, 1993).

Nas folhas, a coloração dos carotenóides está encoberta pela alta concentração de clorofila, a que esses carotenóides encontram-se ligados. Na degradação da clorofila, as folhas tornam-se amarelas, revelando a presença dos carotenóides. O mesmo ocorre com os frutos produzindo a cor característica do fruto maduro, sendo que a sua função principal é a foto proteção de centros de reação em células e tecidos (FRANK *et al.*, 2004). Os tratamentos térmicos, em geral não são suficientes para promover a degradação total dos carotenóides e em alguns casos melhoram a sua biodisponibilidade devido ao amolecimento dos tecidos e rompimento das células (SCOTT e ELDRIDGE, 2004; KRINSKY e JOHNSON, 2005).

De acordo com a legislação brasileira (BRASIL, 2007) a IDR para vitamina A para adultos é de 800 µg de retinol, sendo: 1 Unidade Internacional (UI) é igual 0,3 µg de retinol ou 1,8 µg de beta caroteno.

3.7.1 Métodos de análise dos carotenóides

São vários os fatores que fazem desta uma análise inerentemente difícil, tais como: a existência de um grande número de carotenóides, a variabilidade qualitativa e quantitativa da composição dos alimentos, a ampla variação nas quantidades dos carotenóides dentro de um mesmo alimento, a distribuição não uniforme dos carotenóides entre amostras e ainda dentro de uma mesma amostra, a natureza variável das matrizes alimentícias e a susceptibilidade dos carotenóides à isomerização e oxidação durante a análise ou durante a estocagem da amostra antes da análise, perdas físicas ocorridas nos diversos passos, extração incompleta e separação cromatográfica incompleta (Rodríguez-Amaya, 1989, 1999; Rodríguez-Amaya e Amaya-Farfan, 1992). O principal problema na análise dos carotenóides, porém, surge da sua instabilidade, razão pela qual medidas preventivas da formação de artefatos e perdas por degradação devem ser rotineiramente adotadas: execução completa da análise dentro do mínimo tempo possível, exclusão do oxigênio, proteção da incidência de luz, proteção das temperaturas elevadas, proteção de contato com ácidos, emprego de solventes de alta pureza, livres de impurezas danosas (Davies, 1976; Rodríguez-Amaya, 1989; Britton, 1991; Schiedt e Liaaen-Jensen, 1995).

Com o desenvolvimento da cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE), vários métodos em fase normal e reversa foram desenvolvidos para a separação de carotenos e xantofilas. Os detectores mais utilizados são o ultravioleta-visível (UV-Vis) e o detector de arranjo de fotodiodos (DAD), que permite a coleta contínua de dados espectrofotométricos durante as análises. Quando alta sensibilidade é requerida o detector eletroquímico é uma boa alternativa. Nos casos de matrizes complexas, onde o DAD não é suficiente para a identificação devido a interferências espectrais, o detector de espectrometria de massas vem sendo utilizado (RODRÍGUEZ-BERNALDO *et al.*, 2006).

3.7.2 Extração de carotenóides

Devido à sua estrutura complexa e a grande variabilidade de composição dos carotenóides presentes em vegetais e frutas, não existe um método de referência para sua extração. Numerosos solventes são utilizados como acetona, tetraidrofurano, hexano, pentano, etanol, metanol e clorofórmio. Assim como diversas misturas de solventes, como diclorometano: metanol, acetona: éter de petróleo, metanol: tetraidrofurano, hexano:tolueno, hexano:acetona, 2-propanol:diclorometano, hexano:acetato de etila, hexano:acetona:etanol, etc. (RODRÍGUEZ-BERNALDO *et al.*, 2006). Carbonatos de magnésio e cálcio também são utilizados a fim de neutralizar traços de ácidos orgânicos naturalmente presentes nas amostras. A fim de minimizar a oxidação e isomerizações *cis-trans*, recomenda-se que a extração dos carotenóides seja rápida, evitando a exposição à luz, oxigênio, altas temperaturas e metais oxidantes como ferro e cobre. Para prevenir perdas durante a extração alguns antioxidantes são utilizados, como o hidroxitolueno butilado (BHT), ácido ascórbico e piragalol. O processo de extração dos carotenóides da matriz dá-se através da homogeneização da amostra com o solvente de extração, onde substâncias abrasivas, como celite, são empregadas com a finalidade de facilitar o rompimento das estruturas celulares e liberação dos carotenóides e após a extração o extrato obtido é filtrado diversas vezes até que o filtrado torne-se incolor, não havendo mais carotenóides a serem extraídos. O filtrado combinado é então particionado para solvente orgânico, que pode ser concentrado ou completamente removido para posterior dissolução em solvente apropriado (RODRÍGUEZ-BERNALDO *et al.*, 2006). Utiliza-se também extração com fluido supercrítico com sucesso em substituição à extração líquido-líquido, por apresentar vantagens como: maior rapidez de

extração, não toxidez do dióxido de carbono, inexistência da evaporação, não é inflamável, é barato, temperatura crítica de 31°C o torna ideal para extração de compostos termo instáveis e ambientalmente aceitável. (RODRÍGUEZ-BERNALDO *et al.*, 2006).

3.7.3 Beta caroteno

A hipovitaminose A é um problema de saúde pública, tendo como conseqüências: xeroftalmia, cegueira, morte prematura, retardo no crescimento, deficiência reprodutiva, deficiência na queratinização dos tecidos epiteliais e redução da resposta imunológica. Nas populações carentes o problema resulta da baixa ingestão de vitamina A pré-formada oriunda de fontes animais, sendo então a única fonte de vitamina A, dos carotenóides vindos da ingestão de frutas e vegetais (SCOTT e RODRIGUEZ-AMAYA, 2000). As recomendações diárias de ingestão de frutas e vegetais são de cinco ou mais porções, o que é suficiente para prover de 3 a 6mg/dia de β -caroteno.

O β -caroteno é o carotenóide de maior potência vitamínica A, ao qual se atribui 100% de atividade. A síntese da vitamina A dá-se através da ação da enzima b-caroteno-15,15'-dioxigenase, onde o retinol formado é absorvido juntamente com o retinol pré-formado ingerido com a dieta. Como uma molécula de β -caroteno quebra enzimaticamente forma duas moléculas de retinol, 1 μ g de β -caroteno corresponde, em teoria, a 1 μ g de retinol (SCOTT e RODRIGUEZ-AMAYA, 2000).

3.7.4 Análise cromatográfica

A técnica analítica atualmente preferida para os carotenóides é a cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE). Entretanto, mesmo esta técnica está sujeita a várias fontes de erros, tais como: a incompatibilidade do solvente de injeção com a fase móvel, identificação errônea, impureza, instabilidade e inexistência de padrões, quantificação de picos muito sobrepostos, baixa recuperação do analito na coluna cromatográfica, falta de exatidão no preparo das soluções padrão e no procedimento de calibração e erros de cálculo (CRAFT, 1992, 1993; SCOTT, 1992; RODRIGUEZ- AMAYA e KIMURA, 2004).

A cromatografia de fase reversa é muito utilizada para a separação dos carotenóides, no entanto não é muito eficiente na resolução dos isômeros *cis-trans*. Utilizando-se fase normal obtém-se ótimos resultados na separação dos isômeros com colunas de hidróxido de cálcio, no entanto essas colunas não existem comercialmente e sua preparação apresenta sérios problemas de reprodutibilidade. Fases poliméricas reversas C₃₀ foram desenvolvidas e otimizadas para a separação dos carotenóides e seus isômeros (EMENHISER *et al.*, 1995). Devido a esta sensibilidade dos tempos de retenção dos carotenóides às mudanças de temperatura, é recomendável o controle da temperatura da coluna para garantir a reprodutibilidade (SANDER *et al.*, 2000).

3.8 Centrifugação e Liofilização

A secagem foi um dos primeiros métodos de preservação de alimentos utilizados pelo homem, visto que com a diminuição da atividade de água prolonga-se a vida-de-prateleira do produto, inibindo o desenvolvimento de microorganismos e as reações enzimáticas. (SCHULER e SCHULER, 1973), além de outras vantagens tais como: redução do peso e volume, diminuição dos custos de transporte, embalagem e armazenamento.

A remoção total ou parcial da água do alimento é o princípio do método de conservação pelo controle da umidade. Esta eliminação da água pode ser efetuada de várias maneiras, segundo Camargo *et al.* (1984) por secagem natural, por salga, pelo uso de açúcar e por secagem artificial ou desidratação. O processo de secagem artificial pode ser efetuado por vaporização térmica e por sublimação (liofilização). Essa secagem, por ser um processo artificial, permite o controle de diversos parâmetros, entre eles a umidade e a temperatura. Além disso, requer menor área de processo (RIEDEL, 1987). A liofilização é um processo de desidratação de produtos em condições de pressão e temperatura nas quais a água sob forma congelada passa do estado sólido para o estado gasoso por sublimação, sob alto vácuo, baixa umidade e baixa temperatura. Isso permite que as propriedades químicas e organolépticas praticamente não se alterem (GAVA, 1994), tendo como resultado um produto tipo esponja seca, que pode facilmente ser reduzido a pó (FODA *et al.*, 1970; Do *et al.*, 1975). No processo de desidratação, a perda de ácido ascórbico é afetada principalmente pela aplicação de altas temperaturas (GABAS *et al.* 2003). O pó da acerola deve ser armazenado em atmosfera seca (5 a 10% de umidade relativa), podendo ser armazenado por 12 meses à temperatura ambiente com perdas de vitamina C inferiores a 5% (GOMEZ *et al.*, 1999). Na presença de ar, a principal forma de degradação da vitamina C, ocorre devido a formação de AHDA (ácido dehidro-L-ascórbico) menos estável (COULTAT, 2004).

Pitombo e Cantelmo (2000) estudaram os efeitos do armazenamento em diferentes umidades relativas e temperaturas sobre os compostos voláteis e vitamina C no suco de acerola liofilizado e observaram que o conteúdo de vitamina C diminuiu com o aumento da temperatura e da atividade de água. Para a atividade de água a partir de 0,7 a perda de vitamina C foi mais acentuada.

Soares *et al.* (2001) observaram que logo após a desidratação da polpa de acerola pelo processo “*foam-mat*”, o valor de vitamina C inicial era de 16,34% e após 3 meses de estocagem, em sacos metalizados a temperatura ambiente, esse valor decresceu para 11,32%.

Nogueira (1991) trabalhando com liofilização encontrou como resultado para polpa de acerola liofilizada um teor de ácido ascórbico de 6011mg/100g, partindo de 1607mg em 100g de polpa *in natura*, valor similar encontrado no presente estudo de 5761mg/100g partindo de 382mg em 100g de polpa congelada.

Menezes *et al.* (2009) em estudo comparativo do pó de acerola verde obtido através do processo de secagem em estufa a 70°C e por liofilização, observaram a redução do teor de vitamina C de 33,47% para o pó liofilizado e de 49,52% para o seco em estufa com o tempo de armazenamento de 180 dias, visto que o processo de liofilização permite remoção do conteúdo de água conservando grande proporção das qualidades físico-químicas do produto.

3.9 Filme ativo

A contínua procura por métodos de conservação que provoquem menos alterações nas qualidades sensoriais e físico-químicas dos alimentos e que contenham uma quantidade mínima de aditivos vem incentivando a indústria a buscar e investir em novos métodos tecnológicos visando à qualidade e proteção do alimento. Com isso houve uma mudança, especificamente no que se refere à embalagem para alimentos, que antes exerciam somente a função de barreira de forma passiva, hoje já podem atuar como fator ativo na segurança dos alimentos, na conservação e na manutenção da qualidade. Hoje existem as embalagens elaboradas com filmes ativos, por exemplo, as embalagens antioxidantes. A liberação de aditivos por intermédio de embalagens ativa aumenta a segurança do consumidor, pois esses compostos, em vez de serem diretamente adicionados ao alimento, são liberados de forma controlada em menores quantidades, e apenas onde sua presença é requerida (SOARES *et al.*,

2002). As embalagens ativas têm sido utilizadas em uma variedade de produtos, como pães, biscoitos, bolos, pizzas, massas frescas, queijos, carnes, frutas, entre outros. Cada um desses produtos tem mecanismos diferentes de deterioração, sendo necessário seu conhecimento para que se possa selecionar a embalagem ativa adequada (VERMEIREN *et al.*, 1999). A oxidação constitui um dos mecanismos mais frequentes de deterioração e redução da vida útil dos alimentos (VERMEIREN *et al.*, 1999). Além de alterar o gosto (rancificação) e a qualidade nutritiva (perda de vitaminas e ácidos graxos essenciais) dos alimentos, a oxidação resulta em compostos reativos e tóxicos que representam um perigo para os consumidores (LAGUERRE *et al.*, 2007). Uma das tecnologias mais promissoras para preservar alimentos sensíveis à oxidação é as embalagens ativas antioxidantes (LEE, 2005). Esse sistema consiste na incorporação de substâncias antioxidantes em filmes plásticos, papéis ou sachês, de onde serão liberadas para proteger os alimentos da degradação oxidativa, inibindo as reações de oxidação ao reagirem com radicais livres e peróxidos e, conseqüentemente, estendendo a sua vida de prateleira (LEE *et al.*, 2004; MIN e KROCHTA, 2007). As embalagens antioxidantes apresentam potencial para aplicações comerciais, entretanto é necessário que elas satisfaçam critérios de segurança alimentar. A difusão dos antioxidantes para os alimentos causa preocupações aos consumidores no que diz respeito à sua segurança (VERMEIREN *et al.*, 1999). Por essa razão, existe crescente preferência pelo uso de substâncias antioxidantes naturais (YANISHLIEVA-MASLAROVA, 2001). Alguns antioxidantes naturais que podem ser utilizados em embalagens para alimentos incluem ácidos fenólicos (á-tocoferol), ácidos orgânicos (ácido ascórbico), extrato de plantas (alecrim, canela, cravo, chá etc.) e poliaminas (espermina e espermidina). Ácidos ascórbico, cítrico, caféico e N-acetilcisteína são exemplos de agentes antioxidantes e têm sido incorporados em revestimentos ativos (SOARES *et al.*, 2008).

Salmieri e Lacroix (2006) desenvolveram filmes à base de alginato e policaprolactona incorporados com óleos essenciais de orégano, segurelha e canela e avaliaram as suas propriedades antioxidantes por meio do teste colorimétrico do N,N-dietil-p-fenilenediamina (DPD). Os resultados demonstraram que os filmes à base de orégano exibiram as maiores propriedades antioxidantes.

Min e Krochta (2007) desenvolveram uma película de recobrimento à base de proteína do soro contendo ácido ascórbico para controle da oxidação em amendoim. Os resultados demonstraram que o recobrimento retardou significativamente a oxidação lipídica em amendoins.

Senesi e McHugh (2000) retardaram o escurecimento de maçãs minimamente processadas revestidas com uma mistura de pectina, purê de maçã e óleos vegetais contendo ácido ascórbico (1,5%) e ácido cítrico (1,5%).

Rodriguez e Ca'novas (2003) preservaram fatias de pêra *Anjou* minimamente processadas do escurecimento de superfície usando revestimento à base metilcelulose contendo ácido ascórbico e ácido cítrico. Resultados semelhantes foram obtidos por Lee *et al.* (2003), que estudaram o efeito de revestimentos comestíveis com carragena e proteína do trigo concentrada em combinação com agentes ant escurecimento em fatias de maçã minimamente processada e observou que a incorporação dos ácidos ascórbico, cítrico e oxálico foi vantajoso na manutenção da cor durante duas semanas.

Tapia *et al.* (2008) relataram que o ácido ascórbico (1%) em filmes comestíveis de alginato e gellan ajudou a preservar o teor de ácido ascórbico natural em mamão minimamente processado, contribuindo assim para manter sua qualidade nutricional durante o armazenamento.

3.10 Análises Realizadas na Caracterização dos Filmes

3.10.1 Aspecto visual

De forma geral, esta análise está relacionada à aparência do filme e pode ser avaliada por observações visuais e tácteis. O filme deve apresentar uma superfície contínua e homogênea, ou seja, não deve apresentar fissuras após o processo de secagem, nem partículas insolúveis ou poros abertos (CARVALHO, 1997). O desprendimento da placa deve ser fácil, de modo que o filme não seja tracionado, com ondulações ou rompido, a coloração deve ser homogênea, não devendo apresentar áreas com colorações mais escuras ou mais claras.

3.10.2 Espessura dos filmes

Definida como a distância perpendicular entre as duas faces de uma mesma superfície. O controle da espessura dos filmes é uma característica importante para validade das comparações entre as propriedades dos filmes, uniformidade e repetibilidade das medidas (GENNADIOS *et al.*, 1993). Através desse controle também se verifica a homogeneidade dos filmes. É um parâmetro que influencia as propriedades de barreira e mecânica.

Chen (1995) ao estudar filme de proteínas do leite verificou a relação entre a permeabilidade ao vapor d'água e a espessura. Park e Chinnam (1995) observaram comportamento linear entre permeabilidade e espessura dos biofilmes à base de zeína, glúten e derivados de celulose.

Rojas-grau *et al.* (2007) trabalhando com filmes de purê de maçã, alginato, glicerol e óleos essenciais de orégano, capim-limão e canela, observaram que a presença dos óleos não causou efeito significativo na espessura dos filmes.

Foi observado por Laohakunjit e Noomhorm (2004) que nos filmes de amido de arroz, a espessura não sofreu influência da concentração de glicerol, mas foi influenciada pela concentração de amido.

3.10.3 Solubilidade em água

Com relação ao emprego de filmes comestíveis, a solubilidade em água é uma propriedade importante, pois a maior parte das aplicações requer insolubilidade nesse solvente para manter a integridade do produto, com exceção dos produtos desidratados que devem sofrer uma hidratação prévia ao consumo (PEREZ-GAGO; KROCHTA, 2001) ou no caso em que o filme é submetido ao contato com água durante o processamento do alimento embalado. Nesse caso, embalagens comestíveis têm sido utilizadas para acondicionamento de porções de ingredientes ou aditivos alimentares destinados a serem dispersos em misturas alimentares (agentes emulsificantes usados no preparo de patês, porções individuais de sopas e temperos), sendo, nestes casos, desejável uma alta solubilidade, ou seja, uma dissolução instantânea no meio utilizado. Desta forma, conclui-se que a solubilidade não é uma propriedade limitante na utilização de filmes comestíveis (GONTARD, 1992).

Para se evitar a transpiração em produtos frescos ou congelados é desejável uma baixa solubilidade (GONTARD *et al.*, 1992). Esta solubilidade terá uma ligação direta com os componentes estruturais do filme e interferirá na propriedade de barreira ao vapor de água nos filmes comestíveis. 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 material insolúvel ou de pouca solubilidade em água.

Vicentini (2003) observou em filmes de fécula de mandioca, que o aumento na espessura dos filmes provocou redução da solubilidade em água.

3.10.4 Permeabilidade ao vapor de água

Essa é uma propriedade de barreira muito importante, já que a facilidade que um polímero possui de limitar as transferências entre o meio ambiente e seu conteúdo é definida como barreira. A escolha do polímero apropriado depende da propriedade de barreira que esse pode oferecer. A qualidade do alimento desde o pós colheita até o consumidor final é uma das preocupações da atualidade (MARTIN-POLO *et al.*, 1992) e a migração de vapor de água é um dos principais fatores que podem contribuir para essa alteração, tanto sensorialmente quanto relacionado a estabilidade de estocagem (KAMPER e FENNEMA, 1984; GONTARD *et al.*, 1994; CHEN, 1995). Segundo a ASTM E96-95 permeabilidade é a taxa de transmissão de vapor de água por unidade de área através do filme, de espessura conhecida, induzida por um gradiente de pressão entre duas superfícies específicas, de umidade relativa e temperatura especificada (ASTM, 1990). Carulo (2005) define o coeficiente de permeabilidade ao vapor de água como a transferência do vapor permeante através de um material. Em materiais poliméricos esta transferência ocorre por difusão molecular, conforme as seguintes etapas: movimento do permeante para a superfície da estrutura do filme e sua absorção na matriz polimérica; difusão através de “espaços livres” formados pelo movimento da cadeia polimérica do filme ou na própria fabricação; e dessorção a partir da superfície do filme e sua conseqüente dispersão no ar. O processo de difusão em um sistema que relaciona polímero/solvente depende da natureza química, tamanho, configuração da molécula penetrante e do movimento molecular da cadeia do polímero na matriz do filme. Fatores como a concentração de plastificante, a morfologia do filme, características das moléculas permeante, as interações entre cadeias poliméricas e o grau de reticulação podem afetar a permeabilidade ao vapor de água em filmes flexíveis biodegradáveis (KESTER e FENNEMA, 1986).

A permeabilidade é uma das mais importantes propriedades relacionadas a filmes destinados a embalagens de alimentos (MILTZ, 1992). A principal função dos filmes biodegradáveis é impedir a transferência de umidade entre o alimento e a atmosfera circundante ou entre dois componentes de um produto alimentício, então é interessante que a PVA seja a menor possível. E essa PVA dependerá de alguns fatores como: a integridade do filme, o raio de hidrofilicidade-hidrofobicidade, os raios entre as zonas amorfas e cristalinas e a mobilidade das cadeias poliméricas (MEI e ZHAO, 2003).

O percentual de umidade pode influenciar nitidamente as reações químicas e enzimáticas, propriedades de textura e estabilidade microbiana e física de produtos alimentícios mudando drasticamente a qualidade do alimento durante o processamento e estocagem. Com o intuito de maximizar a vida útil do produto, por vezes se torna necessário limitar a migração de umidade através substâncias capazes de inibir a transferência da molécula de água (MARTIN-POLO *et al.*, 1992; GONTARD *et al.*, 1996).

Filmes de frutas exibem baixas barreiras à difusão do vapor de água, barreira eficaz semi-permeável aos gases, criando uma atmosfera modificada, quando aplicado às frutas e produtos vegetais (BALDWIN, 1994).

Talja *et al.* (2007) estudaram o efeito da variação no teor de diferentes polióis (glicerol, xilitol e sorbitol) nas propriedades físicas e mecânicas de filmes de amido de mandioca e observaram que o aumento da concentração dos plastificantes causou aumento na permeabilidade ao vapor de água em virtude do aumento da difusão da água através do filme, ocasionado por sua maior hidrofilicidade. Os mesmos autores também observaram que a

elevação da umidade relativa (33, 54 e 76%), também provocou o aumento na permeabilidade ao vapor de água.

Wang *et al.* (2010), trabalhando filmes desenvolvidos com purê de cenoura, carboximetilcelulose (CMC), amido de milho, gelatina e glicerol constataram que a PVA dos filmes aumentava com o aumento da concentração de glicerol. E que esses filmes sem plastificante se tornaram rígidos, quebradiços e com plastificante, mais flexíveis. No entanto, a concentração de glicerol não devia ultrapassar 5% (García *et al.*, 2009), pois o plastificante migrava para superfície do filme, deixando-o pegajoso.

Kaya e Maskan (2003) estudando filmes elaborados com suco de uva e amido de trigo (pestil) nas temperaturas de 15, 25 e 37°C e soluções salinas de $MgCl_2$, $Mg(NO_3)_2$ e $NaNO_3$, observaram que a umidade relativa (UR) afetou significativamente a PVA dos filmes. Os autores notaram que a PVA elevava-se conforme o aumento da temperatura e da UR.

Xinwei Wang *et al.* (2010), trabalhando com filmes compostos de purê de cenoura, carboximetilcelulose (CMC), amido de milho, gelatina e glicerol observaram que a concentração de carboximetilcelulose (CMC) e gelatina não apresentaram efeito significativo sobre a permeabilidade ao vapor de água (PVA), mas o aumento na concentração de glicerol provocou o aumento da PVA dos filmes.

Shen *et al.* (2009), trabalhando com filmes à base de batata doce e glicerol observaram que a permeabilidade ao vapor de água aumentou rapidamente com a elevação do teor de sorbato de potássio e diminuiu com o aumento do teor de quitosana.

Segundo Park e Chinnan (1995) a permeabilidade ao vapor de água pode variar com a espessura dos filmes em virtude de mudanças estruturais causadas pelo inchamento da matriz, o que afeta a estrutura dos filmes e provoca tensões internas que podem influenciar a permeação.

