

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
FACULDADE DE FARMÁCIA

VIVIANE DIAS MEDEIROS SILVA

**DESENVOLVIMENTO, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DE
FILMES COMESTÍVEIS PRODUZIDOS COM FARINHA DE CASCA DE
BANANA MADURA E EXTRATO DAS FOLHAS DE *Eriobotrya*
japonica Lindl.**

Belo Horizonte
2020

VIVIANE DIAS MEDEIROS SILVA

**DESENVOLVIMENTO, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DE
FILMES COMESTÍVEIS PRODUZIDOS COM FARINHA DE CASCA DE
BANANA MADURA E EXTRATO DAS FOLHAS DE *Eriobotrya*
japonica Lindl.**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos da Faculdade de Farmácia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do grau de Doutora em Ciência de Alimentos.

Orientadora: Profa. Dra. Camila Argenta Fante
– Universidade Federal de Minas Gerais

Coorientadora: Profa. Dra. Inayara Cristina
Alves Lacerda – Universidade Federal de Minas
Gerais

Belo Horizonte

2020

S586d Silva, Viviane Dias Medeiros.
Desenvolvimento, caracterização e aplicação de filmes comestíveis produzidos com farinha de casca de banana madura e extrato das folhas de *Eriobotrya japonica* Lindl / Viviane Dias Medeiros Silva. – 2020.
207 f. : il.

Orientadora: Camila Argenta Fante.
Coorientadora: Inayara Cristina Alves Lacerda.

Tese (doutorado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Faculdade de Farmácia, Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos.

1. Alimentos – Embalagens – Teses. 2. Filmes comestíveis – Teses. 3. Farinha de banana – Teses. 4. Musa – Teses. 5. *Eriobotrya* – Teses. 6. Queijo – Armazenamento – Teses. 7. Resíduos agroalimentares – Teses. I. Fante, Camila Argenta. II. Lacerda, Inayara Cristina Alves. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Faculdade de Farmácia. IV. Título.

CDD: 664.092

Elaborado por Darlene Teresinha Schuler – CRB-6/1759



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DE ALIMENTOS

PPGCA


FOLHA DE APROVAÇÃO

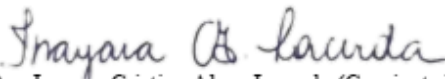
**DESENVOLVIMENTO, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DE FILMES COMESTÍVEIS
PRODUZIDOS COM FARINHA DE CASCA DE BANANA MADURA E EXTRATO DAS FOLHAS DE
ERIBOTRYA JAPONICA LINDL**

VIVIANE DIAS MEDEIROS SILVA

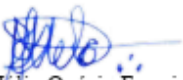
Tese submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em CIÊNCIA DE ALIMENTOS, como requisito para obtenção do grau de Doutor em CIÊNCIA DE ALIMENTOS, área de concentração CIÊNCIA DE ALIMENTOS.


Aprovada em 30 de setembro de 2020, pela banca constituída pelos membros:

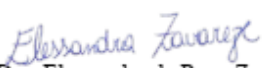

Profa. Dra. Camila Argenta Fante (Orientadora e Presidente da Comissão)
Faculdade de Farmácia - UFMG


Profa. Dra. Inayara Cristina Alves Lacerda (Coorientadora)
Faculdade de Farmácia - UFMG


Profa. Dra. Andreza Angélica Ferreira
Faculdade de Farmácia - UFMG


Prof. Dr. Júlio Onésio Ferreira Melo
Universidade Federal de São João Del-Rei


Prof. Dr. Washington Azevêdo da Silva
Universidade Federal de São João Del-Rei


Profa. Dra. Elessandra da Rosa Zavareze
Universidade Federal de Pelotas

Belo Horizonte, 30 de setembro de 2020.

*Dedico este trabalho à minha família
e a todos que contribuíram*

AGRADECIMENTOS

A Deus, que sempre me ilumina e me guia, por ter me dado força e saúde nessa caminhada.

Aos meus pais, Diva e Demétrio, e minha irmã, Juliana, por todos esses anos de cuidado e amor. Por apoiarem as minhas decisões e darem suporte para eu ir em busca dos meus objetivos.

A toda minha família e amigos que, perto ou distante, sempre torceram por mim, por me proporcionarem momentos felizes e comemorarem comigo cada conquista.

À minha afilhada Gabriela, por entender quando eu não podia brincar, pois precisava estudar. Que eu seja para ela um bom exemplo de que o estudo pode nos levar longe.

À Profa. Dra. Camila Argenta Fante, pela receptividade, orientação, apoio, confiança em mim depositada e pelo caminho apontado.

À Profa. Dra. Raquel Linhares Bello de Araújo, pela nossa amizade antiga, confiança e apoio, e por ter me apresentado às minhas orientadora e coorientadora.

Aos demais professores do Departamento de Alimentos e do Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos, em especial à profa. Dra. Inayara Cristina Lacerda, pela coorientação e apoio, e à profa. Dra. Renata Labanca, pela amizade e apoio.

Aos professores Dra. Mônica Cristina de Oliveira, Dr. Bruno Mota, Dra. Adriana França e Dra. Scheilla Vitorino de Souza por possibilitarem a utilização de equipamentos e pela disponibilização dos laboratórios para as análises.

Aos membros das bancas de Qualificação, Profa. Dra. Jacqueline Aparecida Takahashi, Profa. Dra. Rachel Castilho e Prof. Dr. André Augusto Faraco, e de Defesa, Profa. Dra. Andreza Angélica Ferreira, Profa. Dra. Elessandra Zavareze, Prof. Dr. Júlio Onésio Melo e Prof. Dr. Washington da Silva, por dedicarem seu tempo na leitura e análise da tese, contribuindo para que este trabalho se torne relevante no meio científico.

Aos técnicos e funcionários da Faculdade de Farmácia da UFMG, em especial a Edna, João Paulo, Marina, Igor, Dhionne, Maria José (Maju), Ronália, Mariana, Marcos, Gustavo, Úrsula, Gabriel e Rafael.

À turma do laboratório de Tecnologia de Alimentos: Priscila, Anna Lídy, Priscila Talita, Ana Paula, Amanda, Maria Clara, Camila, Ana Luíza, Anna Cláudia, Vinícius, Victor, Patrícia, Milton e Larissa, pela ajuda, ideias e sugestões, e por todos os momentos alegres e difíceis que compartilhamos. Vocês fazem parte dessa conquista, pois ninguém chega a lugar algum sozinho.

Aos colegas da pós-graduação, especialmente ao Mauro por todo o incentivo, apoio, amizade e realização das análises de Espectrometria de Massas por *Paper-Spray*, e à Andreia Suzuki pela realização da análise de Espectroscopia do Infravermelho.

Ao Mestre Mateus Serafim por me ensinar e auxiliar na análise da atividade antimicrobiana.

Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica e Análise Ultraestrutural da Universidade Federal de Lavras pela realização da análise de Microscopia Eletrônica de Varredura.

Às coordenadoras, diretoras e funcionárias da UMEI Alaíde Lisboa e da Creche Fundação Espírita Nosso Lar pela doação das cascas de banana.

Aos colegas da Edetec pelo apoio e por permitirem a utilização dos equipamentos da empresa para as análises.

À Universidade Federal de Minas Gerais e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos pela oportunidade de realização do trabalho.

À FAPEMIG pelo apoio financeiro e pela concessão da bolsa de doutorado, que possibilitou a realização desta pesquisa.

A todos que contribuíram direta ou indiretamente para a concretização deste trabalho.

Muito Obrigada!!!

*Comece fazendo o que é necessário;
então, faça o que for possível;
e de repente você está fazendo o impossível”*

São Francisco de Assis

RESUMO

O desenvolvimento de filmes comestíveis à base de resíduos agroalimentares combinados com aditivos naturais é uma tecnologia promissora na indústria de alimentos. Assim, o objetivo deste estudo foi desenvolver filmes e revestimentos comestíveis à base de farinha da casca de banana Prata madura, amido de milho e extrato das folhas de nespereira (*Eriobotrya japonica*) e aplica-los em queijos muçarela. Primeiramente, a farinha da casca de banana foi caracterizada e apresentou alto teor de carboidratos e de fibra alimentar total, significativa quantidade de fenólicos totais com atividade antioxidante, boas propriedades tecnológicas e foi possível sugerir a presença de 26 substâncias por meio da espectrometria de massas por *paper spray* (EM-PS). Em seguida, foram desenvolvidos filmes com essa farinha, avaliando-se o efeito da concentração de amido de milho e do tempo de aquecimento sobre as propriedades físicas, mecânicas e de barreira. O aumento do teor de amido elevou espessura, resistência mecânica, módulo elástico e permeabilidade ao vapor de água dos filmes. O aumento no tempo de aquecimento reduziu luminosidade e aumentou intensidade da cor e taxa de alongamento dos filmes. Diante desses resultados, foi desenvolvido um filme padrão da farinha da casca de banana para ser caracterizado com e sem a adição do extrato das folhas de nespereira. Este extrato foi obtido avaliando-se a influência da desidratação das folhas, tipo de solvente e método de extração sobre o teor de fenólicos totais e as atividades antioxidante e antimicrobiana. Os extratos obtidos com as folhas desidratadas a 40 °C, com etanol e ultrassom possuíram as melhores propriedades e foi possível sugerir a presença de 49 diferentes compostos pela EM-PS. Dessa forma, esse extrato foi escolhido como aditivo a ser incorporado no filme padrão em duas concentrações (2 e 4%). A adição do extrato diminuiu resistência à tração, módulo elástico e permeabilidade ao vapor de água. Apenas no filme contendo 4% do extrato foi observada elevação da intensidade da cor, espessura, alongamento, taxa de deformação e solubilidade, enquanto que a resistência à perfuração diminuiu. Os filmes padrão e acrescentados do extrato foram pouco resistentes mas muito flexíveis em comparação ao filme de amido. Com isso, a formulação padrão e aquela contendo 4% do extrato foram aplicadas em queijos muçarela em pedaços por imersão e em fatias interfolhadas com os filmes, e armazenados a 4 °C durante 28 dias. Houve perda de peso durante o

armazenamento para todos os tratamentos. O pH aumentou e a acidez titulável reduziu em função do tempo de armazenamento para ambos os queijos. Os queijos submetidos ao revestimento ou ao filme apresentaram menor umidade que os queijos não tratados. A presença do extrato tornou os queijos menos claros e com coloração amarelada mais intensa. A dureza dos queijos não foi alterada. Conclui-se que o emprego desses filmes e revestimentos comestíveis tem potencial como um material alternativo para armazenamento e conservação de queijos.

Palavras-chave: Conservação. *Musa* spp. Nespereira. Propriedades dos filmes. Queijo. Resíduos agroalimentares.

ABSTRACT

The development of edible films based on agri-food residues combined with natural additives is a promising technology in the food industry. Thus, the aim of this study was to develop edible films and coatings based ripe banana peel flour, cornstarch and loquat leaves (*Eriobotrya japonica*) extract and apply them in mozzarella cheeses. First, banana peel flour was characterized and presented high carbohydrate content and total dietary fiber, significant amount of total phenolics with antioxidant activity, good technological properties and it was possible to suggest the presence of 26 substances by paper spray-mass spectrometry (PS-MS). Then, films with this flour were developed, evaluating the effect of cornstarch concentration and heating time on physical, mechanical and barrier properties. The increase in starch content increased thickness, mechanical strength, elastic modulus, and water vapor permeability of the films. The increase in heating time reduced lightness and increased color intensity and elongation rate of the film. In view of these results, a banana peel flour standard film was developed to be characterized with and without the addition of loquat leaf extract. This extract was obtained by evaluating the influence of leaf dehydration, solvent type and extraction method on total phenolic content and antioxidant and antimicrobial activities. The extracts obtained with the leaves dehydrated at 40 °C, with ethanol and ultrasound, had the best properties and it was possible to suggest the presence of 49 different compounds by PS-MS. This extract was chosen as an additive to be incorporated into the standard film in two concentrations (2 and 4%). The addition of the extract decreased tensile strength, elastic modulus and water vapor permeability. Only in the film containing 4% extract, an increase in color intensity, thickness, elongation, deformation rate and solubility was observed, while the puncture strength decreased. The standard and added extract films were less resistant, but more flexible compared to starch film. With this, the standard formulation and the one containing 4% extract were applied in mozzarella cheeses in pieces by immersion and in slices interleaved with the films, and stored at 4 °C for 28 days. There was weight loss during storage for all treatments. The pH increased and the titratable acidity decreased during storage for both cheeses. The cheeses submitted to coating or film presented lower humidity than controls. The presence of the extract made the cheeses less light and with yellowish color more intense. The hardness of the cheeses has not changed. It is

concluded that the use of these edible films and coatings has potential as an alternative material for storage and conservation of cheeses.

Keywords: Conservation. *Musa* spp. Loquat. Properties of films. Agri-food waste.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Representação esquemática da obtenção de filme pelo método de casting (A) e de cobertura por imersão da fruta na solução filmogênica (B).	39
Figura 2 - Fluxograma das etapas do trabalho experimental	65

Capítulo 1

Figura 1 - Espectro de infravermelho com transformada de Fourier da farinha da casca de banana Prata madura.....	78
Figura 2 - Representação dos espectros em modo positivo da 3-O-metilquercetina (m/z 317) (a) e em modo negativo do ácido málico (m/z 133) (b) presentes na farinha de casca de banana madura.....	81

Capítulo 2

Figura 1 - Etapas realizadas nos testes preliminares para a obtenção de filmes da farinha da casca de banana.	96
Figura 2 - Filme obtido a partir da farinha das cascas de banana.....	102
Figura 3 - Superfície de resposta e curva de contorno da espessura dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.....	105
Figura 4 - Aspectos colorimétricos dos filmes correspondentes aos 11 ensaios do planejamento experimental.	106
Figura 5 - Superfícies de resposta e curvas de contorno da luminosidade (A) e do croma (B) dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.	1078
Figura 6 - Superfície de resposta e curva de contorno da resistência à tração dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.....	110
Figura 7 - Superfície de resposta e curva de contorno da taxa de alongamento dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.	112
Figura 8 - Superfície de resposta e curva de contorno do módulo elástico dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.....	113
Figura 9 - Superfície de resposta e curva de contorno da resistência à perfuração dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.	115

Figura 10 - Superfície de resposta e curva de contorno da permeabilidade ao vapor de água dos filmes em função do tempo e da concentração de amido..... 117

Capítulo 3

Figura 1 - Cromatogramas dos fenólicos identificados no extrato obtido das folhas extraídas com metanol 50% por ultrassom (EFMU), a 320 nm 142

Figura 2 - Representação dos espectros de massas por Paper Spray 145

Capítulo 4

Figura 1 - Aspecto visual do FPCB (dentro da malha de nylon) antes e após 10 dias exposto ao solo 172

Figura 2 - Aspectos colorimétricos dos filmes 173

Figura 3 - Espectros no infravermelho com Transformada de Fourier das matérias-primas e dos filmes comestíveis..... 177

Figura 4 - Imagens da MEV da superfície e da seção transversal dos filmes 179

Capítulo 5

Figura 1 - Perda de peso (%) dos queijos em pedaços durante o armazenamento 194

Figura 2 - Perda de peso (%) dos queijos fatiados e interfolhados durante os dias de armazenamento 200

LISTA DE TABELAS

Capítulo 1

Tabela 1 - Propriedades físico-químicas e composição centesimal (em base seca, exceto umidade) da farinha da casca de banana Prata madura	75
Tabela 2 - Íons identificados na farinha da casca de banana por EM-PS em modo positivo	82
Tabela 3 - Íons identificados na farinha da casca de banana por EM-PS em modo negativo.....	83

Capítulo 2

Tabela 1 - Variáveis independentes e níveis empregados no delineamento composto central rotacional para obtenção dos filmes comestíveis	97
Tabela 2 - Matrix do delineamento composto central rotacional com valores reais das variáveis concentração de amido de milho e tempo de aquecimento	97
Tabela 3 - Valores de F significativos a 95% e coeficientes de determinação obtidos pela análise de variância para o modelo quadrático das propriedades avaliadas...	103
Tabela 4 - Espessura dos filmes da casca de banana	104
Tabela 5 - Parâmetros colorimétricos dos filmes da casca de banana.	106
Tabela 6 - Propriedades mecânicas dos filmes da casca de banana.....	109
Tabela 7 - Permeabilidade ao vapor de água dos filmes da casca de banana.	115
Tabela 8 - Solubilidade em água dos filmes da casca de banana.....	117
Tabela 9 - Comparação dos valores médios da composição centesimal, em base seca, entre a farinha da casca de banana madura e o filme referente ao ponto central...	119

Capítulo 3

Tabela 1 - Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante dos extratos hidroalcoólicos das folhas de nespereira processadas a diferentes temperaturas..	138
Tabela 2 - Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante nos extratos hidroalcoólicos de folhas de nespereira	139
Tabela 3 - Perfil de fenólicos ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ de extrato) nos extratos hidroalcoólicos das folhas de nespereira	141

Tabela 4 - Concentração inibitória mínima dos extratos hidroalcoólicos das folhas de <i>E. japonica</i> contra <i>Staphylococcus aureus</i> e <i>Escherichia coli</i>	143
Tabela 5 - Íons identificados no extrato das folhas de nespereira obtido com etanol 50% e ultrassom por EM-PS no modo de ionização positivo	146
Tabela 6 - Íons identificados no extrato das folhas de nespereira obtido com etanol 50% e ultrassom por EM-PS no modo de ionização negativo.....	147

Capítulo 4

Tabela 1 - Valores de pH das soluções filmogênicas.....	167
Tabela 2 - Espessura dos filmes.....	168
Tabela 3 - Permeabilidade ao vapor de água dos filmes	169
Tabela 4 - Solubilidade em água dos filmes.....	170
Tabela 5 - Biodegradabilidade dos filmes	171
Tabela 6 - Propriedades óticas dos filmes	172
Tabela 7 - Propriedades mecânicas dos filmes.....	174
Tabela 8 - Compostos fenólicos totais e atividades antioxidantes dos filmes	180

Capítulo 5

Tabela 1 - Características físico-químicas dos queijos em pedaços controle (PC), revestidos padrão (PRP) e revestido com extrato de folhas de nespereira (PRE) durante os dias de armazenamento	196
Tabela 2 - Características físico-químicas dos queijos fatiados sem filme (FSF), com filme comercial (FFC), com filme padrão da farinha da casca de banana (FFP), e com o filme contendo o extrato das folhas de nespereira (FFE) durante os dias de armazenamento	201

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	- Área da seção transversal
Abs	- Absorbância
ABTS	- 2,2-azino-bis (ácido 3-etilbenzotiazolina-6-sulfônico) sal diamônio
AL	- Taxa de alongamento à ruptura
ANOVA	- Análise de variância
AOAC	- Association of Official Analytical Chemists
ASTM	- American Society for Testing and Materials
AAT	- Atividade antioxidante total
°C	- Graus Celsius
c^*	- Croma
CI	- Capacidade de inchamento
CIM	- Concentração inibitória mínima
cm	- centímetro
CMH	- Caldo Muller-Hinton
CRA	- Capacidade de retenção de água
CRO	- Capacidade de retenção de óleo
d	- Distância
DCCR	- Delineamento composto central rotacional
DP	- Deformação à perfuração
DPPH	- 2,2-difenil-1-picril-hidrazil
EAG	- Equivalente de ácido gálico
EF40	- Extrato obtido das folhas desidratadas a 40 °C
EF60	- Extrato obtido das folhas desidratadas a 60 °C
EFEA	- Extrato obtido das folhas extraídas com etanol 50% por agitação
EFEU	- Extrato obtido das folhas extraídas com etanol 50% por ultrassom
EFF	- Extrato obtido das folhas frescas
EFMA	- Extrato obtido das folhas extraídas com metanol 50% por agitação
EFMU	- Extrato obtido das folhas extraídas com metanol 50% por agitação
EM-PS	- Espectrometria de massas por paper spray
ET	- Equivalentes de Trolox
FAS	- Fibra alimentar solúvel
FAI	- Fibra alimentar insolúvel
FCBP	- Farinha da casca de banana Prata
FPCB	- Filme padrão da farinha da casca de banana
FCB2	- Filme da farinha da casca de banana com 2% do extrato das folhas de nespereira

FCB4	- Filme da farinha da casca de banana com 4% do extrato das folhas de nespereira
FFC	- Queijo fatiado com filme comercial
FFE	- Queijo fatiado com filme contendo o extrato das folhas de nespereira
FFP	- Queijo fatiado com filme padrão da farinha de casca de banana
F_{max}	- Força máxima
FMI	- Future Market Insights
FRAP	- <i>Ferric Reducing Antioxidant Power</i>
FSF	- Queijo fatiado sem filme
g	- Grama
h	- Hora
h°	- Ângulo hue ou tonalidade da cor
L	- Linear
L^*	- Luminosidade
ME	- Módulo elástico
min	- Minutos
mL	- Mililitros
mm	- Milímetros
MPa	- Megapascal
MS/MS	- Massa/Massa
N	- Newton
n	- Número amostral
nm	- Nanômetros
ΔP	- Diferença de pressão de vapor
PC	- Queijo em pedaço controle
Pi	- Peso seco inicial
Pf	- Peso seco final
p/p	- Peso por peso
PRE	- Queijo em pedaço revestido com a solução filmogênica contendo o extrato das folhas de nespereira
PRP	- Queijo em pedaço revestido com a solução filmogênica padrão
p/t	- Perda de peso por unidade de tempo
p/v	- Peso por volume
PVA	- Permeabilidade ao vapor de água
Q	- Quadrático
r	- Raio
RP	- Resistência à perfuração
rpm	- Rotações por minuto
RT	- Resistência à tração

s	- Segundos
SA	- Solubilidade em água
SOPT	- Setor de Operações, Processos e Tecnologia
TPTZ	- 2,4,6-Tris(2-piridil)-s-triazina
UFC	- Unidade formadora de colônia
UPLC	- <i>Ultra-Performance Liquid Chromatography</i>
UR	- Umidade relativa
v/v	- Volume por volume

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	22
2	OBJETIVOS.....	24
	2.1 Objetivo geral.....	24
	2.2 Objetivos específicos.....	24
3	REVISÃO DE LITERATURA.....	25
	3.1 Banana.....	25
	3.2 Revestimentos e filmes comestíveis.....	29
	3.3 Queijos.....	44
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	47
	PARTE EXPERIMENTAL.....	65
	CAPÍTULO 1.....	66
	RESUMO.....	66
1.	INTRODUÇÃO.....	67
2.	MATERIAL E MÉTODOS.....	68
	2.1 Material.....	68
	2.2 Métodos.....	69
	2.3. Análise estatística.....	74
3.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	75
	3.1 Caracterização da farinha da casca de banana.....	75
	3.2 Compostos fenólicos.....	79
	3.3 Atividade antioxidante.....	80
	3.4 Perfil químico.....	81
4.	CONCLUSÃO.....	85
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	86
	CAPÍTULO 2.....	92
	RESUMO.....	92
1	INTRODUÇÃO.....	93
2	MATERIAL E MÉTODOS.....	94
	2.1 Material.....	94
	2.2 Métodos.....	95
	2.3 Análise estatística.....	101
3	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	101

3.1	Obtenção dos filmes comestíveis	101
3.2	Caracterização dos filmes comestíveis	102
4	CONCLUSÃO	121
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	121
	CAPÍTULO 3	129
	RESUMO	129
1.	INTRODUÇÃO	130
2.	MATERIAL E MÉTODOS	132
2.1	Material	132
2.2	Métodos	132
2.3	Análise estatística	137
3	RESULTADOS E DISCUSSÃO	137
3.1	Influência da desidratação	137
3.2	Efeito do solvente e dos métodos de extração	138
4	CONCLUSÃO	149
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	150
	CAPÍTULO 4	157
	RESUMO	157
1.	INTRODUÇÃO	158
2.	MATERIAL E MÉTODOS	159
2.1	Material	159
2.2	Métodos	160
2.3	Análise estatística	166
3.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	166
3.1	Obtenção dos filmes comestíveis	166
3.2	Caracterização dos filmes comestíveis	167
4.	CONCLUSÃO	180
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	181
	CAPÍTULO 5	187
	RESUMO	187
1.	INTRODUÇÃO	188
2.	MATERIAL E MÉTODOS	190
2.1.	Material	190
2.2.	Métodos	190
2.3.	Análise estatística	194

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	194
3.1. Queijos revestidos	194
3.2. Queijos fatiados e interfolhados.....	199
4. CONCLUSÃO	203
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	204

1 INTRODUÇÃO

Os alimentos perecíveis são tradicionalmente conservados por refrigeração, em embalagens produzidas a partir de derivados do petróleo e, muitas vezes, são adicionados conservantes sintéticos nesses produtos. A grande desvantagem dessas embalagens está relacionada com sua resistência à degradação, gerando sérios problemas ambientais (MA *et al.*, 2017; MUSCAT *et al.*, 2012). Contudo, o aumento da demanda por alimentos saudáveis, de qualidade e seguros, além da maior conscientização pela sustentabilidade e preservação ambiental, tem motivado a busca por novos métodos de conservação, incluindo combinações entre elas. Como exemplos, tem-se o uso de embalagem em atmosfera controlada ou modificada, esterilização por radiação gama, ultravioleta ou de feixe de elétrons, e utilização de filmes e revestimentos comestíveis (DEHGHANI; HOSSEINI; REGENSTEIN, 2018; HASSAN *et al.*, 2018; MA *et al.*, 2017).

O uso de filmes e revestimentos comestíveis é uma das formas mais econômicas de preservação, por empregar matérias-primas renováveis, abundantes na natureza, não poluentes e biodegradáveis, que muitas vezes são subprodutos agroalimentares provenientes do descarte doméstico ou das indústrias alimentícias (CAZÓN *et al.*, 2017; DEHGHANI; HOSSEINI; REGENSTEIN, 2018). Neste sentido, as cascas de banana podem ser um material adequado para a produção dos revestimentos, uma vez que o Brasil é um dos principais produtores de banana, e seu alto consumo gera grandes quantidades de cascas. Além disso, esses resíduos apresentam alto teor de fibras alimentares, polissacarídeos, substâncias fenólicas e cálcio (EMAGA *et al.*, 2007; PEREIRA; MARASCHIN, 2015, SILVA *et al.*, 2020c), que são substâncias importantes para a estabilidade e a conservação dos alimentos (RIBEIRO, 2005), para a produção de filmes comestíveis bem como para melhorar as propriedades dos filmes (REDDY; YANG, 2005).

Os filmes e revestimentos comestíveis são membranas finas que envolvem ou revestem o alimento, de modo a prolongar a vida útil e preservar as características do produto, além disso, podem ser consumidos juntamente com o alimento, desde que todos os componentes empregados na sua produção, como matriz polimérica, plastificante, solventes e aditivos, sejam de grau alimentício (DEHGHANI; HOSSEINI; REGENSTEIN, 2018; OTONI *et al.*, 2017). Esses materiais diferem um do outro na

forma de aplicação ao alimento. Os revestimentos, como suspensões ou emulsões, são formados diretamente na superfície do alimento por imersão, pulverização ou com uso de pincel, enquanto que os filmes são membranas pré-formadas separadamente do produto que depois são aplicadas na superfície dos alimentos ou seladas na forma de sachê ou sacola (OTONI *et al.*, 2017; PASCALL; LIN, 2013).

A adição de substâncias auxiliares na elaboração dos filmes e revestimentos comestíveis tem sido muito empregada com o objetivo de melhorar as características dos filmes e, ou fornecer propriedades funcionais (ADILAH *et al.*, 2018; CAETANO *et al.*, 2018; EÇA *et al.*, 2015; PIÑEROS-HERNANDEZ *et al.*, 2017). Desta maneira, a adição de antimicrobianos, antioxidantes, nutrientes e flavorizantes poderá contribuir para a extensão da vida útil, a manutenção da qualidade e da segurança, e a melhoria nas propriedades sensoriais dos alimentos embalados ou revestidos (ADILAH *et al.*, 2018; CAZÓN *et al.*, 2017; EÇA *et al.*, 2015).

Os extratos vegetais, por conter compostos bioativos, podem contribuir para a funcionalidade dos filmes e revestimentos (DURAN *et al.*, 2016; EÇA *et al.*, 2015; ZHANG *et al.*, 2020). Os extratos da nespereira (*Eriobotrya japonica*) apresentam elevados teores de substâncias com atividades antioxidante e antimicrobiana (AZIZ *et al.*, 2017; CHEN *et al.*, 2017b), por isso, são potenciais matérias-primas para o desenvolvimento e, ou conservação de produtos alimentícios. Podem, inclusive, serem empregados como aditivos na elaboração dos filmes e revestimentos comestíveis.

Neste contexto, criar opções de aproveitamento de resíduos agroalimentares e, ao mesmo tempo, desenvolver tecnologias que ampliam a vida útil dos alimentos perecíveis podem representar uma grande vantagem econômica para as indústrias alimentícias (HASSAN *et al.*, 2018). A utilização de resíduos agroalimentares como revestimento ou filme em queijos pode ser uma boa alternativa para aumentar a vida útil do produto. O queijo é consumido mundialmente e, para garantir a segurança alimentar e a conservação das suas características, o uso de embalagens é importante, principalmente se for sustentável.

Portanto, a casca de banana, por ser um resíduo agroalimentar, de baixo custo, acessível e disponível, é uma alternativa inovadora e econômica para a obtenção de farinhas a serem utilizadas tanto para enriquecer nutricionalmente o alimento quanto no desenvolvimento de filmes e revestimentos comestíveis a serem empregados como embalagens ativas e funcionais (SILVA *et al.*, 2020a,b,c).

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Elaborar, caracterizar e aplicar em queijos os filmes e revestimentos comestíveis preparados com a farinha da casca de banana Prata (*Musa acuminata* x *Musa balbisiana*, AAB) contendo extrato das folhas de *Eriobotrya japonica* Lindl.

2.2 Objetivos específicos

- Produzir e caracterizar a farinha obtida a partir de cascas de banana Prata em estágio 7 de maturação;
- Elaborar filmes comestíveis a partir da farinha das cascas de banana;
- Caracterizar os filmes obtidos quanto às propriedades físicas, de barreira e mecânicas;
- Determinar a composição centesimal dos filmes preparados nas condições médias empregadas no delineamento experimental;
- Preparar e caracterizar extratos hidroalcoólicos das folhas de nespereira quanto ao teor e perfil de compostos fenólicos, às atividades antioxidante e antimicrobiana e ao perfil químico;
- Elaborar e caracterizar os filmes comestíveis da farinha de casca de banana contendo o extrato das folhas de nespereira selecionado;
- Aplicar os filmes e revestimentos comestíveis em queijos muçarela fatiados e em pedaços, respectivamente;
- Avaliar a vida útil dos queijos armazenados a 4 °C durante 28 dias, divididos em cinco tempos.

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Banana

A banana é uma das frutas mais produzidas e consumidas mundialmente (ANDRADE, 2020). No Brasil, sua produção em 2019 foi de 7,1 milhões de toneladas (IBGE, 2019).

As bananas são frutos climatérios, ou seja, o amadurecimento é acompanhado de elevada taxa respiratória e produção de etileno (AURORE; PARFAIT; FAHRASMANE, 2009). De acordo com a escala de cor de *Von Loesecke*, há 7 estágios de amadurecimento da banana, caracterizados pela cor da casca, de totalmente verde (estágio 1) até amarelo com manchas marrom (estágio 7) (GOMES; VIEIRA; LETA, 2013). Nos estágios de 1 a 3, a banana é considerada verde, com consistência mais dura, sabor adstringente e com alto teor de amido, não sendo ainda consumível *in natura*, mas tem sido utilizada na produção de farinha, amido e chips (LIMA; SILVA; FERREIRA, 2012).

A banana verde apresenta alto conteúdo de amido, geralmente 20 a 25% do peso fresco da polpa do fruto verde, mas durante o seu amadurecimento ocorre a hidrólise desse amido e aumento da concentração de açúcares. Na banana madura, o teor de amido é apenas 1 a 2%, podendo variar com o tipo de cultivar (MOTA; LAJOLO; CORDENUNSI, 1997).

Esta fruta contém cerca de 70% de água, é rica em potássio (264 a 387 mg.100 g⁻¹), vitaminas C (5,9 a 21,6 mg.100 g⁻¹), B6 (0,03 a 0,17 mg.100 g⁻¹) e B1 (0,03 a 0,09 mg.100 g⁻¹). Possui magnésio (24 a 30 mg.100 g⁻¹), fósforo (16 a 29 mg.100 g⁻¹), cálcio (3 a 8 mg.100 g⁻¹), ferro (0,2 a 0,4 mg.100 g⁻¹) e cobre (0,05 a 0,11 mg.100 g⁻¹); fibra alimentar (1,5 – 5,8 g.100⁻¹ g); carboidratos (20,3 a 33,7 g.100⁻¹ g); proteínas (1,1 a 1,8 g.100⁻¹ g), e baixos teores de lipídeos (0,1 a 0,2 g.100⁻¹ g) e de valor calórico (78 a 128 kcal.100 g⁻¹). Estas variações na composição nutricional são devidas aos tipos de variedades (TACO, 2011).

A bananeira é uma planta perene, de colheita única, da família Musaceae e gênero *Musa* sp (PADAM *et al.*, 2014). É constituída de rizoma, pseudocaule, bainha foliar, folhas, engaço e raque, cacho e coração (ou “umbigo”). Cada pseudocaule origina um cacho de bananas, sendo substituído por outro pseudocaule formado a

partir do rizoma, após a colheita dos frutos (TOCK *et al.*, 2010). Esta planta é uma das árvores frutíferas de grande importância social e econômica no Brasil, presente em todo o território nacional e cultivada, sobretudo, por agricultores familiares de pequeno porte (EMBRAPA, 2016).

O crescimento e a produção da banana são afetados pelas condições climáticas como temperatura, incidência de luz, precipitação pluviométrica, umidade relativa e velocidade do ar (DINIZ *et al.*, 2014).

Há uma grande variedade de espécies e cultivares da planta, podendo ser agrupadas em quatro subgrupos principais: Prata (AAB), Maçã (AAB), Cavendish (nanica ou caturra - AAA) e Terra (AAB), os quais têm uma ou mais cultivares. Esses tipos foram originados das espécies *Musa acuminata* Colla (AA) e *Musa balbisiana* Colla (BB) que sofreram mutações durante o processo evolutivo dando origem a diferentes bananeiras (EMBRAPA, 2014; LIMA; SILVA; FERREIRA, 2012).

No Brasil, as variedades mais consumidas internamente são Prata, Prata-Anã, Pacovan, Maçã, Terra, Mysore e D'Angola (todas do grupo AAB), enquanto que aquelas do grupo AAA (Nanica, Nanicão e Grande Naine) são geralmente exportadas (SILVA; SANTOS-SEREJO; CORDEIRO, 2004).