3.10.5 Ângulo de contato

O Ângulo de contato ou ângulo de molhabilidade representa o valor em graus que uma determinada substância líquida forma com a superfície. O termo molhabilidade é definido como a manifestação macroscópica da interação molecular entre sólidos e líquidos em contato direto na interface entre eles, ou seja, é o reconhecimento existente entre as forças coesivas do líquido e as forças adesivas entre o sólido e o líquido. As forças coesivas do líquido tendem a formar uma gota esférica, já as forças adesivas entre o sólido e o líquido tendem a espalhar o líquido sobre o sólido, assim o ângulo de contato é determinado pela competição entre estas duas forças (BERG, 1993). Um parâmetro bastante utilizado na molhabilidade é o espalhamento, ele mensura a diferença entre o trabalho de adesão entre o líquido e o sólido e a energia de coesão do líquido. Para ângulos inferiores a 90° o líquido é considerado molhante e para ângulos acima de 90°, não molhante. Uma forma de visualizar a molhabilidade está na interação da água com superfícies sólidas. Neste caso, tem-se o conceito de hidrofobicidade e hidroflicidade. A água possui caráter polar e quando ela apresenta com outra superfície um ângulo de contato menor que 90°, esta superfície é considerada hidrofílica, ou seja, possui uma boa interação com a água. Porém, se este ângulo de contato for maior que 90°, o material é considerado hidrofóbico, ou seja, tem baixa afinidade pela água. Segundo Bialopiotrowicz (2003) o teste para ângulo de contato em água é muito importante em filmes de amido, pois estes são elaborados com o propósito de recobrimento de frutas, que são armazenadas em câmaras-frias com umidade relativa elevada, podendo sob tal condição absorver água, perdendo sua aplicabilidade.

Azevêdo *et al.* (2007) trabalhando com filmes de amido de milho, de fécula de batata e de fécula de mandioca nas concentrações de 1, 2 e 3% de amido, observaram que não houve

efeito significativo da concentração de amido sobre o ângulo de contato para o amido de milho, enquanto houve redução do ângulo de contato para os filmes de fécula de batata e mandioca.

Bialopiotrowicz (2003) trabalhando com filmes à base de amido de milho e fécula de batata nas concentrações 2, 4, 6, 8, 10 e 12%, analisou o ângulo de contato para diferentes líquidos (água, glicerol, formamida, etileno glicol, diiodometano e polimetila metacrilato) e observou que para ambos os filmes, o ângulo de contato diminuiu linearmente com o aumento da concentração de amido (ou fécula) apresentando valores para o ângulo de contato maiores para a fécula de batata em relação aos filmes de amido de milho.

3.10.6 Atividade de água

A atividade da água define-se como a relação entre a pressão de vapor de um alimento dado em relação com a pressão do vapor de água pura à mesma temperatura e varia de 0 a 1. É um dos parâmetros mais importantes para a indústria de alimentos, pois através da atividade de água pode-se explicar a estabilidade do produto pela determinação da disponibilidade de água existente em um determinado produto (água livre), visto que essa dissociação permite a previsão das condições da participação dessa água em reações químicas e enzimáticas ou do crescimento microbiano. É um parâmetro inteiramente ligado à umidade do alimento, permitindo assim determinar sua capacidade de conservação. A atividade aquosa de um alimento pode ser reduzida aumentando a concentração de solutos na fase aquosa dos alimentos mediante a extração da água (liofilização) ou mediante a adição de novos solutos. A atividade aquosa junto a temperatura, o pH e o oxigênio, são os fatores que mais influenciam na estabilidade dos produtos alimentícios.

Os melhores métodos de medição existentes atualmente são o higrômetro eletrônico e o higrômetro de ponto de orvalho.

McHugh e Senesi (2000), observaram redução significativa da umidade, em maçãs frescas cortadas quando foram embaladas com filmes de purê de maçã contendo cera de abelha, glicerol, pectina, ácido ascórbico e ácido cítrico.

3.10.7 Propriedades mecânicas

A resistência à tração, deformação na tração e módulo de elasticidade são parâmetros que relacionam as propriedades mecânicas dos filmes com suas estruturas químicas (MCHUGH e KROCHTA, 1994b). A força elástica expressa a tensão máxima desenvolvida em um filme durante os testes de tração (WELLER e TESTIN, 1994). Segundo Gontard *et al.* (1994) as propriedades mecânica mais importantes para filmes são resistência à tração, ou seja, tração máxima desenvolvida na deformação pelo filme e a habilidade do filme em se estender. Estes filmes devem ainda proteger o alimento quanto ao manuseio e transporte, mantendo a integridade da sua resistência à ruptura e a abrasão, sendo flexível suficiente para adaptar-se a eventuais deformações no alimento sem dano mecânico, tanto como filmes independentes ou aplicados como cobertura para um produto alimentar.

A natureza da composição e a coesão da matriz formadora do filme estão estritamente relacionadas com a sua propriedade mecânica. Esta matriz polimérica está ligada à distribuição e concentração inter e intramoleculares na estrutura formadora de filme entre as cadeias (CUQ *et al.*, 1998). Segundo Kester e Fennema (1986) os filmes comestíveis à base de polissacarídeos e hidrocolóides são resistentes, enquanto que os filmes de lipídios se caracterizam por apresentar baixa resistência mecânica.

Uma importante propriedade dos filmes poliméricos é sua resposta a aplicação de uma força, indicada por dois tipos principais de comportamento: o elástico e o plástico. A maioria dos filmes poliméricos sintéticos demonstra uma combinação dos comportamentos elástico e plástico, apresentando comportamento plástico após o limite elástico ter sido excedido.

As principais propriedades mecânicas avaliadas em filmes poliméricos são a deformação elástica, que consiste na habilidade dos materiais recuperarem sua forma inicial após sofrerem deformação, o módulo de elasticidade (módulo de Young) que é a relação linear entre a tensão aplicada e a deformação sofrida e é determinado pela inclinação da curva de tensão *versus* deformação na região elástica. Outra importante propriedade mecânica exibida por filmes poliméricos é a capacidade de deformação sem sofrer ruptura (WARD e HARDLEY, 1998). As propriedades mecânicas refletem a capacidade dos filmes e revestimentos em manter uma boa integridade .

Segundo Gennadios *et al.* (1994), a resistência à tração é expressa pela força máxima desenvolvida em um filme durante o teste de tração. A deformação na ruptura no teste de tração é a medida da capacidade de alongamento do filme antes da quebra.

Rojas-Grau *et al.* (2007) observou que a deformação no teste de tração de filmes com pure de maçã, alginato e glicerol foi de 51,06% e aumentou em todos os filmes contendo oleos essenciais, atingindo um valor máximo de 58,33% no filme contendo carvacrol.

3.10.7.1 Teste de perfuração

A força necessária em N para que um dispositivo perfure a superfície do filme usando um analisador de textura é determinada no teste de perfuração. Dessa forma, a força em função do tempo é registrada e analisada por um software que representará através de uma curva o comportamento do material (PATIL *et al.*, 2005).

A realização do teste compreende a perfuração do material por uma sonda cilíndrica, a qual desce perpendicularmente à superfície do filme, fixado na base do equipamento, até ocorrer o seu rompimento (Figura 4). A força aplicada pela sonda em função de seu deslocamento é registrada em um gráfico, onde a altura do pico se traduz pela força de ruptura, expressa em Newton (N), e a medida do deslocamento da sonda entre o momento onde ele toca o filme e onde o filme se rompe, se traduz pela deformação do filme (expressa em %) (VICENTINI, 2003).

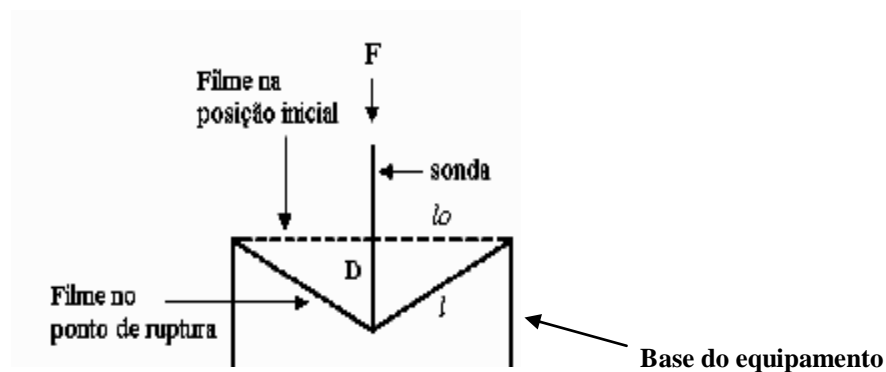


FIGURA 4 Representação esquemática do teste de perfuração na ruptura dos filmes (com modificações), (Fonte: VICENTINI, 2003).

A deformação na perfuração está relacionada ao comprimento inicial do filme utilizado no teste para a determinação da força de perfuração, ou seja, quando se aplica determinada força sobre a superfície do filme, este pode resistir até determinado instante, mantendo a sua estrutura por uma elongação até que esta se rompa (SOBRAL *et al.*, 2001).

3.10.7.2 Teste de tração

O teste de tração expressa a resistência do material ao alongamento e ao rompimento, quando submetido à tração. As propriedades de tração expressam a resistência do material à deformação por alongamento. Esse comportamento é registrado através de uma curva característica de tensão de tração versus deformação. No início, o material oferece resistência crescente à solitação de tração, que provoca seu alongamento. A partir daí o aumento de resistência passa a ser menor para um mesmo aumento de deformação até o ponto de escoamento, a partir do qual é possível alongar o filme sem que este responda com um aumento de resistência. Continuando o alongamento, o material resiste até que ocorra sua ruptura (SARANTÓPOULOS, 2002) (Figura 5).

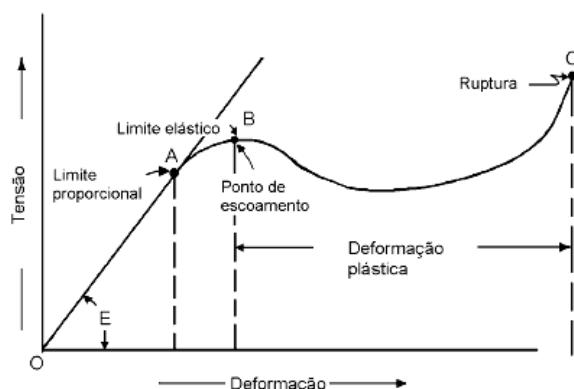


Figura 5 Curva característica da relação resistência a tração versus deformação (Fonte Miltz, 1992)

A resistência à tração, geralmente expressa em MPa, N/m^2 ou kgf/cm^2 , é a relação entre a força, medida pela área transversal inicial do corpo de prova. Já o fator de ruptura, geralmente medido MPa, N/m^2 ou kgf/cm^2 , é a relação entre a força máxima de tração por unidade de largura inicial do corpo de prova. A porcentagem de alongamento (deformação na tração) é a relação entre o alongamento do corpo de prova e seu comprimento inicial, podendo ser determinada para a situação de ruptura. Geralmente as medições de tensão na ruptura e deformação na ruptura são conduzidas de acordo com o método padrão de propriedades de tração de filme plástico fino (ASTM, 1993), com a utilização de um instrumento universal de teste mecânico, o Instron ou o texturômetro. A deformação na tração é a relação entre o comprimento inicial do corpo de prova e seu alongamento (SARANTÓPOULOS, 2002).

A razão entre a tensão e a deformação dentro do limite elástico do corpo de prova é determinada através do módulo de elasticidade em que a deformação é totalmente reversível e proporcional à tração (MANO, MENDES, 1999)

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Matéria-prima

Nesse estudo foram utilizados polpa de acerola comercial congelada da marca Mais Fruta Indústria e Comércio LTDA (Antonio Prado, Rio Grande do Sul, RS), amido de mandioca denominado polvilho doce (Yoki Alimentos, Paranavaí, PR) adquiridos no comércio local do Rio de Janeiro e glicerina P.A. (Vetec Química Fina, Duque de Caxias, RJ).

4.2 Equipamentos Utilizados

- Centrifuga de cesto K 7615 International Equipment Company (Needham, MA, EUA)
Separação das fibras da polpa da acerola.
- Liofilizador Liotop L 101 (São Carlos, SP, Brasil)
Liofilização da polpa de acerola para retirar água.
- Estufa a vácuo Yamato ADP-31 (Santa Clara, CA, USA)
Determinação da umidade da polpa in natura e liofilizada e do filme.
- Viscoamílografo modelo N182506 (Brabender, Duisburg, Alemanha)
Formação da solução filmogênica.
- Balança semi-analítica (TECNAL, modelo BTEC-330).
Controle das alíquotas nas placas descartáveis; controle de peso no teste de permeabilidade ao vapor de água.
- Balança de infra vermelho MOC 120H (Shimadzu, Kyoto, Japão).
Determinação da umidade do amido de mandioca.
- Estufa com circulação de ar forçada (ELKA, Alemanha).
Secagem das amostras no teste de solubilidade em água.
- Câmaras herméticas.
Armazenamento dos filmes e equilíbrio da umidade.
- Micrômetro digital Fowler IP 54 (Newton, EUA).
Determinação da espessura dos filmes.
- Higrômetro AquaLab LITE (Decagon Devices Inc., Pullman, EUA).
Determinação da Atividade de água.
- Câmara á vácuo (Marconi, São Paulo, Brasil).
Permeabilidade ao vapor de água.
- Incubadora tipo BOD, Hydrosan (Belo Horizonte, Brasil).
Secagem da solução filmogênica em placas plexyglass. Armazenamento do conjunto célula de permeação e dessecadores no teste de permeabilidade ao vapor de água.
- Cromatógrafo Waters Alliance 2695 (Milford, EUA).
Determinação do teor de ácido ascórbico e B-caroteno.
- Medidor de ângulo de contato CAM 101 (KSV Instruments, Finlândia)
Determinação do ângulo de contato.
- Agitador do tipo banho Dubnoff – modelo NT 232 (Piracicaba, SP, Brasil).
Teste de solubilidade em água dos filmes.
- Texture Analyser TA XT Plus (Stable Microsystems, Surrey, Inglaterra).
Propriedades mecânicas: teste de tração e teste de perfuração.

4.3 Centrifugação e Liofilização da Polpa

4.3.1 Centrifugação

Testes preliminares foram realizados para se avaliar a necessidade do processo de centrifugação da polpa *in natura*, pois o aspecto visual do filme ficou comprometido quanto a sua translucidez, quando a polpa foi usada sem a separação e retirada de particulados fibrosos. A polpa, então foi descongelada e depositada sob a forma líquida em uma centrífuga International Equipment Company K 7615 (Needham, MA, EUA) com rotação de 4000 rpm, visando à retenção de maior parte das fibras, visto que o equipamento possui filtro de nylon em forma de malha fina com abertura granulométrica de 150 μ . Na primeira etapa do processo foram utilizados 4,8 kg de polpa de acerola *in natura* descongelada, sendo que ao término do processo obteve-se o rendimento de 3,96 kg de polpa centrifugada e 600 g de resíduos, entre eles as fibras.

4.3.2 Liofilização

Experimentos preliminares foram realizados de forma a se obter um material seco, em forma de pó, sem que houvesse a necessidade de se adicionar qualquer outro aditivo ou ingrediente, visto que a acerola possui um elevado teor de frutose o que dificulta o seu processo de secagem. Na condição experimental definida a polpa centrifugada foi depositada sob forma líquida em bandejas de inox, com altura de 2,5 cm, 18 cm de diâmetro e capacidade para 500 mL, do próprio liofilizador Liotop L101 (São Carlos, SP, Brasil) (Figura 10), para congelamento. O processo teve início com a polpa congelada depositada em 4 bandejas do equipamento e posterior desidratação sob vácuo a -55°C e secagem a temperatura máxima de 35°C . O processo teve duração de 54 h, sendo três etapas: duas de 24 horas e uma etapa de 6 horas, com intervalos de 2 horas entre os processos. Ao final, obteve-se um material seco em forma de pó, com umidade final de 4,5%, sendo altamente higroscópico devido à grande quantidade de frutose, que possui baixo peso molecular não permitindo a completa instalação do estado vítreo. O produto em pó obtido foi armazenado em sacos metalizados isentos parcialmente de ar e lacrados. O rendimento da primeira etapa de liofilização foi de 214 g de material seco. A umidade da polpa *in natura* e da polpa centrifugada e liofilizada foi determinada em estufa a vácuo sob pressão de 10 cm de Hg a 70°C , para que se evitasse a caramelização ou reação de Maillard. O processo de liofilização seguiu o fluxograma disposto na Figura 6.

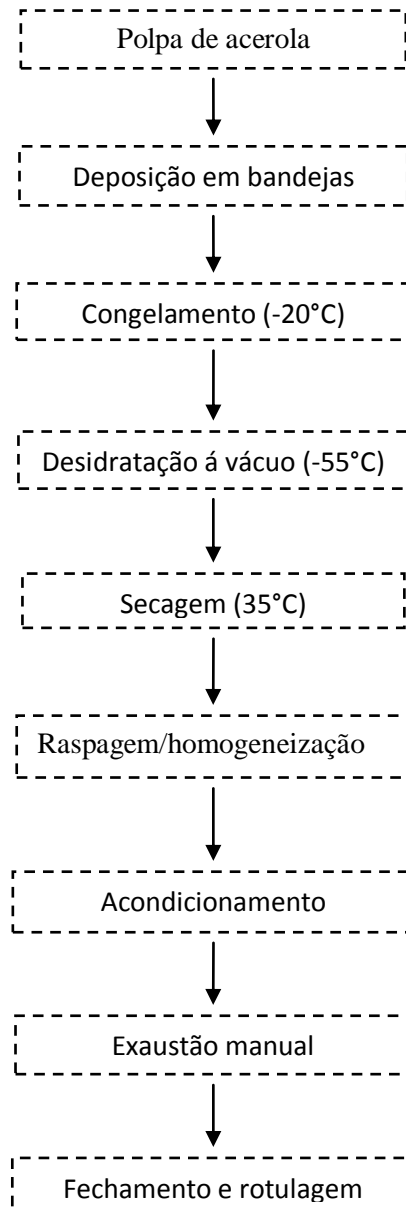


Figura 6 Fluxograma de liofilização da polpa de acerola centrifugada.



Figura 7a Liofilizador Liotop L101 (Liobras, São Carlos, Brasil)

O produto ao final do processo, apresentou-se visivelmente com um aspecto “leve e esponjoso”. Ao ser retirado das bandejas por raspagem desagregou-se formando-se pó e assim foi manualmente homogeneizado. Após a homogeneização, o pó de acerola foi acondicionado em embalagens metalizadas retirando-se o ar aprisionado na embalagem por exaustão manual por compressão aplicada ao longo da mesma no momento da soldagem das extremidades, feita por seladora termoelétrica. Após o fechamento as embalagens, estas foram devidamente rotuladas para identificação do conteúdo e da data de fabricação.



Figura 7b Polpa da acerola liofilizada.

4.4 Preparo dos Filmes por *casting*

Testes preliminares foram realizados para que se determinasse a concentração máxima de polpa de acerola liofilizada que seria utilizada para que possibilitasse o fácil desprendimento do filme da superfície da placa e máxima incorporação de polpa de acerola no filme. Foi observado que na concentração de 94% de polpa liofilizada houve apenas o desprendimento parcial do filme da placa. Sendo assim, foram feitos diversos outros testes, reduzindo a concentração gradativamente até que se chegasse a uma concentração em que houvesse o desprendimento total do filme da placa. Sendo assim, chegou-se à concentração máxima de 85,46%.

Optou-se por centrifugar a polpa previamente à liofilização, pois observou-se que as fibras presentes comprometiam o aspecto visual e aumentavam a opacidade do filme.

Na elaboração da solução filmogênica, primeiro solubilizou-se todos os componentes separadamente com parte da água destilada. Posteriormente, adicionou-se o restante da água com os componentes já solubilizados para que se obtivesse melhor homogeneização.

Os filmes foram elaborados segundo a técnica *casting*, que consiste na formação de filmes pela desidratação de uma solução, aplicada em um suporte (GONTARD *et al.*, 1992). A solução filmogênica foi elaborada conforme delineamento experimental apresentado na Tabela 5, com amido de mandioca (4%); glicerol (15,86; 20; 30; 40 e 44,14 % (p/p)) e polpa centrifugada e liofilizada (34; 42; 60; 78 e 85,45 % (p/p)) em condições controladas de cisalhamento e temperatura (temperatura máxima de 90°C) em um viscoamilógrafo Brabender (Duisburg, Alemanha) (Figura 8). Estes valores foram calculados com base no teor de amido da mistura. As soluções filmogênicas foram aquecidas sob constante agitação até 90°C, permanecendo nesta temperatura por 10 minutos e resfriadas a 50°C.



Figura 8 Viscoamilógrafo Brabender (Duisburg, Alemanha) usado no preparo da solução filmogênica.

4.4.1 Secagem dos Filmes

Após o resfriamento da solução à temperatura ambiente, 41,7g de solução foram vertidas em placas *plexiglass* de 142 mm de diâmetro, onde o controle de peso foi aferido em balança semi-analítica (TECNAL, modelo B-TEC-330) e depositado em câmara tipo BOD modelo (Hydrosan, Belo Horizonte, MG) com umidade relativa de 53% ($\pm 2^\circ\text{C}$) e temperatura de 30°C ($\pm 1^\circ\text{C}$) por 24 a 48 horas até completa secagem. Após o período de secagem, o filme foi removido manualmente das placas e condicionado.

4.4.2 Condicionamento dos Filmes

Após completa secagem e remoção das placas, os filmes foram condicionados em câmaras herméticas (Figura 9) com umidade relativa do ar controlada por meio de uma solução saturada de nitrato de magnésio ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$) a 52,9%, sob vácuo. Nesta condição, os filmes foram mantidos por 6 dias até o equilíbrio do teor de umidade. Somente após este período os filmes foram caracterizados.



Figura 9 Câmaras herméticas a vácuo (Marconi, São Paulo, Brasil) usadas no condicionamento dos filmes.

4.5 Delineamento Experimental e Análises Estatísticas dos Resultados

O modelo experimental utilizado foi o delineamento central composto rotacional que teve como objetivo reduzir as combinações e otimizar o processo de coleta e análise de dados, sendo usado o modelo matemático de superfície de resposta para representar graficamente as variáveis de respostas com coeficiente de regressão. Os dados foram avaliados e interpretados estatisticamente utilizando-se o programa Statistica versão 5.0 (Tulsa, EUA). Os modelos da

regressão foram escolhidos com base no coeficiente de determinação, na significância dos coeficientes e no modelo mais apropriado para o fenômeno em estudo.

As variáveis independentes foram os teores de polpa de acerola liofilizada (%) e de glicerol (%) na solução filmogênica, sendo estudadas em um delineamento experimental proposto com cinco repetições do ponto central (demonstrando a estimativa do erro experimental e determinação da precisão da equação polinomial (Cochran e Cox, 1964), quatro fatoriais (combinação dos níveis -1 e +1) e quatro axiais (uma variável no nível $\pm\alpha$ e outra no nível 0). Estabeleceram-se as variáveis com três níveis de codificação, -1,0,+1 (Box et al., 1978). As variáveis axiais codificadas foram em 2 níveis como: $+\alpha$ e $-\alpha$, sendo o valor de α dependente do número fatorial ($\epsilon = 2^k$) do delineamento e do número de variáveis independentes ($k=2$), sendo definido pela equação abaixo:

$$\alpha = (F)^{1/4} = (2^k)^{1/4} = 1,414 \quad \text{(Equação 1)}$$

Os valores máximos e mínimos de cada variável independente foram estabelecidos de acordo com as possibilidades operacionais do processo e com base em ensaios preliminares.

De acordo com BOX e DRAPER (1967), para a análise dos resultados experimentais, a metodologia descreve o comportamento de um sistema no qual estão combinados as variáveis independentes (X_k) e variável dependente ou de resposta (Y_i). A resposta é uma função dos níveis nos quais estes fatores foram combinados e definidos como pode ser observado na fórmula abaixo:

$$Y_i = F(X_1, X_2, \dots, X_k)$$

Através de uma análise de regressão, pode ser ajustado para cada resposta (Y) um polinômio de segunda ordem como as variáveis explicativas (Xk). A expressão geral utilizada para prever o comportamento de cada resposta avaliada pode ser escrita da seguinte forma:

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \epsilon \quad \text{(Equação 2)}$$

Sendo:

Y_i = função resposta;

X_1 e X_2 = valores das variáveis independentes;

β_0 = coeficiente relativo à interpretação do plano com o eixo resposta;

β_1 e β_2 = coeficientes lineares estimados pelo método dos mínimos quadrados;

β_{11} e β_{22} = coeficientes das variáveis quadráticas;

β_{12} = coeficiente de interação entre as variáveis independentes;

ϵ = erro experimental.

Os níveis codificados (-1, 0, +1), os axiais ($-\alpha, +\alpha$) e os fatores têm seus valores reais apresentados na Tabela 3 e o delineamento completo abaixo.

Tabela 3. Variáveis independentes e seus respectivos níveis

Variáveis independentes	Níveis				
	- α		0	+ α	
	-1,414	-1	0	+1	+1,414
Polpa acerola (%) ^a	34,54	42,0	60,0	78,0	85,45
Glicerol (%) ^a	15,9	20,0	30,0	40,0	44,14

^aAs concentrações de polpa de acerola e glicerol são baseados no peso do amido

Tabela 4. Delineamento completo do desenho experimental do processo de elaboração de biofilme de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

Ensaio	Níveis codificados das variáveis		Níveis reais das variáveis	
	Acerola (%)	Glicerol (%)	Acerola (%)	Glicerol (%)
1	-1	-1	42	20
2	+1	-1	78	20
3	-1	+1	42	40
4	+1	+1	78	40
5	-1,41	0	34,54	30
6	+1,41	0	85,45	30
7	0	-1,41	60	15,86
8	0	+1,41	60	44,14
9	0	0	60,0	30,0
10	0	0	60,0	30,0
11	0	0	60,0	30,0
12	0	0	60,0	30,0
13	0	0	60,0	30,0

* Aleatorizados previamente à experimentação

Os valores reais e codificados do delineamento experimental completo para duas variáveis independentes e cinco níveis de variação estão apresentados na Tabela 4. As variáveis respostas foram espessura, atividade de água, ângulo de contato, teor de vitamina C, teor de beta-caroteno, permeabilidade ao vapor de água, solubilidade em água, testes mecânico.

A partir da equação de regressão obtida por esta técnica, foi possível elaborar gráficos tridimensionais de superfícies de resposta, bem como suas respectivas curvas de nível com auxílio do programa computacional “STATISTIC” versão 5.

4.6 Caracterização da Matéria Prima

4.6.1 Umidade

O amido de mandioca e a polpa de fruta foram caracterizados quanto ao teor de umidade. No amido o teor de umidade foi determinado em balança de infravermelho Shimadzu MOC 120H (Kyoto, Japão). O teor de umidade final da polpa *in natura* e da polpa liofilizada foram obtidos de acordo com metodologia para análise de umidade a vácuo a 70°C descrita pela Association of Official Analytical Chemists (AAOA), método 926,12. O equipamento utilizado foi estufa a vácuo Yamato ADP-31(CA, EUA) à 70°C, sob vácuo de 10 cm Hg.

4.7 Caracterização Analítica dos Filmes Obtidos

4.7.1 Aspecto visual

Análises visuais e táteis foram realizadas, com o intuito de utilizar apenas os filmes que fossem homogêneos (sem a presença de partículas insolúveis, sem a presença de rupturas e coloração uniforme) e possibilitassem o manuseio (facilidade em retirar os filmes do suporte). Os filmes que não apresentaram tais características foram descartados.

4.7.2 Determinação da espessura

A espessura dos filmes foi determinada segundo método descrito por CAO; FU; HE (2007), em micrômetro digital Fowler IP 54 (Newton, EUA), com sensibilidade de $\pm 0,001$ mm, aferida em cinco pontos aleatórios para cada filme. A resposta obtida foi relativa à média aritmética de três filmes de cada tratamento.

4.7.3 Solubilidade em água

Amostras com umidade previamente determinada foram dimensionadas com forma circular de 20 mm de diâmetro, que após pesagem, foram mergulhadas em béquer contendo 50 mL de água destilada de acordo com a metodologia proposta por Gontard *et al*, (1993). O sistema foi mantido sob lenta agitação em banho-maria digital Dubnoff NT 232 (Piracicaba, Brasil) a 25°C, por 24 h. Após as 24 h, as amostras foram removidas da água e secas em estufa a 105°C por 24 h para se determinar o peso seco final do material que não foi solubilizado. As amostras foram preparadas em triplicata. A solubilidade foi expressa pela porcentagem de material seco solubilizado e calculado de acordo com a equação 2.

$$\text{SOL} = \left(\frac{M_i - M_f}{M_i} \right) \times 100 \quad (\text{Equação 3})$$

Sendo que,

SOL: massa solubilizada em função da massa seca inicial (%)

Mi: massa inicial do material seco (g)

Mf: massa final do material seco não solubilizado (g)

4.7.4 Permeabilidade ao Vapor de Água

A transmissão do vapor da água nos filmes foi determinada gravimetricamente segundo método proposto pela ASTM (*American Society for Testing and Material*), E96-80 (2001) modificado, à temperatura de 25°C, citado por Vicentini (2003). Amostras de filmes foram dimensionadas em formato circular com 40 mm de diâmetro e aplicadas células de permeação contendo água destilada. Estas células foram colocadas em dessecador contendo sílica gel azul de forma a assegurar um gradiente hídrico no sistema e o conjunto foi armazenado a 25°C e umidade relativa de 53% em incubadora BOD (Hydrosan, Belo Horizonte, Brasil) (Figura 10). Ao longo de nove dias, houve monitoramento do peso das células e filmes em intervalos de 24 h de forma a acompanhar a variação de peso no período. O fluxo de permeabilidade ao vapor de água (Fva) foi determinado de acordo com a metodologia descrita por Nazan, Truhan e Sahbaz (2004). O cálculo foi feito através de regressão linear entre os pontos de ganho de peso, segundo as equações:

$$Fva = \frac{g}{t \times A} \quad \text{(Equação 4)}$$

$$PVA = \left(\frac{g}{t \times A} \right) * \frac{x}{\Delta P} \quad \text{(Equação 5)}$$

Sendo que: Fva é o fluxo de permeabilidade ao vapor de água;

g é o ganho de peso (g);

t é o tempo total em horas;

A é a área de permeação;

g/t foi calculado por regressão linear entre os pontos de ganho de peso e tempo (regime permanente);

PVA é permeabilidade ao vapor de água (gmm/m²diakPa);

x é a espessura média do filme (mm);

ΔP é a diferença de pressão de vapor do ambiente contendo sílica gel (kPa, a 25°C) e a água pura (3,167 kPa, a 25°C).

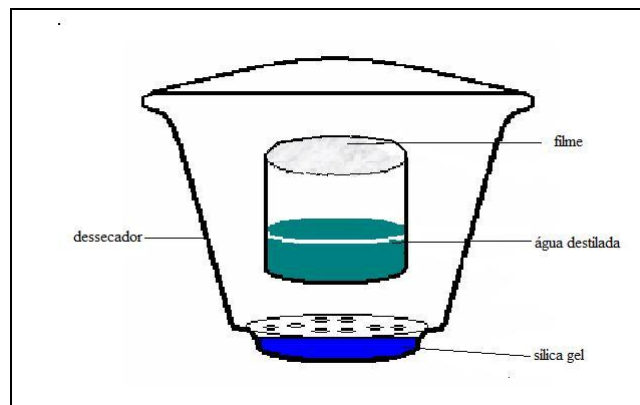


Figura 10 Esquema do equipamento utilizado para teste de permeabilidade ao vapor de água.

4.7.5 Determinação da Atividade de Água dos Filmes

A determinação da atividade de água foi realizada por leitura direta utilizando-se um medidor de atividade de água AquaLab Lite 2T, da Decagon Devices Inc, (Pullman, EUA), operando-se à temperatura de 25°C. Para calibração foi utilizado solução saturada de cloreto de lítio ($A_a 0,112 \pm 0,003$). As amostras foram dimensionadas com formato circular de 35 mm de diâmetro e espessura variando de 0,121 a 0,158 mm, colocadas em cápsulas plástica do próprio equipamento. As análises foram feitas em triplicata.

4.7.6 Medidas de Ângulo de Contato

A determinação do ângulo de contato da gota com o filme foi realizada a temperatura ambiente, de acordo com a metodologia descrita por SILVA *et al*, (2007), no sistema medidor de ângulo de contato KSV CAM 101(Finlândia) (Figura 11). O ângulo foi determinado pela média dos ângulos direito e esquerdo da gota no tempo trinta e seis. Estes ângulos foram calculados automaticamente por meio de software instalado em um computador acoplado ao equipamento. Foram realizadas medidas de ângulo do lado direito e esquerdo de três gotas. Amostras de 40 mm de comprimento e 15 mm de largura foram fixadas em uma lâmina de vidro por meio de fita adesiva dupla face, que foram colocadas na base do aparelho. Uma gota de água de 0,1 mL foi colocada sobre a superfície da amostra com auxílio de uma seringa e a imagem da gota foi captada por uma câmera digital durante 40 segundos com intervalos de 1 segundo. Os valores do ângulo de contato representam a média dos ângulos das três repetições que foram obtidos por somatória e divisão do ângulo direito e esquerdo de cada gota com a superfície do filme.

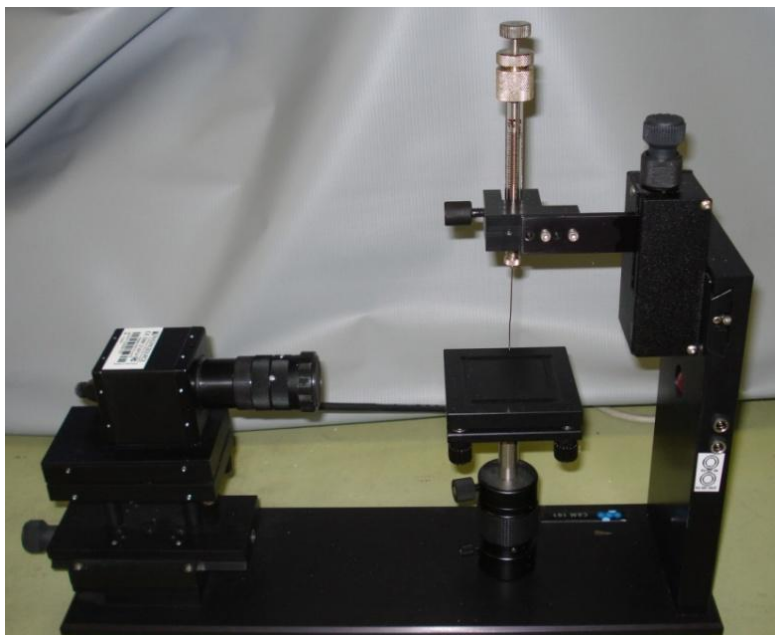


Figura 11 Medidor do ângulo de contato KSV CAM 101.

4.7.7-Propriedades Mecânicas

Os filmes foram analisados quanto a performance no teste de tração (Figura 15a e 15b) e penetração (Figura 16a e 16b) em um analisador de textura, Texture Analyser TA XT Plus (Stable Microsystems, Surrey, Inglaterra), operado de acordo com o método padrão ASTM D 882-83 (ASTM, 1995D). Os resultados foram analisados, através do programa Texture Exponent 32, versão 4.0, em triplicata.

4.7.7.1 Teste de tração

Para a determinação da tensão, deformação e módulo de elasticidade seguiu-se o método padrão proposto pela *American Society for Testing and Material* (ASTM, 1995), D 828-95a. No teste de tração, os filmes foram dimensionados em corpos de prova com 50 mm de comprimento e 15 mm de largura. Estes corpos de prova foram fixados nas garras do equipamento (Figura 12a e 12b) com distância inicial entre elas de 30 mm e a velocidade de tração de 1 mm/s. A tensão na ruptura foi determinada pela relação entre força e área da seção transversal inicial do filme. A deformação na ruptura, foi determinada pela curva de tensão x deformação (deformação linear $[(l - l_o) / l_o]$). O módulo de Young ou de elasticidade foi determinado na região linear do gráfico da curva de tensão em função da deformação. Foram realizadas 15 replicatas.

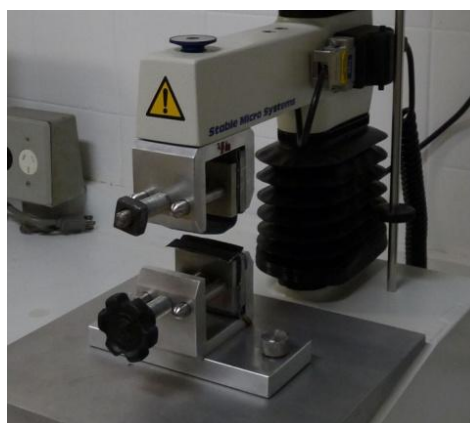


Figura 12a e 12b Analisador de textura Texture Analyser TA XT Plus (Surrey, Inglaterra) com acoplamento utilizado nos testes de tração.

4.7.7.2 Teste de perfuração

Nos testes de perfuração foram determinadas a força e a deformação na ruptura, de acordo com Vicentini (2003). Os corpos de prova foram dimensionados com 20 mm de comprimento e 20 mm de largura, fixado no equipamento em plataforma móvel com abertura de 10 mm e perfurado por um probe com ponta de esfera com cinco mm de diâmetro, com velocidade de deslocamento de 1 mm/s (Figura 13a e 13b). Através do programa “Texture Exponent 32” e das curvas de força x deformação, foi possível determinar a força na perfuração (F) e o deslocamento do probe (D). A deformação na ruptura por perfuração ($\Delta l / l_0$) foi calculada de acordo com a Equação 6 (GONTARD *et al.*, 1992).

$$\frac{\Delta L}{l_0} = \frac{(\sqrt{D^2 + l_0^2} - l_0)}{l_0} \quad \text{(Equação 6)}$$

Sendo: l_0 o comprimento inicial do filme, igual ao raio da célula de medida (5 mm),

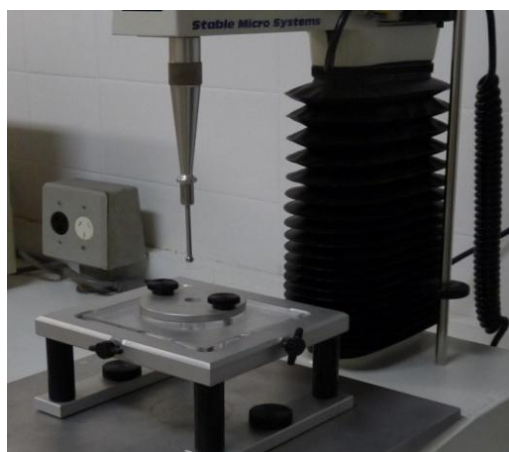


Figura 13a e 13b Analisador de textura Texture Analyzer TA XT Plus equipado com acoplamento utilizado nos testes de perfuração.

4.8 Determinação do Teor de Vitamina C e Beta-caroteno por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência

A quantificação de vitamina C foi realizada por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) em um cromatógrafo Waters Alliance 2695 (Milford, EUA) com padronização externa, em coluna HPX 87H BIO RAD (7,8 x 300mm) (Waters, Milford,

EUA) de troca iônica com fase móvel de ácido sulfúrico 0,05M; pré-coluna de mesma fase da coluna; temperatura do injetor: 5°C e detector de UV PDA 2996 Waters (243,8nm); volume de injeção de 20 µL; tempo de corrida de 15min; vazão de fase móvel de 1,0 mL (min)⁻¹, conforme a metodologia descrita por ROSA, *et al.* (2007).

No preparo da amostra pesou-se 0,5 g de amostra em balão volumétrico de 25 mL, adicionou-se 10 mL de ácido sulfúrico 0,05 M e seguiu-se para extração em banho ultrassom por 10 min. Após a extração, avolumou-se com ácido sulfúrico 0,05 M e filtrou-se a solução diretamente no vial do injetor automático. A determinação para vitamina C e beta-caroteno foi feita para todos os tratamentos, polpa in natura, polpa liofilizada e solução filmogênica do ponto central. O fluxograma do processo cromatográfico segue conforme Figura 14.

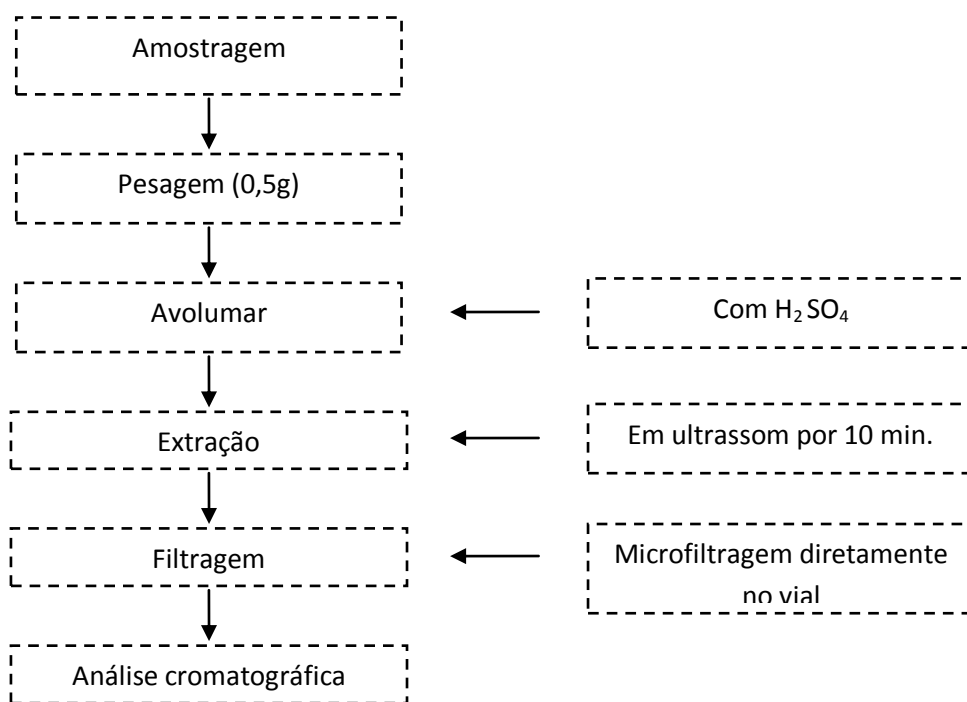


Figura 14 Fluxograma da análise cromatográfica para determinação de vitamina C.

As condições cromatográficas para quantificação dos teores de carotenóides totais e beta-caroteno dos filmes baseou-se na metodologia validada por Pacheco (2009), Foi realizada em cromatógrafo líquido modular Waters composto por bomba analítica 600, em desgaseificador, injetor automático 717 plus e detector de arranjo fotodiodo 996. Coluna YMC C₃₀ carotenoid (250 x 4,6 mm x 3 µm) a 33°C, com eluição em gradiente de éter metil terc-butílico: metanol, fluxo móvel de 0,8mL/ min, volume de injeção 15 µL e tempo de análise de 28 min. O processo teve início com a maceração da amostra em celite e acetona, conforme fluxograma do processo cromatográfico na Figura 15.

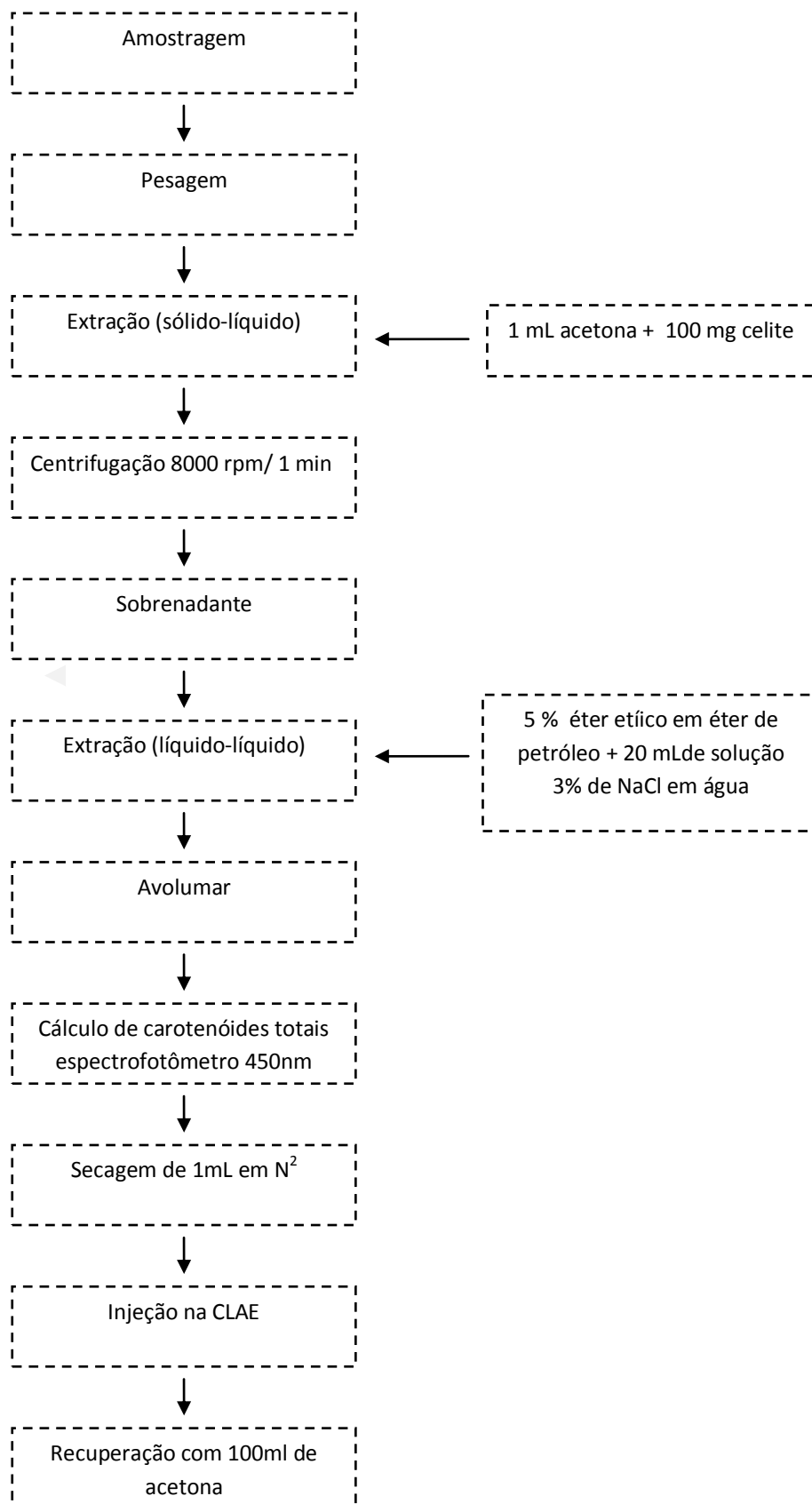


Figura 15 Fluxograma da análise cromatográfica para determinação de carotenóides totais e beta-caroteno.

Na determinação cromatográfica dos carotenóides, uma alíquota de 0,5 mL do extrato etéreo foi transferida para um vial âmbar de 3 mL. O solvente foi removido por secagem sob fluxo de nitrogênio. Ao resíduo foram adicionados 100 μ L de acetona e o vial foi então agitado em vórtex durante 10 s. Com auxílio de pipeta, a solução obtida foi transferida para vial com redutor de volume e realizou-se a análise cromatográfica.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Avaliações Gerais dos Filmes Elaborados

Os filmes elaborados no presente trabalho apresentaram aproximadamente 13 cm de diâmetro e espessura média 0,137 mm.