Os frutos do subgrupo Prata, que foram escolhidos para serem empregados neste estudo, são “praticamente retos e apresentam seção transversal pentagonal, extremidades bem pronunciadas, pontiagudas e sem restos florais, casca de espessura média, cor amarela quando maduros, polpa creme a rósea pálida e sabor ligeiramente ácido” (LIMA; SILVA; FERREIRA, 2012). Essa cultivar foi trazida pelos portugueses e, devido ao seu sabor, têm a preferência da maioria dos brasileiros (SILVA; SANTOS-SEREJO; CORDEIRO, 2004).

Devido ao sabor agradável, textura macia, praticidade para consumir e alta disponibilidade, a banana é muito utilizada tanto no consumo *in natura* quanto no preparo de diversos alimentos, como sobremesas, banana desidratada, essências, farinhas, flocos, granulados, geleias, néctares, purês, sucos, vinagre e vinhos (EMBRAPA, 2014). Contudo, para estas aplicações são usadas, geralmente, apenas a polpa, restando a casca, tanto no ambiente doméstico quanto no industrial, com consequente descarte no meio ambiente.

3.1.1 Resíduos da cultura da banana

A cultura da banana produz uma quantidade grande de resíduos orgânicos, que incluem o pseudocaule, folhas, engaço e raques. Após a colheita da banana, o pseudocaule e as folhas são cortados e, geralmente, espalhados sobre o terreno para a compostagem do solo. Entretanto, essa prática libera gases metano e dióxido de carbono formados pela degradação das matérias orgânicas por bactérias específicas encontradas na natureza, podendo causar problemas ambientais (DINIZ *et al.*, 2014). Estima-se que para cada tonelada de banana produzida são gerados três toneladas de pseudocaule, 480 kg de folhas, 160 kg de engaços e 440 kg de cascas, por isso, a utilização destes resíduos para outros fins seria uma maneira de reduzir estes materiais das lavouras (FRANÇA, 2013; SOUZA *et al.*, 2010).

Os restos florais podem ser fontes de fungos que causam podridões no fruto na pós-colheita, por isso, são removidos da bananeira no estágio em que se soltam com maior facilidade, com as flores ainda túrgidas. O coração também é retirado para acelerar o desenvolvimento dos frutos, aumentar o comprimento dos últimos frutos e o peso do cacho, além de reduzir o ataque de insetos (EMBRAPA, 2016).

A parte mais utilizada e consumida é a polpa do fruto, que corresponde a 12% da planta, o restante é considerado resíduo (ZULUAGA *et al.*, 2007). Contudo, essas outras partes têm sido usadas na medicina tradicional da América, Ásia, Oceania e África (TSAMO *et al.*, 2015). Pereira e Maraschin (2015) relataram algumas aplicações medicinais das partes da bananeira, como exemplos, tem-se o uso da casca da banana como compressa sobre feridas para reduzir a dor ou inchaço; o suco de pseudocaule serve para tratamento da diarreia e de aftas em crianças, bem como para lavar úlceras; a infusão das flores é indicada para problemas oculares enquanto o xarope de flores é usado para tratar problemas pulmonares. Outras aplicações citadas por esses autores são para o tratamento de inflamação, reumatismo, gripe, diabetes, hipertensão, tosse e bronquite.

Os resíduos também são utilizados para outros fins, como na culinária (TOCK *et al.*, 2010) e como biomassa para biorrefinaria (PEREIRA *et al.*, 2014).

A casca de banana corresponde a 30 - 40% do peso do fruto (ALKARKHI *et al.*, 2011; ARUN *et al.*, 2015), sendo o resíduo mais citado na literatura para diversas aplicações, além de ser a matéria-prima empregada neste estudo, por isso, terá maior destaque nesta revisão.

3.1.2 Cascas de banana

As cascas de banana são, geralmente, descartadas e também usadas na alimentação animal ou como fertilizante orgânico (PEREIRA; MARASCHIN, 2015). No entanto, apresentam nutrientes (vitaminas, minerais e fibras alimentares), muitas vezes, em maior proporção do que na polpa, por isso, é interessante considerá-las como fontes alternativas de alimento ou como ingredientes para obtenção de preparações processadas (GONDIM *et al.*, 2005).

Há grande variabilidade dos constituintes da casca de banana que depende do estágio de maturação e tipo de cultivar, além também de outros fatores como tipo de solo, irrigação e época do ano (ANGELIS-PEREIRA *et al.*, 2013; CASTILHO; ALCANTARA; CLEMENTE, 2014; EMAGA *et al.*, 2007; JUNG *et al.*, 2019). Vu, Scarlett e Vuong (2019) verificaram que as cascas de banana Cavendish nos estágios 5 a 7 de maturação possuíam níveis mais altos de carotenoides, flavonoides e de atividade antioxidante do que as de menor grau de amadurecimento.

A casca é constituída também de carotenoides (beta e alfa-caroteno, luteína, zeaxantina e beta-criptoxantina), compostos fenólicos, enzimas e amins biogênicas, além de apresentar propriedades antioxidantes e antimicrobianas (ANJUM; SUNDARAM; RAI, 2014; KAMEL; ABD-EL-MESSIEH; SALEH, 2017; JUNG *et al.*, 2019; PEREIRA; MARASCHIN, 2015; TSAMO *et al.*, 2015). Devido à presença de agentes antioxidantes e antimicrobianos, as cascas são utilizadas em formulações fitoterapêuticas no tratamento de lesões de pele, como alergias, hematomas, verrugas, acne e irritação por picada de insetos (KAMEL; ABD-EL-MESSIEH; SALEH, 2017).

Kamel, Abd-El-Messieh e Saleh (2017) utilizaram as cascas de banana na forma de pó (0, 2, 5 e 10% p/v) em combinação com uma solução de quitosana para produzir membranas com a função de curativo e verificaram que estas formulações apresentaram atividade antimicrobiana contra bactérias Gram-positivas, Gram-negativas e leveduras.

A casca de banana, por ser uma boa fonte de pectina, fibras alimentares e antioxidantes, além de não ser considerada tóxica para humanos, pode ser utilizada como ingredientes de alimentos funcionais, na substituição parcial da farinha de trigo em biscoitos (ANJUM; SUNDARAM; RAI, 2014) e na produção de geleias (LEE *et al.*, 2010). Conforme citado por Anjum, Sundaram e Rai (2014), as cascas contêm

enzimas, como oxalato oxidase, que geram espécies oxigênio ativas tendo, portanto, potencial para degradar sais oxalatos, os quais causam as pedras renais. Outra ação descrita por esses autores é que a casca de banana contém antioxidantes que podem reduzir a rancificação de óleos vegetais.

Existem vários estudos sobre a utilização da casca de banana para desenvolver produtos de maior valor agregado, como os adsorventes de baixo custo (ANWAR *et al.*, 2010; KELLY-VARGAS *et al.*, 2012; MEMON *et al.*, 2009; MOHAMMED; IBRAHIM, 2016; OYEWO; ONYANGO; WOLKERSDORFER, 2016) e na bioconversão a bioetanol (TANVI; GAURAV, 2016).

Muitas aplicações dos resíduos de banana estão em estudo, como no desenvolvimento de novos alimentos para humanos e de ração animal; na obtenção de biocombustíveis líquidos e biogás; e na produção de adsorventes de baixo custo, algumas mais promissoras e viáveis do que outras. Contudo, mais pesquisas ainda precisam ser realizadas para se chegar a produtos alternativos mais eficazes, não poluentes e sem desperdício, e destinados a novas aplicações.

3.2 Revestimentos e filmes comestíveis

Para manter os alimentos perecíveis com qualidade e seguros, é necessário usar métodos de conservação, sozinhos ou combinados, como refrigeração, atmosfera controlada e, ou modificada, radiação gama ou ultravioleta, e filmes e revestimentos comestíveis (DEHGHANI; HOSSEINI; REGENSTEIN, 2018).

Técnicas de preservação de vegetais com revestimentos de proteção estão em uso desde o século XII na China, mas foi em 1922 a primeira aplicação comercial de ceras em alimentos como parte do tratamento pós-colheita (CPMA, 2014). Nas décadas seguintes, ainda havia pouca aplicação desses revestimentos. Mas em 1996, já existiam 600 empresas fornecedoras de alimentos revestidos (EMBUSCADO; HUBER, 2009). Segundo o *Future Market Insights* (FMI), o mercado mundial de filmes e revestimentos comestíveis atingirá 3,3 bilhões de dólares em 2027 (FMI, 2017).

Nas últimas décadas, diversos tipos de revestimentos e filmes comestíveis têm sido testados para aumentar a vida útil de alimentos perecíveis, contribuindo para a preservação da textura e do valor nutricional, reduzindo as trocas gasosas e a perda ou ganho excessivo de água, além de poder prevenir a contaminação microbiana

(ASSIS; BRITTO, 2014). Por meio da permeabilidade seletiva ao O₂ e CO₂, podem reduzir a taxa de respiração dos vegetais. Com isso, ocorre a diminuição do metabolismo, beneficiando o aumento da vida útil do produto e a manutenção da qualidade por um maior período de tempo (GARCIA, 2009). Não necessariamente os filmes surgiram para substituir completamente os materiais de embalagem convencionais, mas eles podem melhorar a conservação do alimento bem como reduzir a utilização dos polímeros sintéticos derivados de petróleo (KROCHTA; DE MULDER-JOHNSTON, 1997; OTONI *et al.*, 2017).

Os revestimentos e filmes comestíveis são diferentes entre si na forma de obtenção e de aplicação ao alimento. Os revestimentos ou coberturas comestíveis são uma suspensão ou emulsão, de viscosidade variada, que é aplicada por imersão, pulverização ou com uso de pincel na superfície do alimento que, depois de seco sobre o produto, torna-se um filme. Já um filme comestível é uma membrana delgada que é pré-formada separada do alimento, por exemplo, por espalhar uma solução filmogênica em um suporte (técnica denominada “*casting*”) até a secagem e a formação do filme (espessura entre 50 e 250 µm) que, em seguida, é aplicado sobre o alimento, envolvendo-o ou na forma de sachês ou sacos (PASCALL; LIN, 2013; SOUZA *et al.*, 2010).

Os revestimentos e filmes são membranas delgadas, que devem ser invisíveis e ter aderência suficiente para não serem removidos no manuseio, além disso, não podem causar alterações nas propriedades organolépticas. Apresentam diversas características estruturais, que são dependentes da formulação da solução filmogênica (ASSIS; BRITTO, 2014). São aplicados ou formados sobre a superfície do alimento, tendo como principais vantagens serem consumidos juntamente com o produto, terem custo baixo de produção e também podem contribuir para a redução do impacto ambiental, uma vez que são biodegradáveis (ALVAREZ-PÉREZ *et al.*, 2015; SHIT; SHAH, 2014).

O termo “comestível” implica nos compostos usados na elaboração desses materiais serem GRAS (*generally recognized as safe*), ou seja, substâncias geralmente reconhecidas como seguras pelo *Food and Drug Administration* (FDA) (COSTA, 2009; ASSIS; BRITTO, 2014). Desta forma, podem ser considerados parte do produto final (HAN; GENNADIOS, 2005).

As principais finalidades de aplicação de filmes e coberturas em alimentos frescos, após a colheita, são:

- Formar barreira na superfície do produto de modo a reduzir a perda de umidade e, conseqüentemente, a perda de peso e as alterações em sabor, textura e aparência;
- Formar barreira para controlar a troca de oxigênio, gás carbônico, etileno e compostos voláteis entre o alimento e o ambiente, de modo a reduzir a taxa respiratória e a oxidação enzimática, retardando o escurecimento e o amolecimento, bem como evitar a perda de sabor e da cor, e a contaminação por odores indesejáveis;
- Formar barreira contra a contaminação por microrganismos;
- Fornecer proteção ao alimento contra danos físicos;
- Fornecer ao alimento compostos com propriedades bioativas como antioxidantes, agentes antimicrobianos, vitaminas e outros nutrientes, a fim de melhorar a qualidade, estabilidade, segurança e funcionalidade (LIN; ZHAO, 2007; RAGHAV; AGARWAL; SAINI, 2016; SOUZA *et al.*, 2010).

Para exercerem essas ações, a escolha do material é um fator muito importante na produção dos filmes e revestimentos, e devem ser, preferencialmente, obtidos a partir de fontes naturais renováveis (CAZÓN *et al.*, 2017).

3.2.1 Matérias-primas empregadas na formação de revestimentos e filmes comestíveis.

As matérias-primas utilizadas na obtenção de filmes e revestimentos devem ser abundantes, de baixo custo e renováveis (CAZÓN *et al.*, 2017). Vários tipos de polímeros naturais de origem animal ou vegetal, como polissacarídeos, lipídeos e proteínas, sozinhos ou combinados, têm sido empregados na formação desses materiais, sendo que cada um apresenta vantagens e desvantagens (ALVAREZ-PÉREZ *et al.*, 2015; ASSIS; BRITTO, 2014). A escolha do material depende da solubilidade em água, da natureza hidrofílica ou hidrofóbica e das propriedades sensoriais (LIN; ZHAO, 2007).

Os polímeros hidrofílicos possuem grupos amino, hidroxila e carboxila que favorecem a interação com a água. Os materiais hidrofóbicos possuem grupos alquilas e aromáticos que se aglomeram quando em contato com a água, assim, são insolúveis em água e solúveis em solventes apolares (ASSIS; BRITTO, 2014).

Os polissacarídeos conferem viscosidade à solução filmogênica devido à formação de um gel e à evaporação do solvente (ALVAREZ-PÉREZ *et al.*, 2015). Por serem hidrofílicos, os filmes e revestimentos polissacarídicos apresentam baixa capacidade de formação de barreira ao vapor de água, mas formam boa barreira aos gases devido à sua estrutura de rede ordenada por ligação de hidrogênio (BONILLA *et al.*, 2012; RAGHAV; AGARWAL; SAINI, 2016). Ademais, são incolores, apresentam baixo valor calórico e não conferem aspecto oleoso, podendo ser aplicados em vegetais, carnes e peixes (HASSAN *et al.*, 2018). Os mais utilizados na elaboração de filmes e revestimentos são: amido de diferentes fontes, fécula de mandioca, pectina, gomas, celulose e seus derivados, quitosana, carragena e alginato (ASSIS; BRITTO, 2014; LIMA *et al.*, 2017; LUVIELMO; LAMA, 2012; RAGHAV; AGARWAL; SAINI, 2016).

O amido é muito utilizado na produção de filmes e revestimentos (ORIANI *et al.*, 2014; PIÑEROS-HERNANDEZ *et al.*, 2017). Para a formação da solução filmogênica, ocorre a gelatinização dos grânulos em meio aquoso. Em seguida, para obtenção do filme, dois processos podem ser empregados. No processo úmido, após a gelatinização, a água é evaporada formando-se o filme. No processo seco, o amido gelatinizado é aquecido acima da sua temperatura de transição vítrea em meio com pouca quantidade de água (CAZÓN *et al.*, 2017). Os filmes e revestimentos obtidos são caracterizados como incolores, inodoros e insípidos, além de conferir boa barreira a gases. Contudo, são solúveis em água e apresentam baixa barreira ao vapor de água (HASSAN *et al.*, 2018).

Filmes de amido apresentam propriedades mecânicas insuficientes, com baixa taxa de alongamento, o que os tornam frágeis. Essa característica é devida às regiões amorfas formadas pela amilose. Para melhorar a flexibilidade e a extensibilidade, deve-se adicionar plastificantes e, ou associar o amido com outros polímeros (CAZÓN *et al.*, 2017).

A pectina está presente na parede celular de cascas de frutas, principalmente das cítricas e maçã (CAZÓN *et al.*, 2017), mas também na casca de banana (EMAGA *et al.*, 2008; OLIVEIRA *et al.*, 2016). Devido a sua propriedade de gelificação, a pectina tem sido empregada na formação de filmes e revestimentos (AYALA-ZAVALA *et al.*, 2013; EÇA *et al.*, 2015) com boa barreira aos gases, porém, baixa permeabilidade ao vapor de água (CAZÓN *et al.*, 2017; GUTIERREZ-PACHECO *et al.*, 2016).

As gomas também têm sido utilizadas na produção de filmes e revestimentos comestíveis (BORGES *et al.*, 2013; DEHGHANI; HOSSEINI; REGENSTEIN, 2018; LIMA *et al.*, 2017). Essas substâncias, ao solubilizarem em água, formam micelas estáveis devido às ligações de hidrogênio intermoleculares, que propiciam a formação do filme e revestimento (AZEREDO, 2012).

Filmes comestíveis à base de proteínas também são hidrofílicos e apresentam boas propriedades mecânica e de barreira ao oxigênio e ao aroma (PASCALL; LIN; 2013; RAGHAV; AGARWAL; SAINI, 2016). As proteínas usadas são caseína bovina, proteínas de soro e de soja, zeína, glúten, albumina de ovo, colágeno e gelatina (LUVIELMO; LAMA, 2012; RAGHAV; AGARWAL; SAINI, 2016).

Estimativa do mercado mundial, para o período de 2017 – 2027, prevê que os filmes e revestimentos proteicos terão grande aplicação no mercado mundial devido sua importância nas indústrias alimentícias e farmacêuticas. Em relação àqueles à base de polissacarídeos, são necessárias melhorias tecnológicas e de preço para conquistarem o mercado. Contudo, filmes e revestimentos comestíveis produzidos com proteínas e carboidratos serão uma alternativa para a redução do consumo de embalagens provenientes de combustíveis fósseis (FMI, 2017).

Os lipídeos conferem aos revestimentos e filmes uma aparência brilhante e baixa polaridade, ou seja, boa propriedade de barreira à umidade. Porém, apresentam propriedades mecânicas reduzidas devido à natureza hidrofóbica. Dentre as substâncias empregadas na elaboração estão as ceras de abelha e de carnaúba, parafina, resinas e óleos vegetal e mineral, ácidos graxos, e glicerídeos acetilados (LUVIELMO; LAMA, 2012; PASCALL; LIN; 2013; RAGHAV; AGARWAL; SAINI, 2016).

A adição de plastificantes, antioxidantes, antimicrobianos, prebióticos, pigmentos e fibras tem sido utilizada em formulações a fim de gerar maior eficiência (ALEMDAR; SAIN, 2008; ASSIS; BRITTO, 2014; MIRA; CARVALHO FILHO; VIOLA, 2015). Esses interagem aos grupos funcionais de dentro da matriz polimérica e exercem sua função sobre o alimento revestido (PASCALL; LIN; 2013).

Os plastificantes reduzem as forças intermoleculares entre as cadeias poliméricas adjacentes, aumentando a mobilidade dessas cadeias e reduzindo a viscosidade, a densidade e a dureza do polímero, com isso, aumentam a flexibilidade, a extensibilidade dos filmes e a resistência à fratura (CAZÓN *et al.*, 2017; VEIRA *et al.*, 2011). Contudo, elevam a hidrofiliabilidade e a permeabilidade ao vapor de água, o

que pode ser uma desvantagem para revestimentos em vegetais que desidratam facilmente (GONTARD; GUILBERT; CUQ, 1993; ORIANI, 2013).

Água, poliois, sacarose, monoglicerídeos, propilenoglicol e polietilenoglicol são plastificantes (RAGHAV; AGARWAL; SAINI, 2016), sendo glicerol e sorbitol os mais utilizados na elaboração de filmes e revestimentos à base de polissacarídeos e de proteínas, conferindo homogeneidade sem apresentar fraturas ou rupturas após a secagem. Geralmente, são adicionados entre 10 e 60 g.100 g⁻¹ do polímero. Entretanto, podem apresentar efeito antiplastificante, dependendo da concentração em que são empregados, causando redução da flexibilidade e da hidrofiliidade (GONTARD; GUILBERT; CUQ, 1993; SHIMAZU; MALI; GROSSMANN, 2007).

Shimazu, Mali e Grossmann (2007) avaliaram diferentes concentrações de glicerol ou sorbitol (5 a 40 g.100 g⁻¹ de amido) em filmes de amido de mandioca. Os autores observaram que concentrações menores que 15 g.100 g⁻¹ de amido, sob baixos valores de atividade de água ($\leq 0,58$), causaram efeito antiplastificante, ou seja, os filmes tiveram menor flexibilidade e hidrofiliidade. Isso ocorre porque, mesmo interagindo com a matriz polimérica, baixas concentrações não são suficientes para aumentar a mobilidade molecular. Ademais, o glicerol foi mais eficaz que o sorbitol por formar filmes mais flexíveis.

A adição de antioxidantes visa o aumento da estabilidade, a proteção contra rancificação oxidativa e a manutenção da cor e do valor nutricional do alimento. Os ácidos cítrico, sórbico e ascórbico, α -tocoferol e compostos fenólicos são exemplos de antioxidantes adicionados (COSTA, 2009; LIN; ZHAO, 2007; SOUZA *et al.*, 2017).

O interesse cada vez maior por alimentos saudáveis e seguros, livres de aditivos sintéticos, tem incentivado pesquisadores a buscar agentes antimicrobianos de fontes naturais (ALOUJ; KHWALDIA, 2016; VALDÉS *et al.*, 2017). Dentre eles, tem-se os extratos e óleos essenciais derivados de plantas, que apresentam boas propriedades antioxidantes e antimicrobianas (BUSTOS; ALBERTI; MATIACEVICH, 2016). Ademais, outros agentes antimicrobianos também podem ser adicionados em formulações filmogênicas, como ácidos orgânicos, nisina, natamicina, enzimas (lisozima e lactoferrina) e quitosana (VALDÉS *et al.*, 2017).

Várias plantas, como a azevinho paraguaio (*Ilex paraguariensis*), da qual é produzida a erva-mate, têm propriedades antioxidantes, por isso, têm sido incorporadas em formulações filmogênicas comestíveis (PLUTA-KUBICA *et al.*, 2020). A nespereira (*Eriobotrya japonica* Lindl.) é uma planta rica em compostos bioativos

com atividades antioxidante e antimicrobiana (AZIZ *et al.*, 2017; DELFANIAN; KENARI; SAHARI, 2015), por isso, seus extratos são potenciais ingredientes para o desenvolvimento de filmes e revestimentos comestíveis. Diante disso, agentes antimicrobianos naturais provenientes de extratos de plantas podem substituir os conservantes sintéticos, uma vez que estes podem ser tóxicos para humanos e para o meio ambiente (DEL TORO-SÁNCHEZ *et al.*, 2010).

Diversas combinações de polímeros e outras substâncias no preparo dos filmes e revestimentos foram avaliadas, como amido de milho, gelatina e glicerol ou sorbitol (FAKHOURI *et al.*, 2015); nanopartículas de quitosana, purê de banana, glicerol e pectina (MARTELLI *et al.*, 2013); quitosana, extrato de cogumelos e glicerol (KOC *et al.*, 2020); isolado proteico de soja, glicerol e extrato de amêndoa de manga (MARYAM ADILAH; JAMILAH; NUR HANANI, 2018); pectina, glicerol, cloreto de cálcio e extratos de frutas (EÇA *et al.*, 2015); cera de abelha, sorbitol e amido de tapioca (PÉREZ-GALLARDO *et al.*, 2015); amido de banana verde, quitosana e sorbitol (PINZON *et al.*, 2020); alginato, microcápsulas de óleo de erva-cidreira, sorbitol e carbonato de cálcio (BUSTOS; ALBERTI; MATIACEVICH, 2016); exopolissacarídeos de microalgas, extrato de algas vermelhas, glicerol e óleo de girassol (BALTI *et al.*, 2020). As misturas de compostos traz vantagens na obtenção de filmes e revestimentos com melhores propriedades devido às diferentes características de cada classe polimérica (LUVIELMO; LAMA, 2012), além de servirem como veículos para diversos nutrientes essenciais (HASSAN *et al.*, 2018). Por isso, tem-se usado também frutas, legumes e hortaliças, na forma de farinha, purês, sucos ou extratos, como ingredientes principais na obtenção desses materiais (EÇA *et al.*, 2015; OTONI *et al.*, 2017; PELISSARI *et al.*, 2013).

As farinhas, como de arroz, banana verde e achira são fontes naturais de amido, carboidratos, proteínas e lipídios e, por isso, têm sido utilizadas como matéria-prima para a preparação de filmes, visando a melhora das propriedades mecânicas e de barreira (ANDRADE-MAHECHA; TAPIA-BLÁCIDO; MENEGALLI, 2012; ORSUWAN; SOTHORNVIT, 2018; PELISSARI *et al.*, 2013; RODRÍGUEZ-MARÍN *et al.*, 2013).

Os principais problemas da indústria de processamento de frutas e hortaliças são a grande geração de resíduos e o curto prazo de validade (ALVAREZ-PÉREZ *et al.*, 2015), por isso, criar alternativas de aproveitamento desses resíduos e, ao mesmo tempo, desenvolver materiais de embalagens que ampliam a vida útil dos alimentos

frescos são de grande relevância social e econômica. Portanto, é interessante utilizar resíduos agroalimentares, que são materiais de baixo custo e disponíveis em grande quantidade, na formação de revestimentos e filmes comestíveis a serem aplicados em produtos perecíveis a fim de aumentar a sua validade.

Chen *et al.* (2012) utilizaram casca de batata para obter nanocristais de celulose que foram adicionados em filmes de amido de batata e de álcool polivinílico, visando a melhora das propriedades de barreira. Cascas de banana verde foram empregadas por Pelissari *et al.* (2017) para obtenção de nanofibras de celulose e por Tak e Jain (2019), ambos para a produção de filmes comestíveis. Enquanto que cascas maduras foram utilizadas para preparação de extratos etanólicos para incorporação em filmes de quitosana (ZHANG; LI; JIANG, 2020). A polpa de banana verde (ORSUWAN; SOTHORNVIT, 2018; PELISSARI *et al.*, 2013; PITAK; RAKSHIT, 2011; PINZON *et al.*, 2020; RODRÍGUEZ-MARÍN *et al.*, 2013; SARTORI; MENEGALLI, 2016) ou madura (MARTELLI *et al.*, 2013), bem como o amido de banana verde (PELISSARI *et al.*, 2013; SARTORI; MENEGALLI, 2016) também já foram estudados para o mesmo fim.

3.2.2 *Eriobotrya japonica*

A nespereira (*Eriobotrya japonica* Lindl.) é uma árvore frutífera da família Rosaceae, originária da China, e cultivada nos países asiáticos, em alguns países europeus e no Brasil (LIU *et al.*, 2016). Seus frutos, conhecidos por ameixa-amarela ou nêspereira, são consumidos na forma fresca ou como geleias, compotas e xaropes (BAE *et al.*, 2010). Diversas partes da planta têm sido utilizadas na medicina popular chinesa por milhares de anos para tratamento de diabetes, tosse, bronquite, inflamação e câncer (LIU *et al.*, 2016; TAN; SONAM; SHIMIZU, 2017).

Estudos realizados verificaram que os extratos das folhas da nespereira contêm flavonoides, taninos, triterpenos, sesquiterpenos e glicosídeos megastigmanos (MOKDAD-BZEOUICH *et al.*, 2015) e das flores há alto teor de fenólicos e triterpenos. Nas sementes há taninos, proteínas, amido e minerais. Enquanto que as frutas são ricas em açúcar, vitaminas, carotenoides, flavonoides, ácidos orgânicos e fenólicos (FU *et al.*, 2012; ZHANG *et al.*, 2015). O extrato do caule possui carboidratos, terpenos, taninos e flavonoides (RASHED; BUTNARIU, 2014).

Chen *et al.* (2017a) empregaram a cromatografia líquida acoplada ao espectrômetro de massa para investigar a composição química das folhas de nespereira e verificaram que os principais compostos são os ácidos fenólicos e alguns dímeros e trímeros de procianidinas. Esses autores conseguiram identificar 48 substâncias, entre elas tem-se ácido clorogênico, ácido quínico, kaempferol-xilose e ácidos triterpenos (ácidos tormêntico, maslínico, euscófico, oleanólico e ursólico).

As folhas de nespereira contêm maiores concentrações de fenólicos do que os frutos, sementes e talos das folhas (Chen *et al.*, 2017a; Park *et al.*, 2008). Diante da presença dessas substâncias nas folhas, muitos estudos têm demonstrado os seus benefícios na prevenção da inflamação (CHA; EUN; JEON, 2011) e da obesidade (SHIH; LIN; WU, 2010), no auxílio do tratamento da doença de Alzheimer (KIM *et al.*, 2011) e do *diabetes mellitus* (LI *et al.*, 2007), na redução da deterioração da densidade mineral óssea (TAN *et al.*, 2014), na inibição das bactérias *Escherichia coli* e *Klebsiella pneumoniae* (ABDOU; DAOUD; ROULA, 2011), além de exercer efeito protetor sobre a pele (TAN; SONAM; SHIMIZU, 2017) e ação analgésica (CHA; EUN; JEON, 2011).

A ação antioxidante e antimicrobiana da nespereira tem sido bastante destacada devido aos elevados teores das substâncias bioativas (AZIZ *et al.*, 2017; CHEN *et al.*, 2017b; DELFANIAN; KENARI; SAHARI, 2015), por isso, têm ampla aplicação nas indústrias farmacêutica e alimentícia. Sua atividade antimicrobiana está relacionada aos glicosídeos saponosídicos do tipo triterpênicos, que reagem com o microrganismo causando destruição ou inativação funcional da membrana, especialmente contra bactérias Gram-positivas e Gram-negativas (ABDOU; DAOUD; ROULA, 2011; ARAMBARRI; HERNÁNDEZ, 2014; AZIZ *et al.*, 2017).

Por ser fonte natural de compostos antioxidantes, os extratos de nespereira podem ser adicionados em outros produtos alimentícios como substitutos dos antioxidantes sintéticos a fim de aumentar a vida útil. Delfanian, Kenari e Sahari (2015) verificaram que os extratos da polpa e da casca de nêspereira exerceram ação antioxidante sobre o óleo de soja, estocado a 25 °C por 60 dias. Todavia, não foram encontrados trabalhos empregando esses extratos na elaboração de filmes e revestimentos comestíveis.

Diante disso, os extratos de nespereira são potenciais matérias-primas para o desenvolvimento e, ou conservação de produtos alimentícios, inclusive como aditivos em filmes e revestimentos comestíveis, devido a sua composição em substâncias bioativas com ação antioxidante e antibacteriana.

3.2.3 Métodos de obtenção dos filmes e revestimentos comestíveis

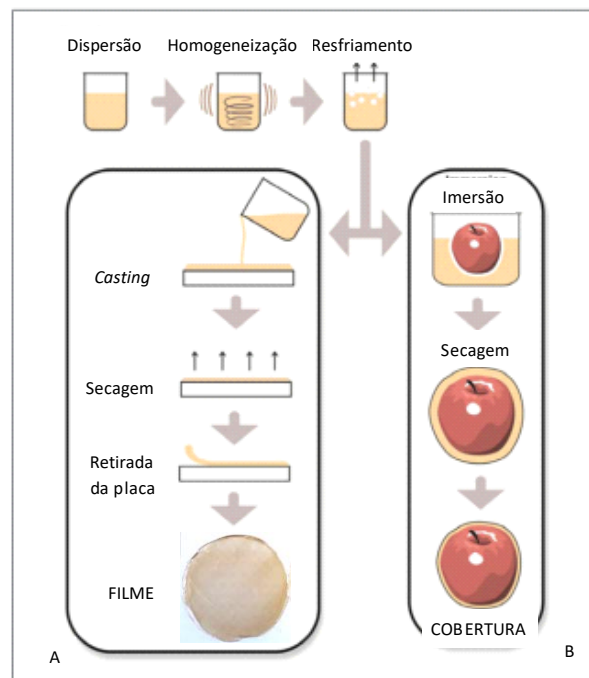
A obtenção de filmes e revestimentos depende do tipo de polímero e do modo de secagem (KOKOSZKA; LENART, 2007) e pode ocorrer por:

- Remoção do solvente usado no preparo da solução filmogênica, que pode ser água, etanol ou ácido acético (KOKOSZKA; LENART, 2007);
- Fusão e solidificação, no caso para polímeros lipídicos;
- Coacervação simples, que consiste em precipitar um polímero disperso em meio aquoso pela adição de substância que não o solubiliza, ou pela alteração de pH;
- Coacervação complexa está relacionada com a precipitação de um polímero complexo formado por duas substâncias com cargas contrárias que interagem;
- Gelificação ou coagulação térmica que pode ocorrer por aquecimento causando desnaturação, formação de gel e precipitação, ou por resfriamento rápido (DEBEAUFORT; QUEZADA-GALLO; VOILLEY, 1998; KESTER; FENNEMA, 1986; VILLADIEGO *et al.*, 2005).

Especificamente, no caso de polímeros proteicos, estes também podem ser modificados para a formação dos filmes e revestimentos por hidrólise e irradiação de peptídeos, pela modificação química das cadeias laterais dos peptídeos e por adição de outras proteínas. Enquanto que aqueles à base de polissacarídeos podem ser formados, além dos mecanismos citados anteriormente, por modificação química de grupos hidroxila, pela ligação cruzada e hidrólise de polissacarídeos, e por adição de outros tipos de polissacarídeos (SOUZA *et al.*, 2010).

Entre os processos de formação dos filmes, tem-se o método de *casting* ou espalhamento, extrusão, moldagem, secagem em rolos e laminação. À nível laboratorial, a técnica por *casting* (Figura 1A) é a mais aplicada, e consiste em espalhar a solução filmogênica sobre uma superfície lisa a qual é submetida à secagem ou desidratação para evaporação do solvente (DEBEAUFORT; QUEZADA-GALLO; VOILLEY, 1998; VILLADIEGO *et al.*, 2005). É indicado que a evaporação do solvente seja lenta e espontânea para evitar formação de microbolhas, pois estas causam porosidade e reduzem as propriedades de barreira (ASSIS; BRITTO, 2014). Geralmente, a secagem ocorre à temperatura ambiente ou em estufa com circulação de ar, entre 30 e 40 °C durante 12 a 48 h (OTONI *et al.*, 2017).

Figura 1 - Representação esquemática da obtenção de filme pelo método de casting (A) e de cobertura por imersão da fruta na solução filmogênica (B).



Fonte: Otoni *et al.* (2017), com modificações.