De acordo com as Figuras 16 e 17, pode-se observar que visualmente os filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada apresentaram-se homogêneos, de coloração alaranjada translúcida agradável. Além disso, os filmes se apresentaram maleáveis, contínuos, com bom aspecto visual e não quebradiço para todos os níveis de polpa e glicerol.



Figura 16 Filme de amido e polpa de acerola liofilizada.

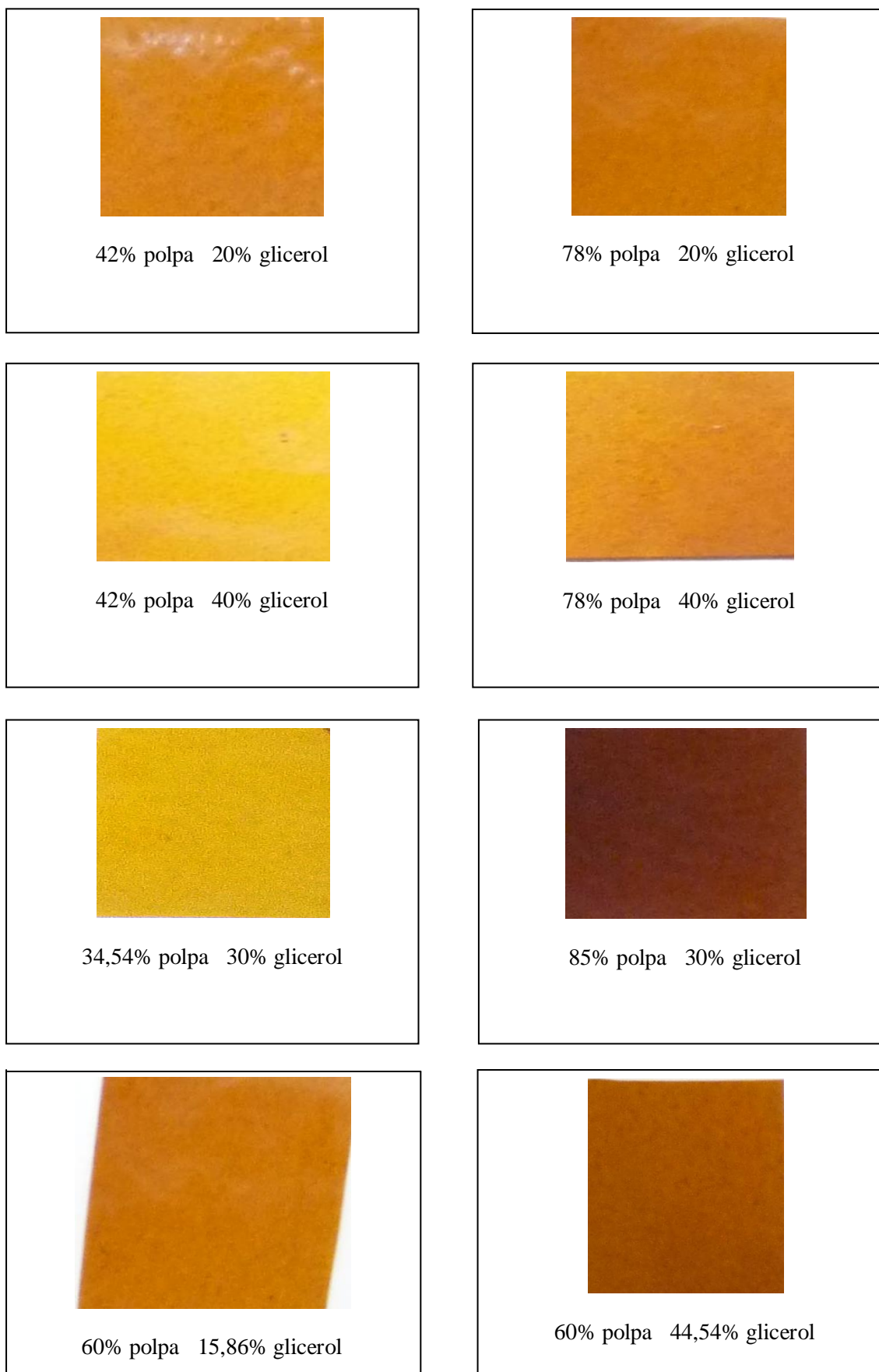


Figura 17 Imagem ilustrativa dos 13 filmes de amido de mandioca com polpa de acerola liofilizada (continua)

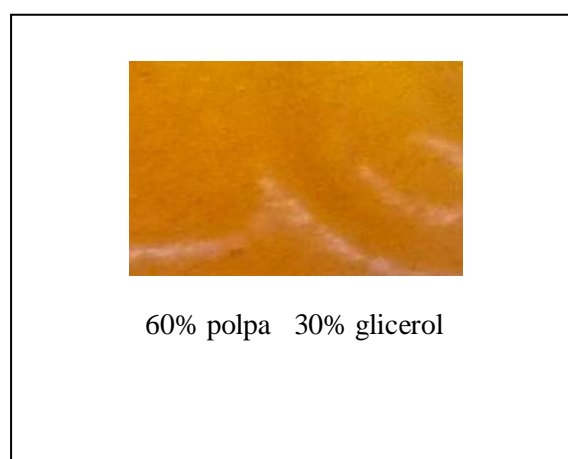
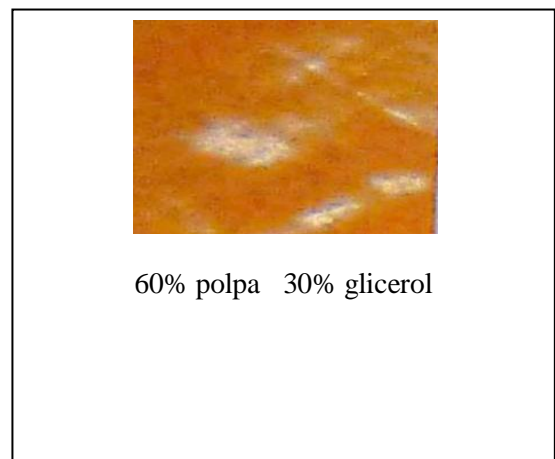
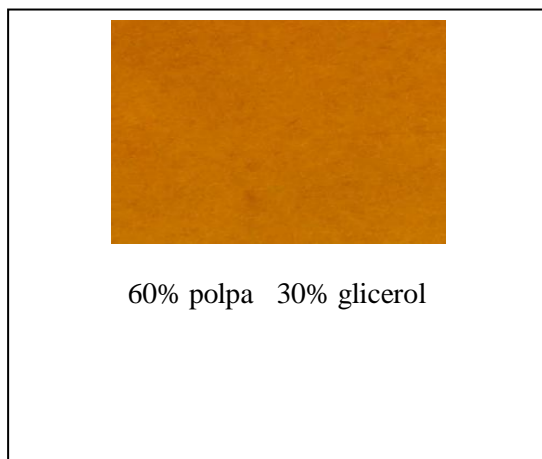


Figura 17 Imagem ilustrativa dos 13 filmes de amido de mandioca com polpa de acerola liofilizada (continuação).

5.2 Composição da Matéria-prima

5.2.1 Umidade da polpa

Obteve-se no presente estudo 93,7% de umidade final da polpa in natura, resultado similar foi obtido por Nogueira (1991) 93,3%, Ritter (1994) 92,5% e encontra-se na faixa descrita por Alais e Linden (1990) 74 a 94%. Já para polpa centrifugada e liofilizada no presente estudo foi encontrado o percentual de umidade residual presente no pó de acerola de 4,5%, resultado similar encontrado por Leme (1973) 4% e relativamente inferior ao encontrado por Nogueira (1991) 8%.

Os teores de vitamina C de β -caroteno nos filmes do presente trabalho variaram de 74,13 a 3761,84 e de 2703 a 5431, respectivamente. Esse aumento do teor é devido à concentração (redução da umidade por liofilização), o que repercute como ponto positivo dentro do processo, considerando-se o grande valor nutritivo incorporado.

Menezes *et al.* (2009) trabalhando com o estudo comparativo entre o pó de acerola obtido através do processo de secagem por liofilização e por estufa com circulação de ar à 70°C, obteve como resultados 10,67 e 11,37%, respectivamente. Valores estes superiores ao encontrado no presente estudo para polpa liofilizada. Soares *et al.*, (2001) trabalhando com desidratação de polpa de acerola pelo processo de *foam-mat drying*, encontrou 7,24% de umidade final no pó de acerola indicando que o tipo de secagem interfere na umidade final do produto.

5.3 Avaliação dos Filmes Obtidos

5.3.1 Espessura

Os filmes elaborados de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada, de acordo com as diferentes concentrações propostas no delineamento experimental apresentaram variação em sua espessura de 0,121 a 0,158 mm (Anexo A). Avaliando-se os resultados obtidos, pode-se observar que no ensaio 8, em filmes com 60% de polpa e 44,14% de glicerol foi obtida a maior espessura (0,158 mm) dos experimentos e no ensaio 7, em filmes com 60% de polpa e 15,86% de glicerol, a menor (0,121 mm). Na Tabela 5 encontram-se os resultados dos coeficientes de regressão obtidos na análise estatística.

Tabela 5. Coeficiente de regressão obtidos para a espessura de filmes de amido de mandioca e polpa de acerola.

Coeficientes	Espessura (mm)
Intercepto	1.42E-01***
X ₁	4.53E-03 n.s
X ₁ ²	-4.36E-03 n.s
X ₂	5.67E-03 n.s
X ₂ ²	-1.35E-03 n.s
X ₁ X ₂	-9.75E-03*
R ²	0,67
Falta de ajuste	4.45E-04***

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

* = Significante ao nível de 10% de probabilidade;

*** = Significante ao nível de 1% de probabilidade.

De acordo com a Tabela 6, apenas a interação entre as variáveis independentes polpa e glicerol foi significativa em um intervalo de confiança de 90% da área estudada. Esta interação entre polpa e glicerol ($p < 0,1$), foi significativa com efeito negativo, indicando que o aumento de ambos fatores simultâneo, diminui a espessura dos filmes. O coeficiente de determinação ($R^2 = 0,67$) demonstra que 67% da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicado e que 33% aos possíveis erros experimentais. Comparando-se o F calculado (3,7529) com o F tabelado, observa-se que o primeiro é 1,1424 vezes maior que o segundo (Anexo D). A falta de ajuste foi significativa para espessura, demonstrando que os pontos experimentais não estão bem ajustados ao modelo. Foi obtida a equação matemática.

$$\text{ESPESSURA} = 0,14233 - 0,0975 X^1 X^2$$

(Equação 7)

A espessura obtida neste estudo variou de 0,121 a 0,158 mm. Similar faixa de espessura foi encontrado por Rojas-Grau *et al.* (2007) para filmes elaborados com purê de maçã, alginato e óleos essenciais. A espessura média encontrada por esse autor foi de 0,119 mm no filme sem adição de óleos essenciais. Em outro trabalho, filmes produzidos com variável teor de purê de cenoura, carboximetilcelulose (CMC), amido de milho, gelatina e glicerol a espessura dos filmes variou de 0,099 a 0,238 mm (WANG *et al.*, 2010). No entanto estes autores não relacionaram a variação da composição com o aumento da espessura, não sendo possível identificar o componente da mistura que levou a diferenças na espessura.

Sothornvit (2007) estudando filmes exclusivamente elaborados com purê de manga, obteve a espessura média de 0,170 mm, resultado mais elevado que a máxima espessura dos filmes obtidos no presente estudo. Segundo este autor, esse valor é justificado pela alta concentração de polpa de manga utilizada na elaboração dos filmes.

A interação de polpa de acerola e glicerol provocou uma redução na espessura dos filmes. Shimazu *et al.* (2007), Fakhouri (2003) em filmes elaborados com gelatina e triacetina como plastificante verificaram o aumento da espessura em função do aumento do plastificante. Nesse estudo o aumento de glicerol não foi estatisticamente significativo.

5.3.2 Permeabilidade ao vapor de água

Os resultados experimentais da análise de permeabilidade ao vapor de água (PVA) (Anexo A) dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada elaborados neste estudo variaram de 0,2084 a 0,2737 ($\text{g} \cdot \text{mm} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{kPa}^{-1}$). Através da análise de tendência dos dados (Anexo A) pode-se observar que o aumento da concentração de polpa elevou a PVA, conforme pode ser visto nos ensaios 1 e 2; 5 e 6. Com relação ao glicerol observou-se que o aumento da concentração de glicerol provocou a diminuição da PVA, conforme pode ser visto nos ensaios 1 e 3; 2 e 4. Na Tabela 6 estão demonstrados os dados estatísticos aplicados ao experimento.

Tabela 6. Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à permeabilidade ao vapor de água (PVA) dos filmes.

Coeficientes	PVA (g.mm.h-1.m-2.kPa-1)
Intercepto	2.53E-01***
X₁	5.54E-03 n.s
X₁²	-1.60E-02*
X₂	-3.79E-03 n.s
X₂²	4.92E-03 n.s
X₁ X₂	-1.09E-02 n.s
R²	0,73
Falta de ajuste	1.03E-03***

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

* = Significante ao nível de 5% de probabilidade;

*** = Significante ao nível de 0,1% de probabilidade.

Apenas a variável independente polpa foi significativa ($P < 0,05$) em um intervalo de confiança de 95% da área estudada. Através do coeficiente de determinação ($R^2 = 0,73$) nota-se que 73,3% da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicado e que 26,7% aos possíveis erros experimentais. Comparando-se o F calculado (9,3660) com o F tabelado, observa-se que o primeiro é 1,8865 vezes maior que o segundo (ANEXO D). Foi obtida a equação polinomial a partir da variável independente significativa:

$$PVA = 0.252 - 0.0159X_1^2 \quad \text{(Equação 8)}$$

A falta de ajuste foi significativa para PVA, demonstrando que os pontos experimentais não estão bem ajustados ao modelo, no entanto, o modelo pode ser utilizado para análise de tendência (THOMPSON, 1982). Baseado na equação polinomial foi construído gráfico da curva (Figura 22) para PVA, onde pode-se observar que o aumento da concentração de polpa até o valor de 60% provoca o aumento da PVA e que a elevação além desse valor provoca um decréscimo da PVA até certo limite. Os maiores valores de PVA são relativos aos valores intermediários de polpa, conforme pode ser visto na Figura 18.

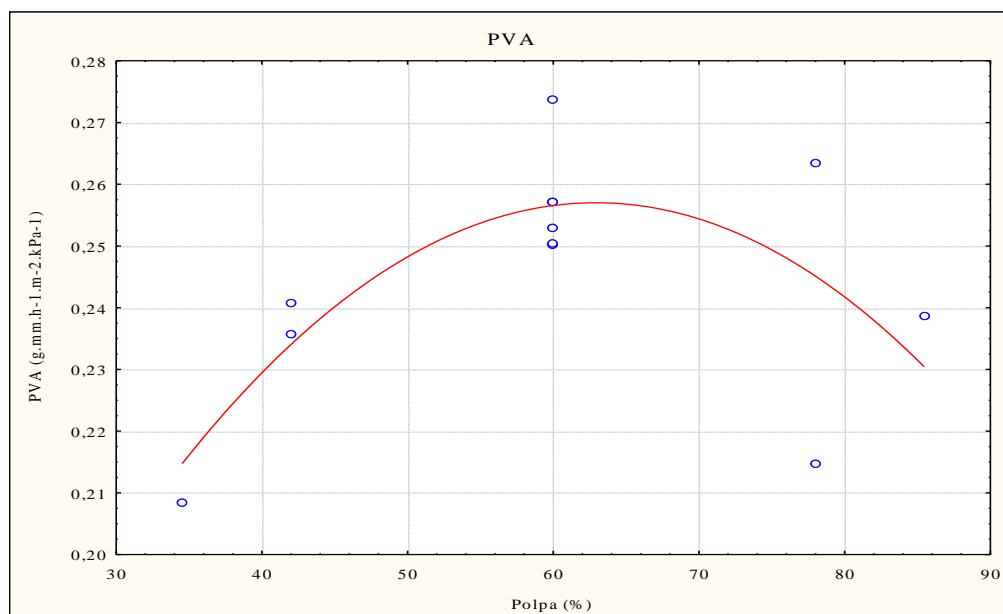


Figura 18 Gráfico da curva para PVA em função da concentração de polpa e glicerol.

Na Figura 21 pode-se observar que o aumento da concentração de polpa até 60% provoca o aumento da PVA. Esse aumento também pode ser explicado, pois o aumento da concentração de polpa provoca um aumento na espessura dos filmes, o que influencia a PVA dos mesmos. Sobral *et al.*, 1999, em filmes elaborados com gelatina, constatou que o aumento da espessura dos filmes provoca um aumento da PVA, da força na ruptura e na cor dos mesmos. A influência do aumento do PVA em relação ao aumento da espessura também foi verificado por Fakhouri, *et al.*, 2009 em filmes de amido e gelatina adicionados de ácido graxo e por Bertan *et al.*, 2005 em filmes de gelatina adicionado de ácido láurico.

Xinwei Wang *et al.* (2010), trabalhando com filmes compostos de purê de cenoura, carboximetilcelulose (CMC), amido de milho, gelatina e glicerol observaram que a concentração de carboximetilcelulose (CMC) e gelatina não apresentaram efeito significativo sobre a permeabilidade ao vapor de água (PVA), mas o aumento na concentração de glicerol provocou o aumento da PVA dos filmes. O aumento na PVA de filmes com base em batata doce e glicerol, estudado por Shen *et al.* (2009), também aumentou com a elevação de sorbato de potássio.

Após essa concentração, pode-se observar uma diminuição da PVA. Esse fato pode ser devido ao aumento do teor de sólidos na matriz. Este pode ter provocado uma diminuição nas eventuais zonas de ruptura tornando o filme mais resistente ao vapor de água.

Os valores de PVA encontrados nesse trabalho foram maiores que os encontrados por Robertson, 1993, em filmes de polímeros sintéticos como o cloreto de polivinilo (PVC); HDPE (Polietileno de alta densidade) e LDPE (Polietileno de baixa densidade) onde os valores encontrados foram 0,029; 0,005 e 0,001 gmm/m² hkPa, respectivamente. Os valores encontrados nesse trabalho foram similares aos obtidos por Rocha (2009) para filmes elaborados com amido de mandioca, proteína de soja e glicerol com valores de PVA variando de 0,168 a 0,374 gmm/m² hkPa, pela técnica de *casting* e também similar ao trabalho de Ruano, 2009, para filmes de amido de mandioca, isolado protéico de soja e glicerol, obtidos pela técnica de extrusão termoplástica, que apresentou valores variando entre 1,49 a 2,53 gmm/m² hkPa.

5.3.3 Solubilidade em água

Os filmes elaborados de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada, de acordo com as diferentes concentrações propostas no delineamento experimental apresentaram variação em sua solubilidade de 16,82 a 52,96% (Anexo A). Avaliando-se a tendência dos dados obtidos nos ensaios 1 e 2; 3 e 4 foi observado que o aumento na concentração de polpa de 34,54 a 85,45% provocou redução da solubilidade, com a concentração de glicerol constante. Além disso, pode-se observar que com o aumento da concentração de glicerol de 15,86 a 44,14% (ensaios 2 e 4) houve redução da solubilidade (Anexo A). Na Tabela 7 encontram-se as análises estatísticas aplicadas aos resultados.

Tabela 7. Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à solubilidade em água dos filmes.

Coeficientes	Solubilidade (%)
Intercepto	3.88E+01***
X_1	-1.07E+01***
X_1^2	-6.71E-01n.s
X_2	4.28E-01n.s
X_2^2	-5.16E+00**
$X_1 X_2$	-5.87E+00**
R^2	0,97
Falta de ajuste	2.93E+01 n.s

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

** = Significante ao nível de 1% de probabilidade;

*** = Significante ao nível de 0,1% de probabilidade

As variáveis independentes polpa linear, glicerol quadrática e a interação X_1 e X_2 foram significativas em um intervalo de confiança de 95% da área estudada. A falta de ajuste não foi significativa para solubilidade em água, demonstrando que os pontos experimentais estão ajustados ao modelo, representando o sistema adequadamente e podendo ser aplicado para fins preditivos (THOMPSON, 1982). Através do coeficiente de determinação ($R^2 = 0,97$) pode-se observar que 97,5 % da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicado e os 2,5% a possíveis erros experimentais. Comparando-se o F calculado (80,8654) com o F tabelado (ANEXO D), observa-se que o primeiro é 18,60332 vezes maior que o segundo, isso significa que o modelo matemático obtido é preditivo. Desta forma, foi obtida a equação polinomial a partir das variáveis independentes significativas:

$$\text{SOLUBILIDADE EM ÁGUA} = 38,75 - 10,66X_1 - 5,16X_2^2 - 5,87 X_1 X_2 \quad \text{(Equação 9)}$$

De acordo com a Tabela 7 pode-se observar que a variável polpa apresentou efeito significativo ($P < 0,001$) variando linearmente em sentido negativo, significando que quanto mais elevado o teor de polpa menor a solubilidade em água. Com referência a variável glicerol pode-se observar o efeito significativo ($P < 0,01$) quadrático negativo, indicando que a concentração de glicerol até certo valor ocasiona a elevação da solubilidade e que após esse

valor o aumento da concentração de glicerol provocará o decréscimo da solubilidade. A interação entre as duas variáveis, polpa e glicerol teve efeito significativo ($P < 0,01$) negativo demonstrando que o aumento das duas simultaneamente, diminui a solubilidade em água. De acordo com o modelo foi construído gráfico superfície de resposta para solubilidade em água (Figura 19).

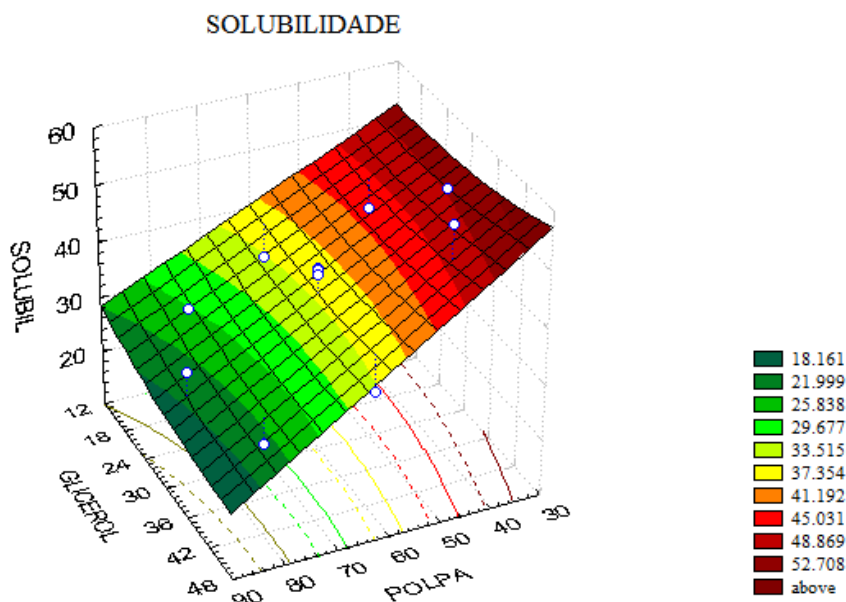


Figura 19 Superfície de resposta para Solubilidade em função da concentração de polpa e glicerol.

Os valores de solubilidade em água encontrados nesse estudo foram menores que os encontrados por Yamashita *et al.*, (2005), em filmes biodegradáveis a base de amido de mandioca contendo conservador propionato de cálcio e permanganato de potássio, cujos valores de solubilidade variaram entre 78 a 86%.

Valores semelhantes a menores concentrações foram obtidos por Shen *et al.* (2009) em filmes com base em batata doce e glicerol. Para esse estudo a solubilidade em água aumentou de 23,43 para 28,82% com o aumento de 5% para 15% de sorbato de potássio. Nesse mesmo estudo foi constatada uma diminuição de 10,01 para 4,54% com o aumento da concentração de quitosana adicionada de 5 a 15%. O aumento da solubilidade com a adição de sorbato de potássio em filmes de amido também foi relatada por Flores *et al.* (2007).

Uma alta solubilidade não inviabiliza o filme, pois esta pode ser necessária, como é o caso de filmes que precisam ser submetidos ao contato com a água durante o processamento do alimento desidratado embalado. Nesse caso, embalagens comestíveis têm sido utilizadas para acondicionamento de porções de ingredientes ou aditivos alimentares destinados a serem dispersos em misturas alimentares (porções individuais de sopas, chás, açúcar e temperos), onde é desejável uma alta solubilidade, ou seja, uma dissolução instantânea no meio utilizado (GUILBERT e BIQUET, 1989) ou também na encapsulação de alimentos ou aditivos (BERTUZZI *et al.*, 2007). E também na cobertura de sementes agrícolas que necessitem de rápida germinação no campo ou como carreadores de aditivos necessários ao crescimento das mesmas (BATISTA *et al.*, 2005). A solubilidade também é vantajosa, segundo Chen, 1995, em casos onde o filme é consumido junto com o produto.

5.3.4 Determinação da Atividade de água dos filmes

De acordo com os resultados experimentais da análise de atividade de água (Anexo A), os valores obtidos para os filmes de amido de mandioca com adição de polpa de acerola variaram de 0,50 a 0,56. Na Tabela 8 encontra-se a análise estatística aplicada aos dados experimentais.

Tabela 8. Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à atividade de água dos filmes.

Coefficientes	Atividade de água
Intercepto	5.15E-01***
X₁	-1.25E-03 n.s
X₁²	-1.88E-03 n.s
X₂	-1.25E-03 n.s
X₂²	8.13E-03 ***
X₁ X₂	-1.75E-02 ***
R²	0,93
Falta de ajuste	3.7477E-05 n.s

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

*** = Significante ao nível de 0,1% de probabilidade

As variáveis independentes glicerol quadrática e a interação polpa e glicerol foram significativas em um intervalo de confiança de 95% da área estudada. A variável glicerol apresentou efeito significativo ($P < 0,001$) positivo indicando que o aumento da concentração de glicerol provocará o aumento da atividade de água até certo ponto, depois desse ponto ela tenderá a decrescer. A interação entre as variáveis polpa e glicerol ($P < 0,001$) apresentou efeito significativo negativo, indicando que o aumento das duas variáveis simultaneamente, diminui a resposta da variável atividade de água. Comparando o F calculado (41,516) com o F tabelado (ANEXO D), observa-se que o primeiro foi 9,753 vezes maior que o segundo, isso significa que o modelo matemático obtido é preditivo. Desta forma foi obtida a equação polinomial a partir das variáveis independentes significativas:

$$\text{ATIVIDADE DE ÁGUA} = 0.515 + 0.0081 X_2 - 0.0175 X_1 X_2 \quad \text{(Equação 10)}$$

A falta de ajuste não foi significativa para atividade de água, demonstrando que os pontos experimentais estão bem ajustados ao modelo, representando o sistema adequadamente e podendo ser aplicado para fins preditivos (THOMPSON, 1982). O coeficiente de determinação de 0,93 demonstra que 93% da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicado e os 7% a possíveis erros experimentais. De acordo com o modelo foi construído gráfico de superfície de resposta para atividade de água (Figura 20).

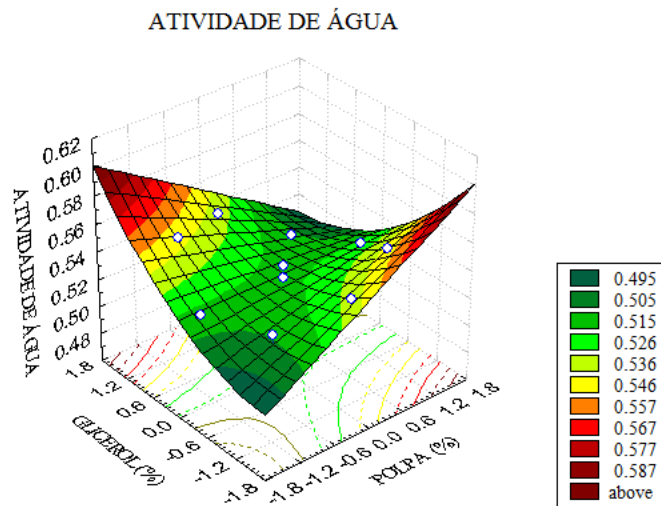


Figura 20 Superfície de resposta para Atividade de água em função da concentração de polpa e glicerol.

Nesse estudo a atividade de água obtida variou de 0,50 a 0,54, resultado similar foi encontrado por Sothornvit *et al.* (2007) que, trabalhando com filmes elaborados com purê de manga, obteve para esta análise, atividade de água de 0,52. Entretanto, McHugh *et al.* (1996) obtiveram o resultado para atividade de água menor (0,43) trabalhando com filmes elaborados com purê de pêssego, da mesma maneira que Kaya e Maskan (2003) com filmes elaborados de amido de trigo e suco de uva (pestil) (0,47). Talvez a maior atividade de água nos filmes de acerola e manga em comparação aos filmes de pêssego e uva se deva ao estado de maturação da acerola e da manga (maduro), em que ambas apresentaram maior teor de umidade característico com este estado de maturação do fruto (MCHUGH *et al.*, 1996).

5.3.5 Determinação do ângulo do contato dos filmes

De acordo com os resultados experimentais da análise de ângulo de contato (Anexo B), os valores obtidos para os filmes de amido de mandioca com adição de polpa de acerola variaram de 22,24 a 29,76°. Observa-se que a elevação da concentração de polpa de 34,54 para 85,45% ocasiona elevação do ângulo de contato. Na Tabela 9 encontra-se a análise estatística aplicada aos dados experimentais.

Tabela 9. Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada ao ângulo de contato dos filmes

Coefficientes	Ângulo de contato
Intercepto	2.72E+01 ***
X₁	2.30E+01 **
X₁²	-8.10E-01 n.s
X₂	-2.36E-01 n.s
X₂²	-6.89E-01 n.s
X₁ X₂	-9.20E-02 n.s
R²	0,78
Falta de ajuste	8.31E+00 n.s

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

** = Significante ao nível de 1% de probabilidade;

*** = Significante ao nível de 0,1% de probabilidade

As variável independente polpa foi a única variável significativa (P<0,01) em um intervalo de confiança de 95% da área estudada. A variável polpa apresentou efeito significativo, variando linearmente em sentido positivo, indicando que o aumento da concentração de polpa ocasiona a elevação do ângulo de contato. Comparando o F calculado (20,09) com o F tabelado (ANEXO D), observa-se que o primeiro foi 4,04 vezes maior que o segundo, isso significa que o modelo matemático obtido é preditivo. Desta forma foi obtida a equação polinomial a partir das variáveis independentes significativas:

$$\hat{\text{ÂNGULO DE CONTATO}} = 22.164 + 2.29 X_1 \quad \text{(Equação 11)}$$

A falta de ajuste não foi significativa para ângulo de contato, demonstrando que os pontos experimentais estão bem ajustados ao modelo, representando o sistema adequadamente (THOMPSON, 1982). O coeficiente de determinação ($R^2 = 0,78$) demonstra que 78% da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicada e os 22% a possíveis erros experimentais. De acordo com o modelo foi construído gráfico linear para ângulo de contato (Figura 21).

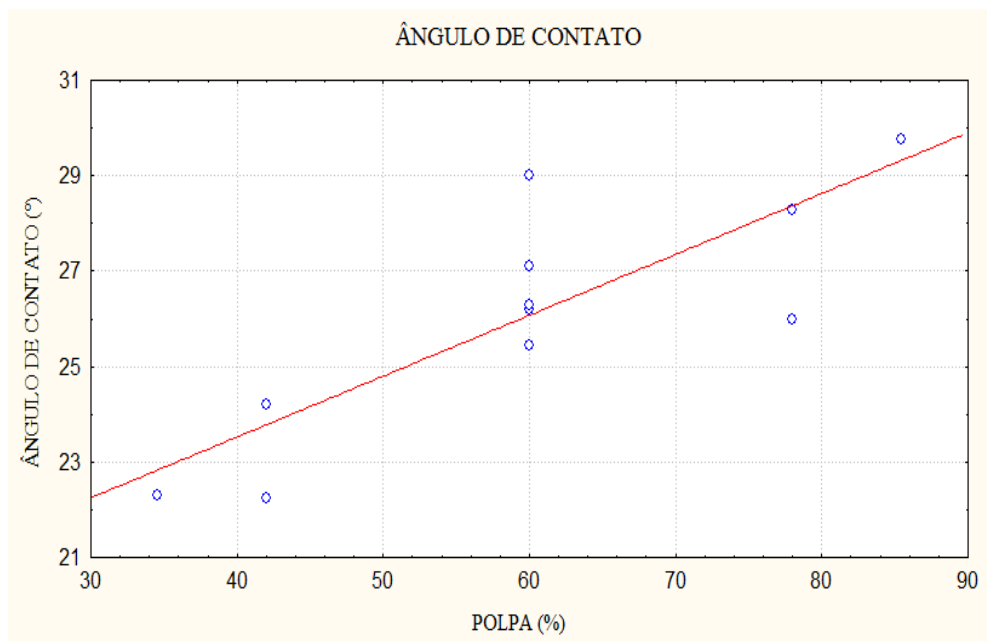


Figura 21 Gráfico linear para ângulo de contato dos filmes biodegradáveis de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada em função do teor de polpa (%).

No presente estudo, observa-se que o ângulo de contato da água com a superfície dos filmes aumentou à medida que houve a elevação da concentração de polpa, apresentando os valores obtidos variando entre 22,24 a 29,76°, valor este inferior aos filmes de acetato de celulose (54,3°) e aos filmes de polietileno (105,1°) (VAN OSS, 1994). Essa diferença possivelmente está relacionada à natureza hidrofílica dos filmes de amido e aditivos, visto que foi observado em todas as amostras a rápida absorção de água (AVÉROUS *et al.*, 2000).

5.3.6 Força de ruptura no teste de perfuração

De acordo com os resultados experimentais da análise de força na ruptura no teste de perfuração (Anexo C), os valores obtidos para os filmes de amido de mandioca com adição de polpa de acerola variaram de 3,788 a 13,373N. Observa-se que com a elevação da concentração de polpa houve uma redução da força na ruptura dos filmes, conforme pode ser visto nos ensaios 1 e 2; 3 e 4; 5 e 6. Comportamento similar foi observado com relação ao glicerol, que com a elevação da concentração apresentou uma redução da força na ruptura, como pode ser visto nos ensaios 1 e 3; 2 e 4; 7 e 8. Na Tabela 10 encontra-se a análise estatística aplicada aos dados experimentais.

Tabela 10. Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada força na ruptura dos filmes.

Coefficientes	Força na ruptura
Intercepto	6.28E+00***
X₁	-2.94E+00***
X₁²	8.37E-01 n.s
X₂	-1.75E+00***
X₂²	5.35E-01 n.s
X₁ X₂	1.38E+00 n.s
R²	0,94
Falta de ajuste	5.63E+00 n.s

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

*** = Significante ao nível de 0,1% de probabilidade

Pode-se observar na Tabela 10 que as variáveis independentes polpa e glicerol foram significativos em um intervalo de confiança de 95% da área estudada. A variável polpa apresentou efeito significativo ($P < 0,001$), variando linearmente em sentido negativo, indicando que quanto maior o teor de polpa, mais reduzida a força na perfuração. Quanto a variável glicerol, esta apresentou efeito significativo ($P < 0,001$) negativo, demonstrando que a elevação da concentração de glicerol, diminui a força de ruptura na perfuração. Comparando o F calculado (21,510) com o F tabelado, nota-se que o primeiro foi 5,053 vezes maior que o segundo (Anexo D), isso significa que o modelo matemático obtido é preditivo. Sendo assim, foi obtida a equação polinomial através das variáveis significativas.

$$\text{FORÇA NA RUPTURA (PERFURAÇÃO)} = 6,28 - 2,94X_1 - 1,75X_2 \quad \text{(Equação 12)}$$

O coeficiente de determinação demonstra que 94,4% da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicada e os 5,6% a possíveis erros experimentais. A falta de ajuste não foi significativa para força na perfuração, demonstrando que os pontos experimentais se ajustaram bem ao modelo, representando o sistema adequadamente (THOMPSON, 1982). De acordo com o modelo foi construído gráfico superfície de resposta para a força na perfuração (Figura 22).

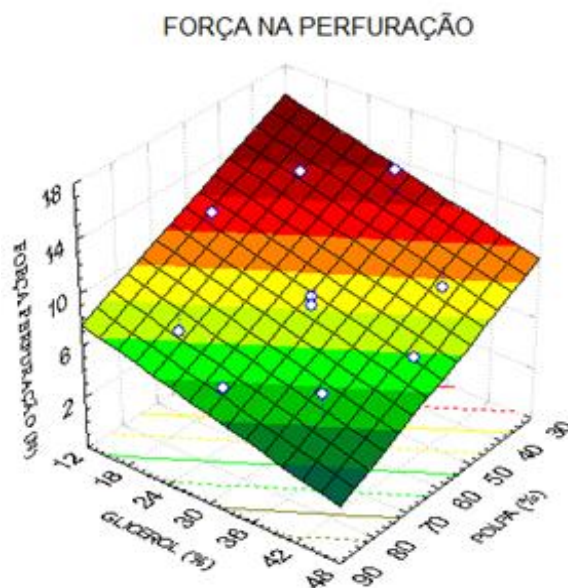


Figura 22 Superfície de resposta para Força na perfuração em função da concentração de polpa e glicerol.

De acordo com este estudo pode-se observar que a elevação do teor de glicerol de 20 para 40% provocou a diminuição na força de ruptura de 12,31 para 6,73N. Com o aumento de 15,46 para 44,14%, houve uma redução da força na compressão de 10,93 para 5,02N. O mesmo efeito do plastificante em reduzir a força de ruptura na perfuração também foi relatado pelos autores SOBRAL *et al.*, (1998) e MONTERREY-QUINTERO e SOBRAL (2000) e confirmado por Mali (2002), que elaborou filmes com 3,3% de amido de cará e espessura de 0,07 mm. Este autor observou que o aumento da concentração de glicerina de 1,3 para 2% causou a redução da força na ruptura da perfuração de 8,02 para 6,03N. O mesmo foi verificado por Vicentini (2003) quando observou que o incremento de glicerina, sorbitol e dietilenoglicol de 10 para 25% provocou uma redução linear da força de ruptura na perfuração de 7,25 para 4,28 N, de 10,04 para 8,45 N e de 7,02 para 4,16 N, respectivamente.

5.3.7 Deformação no teste de perfuração

No Anexo C estão apresentados os resultados experimentais da variável deformação na ruptura no teste de perfuração. Os valores de deformação na ruptura obtidos para os filmes de amido de mandioca com adição de polpa de acerola variaram de 4,663 a 5,007N. Observa-se que com a elevação da concentração de polpa há uma redução da deformação na perfuração dos filmes, conforme pode ser visto nos ensaios 1 e 2; 3 e 4; 5 e 6. Comportamento similar é observado com relação ao glicerol: com a elevação da concentração, há uma redução da deformação na perfuração, como pode ser visto nos ensaios 1 e 3; 2 e 4; 7 e 8. Na Tabela 11 encontra-se a análise estatística aplicada aos dados experimentais.

Tabela 11. Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada a deformação na ruptura dos filmes.

Coeficientes	Deformação na perfuração
Intercepto	4.68E+00***
X₁	-6.85E-02**
X₁²	8.10E-02**
X₂	-4.73E-02 n.s
X₂²	1.90E-02 n.s
X₁ X₂	1.00E-02 n.s
R²	0,87
Falta de ajuste	1.35E-02*

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

* = Significante ao nível de 5% de probabilidade;

** = Significante ao nível de 1% de probabilidade;

*** = Significante ao nível de 0,1% de probabilidade

Na Tabela 11 nota-se que as variáveis independentes polpa linear e quadrática foram significativas em um intervalo de confiança de 95% da área estudada. A variável polpa apresentou efeito significativo ($P < 0,01$), variando linearmente no sentido negativo, indicando que a elevação do teor de polpa provoca a diminuição da deformação na perfuração. A variável polpa quadrática apresentou efeito significativo ($P < 0,01$) positivo, indicando a existência de um mínimo na deformação na perfuração e que uma elevação neste fator favorece ao aumento da resposta deformação na perfuração. O coeficiente de determinação ($R^2 = 0,87$) indica que 87% da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicada e os 13% a possíveis erros experimentais. Comparando o F calculado (9,548) com o F tabelado (ANEXO D), nota-se que o primeiro é 2.196 vezes maior que o segundo. Sendo obtida a equação polinomial através das variáveis significativas.

$$\text{DEFORMAÇÃO NA PERFURAÇÃO} = 4,68 - 0,68X_1 + 0,81X_1^2 \quad \text{(Equação 13)}$$

A falta de ajuste foi significativa ($P < 0,05$) para deformação na perfuração, demonstrando que os pontos experimentais não estão bem ajustados ao modelo, mas que o modelo pode ser aplicado para análise de tendência (THOMPSON, 1982). De acordo com o modelo foi construído gráfico superfície de resposta para a deformação na perfuração (Figura 23).

DEFORMAÇÃO NA COMPRESSÃO

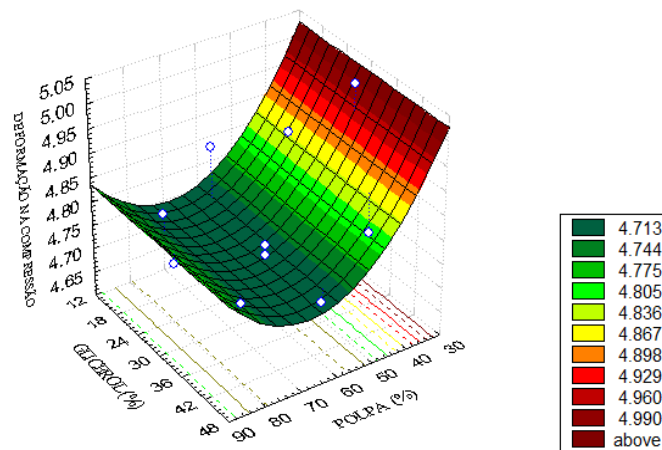


Figura 23 Superfície de resposta para Deformação na perfuração em função da concentração de polpa e glicerol.

No presente estudo a deformação dos filmes produzidos variou de 4,663 a 5,007N. Apenas a variável polpa linear e quadrática influenciou a deformação na perfuração dos filmes. A capacidade do plastificante em aumentar a deformação na ruptura dos filmes no teste de perfuração (VICENTINI, 2003; MONTERREY e SOBRAL, 1999), não foi estatisticamente significativo neste estudo.

Rojas-Grau *et al.* (2007) obteve para deformação na perfuração em filmes elaborados com purê de maçã, alginato e glicerol, 51,06%, resultado bastante superior ao obtido no presente estudo. Esta diferença talvez se deva ao teor de amido de mandioca presente nos filmes desse estudo, conferindo maior resistência e menor deformação do que os filmes sem adição de amido, como nos filmes de purê de maçã.

5.3.8 Tensão na ruptura no teste de tração

De acordo com os resultados experimentais da análise de tensão na ruptura no teste de tração (Anexo C), os valores obtidos para os filmes de amido de mandioca com adição de polpa de acerola variaram de 0,775 a 3,972 MPa. Observa-se através da análise de tendência que conforme se eleva a concentração de polpa, há uma redução da tensão na ruptura dos filmes, conforme pode ser visto nos ensaios 1 e 2; 3 e 4; 5 e 6. Comportamento similar é observado com relação ao glicerol, com a elevação da concentração, há uma redução da tensão na ruptura, como pode ser visto nos ensaios 1 e 2; 7 e 8. Na Tabela 12 encontra-se a análise estatística aplicada aos dados experimentais.

Tabela 12. Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à tensão no teste de tensão dos filmes.

Coeficientes	Tensão na tração
Intercepto	2.12E+00 ***
X₁	-9.48E-01 ***
X₁²	5.38E-02 n.s
X₂	-5.51E-01 n.s
X₂²	4.71E-02 n.s
X₁ X₂	3.85E-01 n.s
R²	0,84
Falta de ajuste	1.88E+00 ***

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

*** = Significante ao nível de 0,1% de probabilidade

Pode-se observar na Tabela 12 que apenas a variável independente polpa foi significativa em um intervalo de confiança de 95% da área estudada. Nota-se que o teor de polpa apresentou efeito significativo ($P < 0,001$) variando linearmente no sentido negativo, isto é, quanto mais elevado o teor de polpa menor a tensão na tração dos filmes. Através do coeficiente de determinação ($R^2 = 0,84$) pode-se observar que 84% da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicada e os 16% a possíveis erros experimentais. A falta de ajuste foi significativa para tensão na tração, indicando que os pontos experimentais não estão bem ajustados ao modelo matemático, mas pode ser utilizado para análise de tendência (THOMPSON, 1982). Comparando-se o F calculado (2962,01) com o F tabelado, observa-se que o primeiro é 596,62 vezes maior que o segundo (Anexo D), isso significa que o modelo matemático é preditivo. Obtendo-se assim a equação polinomial de acordo com as variáveis significativas.

$$\text{TENSÃO NA TRAÇÃO} = 2,12 - 0,948 X_1$$

(Equação 14)

De acordo com a equação polinomial acima, foi construído o gráfico linear (Figura 24) para tensão na tração.

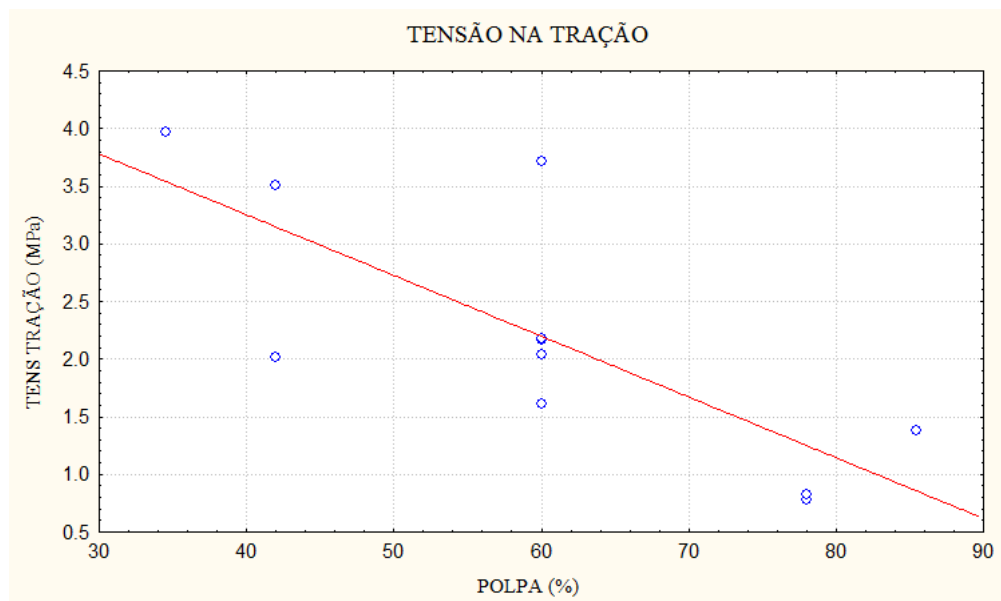


Figura 24 Gráfico linear da tensão na tração dos filmes biodegradáveis de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada em função do teor de polpa (%).

De acordo com a Figura 27 pode-se observar que houve uma elevação da tensão na tração com a redução da concentração de polpa, tendo esta tensão variado de 0,775 a 3,972 MPa. Sothornvit e Rodsamran (2007) trabalhando com filmes de purê de manga obtiveram 1,2 MPa de tensão na tração, valor dentro da faixa encontrada no presente estudo, da mesma maneira que Rojas-Grau *et al.* (2007) que encontrou 2,90MPa em filmes de purê de maçã, alginato e glicerol. Resultado mais elevado foi relatado por Wang *et al.* (2010) que, trabalhando com filmes de purê de cenoura, carboximetilcelulose (CMC), amido de milho, gelatina e glicerol obtiveram resultados que variaram de 5,06 a 11,73 MPa e observaram que a concentração de amido de milho melhora a tensão na tração dos filme e a elevação da concentração de glicerol reduz a tensão na tração.