Em relação aos revestimentos comestíveis, os modos de aplicação sobre o alimento a ser revestido são pulverização, imersão, aplicação com pincel, escovação e revestimento em tambores (ASSIS; BRITTO, 2014; HASSAN *et al.*, 2018; SOUZA *et al.*, 2010). O método a ser escolhido é muito importante, pois dependerá do tipo e tamanho do alimento. Além disso, influenciará no custo e na eficiência do revestimento e deve ser adaptado ao processo de produção (COSTA *et al.*, 2018). Após a aplicação, é feita uma secagem para revestimentos hidrocoloidais ou resfriamento para revestimentos lipídicos (VILLADIEGO *et al.*, 2005). A imersão (Figura 1B) é a técnica mais comum e eficiente, pois garante o contato total da superfície do alimento com a solução filmogênica, de modo que a deposição seja homogênea devido à ausência de bolhas. Ademais, a concentração do polímero na solução filmogênica influencia no tempo de imersão, que pode variar de segundos a minutos (ASSIS; BRITTO, 2014).

3.2.4 Caracterização dos filmes e revestimentos comestíveis

Os filmes e revestimentos comestíveis devem apresentar características funcionais específicas que irão depender do tipo de material polimérico, dos processos

de formação e da sua aplicação (GUILBERT; GONTARD, 2005). Algumas propriedades são avaliadas apenas no filme, como as mecânicas, isso porque não há como medir separadamente o revestimento do alimento (CAZÓN *et al.*, 2017).

3.2.4.1 Propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas dos filmes estão relacionadas com a sua resistência, flexibilidade e extensibilidade (HERNANDEZ-IZQUIERDO; KROCHTA, 2008) e dependem do polímero empregado para sua formação. Por exemplo, filmes à base de vegetais contendo fibras alimentares serão mais resistentes e menos extensíveis do que aqueles à base de frutas com maior teor de açúcares totais (McHUGH; OLSEN, 2004; OTONI *et al.*, 2017).

A avaliação dessas propriedades envolve os testes de tração e de perfuração. Os ensaios de tração englobam a determinação da resistência à tração, do módulo elástico e do alongamento até a ruptura (OTONI *et al.*, 2017) e são afetados pela composição do filme bem como pela temperatura, umidade relativa (UR) e tempo de armazenamento. A resistência à tração é a tensão máxima que o filme suporta antes de se romper. O alongamento mede o máximo que o filme consegue alongar antes de se romper, ou seja, refere-se à flexibilidade do filme (SOUZA *et al.*, 2010). O módulo elástico ou de Young está relacionado com a rigidez do filme, e é calculado por meio da inclinação da porção linear inicial da curva força x deformação (ORIANI, 2013; PELISSARI *et al.*, 2013).

O teste de perfuração também avalia a resistência mecânica do filme ao estresse por meio de uma sonda cilíndrica que penetra no filme até ele ser rasgado (SPOTTI *et al.*, 2016).

3.2.4.2 Propriedades de barreiras

As propriedades de barreira dos filmes estão relacionadas com a umidade e os gases, e podem variar dependendo da finalidade de sua aplicação, bem como do tipo de produto que será embalado ou revestido. No caso de produtos frescos, como os vegetais, as permeabilidades ao vapor de água e ao oxigênio devem ser baixas, a fim de reduzir a desidratação e retardar a respiração, respectivamente (LIN; ZHAO, 2007; OTONI *et al.*, 2017). Em relação a alimentos secos como grãos e pães, que

apresentam menor teor de umidade, essas propriedades também devem ser baixas, para evitar a absorção da umidade do ambiente, que irá interferir na textura do alimento, e a oxidação lipídica (CAZÓN *et al.*, 2017; OTONI *et al.*, 2017).

O tempo e a temperatura de estocagem do filme também influenciam as propriedades de barreira. Quando o filme é armazenado por um maior tempo a temperaturas reduzidas, observa-se uma piora das propriedades de barreira à umidade (CAZÓN *et al.*, 2017).

Dos métodos para determinação das propriedades de barreira à água, a permeabilidade ao vapor de água (PVA) é o parâmetro mais estudado, pois indica a quantidade de água que atravessa o filme, levando em conta a sua espessura e o tempo de exposição (CAZÓN *et al.*, 2017). O ensaio gravimétrico para PVA segue o método padrão da *American Society for Testing and Materials* (ASTM, 2016), no qual os filmes comestíveis são mantidos entre um ambiente com alta UR e outro com baixa UR e a diferença de peso causada pela difusão da água é monitorada periodicamente, sendo pelo menos 8 medições para a construção da curva peso do filme x tempo (ASTM, 2016; OTONI *et al.*, 2017).

Filmes comestíveis à base de polissacarídeos apresentam maiores valores de PVA em comparação aos materiais de embalagem convencionais (CAZÓN *et al.*, 2017). Por isso, são indicados para aplicações de curto prazo. Entretanto, os filmes contendo lipídeos têm menor permeabilidade ao vapor de água em relação àqueles formados com polissacarídeos e proteínas (GUILBERT; GONTARD, 2005).

A oxidação causada pela exposição do alimento ao oxigênio pode acarretar alterações na cor, no sabor, no odor e nos nutrientes. Em vista disso, a aplicação de filmes e revestimentos comestíveis com baixa permeabilidade ao oxigênio pode manter a qualidade do alimento por mais tempo bem como aumentar a vida útil (SOTHORNVIT; PITAK, 2007).

Os principais fatores que afetam a permeabilidade ao oxigênio são temperatura e UR (BONILLA *et al.*, 2012). Em condições com baixa UR, os filmes e revestimentos comestíveis possuem boa propriedade de barreira ao oxigênio. Contudo, quando a matriz polimérica tem alta atividade de água, ocorre a difusão e solubilização do gás, acarretando um aumento da permeabilidade (GUILBERT; GONTARD, 2005). Além disso, o tipo de polímero utilizado também interfere na permeabilidade, pois filmes de natureza polar são boas barreiras a gases apolares, como o oxigênio (OTONI *et al.*, 2017). Desta forma, filmes e revestimentos à base de vegetais são boas barreiras ao

oxigênio, indicando que são materiais de embalagens alternativos que podem melhorar a estabilidade de alimentos susceptíveis à oxidação e retardar a taxa respiratória dos vegetais revestidos (McHUGH; SENESI, 2000; OTONI *et al.*, 2017).

3.2.4.3 Solubilidade em água

A solubilidade dos filmes e revestimentos comestíveis está relacionada com a biodegradabilidade do material (ORIANI, 2013) e é crucial para a sua possível aplicação. Quando for consumido juntamente com o alimento ou quando for empregado em alimentos gordurosos, é desejável uma alta solubilidade em água, no entanto, quando for utilizado como embalagem de proteção do alimento, este deve ter baixa solubilidade, ou seja, ser mais resistente à água (CAMPOS; GERSCHENSON; FLORES, 2011; LIU *et al.*, 2017). Para produtos prontos para consumo, também é interessante utilizar embalagens feitas com filme comestível solúvel, pois estas irão se desmanchar com a adição de água quente (PITAK; RAKSHIT, 2011)

3.2.4.4 Espessura

A espessura é uma das principais características do filme, pois é a partir dela que se avalia as propriedades mecânicas e de barreira (SARANTÓPOULOS *et al.*, 2002). Não é fácil controlar a espessura nos filmes, principalmente quando obtidos pela técnica *casting*, pois soluções filmogênicas com alta concentração de polímeros são viscosas, dificultando o seu espalhamento de forma homogênea (SOBRAL, 2000).

3.2.5 Aplicações dos filmes e revestimentos comestíveis

Os filmes e revestimentos comestíveis são utilizados principalmente para aumentar a vida útil de produtos de origem animal e vegetal, mantendo a qualidade do alimento (CAZÓN *et al.*, 2017). Os filmes comestíveis podem ser utilizados para embalar alimentos na forma de envoltório, sachês e sacos (HERNANDEZ-IZQUIERDO; KROCHTA, 2008; SHIN *et al.*, 2012). Enquanto que os revestimentos comestíveis podem cobrir diversas frutas e hortaliças (RAGHAV; AGARWAL; SAINI, 2016), queijos (PLUTA-KUBICA *et al.*, 2020; YOUSSEF *et al.*, 2019) e frutos do mar

(BALTI *et al.*, 2020; DEHGHANI; HOSSEINI; REGENSTEIN, 2018). Alguns exemplos de aplicações estão descritas a seguir.

Diferentes formulações de revestimentos à base de alginato ou pectina, com presença ou não de citral e, ou eugenol, foram aplicadas em framboesas verificando-se preservação das características sensoriais por mais tempo do que as frutas não revestidas, além disso, os revestimentos contendo os óleos essenciais reduziram a deterioração microbiana (GUERREIRO *et al.*, 2015). A adição de agentes antimicrobianos (nisina, natamicina e extratos de romã e de sementes de uvas) em filmes de quitosana aumentou a vida útil de morangos em comparação às frutas não revestidas (DURAN *et al.*, 2016).

Os alimentos de origem animal são bastante consumidos mundialmente, porém, são muito perecíveis. Logo, o uso de filmes e revestimentos comestíveis para melhorar a conservação tem sido estudado (SÁNCHEZ-ORTEGA *et al.*, 2014). Balti *et al.* (2020) aplicaram revestimento comestível de exopolissacarídeos de microalgas e extrato de algas vermelhas em camarões e verificaram aumento da vida útil. Filés de peixe carpa, após serem revestidos com solução filmogênica de alginato de sódio contendo óleo essencial de menta-silvestre, apresentaram menor deterioração e contaminação microbiana (HEYDARI; BAVANDI; JAVADIAN, 2015). Queijos tipo duro foram revestidos com uma mistura de quitosana e álcool polivinílico contendo nanopartículas de dióxido de titânio e foi observada redução da perda de peso e de umidade e não houve crescimento superficial de bolor (YOUSSEF *et al.*, 2019).

Yang *et al.* (2016) desenvolveram filmes preparados com a proteína extraída de grãos secos destilados, provenientes da produção de álcool de milho, e adicionados de extratos de chá verde, chá oolong ou chá preto, que promoveram maior proteção da carne de porco contra oxidação lipídica.

Pluta-Kubica *et al.* (2020) usaram um polissacarídeo de alga vermelha, isolado proteico de soro de leite e extratos de erva-mate ou chá branco para obtenção de filmes, que foram aplicados como embalagem de queijo coalho fresco, prolongando sua vida útil.

Pitak e Rakshit (2011) elaboraram filmes comestíveis e biodegradáveis de farinha de banana verde, glicerol e quitosana, que foram selados à quente para formação de sacos para armazenar vegetais picados, mantidos sob refrigeração. Após 3 dias de armazenamento, foi observada redução da contagem de *Staphylococcus aureus* para a maioria dos vegetais, em comparação ao controle não embalado. De

acordo com os autores, a redução do crescimento bacteriano se deve à ação antimicrobiana da quitosana e às boas propriedades de barreira de água e gás.

Diante desses vários estudos, vê-se que a aplicação desses materiais em alimentos perecíveis é bem promissor. Segundo o FMI, é esperado que o maior mercado mundial para filmes e revestimentos comestíveis para o período de 2017 - 2027 seja para o grupo das frutas e legumes e para o de carnes, aves e peixes. Há uma tendência de mercado em vender alimentos por porção a fim de reduzir o desperdício, e isso poderá impulsionar o desenvolvimento de embalagens de alimentos, com destaque para os filmes e revestimentos comestíveis (FMI, 2017).

3.3 Queijos

Segundo o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Queijos (BRASIL, 1996), “*queijo é o produto fresco ou maturado que se obtém por separação parcial do soro do leite ou leite reconstituído (integral, parcial ou totalmente desnatado), ou de soros lácteos, coagulados pela ação física do coalho, de enzimas específicas, de bactéria específica, de ácidos orgânicos, isolados ou combinados, todos de qualidade apta para uso alimentar, com ou sem agregação de substâncias alimentícias e/ou especiarias e/ou condimentos, aditivos especificamente indicados, substâncias aromatizantes e matérias corantes*”. Sendo o queijo fresco aquele destinado ao consumo logo após a sua produção e o maturado quando é submetido a um processo de envelhecimento, o qual ocorrem reações físicas, bioquímicas e microbiológicas que definirão o tipo de queijo (BRASIL, 1996; SILVA, 2016).

O queijo é um produto lácteo estável, perecível e altamente nutritivo por conter, principalmente, proteínas de alto valor biológico, minerais, vitaminas e lipídeos, assim, é suscetível à deterioração física, química e bioquímica. Há mais de 500 variedades de queijos, produzidos e consumidos mundialmente, com diferentes sabores, texturas, formatos e modo de consumo (JALILZADEH; TUNÇTÜRK; HESARI, 2015; JANA; TAGALPALLEWAR, 2017). Esse produto pode ser classificado quanto ao teor de umidade: baixa (< 35,9%), média (36 – 45,9%), alta (46 – 54,9%) e muito alta umidade ($\geq 55\%$); e de lipídeos: extra gordo ou duplo creme ($\geq 60\%$), gordo (45 - 59,9%), semigordo (25 - 44,9%), magro (10 - 24,9%) e desnatado (< 10%) (BRASIL, 1996).

A produção de queijos no Brasil é de 1,2 milhão de toneladas ao ano, representando o quinto maior produtor mundial, sendo Minas Gerais o maior produtor brasileiro, cerca de 25% da produção nacional. Dentre os queijos mais consumidos no Brasil, a muçarela é o destaque, equivalendo a 65% da produção (SOARES; RODRIGUES, 2019). A muçarela é um queijo de massa filada obtida por coagulação enzimática do leite, podendo ter atuação de bactérias lácticas específicas. Pode ser classificada como de média, alta ou muito alta umidade e extragordo, gordo ou semigordo (BRASIL, 1997).

O método de fabricação do queijo pode envolver vários processos, como pasteurização do leite, coagulação, corte do coágulo, mexeduras, dessoragem, fermentação, filagem, moldagem, salga, maturação e embalagem. No processo de filagem, a coalhada é submetida a tratamento mecânico em água quente, que confere plasticidade e textura suave à massa, com fibras orientadas na mesma direção. Esta etapa é responsável pela capacidade de derretimento e alongamento do queijo muçarela (JANA; TAGALPALLEWAR, 2017; SILVA, 2016).

3.3.1 Métodos para aumentar a vida útil dos queijos

O queijo é um alimento rico em nutrientes, o que o torna um meio propício ao crescimento de microrganismos contaminantes que podem levar a alterações nas características sensoriais do produto, afetando seu período útil, e causar infecções ou intoxicações alimentares nos consumidores (ELGUEA-CULEBRAS *et al.*, 2019; YOUSSEF *et al.*, 2019).

Há vários métodos para melhorar a conservação dos queijos. O uso de conservantes como ácido sórbico e seus sais, nitrato de sódio ou potássio, natamisina, nisina, lisozima, ácido benzoico, benzoato de sódio, peróxido de hidrogênio, pimenta verde e quitosana, tem sido utilizado para prolongar a vida útil do queijo. Esses aditivos podem retardar a proliferação microbiana e as reações bioquímicas e físicas no queijo, mas suas quantidades devem seguir a legislação para não trazer riscos ao consumidor (BRASIL, 1996; JALILZADEH; TUNÇTÜRK; HESARI, 2015).

O processamento a alta pressão (200 – 700 MPa) pode inativar enzimas, parasitas, microrganismos vegetativos, vírus de origem alimentar e alguns esporos de fungos, e mudar a conformação de macromoléculas, como proteína e lipídeos. Essa técnica tem sido indicada para conservar queijos frescos, pois estes são mais

propensos a alterações devido às suas características físico-químicas específicas. Contudo, o tratamento a alta pressão pode alterar os parâmetros colorimétricos e sensoriais de alguns tipos de queijos (JALILZADEH; TUNÇTÜRK; HESARI, 2015; NUNEZ; CALZADA; OLMO, 2020).

As embalagens com atmosfera modificada envolvem a adição de gases, como nitrogênio e gás carbônico, no interior da embalagem e tem sido empregada em queijos para minimizar a desidratação e reduzir contaminação microbiana, mas seu uso depende do tipo de queijo, pois pode causar alteração sensorial (JALILZADEH; TUNÇTÜRK; HESARI, 2015).

Dentre os métodos inovadores, as embalagens ativas têm sido muito empregadas nos alimentos e já comercializadas. Consiste em incluir nessas embalagens substâncias que absorvem gases, umidade, aromas e odores ou que liberam antioxidantes, agentes antimicrobianos, CO₂ e flavorizantes no alimento embalado (JALILZADEH; TUNÇTÜRK; HESARI, 2015). Dannenberg *et al.* (2017) desenvolveram filmes de acetato de celulose incorporados de óleo essencial de pimenta rosa (2, 4 e 6% v/v) como embalagens ativas em queijos muçarela fatiados, que exerceram atividade antimicrobiana contra *Staphylococcus aureus* e *Listeria monocytogenes*. Beigmohammadi *et al.* (2016) verificaram que houve redução da quantidade de coliformes totais em queijos ultrafiltrados embalados com filmes de polietileno de baixa densidade incorporados de nanopartículas de prata, óxido de cobre e óxido de zinco. Ligaj *et al.* (2020) envolveram queijos de cabra em embalagens feitas de poliolefina e filmes do biopolímero polilactídeo contendo ferro zero-valente (3% p/p) e relataram a ação antimicrobiana contra bactérias (*Bacillus subtilis*, *Escherichia coli*, *Staphylococcus epidermidis*) e fungos (*Geotrichum candidum*, *Rhodotorula rubra*).

Outra técnica inovadora para aumentar a vida útil do queijo é o emprego de filmes e revestimentos comestíveis, que podem proteger os queijos da perda de umidade, do crescimento microbiano superficial, da oxidação, além de poderem conferir resistência física e melhora das características organolépticas (JALILZADEH; TUNÇTÜRK; HESARI, 2015). Há vários trabalhos utilizando esses materiais em diversas variedades de queijos (BONILLA; SOBRAL, 2019; MEDEIROS *et al.*, 2014; MOLINA-HERNÁNDEZ *et al.*, 2020; YOUSSEF *et al.*, 2019), mas nenhum obtido a partir de farinha da casca de banana e extrato das folhas de nespereira.

A combinação de técnicas também é utilizada. Mastromatteo *et al.* (2014) avaliaram o efeito do uso de atmosferas modificadas, revestimento comestível à base de alginato de sódio e o conservante sorbato de potássio sobre a vida útil de queijos muçarela de baixa umidade, armazenados em três temperaturas. De acordo com os autores, essa combinação foi positiva ao prevenir a deterioração por microrganismos e a desidratação excessiva. Há outros estudos combinando filmes e revestimentos comestíveis com conservantes para aplicação em queijos, como exemplo, revestimentos de isolado proteico de soro de leite, glicerol, goma guar, óleo de girassol e Tween 20 incorporados de natamicina, ácido láctico e quitooligossacarídeos (associados ou isolados) (RAMOS *et al.*, 2012); revestimento de quitosana com natamicina (FAJARDO *et al.*, 2010); revestimento por nano-multicamadas de alginato e lisozima (MEDEIROS *et al.*, 2014).

Já existe no mercado europeu filmes e revestimentos comestíveis destinados a aplicação em diferentes variedades de queijos, indicando que esses materiais são adequados para prolongar o período útil desses alimentos (COSTA *et al.*, 2018).

Contudo, mais estudos são necessários, diante da grande variedade de queijos existentes mundialmente, com diferentes características, e para tentar transpor os obstáculos existentes para a indústria alimentícia, como alteração de cor e sabor de alguns queijos, cobertura heterogênea em alguns casos, necessidade de alta concentração de certos aditivos naturais para se ter uma embalagem ativa, e custo de produção (COSTA *et al.*, 2018).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDOU, E.; DAOUD, Z.; ROULA, A. Leaf and branch extracts of *Eriobotrya japonica* exert antibacterial activity against ESBL-producing *Escherichia coli* and *Klebsiella pneumoniae*. *International Journal of Phytomedicine*, v. 3, n. 1, p. 120-128, 2011.

ADILAH, A. N. *et al.* Utilization of mango peel extracts on the biodegradable films for active packaging. *Food Packaging and Shelf Life*, v. 16, p. 1–7, 2018.

ALEMDAR, A.; SAIN, M. Biocomposites from wheat straw nanofibers: Morphology, thermal and mechanical properties. *Composites Science and Technology*, v. 68, p. 557–565, 2008.

ALKARKHI, A. F. M *et al.* Comparing physicochemical properties of banana pulp and peel flours prepared from green and ripe fruits. *Food Chemistry*, v. 129, p. 312–318, 2011.

ALOUÏ, H.; KHWALDIA, K. Natural antimicrobial edible coatings for microbial safety and food quality enhancement. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, v.15, p. 1080-1103, 2016.

ALVAREZ-PÉREZ, O. B. *et al.* Pectin – candelilla wax: an alternative mixture for edible films. *Journal of Microbiology, Biotechnology and Food Sciences*, v. 5, n. 2, p. 167-171, 2015.

ANDRADE-MAHECHA, M. M.; TAPIA-BLÁCIDO, D. R.; MENEGALLI, F. C. Development and optimization of biodegradable films based on achira flour. *Carbohydrate Polymers*, v. 88, p. 449–458, 2012.

ANDRADE, P. F. S. Prognóstico 2020. Fruticultura. Análise da Conjuntura. Departamento de Economia Rural. Governo do Estado do Paraná, Secretaria da Agricultura e do Abastecimento, 2020. Disponível em: <http://www.agricultura.pr.gov.br/sites/default/arquivos_restritos/files/documento/2020-01/fruticultura_2020.pdf>. Acesso em: 07 out. 2020.

ANGELIS-PEREIRA, M. C. *et al.* Effects of the kefir and banana pulp and skin flours on hypercholesterolemic rats. *Acta Cirúrgica Brasileira*, v. 28, n. 7, p. 481-486, 2013.

ANJUM, S.; SUNDARAM, S.; RAI, G.K. Nutraceutical application and value addition of banana (*Musa Paradisica* L. variety “Bhusawal Keli”) peel: a review. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, v. 6, n. 10, p. 81-85, 2014.

ANWAR, J. *et al.* Removal of Pb (II) and Cd (II) from water by adsorption on peels of banana. *Bioresource Technology*, v. 101, p. 1752–1755, 2010.

ARAMBARRI, A. M.; HERNÁNDEZ, M. P. Variación estacional de saponinas en *Solidago chilensis* var. *chilensis* (Asteraceae). *Boletín de la Sociedad Argentina de Botánica*, v. 49, n. 4, p. 483-489, 2014.

ARUN, K. B. *et al.* Plantain peel - a potential source of antioxidant dietary fibre for developing functional cookies. *Journal of Food Science and Technology*, v. 52, n. 10, p. 6355-6364, 2015.

ASSIS, O. B. G.; BRITTO, D. Revisão: coberturas comestíveis protetoras em frutas: fundamentos e aplicações. *Brazilian Journal of Food Technology*, v. 17, n. 2, p. 87-97, 2014.

ASTM. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials – E96/E96M – 16*. Annual book of ASTM, Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials, 2016.

AUORE, G.; PARFAIT, B.; FAHRASMANE, L. Bananas, raw materials for making processed food products. *Trends in Food Science and Technology*, v. 20, p. 78-91, 2009.

AYALA-ZAVALA, J. F. *et al.* Pectin–cinnamon leaf oil coatings add antioxidant and antibacterial properties to fresh-cut peach. *Flavour and Fragrance Journal*, v. 28, p. 39–45, 2013.

AZEREDO, H. M. C. Edible coatings. In: Rodrigues, S.; Fernandes, F. A. N. (Eds.). *Advances in fruit processing technologies*. Boca Raton: CRC Press Inc, p. 345–361, 2012.

AZIZ, A. *et al.* Comparative antimicrobial, phytotoxic and hemagglutination potential of *Eriobotrya japonica* leaf extract and its zinc nano – particles. *Pakistan Journal of Botany*, v. 49, n. 5, p. 1917-1924, 2017.

BAE, D. *et al.* Protective Effects of loquat (*Eriobotrya japonica*) leaves against ethanol-induced toxicity in hepG2 cells transfected with CYP2E1. *Food Science and Biotechnology*, v. 19, n. 4, p. 1093-1096, 2010.

BALTI, R. *et al.* Active exopolysaccharides based edible coatings enriched with red seaweed (*Gracilaria gracilis*) extract to improve shrimp preservation during refrigerated storage. *Food Bioscience*, v. 34, 100522, 2020.

BEIGMOHAMMADI, F. *et al.* Antibacterial properties of LDPE nanocomposite films in packaging of UF cheese. *LWT - Food Science and Technology*, v. 65, p. 106-111, 2016.

BONILLA, J. *et al.* Edible films and coatings to prevent the detrimental effect of oxygen on food quality: Possibilities and limitations. *Journal of Food Engineering*, v. 110, p. 208–213, 2012.

BONILLA, J.; SOBRAL, P. J. A. Gelatin-chitosan edible film activated with Boldo extract for improving microbiological and antioxidant stability of sliced Prato cheese. *International Journal of Food Science and Technology*, v. 54, p. 1617–1624, 2019.

BORGES, C. D. *et al.* Conservação de morangos com revestimentos à base de goma xantana e óleo essencial de sálvia. *Bioscience Journal*, v. 29, n. 5, p. 1071-1083, 2013.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Secretaria de Defesa Agropecuária, Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal DIPOA. Portaria nº 146 de 07 de março de 1996. Regulamentos Técnicos de Identidade e Qualidade dos Produtos Lácteos. *Diário Oficial da União*, Brasília, 11 mar. 1996.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria nº 364, de 04 de setembro de 1997. Regulamento Técnico para Fixação de Identidade e Qualidade de Queijo Mozzarella (Muzzarella ou Mussarela). *Diário Oficial da União*, Brasília, 08 set. 1997.

BUSTOS, R. O.; ALBERTI, F. V.; MATIACEVICH, S. B. Edible antimicrobial films based on microencapsulated lemongrass oil. *Journal of Food Science and Technology*, v. 53, n. 1, p. 832-839, 2016.

CAETANO, K. S. *et al.* Characterization of active biodegradable films based on cassava starch and natural compounds. *Food Packaging and Shelf Life*, v. 16, p. 138–147, 2018.

CAMPOS, C. A.; GERSCHENSON, L. N.; FLORES, S. K. Development of edible films and coatings with antimicrobial activity. *Food and Bioprocess Technology*, v. 4, p. 849–875, 2011.

CASTILHO, L. G.; ALCANTARA, B. M.; CLEMENTE, E. Desenvolvimento e análise físico-química da farinha da casca, da casca in natura e da polpa de banana verde das cultivares maçã e prata. *E-xacta*, v. 7, n. 2, p. 107-114, 2014.

CAZÓN, P. *et al.* Polysaccharide-based films and coatings for food packaging: A review. *Food Hydrocolloids*, v. 68, p. 136-148, 2017.

CHA, D. S.; EUN, J. S.; JEON, H. Anti-inflammatory and antinociceptive properties of the leaves of *Eriobotrya japonica*. *Journal of Ethnopharmacology*, v. 134, p. 305–312, 2011.

CHEN, B. *et al.* The chemical profiling of loquat leaf extract by HPLC-DAD-ESI-MS and its effects on hyperlipidemia and hyperglycemia in rats induced by a high-fat and fructose diet. *Food & Function*, v. 8, p. 687-694, 2017a.

CHEN, D. *et al.* Biocomposites reinforced with cellulose nanocrystals derived from potato peel waste. *Carbohydrate Polymers*, v. 90, p. 709–716, 2012.

CHEN, G.-L. *et al.* Antioxidant activities and contents of free, esterified and insoluble-bound phenolics in 14 subtropical fruit leaves collected from the south of China. *Journal of Functional Foods*, v. 30, p. 290–302, 2017b.

COSTA, Cristina Simões da. *Prolongamento da vida útil e qualidade pós-colheita de morangos pelo emprego de cobertura comestível*. 2009. 107 f. Tese (Doutorado em Ciências) - Faculdade de Agronomia "Eliseu Maciel" da Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2009.

COSTA, M. J. *et al.* Use of edible films and coatings in cheese preservation: Opportunities and challenges. *Food Research International*, v. 107, p. 84-92, 2018.

CPMA. Canadian Produce Marketing Association. *Fresh fruits for industry: protective coating*. 2014. Disponível em: <http://www.cpma.ca/pdf/HealthNutrition/CPMA_Fresh_Facts_Protective_Coatings_en.pdf>. Acesso em: 29 mar 2018.

DANNENBERG, G. S. *et al.* Essential oil from pink pepper as an antimicrobial component in cellulose acetate film: Potential for application as active packaging for sliced cheese. *LWT - Food Science and Technology*, v. 81, p. 314-318, 2017.

DEBEAUFORT, F.; QUEZADA-GALLO, J.-A.; VOILLEY, A. Edible films and coatings: tomorrow's packagings: A review. *Critical Reviews in Food Science*, v. 38, n. 4, p. 299–313, 1998.

DEHGHANI, S.; HOSSEINI, S. V.; REGENSTEIN, J. M. Edible films and coatings in seafood preservation: A review. *Food Chemistry*, v. 240, p. 505–513, 2018.

DELFANIAN, M.; KENARI, R. E.; SAHARI, M. A. Antioxidant activity of loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) fruit peel and pulp extracts in stabilization of soybean oil during storage conditions. *International Journal of Food Properties*, v. 18, p. 2813–2824, 2015.

DEL TORO-SÁNCHEZ, C. L. *et al.* Controlled release of antifungal volatiles of thyme essential oil from β -cyclodextrin capsules. *Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry*, v. 67, p. 431–441, 2010.

DINIZ, T. T. *et al.* Uso de subprodutos da bananicultura na alimentação animal. *Revista Colombiana de Ciencia Animal*, v. 6, n. 1, p. 194-212, 2014.

DURAN, M. *et al.* Potential of antimicrobial active packaging 'containing natamycin, nisin, pomegranate and grape seed extract in chitosan coating' to extend shelf life of fresh strawberry. *Food and Bioprocesses Processing*, v. 98, p. 354–363, 2016.

EÇA, K. S. *et al.* Development of active films from pectin and fruit extracts: light protection, antioxidant capacity, and compounds stability. *Journal of Food Science*, v. 80, n. 11, p. C2389- C2396, 2015.

ELGUEA-CULEBRAS, G. O. *et al.* Optimization of a chitosan solution as potential carrier for the incorporation of *Santolina chamaecyparissus* L. solid by-product in an edible vegetal coating on 'Manchego' cheese. *Food Hydrocolloids*, v. 89, p. 272–282, 2019.

EMAGA, T. H. *et al.* Characterization of pectins extracted from banana peels (*Musa AAA*) under different conditions using an experimental design. *Food Chemistry*, v. 108, p. 463-471, 2008.

EMAGA, T. H. *et al.* Effects of the stage of maturation and varieties on the chemical composition of banana and plantain peels. *Food Chemistry*, v. 103, p. 590-600, 2007.

EMBRAPA. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Sistemas de Produção Embrapa. Cultivo da Bananeira Irrigada no Submédio São Francisco. In: BORGES, A. L.; FLORI, J. E. (Ed.). *Embrapa Mandioca e Fruticultura*. 2ª edição, Sistema de Produção, 10, 2014. Disponível em: <https://www.spo.cnptia.embrapa.br/conteudo?p_p_id=conteudoportlet_WAR_sistemasdeproducaolf6_1ga1ceportlet&p_p_lifecycle=0&p_p_state=normal&p_p_mode=view&p_p_col_id=column-1&p_p_col_count=1&p_r_p_-76293187_sistemaProducaold=8008&p_r_p_-996514994_topicold=8758>. Acesso em: 20 abr. 2020.

EMBRAPA. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Sistemas de Produção Embrapa. Sistema Orgânico de Produção para a Cultura da Banana. In: BORGES, A. L. (Ed.). *Embrapa Mandioca e Fruticultura*. 3ª edição, Sistema de Produção, 18, 2016. Disponível em: <https://www.spo.cnptia.embrapa.br/conteudo?p_p_id=conteudoportlet_WAR_sistemasdeproducaolf6_1ga1ceportlet&p_p_lifecycle=0&p_p_state=normal&p_p_mode=view&p_p_col_id=column-2&p_p_col_count=1&p_r_p_->

76293187_sistemaProducaold=8018&p_r_p_-996514994_topicold=10013>. Acesso em: 20 abr. 2020.

EMBUSCADO, M. E.; HUBER, K. C. *Edible films and coatings for food applications*. Dordrecht: Springer Inc., 2009. 416 p.

FAJARDO, P. *et al.* Evaluation of a chitosan-based edible film as carrier of natamycin to improve the storability of Saloio cheese. *Journal of Food Engineering*, v. 101, p. 349-356, 2010.

FAKHOURI, F. M *et al.* Edible films and coatings based on starch/gelatin: Film properties and effect of coatings on quality of refrigerated Red Crimson grapes. *Postharvest Biology and Technology*, v. 109, p. 57-64, 2015.

FMI. Future Market Insights. *Global edible films and coatings market revenue growth to be driven by increasing demand for sustainable packaging*. 2017. Disponível em: <<https://www.futuremarketinsights.com/press-release/edible-films-and-coating-market>>. Acesso em: 27 abr 2020.

FRANÇA, Xisto Antônio Alves. *Características de carcaças e composição tecidual de cortes de cordeiros alimentados com resíduos da bananicultura*. 2013, 43 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Agrárias) - Instituto de Ciências Agrárias, Universidade Federal de Minas Gerais, Montes Claros, 2013.

FRANCO, P. B. *et al.* Chitosan associated with the extract of unripe banana peel for potential wound dressing application. *International Journal of Polymer Science*, v. 2017, p. 1-8, 2017.

FRANCO, P. B. *et al.* Evaluation of antibacterial activity of chitosan membranes associated to unripe banana peel. *Materials Science Forum*, v. 869, p 859-863, 2016.

FU, X. M. *et al.* Plastid structure and carotenogenic gene expression in red- and white-fleshed loquat (*Eriobotrya japonica*) fruits. *Journal of Experimental Botany*, v. 63, p. 341–354, 2012.

GARCIA, Lorena Costa. *Aplicação de coberturas comestíveis em morangos minimamente processados*. 2009, 143 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

GONDIM, J. A. M. *et al.* Composição centesimal e de minerais em cascas de frutas. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 25, n. 4, p. 825-827, 2005.

GONTARD, N.; GUILBERT, S.; CUQ, J. L. Water and glycerol as plasticizers affect mechanical and water vapour barrier properties of an edible wheat gluten film. *Journal of Food Science*, v. 58, p. 206-211, 1993.

GUERREIRO, A. C. *et al.* Raspberry fresh fruit quality as affected by pectin- and alginate-based edible coatings enriched with essential oils. *Scientia Horticulturae*, v. 194, p. 138-146, 2015.

GUILBERT, S.; GONTARD, N. Agro-polymers for edible and biodegradable films: review of agricultural polymeric materials, physical and mechanical. In: HAN, J. H. *Innovations in Food Packaging*. Elsevier Ltd, p. 263-276, 2005.