Sothornvit e Pitak (2006) trabalhando com filmes com farinha de banana observaram que o aumento da concentração de farinha de banana ajudou a melhorar a resistência dos filmes, o que o autor atribuiu ao maior teor de polissacarídeos presente na estrutura do filme.

Shen *et al.* (2009), ao estudar filmes elaborados com batata doce e glicerol observaram que a tensão na tração diminuiu progressivamente conforme ocorria a elevação de sorbato de potássio além de 5%, sendo o mesmo fato observado por Flores *et al.* (2007) trabalhando com filmes de amido de mandioca e sorbato de potássio.

Ziani *et al.*, (2008) elaboraram filmes de quitosana sem glicerol e verificaram que estes apresentaram maior tensão na tração. Assim, a presença de glicerol em filmes de quitosana resultou em uma diminuição da tensão na tração em torno de 65%. Lima et al. (2007) verificaram que a tensão na tração para filmes de alginato puro aumentou de 18 para 49 MPa com a redução na concentração de sorbitol de 30 para 0%.

Romero-Bastida *et al.* (2005), estudando filmes com amido de banana e manga adicionados de 50% de glicerol encontraram 25 e 19 MPa de tensão na tração, respectivamente. McHugh e Olsen (2004) analisando filmes de purês de maçã, pêssego, cenoura e brócolis sem a adição de glicerol relataram valores de 0,7; 1,8; 5,3 e 0,7 MPa, respectivamente.

Na presente pesquisa não foi encontrada relação estatística significativa da relação do teor de glicerol com a tensão na tração.

5.3.9 Deformação na ruptura no teste de tração

De acordo com os resultados experimentais da análise de deformação na tração (Anexo C), os valores obtidos para os filmes de amido de mandioca com adição de polpa de acerola variaram de 23,11 a 44,63%. Observa-se com a análise de tendência que com a elevação da concentração de polpa, a deformação na tração dos filmes aumentou, conforme pode ser visto nos ensaios 1 e 2; 3 e 4; 5 e 6. Na Tabela 13 encontra-se a análise estatística aplicada aos dados experimentais.

Tabela 13. Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à deformação na tração dos filmes.

Coefficientes	Deformação na tração
Intercepto	2.89E+01 n.s
X₁	8.86E+00***
X₁²	1.66E+00*
X₂	1.95E+00 n.s
X₂²	2.46E+00*
X₁ X₂	5.25E-02 n.s
R²	0,966
Falta de ajuste	2.40E+01*

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

* = Significante ao nível de 5% de probabilidade;

*** = Significante ao nível de 0,1% de probabilidade

Pode-se observar que as variáveis independentes polpa linear (P<0,001) e quadrática (P<0,05); glicerol quadrático (P<0,05) foram significativas em um intervalo de confiança de 95% da área estudada. A falta de ajuste foi significativa para deformação na tração, demonstrando que os pontos experimentais não estão bem ajustados ao modelo, no entanto, o modelo pode ser usado para análise de tendência (THOMPSON, 1982). Através do coeficiente de determinação pode-se observar que 96,6% da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicada e os 3,4 % a possíveis erros experimentais. Comparando-se o F calculado (4434,40) com o F tabelado, observa-se que o primeiro é 1041,79 vezes maior que o segundo (Anexo D). Obtendo-se assim a equação polinomial de acordo com as variáveis significativas.

$$\text{DEFORMAÇÃO NA TRAÇÃO} = 28.929 + 8.856 X_1 + 2.462 X_2^2 \quad (\text{Equação 15})$$

Com base na equação obtida, pode-se construir o gráfico de superfície de resposta para deformação na tração (Figuras 25).

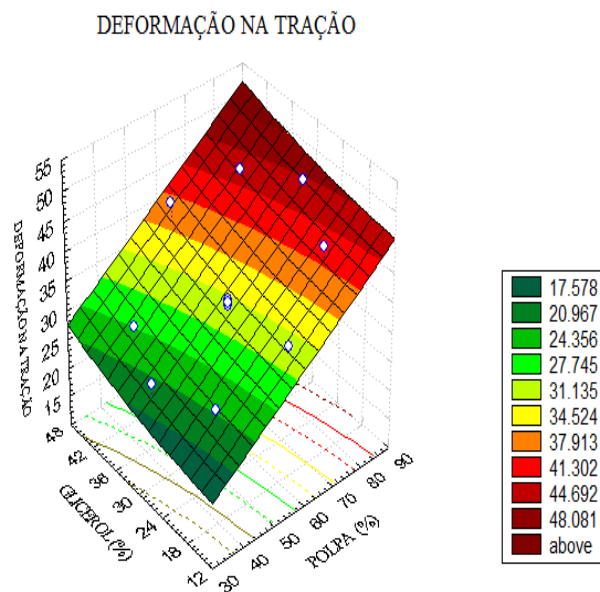


Figura 25 Superfície de resposta para Deformação na tração em função da concentração de polpa e glicerol.

De acordo com a Figura 28, observa-se neste estudo que o aumento da concentração de polpa e glicerol favoreceu a elevação da deformação na tração dos filmes, isto provavelmente se deve a capacidade do glicerol em reduzir as interações entre cadeias poliméricas, diminuindo assim a resistência do filme e aumentando a flexibilidade (SOTHORNVIT e KROCHTA, 2000, 2001). Resultados semelhantes também foram relatados por Park *et al.* (1993) para os filmes à base de celulose, Gontard *et al.* (1993) para filmes de glúten de trigo e Sothornvit e Pitak (2006) trabalhando com filmes de banana.

McHugh e Olsen (2004) analisando filmes de purês de maçã, pêsego, cenoura e brócolis sem a adição de glicerol relataram valores de 11,8; 23; 7,3 e 4,1%, respectivamente, resultados inferiores ao obtido no presente estudo. Possivelmente essa maior deformação nos filmes de acerola se relacione ao maior conteúdo de glicerol presente neste filme, visto que o glicerol favorece maior volume livre entre as cadeias poliméricas, facilitando o aumento da deformação na tração dos filmes. Romero-Bastida *et al.* (2005) estudando filmes com amido de banana e manga adicionados de 50% de glicerol encontraram 40 e 30% de deformação na tração, respectivamente e também encontraram valores maiores para os filmes adicionados com plastificante.

Wang *et al.* (2010) trabalhando com filmes compostos de purê de cenoura, carboximetilcelulose (CMC), amido de milho, gelatina e glicerol, observaram que a concentração de carboximetilcelulose (CMC), amido de milho e gelatina não apresentaram efeito significativo sobre a deformação na tração, mas a elevação da concentração de glicerol provocou o aumento. Os autores observaram que variando o teor de CMC (0 a 0,7) e o amido de milho (0 a 5) elevava-se a deformação na tração (8,64 a 16,20) e (8,78 a 13,48 %), respectivamente. Os autores comprovaram que a adição de glicerol aos filmes aumentou a sua extensibilidade e reduziu a sua força mecânica, fato também relatado por Vicentini (2003) que notou que a deformação nos filmes de fécula de mandioca aumentava linearmente de 3,28 para 7,34% e de 2,64 para 4,03% com incremento da concentração de glicerina e sorbitol, respectivamente.

Sothornvit e Rodsamran (2008) trabalhando com filmes de purê de manga obtiveram 18.5% como resultado para deformação na tração, resultado este inferior ao menor valor obtido no presente estudo, isso possivelmente se deve ao baixo teor de fibras dos filmes de acerola, devido a centrifugação da polpa em relação aos filmes de manga. Já que as fibras segundo os autores aumentam a resistência e reduzem a deformação dos filmes.

5.3.10 Módulo de elasticidade

De acordo com os resultados experimentais da análise do módulo de elasticidade (Anexo C), os valores obtidos para os filmes de amido de mandioca com adição de polpa de acerola variaram de 0,025 a 1,421. Na Tabela 14 apresenta-se a análise estatística aplicada aos dados experimentais.

Tabela 14. Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada ao módulo de elasticidade dos filmes.

Coeficientes	Módulo de Elasticidade
Intercepto	7.66E+05***
X ₁	-3.16E+05***
X ₁ ²	-1.15E+05 n.s
X ₂	-3.64E+05 ***
X ₂ ²	-1.23E+05 n.s
X ₁ X ₂	2.99E+05***
R ²	0,96
Falta de ajuste	9.54E-02**

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

** = Significante ao nível de 1% de probabilidade;

*** = Significante ao nível de 0,1% de probabilidade

De acordo com a Tabela 15, nota-se que as variáveis independentes polpa e glicerol linear e a interação entre elas foram significativas em um intervalo de confiança de 95% da área estudada. Ficou demonstrado que o efeito da polpa de acerola ($P < 0.05$) sobre o módulo de elasticidade foi negativo, ou seja, conforme há a elevação do teor de polpa, há redução do módulo de elasticidade e o mesmo foi observado com relação ao glicerol ($P < 0.001$). O efeito da interação das duas variáveis sobre o módulo de elasticidade foi positivo, ou seja, a interação entre polpa e glicerol ($P < 0.01$) aumenta ligeiramente o módulo de elasticidade. O F calculado (22,649) é 4,562 maior que o F tabelado (Anexo D). Obtendo a equação polinomial de acordo com as variáveis significativas seguinte:

$$\text{MÓDULO DE ELASTICIDADE} = 0,766 - 0,315 X_1 - 0,363 X_2 + 0,298 X_1 X_2 \quad (\text{Equação 16})$$

A variável de resposta módulo de elasticidade demonstrou falta de ajuste significativa, indicando que os pontos experimentais não estão bem ajustados ao modelo matemático, mas pode ser utilizado para análise de tendência (THOMPSON, 1982). Através do coeficiente de

determinação ($R^2=0,96$), nota-se que 96 % da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicado e os 4 % a possíveis erros experimentais. Através da equação polinomial (equação 15) foi construído o gráfico de superfície de resposta (Figura 26) para o módulo de elasticidade, onde observa-se que quanto menor o teor de polpa, maior o módulo de elasticidade e o quanto menor a concentração de glicerol, maior o módulo de elasticidade para os filmes de mandioca com adição de polpa de acerola.

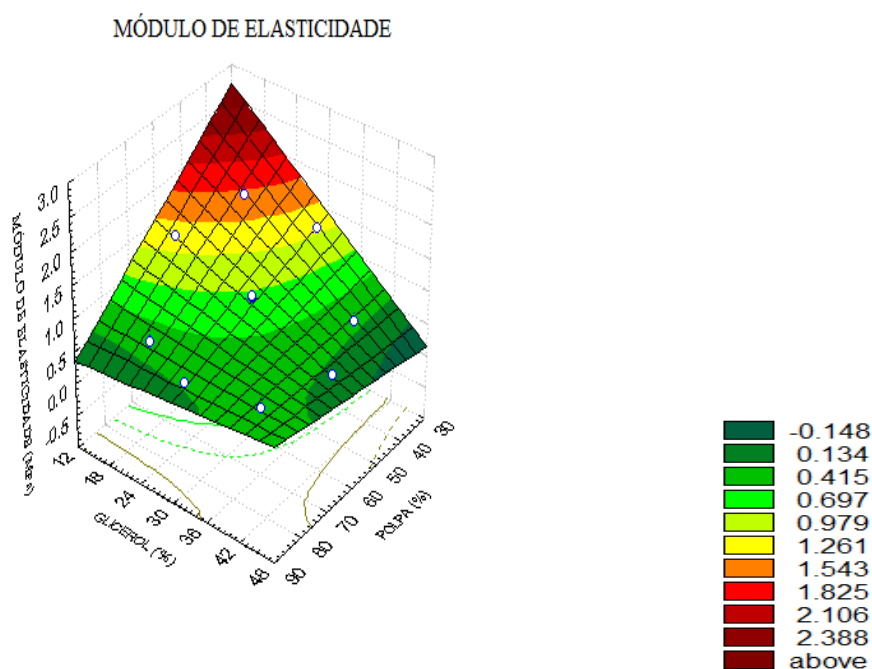


Figura 26 Superfície de resposta para Módulo de elasticidade em função da concentração de polpa e glicerol.

Romero-bastida *et al.* (2005) nos filmes elaborados com amido de banana e manga adicionados de 50% de glicerol obteve 1,6 e 1,4 MPa para módulo de elasticidade, respectivamente, resultado similar ao encontrado neste estudo, comprovando que a elevação do teor de glicerol de 15,8 a 44,1 MPa provocou a redução do módulo de elasticidade de 1,45 para 0,02 MPa, isto possivelmente devido a capacidade do glicerol em reduzir as interações entre as cadeias poliméricas, diminuindo assim a resistência do filme, aumentando a flexibilidade (SOTHORNVIT e KROCHTA (2000^a); SOTHORNVIT e KROCHTA (2001)).

Sothornvit e Pitak (2006) trabalhando com filmes de farinha de banana (4, 6 e 8%), pectina (0 e 1%) e glicerol (30 e 50%) observaram que o módulo de elasticidade diminuiu com o aumento do teor de glicerol, o mesmo foi relatado por Sothornvit e Rodsamran (2007) trabalhando com filmes de manga com resultado de 8,3 MPa. Estes autores observaram que os filmes com purê de manga e outros filmes de purê de frutas sem adição de glicerol como plastificante apresentaram maior módulo de elasticidade. O fato também foi comprovado por Lima *et al* (2007), que observaram que a presença de 30% de sorbitol reduziu as interações polímero-polímero, aumentando o volume livre entre as cadeias, promovendo a diminuição no módulo de elasticidade. Alterações no módulo de elasticidade de acordo com o ajuste do nível de glicerol também foram observadas no trabalho de Zhang *et al.*, (2001).

McHugh e Olsen (2004) estudando filmes de purês de maçã, pêssego, cenoura e brócolis sem a adição de glicerol relataram valores de 4,4; 5,9; 208,9 e 421,5 MPa,

respectivamente. Os autores observaram que nos filmes sem a adição de glicerol o módulo de elasticidade encontrado foi maior

Sabe-se que o glicerol tem a capacidade de reduzir as ligações de hidrogênio internas e as interações polímero-polímero, possibilitando o aumento do volume livre entre as cadeias.

5.3.11 Determinação do teor de vitamina C

De acordo com os resultados experimentais da análise de teor de vitamina C (Anexo B), os valores de vitamina C obtidos para os filmes de amido de mandioca com adição de polpa de acerola variaram de 74,13 a 3761,84 mg. Através da análise de tendência observa-se que com a elevação da concentração de polpa, o teor de vitamina C dos filmes aumenta, conforme pode ser visto nos ensaios 1 e 3 e 2 e 4; 5 e 6. Na Tabela 15 encontra-se a análise estatística aplicada aos dados experimentais.

Tabela 15. Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada à determinação de vitamina C dos filmes.

Coeficientes	Vitamina C
Intercepto	1.87E+03 ***
X ₁	8.09E+02 **
X ₁ ²	7.86E+00 n.s
X ₂	1.21E+02 n.s
X ₂ ²	-4.50E+02 n.s
X ₁ X ₂	7.82E+01 n.s
R ²	0,69
Falta de ajuste	2.34E+06 n.s

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

** = Significante ao nível de 1% de probabilidade;

*** = Significante ao nível de 0,1% de probabilidade

Apenas a variável independente polpa foi significativa ($P < 0,01$) em um intervalo de confiança de 90% da área estudada. A falta de ajuste não foi significativa para vitamina C, demonstrando que os pontos experimentais obtido estão bem ajustados ao modelo matemático (THOMPSON, 1982). Através do coeficiente de determinação pode-se observar que 69 % da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicada e os 31 % a possíveis erros experimentais. Comparando-se o F calculado (12,44) com o F tabelado, observa-se que o primeiro é 3,78 vezes maior que o segundo (Anexo D), isso significa que o modelo matemático é preditivo. Obtendo-se assim a equação polinomial de acordo com as variáveis significativas.

$$\text{VITAMINA C} = 1872.35 + 808.71 X_1 \quad \text{(Equação 17)}$$

A variável polpa ($P < 0,01$) apresentou efeito significativo, variando linearmente em sentido positivo com relação à vitamina C, ou seja, quanto mais elevada a concentração de

polpa maior o teor de vitamina C dos filmes. Com base na equação obtida, pode-se construir o gráfico linear (Figuras 27) para vitamina C.

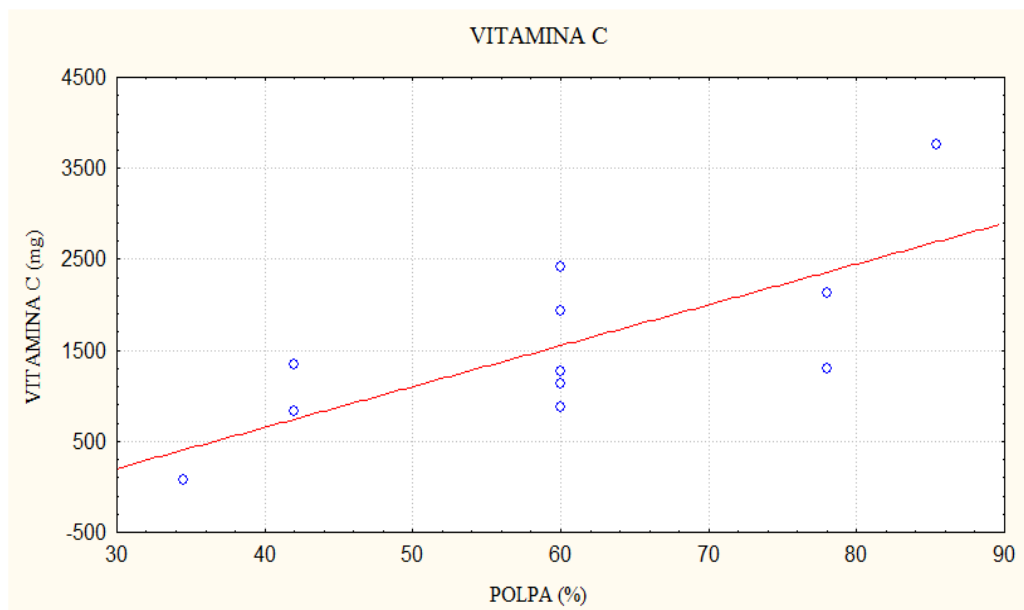


Figura 27 Gráfico linear do teor de vitamina C dos filmes biodegradáveis de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada em função do teor de polpa (%).

De acordo com a Figura 27, observa-se que o teor de vitamina C nos filmes aumenta conforme o aumento da concentração de polpa.

Ayranci e Tunc (2004) trabalhando com cobertura elaborada com metil celulose (MC) e polietileno glicol (PEG) adicionada com ácido ascórbico e ácido cítrico como antioxidante para recobrir damascos e pimentas verdes, observou menor perda de vitamina C nesses frutos embalados em comparação aos frutos com cobertura sem os ácidos antioxidante.

LIMA (2005) estudando o efeito do ácido ascórbico sobre a firmeza de melões "orange flesh" minimamente processados, observou que os frutos tratados com ácido eram mais resistentes, concluindo que houve influência positiva do antioxidante.

5.3.12 Determinação do teor de beta-caroteno por CLAE

De acordo com os resultados experimentais da análise de teor de beta-caroteno (Anexo B), os valores de beta caroteno obtidos para os filmes de amido de mandioca com adição de polpa de acerola variaram de 2703 a 5431 mg. De acordo com a análise dos dados observa-se que a elevação da concentração de polpa, aumenta o teor de beta-caroteno dos filmes, conforme pode ser visto nos ensaios 1 e 2; 3 e 4; 5 e 6. Em relação à variável glicerol nota-se que a elevação do teor de glicerol diminui o teor de beta-caroteno, como pode ser observado nos ensaios 1 e 3; 7 e 8. Na Tabela 16 encontra-se a análise estatística aplicada aos dados experimentais.

Tabela 16. Coeficiente de regressão e probabilidades (p) do modelo de regressão quadrática aplicada a determinação de beta-caroteno dos filmes.

Coefficientes	Beta-caroteno
Intercepto	4.35E+03***
X₁	7.71E+02***
X₁²	-2.47E+02 n.s
X₂	-1.70E+02 n.s
X₂²	-3.17E+02 n.s
X₁ X₂	3.10E+02 n.s
R²	0,82
Falta de ajuste	1.17E+06 n.s

X1: Polpa de acerola (%) X2: Glicerol (%)

n.s= Não significativo;

*** = Significante ao nível de 0,1% de probabilidade

Apenas a variável independente polpa foi significativa ($P < 0,001$) em um intervalo de confiança de 95% da área estudada. A falta de ajuste não foi significativa para beta-caroteno, demonstrando que os pontos experimentais estão bem ajustados ao modelo matemático, representando o sistema adequadamente (THOMPSON, 1982). Através do coeficiente de determinação pode-se observar que 82% da variação dos dados se deve ao modelo de regressão aplicado e os 18% a possíveis erros experimentais. Comparando-se o F calculado (14,4600) com o F tabelado, observa-se que o primeiro é 2,8 vezes maior que o segundo (Anexo D), isso significa que o modelo matemático escolhido é preditivo. Obtendo-se assim a equação polinomial de acordo com as variáveis significativas.

$$\text{BETA-CAROTENO} = 4350,08 + 770,79X_1$$

(Equação 18)

A variável polpa ($P < 0,001$) apresentou efeito positivo em relação à concentração de beta-caroteno, ou seja, quanto maior a concentração de polpa mais elevado o teor de beta-caroteno dos filmes. Com base na equação obtida, pode-se construir o gráfico linear (Figura 28) para beta-caroteno.

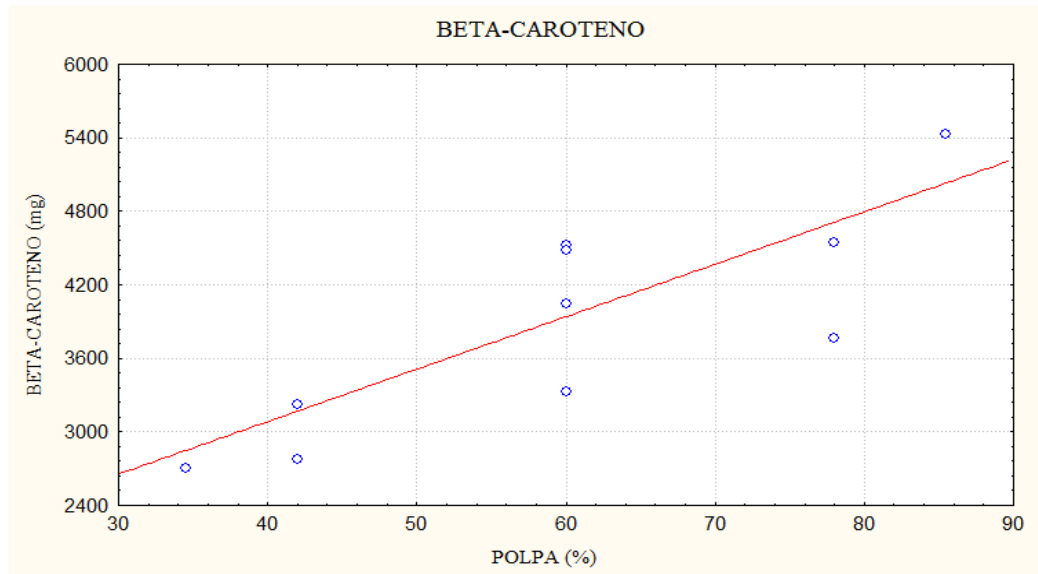


Figura 28 Gráfico linear do teor de beta-caroteno dos filmes biodegradáveis de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada em função do teor de polpa (%).

Não foram encontrados relatos de trabalhos técnico científicos de filmes adicionados com beta caroteno.

6 CONCLUSÃO

Este estudo permite afirmar que é possível elaborar filmes biodegradáveis utilizando-se amido de mandioca, glicerol e polpa de acerola liofilizada pela técnica de *casting*.

Os resultados indicaram que houve interação entre as variáveis independentes estudadas, concentração de polpa de acerola e glicerol. Estas variáveis influenciaram tanto na formação como nas características dos filmes.

Os resultados relevantes deste estudo demonstraram que os filmes produzidos a partir de soluções mais concentradas de polpa de acerola aos filmes de amido de mandioca promoveu:

- Maior espessura;
- Maior permeabilidade ao vapor de água e menor solubilidade em água;
- Maior hidrofobicidade (maior ângulo de contato);
- Maior deformação à tração;
- Menor resistência e deformação à perfuração; menor módulo de elasticidade (menor rigidez);
- Maior incorporação de vitamina C e β -caroteno.

A adição de glicerol aos filmes de amido de mandioca promoveu:

- Maior espessura;
- Maior atividade de água;
- Maior deformação a tração;
- Menor resistência à perfuração;
- Menor módulo de elasticidade (menor rigidez).

A interação entre polpa e glicerol promoveu:

- Maior módulo de elasticidade (maior rigidez);
- Menor solubilidade e atividade de água.

Neste estudo pode-se comprovar a retenção de vitamina C e beta-caroteno dos filmes: nos filmes com a maior concentração (85,45%) de polpa liofilizada, em 1g de filme obteve-se 3,89 vezes a RDI para vitamina C e 56,18 vezes a RDI para β -caroteno, demonstrando ser estes filmes uma ótima fonte suplementar destes aditivos.

Apesar dos filmes comestíveis a base de biopolímeros indicarem uma tendência bastante interessante devido à biodegradabilidade e como suporte de aditivos, ainda é necessário mais estudos visando à melhora das propriedades de barreira e mecânicas.

7 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Uma das alternativas seria a utilização em produtos alimentícios onde a embalagem é consumida junto com o produto, aplicando a solução filmogênica estudada como cobertura em frutos ou vegetais avermelhados que são consumidos com a casca. Como também em sachês de açúcar, chá e chocolate individual para serem usados como bebida instantânea, em que a embalagem se dissolva em contato com o meio proposto.

Através da microscopia eletrônica de varredura e do perfil reológico da mistura, poderia ser avaliado a nível molecular, a interação do amido de mandioca com a polpa liofilizada na formação dos filmes e associar a viscosidade e componentes visco elásticas com as propriedades físicas do filme obtido, melhorando suas propriedades de barreira e mecânicas.

O estudo da validade comercial dos filmes poderia ser realizado em várias condições de umidade relativa do ar, por meio da análise dinâmico-mecânica e difração de raios-x.

A biodegradabilidade dos filmes também poderia ser avaliada em condições controladas em função do tempo, quanto à perda de massa dos frutos embalados.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGOSTINO-COSTA, T.S.; ABREU, L.N.; ROSSETTI, A.G. efeito do congelamento e estocagem da polpa de acerola sobre o teor de carotenóides e antocianinas. In: **Simpósio Latino Americano de Ciência de Alimentos**, 4, 2001. Campinas. *Livro de Resumos...*Campinas: Universidade Estadual de Campinas, 2000. p. 58.
- ALAIS, C.; LINDEN, G. **Manual de bioquímica de los alimentos**. Barcelona: Masson, 1990; 218 p.
- ALDRIGUE, M.L.; MADRUGA, M.S.; FIOREZE, R.; LIMA, A.W.O.; SOUSA, C.P. **Aspecto da ciência e tecnologia de alimentos**. Ed. UFPB, v.1, João Pessoa, 198p. 2002.
- ALVES, V. D.; MALI, S. M.; BELÉIA, A.; GROSSMAN, M. V. E. Effect of glycerol and amylose enrichment on cassava starch film properties. **Journal of Food Engineering**, v. 78, p. 941-946, 2007.
- AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. **Approved methods of the American Association of Cereal Chemists**. 9.ed. St Paul: AACC, 1995.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM) Standard test methods for tensile properties of thin plastic sheeting (D 828-95a) In: **Annual Book of ASTM Standards**. Philadelphia: ASTM, 1995. (CD ROOM).
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM) Standard test methods for water vapor transmission of materials (E96-80) In: **Annual Book of ASTM Standards**. Philadelphia: ASTM, p. 730–739, 1989.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM) Standard test methods for tensile properties of thin plastic sheeting, Designation D 882-91, **ASTM Book of Standards**, ASTM, Philadelphia, PA, p. 316, 1993.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). Standard test method for water vapor transmission of materials. Designation E-96-90, **ASTM Book of Standards**, ASTM, Philadelphia, PA, p. 834-841, 1990a.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). Designation: E 96-95, Standard Test Methods for Water vapor Transmission of Materials. **Annual Book of ASTM Standards**. Philadelphia: ASTM, 1995.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 926.12) Arlington: A.O.A.C., chapter 33. p.5. 1996.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS INTERNATIONAL. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 17.ed. v.1.Gaithersburg: AOAC, 2000.

- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS INTERNATIONAL. (AOAC). **Official methods of analysis of AOAC International**. 18 ed. Maryland, USA, AOAC, 2005.
- ARVANITTOYANNIS, I., PSOMIADOU, A., NAKAYAMA, A., AIBA, S. AND YAMAMOTO, N. Edible films made from gelatin, soluble starch and polyols, Part 3. **Food Chemistry**. v. 60, p. 593–604, 1997.
- AZEREDO, H.M.C. Películas comestíveis em frutas conservadas por métodos combinados: potencial da aplicação. **Boletim do CEPPA**. Curitiba, v.21, n.2, 2003.
- BARRETO, P. L. M. **Propriedades Físico-Químicas de Soluções Formadoras e de Filmes de Caseinato de Sódio Plastificados com Sorbitol** .[Doutorado] Curso de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do Grau de Doutor em Ciências. Florianópolis, 114 folhas, 2003.
- BATISTA, M.S.; FIGUEIREDO, R.M.F.; QUEIROZ, A.J.M. Parametros físico-químicos da acerola em diferentes fases de maturação. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**. v.2, n.2, p.19-24. 2000.
- BATISTA, J. A. TANADA-PALMU, P. S. GROSSO, C. R. F. Efeito da adição de ácidos graxos em filmes à base de pectina. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 25, n. 4, p. 781-788, 2005.
- BAUMANN, M.G. et al.; **Plastics solid waste management the role of source reduction, re-use, biodegradability and incineration in future**, Antec'98, vol.2, Conference Proceedings, SPE, Atlanta, USA, 1998.
- BRASIL. Instrução normativa n. 1, de 07 de janeiro de 2000. **Regulamento técnico geral para fixação dos padrões de identidade e qualidade para polpa de fruta**. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil, Poder Executivo, Brasília, DF, 10 jan. 2000. (Seção 1)
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. EMBRAPA. Disponível em: <http://www.embrapa.gov.br>. Acesso em: 25 jul. 2010.
- BRASIL. Portaria SVS/MS nº33, de 13 janeiro de 1998. **Tabela de Ingestão Diária Recomendada (IDR)**. Diário Oficial da União de 16 de janeiro de 1998.
- BERTUZZI, M.A., CASTRO VIDAURRE, E.F., ARMADA, M. AND GOTTIFREDI, J.C. Water vapor permeability of edible starch based films. **Journal of Food Engineering**, v. 80, p. 972–978, 2007.
- BOURTOOM, T. AND CHINNAN, M.S., Preparation and properties of rice starch–chitosan blend biodegradable. **LWT-Food Science Technology**, v. 41, p. 1633–1641, 2008.
- BLISKA, F.M.M.; LEITE, R.S.S.F. Aspectos econômicos e de mercado. In: Simpósio Brasileiro sobre Acerola no Brasil, 1. 1995, Vitória da Conquista. Anais... Vitória da Conquista: Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, 1995. p. 107-123.

- BELITZ, H. D.; GROSH, W. **Química de los alimentos**. Zaragoza: Acribia, 1988. p. 336-339.
- BERG, J. C. - Wettability - **Surfactant Science Series**, v. 49, 1993.
- BERTAN, L. C., FAKHOURI, F. M., SIANI, A. C., GROSSO Influence of the addition of lauric acid to films made from gelatin, triacetin and a blend of stearic and palmitic acids. **Macromolecular Symposia**. Germany, v. 229, p.143 - 149, 2005.
- BIALOPIOTROWICZ, T. Wettability of starch gel films. **Food Hydrocolloids**. v. 17, p. 141-147, 2003.
- BOX, G.E.P., DRAPER, N.R. **Empirical model-building with response surface, a book be published**, 1967.
- BRITTON, G. Carotenoids. **Methods in Plant Biochemistry**, v. 7, p. 473-518, 1991.
- CAGRI, A. ; RYSER, E. T. Antimicrobial Edible Films and Coatings. **Journal of Food Protection**. v.67, n. 4, p. 83-844. Apr. 2004.
- CAO, N., FU, Y. AND HE, J. Preparation and physical properties of soy protein isolate and gelatin composite films. **Food Hydrocolloid**, v. 21, p. 1153–1162, 2007.
- CARVALHO, R.I.N. de E GROLLI, P.R. Patógenos na frigoconservação de acerolas (Malpighia glabra L.) **Revista Brasileira de Agrociência**. .v. 4, n. 1, p. 31-34, 1998.
- CEREDA, M.P.; CASTRO, T.M.R.; HENRIQUE, C.M.; Embalagens de materiais biodegradáveis. **In: WORKSHOP SOBRE TECNOLOGIAS EM AGROINDÚSTRIAS DE TUBEROSAS TROPICAIS**, 1., 2003, Botucatu, Anais... Botucatu: CERAT/UNESP, 124 p, 2003.
- CARULO, M.F. **Desenvolvimento e caracterização de biofilmes ativos, contendo sorbato de potássio, feitos com alginato de cálcio e ácidos graxos**. Dissertação de Mestrado. Faculdade de engenharia Química. Campinas: 2005.
- CARVALHO, C.W.P.; MITCHELL, J.R. Effect of sugar on the extrusion of maize grits anwheat flour. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 35, p. 569-576, 2000.
- CARVALHO, C.W.P.; MITCHELL, J.R. Effect of sucrose on starch conversion and glass transition of nonexpanded maize and wheat extrudates. **Cereal Chemistry**, v. 78, n. 3, p. 342-348, 2001.
- CARVALHO, R. I. N. de; MANICA, I. Influência de estágios de maturação e condições de armazenamento na conservação da acerola (Malpighia glabra L.). **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 29, n. 5, p. 677-680, 1994.
- COELHO, Y. S.; RITZINGER, R.; OLIVEIRA, J. R. P.; soares filho, W. S.;PEREIRA, M. R. Proacerola: Programa de Desenvolvimento da Cultura da Acerola no Estado da Bahia. **In: REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE INTERAMERICANA DE**

- HORTALICULTURA TROPICAL.** Horticultura Tropical em Regiões Semi-Áridas. 2003, Fortaleza: Sociedade Interamericana de Horticultura Tropical, n. 49, p. 303.
- CHEN, H. Functional properties and applications of edible films made of milk proteins. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 78, n. 11, p. 2563-2583, 1995.
- COULTAT, T.P. **Alimentos: a química de seus componentes.** 3ªed., Porto Alegre: Artmed, 2004.
- COUPLAND, J. N.; SHAW, N. B.; MONAHAN, F. J.; O'RIORDAN, E. D. e O'SULLIVAN, M. Modeling the effect of glycerol on the moisture sorption behavior of whey protein edible films, **Journal of Food Engineering**, v. 43, p. 25, 2000.
- CRAFT, N. E. Carotenoid reversed-phase high-performance liquid chromatography methods: Reference compendium. **Methods in Enzymology**, v. 213, p. 185-205, 1992.
- CRAFT, N. E.; Wise, A. S.; Soares, J. H. Jr. Individual carotenoid content of SRM 1548 total diet and influence of storage temperature, lyophilization, and irradiation on dietary carotenoids. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 41, p. 208-213, 1993.
- CUQ, B., GONTARD, N., GUILBERT, S. Protein as agricultural polymers for packaging production. **Cereal Chemistry**, v.75, n.1, p.1-9, 1998.
- CUQ, B. Functional properties of myofibrillar protein-based biopackaging as effected by film thickness. **J. of Food Science**. Chicago, v. 61, n. 3, p. 580-584, 1996.
- DAVIES, B. H. Carotenoids. In: GOODWIN, T. W. (Ed.). **Chemistry and Biochemistry of Plant Pigments.** 2. ed., v. 2. London: Academic Press, 1976. p 38-165.
- 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.
- ERTL, F. Procedure Modification of AOAC Official Method 962.17, Volatile oil in Spices. **Journal of AOAC International**, v.8, n.4, p.901-906, 1997.
- ELLIS, R.P et al. Starch production and industrial use (Review). **Journal of Science Food and Agriculture**, v.77, n.3, p. 289-311, 1998.
- EMENHISER, C.; SANDER, L. C.; SCHWARTZ, S. J. Capability of a polymeric C30 stationary phase to resolve cis-trans carotenoid isomers in reversed-phase liquid chromatography. **Journal of Chromatography A**, v. 707, p. 205-216, 1995.
- FAKHOURI, F. M.; FONTES, L. C. B.; GONÇALVES, P. V. M.; MILANEZ, C. R.; STEEL, C. J.; COLLARES-QUEIROZ, F.P. Filmes e coberturas comestíveis compostas à base de amidos nativos e gelatina na conservação e aceitação sensorial de uvas Crimson. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27 n. 2, p. 369-375, 2007.

- FARMACOPEA UFFICIALE DELLA REPUBBLICA ITALIANA. 10ª Edizione. Roma: Istituto Poligrafico e Zecco dello Stato, 1998. v.1, p. 206-210.
- FRANK, H. A.; YOUNG, A. J.; BRITTON, G.; COGDELL, R. J. **The Photochemistry of Carotenoids**. New York, Boston, Dordrecht, London, Moscow: Kluwer Academic Publishers, 399p., 2004.
- FOOD AGRICULTURAL ORGANIZATION – **FAO**. **Statistical** – database, 2006. Disponível em www.apps.fao.org (Acesso em 21/05/2010).
- FODA, Y. H.; HAMED, M. G. E.; ABD-ALLAH, M. A. Preservation of orange and guava juices by freeze-drying. **Food Technology**, v. 24, n. 12, p. 74-80, 1970.
- GABAS, A.L.; TELIS-ROMERO, J.; MENEGALLI, F.C. Cinética de degradação do ácido ascórbico em ameixas liofilizadas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, p.66-70, 2003.
- GARCÍA, M.A., PINOTTI, A., MARTINO, M.N. AND ZARITZKY, N.E., Characterization of composite hydrocolloid films. **Carbohydrate Polymers**, v. 56, p.339–345. 2004.
- GARCIA, M. A; MARTINO, M. N.; ZARITZKY, N. E. Lipid addition to improve barrier properties of edible starch-based films and coating. **Journal of Food Science**, v. 65, n. 6, p. 941-947, 2000.
- GARCÍA, M.A., PINOTTI, A., MARTINO, M.N. AND ZARITZKY, N.E., 2009, Characterization of starch and composite edible films and coatings, in *Edible Films and Coatings for Food Applications*, Embuscado, M.E. and Huber, K.C., Huber, K.C. (eds). (Springer Science and Business Media, LLC, New York, USA), pp. 169–210.
- GAVA, Altamir Jaime. **Princípios de Tecnologia de Alimentos**. São Paulo: Nobel, 1994.
- GAYET, J.P. Acerola. Soluções fruta a fruta. V. 1, n. 2, p. 5-10, 1995.
- GENNADIOS, A; BRANDENBURG, A; WELLER, C; TESTIN, R.F. Effect of pH of wheat gluten and soy protein isolate. **Food Chemistry**, 41, p. 1835-1839, 1993.
- GONGATTI NETO, A.; ARDITO, E.F.G.; GARCIA, E.E.C.; BLEINROTH, E.W.; FREIRE, F.C.O.; MENEZES, R.E. **Acerola exportação: procedimento de colheita e pós-colheita: EMBRAPA – SPJ**, 1996, 30.p (Série Publicação Técnica FRUPEX, 21).
- GONTARD, N., GUILBERT, S., CUQ, J.L. Edible wheat gluten films: influence of the main processes variables on films properties using response surface methodology. **Journal of Food Science**, v.57, n.1, p. 190-195, 1992.
- GONTARD, N.; GUILBERT, S.; CUQ, J.L. Water and glycerol as plasticizers affect mechanical and water-vapor barrier properties of an edible wheat gluten film. **Journal of Food Science**, v. 58, n. 1, p. 206-211, 1993.

- GONTARD, N.; DUCHEZ, C.; CUQ, J-L.; GUILBERT, S. Edible composite films of wheat and lipids: water vapor permeability and other physical properties. **International Journal of Food Science and Technology**, v.29, p.39-50, 1994.
- GONTARD, N. e GUILBERT, S. Bio-packaging: technology and properties of edible and/or biodegradable material of agricultural origin. **Boletim da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.30,n.1, p.3-15, 1996.
- GOTTILIEB, O. R. ;TAVEIRA MAGALHÃES, M. Modified Distillation Trap. **Chemistry Analyst**; v. 49, p.114, 1960.
- GREGORY, J.F. Vitamins. In: FENNEMA, O.R. **Food Chemistry**. 3.ed. New York: Marcel Dekker, 1996, p. 488 – 493.
- GUILLAND, J.C., LEQUEU, B. **As vitaminas do nutriente ao medicamento**. São Paulo: Santos,, p. 375, 1995.
- GUILBERT, S.; BIQUET, B. Les films et enrobage comestibles. In: BUREAU, G.; MULTON, J. L. **L'Emballage des Denrées Alimentaires de Grande Consommation**, Technique et documentation. France, Lavoisier, Apria, p. 320, 1989.
- HARRIS, L. J.; DAESCHEL, M.A.; STILES, M.E.; KLAENHAMMER, T.R. Antimicrobial activity of lactic acid bacteria against *Listeria monocytogenes*. **Journal of Food Protection**, v. 52, n. 6, p. 384-387, 1989.
- HUANG, J.-C.;SHETTY, A.S.;WANG, M.S. Biodegradable Plastics: A Review. **Advances in Polymer Technology**, New York, v.10, n.1, p.23- 30, 1990.
- HUANG, J. **Function-Structure Relationships of Acetylated Pea Starches**. The Netherlands, 2006. 152p. Ph.D. thesis. Wageningen University. 2006.
- HWANG, J.; HODIS, H. N.; SEVANI, A. Soy and alfalfa extracts become potent low-density lipoprotein antioxidants in the presence of acerola cherry extracts. **J. Agric. Food Chemistry**., v. 49, n. 1, p. 308-14, 2002.*Ciênc. Tecnol. Aliment.*, Campinas, 27(1): 130-134, jan.-mar. 2007 134 Processamento de suco de acerol
- ITOO, S.; MITSUCO, A.; ISHIHATA, K. Comparison of ascorbic acid content in acerola fruit from different production region depend on degree of maturity, and stability by processing. **Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi**, v. 37, n. 9, p. 726-729, 1990.
- JUGLAL, S., GOVINDEN, R., ODHAV, B. Spice oils for the control of co-occurring mycotoxin-producing fungi. **Journal of Food Protection**. v. 65, p. 683–687, 2002.
- JEAUROUND, E. Supplementation of diets with herbal extracts enhances growth performance in newly-weaned piglets. **Journal of Animal Science**, v. 20, p. 394, 2002.
- KAMPER, S. L., FENNEMA, O. Water vapor permeability of edible bilayer films. **Food Science**, Chicago, v.49, p.1478-1481, 1988.

- KAMPER, S. L., E FENNEMA, O. Water vapour permeability of edible bilayer films. **Journal of Food Science**, v. 49, p. 1482–1485, 1984.
- KAYA S., MASKAN A. Water vapor permeability of pestil (a fruit leather) made from boiled grape juice with starch. **Journal of Food Engineering**. v. 57, p. 295–299, 2003.
- KIRBY, C. J.; WHITTLE, C. J.; RIGBY, N.; COXON, D. T.;LAW, B. A. Stabilization of ascorbic acid by microencapsulation in liposomes. **International Journal of Food Science and Technology**, New York, v. 26, p. 437 – 449, 1991.
- KONSTANTOPOULOU, I., VASSILOPOULOU, L., MAVRAGANI-TSIPIDOU, P., SCOURAS, Z.G. Insecticidal effects of essential oils. A study of the effects of essential oils extracted from eleven Greek aromatic plants on *Drosophila auraria*. **Experientia**, v. 48, p. 616– 619, 1992.
- KAWATI, R. Pesquisa e extensão sobre a cultura da acerola no estado de São Paulo. In: **SIMPÓSIO BRASILEIRO SOBRE ACEROLA NO BRASIL**, 1. 1995, Vitória da Conquista. Anais... Vitória da Conquista: Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, 1995. p. 149-154.
- KRINSKY, N. I.; JOHNSON, E. J. Carotenoid actions and their relation to health and disease. **Molecular Aspects of Medicine**, v. 26, p. 459-516, 2005.
- KROCHTA, J.M. **Edible protein films and coatings in food proteins and their applications in foods**. New York : Marcel Dekker, p. 529-550, 1997.
- KROCHTA, J. M.; MULDER-JOHNSTON, C. Edible and biodegradable polymer films: challenges and opportunities. **Food Technology**. v.51, p. 61, 1997.
- KULL, D.; PFANDER, H. Appendix: List of new carotenoids. In: BRITTON, G.; LIAAENJENSEN, S.; PFANDER, H. (Eds.). **Carotenoids Volume 1A: Isolation and Analysis**. Basel: Birkhäuser Verlag,. p. 295-317, 1995.
- LANDRUM, J. T.; BONE, R. A. Lutein, zeaxanthin, and the macular pigment. **Archives of Biochemistry and Biophysics**, v. 385, p. 28-40, 2001.
- LEME, Jr. J. et al. Variação do teor de ácido ascórbico e beta caroteno em cerejas das Antilhas liofilizada. **Archivos Latinoamericanos de Nutrition**. v. 23, n.2, p. 207-213, 1973.
- LI, B., KENNEDY, J. F., PENG, J. L., YIE, X., e XIE, B. J. Preparation and performance evaluation of glucomannan–chitosan–nisin ternary antimicrobial blend film. **Carbohydrate Polymers**, 65(4), 488–494, 2006.
- LIMA, V. L. A. G.; MÉLO, E. A.; LIMA, L. S. Avaliação da qualidade de suco de laranja industrializado. **B. CEPPA**, v.18, n.1, p. 95-104, 2000.
- LIMA, V. L. A.; MÉLO, E. A.; MACIEL, M. I. S.; LIMA, D. E. S. Avaliação do teor de antocianinas em polpa de acerola congelada proveniente de frutos de 12 diferentes

- aceroleiras (*Malpighia emarginata* D. C.). **Ciencia e Tecnologia de Alimentos**, v. 23, n. 1, p. 101-103, 2003.
- LOURDIN, D.; DELLA-VALLE, G.; COLONNA, P. Influence of amylose content on starch films and foams. **Carbohydrate Polymer**, v. 27, p. 261-270, 1995.
- MAIA, L.H.; PORTE, A.; SOUZA, V.F. Filmes comestíveis: aspectos gerais, propriedades de barreira a umidade e oxigênio. **Boletim do CEPPA**, Curitiba, v.18, n.1, 2000.
- MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E. Effects of yam starch films on storability and quality of fresh strawberries (*Fragaria ananassa*). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, p. 7055-7011, 2003.
- MALI, S., GROSSMANN, M.V.E., GARCÍA, M.A., MARTINO, M.M., ZARITZKY, N.E. Barrier, mechanical and optical properties of plasticized yam starch films. **Carbohydrate Polymers**, v.56, p. 129-135, 2004.
- MAPSON, L. W. Vitamins in fruits. In: HULME, A. C. **The biochemistry of fruits and their products**. Academic Press. v. 1, p. 369-383, 1970.
- MARINO NETTO, L. **Acerola, a cereja tropical**. São Paulo: Nobel, 1986. p. 50-55.
- MARTIN-POLO, M.; VOILLEY, A.; BLOND, G.; COLAS, B.; MESNIER, M.; FLOQUET, N. Hydrophobic Films and their efficiency against moisture transfer. 2. Influence of the physical state. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 40, n. 3, p. 413-418, 1992.
- MEI, Y. AND ZHAO, Y.Y., Barrier and mechanical properties of milk protein-based edible films containing nutraceuticals. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**. v. 51 p. 1914–1918, 2003.
- MILTZ, J. Food Packing. In: HELDMAN, D.R; LUND, D.B. (Ed.), **Handbook of food engineering**. New York: Marcel Dekker INC.; 1992. p. 667-718.
- MESQUITA, P. C.; VIGOA, Y. G. La acerola. Fruta marginada de America con alto contenido de acido ascorbico. **Alimentaria**. v. 37, n. 309, p. 113-125, 2000.
- MARI, M.; BERTOLINI, P.; PRATELLA, G.C. Non-conventional methods for the control of post-harvest pear diseases. **Journal of Applied Microbiology**. v.94, p.761– 766, 2003.
- MCHUGH, T.H.; KROCHTA, J.M. Sorbitol vs. glycerol-plasticized whey protein edible films: integrated oxygen permeability and tensile property evaluation. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**. v.42, n.4, p.841-845, 1994.
- MCHUGH, T.H.; HUXSOLL, C.C.; KROCHTA, J.M. Permeability properties of fruit puree edible films. **Journal Food Science**. v. 61, p. 88–91, 1996.
- MCHUGH, T.H., OLSEN, C.W. Tensile properties of fruit and vegetable edible films. U.S.– Jpn. **Cooper. Program Nat. Res.**, p. 104–108, 2004.