GUTIERREZ-PACHECO, M. M. *et al.* Combinational approaches for antimicrobial packaging: Pectin and cinnamon leaf oil. In: BARROS-VELAZQUEZ, J. (Ed.). *Antimicrobial food packaging*. Edition 1, Chapter 50, Publisher: Elsevier, San Diego: Academic Press, p. 609-617, 2016.

HAN, J. H.; GENNADIOS, A. Edible films and coatings: a review. In: HAN, J. H. *Innovations in Food Packaging*. Elsevier Ltd, p. 239-262, 2005.

HASSAN, B. *et al.* Recent advances on polysaccharides, lipids and protein based edible films and coatings: A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 109, p. 1095–1107, 2018.

HERNANDEZ-IZQUIERDO, V. M.; KROCHTA, J. M. Thermoplastic Processing of Proteins for Film Formation - A Review. *Journal of Food Science*, v. 73, n. 2, p. 30-39, 2008.

HEYDARI, R., BAVANDI, S., JAVADIAN, S. R. Effect of sodium alginate coating enriched with horsemint (*Mentha longifolia*) essential oil on the quality of bighead carp fillets during storage at 4 °C. *Food Science and Nutrition*, v. 3, p. 188–194, 2015.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Produção brasileira de banana safra 2019, Disponível em: <<http://sidra.ibge.gov.br/tabela/1618#resultado>>. Acesso em: 10 mar 2020.

INGALE, S.; JOSHI, S. J.; GUPTA, A. Production of bioethanol using agricultural waste: banana pseudo stem. *Brazilian Journal of Microbiology*, v. 45, n. 3, p. 885-892, 2014

JALILZADEH, A.; TUNÇTÜRK, Y.; HESARI, J. Extension shelf life of cheese: A review. *International Journal of Dairy Science*, v. 10, n. 2, p. 44-60, 2015.

JANA, A. H.; TAGALPALLEWAR, G. P. Functional properties of Mozzarella cheese for its end use application. *Journal of Food Science and Technology*, v. 54, n. 12, p. 3766-3778, 2017.

JUNG, E. P. *et al.* Farinha da casca de banana madura: uma matéria-prima para a indústria alimentícia. *Revista Virtual de Química*, v. 11, n. 6, p. 1712-1724, 2019.

KAMEL, N. A.; ABD-EL-MESSIEH, S. L.; SALEH, N. M. Chitosan/banana peel powder nanocomposites for wound dressing application: Preparation and characterization. *Materials Science and Engineering C*, v. 72, p. 543–550, 2017.

KELLY-VARGAS, K. *et al.* Biosorption of heavy metals in polluted water, using different waste fruit cortex. *Physics and Chemistry of the Earth*, v. 37-39, p. 26-29, 2012.

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

KIM, M.-J. *et al.* Neuroprotective effects of *Eriobotrya japonica* against β -amyloid-induced oxidative stress and memory impairment. *Food and Chemical Toxicology*, v. 49, p. 780–784, 2011.

KOC, B. *et al.* Production and characterization of chitosan-fungal extract films. *Food Bioscience*, v. 35, 100545, 2020.

KOKOSZKA, S.; LENART, A. Edible coatings – formation, characteristics and use – a review. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, v. 57, n. 4, p. 399-405, 2007.

KOLAMBE, B. N. *et al.* A novel organic fertilizer of banana pseudostem. WIPO patent application No. WO/2013/001478, 2013.

KROCHTA, J. M.; DE MULDER-JOHNSTON, C. Edible and biodegradable polymer films: challenges and opportunities. *Food Technology*, v. 51, p. 61–74, 1997.

LEE, E. H. *et al.* Development of banana peel jelly and its antioxidant and textural properties. *Food Science and Biotechnology*, v. 19, n. 2, p. 449-455, 2010.

LI, W. L. *et al.* Pharmacological studies on anti-hyperglycemic effect of folium *Eriobotryae*. *American Journal of Chinese Medicine*, v. 35, n. 4, p. 705–711, 2007.

LIGAJ, M. *et al.* Efficiency of novel antimicrobial coating based on iron nanoparticles for dairy products' packaging. *Coatings*, v. 10, 156, 2020.

LIMA, M. B.; SILVA, S. O.; FERREIRA, C. F. (Eds.). *Banana: o produtor pergunta, a Embrapa responde*. 2 ed. Revisada e ampliada, Brasília: Embrapa, 2012. 214 p.

LIMA, M. M. *et al.* Biodegradable films based on chitosan, xanthan gum, and fish protein hydrolysate. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 134, 44899, 2017.

LIN, D.; ZHAO, Y. Innovations in the development and application of edible coatings for fresh and minimally processed fruits and vegetables. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, v. 6, p. 60-75, 2007.

LIU, F. *et al.* Controlled-release of tea polyphenol from gelatin films incorporated with different ratios of free/nanoencapsulated tea polyphenols into fatty food simulants. *Food Hydrocolloids*, v. 62, p. 212–221, 2017.

LIU, Y. *et al.* Biological activities of extracts from loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.): a review. *International Journal of Molecular Sciences*, v. 17, p. 1-15, 2016.

LUVIELMO, M. M.; LAMAS, S. V. Revestimentos comestíveis em frutas. *Estudos Tecnológicos em Engenharia*, v. 8, n. 1, p. 8-15, 2013.

MA, L. *et al.* Recent developments in novel shelf life extension technologies of fresh-cut fruits and vegetables. *Trends in Food Science and Technology*, v. 64, p. 23-38, 2017.

MARIE-MAGDELEINE, C. *et al.* The effects of replacing *Dichanthium* hay with banana (*Musa paradisiaca*) leaves and pseudostem on carcass traits of Ovin Martinik sheep. *Tropical Animal Health and Production*, v. 41, p. 1531–1538, 2009.

MARTELLI, M. R. *et al.* Effect of chitosan nanoparticles and pectin content on mechanical properties and water vapor permeability of banana puree films. *Journal of Food Science*, v. 78, p. 98-104, 2013.

MARYAM ADILAH, Z. A.; JAMILAH, B.; NUR HANANI, Z. A. Functional and antioxidant properties of protein-based films incorporated with mango kernel extract for active packaging. *Food Hydrocolloids*, v. 74, p. 207-218, 2018.

MASTROMATTEO, M. *et al.* Combined effect of active coating and modified atmosphere packaging on prolonging the shelf life of low-moisture Mozzarella cheese. *Journal of Dairy Science*, v. 97, p. 36-45, 2014.

McHUGH, T. H.; OLSEN, C. W. Tensile properties of fruit and vegetable edible films. *United States-Japan Cooperative Program in Natural Resources, Food & Ag Panel Meeting, Section Food & Non-Food Processing*, p. 104–108, 2004.

McHUGH, T. H.; SENESI, E. Apple wraps: A novel method to improve the quality and extend the shelf life of fresh-cut apples. *Journal of Food Science*, v. 65, n. 3, p. 480–485, 2000.

MEDEIROS, B. G. S. *et al.* Physical characterization of an alginate/lysozyme nanolaminate coating and its evaluation on 'coalho' cheese shelf life. *Food and Bioprocess Technology*, v. 7, p. 1088-1098, 2014.

MEMON, J. R. *et al.* Banana peel: A green and economical sorbent for the selective removal of Cr (VI) from industrial wastewater. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, v. 70, n. 232–237, 2009.

MIRA, I.; CARVALHO FILHO, C. D.; VIOLA, D. N. Composição ideal da solução filmogênica adicionada de prebiótico, aplicada em uvas 'Thompson'. *Revista Brasileira de Fruticultura*, v. 37, n. 2, p. 308-317, 2015.

MOHAMMED, T. J.; IBRAHIM, R. I. Remediation of Cu (II) from well water of Iraq by using cortex of fruits and agricultural waste. *Arabian Journal for Science and Engineering*, v. 41, p. 345–355, 2016.

MOKDAD-BZEOUICH, I. *et al.* Evaluation of the antimutagenic, antigenotoxic, and antioxidant activities of *Eriobotrya japonica* leaves. *Pharmaceutical Biology*, v. 53, n. 12, p. 1786–1794, 2015.

MOLINA-HERNÁNDEZ, J. B. *et al.* Edible coating based on achira starch containing garlic/oregano oils to extend the shelf life of double cream cheese. *Revista Facultad Nacional de Agronomía*, v. 73, n. 1, p. 9099-9108, 2020.

MOTA, R. V.; LAJOLO, F. M.; CORDENUNSI, B. R. Composição em carboidratos de alguns cultivares de banana (*Musa spp.*) durante o amadurecimento. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 17, n. 2, p. 94-97, 1997.

MURAMOTO, K. *et al.* Ameliorative effects of *Eriobotrya japonica* seed extract on cellular aging in cultured rat fibroblasts. *Journal of Natural Medicines*, v. 65, p. 254–261, 2011.

MUSCAT, D. *et al.* Comparative study of film forming behaviour of low and high amylose starches using glycerol and xylitol as plasticizers. *Journal of Food Engineering*, v. 109, n. 2, p. 189-201, 2012.

NUNEZ, M.; CALZADA, J.; OLMO, A. High pressure processing of cheese: Lights, shadows and prospects. *International Dairy Journal*, v. 100, 104558, 2020.

OLIVEIRA, L. S.; FRANÇA, A. S. Low-cost adsorbents from agri-food wastes. In: GRECO, L. V.; BRUNO, M. N. *Food Science and Technology: New Research*, New York: Nova Science Publishers, p. 171-209, 2008.

OLIVEIRA, T. Í. S. *et al.* Optimization of pectin extraction from banana peels with citric acid by using response surface methodology. *Food Chemistry*, v. 198, p. 113–118, 2016.

ORIANI, Vivian Boesso. *Desenvolvimento e caracterização de coberturas comestíveis à base de fécula de mandioca adicionadas de óleos essenciais*. 2013. 154 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2013.

ORIANI, V. B. *et al.* Properties of Cassava Starch-Based Edible Coating Containing Essential Oils. *Journal of Food Science*, v. 79, n. 2, p. 189-194, 2014.

ORSUWAN, A.; SOTHORNVIT R. Active banana flour nanocomposite films incorporated with garlic essential oil as multifunctional packaging material for food application. *Food and Bioprocess Technology*, v. 11, p. 1199–1210, 2018.

OTONI, C. G *et al.* Recent advances on edible films based on fruits and vegetables—

A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, v.16, p. 1151-1169, 2017.

OYEWO, O. A.; ONYANGO, M. S.; WOLKERSDORFER, C. Application of banana peels nanosorbent for the removal of radioactive minerals from real mine water. *Journal of Environmental Radioactivity*, v. 164, p. 369-376, 2016.

PADAM, B. S. *et al.* Banana by-products: an under-utilized renewable food biomass with great potential. *Journal of Food Science and Technology*, v. 51, n. 12, p. 3527-3545, 2014.

PARK, Y. S. *et al.* Physiological activity of ethanol extract from the different plant parts of loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.). *Korean Journal of Horticultural Science and Technology*, v. 26, n. 1, p. 75-80, 2008.

PASCALL, M. A.; LIN; S-J. The Application of Edible Polymeric Films and Coatings in the Food Industry. *Journal of Food Processing & Technology*, v. 4, n. 2, p. 1-2, 2013.

PELISSARI, F. M. *et al.* Comparative study on the properties of flour and starch films of plantain bananas (*Musa paradisiaca*). *Food Hydrocolloids*, v. 30, p. 681-690, 2013.

PELISSARI, F. M. *et al.* Nanocomposites based on banana starch reinforced with cellulose nanofibers isolated from banana peels. *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 505, p. 154-167, 2017.

PEREIRA, A. L. S. *et al.* Banana (*Musa* sp. Cv. Pacovan) pseudostem fibers are composed of varying lignocellulosic composition throughout the diameter. *BioResources*, v. 9, n. 4, p. 7749-7763, 2014.

PEREIRA A.; MARASCHIN, M. Banana (*Musa* spp) from peel to pulp: Ethnopharmacology, source of bioactive compounds and its relevance for Human health. *Journal of Ethnopharmacology*, v. 160, n. 3, p. 149-163, 2015.

PEREIRA JUNIOR, Paulo Cesar da Silva. *Revestimentos comestíveis na conservação pós-colheita de morangos cultivar Camarosa produzidos em sistema orgânico e convencional*. 2014. 56 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Centro de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Espírito Santo, Alegre, 2014.

PÉREZ-GALLARDO, A. *et al.*, Effect of starch-beeswax coatings on quality parameters of blackberries (*Rubus spp.*). *Journal of Food Science and Technology*, v. 52, n. 9, p. 5601-5610, 2015.

PIÑEROS-HERNANDEZ, D. *et al.* Edible cassava starch films carrying rosemary antioxidant extracts for potential use as active food packaging. *Food Hydrocolloids*, v. 63, p. 488-495, 2017.

PINZON, M. I. *et al.* Increasing shelf life of strawberries (*Fragaria ssp*) by using a banana starch-chitosan-Aloe vera gel composite edible coating. *International Journal of Food Science and Technology*, v. 55, p. 92–98, 2020.

PITAK, N.; RAKSHIT, S. K. Physical and antimicrobial properties of banana flour/chitosan biodegradable and self sealing films used for preserving fresh-cut vegetables. *Food Science and Technology*, v. 44, p. 2310-2315, 2011.

PLUTA-KUBICA, A. *et al.* Active edible furcellaran/whey protein films with yerba mate and white tea extracts: Preparation, characterization and its application to fresh soft rennet-curd cheese. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2020, no prelo.

RAGHAV, P. K.; AGARWAL, N.; SAINI, M. Edible coating of fruits and vegetables: A review. *International Journal of Scientific Research and Modern Education*, v. 1, n. 1, 2016.

RAMOS, Ó. L. *et al.* Evaluation of antimicrobial edible coatings from a whey protein isolate base to improve the shelf life of cheese. *Journal of Dairy Science*, v. 95, p. 6282-6292, 2012.

RASHED, K. N.; BUTNARIU, M. Isolation and antimicrobial and antioxidant evaluation of bio-active compounds from *Eriobotrya japonica* stems. *Advanced Pharmaceutical Bulletin*, v. 4, n. 1, p. 75-81, 2014.

REDDY, N., YANG, Y. Biofibers from agricultural byproducts for industrial applications. *Trends in Biotechnology*, v. 23, n. 1, p. 22-27, 2005.

RIBEIRO, Clara Meira Castro Pinto. *Estudo de estratégias para a valorização industrial do morango*. 2005. 65 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola de Engenharia, Universidade do Minho, Braga, 2005.

RODRÍGUEZ-MARÍN, M. L. *et al.* Nanocomposites of rice and banana flours blend with montmorillonite: Partial characterization. *Materials Science and Engineering C*, v. 33, p. 3903-3908, 2013.

SÁNCHEZ-ORTEGA, I. *et al.* Antimicrobial edible films and coatings for meat and meat products preservation. *Scientific World Journal*, v. 2014, p. 1-18, 2014.

SARANTÓPOULOS, C. G. L. *et al.* *Embalagens plásticas flexíveis: Principais polímeros e avaliação de propriedades*. Campinas: Centro de Tecnologia de Embalagem, Instituto de Tecnologia de Alimentos, 2002. 276 p.

SARTORI, T.; MENEGALLI, F. C. Development and characterization of unripe banana starch films incorporated with solid lipid microparticles containing ascorbic acid. *Food Hydrocolloids*, v. 55, p. 210-219, 2016.

SHIH, C.-C.; LIN, C.-H.; WU, J.-B. *Eriobotrya japonica* improves hyperlipidemia and reverses insulin resistance in high-fat-fed mice. *Phytotherapy Research*, v. 24, p. 1769–1780, 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*, v. 28, n. 1, p. 79-88, 2007.

SHIN, Y. J. *et al.* Preparation of red algae film containing grapefruit seed extract and application for the packaging of cheese and bacon. *Food Science and Biotechnology*, v. 21, n. 1, p. 225-231, 2012.

SHIT, S. C.; SHAH, P. M. Edible polymers: challenges and opportunities. *Journal of Polymers*, v. 14, p. 1-13, 2014.

SILVA, S. O.; SANTOS-SEREJO, J. A.; CORDEIRO, Z. J. M. Variedades. In: BORGES, A. L.; SOUZA, L. S. (Ed.). *O cultivo da bananeira*. Cruz das Almas: Embrapa Mandioca e Fruticultura, p. 45-47, 2004.

SILVA, Thamara Evangelista. *Indicadores de qualidade em queijo muçarela durante armazenamento*. 2016. 58 f. Dissertação (Mestrado em Zootecnia) - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, 2016.

SILVA, V. D. M. *et al.* Bioactive activities and chemical profile characterization using paper spray-mass spectrometry of extracts of the *Eriobotrya japonica* Lindl. leaves. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, v. 34, e8883, p. 1-12, 2020a.

SILVA, V. D. M. *et al.* Biodegradable edible films based on ripe banana peel and starch enriched with extract of *Eriobotrya japonica* leaves. *Food Bioscience*, v. 38, 100750, 2020b.

SILVA, V. D. M. *et al.* Use of Paper Spray-Mass Spectrometry to determine the chemical profile of ripe banana peel flour and evaluation of its physicochemical and antioxidant properties. *Química Nova*, v. 43, n. 5, p. 579-585, 2020c.

SOARES, L.; RODRIGUES, F. *G1 Sul de Minas, Minas dos Queijos*. 20/05/2019. Disponível em: <<https://g1.globo.com/mg/sul-de-minas/minas-dos-queijos/noticia/2019/05/20/com-25percent-da-producao-nacional-mg-aposta-no-queijo-como-saida-para-crise-e-geracao-de-renda.ghtml>>. Acesso em: 21 abril 2020.

SOBRAL, P. J. A. Influência da espessura de biofilmes feitos à base de proteínas miofibrilares sobre suas propriedades funcionais. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, v. 35, n. 6, p. 1251-1259, 2000.

SOTHORNVIT, R.; PITAK, N. Oxygen permeability and mechanical properties of banana films. *Food Research International*, v. 40, p. 365-370, 2007.

SOUZA, B. W. S. *et al.* The use of electric fields for edible coatings and films development and production: a review. *Food Engineering Reviews*, v. 2, p. 244-255, 2010.

SOUZA, V. G. L. *et al.* Physical properties of chitosan films incorporated with natural antioxidants. *Industrial Crops & Products*, v. 107, p. 565–572, 2017.

SPOTTI, M. L. *et al.* Brea Gum (from *Cercidium praecox*) as a structural support for emulsion-based edible films. *LWT-Food Science and Technology*, v. 68, p. 127-134, 2016.

TACO. *Tabela Brasileira de Composição de Alimentos*. 4. ed. revisada e ampliada. Campinas: UNICAMP-NEPA, 2011. 161 p. Disponível em: <http://www.unicamp.br/nepa/taco/contar/taco_4_edicao_ampliada_e_revisada>. Acesso em: 23 set 2016.

TAK, J. K.; JAIN, S. Development of banana edible film and assessment of physicochemical properties. *International Research Journal of Pure & Applied Chemistry*, v. 20, n. 2, p. 1-6, 2019.

TAN, H. *et al.* Inhibitory effects of the leaves of loquat (*Eriobotrya japonica*) on bone mineral density loss in ovariectomized mice and osteoclast differentiation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 62, p. 836–841, 2014.

TAN, H.; SONAM, T.; SHIMIZU, K. The potential of triterpenoids from loquat leaves (*Eriobotrya japonica*) for prevention and treatment of skin disorder. *International Journal of Molecular Sciences*, v. 18, p. 1-12, 2017.

TANVI, T.; GAURAV, S. Biofuel from banana peel: one step ahead in sustainable development. *Paripex - Indian Journal of Research*, v. 5, n. 1, p. 228-229, 2016.

TOCK, J. Y. *et al.* Banana biomass as potential renewable energy resource: A Malaysian case study. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 14, p. 798–805, 2010.

TSAMO, C. V. P. *et al.* Phenolic profiling in the pulp and peel of nine plantain cultivars (*Musa* sp.). *Food Chemistry*, v. 167, p. 197–204, 2015.

VALDÉS, A. *et al.* State of the art of antimicrobial edible coatings for food packaging applications. *Coatings*, v. 7, p. 1-23, 2017.

VEIRA, M. G. A. *et al.* Natural-based plasticizers and biopolymer films: A review. *European Polymer Journal*, v. 47, p. 254–263, 2011.

VILLADIEGO, A. M. *et al.* Filmes e revestimentos comestíveis na conservação de produtos alimentícios. *Revista CERES*, v. 52, n. 300, p. 221-243, 2005.

VU, H. T.; SCARLETT, C. J.; VUONG, Q. Changes of phytochemicals and antioxidant capacity of banana peel during the ripening process; with and without ethylene treatment. *Scientia Horticulturae*, v. 253, p. 255-262, 2019.

YANG, H.-J. *et al.* Antioxidant activities of distiller dried grains with solubles as protein films containing tea extracts and their application in the packaging of pork meat. *Food Chemistry*, v. 196, p. 174–179, 2016.

YOUSSEF, A. M. *et al.* Development of bionanocomposite materials and its use in coating of Ras cheese. *Food Chemistry*, v. 270, p. 467-475, 2019.

ZHANG, W.; LI, X.; JIANG, W. Development of antioxidant chitosan film with banana peels extract and its application as coating in maintaining the storage quality of apple. *International Journal of Biological Macromolecules*, n. 154, p. 1205-1214, 2020.

ZHANG, W. N. *et al.* Phenolic composition from different loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) cultivars grown in China and their antioxidant properties. *Molecules*, v. 20, p. 542–555, 2015.

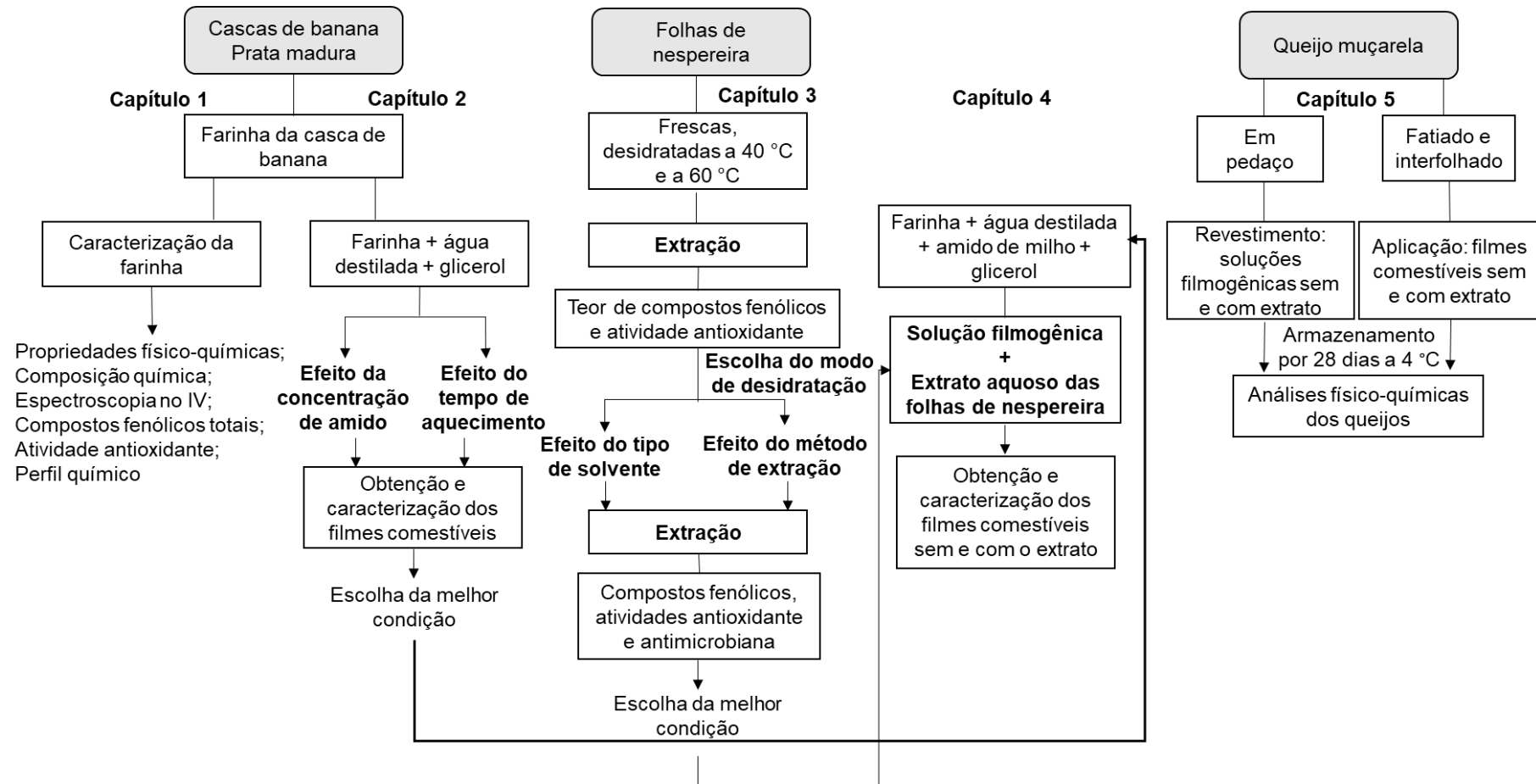
ZHANG, X. *et al.* Plant extracts such as pine nut shell, peanut shell and jujube leaf improved the antioxidant ability and gas permeability of chitosan films. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 148, p. 1242–1250, 2020.

ZULUAGA, R. *et al.* Cellulose microfibrils from banana farming residues: isolation and characterization. *Cellulose*, v. 14, p. 585-592, 2007.

PARTE EXPERIMENTAL

A parte experimental deste trabalho foi dividida em cinco capítulos, redigidos sob a forma de artigos científicos (Figura 2).

Figura 2 - Fluxograma das etapas do trabalho experimental



CAPÍTULO 1

Artigo publicado: SILVA, V. D. M.; ARQUELAU, P. B. F.; SILVA, M. R.; AUGUSTI, R.; MELO, J. O. F.; FANTE, C. A. Use of Paper Spray-Mass Spectrometry to determine the chemical profile of ripe banana peel flour and evaluation of its physicochemical and antioxidant properties. *Química Nova*, v. 43, n. 5, p. 579-585, 2020. <http://dx.doi.org/10.21577/0100-4042.20170521>.

Uso da Espectrometria de Massas por Paper Spray para determinar o perfil químico de farinha de casca de banana madura e avaliação de suas propriedades físico-químicas e antioxidante

RESUMO

Neste estudo, as cascas de banana madura, variedade Prata, foram utilizadas para a preparação de uma farinha, a qual foi avaliada quanto às suas características físico-químicas e atividade antioxidante. A caracterização de seu perfil químico foi realizado por um método rápido e simples: espectrometria de massas por *paper spray*. Essa farinha apresentou alto teor de carboidratos e de fibra alimentar total, e significativa quantidade de compostos fenólicos totais com atividade antioxidante. Além disso, exibiu capacidades de retenção de água, de retenção de óleo e de inchamento maiores do que as farinhas de subprodutos de frutas relatados na literatura. A espectroscopia do infravermelho com transformada de Fourier confirmou a presença de grupos funcionais de celulose, hemicelulose e lignina, componentes da fibra alimentar insolúvel. Pela técnica de espectrometria de massas por *paper spray*, foi possível sugerir a presença de 26 substâncias tais como ácidos orgânicos, ácidos fenólicos, flavonoides, açúcares, quinona e terpenoides. Assim, este estudo demonstrou que a farinha da casca de banana madura tem potencial aplicação como ingrediente para alimentos funcionais.

Palavras-chave: Resíduos agroalimentares. Compostos bioativos. Impressão digital. Ionização. Propriedades tecnológicas.

1. INTRODUÇÃO

A banana é uma das culturas mais antigas e importantes no mundo e o Brasil é um dos principais produtores. A produção mundial de bananas em 2017 foi de 114 milhões de toneladas (FAO, 2019). Em 2019, a produção brasileira atingiu 7,1 milhões de toneladas (IBGE, 2019). Porém, são gerados grandes volumes de resíduos que muitas vezes não têm valor comercial e nem aplicação, todavia, são uma excelente fonte de matérias-primas de alto valor (PADAM *et al.*, 2014).

Há um interesse crescente para o melhor aproveitamento de resíduos agroalimentares, devido à facilidade de obtenção e ao baixo custo, visando a sustentabilidade, a geração de produtos de valor agregado e a redução do impacto ambiental (KOWALSKA *et al.*, 2017).

As cascas de banana representam cerca de 35% do peso do fruto (VU; SCARLETT; VUONG, 2017b). Geralmente, são descartadas e podem causar sérios problemas ambientais, mas são também usadas como ração animal ou fertilizantes orgânicos (PEREIRA; MARASCHIN, 2015). Contudo, apresentam nutrientes, muitas vezes em maior proporção do que na polpa, como alto teor de fibras alimentares, principalmente a fração insolúvel, de amido apenas nos primeiros estágios de maturação, proteína, compostos fenólicos e cálcio (EMAGA *et al.*, 2007; PEREIRA; MARASCHIN, 2015). Esses constituintes aumentam a estabilidade, mantêm o valor nutricional e a cor dos alimentos e inibem o crescimento microbiano (RIBEIRO, 2005). Assim, é interessante considerar as cascas como fontes alternativas de alimentos ou como ingredientes na preparação de produtos alimentícios e farmacêuticos (VU; SCARLETT; VUONG, 2018).

As cascas de banana são compostas também de carotenoides (beta- e alfa-caroteno, luteína, zeaxantina e beta-criptoxantina), flavonoides, aminas biogênicas, esteróis, terpenos e enzimas (ANJUM; SUNDARAM; RAI, 2014; JUNG *et al.*, 2019; KAMEL; ABD-EL-MESSIEH; SALEH, 2017; PEREIRA; MARASCHIN, 2015; TSAMO *et al.*, 2015). Devido às suas propriedades antioxidantes e antimicrobianas, as cascas têm sido empregadas no tratamento de diversas doenças. Portanto, têm potencial para serem usadas como farinha destinada ao processamento de alimentos (KAMEL; ABD-EL-MESSIEH; SALEH, 2017; VU, SCARLETT, VUONG, 2018).

A caracterização dos constituintes de um alimento pode ser feita por várias técnicas como cromatografia líquida de alta eficiência, espectrometria de massa acoplada à cromatografia líquida de alta eficiência e à cromatografia gasosa. Porém, esses métodos são demorados que requerem uma preparação trabalhosa da amostra. A espectrometria de massa por *Paper Spray* (EM-PS) é uma técnica de ionização ultrarrápida, que obtém impressões digitais em amplas faixas de massas, onde o preparo da amostra é mínimo ou desnecessário (GUO *et al.*, 2017; SILVA *et al.*, 2019).

Portanto, o objetivo deste estudo foi elaborar e caracterizar a farinha de cascas de banana Prata no estágio 7 de maturação quanto à composição centesimal, parâmetros físico-químicos, teor de compostos fenólicos, atividade antioxidante e perfil químico em EM-PS.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

As cascas de bananas (*Musa acuminata* × *Musa balbisiana*, grupo AAB, subgrupo Prata, *cv. Prata*), em estágio 7 de maturação (amarela, com algumas manchas marrons, de acordo com a escala de cor de *Von Loesecke*), foram coletadas em escolas infantis da cidade de Belo Horizonte, Minas Gerais, no período de outubro de 2016 a abril de 2017, totalizando quatro coletas. Estas cascas foram imediatamente imersas em solução de ácido cítrico a 0,5% (p/v), objetivando a redução do escurecimento enzimático, e mantidas neste líquido até o deslocamento para o Setor de Operações, Processos e Tecnologia (SOPT) da Faculdade de Farmácia da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). Em seguida, foram processadas em liquidificador (Siemens, LS-04, Brusque, SC), juntamente com a solução de ácido cítrico, e mantidas congeladas até o momento da desidratação em estufa com circulação mecânica (Fanem, 320-SE, Brasil) a 60 °C por 24 h. As cascas secas foram moídas e passadas em peneira de malha de 32-mesh. As amostras obtidas foram armazenadas em freezer em recipientes de vidro e, após a obtenção de toda a farinha necessária para o estudo, todos os lotes foram misturados para obtenção de uma única amostra de farinha de casca de banana madura. A farinha produzida teve um rendimento de 5,6%.

Os reagentes Folin-Ciocalteu, 2,2-azino-bis (ácido 3-etilbenzotiazolina-6-sulfônico) sal diamônio (ABTS), 2,4,6-Tris(2-piridil)-s-triazina (TPTZ), 2,2-difenil-1-picril-hidrazil (DPPH), 6-Hidroxi-2,5,7,8-tetrametilcromano-2-ácido carboxílico (Trolox) e α -amilase foram obtidas da Sigma-Aldrich. As enzimas pancreatina e pepsina foram adquiridas da Merck. Os demais reagentes foram de grau analítico.

2.2 Métodos

2.2.1 Caracterização da farinha da casca de banana

A farinha foi avaliada quanto à cor em um espectrofotômetro (Konica Minolta, CM-2300d, Tóquio, Japão) equipado com a escala CIELab. Os parâmetros de cor foram L^* (luminosidade), a^* (vermelho a verde) e b^* (amarelo a azul), os dois últimos sendo usados para calcular os parâmetros h° (tonalidade) e c^* (croma ou intensidade da cor) pelas equações 1 e 2, respectivamente (LEÃO, 2013). A avaliação foi realizada em triplicata.

$$h^\circ = \text{arco tangente} \left(\frac{b^*}{a^*} \right) \quad (\text{Eq. 1})$$

$$c^* = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad (\text{Eq. 2})$$

Os valores de pH e sólidos solúveis totais (SST) foram avaliados em uma suspensão da farinha (8% p/v), em triplicata (Alkarkhi *et al.*, 2011). Após 5 min de agitação e 30 min de repouso, a amostra foi filtrada e submetida às leituras em medidor de pH (Bante Instruments, 920, China) e no refratômetro (Hanna Instruments, HI 96801, EUA), respectivamente. As capacidades de retenção de água (CRA) e de óleo (CRO) e a capacidade de inchamento (CI) foram realizadas segundo Wang *et al.* (2015).

A farinha da casca de banana foi analisada quanto aos teores de proteína, lipídeos e cinzas (AOAC, 2012), em triplicata, no Laboratório de Bromatologia - Unidade de Pesquisa Química de Alimentos da Faculdade de Farmácia da UFMG. Enquanto as análises de amido (Brasil, 2014), carboidratos e umidade (IAL, 2008), em triplicata, e fibras alimentares solúvel e insolúvel, em quadruplicata (AOAC, 2012; ASP

et al., 1983), foram realizadas no laboratório do SOPT da Faculdade de Farmácia da UFMG.

A análise de proteína foi realizada pelo método de micro-Kjeldahl (bloco digestor TECNAL, 040/25, e destilador de nitrogênio TECNAL, TE-0363, Piracicaba, SP), com o fator de conversão 6,25. A extração direta em Soxhlet (Solab, SL-202, Piracicaba, SP) utilizando éter etílico foi o método empregado para a determinação dos lipídeos. As cinzas foram obtidas por incineração em mufla (FORNITEC, 2629, São Paulo) a 550 °C. A umidade foi determinada pelo método de secagem direta em estufa ventilada (Fanem, 320-SE, São Paulo) a 105 °C até peso constante. Para a determinação do teor de carboidratos, foi empregado o método de glicídios totais em glicose e as fibras alimentares solúveis e insolúveis foram analisadas pelo método enzimático-gravimétrico. O amido foi determinado pelas técnicas de rotação óptica total e rotação óptica de substâncias solúveis em etanol 40%, com leitura final em polarímetro (Bellingham & Stanley, ADP220, Reino Unido). Os resultados foram expressos em $\text{g} \cdot 100^{-1}$ g da farinha da casca de banana (em base seca).

A análise por espectroscopia no infravermelho com Transformada de Fourier foi realizada em espectrômetro (Shimadzu IRAffinity – 1), com detector DLATGS (Sulfato de Triglicina Deuterado Dopado com L-Alanina) e acessório ATR (*Attenuated Total Reflectance*) com cristal de seleneto de zinco, no Núcleo de Excelência em Aproveitamento Sustentável de Resíduos Sólidos (Departamento de Engenharia Mecânica da UFMG). O espectro da farinha da casca de banana foi obtido na faixa de número de ondas de 4000 a 500 cm^{-1} com coleta de 20 varreduras a uma resolução de 4 cm^{-1} .

2.2.2. Preparação do extrato para determinação dos compostos bioativos da farinha da casca de banana

A extração dos compostos da farinha foi realizada conforme Rufino *et al.* (2010), com modificações, para determinar o conteúdo de compostos fenólicos, avaliar a atividade antioxidante e analisar o perfil químico. A farinha (2,5 g) foi misturada com 10 mL de metanol:água (50:50, v/v) em tubos de centrífuga de 50 mL. Após 1 h de repouso à temperatura ambiente, as amostras foram centrifugadas a 3493 $\times g$ por 22 min (Centrífuga Excelsa II, Fanem, 206BL, São Paulo) e o sobrenadante foi adicionado em balão de 25 mL. Em seguida, 10 mL de acetona:água (70:30, v/v)

foram adicionados sobre o resíduo, com uma nova incubação e centrifugação nas mesmas condições usadas anteriormente. Ambos sobrenadantes foram misturados no balão e o volume foi completado com água destilada.

2.2.3. Compostos fenólicos na farinha da casca de banana

A determinação dos compostos fenólicos totais foi realizada pelo método de Folin Ciocalteu (SAHAN; CANSEV; GULEN, 2013), com algumas modificações. Em tubos de ensaio de 10 mL cobertos com papel alumínio, foram adicionados 200 µL do extrato da amostra, 4,05 mL de água destilada e 250 µL do reagente Folin Ciocalteu. Essa mistura foi homogeneizada em agitador de tubos (Novainstruments, NI 1066, Piracicaba, SP), e mantida em repouso por 3 min. Após este tempo, adicionaram-se 500 µL da solução de carbonato de sódio 7,5% (p/v) e homogeneizou em agitador de tubos. Em seguida, as amostras, bem como os padrões, foram mantidos por 60 min à temperatura ambiente, ao abrigo da luz. A absorbância foi medida a 750 nm em espectrofotômetro (Analytik Jena, Spekol 1300, Alemanha). Uma solução de metanol a 50% (v/v) foi utilizada para o preparo da solução padrão de ácido gálico, cuja faixa de concentração final empregada para a construção da curva analítica foi de 2 – 7 mg.L⁻¹ ($y = 0,0641x + 0,0088$; $R^2 = 0,9999$) e o resultado final foi expresso como equivalentes de ácido gálico (mg EAG.100⁻¹ g de amostra). A análise foi realizada em triplicata e em ambiente com pouca iluminação.

2.2.4. Atividade antioxidante na farinha da casca de banana

A atividade antioxidante na farinha da casca de banana foi determinada por três métodos: 1) reação com 2,2'-difetil-1-picrilhidrazil (DPPH); 2) pela captura do radical livre ABTS *+; 3) reação de redução do ferro (FRAP, *Ferric Reducing Antioxidant Power*).

2.2.4.1. Atividade antioxidante pela reação com o radical livre DPPH

A análise pelo DPPH foi realizada conforme o método oficial 2012.04 da AOAC (2012), com algumas adaptações. Três volumes diferentes do extrato (50, 75 e 100 µL), em triplicata, foram adicionados em tubos de centrifugação de 50 mL

cobertos com papel alumínio. Em cada tubo foram colocados 5 mL da solução metanólica de DPPH (40 mg.L⁻¹). Essa mistura foi homogeneizada em agitador de tubos e incubada a 35 °C por 4 h. Em seguida, procedeu-se a leitura da absorbância a 517 nm, utilizando água destilada como branco. A solução padrão de trolox a 0,5 mg.mL⁻¹ foi usada para construção da curva analítica (massa de trolox x absorbância) na faixa de 0,010 a 0,050 mg ($y = -19,037x + 1,0101$; $R^2 = 0,9993$) e as três concentrações das amostras foram empregadas para a construção da curva massa dos extratos x absorbância (Abs) líquida a fim de determinar a massa “alvo” e, assim, calcular a atividade antioxidante total (AAT), conforme equação 3. A Abs líquida é o valor do intercepto em Y da curva de trolox subtraído da leitura da absorbância da amostra.

$$AAT = \frac{\text{Fator Trolox} \times \text{Abs alvo}}{\text{Massa alvo} \times |\text{inclinação da curva padrão}|} \quad (\text{Eq. 3})$$

Onde, Abs alvo é a metade do valor da interseção obtida pela curva de trolox; o Fator Trolox é calculado pela equação 4; e a massa alvo é determinada conforme a equação 5.

$$\text{Fator Trolox} = \frac{10^6 \mu\text{g}}{\text{g}} \times \frac{\text{pureza do trolox}}{\text{peso molecular do trolox}} \times 100 \text{ g da amostra} \quad (\text{Eq. 4})$$

$$\text{Massa alvo} = \frac{(\text{Abs alvo} - \text{valor da intercepção em Y da curva da amostra})}{\text{inclinação da curva da amostra}} \quad (\text{Eq. 5})$$

Os resultados de AAT foram expressos como μM de equivalentes Trolox ($\mu\text{M ET.g}^{-1}$ de amostra).

2.2.4.2. Atividade antioxidante pela captura do radical livre ABTS

A técnica descrita por Rufino *et al.* (2010) foi empregada para a determinação da atividade antioxidante pela captura do ABTS^{*+}. O extrato foi diluído em água destilada nas seguintes proporções: 1:1 e 1,5:0,5 (extrato: água). Essas duas diluições e mais o extrato sem diluir foram utilizados como amostras de diferentes concentrações. O radical ABTS^{*+} foi preparado a partir da mistura da solução de ABTS (7 mM) com solução de persulfato de potássio (140 mM). Após manter por 16 h em repouso no escuro, a solução do radical ABTS foi diluída com álcool etílico (95%) até atingir uma Abs de $0,700 \pm 0,020$ nm a 734 nm. Em tubos de ensaio cobertos com

papel alumínio, foram adicionados 30 µL das amostras (as três concentrações dos extratos, em tubos diferentes) e 3 mL da solução do radical ABTS. Após homogeneizar em agitador de tubos, aguardou-se 6 min para a medida da Abs a 734 nm. A solução padrão de trolox a 0,5 mg.mL⁻¹ foi utilizada para construção da curva analítica na faixa de 100 a 2000 µM, cuja equação da reta ($y = - 0,0004x + 0,5968$; $R^2 = 0,9977$) foi empregada para calcular a Abs referente a 1000 µM de Trolox. A partir das absorbâncias das diferentes concentrações da amostra, construiu-se a curva da amostra (concentração em mg.L⁻¹ x Abs) e a equação da reta obtida foi usada para calcular a concentração equivalente a 1.000 µM de trolox. A AAT foi calculada pela equação 6.

$$AAT = \frac{1000}{\frac{c}{1000} \times 1 g} \quad (\text{Eq. 6})$$

Onde c é a concentração da amostra equivalente a 1.000 µM de trolox, que é dividido por 1000 para ter o valor em gramas. Os resultado da AAT foi expresso como µM ET.g⁻¹ de amostra.

2.2.4.3. Atividade antioxidante pela reação de redução do ferro (FRAP)

O método do FRAP foi realizado conforme descrito por Rufino *et al.* (2010). A solução do reagente FRAP foi preparada misturando-se tampão acetato pH 3,6 (0,3 M), solução de TPTZ (10 mM) e solução de cloreto férrico (20 mM) (10:1:1, respectivamente). As mesmas diluições dos extratos preparadas para o ensaio com o ABTS foram empregadas nesta técnica. Desta forma, em tubos de ensaio cobertos com papel alumínio, foram adicionados 90 µL de cada uma das três concentrações dos extratos, 270 µL de água destilada e 2,7 mL do reagente FRAP, em triplicata. As soluções foram homogeneizadas em agitador de tubos e aquecidas a 37 °C por 30 min. Em seguida, fez-se a leitura da Abs a 595 nm. Como branco foi utilizado o reagente FRAP. A solução de sulfato ferroso (2 mM) foi utilizada como padrão para construção da curva analítica (faixa de concentração de 500 - 2000 µM) e a partir da equação da reta ($y = 0,0008x - 0,1618$, $R^2 = 0,9925$) calculou-se a Abs referente a 1000 µM de sulfato ferroso. Com os valores obtidos de absorbância para as três concentrações da amostra, construiu-se a curva da amostra (concentração x Abs) e

por meio da equação da reta determinou-se a concentração equivalente a 1000 µM de sulfato ferroso. A AAT foi calculada pela equação 7.

$$AAT = \frac{1000}{\frac{c}{1000} \times 1} \quad (\text{Eq. 7})$$

Onde c é a concentração da amostra equivalente a 1000 µM de sulfato ferroso. O resultado da AAT foi expresso em µM de sulfato ferroso.g⁻¹ de amostra.

2.2.5. Perfil químico

A análise do perfil químico foi feita segundo Silva *et al.* (2019), usando um espectrômetro de massas LCQ Fleet (Thermo Scientific, San Jose, EUA) equipado com fonte de ionização por *Paper Spray*, no Departamento de Química da UFMG. O extrato da farinha foi filtrado em filtro de seringa de nylon a 0,22 µm e dois microlitros foram aplicados na borda de um papel cromatográfico cortado no formato de triângulo equilátero (1,5 cm). Sobre este papel foram adicionados 40 µL de metanol, e a fonte de tensão foi conectada para aquisição de dados. A amostra foi analisada, em triplicata, nos modos de ionização positivo e negativo.

Para a análise, o equipamento foi operado com voltagem da fonte igual a + 5,0 kV (modo de ionização positiva) e -3,0 kV (modo de ionização negativa); voltagem capilar de 40 V; temperatura do tubo de transferência de 275 °C; voltagem da lente do tubo de 115 V; e faixa de massa de 100 a 1000 m/z . Os íons e seus fragmentos foram identificados com base nos dados descritos na literatura. As energias de colisão usadas para fragmentar os compostos variavam de 15 a 30 eV. Os espectros de massa obtidos foram processados com o software Xcalibur (Thermo Scientific, EUA).

2.3. Análise estatística

Os resultados foram expressos com as médias das replicatas e seus respectivos desvios padrão. Os coeficientes de correlação de Pearson foram determinados no software SPSS 15.0 for Windows (SPSS Inc., EUA).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização da farinha da casca de banana

As propriedades físico-químicas e a composição química da farinha das cascas de banana estão mostradas na Tabela 1. Essa farinha apresentou coloração marrom, assemelhando com a cor obtida em outros estudos com farinhas de cascas de bananas em diferentes estágios de maturação bem como outras variedades (ALKARKHI *et al.*, 2011; CASTELO-BRANCO *et al.*, 2017; TORRES-OBLITAS; SANCHO; GOZZI, 2018).

Tabela 1 - Propriedades físico-químicas e composição centesimal (em base seca, exceto umidade) da farinha da casca de banana Prata madura

Propriedades físico-químicas		Composição (g.100 g ⁻¹ , base seca)	
Luminosidade	40,83 ± 0,61	Umidade	6,48 ± 0,10
Ângulo h°	62,00 ± 0,12	Cinzas	7,47 ± 0,06
Croma	27,15 ± 0,29	Proteínas	8,56 ± 0,00
pH	4,70 ± 0,02	Lipídeos	14,42 ± 0,37
SST (°Brix)	3,10 ± 0,00	Carboidratos	21,43 ± 0,39
CRA (g água/g)	6,01 ± 0,27	Amido	0,93 ± 0,03
CRO (g óleo/g)	3,79 ± 0,13	FAS	3,22 ± 0,10**
CI (mL/g)	5,07 ± 0,16	FAI	44,95 ± 0,96**

Valor médio ± desvio padrão, n = 3. ** n = 4. SST: sólidos solúveis totais; CRA: capacidade de retenção de água; CRO: capacidade de retenção de óleo; CI: capacidade de inchamento; FAS: fibra alimentar solúvel; FAI: fibra alimentar insolúvel.

A parte do fruto, o estágio de maturação, o uso de pré-tratamento antes da secagem, bem como as condições e métodos de secagem podem influenciar as características físico-químicas das farinhas (ALKARKHI *et al.*, 2011; VU; SCARLETT; VUONG, 2017a). A farinha da polpa de banana geralmente é mais clara do que aquela obtida da casca, como demonstrado por Alkarkhi *et al.* (2011), isso pode ser devido a oxidação de fenóis, a degradação de pigmentos, a caramelização e reação de Maillard durante a secagem das cascas (VU, SCARLETT, VUONG, 2017a).

A farinha da casca de banana Prata madura é ácida e, tanto o pH quanto o teor de SST foram menores ao encontrado por Alkarkhi *et al.* (2011) na farinha da casca de banana nanica madura (pH 5,47 e 3,46 °Brix). O teor de SST nas cascas de banana corresponde à presença de glicose, frutose e sacarose, sendo que quanto maior o estágio de maturação, maior esse valor (KHAWAS; DEKA, 2016).

A CRA é a capacidade de um material reter água em sua matriz e está relacionada com a quantidade de proteína e de fibra alimentar, principalmente hemicelulose e pectina, e com o estado físico do amido presente na farinha (ALKARKHI *et al.*, 2011; TORRES-OBLITAS; SANCHO; GOZZI, 2018; ZHANG *et al.*, 2017a). Nesse estudo, a CRA foi semelhante aos valores encontrados por Alkarkhi *et al.* (2011) e Torres-Oblitas, Sancho e Gozzi (2018) nas farinhas de casca de banana madura (6,1 – 8,2 g/g e 5,4 g/g, respectivamente) e maior que a da farinha da casca de banana verde da variedade terra (3,5 g/g) (AGAMA-ACEVEDO *et al.*, 2016), da farinha da casca de pequi (3,7–4,0 g/g) (LEÃO *et al.*, 2017), da farinha da casca de buriti (1,1 g/g) (RESENDE; FRANÇA; OLIVEIRA, 2019) e da farinha de trigo (1,9 g/g) (JOSHI; LIU; SATHE, 2015). Porosidade, tamanho diferente de partícula, processo de preparação e várias estruturas de fibra podem causar essas variações (ZHANG *et al.*, 2017a).

A CRO se refere à propriedade do alimento em reter a gordura durante seu cozimento, preservando o sabor e melhorando a textura (RESENDE; FRANÇA; OLIVEIRA, 2019; TORRES-OBLITAS; SANCHO; GOZZI, 2018). O valor da CRO da farinha da casca de banana prata madura foi próximo ao da farinha da casca de banana terra verde (2,2 – 4,1 g/g) (AGAMA-ACEVEDO *et al.*, 2016) e superior ao das farinhas de casca de banana nanica madura obtidas por Alkarkhi *et al.* (2011) (0,93 – 1,28 g/g) e por Torres-Oblitas, Sancho e Gozzi (2018) (0,9 g/g) e da farinha de trigo (1,1 g/g) (JOSHI; LIU; SATHE, 2015). O tamanho e a natureza hidrofóbica das partículas de fibra, composição da fibra, propriedades variadas da superfície e densidade total de carga podem causar essas diferenças (ZHANG *et al.*, 2017a).

A CI está relacionada com a porosidade, cristalinidade e características dos constituintes da matriz fibrosa (WANG *et al.*, 2015). A farinha da casca de banana madura apresentou um valor de CI similar às fibras alimentares da casca de mamão (4,1 e 4,5 mL/g) e da casca de laranja (4,8 e 6,3 mL/g) (WANG *et al.*, 2015; ZHANG *et al.*, 2017b), indicando que a farinha estudada pode ser utilizada como ingrediente de produtos destinados ao controle de peso, isso porque ela pode aumentar a

sensação de saciedade (ZHANG *et al.*, 2017b). Portanto, a farinha da casca de banana prata madura exibiu propriedades tecnológicas superiores a outros tipos de farinhas, podendo ser indicada na elaboração de produtos de panificação para melhorar a textura, com alegação de alimento funcional (TORRES-OBLITAS, SANCHO E GOZZI, 2018).

Em relação à composição química, observa-se na Tabela 1 que a farinha obtida é rica em fibra alimentar insolúvel, representando mais que 93% da fibra total, além de apresentar alto teor de carboidratos e quantidades significativas de proteínas e lipídeos. A quantidade de amido foi muito baixa, devido ao estágio de maturação. O teor de umidade está de acordo com o recomendado pela legislação brasileira para farinhas, que deve ser menor que 15% (ANVISA, 2005).

Emaga *et al.* (2007) observaram que, de modo geral, a variedade não afeta a composição centesimal das cascas, ao contrário do estágio de maturação. Esses autores analisaram cascas de seis variedades de bananas em três estágios de maturação, desidratadas a 60 °C por 24 h, e verificaram que as cascas das bananas mais maduras apresentaram teores mais elevados dos constituintes.

No trabalho de Angelis-Pereira *et al.* (2013), as cascas de banana Prata, em estágio 3 de maturação, desidratadas a 60 °C por 36 h e moídas, apresentaram resultados similares de proteína (8,12%) e fibra alimentar solúvel (3,53%), enquanto que umidade, lipídeos e fibra alimentar insolúvel foram inferiores, e os teores de cinzas e carboidratos foram superiores ao deste estudo. Na banana verde, o amido é um dos principais carboidratos digeríveis mas, durante a maturação, o teor de amido diminui enquanto que o de açúcar solúvel aumenta, isso ocorre devido à ação de enzimas que degradam o amido e que participam da formação dos açúcares (KHAWAS; DEKA, 2016). Diante desses resultados, verifica-se que o estágio de maturação do fruto influencia na composição da farinha, devido às variações encontradas nesse estudo e aqueles obtidos por Angelis-Pereira *et al.* (2013), colaborando com a observação dada por Emaga *et al.* (2007).

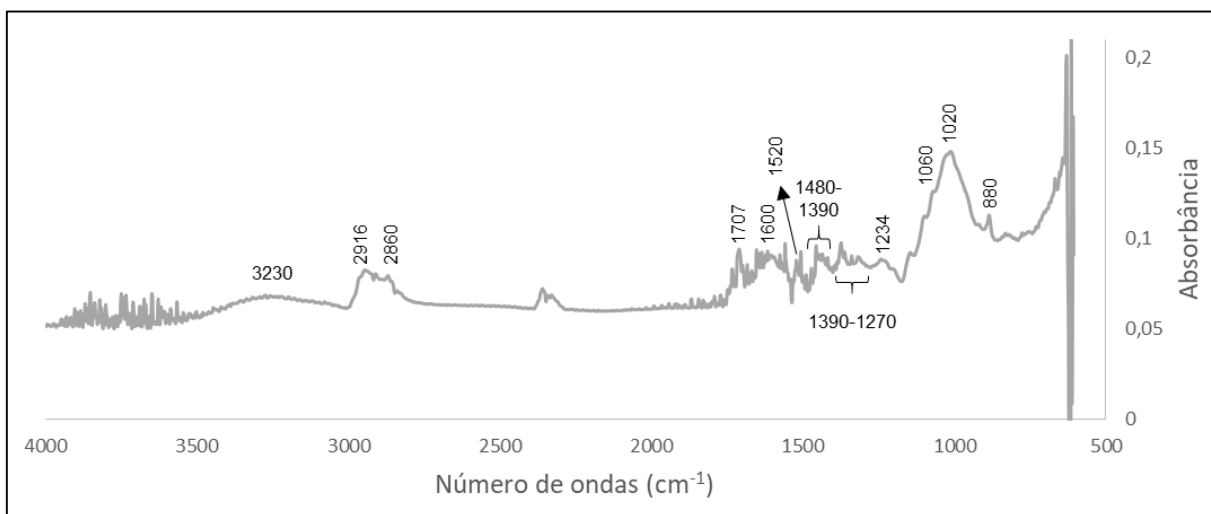
As cascas de frutas apresentam maior teor de fibras que a polpa, isso é devido a sua função de proteção contra ameaças externas (RESENDE, FRANÇA, OLIVEIRA, 2019). Assim, o destaque da farinha de casca de banana Prata madura obtida é o seu alto teor em fibras alimentares, sendo a FAI a porção de maior concentração (45%). As organizações de saúde recomendam o consumo de 25 a 38 g de fibra por dia para

que tenha funcionalidade em adultos (DAHL; STEWART, 2015), portanto, a utilização desta farinha é uma boa alternativa como ingrediente em diversos produtos.

Além disso, a presença de fibras em embalagens biodegradáveis influencia na resistência mecânica, na rigidez, na deformação do material e na permeabilidade ao vapor de água. Por isso, é interessante utilizar a farinha da casca de banana na elaboração de filmes e revestimentos comestíveis, visando a ação das fibras sobre as propriedades mecânicas e de barreira (OTONI *et al.*, 2017; PAULESKI *et al.*, 2007).

O espectro de infravermelho foi obtido para verificar os grupos funcionais presentes na farinha da casca de banana madura (Figura 1) e foi semelhante aos espectros de outras farinhas de casca de banana (PELISSARI; SOBRAL; MENEGALLI, 2014; OLIVEIRA *et al.*, 2016).

Figura 1 - Espectro de infravermelho com transformada de Fourier da farinha da casca de banana Prata madura



Uma banda larga de baixa intensidade a 3230 cm^{-1} corresponde ao alongamento dos grupos $-\text{OH}$ (EL-DIN *et al.*, 2018). A banda a 2916 cm^{-1} foi descrito como vibrações de estiramento de C-H na celulose e na hemicelulose (OLIVEIRA *et al.*, 2016; PELISSARI; SOBRAL; MENEGALLI, 2014). A banda a 2860 cm^{-1} pode ser dada aos grupos metoxílicos (OLIVEIRA *et al.*, 2016). O próximo pico, a 1701 cm^{-1} , pode indicar vibrações dos grupos acetila e éster urônico das hemiceluloses ou ligação éster do grupo carboxílico do ácido p-cumárico da lignina (PELISSARI; SOBRAL; MENEGALLI, 2014). De acordo com Oliveira *et al.* (2016), a banda em 1600 cm^{-1} representa a superposição da vibração de estiramento de C=O da pectina com o

estiramento de C=C da cadeia aromática da lignina. As vibrações do anel aromático da lignina podem ser observadas a 1520 cm^{-1} (PELISSARI; SOBRAL; MENEGALLI, 2014). Na região entre 1480 e 1390 cm^{-1} , os picos são referentes aos modos de flexão de $-\text{CH}_3$ (KHAWAS; DEKA, 2016). Enquanto que os picos observados na faixa de 1390 - 1270 cm^{-1} estão relacionados com ligação $-\text{CH}_2$, indicando a presença de celulose na farinha (OLIVEIRA *et al.*, 2016). O pico a 1234 cm^{-1} indica estiramento de ligação C-O da lignina e a 1060 cm^{-1} ao estiramento de C-OR (EL-DIN *et al.*, 2018). A banda a 1020 cm^{-1} corresponde à vibração de C-O-C do anel de piranose e a 880 cm^{-1} à deformação glicosídica de C-H com contribuição da vibração do anel pela curvatura de O-H (PELISSARI; SOBRAL; MENEGALLI, 2014). Dessa forma, verificou-se a evidência de grupos funcionais provenientes da celulose, hemicelulose e lignina, constituintes da fibra alimentar insolúvel, que está presente em alta concentração na farinha estudada.

3.2 Compostos fenólicos

O teor de fenólicos totais na farinha da casca de banana Prata foi de $183,85 \pm 5,29\text{ mg EAG.100 g}^{-1}$ da amostra (base seca), indicando que a casca madura de banana Prata é um subproduto com significativo teor desses compostos. Este resultado foi superior ao encontrado por Castelo-Branco *et al.* (2017) com a farinha da casca ($40,3\text{ mg EAG.100 g}^{-1}$ da amostra) e da polpa ($32,9\text{ mg EAG.100 g}^{-1}$ da amostra) de banana verde (*Musa balbisiana*) com grau de maturação 1, obtidas por desidratação a $60\text{ }^\circ\text{C}$ por 20 h.

Contudo, outros pesquisadores obtiveram melhores resultados em comparação ao deste estudo: em farinha das cascas de banana Cavendish (*Musa AAA*), em diferentes estágios de maturação (590 - $2900\text{ mg EAG }100\text{ g}^{-1}$) (KHAWAS; DEKA, 2016; REBELLO *et al.*, 2014) e em farinha da casca de banana verde ($771\text{ mg GAE }100\text{ g}^{-1}$) (AGAMA-ACEVEDO *et al.*, 2016).

Os diferentes resultados de teores de compostos fenólicos totais são influenciados pelo cultivar da fruta, condições de cultivo, pré-tratamento como secagem por calor, liofilização ou branqueamento, estágio de maturação, preparo da amostra, método de extração dos compostos (tipo de solvente, temperatura, tempo e processo de extração). Além disso, a presença de interferentes como clorofila, lipídeos

e terpenos, bem como a escolha do padrão de fenólicos também afetam a determinação dessas substâncias (ABOUL-ENEIN *et al.*, 2016; VU; SCARLETT; VUONG, 2018). Portanto, a farinha obtida da casca de banana madura, por ser fonte de compostos fenólicos, pode ser empregada na elaboração de novos produtos.

3.3 Atividade antioxidante

Devido aos vários constituintes das plantas com diferentes polaridades e atividades biológicas, é necessário adotar mais de um método de determinação de antioxidantes, os quais diferem quanto ao mecanismo de ação, e cada um tem vantagens e limitações (VU; SCARLETT; VUONG, 2017b). Neste estudo, três técnicas de AAT foram usadas no extrato da farinha da casca de banana e os resultados foram $13,14 \pm 1,22 \mu\text{M}$ de Trolox g^{-1} por ABTS, $28,92 \pm 0,78 \mu\text{M}$ de Trolox g^{-1} por DPPH, e $38,01 \pm 1,52 \mu\text{M}$ de sulfato ferroso g^{-1} por FRAP (base seca). Esses dados podem indicar que os compostos extraídos da farinha, provavelmente, têm radicais e sítios ativos com afinidade para a reação de redução do ferro, agindo mais eficientemente sobre o radical FRAP e, também, com moléculas fortemente redutoras, capazes de reagir com os radicais livres do DPPH.

Considerando diferentes cultivares, partes e estágios de maturação da banana, verificou-se que os resultados da atividade antioxidante descritos na literatura são variados. A farinha de casca de banana Cavendish, no estágio 5 de maturação, possuiu $242,2 \mu\text{M}$ de Trolox g^{-1} por ABTS e $14,0 \mu\text{M}$ de Trolox g^{-1} por FRAP (REBELLO *et al.*, 2014). A casca de banana “Prata” liofilizada, no estágio 6 de maturação, apresentou atividade antioxidante de $380,4 \mu\text{M}$ de Trolox g^{-1} da amostra por DPPH (PEREIRA *et al.*, 2017). Assim, a atividade antioxidante também é influenciada pela cultivar, estágio de maturação, método de produção da farinha, bem como pelas condições de extração dos compostos.

Foi encontrada uma correlação positiva entre o conteúdo fenólico e as atividades antioxidantes, com forte intensidade ($r > 0,7$) entre o teor total de compostos fenólicos e a AAT pelos métodos ABTS ($r = 0,914$), FRAP ($r = 0,877$) e DPPH ($r = 0,912$); entre FRAP e ABTS ($r = 0,997$); FRAP e DPPH ($r = 0,997$); e ABTS e DPPH ($r = 1,000$). Esses dados corroboram os de outros estudos sobre a casca de banana (GONZÁLEZ-MONTELONGO; LOBO; GONZÁLEZ, 2010; PEREIRA *et al.*, 2017; VU;

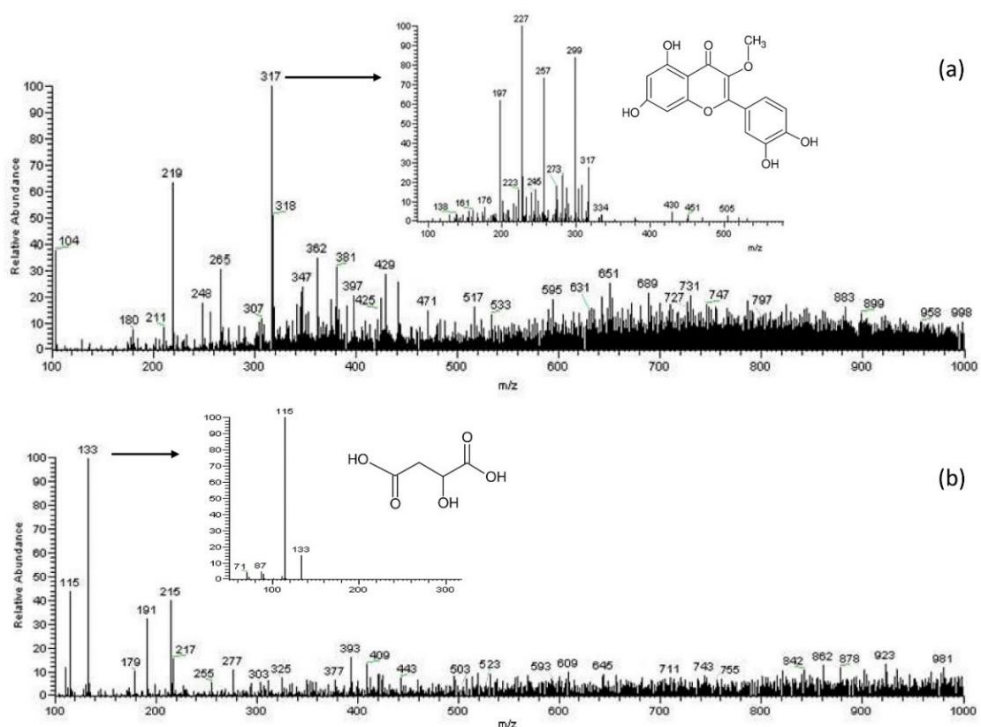
SCARLETT; VUONG, 2017b) e indicam que os fenólicos são os principais compostos antioxidantes da casca de banana madura.

No entanto, é importante observar que existem outras substâncias presentes nos alimentos que também contribuem para a capacidade de eliminar os radicais livres, como ácido ascórbico, tocoferóis, fitoesteróis e fibras vegetais (GONZÁLEZ-MONTELONGO; LOBO; GONZÁLEZ, 2010). Com base nesses resultados, a farinha produzida pode ser usada como fonte natural de baixo custo de antioxidantes em vários alimentos.

3.4 Perfil químico

A EM-PS é um método rápido para obter impressões digitais em amplas faixas de massas. O extrato da farinha de casca de banana foi analisado nos modos de ionização positivo e negativo, e seus perfis químicos estão ilustrados na Figura 2. Os íons e seus fragmentos obtidos nesta análise foram identificados com base nos dados descritos na literatura.

Figura 2 - Representação dos espectros em modo positivo da 3-O-metilquercetina (m/z 317) (a) e em modo negativo do ácido málico (m/z 133) (b) presentes na farinha de casca de banana madura



3.4.1. Modo positivo

Os possíveis compostos identificados na farinha de casca de banana madura com o modo de ionização positivo estão mostrados na Tabela 2, a maioria dos quais está dentro do grupo de flavonoides. Destes, três podem ser propostos como conjugados glicosídicos derivados de flavonas: luteolina (m/z 595), apigenina (m/z 727) e crisoeriol (m/z 797), conforme identificados por Cavaliere *et al.* (2005) em caule e folhas de *Triticum durum*, usando cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) com espectrometria de massa em tandem com ionização por electrospray (ESI-MS/MS). Segundo esses autores, os flavonoides são geralmente conjugados como uma forma de proteção nas plantas.

Tabela 2 - Íons identificados na farinha da casca de banana por EM-PS em modo positivo

Tentativa de identificação	m/z	MS/MS	Referência
Quinona			
Espinocromo A	265	191, 207, 219, 235	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
Flavonoides			
3-O-metilquercetina	317	245, 273	CAMPELO <i>et al.</i> , 2020; GOBBONETO; LOPES, 2008
O,C-ramnosil-glucosil-luteolina	595	379, 409, 449, 451, 463, 469, 475, 577	CAVALIERE <i>et al.</i> , 2005
7-O-Metil-delpinidina-3-O-(2'' galloil)-galactosídeo I	631	233, 317	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
6-C-hexosil-C-pentosil-apigenina O-hexosídeo	727	709	CAVALIERE <i>et al.</i> , 2005
Tetra-O-galloil-scyllouquercitol	731	301	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
Crisoeriol di-O,O-malonilhexosídeo	797	711	CAVALIERE <i>et al.</i> , 2005
Fitoesteróis			
Sitosterol	397	175	WANG <i>et al.</i> , 2017
Terpenoides			
Diidroisovaltrato	425	281, 365	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
Açúcares			
Sacarose	381	201, 219	SILVA <i>et al.</i> , 2019
Morrónisídeo	429	267	GUO <i>et al.</i> , 2017

O íon com m/z 317 foi proposto como sendo 3-O-metilquercetina com base em seus íons fragmentados, comparado ao estudo de Gobbo-Neto e Lopes (2008) com folhas de arnica brasileira (*Lychnophora ericoides*) usando HPLC-DAD-MS e -MS/MS. O espectro de fragmentação desse íon e sua estrutura química estão mostrados na Figura 2a.