- MILLER, K.S.; KROCHTA, J.M. Oxygen and aroma barrier properties of edible films: a review. **Trends in Food Science and Technology**, v.81, p.228-237, 1997.
- MONTERREY-QUINTERO, E. S., SOBRAL, P. J. A. Preparo e caracterização de proteínas miofibrilares de tilapia-do-nylo para elaboração de biofilmes. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.35, n.1, p. 179-189, 2000.
- NAZAN TURHAN, K.; SAHBAZ, F. Water vapor permeability, tensile properties and solubility of methylcellulose-based edible films. **Journal of Food Engineering**, v. 61, n. 3, p. 459-466, 2004.
- NETO, L. G.; SOARES, J. M. Acerola para exportação: aspectos técnicos da produção. **Série Publicações Técnicas FRUPEX**, n. 10, Brasília, 1994. 43 p.
- NOGUEIRA, R. J. M. C.; MORAES, J. A. P. V.; BURITY, H. A. Efeito do estágio de maturação dos frutos nas características físico-químicas de acerola. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**. v. 37, n. 4, p. 463-470, 2002.
- NOGUEIRA, C.M.C. da C.D. **Estudo químico e tecnológico da acerola** (*Malpighia glabra* L.) (Dissertação de Mestrado), Universidade Federal do Ceará (UFC). Fortaleza. 117p. 1991.
- NUNES, L.R.; RODOLFO Jr., A. **Tecnologia do PVC**. 2ª ed. São Paulo: Pro Editores Braskem. 448p, 2006.
- OLIVEIRA, L. M.; ALVES, R.M.V.; SARANTÓPOULIS, C.I.G.L.; PADULA, M.; GARCIA, E.E.C.; COLTRO, L. **Ensaio para avaliação de embalagens plásticas flexíveis**. Campinas: Centro de Tecnologia de Embalagem/ITAL, 216 p, 1996.
- OLIVA, P. B.; MENEZES, H. C. de; FERREIRA, V. P. Estudo da estabilidade do néctar de acerola. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, v.16, n.3, p. 228-232,1996.
- OZDEMIR, M., & FLOROS, J. D. Active food packaging technologies. **Food Science and Nutrition**, v.44, p. 185-193, 2004.
- PACHECO, Sidney. **Preparo de padrões analíticos, estudo de estabilidade e parâmetros de validação para ensaio de carotenóides por cromatografia líquida**. Seropédica: UFRRJ, 2009. 106p. (Dissertação, Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Ciência dos Alimentos).
- PADH, H. Vitamin C: new insights into its biochemical functions. **Nutrition Reviews**, New York, v. 49, n. 3, p. 65 – 70, 1991.
- PATIL, R. T.; BERRIOS, J. J.; TANG, J.; PAN, J.; SWANSON, B. **Physical Characteristics of Food Extrudates - A Review**. Written for presentation at the 2005 ASAE Annual 117 International Meeting Sponsored by ASAE Tampa Convention Center Tampa, Florida, p. 17-20 July 2005.

- PEREZ-GAGO, M.B. AND KROCHTA, J.M.. Desnaturation time and temperature effects on solubility, tensile properties, and oxygen permeability of whey protein edible films. **Journal of Food Science**. v. 66, p. 705–710, 2001.
- PIMENTEL, M. L.; MAIA, G. A.; OLIVEIRA, G. S. F.; SILVA JÚNIOR, A. Influência do processamento sobre a vitamina C do suco da acerola (*Malpighia glabra* L.). **Rev. Bras. Frutic.**, v. 23, n. 1, p. 143-146, 2001.
- PRADELLA, J. G. C. “**Biopolímeros e Intermediários Químicos**”, relatório técnico nº 84396-205, Centro de Tecnologia de Processos e Produtos, Laboratório de Biotecnologia Industrial – LBI/CTPP (2006).
- RAMALHO, R. A.; ANJOS L. A.; FLORES H. Valores séricos de vitamina A e teste terapêutico em pré-escolares atendidos em uma unidade de saúde do Rio de Janeiro, Brasil. **Rev. Nutr.**, v. 14, n. 1, p. 5-12, 2001.
- RITTER, U.G. **Obtenção de bebida dietética a partir do suco de acerola (*Malpighia glabra* L.)** (Dissertação de Mestrado), Universidade Federal do Ceará (UFC). Fortaleza, 147p. 1994.
- ROBERTSON, G. **Food packaging: principles and practice**, Marcel Dekker, 1993.
- RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. Critical review of provitamin A determination in plant foods. **Journal of Micronutrient Analysis**, v .5, p. 191-225, 1989.
- RODRIGUEZ-AMAYA, D. B.; AMAYA-FARFA N, J. Estado actual de los métodos analíticos para determinar provitamina A. **Archivos Latinoamericanos de Nutrición**, v. 42, p. 180-191, 1992.
- RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. Nature and distribution of carotenoids in foods. In: CHARALAMBOUS, G. (Ed.). **Shelf-life Studies of Foods and Beverages: Chemical, Biological, Physical and Nutritional Aspects**. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, 1993. p. 547-589.
- RODRIGUEZ-AMAYA, D. B.; POR CU, M. M.; AZEVEDO -MELEIRO , C. H. Variation in the carotenoid composition of fruits and vegetables along the food chain. **Acta Horticulturae**, v. 744, p. 387-394, 2007.
- RODRÍGUEZ-BERNALDO, A. Q.; COSTA, H. S. Analysis of carotenoids in vegetable and plasma samples: A review. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 19, p. 97-111, 2006.
- RODRIGUEZ-AMAYA, D. B.; KIMURA, M. **HarvestPlus Handbook for Carotenoid Analysis**. Washington DC e Cali: International Food Policy Research Institute (IFPRI) e International Center for Tropical Agriculture (CIAT), 2004. 58 p.
- ROCHA, Geisa Oliveira. **Obtenção e caracterização de filmes biodegradáveis a partir de mistura de amido de mandioca e extrato de soja**. 2009. Dissertação (Mestrado e Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 2009.

- ROJAS-GRAU, M.A., AVENA-BUSTILLOS, R.J., OLSEN, C., FRIEDMAN, M., HENIKA, P.R., MARTIN-BELLOSO, O., PAN, Z.L. AND MCHUGH, T.H. Effects of plant essential oils and oil compounds on mechanical, barrier and antimicrobial properties of alginate–apple puree edible films. **Journal Food Eng**, v. 81, p. 634–641, 2007.
- ROMERO-BASTIDA, C.A., BELLO-PEREZ, L.A., GARCIA, M.A., MARTINO, M.N., SOLORZA-FERIA, J., ZARITZKY, N.E.,. Physicochemical and microstructural characterization of films prepared by thermal and cold gelatinization from non-conventional sources of starches. **Carbohydrate Polymers**, p. 235–244, 2005.
- ROONEY, M. L. 1995. Overview of active food packaging. In *Active Food Packaging*, pp. 1-37. London, UK: Blackie Academic e Professional.
- ROSA, JEANE SANTOS Desenvolvimento de um método de análise de vitamina C em alimentos por cromatografia líquida de alta eficiência e exclusão iônica. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. v. 27, n. 4, p. 837-846, 2007.
- RÓZ, A.L. O Futuro dos Plásticos: Biodegradáveis e Fotodegradáveis. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 13, n. 4, 2003.
- RUANO ORTIZ, Juan Antonio. **Caracterização físico-química de filmes biodegradáveis de farinha de mandioca e proteína de soja**. 2009. Dissertação (Mestrado Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 2009.
- SALAME, M. Barrier polymers. In: BAKER, M. **The Wiley Encyclopedia of Packaging Technology**. New York: Wiley, p.48-54, 1986.
- SANDER, L. C.; SHARPLESS, K. E.; PURSCH, M. C30 stationary phases for the analysis of food by liquid chromatography. **Journal of Chromatography A**, v. 880, p. 189-202, 2000.
- SARANTÓPOULOS, C. I. G. L.; OLIVEIRA, L. M.; PADULA, M.; COLTRO, L., ALVES, R. M. V.; GARCIA, E. E. C. **Embalagens Plásticas Flexíveis. Principais Polímeros e Avaliação de Propriedades**. 267 p., 2002.
- SCOTT, K. J. Observations on some of the problems associated with the analysis of carotenoids in foods by HPLC. **Food Chemistry**, v. 45, p. 357-364, 1992.
- SILVA, W.A.; PEREIRA, J.; CARVALHO, C.W.P.; FERRUA, F.Q. Determinação da cor, imagem superficial topográfica e ângulo de contato de filmes de diferentes fontes de amido. **Ciência Agrotécnica**, v. 31, n. 1, p. 154-163, 2007.
- SCOTT, K. J.; RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. Pro-vitamin A carotenoid conversion factors: retinol equivalents - fact or fiction. **Food Chemistry**, v. 69, p. 125-127, 2000.
- SHELEF, L. A. Antimicrobial effects os spices. **Journal of Food Safety**, Connecticut, v. 6, n.1, p. 2944, 1983.

- SHEN X. L. , JIA MIN WU A, YONGHONG CHEN D, GUOHUA ZHAO. Antimicrobial and physical properties of sweet potato starch films incorporated with potassium sorbate or chitosan. **Food Hydrocolloids**. v. 24, p. 285–290, 2010.
- 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. 1, p. 79-88, jan./mar. 2007.
- SILVA, V.A., ALSINA, O.L.S., MOURA, C.S. Efeito de pré-tratamentos químicos na taxa de secagem de acerola em monocamada. In: **XVI Congresso Brasileiro de Ciências e Tecnologia de Alimentos**, 1998, Rio de Janeiro. Anais..., 1998. v..3, p.1768-1771.
- SIMÕES, C.M.O.; SPITZER, V. Óleos voláteis. In: SIMÕES, C.M.O. .Farmacognosia: da planta ao medicamento. Porto Alegre: UFRGS, 1999. Cap.18, p.387-416.
- SOARES, E.C.; OLIVEIRA, G.S.F.; MAIA, G.A.; MONTEIRO, J.C.S.; SILVA, A.J.; FILHO, M.S.S. Desidratação da polpa de acerola (*Malpighia emarginata* D.C.). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. v. 21, n. 2, p. 164- 170, 2001.
- SOBRAL, P.J.A.; OCUNO, D.; SAVASTANO JUNIOR, H. Preparo de proteínas miofibrilares de carne e elaboração de biofilmes com dois tipos de ácidos: propriedades mecânicas. **Braz. Journal Food Technology**. v.1, n.1-2, p.44-52, 1998
- SOBRAL, P. J. A. Propriedades funcionais de biofilmes de gelatina em função da espessura. **Ciência e Engenharia**. Uberlândia. v. 8, n. 1, p. 60-67, 1999.
- SOBRAL, P J A **Proteínas de origem animal na tecnologia de biofilmes**. Tese de Livre Docência. Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de São Paulo, 2000.
- 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 Referências Bibliográficas 201 Especiais em Ciências e Tecnologia de Alimentos, Instituto de Tecnologia de Alimentos, Campinas, p. 95-104, 1997.
- SUPPAKUL, P., MILTZ, J., SONNEVELD, K., & BIGGER, S. W. Active packaging technologies with an emphasis on antimicrobial packaging and its applications. **Journal of Food Science**. v. 68, p.408 e 420, 2003.
- SOTHORNVIT, R.; KROCHTA, J. M. Plasticizer effect on oxygen permeability of lactoglobulina films. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 48, n.12, p.:6298-6302, 2000.
- SOTHORNVIT, R; PITAK, N. Oxygen permeability and mechanical properties of banana films. **Food Research International**, v. 40, p. 365-370, 2007.
- SOTHORNVIT R., RODSAMRAN P. Effect of a mango film on quality of whole and minimally processed mangoes. **Postharvest Biology and Technology**. v. 47, p. 407–415, 2008.

- TALJA, R. A.; HELÉN, H.; ROSS, Y. H.; JOUPPILA, K. Effect of various polyols and polyol contents on physical and mechanical properties of potato starch-based films. **Carbohydrate Polymers**, v. 67, p. 288-295, 2007.
- TALJA, R. A.; HELÉN, H.; ROSS, Y. H.; JOUPPILA, K. Effect of type and content of binary polyol mixtures on physical and mechanical properties of starch-based edible films. **Carbohydrate Polymers**, v. 71, p. 269-276, 2008.
- THIRÉ, R. M. S. M.; SIMÃO, R. A.; ARAÚJO, P. J. G.; ACHETE, C. A.; ANDRADE, C. T. de. Redução da hidrofobicidade de filmes biodegradáveis à base de amido por meio de polimerização por plasma. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 14, n. 1, p. 57-62, 2004.
- THOMPSON, D. R. Response surface experimentation. **Journal of Food Process and Preservation**, v. 6, p. 155, 1982.
- THURNHAM, D. I. Bioequivalence of b-carotene and retinol. **Journal of Science of Food and Agriculture**, v. 87, p. 13-39, 2007.
- VANIN, F. M.; SOBRAL, P. J. A; MENEGALLI, F.C.; CARVALHO, R.A.; HABITANTE, A. M. Q. B. Effects of plasticizers and their concentrations on thermal and functional properties of gelatin-based films. **Food Hydrocolloids**, v. 19, n. 5, p. 899-907, 2005.
- VENDRAMINI, A.L; TRUGO, L.C.; Chemical composition of acerola fruit (*Malpighia punicifolia* L.) at three stages of maturity. **Food Chemistry**, n. 71, p. 195 – 198, 2000.
- VENDRAMINI, A. L.; TRUGO, L. C. Phenolic compounds in acerola fruit (*Malpighia punicifolia*, L.). **J. Braz. Chem. Soc.**, v. 15, n. 5, p. 664-668, 2004.
- VERMEIREN, L.; DEVLIEGHERE, F.; BEEST, M. VAN; KRUIJF, N. DE & DEBEVERE, J.. Developments in the active packaging of foods. **Trends in Food Science & Technology** 10: 77-86, 1999.
- VICENTINI, N.M. **Elaboração e caracterização de filmes comestíveis a base de fécula de mandioca para uso em pós-colheita** (Tese de Doutorado) Faculdade de Ciências Agrônomicas – UNESP, Botucatu – SP, 2003.
- XIAO LI SHEN, JIA MIN WU, YONGHONG CHEN, GUOHUA ZHAO. Antimicrobial and physical properties of sweet potato starch films incorporated with potassium sorbate or chitosan. **Food Hydrocolloids**. v. 24, p. 285–290, 2010.
- WANG X. , SUN X., LIU H., LI M., MA Z. Barrier and mechanical properties of carrot puree films. **Food and Bioproducts Processing**, 2010.
- WULANSARI, R.; MITCHELL, J.R.; BLANSHARD, J.M.V. Starch conversion during extrusion as affected by added gelatin. **Journal of Food Science**, v. 64, n. 6, p. 1055-1058, 19
- YAMASHITA, F.; NAKAGAWA, A. VEIGA, G. F.; MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E.

Filmes Biodegradáveis para Aplicação em Frutas e Hortaliças Minimamente Processadas. **Braz. J. Food Technol.**, v.8, n.4, p. 335-343, 2005.

ZHANG, J.; MUNGARA, P.; JANE, J. Mechanical and thermal properties of extruded soy protein sheets. **Polymer**. v.42, p. 2569–2578, 2001

ZIANI, K.; OSES, J.; COMA, V.; MATE, J. I. Effect of the presence of glycerol and Tween 20 on the chemical and physical properties of films based on chitosan with different degree of deacetylation. **LWT - Food Science and Technology**, v. 41, p. 2159-2165, 2008.

ANEXOS

Anexo A	Resultados experimentais das análises de espessura, solubilidade em água, permeabilidade ao vapor de água e atividade de água dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.
Anexo B	Resultados experimentais das análises de ângulo de contato, concentração de ácido ascórbico e concentração de beta-caroteno dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.
Anexo C	Resultados experimentais das análises de tensão na tração, deformação na tração, módulo de elasticidade, força na perfuração e deformação na perfuração dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.
Anexo D	Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para espessura, solubilidade em água, permeabilidade ao vapor de água, atividade de água, ângulo de contato, tensão na tração, deformação na tração, módulo de elasticidade, força na perfuração, deformação na perfuração, concentração de vitamina C e beta-caroteno dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

Anexo A Resultados experimentais das análises de espessura, solubilidade em água, permeabilidade ao vapor de água e atividade de água dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola.

Ensaio	Polpa liofilizada (%)	Glicerol (%)	Espessura (mm)	Solubilidade (%)	PVA (g.mm.h ⁻¹ .m ⁻² .kPa ⁻¹)	Atividade de água
1	42	20	0,125	38,4012	0,240774	0,513
2	78	20	0,152	25,7396	0,263327	0,543
3	42	40	0,141	52,9633	0,235643	0,535
4	78	40	0,129	16,8239	0,214639	0,498
5	34,54	30	0,126	49,7423	0,208445	0,507
6	85,45	30	0,141	23,9584	0,238713	0,508
7	60	15,86	0,121	28,6466	0,257077	0,526
8	60	44,14	0,158	27,0835	0,273712	0,531
9	60	30	0,150	39,3012	0,257132	0,560
10	60	30	0,127	20,8727	0,242206	0,511
11	60	30	0,143	39,0215	0,252821	0,511
12	60	30	0,143	37,8420	0,250144	0,524
13	60	30	0,135	33,5470	0,250372	0,520

Anexo B Resultados experimentais das análises de ângulo de contato, teor de vitamina C e teor de beta-caroteno dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola.

Ensaio	Polpa liofilizada (%)	Glicerol (%)	Ângulo de contato (°)	Concentração de ácido ascórbico (mg/100g)	Concentração de beta-caroteno (mg/100g)
1	42	20	24.19	828,33	3225
2	78	20	28.29	1299,18	3760
3	42	40	22.24	1345,06	2772
4	78	40	25.97	2128,52	4545
5	34,54	30	22.30	74,13	2703
6	85,45	30	29.76	3761,84	5431
7	60	15,86	25.43	1136,32	4524
8	60	44,14	27.112	868,59	3328
9	60	30	23.158	544,20	4524
10	60	30	26.197	1260,77	4482
11	60	30	39.684	116,39	2725
12	60	30	26.287	1937,88	4007
13	60	30	29.010	2418,38	4044

Anexo C Resultados experimentais das análises de tensão na tração, deformação na tração, força na perfuração, deformação na perfuração e módulo de elasticidade no teste de tração dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola.

Ensaio	Polpa liofilizada (%)	Glicerol (%)	Tensão na Tração (MPa)	Deformação na Tração (%)	Módulo de Elasticidade (MPa)	Força Perfuração (N)	Deformação Perfuração (%)
1	42	20	3,5042	23,596	1,4207	12,3182	4,8398
2	78	20	0,7756	33,836	0,1317	4,5715	4,7438
3	42	40	2,0180	23,116	0,1201	6,7345	4,7438
4	78	40	0,8296	32,566	0,0253	4,5026	4,6878
5	34,54	30	3,9729	35,596	1,0450	13,3735	5,0078
6	85,45	30	1,3775	44,636	0,2366	3,7887	4,7278
7	60	15,86	3,7142	39,516	1,1563	10,9302	4,8238
8	60	44,14	1,6093	30,236	0,0947	5,024	4,6638
9	60	30	2,1660	40,636	0,5738	6,9014	4,7278
10	60	30	2,3812	24,316	0,7675	7,0016	4,7518
11	60	30	2,0348	29,516	0,7177	5,973	4,6878
12	60	30	2,1711	28,956	0,7402	7,8526	4,6638
13	60	30	2,4565	33,196	0,7912	5,973	4,6878

ANEXO D

Tabela D1 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para espessura dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	SQ	GL	QM	<i>F_{calc}</i>	<i>F_{tab}</i>
Regressão	0.00037	1	0.000369933	3.75299	3.285015
Resíduo	0.000986	10	9.85703E-05		
Total	0.001356	11			

Tabela D2 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para solubilidade em água dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	SQ	GL	QM	<i>F_{calc}</i>	<i>F_{tab}</i>
Regressão	1198.93	3	399.6434	80.86548	4.346831
Resíduo	34.59453	7	4.942076		
Total	1233.525	10			

Tabela D3 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para permeabilidade ao vapor de água dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	SQ	GL	QM	<i>F_{calc}</i>	<i>F_{tab}</i>
Regressão	0.001921	1	0.001921	9.366099716	4.964603
Resíduo	0.002051	10	0.000205		
Total	0.003972	11			

Tabela D4 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para atividade de água dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	SQ	GL	QM	<i>F_{calc}</i>	<i>F_{tab}</i>
Regressão	0.001707	2	0.00085334	41.51606422	4.256495
Resíduo	0.000185	9	2.0554E-05		
Total	0.001892	11			

Tabela D5 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para ângulo de contato dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	S Q	GL	QM	<i>Fcalc</i>	<i>F tab</i>
Regressão	40.75739	1	40.75739	20.09298	4.964603
Resíduo	20.2844	10	2.02844		
Total	61.04179	11			

Tabela D6 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para tensão na tração dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	SQ	GL	QM	<i>Fcalc</i>	<i>F tab</i>
Regressão	12.09049	1	12.09049	2962.016	4.964603
Resíduo	0.040818	10	0.004082		
Total	12.13131	11			

Tabela D7 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para deformação na tração dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	SQ	GL	QM	<i>Fcalc</i>	<i>F tab</i>
Regressão	721.4209	2	360.7105	4434.409	4.256495
Resíduo	0.732092	9	0.081344		
Total	722.153	11			

Tabela D8 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para módulo de elasticidade amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	SQ	GL	QM	<i>Fcalc</i>	<i>F tab</i>
Regressão	2.175952	3	0.725317	22.64992	4.066181
Resíduo	0.256184	8	0.032023		
Total	2.432135	11			

Tabela D9 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para força na compressão dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	SQ	GL	QM	<i>F_{calc}</i>	<i>F_{tab}</i>
Regressão	92.64335	2	46.32168	21.51068	4.256495
Resíduo	19.38084	9	2.153427		
Total	112.0242	11			

Tabela D10 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para deformação na compressão dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	SQ	GL	QM	<i>F_{calc}</i>	<i>F_{tab}</i>
Regressão	0.072685	2	0.036342	9.548879	4.346831
Resíduo	0.034253	9	0.003806		
Total	0.106938	11			

Tabela D11 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para beta-caroteno dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	SQ	GL	QM	<i>F_{calc}</i>	<i>F_{tab}</i>
Regressão	4553955	1	4553955	14.46004	5.117355
Resíduo	2834404	9	314933.8		
Total	7388360	10			

Tabela D12 Análise de variância (ANOVA) do ajuste do modelo obtido para vitamina C dos filmes de amido de mandioca e polpa de acerola liofilizada.

FONTE DE VARIACÃO	SQ	GL	QM	<i>F_{calc}</i>	<i>F_{tab}</i>
Regressão	5352392	1	5352392	12.44144	3.285015
Resíduo	4302069	10	430206.9		
Total	9654461	11			