As identidades dos picos representados por m/z 265 e 425 foram atribuídas experimentalmente ao espinocromo A (6-acetil-4,5,7,8-tetra-hidroxinaftaleno-1,2-diona) e diidroisovaltrato, respectivamente. Esses compostos foram identificados em extratos de frutos de *Rhus coriaria* usando HPLC-DAD-ESI-MS/MS (ABU-REIDAH *et al.*, 2015) e são descritos pela primeira vez na farinha da casca de banana madura.

3.4.2. Modo negativo

A Tabela 3 apresenta os compostos da farinha da casca de banana madura identificados por EM-PS no modo de ionização negativo, divididos em ácidos orgânicos, ácidos fenólicos, glicerídeos de fenilpropano, flavonoides e açúcares.

Tabela 3 - Íons identificados na farinha da casca de banana por EM-PS em modo negativo

Tentativa de identificação	m/z	MS/MS	Referência
Ácido orgânico			
Ácido málico	133	115	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015; OLIVEIRA <i>et al.</i> , 2020; SILVA <i>et al.</i> , 2019
Ácido cítrico	191	111, 173	SILVA <i>et al.</i> , 2019; WANG <i>et al.</i> , 2017; ZHANG <i>et al.</i> , 2017a
Ácido fenólico			
Ácido cafeico	179	135	KANG <i>et al.</i> , 2016
Derivado do ácido cafeico	377	341, 179	BYSTROM <i>et al.</i> , 2008
Hexosídeo do ácido <i>p</i> -cumárico	325	145	BYSTROM <i>et al.</i> , 2008; SILVA <i>et al.</i> , 2019; ZHANG <i>et al.</i> , 2017a
Éster metil do ácido 3,5-di-O-cafeoilquínico	535	373, 445	CAMPELO <i>et al.</i> , 2020
Glicerídeos de fenilpropano			
1-O-diidrocafeoil glicerol	255	163	CAMPELO <i>et al.</i> , 2020; KANG <i>et al.</i> , 2016

Flavonoides			
Taxifolina (diidroquercetina)	303	217, 259, 285	KANG <i>et al.</i> , 2016
4'- Metoxiluteolina-8-C-(6"acetil)- β -D-glucopiranosídeo	503	341	SIMIRGIOTIS <i>et al.</i> , 2013
Flavonoide diglucosil desconhecido	523	361	SIMIRGIOTIS <i>et al.</i> , 2013
Kaempferol-3-O-rutinosídeo	593	255, 285	BRITO <i>et al.</i> , 2014; REBELLO <i>et al.</i> , 2014; TSAMO <i>et al.</i> , 2015; WANG <i>et al.</i> , 2017
Rutina (quercetina 3-rutinosídeo)	609	255, 271, 300, 301, 463	BYSTROM <i>et al.</i> , 2008; BRITO <i>et al.</i> , 2014; REBELLO <i>et al.</i> , 2014; TSAMO <i>et al.</i> , 2015; WANG <i>et al.</i> , 2017
Isorhamnetina-3-O-rutinosídeo	623	315, 477	BRITO <i>et al.</i> , 2014; REBELLO <i>et al.</i> , 2014; TSAMO <i>et al.</i> , 2015
Quercetina-3/7- rutinosídeo-3/7-rhamnosídeo	755	609	REBELLO <i>et al.</i> , 2014
Açúcar			
Hexose	215	71, 89, 179	GUO <i>et al.</i> , 2017; SILVA <i>et al.</i> , 2019

O íon com m/z 133 foi proposto como $[M - H]^-$ com base em sua transição MS/MS $133 \rightarrow 115$ (perda de uma molécula de água), o que também foi observado por Silva *et al.* (2019). O ácido málico é o principal ácido orgânico da banana (THAKUR *et al.*, 2019) e isso também foi verificado na farinha da casca. O espectro de fragmentação desse íon e sua estrutura química estão apresentados na Figura 2b.

O ácido cítrico, adicionado em solução sobre as cascas de banana para reduzir o escurecimento enzimático, foi reconhecido pelo íon com m/z 191 e seu íon fragmentado com m/z 111 $[M - H_2O - COOH - OH]^-$ (SILVA *et al.*, 2019).

Os sinais com m/z 179 e 377 foram propostos como ácido cafeico e seu derivado, respectivamente. O íon fragmento do derivado em m/z 179 pode corresponder ao ácido cafeico. Esses compostos fenólicos estão presentes nas cascas de banana e possuem propriedades antioxidantes e antimicrobianas (VU; SCARLETT; VUONG, 2018).

Da classe dos glicerídeos de fenilpropano, o composto 1-O-diidrocafeoil glicerol (m/z 255) também foi identificado nos grãos de sorgo (CAMPELO *et al.*, 2020; KANG *et al.*, 2016).

O grupo dos flavonoides foi aquele com maior número de substâncias tentativamente identificadas. Íons com m/z 303, 609 e 755 podem ser considerados flavonóis à base de quercetina, devido aos seus íons fragmentados, em comparação com dados da literatura. Rebello *et al.* (2014) encontraram na farinha de casca de banana Cavendish, em estágio 5 de maturação, que os glicosídeos à base de quercetina eram os principais flavonóis. Outros glicosídeos conjugados com flavonoides também foram tentativamente identificados na amostra, como os íons com m/z 503, 523, 593 e 623, uma vez que o padrão de fragmentação obtido neste estudo corresponde aos encontrados na literatura.

O sinal com m/z 215 pode ser considerado como hexose. A farinha de casca de banana tem um alto teor de carboidratos que podem ser identificados pela técnica de paper spray. Silva *et al.* (2019), utilizando o mesmo método, também tentativamente identificaram açúcares em cagaitas (*Eugenia dysenterica*) com a mesma transição MS/MS.

Segundo Vu *et al.* (2018), a casca de banana contém mais de 40 compostos fenólicos já identificados, incluindo flavonoides, catecolaminas e ácidos hidroxicinâmicos. Tsamo *et al.* (2015) e Rebello *et al.* (2014) detectaram, em quantidades significativas, conjugados com hexoses, glicosídeos flavonoides e estruturas à base de quercetina, e a rutina e seus conjugados foram os principais flavonóis da casca de banana. Tsamo *et al.* (2015) descobriram que os glicosídeos de flavonol eram dominantes nas cascas de banana, enquanto o ácido ferúlico foi encontrado em maior quantidade na polpa de banana. No entanto, o ácido ferúlico e as catecolaminas não foram identificados na farinha de casca de banana madura do presente estudo.

Essas variações no tipo de composto identificado dependem de vários fatores, como variedade, estágio de maturação, condições de cultivo, pré-tratamento e métodos de extração.

4. CONCLUSÃO

A casca de banana é um resíduo de fácil disponibilidade e baixo custo, do qual é possível obter uma farinha que contém compostos bioativos, propriedades antioxidantes, altos níveis de carboidratos e fibras alimentares, e pode ser uma fonte

alternativa para o desenvolvimento de novos produtos. A atividade antioxidante apresentou forte correlação positiva com o teor de compostos fenólicos totais. Pela técnica de EM-PS, de uma maneira rápida e simples, onze compostos foram tentativamente identificados na farinha da casca de banana madura pelo modo positivo e quinze pelo modo negativo, como ácidos orgânicos, ácidos fenólicos, flavonoides, açúcares, quinona e terpenoides. Ressalta-se que este estudo foi o primeiro a empregar a técnica de ionização por paper spray para avaliar o perfil químico dessa matéria-prima.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABOUL-ENEIN, A. M. *et al.* Identification of phenolic compounds from banana peel (*Musa paradisiaca* L.) as antioxidant and antimicrobial agents. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, v. 8, n. 4, p. 46-55, 2016.

ABU-REIDAH, I. M. *et al.* HPLC–DAD–ESI-MS/MS screening of bioactive components from *Rhus coriaria* L. (Sumac) fruits. *Food Chemistry*, v. 166, p. 179–191, 2015.

AGAMA-ACEVEDO, E. *et al.* Potential of plantain peels flour (*Musa paradisiaca* L.) as a source of dietary fiber and antioxidant compound. *CyTA - Journal of Food*, v. 14, n. 1, p. 117-123, 2016.

ALKARKHI, A. F. M. *et al.* Comparing physicochemical properties of banana pulp and peel flours prepared from green and ripe fruits. *Food Chemistry*, v. 129, p. 312–318, 2011.

ANGELIS-PEREIRA, M. C. *et al.* Chemical composition of unripe banana peels and pulps flours and its effects on blood glucose of rats, *Nutrition & Food Science*, v.46, n. 4, p. 504-516, 2016.

ANJUM, S.; SUNDARAM, S.; RAI, G. K. Nutraceutical application and value addition of banana (*Musa Paradisiaca* L. variety “Bhusawal Keli”) peel: a review. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, v. 6, n. 10, p. 81-85, 2014.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária, RDC nº 263, de 22 de setembro de 2005. *Diário Oficial da União*, nº 184, de 23 de setembro de 2005. Brasília. 368-369. Disponível em: <<http://portal.anvisa.gov.br/legislacao#/visualizar/27619>>. Acesso em: 01 jul. 2019.

AOAC. Association of Official Analytical Chemists. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists*, 19th ed., Gaithersburg: Ed. William Horwitz, 2012.

ASP, N. G. *et al.* Rapid enzymatic assay of insoluble and soluble dietary fiber. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 31, p. 476-482, 1983.

BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento - Secretaria de Defesa Agropecuária - Coordenação-Geral de Laboratórios Agropecuários - Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS - Laboratório de Análises para Classificação Vegetal. Determinação de amido em farinha de mandioca, produtos amiláceos e outros, 2014.

BRITO, A. *et al.* HPLC-UV-MS profiles of phenolic compounds and antioxidant activity of fruits from three citrus species consumed in northern Chile. *Molecules*, v. 19, p. 17400-17421, 2014.

BYSTROM, L. M. *et al.* Characterization of phenolics by LC-UV/vis, LC-MS/MS and sugars by GC in *Melicoccus bijugatus* Jacq. 'Montgomery' fruits. *Food Chemistry*, v. 111, n. 4, p. 1017–1024, 2008.

CAMPELO, F. A. *et al.* Study of thermoplastic extrusion and its impact on the chemical and nutritional characteristics and two sorghum genotypes SC 319 and BRS 332. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 31, n. 4, p. 788-802, 2020.

CASTELO-BRANCO, V. N. *et al.* The use of green banana (*Musa balbisiana*) pulp and peel flour as an ingredient for tagliatelle pasta. *Brazilian Journal of Food Technology*, v. 20, p. 1-8, 2017.

CAVALIERE, C. *et al.* Identification and mass spectrometric characterization of glycosylated flavonoids in *Triticum durum* plants by high-performance liquid chromatography with tandem mass spectrometry. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, v. 19, p. 3143–3158, 2005.

CHEN, S.-Y. *et al.* Djulis (*Chenopodium formosanum*) and its bioactive compounds affect vasodilation, angiotensin converting enzyme activity, and hypertension. *Food Bioscience*, v. 32, p. 100469, 2019.

DAHL, W. J.; STEWART, M. L. Position of the Academy of Nutrition and Dietetics: Health implications of dietary fiber. *Journal of the Academy of Nutrition and Dietetics*, v. 115, n. 11, p. 1861-1870, 2015.

EL-DIN, G. A. *et al.* Study on the use of banana peels for oil spill removal. *Alexandria Engineering Journal*, v. 57, p. 2061-2068, 2018.

EMAGA, T. H. *et al.* Effects of the stage of ripening and varieties on the chemical composition of banana and plantain peels. *Food Chemistry*, v. 103, p. 590-600, 2007.

FAO. Food and Agriculture Organization of the United Nations. *Banana facts and figures*. Disponível em: <<http://www.fao.org/economic/est/est-commodities/bananas/bananafacts/en/#.XRobD-hKjIV>>. Acesso em: 01 Jul. 2019.

GOBBO-NETO, L.; LOPES, N. P. Online identification of chlorogenic acids, sesquiterpene lactones, and flavonoids in the Brazilian arnica *Lychnophora ericoides* Mart. (Asteraceae) leaves by HPLC-DAD-MS and HPLC-DAD-MS/MS and a validated HPLC-DAD method for their simultaneous analysis. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 56, p. 1193–1204, 2008.

GONZÁLEZ-MONTELONGO, R.; LOBO, M. G.; GONZÁLEZ, M. The effect of extraction temperature, time and number of steps on the antioxidant capacity of methanolic banana peel extracts. *Separation and Purification Technology*, v. 71, n. 3, p. 347-355. 2010.

GUO, Y. *et al.* Rapid analysis of *Corni fructus* using Paper Spray-Mass Spectrometry. *Phytochemical Analysis*, v. 28, p. 344–350, 2017.

IAL. Instituto Adolfo Lutz. *Métodos físico-químicos para análise de alimentos*. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 1020 p., 2008.

JOSHI, A. U.; LIU, C.; SATHE, S. K. Functional properties of select seed flours. *LWT - Food Science and Technology*, v. 60, p. 325-331, 2015.

KAMEL, N. A.; ABD-EL-MESSIEH, S. L.; SALEH, N. M. Chitosan/banana peel powder nanocomposites for wound dressing application: preparation and characterization. *Materials Science and Engineering C*, v. 72, p. 543–550, 2017.

KANG, J. *et al.* Identification and characterization of phenolic compounds in hydromethanolic extracts of sorghum whole grains by LC-ESI-MSn. *Food Chemistry*, v. 211, p. 215-226, 2016.

KHAWAS, P.; DEKA, S. C. Comparative nutritional, functional, morphological, and diffractogram study on culinary banana (*Musa ABB*) peel at various stages of development. *International Journal of Food Properties*, v. 19, p. 2832–2853, 2016.

KOWALSKA, H. *et al.* What's new in biopotential of fruit and vegetable by-products applied in the food processing industry. *Trends in Food Science & Technology*, v. 67, p. 150-159, 2017.

LEÃO, Daniela Pereira. *Avaliação comparativa do potencial de farelo de trigo comercial e pericarpo de pequi como substratos na produção de fibras com capacidade antioxidante*. 2013. 88 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos) – Faculdade de Farmácia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

LEÃO, D. P. *et al.* Physicochemical characterization, antioxidant capacity, total phenolic and proanthocyanidin content of flours prepared from pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) fruit by-products. *Food Chemistry*, v. 225, p. 146–153, 2017.

OLIVEIRA, T. Í. S. *et al.* Optimization of pectin extraction from banana peels with citric acid by using response surface methodology. *Food Chemistry*, v. 198, p. 113–118, 2016.

PELLISSARI, F. M.; SOBRAL, P. J. A.; MENEGALLI, F. C. Isolation and characterization of cellulose nanofibers from banana peels. *Cellulose*, v. 21, p. 417–432, 2014.

PEREIRA A.; MARASCHIN, M. Banana (*Musa spp*) from peel to pulp: ethnopharmacology, source of bioactive compounds and its relevance for human health. *Journal of Ethnopharmacology*, v. 160, n. 3, p. 149-163, 2015.

PEREIRA, G. A. *et al.* Optimizing the homogenizer-assisted extraction (HAE) of total phenolic compounds from banana peel. *Journal of Food Process Engineering*, v. 40, p. 1-8, 2017.

REBELLO, L. P. G. *et al.* Flour of banana (*Musa AAA*) peel as a source of antioxidant phenolic compounds. *Food Research International*, v. 55, p. 397-403, 2014.

RESENDE, L. M.; FRANÇA, A. S.; OLIVEIRA, L. S. Buriti (*Mauritia flexuosa* L. f.) fruit by-products flours: evaluation as source of dietary fibers and natural antioxidants. *Food Chemistry*, v. 270, p. 53–60, 2019.

RUFINO, M. S. M. *et al.* Bioactive compounds and antioxidant capacities of 18 non-traditional tropical fruits from Brazil. *Food Chemistry*, v. 121, p. 996–1002, 2010.

SAHAN, Y.; CANSEV, A.; GULEN, H. Effect of processing techniques on antioxidative enzyme activities, antioxidant capacity, phenolic compounds, and fatty acids of table olives. *Food Science and Biotechnology*, v. 22, n. 3, p. 613-620, 2013.

SILVA, M. R. *et al.* Antioxidant activity and metabolomic analysis of cagaitas (*Eugenia dysenterica*) using Paper Spray Mass Spectrometry. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 30, n. 5, p. 1034-1044, 2019.

SIMIRGIOTIS, M. J. *et al.* The *Passiflora tripartita* (Banana Passion) fruit: a source of bioactive flavonoid c-glycosides isolated by HSCCC and characterized by HPLC–DAD–ESI/MS/MS. *Molecules*, v. 18, p. 1672-1692, 2013.

THAKUR, R. *et al.* A starch edible surface coating delays banana fruit ripening. *LWT - Food Science and Technology*, v. 100, p. 341–347, 2019.

TORRES-OBLITAS, K.; SANCHO, A. M.; GOZZI, M. S. Caracterización físico-química de harina obtenida a partir de cáscaras de banana (*Musa paradisiaca*) y su aceptabilidad en budines sin gluten. *Ciencia y Tecnología de Alimentos*, v. 28, n. 2, p. 22-29, 2018.

TSAMO, C. V. P. *et al.* Phenolic profiling in the pulp and peel of nine plantain cultivars (*Musa* sp.). *Food Chemistry*, v. 167, p. 197–204, 2015.

VU, H. T.; SCARLETT, C. J.; VUONG, Q. V. Effects of drying conditions on physicochemical and antioxidant properties of banana (*Musa cavendish*) peels. *Drying Technology*, v. 35, n. 9, p. 1141–1151, 2017a.

VU, H. T.; SCARLETT, C. J.; VUONG, Q. V. Optimization of ultrasound-assisted extraction conditions for recovery of phenolic compounds and antioxidant capacity from banana (*Musa cavendish*) peel. *Journal of Food Processing and Preservation*, v. 41, e13148, 2017b.

VU, H. T.; SCARLETT, C. J.; VUONG, Q. V. Phenolic compounds within banana peel and their potential uses: A review. *Journal of Functional Foods*, v. 40, p. 238–248, 2018.

WANG, J. *et al.* Analysis of chemical constituents of *Melastoma dodecandrum* Lour. by UPLC-ESI-Q-Exactive Focus-MS/MS. *Molecules*, v. 22, n. 476, p. 1-20, 2017.

WANG, L. *et al.* Preparation and physicochemical properties of soluble dietary fiber from orange peel assisted by steam explosion and dilute acid soaking. *Food Chemistry*, v. 185, p. 90–98, 2015.

ZHANG, L. L. *et al.* Recovery of dietary fiber and polyphenol from grape juice pomace and evaluation of their functional properties and polyphenol compositions. *Food & Function*, v. 8, p. 341–351, 2017a.

ZHANG, W. *et al.* Properties of soluble dietary fiber-polysaccharide from papaya peel obtained through alkaline or ultrasound-assisted alkaline extraction. *Carbohydrate Polymers*, v. 172, p. 102–112, 2017b.

CAPÍTULO 2

Artigo publicado: ARQUELAU, P. B. F., SILVA, V. D. M., GARCIA, M. A. V. T., ARAÚJO, R. L. B., FANTE, C. A. Characterization of edible coatings based on ripe “Prata” banana peel flour. *Food Hydrocolloids*, v. 89, p. 570–578, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.11.029>.

CARACTERIZAÇÃO DE FILMES COMESTÍVEIS À BASE DE FARINHA DA CASCA DE BANANA PRATA MADURA

RESUMO

Tendo em vista a utilização de polímeros naturais para formação de filmes e o crescente interesse pelo aproveitamento de resíduos agroalimentares, propôs-se a utilização da casca de banana na produção de filmes comestíveis. Para a formação de filmes à base da farinha da casca de banana que fossem manuseáveis, foi necessária a adição de amido de milho. O efeito das variáveis independentes concentração de amido de milho (33, 38, 50, 62 e 67 g.100 g⁻¹ de farinha de casca de banana) e tempo de aquecimento (30, 34, 45, 56 e 60 min) foi avaliado sobre as propriedades físicas, mecânicas e de barreira. Verificou-se que o teor de amido influenciou a espessura, as resistências à tração e à perfuração e a permeabilidade ao vapor de água. Por outro lado, a luminosidade e o alongamento dos filmes foram afetados pelo tempo de aquecimento. As duas variáveis influenciaram o módulo elástico e a intensidade da cor. Porém, nenhuma delas interferiu na solubilidade, na tonalidade e na taxa de deformação dos filmes. Em relação aos parâmetros colorimétricos, os filmes mostraram-se claros, com tonalidade amarelo-amarronzadas. Quanto ao comportamento mecânico, os filmes apresentaram baixos valores de resistências e de módulo elástico, além de considerável taxa de alongamento, indicando que são pouco resistentes, porém, flexíveis, principalmente aqueles com menores valores de espessura. Os filmes preparados nas condições do ponto central (50 g.100 g⁻¹ de farinha e 45 min de aquecimento) apresentaram níveis elevados de carboidratos (74,5 g.100 g⁻¹) e de fibra alimentar total (16,2 g.100 g⁻¹). Diante desses resultados, verificou-se que a casca de banana pode ser uma matéria-prima alternativa para a produção de filmes e revestimentos comestíveis.

Palavras-chave: *Musa* spp. Resíduo agroalimentar. Propriedades dos filmes. Delineamento Composto Central Rotacional.

1 INTRODUÇÃO

O aumento na demanda por alimentos frescos, saudáveis, de alta qualidade e com maior durabilidade tem contribuído para a expansão de novas tecnologias na indústria de alimentos. Dentre elas destacam-se os revestimentos e filmes comestíveis, cuja principal finalidade é aumentar a vida útil de alimentos perecíveis, contribuindo para a preservação da textura e do valor nutricional, reduzindo as trocas gasosas e a perda ou ganho excessivo de água, além de poder prevenir a contaminação microbiana. Esses revestimentos são membranas delgadas, que devem ser invisíveis e ter aderência suficiente para não serem removidos no manuseio. Além disso, não podem causar alterações nas propriedades organolépticas do alimento (ASSIS; BRITTO, 2014).

Os revestimentos e filmes comestíveis são diferentes entre si na forma de obtenção e aplicação ao alimento. Os filmes são membranas sólidas que são formadas independentes do alimento e depois aplicadas sobre eles, enquanto que os revestimentos ou coberturas são aplicados na forma líquida sobre o alimento (GALUS; KADZINSKA, 2015).

Para a formação desses materiais são utilizados polímeros naturais renováveis, à base de polissacarídeos, proteínas, lipídeos, bem como combinações entre eles (CAZÓN *et al.*, 2017), como amido de milho e gelatina (FAKHOURI *et al.*, 2015), amido de ervilha e goma guar (SABERI *et al.*, 2017), quitosana (SOUZA *et al.*, 2017), pectina (EÇA *et al.*, 2015), cera de carnaúba (MIRA, CARVALHO FILHO; VIOLA, 2015), cera de abelha e amido de tapioca (PÉREZ-GALLARDO *et al.*, 2015), banana (MARTELLI *et al.*, 2013; RODRÍGUEZ-MARÍN *et al.*, 2013), entre outros. Além desses materiais, a incorporação de aditivos, como os plastificantes, tem sido empregada para melhorar as propriedades dos filmes (CAZÓN *et al.*, 2017).

Há um crescente interesse para um melhor aproveitamento dos resíduos agroalimentares, visando a sustentabilidade, a geração de produtos de valor agregado

e a redução do impacto ambiental. Além disso, esses subprodutos podem ser aplicados a outros alimentos a fim de aumentar o tempo de conservação.

A banana é uma das culturas mais antigas e importantes do mundo e o Brasil é um dos principais produtores. Em 2019, a produção brasileira atingiu 7,1 milhões de toneladas (IBGE, 2019) e seu consumo anual pelos brasileiros é cerca de 25 kg per capita (LIMA; VILARINHO, 2019). Porém, são gerados grandes volumes de resíduos que muitas vezes não têm valor comercial e nem aplicação, todavia, são uma excelente fonte de matérias-primas de alto valor (PADAM *et al.*, 2014).

As cascas de banana apresentam alto teor de fibras alimentares, principalmente a fração insolúvel, de amido apenas nos primeiros estágios de maturação, fenólicos e cálcio (EMAGA *et al.*, 2007; PEREIRA; MARASCHIN, 2015). Esses constituintes aumentam a estabilidade e a conservação do valor nutricional e da cor dos alimentos, inibem o crescimento microbiano (RIBEIRO, 2005) e melhoram as propriedades mecânicas e de barreira dos filmes (REDDY; YANG, 2005). Por isso, é interessante utilizá-la como matéria-prima para a produção de filmes e revestimentos comestíveis.

A melhor forma para aproveitar as cascas é como farinha, pois facilita o seu armazenamento e a sua aplicação na obtenção de outros produtos (REBELLO *et al.*, 2014), como os filmes e revestimentos comestíveis. Todavia, para que esta farinha forme um filme homogêneo e de superfície lisa, são necessárias a adição de um agente de gelatinização, como o amido, e a filtração da suspensão de farinha.

Portanto, o objetivo deste trabalho foi utilizar as cascas de banana Prata, em estágio 7 de maturação, na produção de filmes comestíveis, avaliando-se o efeito da concentração de amido de milho e do tempo de aquecimento sobre as características físicas, mecânicas e de barreira dos filmes.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

As cascas de bananas (*Musa acuminata* x *Musa balbisiana*, Grupo AAB, Prata) maduras (estágio 7 de maturação) foram coletadas em escolas infantis da cidade de Belo Horizonte, MG, de outubro de 2016 a abril de 2017, totalizando quatro coletas.

Estas cascas foram imediatamente imersas em solução de ácido cítrico a 0,5% (p/v), objetivando a redução do escurecimento enzimático, e mantidas neste líquido até o deslocamento para o Setor de Operações, Processos e Tecnologia (SOPT) da Faculdade de Farmácia da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). Em seguida, foram processadas em liquidificador (Siemens, LS-04, Brusque, SC), juntamente com a solução de ácido cítrico, e mantidas congeladas até o momento da desidratação.

O amido de milho (Maizena[®], Unilever Brasil Industrial Ltda., Garanhuns) foi comprado em mercado de Belo Horizonte. Os reagentes Folin-Ciocalteu, 2,2-azino-bis (ácido 3-etilbenzotiazolina-6-sulfônico) sal diamônio (ABTS), 2,4,6-Tris(2-piridil)-s-triazina (TPTZ), 2,2-difenil-1-picril-hidrazil (DPPH), 6-Hidroxi-2,5,7,8-tetrametilcromano-2-ácido carboxílico (Trolox) e α -amilase foram obtidas da Sigma-Aldrich. As enzimas pancreatina e pepsina foram adquiridas da Merck. Os demais reagentes foram de grau analítico.

2.2 Métodos

2.2.1 Obtenção da farinha da casca de banana

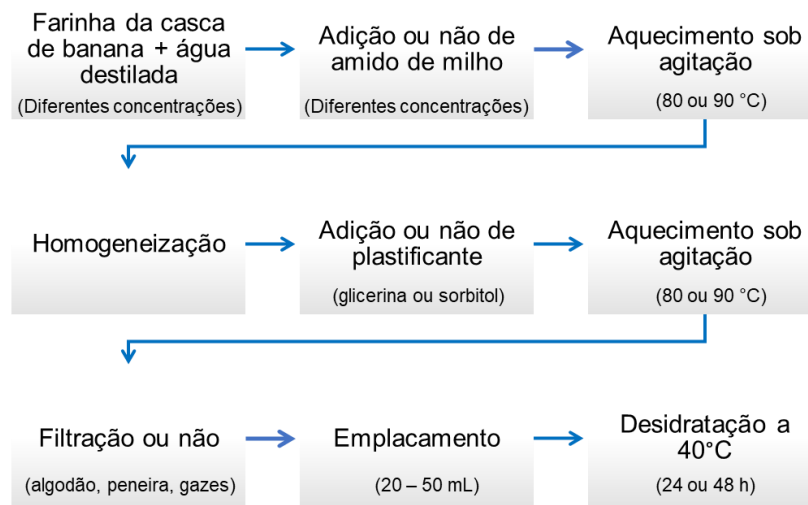
As cascas de banana trituradas, após o descongelamento, foram drenadas para retirada do excesso de líquido e desidratadas em estufa com circulação mecânica (Fanem, 320-SE, São Paulo) a 60 °C por 24 h. Em seguida, o material desidratado foi processado em liquidificador (Philips Walita, modelo Walita Brasília) e passado em peneira de malha de 32-mesh. A farinha obtida foi armazenada em congelador em recipientes de vidro e, após a obtenção de toda a farinha necessária para o estudo, todos os lotes foram misturados a fim de se obter uma única amostra.

2.2.2 Obtenção do filme comestível de casca de banana

Primeiramente, foram realizados alguns estudos preliminares para verificar a formação do filme. Foi empregado o método *casting*, que consiste em aplicar a solução filmogênica em uma placa de poliestireno e submetê-la à desidratação a 40 °C até evaporação total do solvente (PELLISSARI *et al.*, 2013). Foram avaliadas diferentes

condições como concentração da farinha da casca de banana; temperatura e tempo de aquecimento; adição de amido de milho; quantidade e tipo do plastificante; uso ou não da filtração antes do emplacamento; tipo de material filtrante; volume da solução filmogênica para o emplacamento; e tempo de desidratação dos filmes em estufa (Figura 1).

Figura 1 - Etapas realizadas nos testes preliminares para a obtenção de filmes da farinha da casca de banana



Fonte: autoria própria

As condições que propiciaram a formação de um filme manuseável foram utilização de 4 g da farinha da casca de banana em 100 mL de água; 2 g de amido de milho; aquecimento a 90 °C por 30 min em cada etapa de aquecimento; adição de 0,76 g de glicerina bidestilada; filtração em gaze, adição de 50 mL da solução filmogênica na placa de poliestireno (15 cm de diâmetro) e 48 h de desidratação a 40 °C.

Estas condições foram empregadas para a montagem de um delineamento composto central rotacional (DCCR) 2^2 (Tabela 1) com quatro pontos fatoriais, quatro pontos axiais e 3 pontos centrais, resultando em 11 ensaios (Tabela 2). As variáveis independentes com cinco níveis de valores foram concentração de amido de milho e tempo de aquecimento. Todos os experimentos foram realizados aleatoriamente.

Tabela 1 - Variáveis independentes e níveis empregados no delineamento composto central rotacional para obtenção dos filmes comestíveis

Variáveis	Níveis				
	-1,41	-1	0	+1	+1,41
Concentração de amido (g.100 g ⁻¹)	33	38	50	62	67
Tempo de aquecimento (min)	30	34	45	56	60

Tabela 2 - Matrix do delineamento composto central rotacional com valores reais das variáveis concentração de amido de milho e tempo de aquecimento

Ensaio	Concentração de amido de milho (g.100 g ⁻¹)	Tempo de aquecimento (min)
Pontos fatoriais		
1	38	34
2	62	34
3	38	56
4	62	56
Pontos axiais		
5	33	45
6	67	45
7	50	30
8	50	60
Pontos centrais		
9	50	45
10	50	45
11	50	45

A solução filmogênica de cada ensaio foi preparada misturando 8 g da farinha da casca de banana, amido de milho (Tabela 2) e 200 mL de água destilada. Esta suspensão foi aquecida em banho-maria a 90 °C sob agitação constante (GMA Médica, Belo Horizonte) até que se atingisse o tempo definido para cada ensaio (Tabela 2). Homogeneizou-se a suspensão ainda quente em homogeneizador portátil (Ultra Stirrer, Ultra 80-II) a 18000 rpm por 5 min. Adicionou-se 1,52 g de glicerina (19% p/p da farinha da casca de banana) e retornou ao aquecimento (90 °C) pelo mesmo tempo usado na primeira etapa. Foi necessário filtrar esta suspensão com gaze. Espalharam-se 50 mL da solução filmogênica em placas de Petri de poliestireno (15 cm de diâmetro) e estas foram desidratadas em estufa com circulação mecânica a

40 °C por 48 h. Posteriormente, os filmes foram mantidos em dessecador a 25 °C por, pelo menos, 48 h, com uma UR de 58% (solução saturada de brometo de sódio colocada dentro do dessecador).

2.2.3 Caracterização dos filmes

2.2.3.1 Espessura

A espessura de todos os filmes foi medida com um micrômetro (Digimes, Electronic Outside Micrometer, São Paulo). A medição foi realizada em dez pontos selecionados aleatoriamente em cada filme e calculou-se a média.

2.2.3.2 Parâmetros de coloração

A cor dos filmes foi avaliada conforme descrito no capítulo 1. Foram realizadas dez medidas em pontos aleatórios de cada filme, determinando-se a média.

2.2.3.3 Propriedades mecânicas

Os testes de tração (resistência à tração, alongamento à ruptura e módulo elástico) e de perfuração (força à perfuração e deformação à perfuração) foram realizados nos filmes de casca de banana com o analisador de textura modelo TAXT2i (Stable Micro Systems, Surrey, Inglaterra).

O teste de tração foi determinado de acordo com o método padrão D882-12 (ASTM, 2012) com calibração com célula de carga de 5 kg, usando um sistema de garras de tensão A/TG. Os filmes foram cortados em tiras de 15 mm de largura e 100 mm de comprimento e montadas entre as garras de tensão. A distância entre as garras foi de 50 mm e a velocidade do teste foi de 1 mm.s⁻¹. A força máxima de ruptura (N) e a extensão no momento da ruptura (mm) foram obtidas da curva força x distância usando o programa Texture Expert Exceed. O módulo elástico ou de Young está relacionado com a rigidez do filme e foi calculado traçando uma tangente à porção linear inicial da curva força x distância, selecionando qualquer ponto nessa tangente e sua distância correspondente. A resistência à tração (RT), a taxa de alongamento à

ruptura (AL) e o módulo elástico (ME) foram calculados conforme as equações 1, 2 e 3, respectivamente. Cinco determinações foram medidas para cada filme.

$$RT = \frac{F_{max}}{A} \quad (\text{Eq. 1})$$

$$AL = \frac{\Delta l}{l_0} \times 100 \quad (\text{Eq. 2})$$

$$ME = \frac{F_l \times l_0}{A \times dl} \quad (\text{Eq. 3})$$

Onde F_{max} é a força máxima na ruptura (N), A é a área da seção transversal (espessura x largura) (mm^2), Δl a variação do comprimento até a ruptura (mm), l_0 o comprimento inicial do corpo de prova exposto (mm), F_l a força selecionada referente à porção linear, dl a distância correspondente referente à porção linear.

O teste de perfuração foi executado de acordo com a metodologia descrita por Andrade-Pizarro, Skurtys e Osorio-Lira (2015), com modificações. Os filmes foram cortados em discos com 40 mm de diâmetro e fixados em um suporte com uma abertura circular de 10 mm de diâmetro. Utilizaram-se uma célula de carga de 5 kg e uma sonda cilíndrica com 4 mm de diâmetro, que se moveu perpendicularmente para a superfície do filme a uma velocidade constante de $1 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ até romper o material. Os testes foram realizados em triplicata com 4 medições em cada amostra, totalizando 12 medições para cada ensaio. A força máxima de perfuração (N) e a distância perfurada antes da ruptura do material (mm) foram obtidas a partir da curva força x distância, utilizando o programa Texture Expert Exceed. A resistência à perfuração (RP) e a taxa de deformação à perfuração (Dp) foram calculadas pelas equações 4 e 5, respectivamente.

$$RP = \frac{F_{max}}{A} \quad (\text{Eq. 4})$$

$$Dp = \frac{\sqrt{r^2 + d^2} - r}{r} \times 100 \quad (\text{Eq. 5})$$

Onde F_{max} é a força máxima aplicada (N), A é a área da seção transversal ($2 \times$ raio da abertura circular x espessura) (mm^2); r é o raio da parte exposta do filme (5 mm) e d é a distância percorrida pela sonda, desde o ponto de contato com o filme até o ponto de ruptura.

2.2.3.4 Permeabilidade ao vapor de água

A permeabilidade ao vapor de água (PVA) foi determinada gravimetricamente a 25 °C pelo método úmido (ASTM E96/E96M, 2016; MARTELLI *et al.*, 2013), com adaptações. Os filmes de cada ensaio foram cortados em quatro círculos com diâmetro de 3,1 cm. Em frascos de polietileno (8,5 x 10,0 cm) com capacidade de 50 mL, foram adicionados 25 mL de água destilada e na parte interna das tampas rosqueáveis vazadas (abertura circular de 2,1 cm de diâmetro) foram inseridos os filmes. O conjunto frasco e tampa contendo o filme foi pesado em balança analítica (Shimadzu, AX200, Brasil), totalizando três conjuntos por filme. O quarto filme foi inserido em frasco sem a água, sendo chamado de controle do filme. Foi preparado também um controle do conjunto, tampado, contendo 25 mL de água destilada e sem filme. Após a pesagem de todos os conjuntos, estes foram colocados em dessecadores contendo sílica gel e mantidos em câmara com temperatura controlada a 25 °C e a UR interna dos dessecadores monitorada com higrômetro. A cada 24 h os pesos e a UR foram anotados, totalizando oito medições de cada. A PVA foi calculada através da equação 6:

$$PVA = \frac{p}{t} \times \frac{espessura}{A \times \Delta P} \quad (\text{Eq. 6})$$

Onde p/t é a inclinação da curva perda de peso x tempo (g.h^{-1}), A é a área superficial do filme (m^2) e ΔP é a diferença de pressão de vapor entre dentro e fora do frasco (KPa), sendo calculado como $\Delta P = S (R_1 - R_2)$, onde S é a pressão de vapor de saturação da água na temperatura teste (a 25°C = 3,2 KPa); R_1 = fração da UR, nesse caso por ser método úmido é a de dentro do frasco (água = 100% UR, desta forma, a fração é 1); R_2 = é a fração da UR medida dentro do dessecador. A PVA foi expressa em $\text{g.mm.h}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{kPa}^{-1}$.

2.2.3.5 Solubilidade em água

A solubilidade em água dos filmes foi determinada conforme realizado por Pelissari *et al.* (2013), com algumas modificações. Os filmes foram cortados em três círculos de 2 cm de diâmetro, em seguida foram colocados em placas de Petri para desidratação em estufa com circulação mecânica a 105 °C por 24 h. Após resfriamento em dessecador por 30 min, cada amostra dos filmes foi pesada (peso seco inicial, P_i)

e transferida para um béquer (tarado e pesado), ao qual foi adicionado 50 mL de água destilada. Esse conjunto foi colocado em mesa agitadora com inversor (LUCADEMA, LUCA-180/DTP, São José do Rio Preto, SP) por 24 h à temperatura ambiente, sob agitação lenta e contínua. Após este período, drenou-se a água destilada e as amostras foram submetidas à desidratação à 105 °C por 24 h. O material resultante foi pesado para a determinação do peso seco final (P_f) e a porcentagem da solubilidade em água (SA) foi determinada de acordo com a equação 7.

$$SA (\%) = \frac{P_i - P_f}{P_i} \times 100 \quad (\text{Eq. 7})$$

2.2.3.6 Composição centesimal do filme

Os filmes preparados na condição do ponto central, por representar os valores médios das variáveis independentes, foram cortados em tamanhos pequenos e analisados quanto à umidade, carboidratos (IAL, 2008), proteína, lipídeos, cinzas (AOAC, 2012) e fibra alimentar solúvel e insolúvel (AOAC, 2012; ASP *et al.*, 1983).

2.3 Análise estatística

Os resultados foram expressos com as médias das replicatas e seus respectivos desvios padrão. O programa computacional Statistica 10 (Star Soft Inc., EUA) foi usado para o delineamento do experimento, análise dos dados, coeficientes de regressão e superfície de resposta. Os dados foram analisados pela análise de variância (ANOVA) com intervalo de confiança de 95%. Pelo programa SPSS 15.0 for Windows (SPSS Inc., EUA), avaliaram-se normalidade dos resultados, homogeneidade das variâncias e comparação das médias por Tukey ($p < 0,05$).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Obtenção dos filmes comestíveis

Por meio dos testes preliminares, foram verificadas as condições que propiciaram a formação de filmes contínuos (ausência de rupturas ou fraturas após

secagem), homogêneos (ausência de partículas insolúveis, bolhas visíveis ao olho nu, zonas de opacidade ou de cores diferenciadas) e manuseáveis (possibilidade de ser manuseado sem riscos de ruptura), segundo Gontard (1991, *apud* RIGO, 2006).

Diante disso, foi observada que a etapa de filtração é importante para a obtenção de um filme com a superfície mais lisa. Verificou-se também a necessidade da adição de amido de milho como coadjuvante tecnológico, uma vez que sem ele não foi possível retirar o filme da placa, após ser empregada a filtração. Desta forma, foram avaliadas diferentes concentrações de amido, de modo a verificar qual a menor quantidade de amido que promoveu a obtenção de um filme flexível e não quebradiço. A temperatura de reação também foi avaliada, sendo a 90 °C a que causou a formação de gel. A gelatinização do amido ocorre em ampla faixa de temperatura dependendo da fonte de amido (SINGH *et al.*, 2003) e no caso do amido de milho utilizado, esse processo ocorreu em torno de 90 °C.

O filme que apresentou superfície lisa, com maior flexibilidade e que saiu facilmente da placa (Figura 2) foi aquele preparado nas seguintes condições: 4 g da farinha da casca de banana em 100 mL de água; 50% (p/p) de amido de milho; aquecimento a 90 °C por 30 min nas duas etapas de aquecimento; adição de 19% (p/p) de glicerina; filtração em gaze e emplacamento com 50 mL da solução filmogênica.

Figura 2 - Filme obtido a partir da farinha das cascas de banana madura



Fonte: autoria própria

3.2 Caracterização dos filmes comestíveis

Dos onze experimentos referentes ao DCCR, os modelos lineares e quadráticos foram ajustados às respostas referentes às propriedades físicas (espessura, cor e solubilidade em água), mecânicas (resistência à tração,

porcentagem de alongamento, módulo elástico, resistência à perfuração e deformação na perfuração) e de barreira (permeabilidade ao vapor de água) e os coeficientes de regressão para os termos linear, quadrático e de interação foram calculados e avaliados estatisticamente pela análise de variância (ANOVA).

Na Tabela 3, tem-se os valores de F significativos a 95% e os coeficientes de determinação (R^2) obtidos pela ANOVA dos modelos preditivos para as propriedades avaliadas. O teste F é significativo quando as variáveis independentes (concentração de amido e tempo de aquecimento) linear, quadrático e, ou a interação amido-tempo apresentam valores de F calculados maiores que o valor de F tabelado ($F_{(2,3)} = 19,16$).

Tabela 3 - Valores de F significativos a 95% e coeficientes de determinação obtidos pela análise de variância para o modelo quadrático das propriedades avaliadas

Propriedades	$F_{0.95}$					R^2
	Amido (L)	Amido (Q)	Tempo (L)	Tempo (Q)	Amido-tempo	
Espessura	2546	78	N	N	N	0,9910
Luminosidade	N	N	26	N	N	0,8182
Croma	N	36	103	N	N	0,8931
Resistência à tração	466743	N	N	N	N	0,9632
Alongamento	N	N	43	19	N	0,6426
Módulo elástico	173	20	N	19	N	0,9583
Resistência à perfuração	120	N	N	N	N	0,7885
Permeabilidade ao vapor de água	193	N	N	N	N	0,6393

L = Linear; Q = Quadrático; N = não houve significância a 95%.

3.2.1 Espessura

A espessura dos filmes variou de 0,059 a 0,085 mm (Tabela 4), sendo que os maiores valores foram obtidos para os filmes elaborados com maior concentração de amido ($\geq 50 \text{ g} \cdot 100 \text{ g}^{-1}$ de farinha da casca de banana).

Tabela 4 - Espessura dos filmes da casca de banana.

Ensaio	Espessura (mm)
1	0,059 ± 0,011 ^c
2	0,079 ± 0,019 ^{abc}
3	0,062 ± 0,013 ^{bc}
4	0,082 ± 0,013 ^{ab}
5	0,059 ± 0,013 ^c
6	0,085 ± 0,014 ^a
7	0,069 ± 0,014 ^{abc}
8	0,069 ± 0,019 ^{abc}
9	0,067 ± 0,014 ^{abc}
10	0,068 ± 0,015 ^{abc}
11	0,068 ± 0,017 ^{abc}

Valores médios ± desvio padrão. n = 10. Letras iguais não diferem significativamente pelo teste de Tukey (p > 0,05).

O valor médio de espessura (0,070 mm) dos filmes elaborados com casca de banana foi próxima aos valores encontrados em outros estudos. Fakhouri *et al.* (2015) elaboraram filmes de amido de milho e gelatina, adicionados de sorbitol ou glicerol, com espessuras entre 0,039 e 0,104 mm (média de 0,074 mm). Pelissari *et al.* (2013) obtiveram espessuras de 0,087 e 0,086 mm em filmes contendo farinha e amido isolado de banana verde da variedade “Terra”, respectivamente. A espessura do filme de farinha de achira, produzido por Andrade-Mahecha, Tapia-Blácido e Menegalli (2012), foi de 0,084 mm.

Contudo, filmes elaborados com outras matrizes apresentaram espessuras superiores, como os filmes à base de purê de banana “Nanica” madura e quitosana, com valores entre 0,120 e 0,180 mm (MARTELLI *et al.*, 2013); de farinha da polpa da banana verde ou de farinha de arroz, adicionados de nanocomposto montmorillonita (mineral), com espessura de 0,180 mm (RODRÍGUEZ-MARÍN *et al.*, 2013) e de casca de banana verde, ácido acético e glicerol (0,900 mm) (TAK; JAIN, 2019).

A concentração das substâncias utilizadas pode interferir na espessura dos filmes formados. Matta Jr. (2009) verificou que os filmes de amido de ervilha e goma xantana com as maiores concentrações de amido (5%) apresentaram as maiores espessuras (0,088; 0,096 e 0,098), diferindo estatisticamente daqueles contendo 3 ou 4% de amido. Segundo o autor, a espessura pode estar sendo influenciada pelo teor de sólidos e pelas interações das cadeias de amido e entre amido e glicerol.

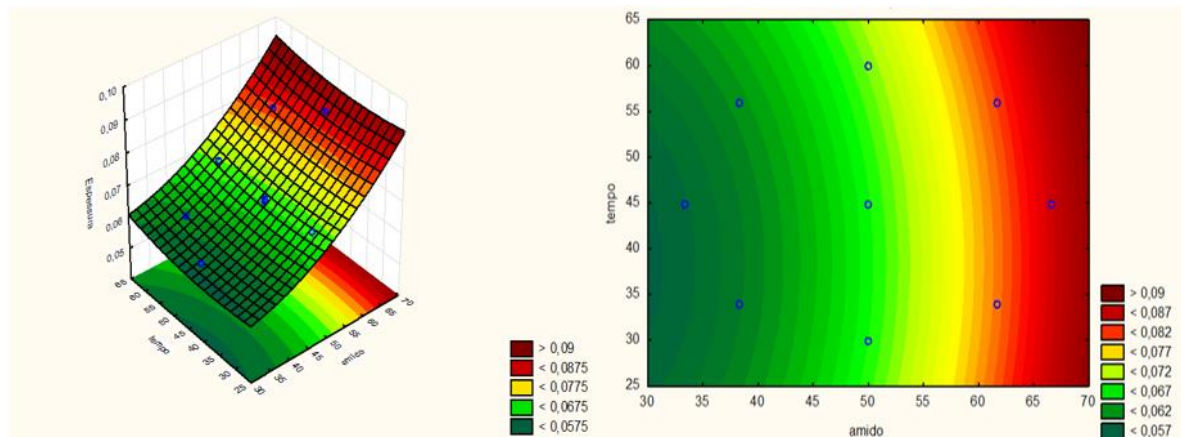
A análise dos coeficientes de regressão com p-valor revelou que os efeitos linear e quadrático para a variável concentração de amido foram significativos considerando um intervalo de confiança de 95%. Desta forma, o modelo matemático para a espessura foi:

$$\text{Espessura} = 0,06783 + 0,009738x + 0,001978x^2$$

onde x corresponde à concentração de amido.

Esse modelo de espessura foi satisfatório e válido, e conseguiu responder o comportamento frente às variáveis em cerca de 99,1% ($R^2 = 0,991$). A significância estatística foi verificada pela análise de variância (ANOVA), demonstrada na Tabela 3, onde a espessura dos filmes foi influenciada pela concentração do amido, conforme ilustra os gráficos da superfície de resposta e curva de contorno (Figura 3). Por esta figura, observa-se que há uma tendência entre o aumento de amido e o aumento da espessura.

Figura 3 - Superfície de resposta e curva de contorno da espessura dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.



3.2.2 Parâmetros de coloração

Os parâmetros colorimétricos (luminosidade, tonalidade e croma) dos filmes estão apresentados na Tabela 5. Os filmes correspondentes aos 11 ensaios mostraram-se bem claros, com a luminosidade variando entre 79,21 (ensaio 4) a 84,87 (ensaio 7) e translúcidos. O parâmetro L^* representa 0 = preto e 100 = branco, assim, quanto mais próximo de 100, mais clara é a substância analisada (LEÃO, 2013). Entre os 11 filmes, pode-se dizer que aqueles dos ensaios 1, 2, 5, 7, 9, 10 e 11 são os mais claros e diferem estatisticamente do filme do ensaio 4 ($L^* = 79$).

Tabela 5 - Parâmetros colorimétricos dos filmes da casca de banana.

Ensaio	L*	h°	c*
1	84,48 ± 1,17 ^{ab}	74,05 ± 2,46 ^{bc}	12,37 ± 2,62 ^{bc}
2	82,17 ± 1,42 ^{abcd}	73,39 ± 2,10 ^{bc}	15,16 ± 2,84 ^{abc}
3	81,05 ± 2,53 ^{de}	77,15 ± 1,55 ^a	19,87 ± 4,93 ^a
4	79,21 ± 1,53 ^e	74,87 ± 0,63 ^{abc}	20,10 ± 2,69 ^a
5	82,24 ± 1,18 ^{abcd}	75,67 ± 1,67 ^{ab}	16,33 ± 2,63 ^{abc}
6	81,57 ± 1,67 ^{cde}	75,79 ± 0,95 ^{ab}	17,93 ± 3,36 ^{ab}
7	84,87 ± 1,67 ^a	72,19 ± 5,29 ^c	11,36 ± 3,77 ^c
8	82,01 ± 1,85 ^{bcd}	74,83 ± 2,05 ^{abc}	16,29 ± 3,85 ^{abc}
9	83,18 ± 1,97 ^{abcd}	75,16 ± 2,04 ^{abc}	14,96 ± 4,09 ^{abc}
10	83,91 ± 1,88 ^{abc}	74,46 ± 3,29 ^{abc}	13,64 ± 4,24 ^{bc}
11	82,45 ± 3,12 ^{abcd}	72,39 ± 4,70 ^c	14,60 ± 5,58 ^{abc}

Valores médios ± desvio padrão, n = 10. Letras iguais na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância. L* = luminosidade; h° = ângulo hue = tonalidade; c* = croma.

Pelissari *et al.* (2013) avaliaram que a luminosidade de filmes de amido de banana foi de 95,6 e de farinha de banana verde, variedade Terra, de 94,5. Portanto, mais claros do que os filmes deste estudo, isso porque tais filmes foram obtidos da polpa da banana verde, que é mais clara que a da casca (ALKARKHI *et al.*, 2011).

O ângulo h ou tonalidade descreve a cor propriamente dita, e para os filmes deste estudo foi amarelo-amarronzada (Figura 4), com valores entre 72,19 ° e 77,15 °.

Figura 4 - Aspectos colorimétricos dos filmes correspondentes aos 11 ensaios do planejamento experimental.

Fonte: autoria própria

O parâmetro c* descreve a intensidade ou pureza da cor, ou seja, quanto maior o valor de c*, mais intensa é a cor. Portanto, no caso dos filmes de casca de banana, cujos valores foram de 11,36 (ensaio 7) a 20,10 (ensaio 4), não houve uma cor única

definida. Matta Jr. (2009) também encontrou valores muito baixos para o croma nos filmes de amido de ervilha e goma xantana (0,42 a 0,85), indicando baixa intensidade de cor.

A aceitação de um produto pode ser fortemente influenciada pela cor, que é um dos principais parâmetros sensoriais (LEÃO, 2013). Sendo assim, pelos resultados obtidos, os filmes elaborados neste trabalho seriam indicados para encobrir produtos que não sofressem interferência sobre sua cor característica. Entretanto, como vantagem, a presença de cor nos revestimentos apresenta efeito fotoprotetor contra a deterioração dos alimentos por reações de foto-oxidação (SOUZA *et al.*, 2017).

Pela análise dos coeficientes de regressão, obteve-se os modelos matemáticos, com um nível de significância de 5%:

$$L^* = 83,19886 - 1,33234y$$
$$c^* = 14,38359 + 1,6604x^2 + 2,48305y$$

onde y corresponde ao tempo de aquecimento e x à concentração de amido.

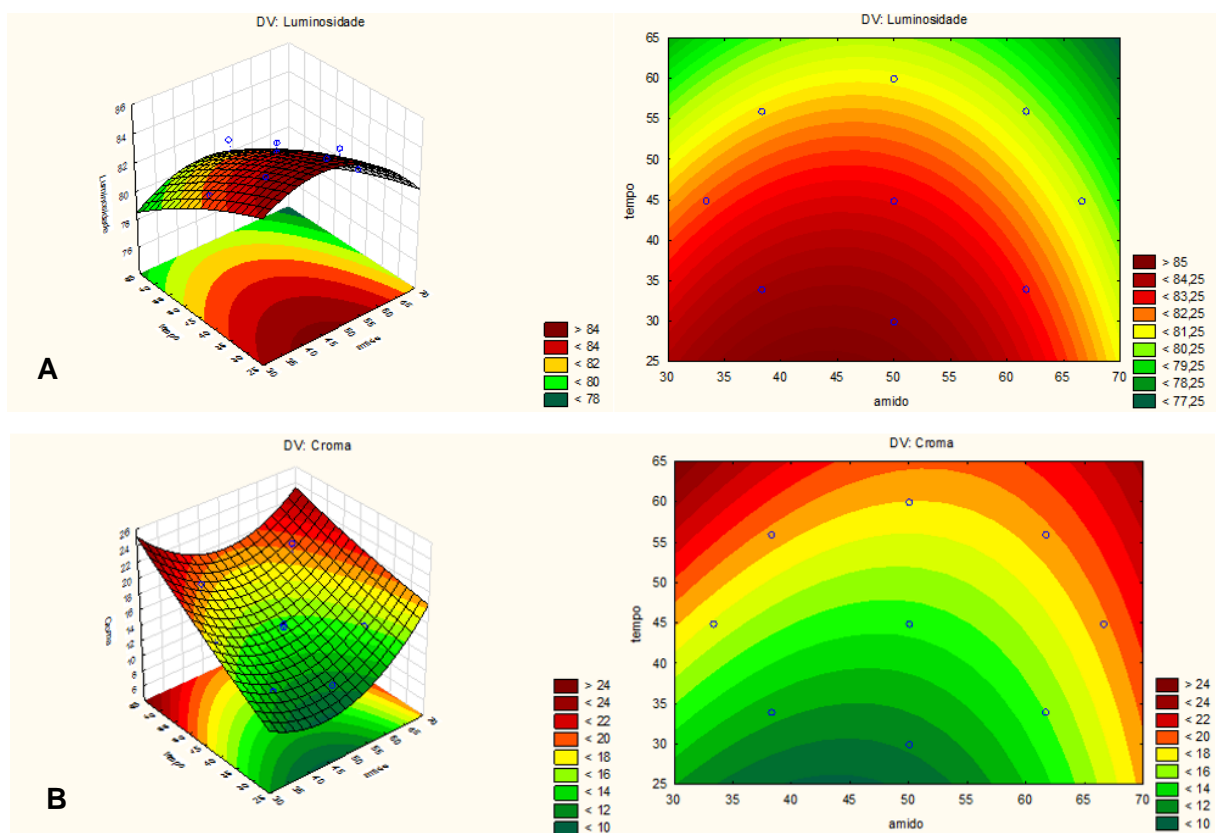
Observa-se pelos modelos matemáticos, que a luminosidade foi influenciada pelo tempo de aquecimento e o croma pelo tempo de aquecimento e pela concentração de amido.

A ANOVA (Tabela 3) demonstrou que os modelos ajustados para as respostas são satisfatórios, podendo ser representados pelas superfícies de resposta e curvas de contorno (Figura 5). O R^2 para a luminosidade foi de 0,8182 e para o croma foi de 0,8931, ou seja, 81,8% da variação da luminosidade e 89,3% da variação do croma foram explicadas pelos modelos.

Observa-se na Figura 5A que quanto menor o tempo de aquecimento maior a luminosidade do filme, tendendo a formar filmes mais claros. A Figura 5B indica que há uma tendência entre o aumento de tempo e da concentração do amido no aumento do croma.

Em relação à tonalidade (h°), a análise dos coeficientes de regressão revelou juntamente com p-valor que os parâmetros analisados (concentração de amido e tempo de aquecimento) não são estatisticamente significativos, dessa maneira, não foi possível montar o modelo matemático, a análise de variância e os gráficos de superfície de resposta e de contorno.

Figura 5 - Superfícies de resposta e curvas de contorno da luminosidade (A) e do croma (B) dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.



3.2.3 Propriedades mecânicas

Os valores das propriedades mecânicas referentes à resistência à tração, alongamento à ruptura, módulo elástico, resistência à perfuração e taxa de deformação estão apresentados na Tabela 6.

A RT está relacionada com a força máxima que o filme pode suportar, antes de se romper (SOUZA *et al.*, 2010). Para serem considerados com boa resistência à tração, os valores de RT devem ser maiores que 10 MPa, enquanto que menor que 10 MPa apresentam baixa resistência (HAN; GENNADIOS, 2005). Neste estudo, esse parâmetro variou de 0,93 MPa (ensaio 1) a 4,62 MPa (ensaio 4) (Tabela 6), portanto, os filmes são de baixa resistência. Sendo os filmes com maior teor de amido (ensaios 2, 4 e 6) mais resistentes à tração. De acordo com Mali, Grossmann e Yamashita (2010), filmes à base de resíduos de vegetais apresentam maior resistência com a adição de amido, devido ao aumento do grau de interação da matriz. Além da adição de aditivos, a resistência mecânica dos filmes também está relacionada com a

espessura, a quantidade de plastificante e o teor de umidade (BASIAK; LENART; DEBEAUFORT, 2017).

Tabela 6 - Propriedades mecânicas dos filmes da casca de banana.

Ensaio	Resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Módulo elástico (MPa)	Resistência à perfuração (MPa)	Taxa de deformação (%)
1	0,93 ± 0,04 ^d	20,16 ± 2,98 ^{bc}	11,72 ± 1,41 ^d	6,00 ± 0,39 ^e	19,70 ± 0,94 ^{cd}
2	4,26 ± 0,34 ^a	18,16 ± 2,57 ^c	97,10 ± 17,17 ^{ab}	13,33 ± 1,88 ^{bc}	23,56 ± 1,55 ^{bc}
3	1,55 ± 0,13 ^c	29,61 ± 1,89 ^{ab}	16,16 ± 3,71 ^d	8,70 ± 1,32 ^{de}	21,03 ± 0,86 ^{cd}
4	4,62 ± 0,32 ^a	35,63 ± 2,60 ^a	105,93 ± 10,94 ^a	20,01 ± 1,19 ^a	9,05 ± 1,01 ^e
5	1,15 ± 0,10 ^d	32,26 ± 5,75 ^a	12,02 ± 2,74 ^d	7,43 ± 0,72 ^{de}	26,51 ± 1,20 ^{ab}
6	4,59 ± 0,54 ^a	31,74 ± 6,42 ^a	97,94 ± 12,52 ^a	12,61 ± 2,07 ^{bc}	22,41 ± 1,98 ^{bc}
7	3,23 ± 0,35 ^b	26,85 ± 3,99 ^{abc}	55,75 ± 10,44 ^c	8,38 ± 1,69 ^{de}	27,84 ± 0,45 ^a
8	2,97 ± 0,32 ^b	31,68 ± 5,69 ^a	58,51 ± 11,02 ^{bc}	9,86 ± 0,06 ^{cd}	29,49 ± 2,02 ^a
9	3,20 ± 0,26 ^b	33,67 ± 7,33 ^a	77,46 ± 11,26 ^{abc}	14,42 ± 1,09 ^b	19,98 ± 1,38 ^{cd}
10	3,20 ± 0,36 ^b	31,82 ± 6,59 ^a	91,11 ± 7,18 ^{ab}	15,81 ± 0,62 ^b	17,57 ± 0,24 ^d
11	3,19 ± 0,15 ^b	30,34 ± 5,92 ^a	91,26 ± 16,94 ^{ab}	14,33 ± 0,66 ^b	17,44 ± 2,36 ^d

Valores médios ± desvio padrão, n = 5, para resistência à tração, alongamento e módulo elástico; n = 12, para resistência à perfuração e taxa de deformação. Letras iguais na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância.

Comparando com outros trabalhos (BASIAK; LENART; DEBEAUFORT, 2017; EÇA *et al.*, 2015; SARTORI; MENEGALLI, 2016), os ensaios apresentaram valores de RT relativamente baixos, provavelmente devido à composição filmogênica e às baixas espessuras dos filmes de casca de banana Prata.

Os filmes de amido de banana verde da variedade Terra adicionados ou não de micropartículas lipídicas e ácido ascórbico não encapsulado, produzidos por Sartori e Menegalli (2016), apresentaram valores de RT de 5 a 10 MPa. Filmes de pectina contendo extratos de frutas possuíram RT de 7,0 a 12,1 MPa (EÇA *et al.*, 2015). Martelli *et al.* (2013) verificaram aumento na RT dos filmes de purê da polpa madura de banana nanica conforme aumentava a concentração dessa matéria-prima, de 2,7 a 6,9 MPa. Contudo, como esperado pelos autores, a adição do plastificante glicerol causou redução da RT (1,3 – 2,4 MPa). A interação entre o glicerol e o polímero reduz as forças intermoleculares da matriz polimérica e, conseqüentemente, aumenta a mobilidade das cadeias do polímero, melhorando a flexibilidade e a extensibilidade do filme. Além disso, o açúcar presente na matéria-prima também funciona como plastificante natural, tornando o filme ainda menos resistente (MARTELLI *et al.*, 2013).

Isso pode ser um dos motivos pela baixa resistência dos filmes da casca de banana Prata madura, uma vez que este ingrediente contém alto teor de carboidratos.

Dependendo da aplicação do filme, uma baixa resistência mecânica pode ser um empecilho, porém, na utilização como cobertura, esta propriedade não é tão limitante para os filmes de casca de banana deste estudo.

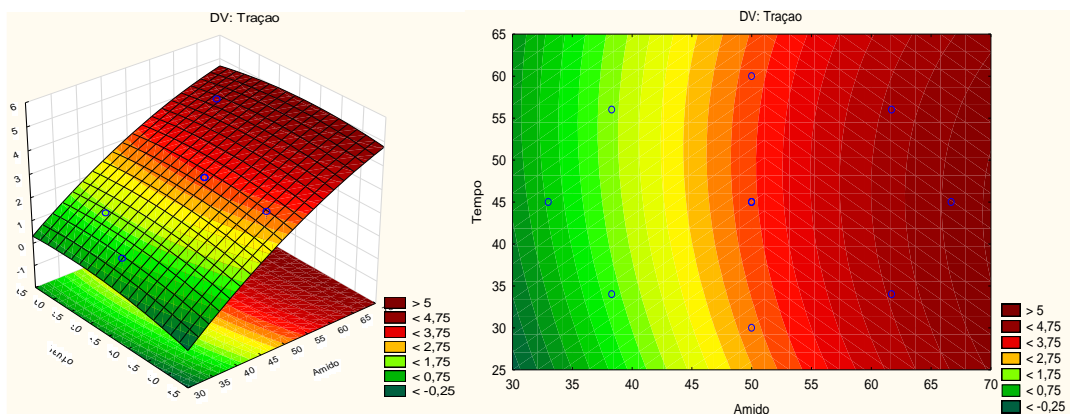
Pela análise dos coeficientes de regressão, verificou-se que a concentração do amido influenciou na resposta, o que levou à equação do modelo matemático:

$$RT = 3,1926 + 1,3914x,$$

onde x corresponde à concentração de amido.

Pela ANOVA (Tabela 3), o modelo ajustado para a resposta foi satisfatório, indicando que o modelo explica 96,3% da variação da RT, portanto, sendo possível construir os gráficos de superfície de resposta e de contorno (Figura 6).

Figura 6 - Superfície de resposta e curva de contorno da resistência à tração dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.



A Figura 6 indica que, nas condições empregadas, quanto maior o teor de amido, maior força de tração é necessária para romper o filme.

A taxa de alongamento está relacionada com a variação máxima no comprimento do filme antes da ruptura (STOLL *et al.*, 2016). O AL dos filmes de casca de banana (Tabela 6) variou de 18,16% (ensaio 2) a 35,63% (ensaio 4), sendo que os ensaios 1 e 2 (34 min de aquecimento) foram significativamente semelhantes ao ensaio 7 (30 min de aquecimento), indicando que o tempo exerceu influência sobre esse parâmetro.

Filmes com AL maior que 10% são considerados com boa característica de alongamento (HAN; GENNADIOS, 2005), e isso foi observado para todos os filmes de casca de banana dos ensaios.

Filmes com baixos valores de AL indicam alta rigidez (SARTORI; MENEGALLI, 2016). Desta maneira, observou-se em alguns trabalhos valores inferiores ao do presente estudo, como exemplo, no de Sartori e Menegalli (2016), cujos filmes de amido de banana verde adicionados ou não de micropartículas lipídicas contendo ácido ascórbico apresentaram 1,6 a 2,0% de AL. Filmes de farinha da polpa da banana verde com quitosana e glicerol, preparados por Pitak e Rakshit (2011), possuíram 1,6 a 2,6% de AL, enquanto que Schmidt *et al.* (2013) desenvolveu um filme padrão de amido de mandioca, ácido esteárico e glicerol com 6,0% de AL.

Filmes de farinha da polpa de banana verde, montmorillonita e glicerol exibiram AL (9 – 11%) menores que os filmes de farinha de arroz, glicerol e montmorillonita (15 – 25%) (RODRÍGUEZ-MARÍN *et al.*, 2013), valores próximos aos ensaios deste trabalho. Pelissari *et al.* (2013) conseguiram valores bem distintos de AL entre os filmes de farinha de banana verde (24,2%) e de amido de banana verde da variedade Terra (4,5%). De acordo com os autores, esses resultados indicam que o filme de farinha é mais flexível do que o de amido devido ao maior valor de AL. Basiak, Lenart e Debeaufort (2017) compararam AL dos filmes preparados com três tipos de amido: 5,7% para o de batata, 15,2% para o de trigo e 19,1% para o de milho, indicando que a matéria-prima interfere nas propriedades mecânicas.

Todavia, Stoll *et al.* (2016) conseguiram obter filmes com AL bem superiores: 124,2% para o filme de amido de mandioca adicionado de antocianinas encapsuladas com maltodextrina e 104,1% para o filme com antocianinas encapsuladas com uma mistura de goma arábica e maltodextrina. Segundo os autores, essa elevada porcentagem de AL se deve ao efeito plastificante da combinação de maltodextrina de baixo peso molecular com glicerol.

A análise dos coeficientes de regressão e do p-valor revelou que o tempo de aquecimento influenciou na resposta. Dessa maneira, o modelo matemático com um nível de significância de 5% é representado abaixo:

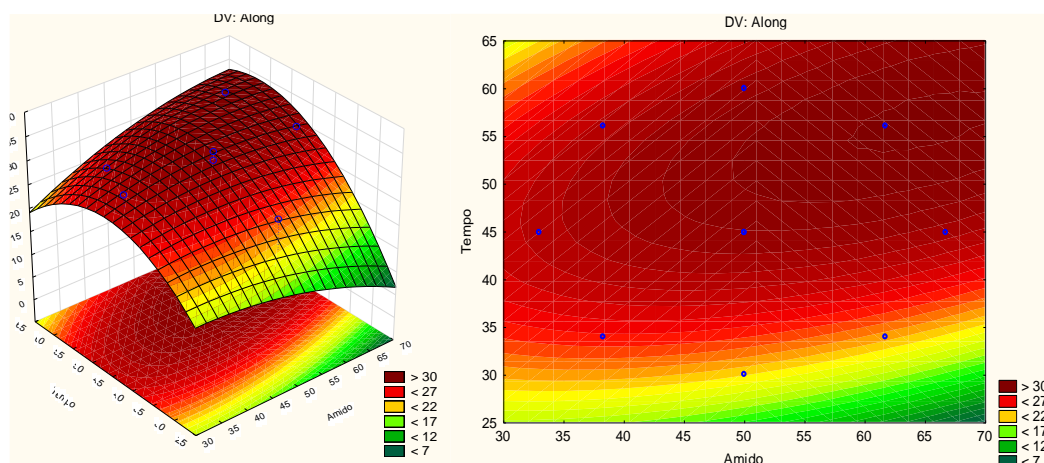
$$AL = 31,9865 + 3,9334y - 3,2253y^2,$$

onde y corresponde ao tempo de aquecimento.

O modelo ajustado para a resposta é satisfatório, conforme demonstrado na Tabela 3, e explica 64,3% da variação da taxa de alongamento. Além disso, o p-valor

foi menor que 0,05. Portanto, a equação do modelo é válida e pode ser graficamente representada por meio da superfície de resposta e da curva de contorno (Figura 7).

Figura 7 - Superfície de resposta e curva de contorno da taxa de alongamento dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.



Como pode-se observar na Figura 7, as maiores taxas de AL estão relacionadas com os maiores tempos de aquecimento.

O ME é um indicador da rigidez dos filmes (PELISSARI *et al.*, 2013). No presente estudo, esse parâmetro variou de 11,72 MPa (ensaio 1) a 105,93 MPa (ensaio 4), sendo os filmes dos ensaios 1, 3 e 5 (menores concentrações de amido) os que apresentaram os menores valores, diferindo estatisticamente dos demais, portanto, podendo ser considerados mais flexíveis.

Resultados de ME superiores ao do presente estudo foram encontrados por Sartori e Menegalli (2016) para filmes de amido de banana verde (300 – 800 MPa); por Andrade-Mahecha, Tapia-Blácido e Menegalli (2012), com filme de farinha de achira (231,7 MPa); por Eça *et al.* (2015), com filmes de pectina com extratos de acerola, caju e morango (391 MPa, 244 MPa e 384 MPa, respectivamente) e por Pelissari *et al.* (2013), com filme de amido de banana verde (2268,7 MPa) e de farinha de banana verde (583,4 MPa). Neste último trabalho, a presença de proteínas, fibras e lipídeos na farinha de banana verde reduziu a rigidez do filme, melhorando a propriedade mecânica em comparação ao filme de amido de banana verde.

Porém, valores inferiores também foram encontrados na literatura, como exemplo, os valores de ME de 0,12; 0,10 e 5,33 MPa para os filmes de amido de trigo, milho e batata, respectivamente (BASIAK; LENART; DEBEAUFORT, 2017). Sothornvit e Pitak (2007) avaliaram o efeito da farinha de banana, de glicerol e de

pectina nos filmes e verificaram que conforme aumentava o teor de farinha e de pectina o ME também se elevava (de 2 a 10 MPa, com 30% p/p de glicerol). Entretanto, o aumento do conteúdo de glicerol para 50% (p/p) reduziu o módulo elástico (0,5 – 3,5 MPa), melhorando a flexibilidade do filme.

O tipo de plastificante também afetou as propriedades mecânicas do filme de amido e gelatina, produzidos por Fakhouri *et al.* (2015). Quando o glicerol foi adicionado, o ME variou de 11,1 a 109,9 MPa, e com o sorbitol, os valores foram maiores, de 94,5 a 183,97 MPa. Portanto, filmes contendo sorbitol foram mais rígidos do que aqueles preparados com glicerol, o que poderia estar associado à interação com o amido (FAKHOURI *et al.*, 2015).

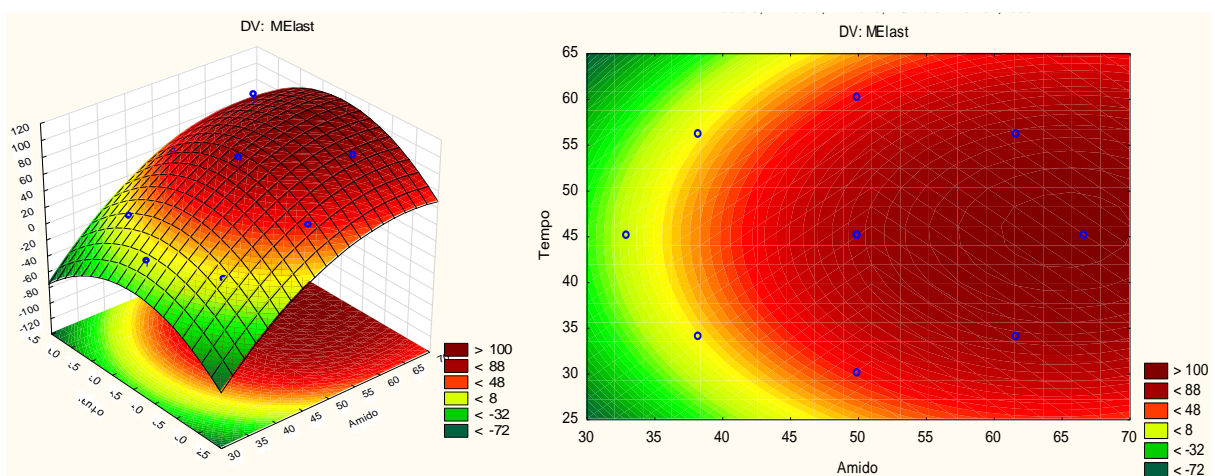
Pela análise dos coeficientes de regressão e do p-valor, verificou-se que a concentração do amido e o tempo de aquecimento são estatisticamente significativos com um nível de significância de 5% para o ME, entrando na equação do modelo matemático predito:

$$ME = 86,4674 + 36,4967x - 14,4350x^2 - 15,2381y^2,$$

onde x corresponde à concentração de amido e y ao tempo de aquecimento.

Pela ANOVA (Tabela 3), o modelo ajustado para a resposta foi satisfatório, indicando que o modelo explica 95,8% da variação do ME, portanto, sendo possível construir os gráficos de superfície de resposta e de contorno (Figura 8).

Figura 8 - Superfície de resposta e curva de contorno do módulo elástico dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.



Pela Figura 8, observa-se que os maiores valores do ME estão relacionados com os maiores teores de amido, nos tempos intermediários. Portanto, filmes menos

rígidos tendem a ser obtidos com baixas concentrações de amido, nos tempos de aquecimento mais baixos ou mais altos (área em verde).

Os testes de perfuração também avaliam a resistência mecânica do filme ao estresse, porém, por compressão. Os resultados estão apresentados na Tabela 6. A RP dos filmes de casca de banana Prata variou de 6,0 MPa (ensaio 1) a 20,0 MPa (ensaio 4) e a Dp de 9,0% (ensaio 4) a 29,5% (ensaio 8). Observa-se que o filme do ensaio 4 foi o mais resistente à compressão, contudo, foi o menos flexível.

Ao se comparar esses resultados com outros tipos de filmes, as taxas de Dp dos filmes de casca de banana Prata foram superiores, indicando que são mais flexíveis do que os filmes preparados por Pelissari *et al.* (2013), por exemplo, que obtiveram Dp de 6,8% para o filme de farinha de banana verde e 1,3% para o filme de amido da banana verde. O filme padrão de amido de mandioca, ácido esteárico e glicerol (5,5%) (SCHMIDT *et al.*, 2013), e os filmes de gelatina, glicerol e nanofibras de celulose (1 e 2,5%) (ANDRADE-PIZARRO; SKURTYS; OSORIO-LIRA, 2015) também apresentaram menores Dp. Além disso, os valores de RP desses filmes de gelatina foram de 3 a 10 MPa, sendo menos resistentes aos filmes do presente estudo.

Os resultados das propriedades mecânicas indicam que as proteínas e os carboidratos presentes nos filmes de farinha de casca de banana Prata madura podem colaborar com o efeito plastificante, tornando os filmes mais flexíveis, apesar de serem menos resistentes.

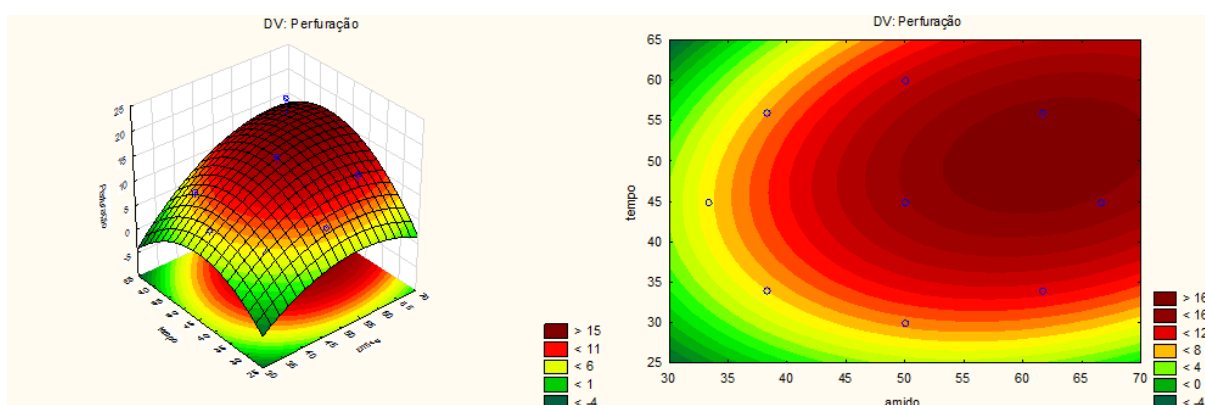
A análise dos coeficientes de regressão e do p-valor revelou que a concentração do amido foi estatisticamente significativa sendo possível montar o modelo matemático predito para a RP em função do tempo e da concentração de amido, com um nível de significância de 5%:

$$RP = 14,79358 + 3,18799x,$$

onde x corresponde à concentração de amido.

A ANOVA (Tabela 3) demonstrou que o modelo ajustado para a RP é satisfatório, indicando que a equação explica 78,9% da variação da resposta, portanto, sendo possível construir os gráficos de superfície de resposta e de contorno (Figura 9). Há uma tendência em aumentar a RP com maiores concentrações de amido, sendo o ensaio correspondente a 61,7% de amido e 56 min de aquecimento o que apresentou valor mais alto de RP.

Figura 9 - Superfície de resposta e curva de contorno da resistência à perfuração dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.



Em relação à taxa de deformação, houve falta de ajuste do modelo, dessa maneira, não foi possível montar o modelo matemático, a análise de variância e os gráficos de superfície de resposta e de contorno.

3.2.4 Permeabilidade ao vapor de água

A permeabilidade ao vapor de água (PVA) dos filmes de casca de banana Prata variou de 0,335 (ensaio 7) a 0,528 $\text{g.mm.h}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{kPa}^{-1}$ (ensaio 4), sendo aqueles com maior concentração de amido (ensaios 2 e 4) os mais permeáveis, diferindo estatisticamente da maioria dos filmes (Tabela 7).

Tabela 7 - Permeabilidade ao vapor de água dos filmes da casca de banana.

Ensaio	PVA ($\text{g.mm/h.m}^2.\text{kPa}$)
1	0,347 \pm 0,018 ^{cd}
2	0,493 \pm 0,048 ^{ab}
3	0,335 \pm 0,030 ^{cd}
4	0,528 \pm 0,022 ^a
5	0,340 \pm 0,025 ^{cd}
6	0,421 \pm 0,003 ^{bc}
7	0,335 \pm 0,026 ^d
8	0,344 \pm 0,022 ^{cd}
9	0,389 \pm 0,046 ^{cd}
10	0,380 \pm 0,020 ^{cd}
11	0,403 \pm 0,035 ^{cd}

Valores médios \pm desvio padrão. n = 3. Letras iguais não diferem significativamente entre si pelo teste de Tukey (p > 0,05).

A determinação da PVA é essencial em filmes de caráter hidrofílico, como é o caso dos filmes deste estudo, pois isso irá influenciar a sua aplicação no alimento. Um filme comestível com baixo valor de PVA pode ser indicado para alimentos com prazo de validade longo e, ou desidratados, como pães, de modo que não percam umidade e endureçam rapidamente (DUKALSKA *et al.*, 2008) ou o inverso, para que não umedeçam e fiquem inaceitáveis pelo consumidor, bem como para alimentos frescos, para evitar a desidratação (SIRACUSA *et al.*, 2008). Portanto, o desejável é que a PVA dos filmes seja a menor possível para minimizar a transferência de umidade entre o meio e o alimento (WANG *et al.*, 2011). Dessa maneira, os filmes de casca de banana Prata com os menores valores de PVA foram aqueles com as menores concentrações de amido.

A espessura, hidrofobicidade, integridade do polímero e interação entre os grupos funcionais poliméricos influenciam a PVA (AHMAD *et al.*, 2015). Stoll *et al.* (2017) relataram que filmes hidrofílicos com alto valor de espessura apresentam maior PVA, devido a melhor difusão de umidade através do filme. Este comportamento foi observado neste estudo com os filmes de casca de banana dos ensaios 2, 4 e 6, que apresentaram as maiores espessuras e PVA. Além disso, há uma tendência dos filmes de casca de banana ter maior valor de PVA, pois a difusão da água é facilitada pela presença de substâncias hidrofílicas, como proteína, glicerol, amido e outros carboidratos (STOLL *et al.*, 2017).

No artigo de revisão, Otoni *et al.* (2017) compararam os valores de PVA de diversos filmes à base de vegetais e observaram que a PVA variou de 0,10 a 13,57 g.mm.h⁻¹.m⁻².kPa⁻¹. Portanto, para os filmes com casca de banana, os valores obtidos estão incluídos nesta faixa, corroborando esses autores.

Comparando com dados na literatura, verificou-se que os valores de PVA deste estudo foram inferiores aos dos filmes de purê de bananas nanica maduras (1,90 a 3,03 g.mm.h⁻¹.m⁻².kPa⁻¹) produzidos por Martelli *et al.* (2013), e aos dos filmes de purê de mamão, gelatina e proteína de soja (5,55 a 8,45 g.mm.h⁻¹.m⁻².kPa⁻¹) elaborados por Tulamandi *et al.* (2016).

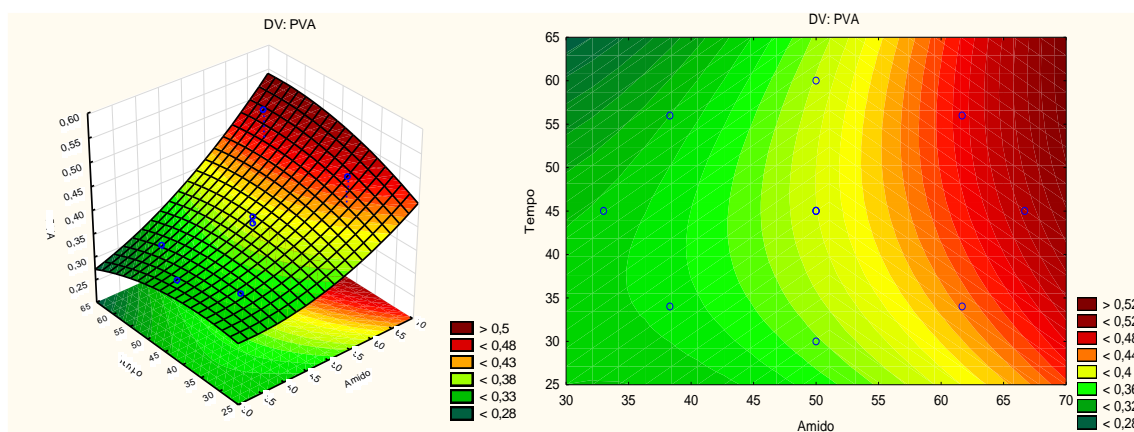
A análise dos coeficientes de regressão e do p-valor para a PVA revelou que a concentração do amido foi estatisticamente significativa, sendo montado o seguinte modelo matemático predito, com um nível de significância de 5%:

$$PVA = 0,3894 + 0,0560x,$$

onde x corresponde à concentração de amido.

Pela ANOVA (Tabela 3), o modelo ajustado para a resposta foi satisfatório, indicando que o modelo explica 63,93% da variação da PVA, portanto, sendo possível construir os gráficos de superfície de resposta e de contorno (Figura 10).

Figura 10 - Superfície de resposta e curva de contorno da permeabilidade ao vapor de água dos filmes em função do tempo e da concentração de amido.



Pela Figura 10, observa-se que os maiores valores de PVA correspondem às maiores concentrações de amido. Portanto, para obter filmes menos permeáveis, sugere-se utilizar baixas quantidades de amido.

3.2.5 Solubilidade em água

As solubilidades dos filmes elaborados de acordo com os diferentes parâmetros propostos no delineamento experimental estão apresentadas na Tabela 8.

Tabela 8 - Solubilidade em água dos filmes da casca de banana.

Ensaio	Solubilidade (%)
1	35,98 ± 8,92
2	34,95 ± 6,66
3	43,83 ± 6,50
4	39,76 ± 9,76
5	27,51 ± 5,96
6	33,40 ± 3,19
7	31,86 ± 6,18
8	27,35 ± 3,86
9	31,53 ± 1,68
10	34,06 ± 2,68
11	32,06 ± 2,92

Valores médios ± desvio padrão. n = 3.

Pela Tabela 8, verifica-se que os valores de solubilidade variaram entre 27,35 e 43,83%, contudo, não diferiram significativamente a $p > 0,05$, isso porque o desvio padrão se mostrou elevado. Pitak e Rakshit (2011) também observaram altos valores de desvio padrão para a solubilidade dos filmes de farinha de polpa de banana verde e quitosana ($40,9 \pm 11,9\%$ a $64,2 \pm 17,6\%$), além de maior solubilidade. Eça *et al.* (2015) também obtiveram filmes mais solúveis em comparação ao do presente estudo, preparados com pectina, glicerol e cloreto de cálcio contendo extratos de frutas: 65% utilizando extrato de acerola, 73% para extrato de caju e 70% para extrato de morango. Assim como Tak e Jain (2019), com o filme de casca de banana verde, ácido acético e glicerol (70%).

Resultados semelhantes aos filmes de farinha de casca de banana Prata foram obtidos por Andrade-Mahecha, Tapia-Blácido e Menegalli (2012), com filme de farinha de achira ($38,3 \pm 0,3\%$) e por Schmidt *et al.* (2013) com filmes de amido de mandioca e concentrações variadas de ácido esteárico e de glicerol (28,2 a 45,7%). Fakhouri *et al.* (2015) desenvolveram filmes de diferentes tipos e concentrações de amido de milho (nativo, ceroso e modificado ceroso), gelatina e plastificante (sorbitol e glicerol) que apresentaram ampla faixa de solubilidade: 16,5 a 51,3%.

Valores inferiores de solubilidade em água foram obtidos nos filmes de amido de ervilha, goma xantana e glicerol, entre 3,1 e 18,4% (MATTA JR., 2009) e em filmes de ágar e polpa de banana verde, com 12,8 a 18,5% (ORSUWAN *et al.*, 2016).

A análise da solubilidade em água serve para verificar o comportamento do filme frente a ambientes úmidos e a alimentos com alta atividade de água. Filmes com baixa solubilidade podem atuar como protetores para esses alimentos a fim de aumentar a integridade do produto e a resistência à água. Entretanto, em alguns casos, como durante a cocção do alimento em meio aquoso, a solubilidade é requerida e benéfica ao produto revestido (GONTARD *et al.*, 1994; MATTA JR., 2009).

O tipo e a concentração do plastificante podem influenciar essa propriedade. O caráter hidrofílico do plastificante proporciona índices mais elevados de propriedades relacionadas à água aos filmes, uma vez que há facilidade no transporte e interação de moléculas de água com a matriz polimérica (IAHNKE, 2015).

Como não houve diferença estatística entre os resultados e tendência em relação à concentração de amido e tempo de aquecimento, não foi feita a análise dos coeficientes de regressão.

3.2.6 Composição centesimal dos filmes

As análises de composição centesimal no filme foram realizadas com o intuito de se avaliar a influência dos componentes da farinha da casca de banana Prata (FCBP) nos filmes elaborados. Os filmes preparados na condição do ponto central correspondentes aos ensaios 9, 10 e 11, por representar os valores médios das variáveis independentes (50% de amido p/p; 45 min de aquecimento), foram misturados e analisados quanto à composição centesimal. Os dados comparativos de composição centesimal entre a farinha da casca de banana prata (FCBP) e o filme encontram-se descritos na Tabela 9.

Tabela 9 - Comparação dos valores médios da composição centesimal, em base seca, entre a farinha da casca de banana madura e o filme referente ao ponto central.

Parâmetro	FCBP (g.100 g ⁻¹)	FILME (g.100 g ⁻¹)
Umidade	6,48 ± 0,10	19,03 ± 0,20 **
Lipídios	14,42 ± 0,37	1,62 ± 0,23 **
Proteínas	8,56 ± 0,00	1,40 ± 0,14 **
Cinzas	7,47 ± 0,06	6,31 ± 0,07 **
Carboidratos totais	21,43 ± 0,39	74,52 ± 2,90 **
Fibras alimentares solúveis*	3,22 ± 0,10	5,11 ± 0,52
Fibras alimentares insolúveis*	44,95 ± 0,96	11,06 ± 0,73 **

Valores médios ± desvio padrão. n = 3; *n = 4. **diferem entre si a 5% de significância pelo teste F (ANOVA). FCBP = farinha da casca de banana Prata.

Os filmes elaborados neste trabalho apresentaram teor muito elevado de carboidratos totais, assim, podem ser classificados como filmes hidrocoloidais à base de polissacarídeos. Além disso, os teores de fibras alimentares foram significativos e o de umidade moderado. Os conteúdos de fibras insolúveis, lipídeos, proteína e cinzas no filme foram inferiores ao da farinha, isso aconteceu porque, para o preparo da solução filmogênica, foi necessária a filtração, que reteve grande parte desses componentes.

Os filmes e revestimentos comestíveis devem ser constituídos por pelo menos um polímero que possua a propriedade de formar uma matriz estrutural suficientemente coesa, ou seja, com ligações numerosas e, ou fortes entre as cadeias

moleculares, impedindo assim a sua separação (GUILBERT; GONTARD; GORRIS, 1996).

A proporção de componentes hidrofílicos (proteínas e fibras solúveis) presentes nos filmes de farinha de casca de banana pode contribuir com um maior número de interações com as moléculas de água, tornando a estrutura mais aberta, porosa e menos densa. Ademais, filmes que contêm amido tendem a absorver grandes quantidades de água em condições de elevada UR, devido à sua natureza hidrofílica, influenciando fortemente suas propriedades físicas e de barreira (MALI *et al.*, 2005), já que a UR de armazenamento influencia a umidade dos filmes (CHIVRAC *et al.*, 2010). O glicerol também afeta a umidade do filme, devido ao seu comportamento higroscópico, assim, quanto maior a quantidade desse plastificante, mais úmido fica o filme (ARENAS, 2012).

O teor de umidade dos filmes produzidos neste estudo foi superior aos dos filmes de fécula de mandioca e glicerol, adicionados de óleo essencial de casca de canela ou de erva doce (13 a 14% de umidade) (ORIANI, 2013), e aos filmes à base de gelatina, óleo de coco e cártamo, ácido oleico e glicerol, com umidade variando de 14 a 15% (SCARTAZZINI, 2014). Contudo, foram inferiores aos filmes de farelo de cúrcuma (27% de umidade) (MANIGLIA, 2012) e aos filmes de quitosana com fibras de resíduos de mirtilo (22% de umidade) (CRIZEL, 2017).

Resultados próximos foram obtidos por Iahnke (2015), ao elaborar filmes biodegradáveis a partir de resíduos da fabricação de cápsulas nutracêuticas compostas por gelatina, glicerina e água, e combinados com farinha de resíduos da indústria de cenoura e beterraba minimamente processadas, em dois ensaios de seu delineamento: 19,5 e 19,8% de umidade.

A presença de proteínas e polissacarídeos resulta em filmes sensíveis à umidade, devido à natureza hidrofílica desses componentes, conferindo alta PVA (STOLL *et al.*, 2017), como observado neste trabalho. Segundo Sothornvit e Pitak (2007), o teor de carboidratos totais na farinha de banana também desempenhou o papel de plastificante e, provavelmente, influenciou as propriedades finais dos filmes.

Fibras e nanopartículas têm sido adicionadas como materiais de reforço dos filmes e revestimentos, devido ao caráter mais hidrofóbico, a fim de melhorar as propriedades mecânicas e de barreira dos filmes à base de amido e, ou proteína (MONTAÑO-LEYVA *et al.*, 2013; PELISSARI *et al.*, 2017). Contudo, para que as fibras atuem como agentes de reforço, aumentando a rigidez dos filmes, é necessária uma

boa adesão entre a fibra e a matriz polimérica, que é afetada pelo comprimento e diâmetro das fibras, bem como sua orientação e distribuição na matriz polimérica (WOLLERDORFER; BADER, 1998).

O pH da solução filmogênica proveniente da mistura dos ensaios do ponto central foi medido, sendo encontrado $4,63 \pm 0,10$. Revestimentos comestíveis mais acidificados podem reduzir o pH da superfície do alimento revestido e, conseqüentemente, podem minimizar o crescimento microbiano (GUILBERT; GONTARD, 2005).

4 CONCLUSÃO

Pelo delineamento experimental, verificou-se que a concentração de amido de milho adicionada nos filmes de casca de banana Prata madura interferiu na espessura, na intensidade da cor, nas resistências mecânicas, no módulo elástico e na permeabilidade ao vapor de água. Enquanto que o tempo de aquecimento influenciou a luminosidade, a intensidade da cor, o módulo elástico e a taxa de alongamento dos filmes.

Para aplicação do revestimento comestível em alimentos perecíveis, é desejável que o filme de farinha de casca de banana tenha baixa permeabilidade e alta flexibilidade. Essas características foram observadas nos filmes com teores reduzidos de amido, sendo que o tempo pouco interferiu. Diante disso, as próximas etapas desse estudo estão relacionadas à validação do delineamento proposto.

Este estudo mostra que é possível cooperar com o desenvolvimento de tecnologias sustentáveis que reduzam os custos e o impacto ambiental, pelo aproveitamento de resíduos agroalimentares na produção de filmes e revestimentos comestíveis de farinha de cascas de banana Prata no estágio mais avançado de maturação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHMAD, M. *et al.* Optical and thermo-mechanical properties of composite films based on fish gelatin/rice flour fabricated by casting technique. *Progress in Organic Coatings*, v. 84, p. 115-127, 2015.

ALKARKHI, A. F. M *et al.* Comparing physicochemical properties of banana pulp and peel flours prepared from green and ripe fruits. *Food Chemistry*, v. 129, p. 312–318, 2011.

ANDRADE-MAHECHA, M. M.; TAPIA-BLÁCIDO, D. R.; MENEGALLI, F. C. Development and optimization of biodegradable films based on achira flour. *Carbohydrate Polymers*, v. 88, p. 449–458, 2012.

ANDRADE-PIZARRO, R. D.; SKURTYS, O.; OSORIO-LIRA, F. Effect of cellulose nanofibers concentration on mechanical, optical, and barrier properties of gelatin-based edible films. *DYNA*, v. 82, n. 191, p. 219-226, 2015.

AOAC. Association of Official Analytical Chemists. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists*, 19th ed., Gaithersburg: Ed. William Horwitz, 2012.

ARENAS, Ana Maria Zetty. *Filme biodegradável à base de fécula de mandioca como potencial indicador de mudança de pH*. 2012. 131 f Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

ASP, N. G. *et al.* Rapid enzymatic assay of insoluble and soluble dietary fiber. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 31, p. 476-482, 1983.

ASSIS, O. B. G.; BRITTO, D. Revisão: coberturas comestíveis protetoras em frutas: fundamentos e aplicações. *Brazilian Journal of Food Technology*, v. 17, n. 2, p. 87-97, 2014.

ASTM. American Society for Testing and Materials. *Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting – D882 – 12*. Annual book of ASTM, Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials, 2012.

ASTM. American Society for Testing and Materials. *Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials - E96/E96M - 16*. Annual book of ASTM, Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials, 2016.

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

CAZÓN, P. *et al.* Polysaccharide-based films and coatings for food packaging: A review. *Food Hydrocolloids*, v. 68, p. 136-148, 2017.

CHIVRAC, F. *et al.* Starch-based nano-biocomposites: Plasticizer impact on the montmorillonite exfoliation process. *Carbohydrate Polymers*, v. 79, p. 941-947, 2010.

CRIZEL, Tainara de Moraes. *Aproveitamento de resíduos da indústria alimentícia e nutracêutica no desenvolvimento de ingredientes ativos para aplicação em filmes biodegradáveis*. 2017. 211 f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Instituto de Ciências e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2017.

DUKALSKA, L. *et al.* *Studies of biodegradable polymer material suitability for food packaging applications*. 3rd Baltic Conference on Food Science and Technology. FOODBALT - 2008. Conference Proceedings. 2008. p. 64-68. Faculty of Food Technology, Latvia University of Agriculture, Jelgava. Disponível em <<http://lufb.ltu.lv/conference/foodbalt/2008/Foodbalt-Proceedings-2008-64-68.pdf>>. Acesso em 15 abr. 2018.

EÇA, K. S. *et al.* Development of active films from pectin and fruit extracts: light protection, antioxidant capacity, and compounds stability. *Journal of Food Science*, v. 80, n. 11, p. C2389- C2396, 2015.

EMAGA, T.H. *et al.* Effects of the stage of maturation and varieties on the chemical composition of banana and plantain peels. *Food Chemistry*, v. 103, p. 590-600, 2007.

FAKHOURI, F. M *et al.* Edible films and coatings based on starch/gelatin: Film properties and effect of coatings on quality of refrigerated Red Crimson grapes. *Postharvest Biology and Technology*, v. 109, p. 57-64, 2015.

GALUS, S.; KADZINSKA, J. Food applications of emulsion-based edible films and coatings. *Trends in Food Science & Technology*, v. 45, n. 2, p. 273-283, 2015.

GONTARD, N. *et al.* Edible Composite Films of Wheat Gluten and Lipids - Water-Vapor Permeability and Other Physical-Properties. *International Journal of Food Science and Technology*, v. 29, p. 39-50, 1994.

GONTARD, N. *Films et enrobages comestibles: étude et amélioration des propriétés filmogènes du gluten*. 1991, 174 f. Tese (Doutorado em Bioquímica, Biologia celular e Molecular – Ciência de Alimentos), Université Montpellier II, Montpellier, 1991.

GUILBERT, S.; GONTARD, N. Agro-polymers for edible and biodegradable films: review of agricultural polymeric materials, physical and mechanical. In: HAN, J. H. *Innovations in Food Packaging*. Amsterdã: Elsevier Ltd, p. 263-276, 2005.

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

HAN, J. H.; GENNADIOS, A. Edible films and coatings: a review. In: HAN, J. H. *Innovations in Food Packaging*. Elsevier Ltd, p. 239-262, 2005.

IAL. Instituto Adolfo Lutz. *Métodos físico-químicos para análise de alimentos*. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. 1020 p.

IAHNKE, Aline Oliveira e Silva. *Filmes biodegradáveis com propriedades funcionais produzidos a partir de resíduos industriais*. 2015. 124 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Instituto de Ciências e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Produção brasileira de banana safra 2019, Disponível em: <<http://sidra.ibge.gov.br/tabela/1618#resultado>>. Acesso em: 10 mar 2020.

LEÃO, Daniela Pereira. *Avaliação comparativa do potencial de farelo de trigo comercial e pericarpo de pequi como substratos na produção de fibras com capacidade antioxidante*. 2013. 88 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos) – Faculdade de Farmácia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

LIMA, M. B.; VILARINHOS, A. D. Importância econômica e social. Agência de Informação Embrapa. Banana. Disponível em: https://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia40/AG01/arvore/AG01_28_41020068055.html. Acesso em 28 de outubro de 2019.

MALI, S. *et al.* Water sorption and mechanical properties of cassava starch films and their relation to plasticizing effect. *Carbohydrate Polymers*, n. 60, p. 283-289, 2005.

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

MANIGLIA, Bianca Chierogato. *Elaboração de filmes biodegradáveis a partir do resíduo da extração do pigmento de cúrcuma*. 2012. 172 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2012.

MARTELLI, M. R. *et al.* Effect of chitosan nanoparticles and pectin content on mechanical properties and water vapor permeability of banana puree films. *Journal of Food Science*, v. 78, n. 1, p. 98-104, 2013.

MATTA JUNIOR, Manoel Divino da. *Caracterização de biofilmes obtidos a partir do amido de ervilha (Pisum sativum) associado à goma xantana e glicerol*. 2009. 113 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Tecnologia de Alimentos) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Piracicaba, 2009.

MIRA, I.; CARVALHO FILHO, C. D.; VIOLA, D. N. Composição ideal da solução filmogênica adicionada de prebiótico, aplicada em uvas ‘Thompson’. *Revista Brasileira de Fruticultura*, v. 37, n. 2, p. 308-317, 2015.

MONTAÑO-LEYVA, B. *et al.* Biocomposites from wheat proteins and fibers: Structure/mechanical properties relationships. *Industrial Crops and Products*, v. 43, p. 545-555, 2013.

ORIANI, Vivian Boesso. *Desenvolvimento e caracterização de coberturas comestíveis à base de fécula de mandioca adicionadas de óleos essenciais*. 2013. 154 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2013.

ORSUWAN, A. *et al.* Preparation of antimicrobial agar/banana powder blend films reinforced with silver nanoparticles. *Food Hydrocolloids*, v. 60, p. 476-485, 2016.

OTONI, C. G *et al.* Recent advances on edible films based on fruits and vegetables—A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, v.16, p. 1151-1169, 2017.

PADAM, B. S. *et al.* Banana by-products: an under-utilized renewable food biomass with great potential. *Journal of Food Science and Technology*, v. 51, n. 12, p. 3527-3545, 2014.

PELISSARI, F. M. *et al.* Comparative study on the properties of flour and starch films of plantain bananas (*Musa paradisiaca*). *Food Hydrocolloids*, v. 30, p. 681-690, 2013.

PELISSARI, F. M. *et al.* Nanocomposites based on banana starch reinforced with cellulose nanofibers isolated from banana peels. *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 505, p. 154-167, 2017.

PEREIRA A.; MARASCHIN, M. Banana (*Musa* spp) from peel to pulp: Ethnopharmacology, source of bioactive compounds and its relevance for Human health. *Journal of Ethnopharmacology*, v. 160, n. 3, p. 149-163, 2015.

PÉREZ-GALLARDO, A. *et al.*, Effect of starch-beeswax coatings on quality parameters of blackberries (*Rubus* spp.). *Journal of Food Science and Technology*, v. 52, n. 9, p. 5601-5610, 2015.

PITAK; N.; RAKSHIT, S. K. Physical and antimicrobial properties of banana flour/chitosan biodegradable and self sealing films used for preserving fresh-cut vegetables. *Food Science and Technology*, v. 44, p. 2310-2315, 2011.

REBELLO, L. P. G. *et al.* Flour of banana (*Musa* AAA) peel as a source of antioxidant phenolic compounds. *Food Research International*, v. 55, p. 397-403, 2014.

REDDY, N., YANG, Y. Biofibers from agricultural byproducts for industrial applications. *Trends in Biotechnology*, v. 23, n. 1, p. 22-27, 2005.

RIBEIRO, Clara Meira Castro Pinto. *Estudo de estratégias para a valorização industrial do morango*. 2005. 65 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola de Engenharia, Universidade do Minho, Braga, 2005.

RIGO, Lisandra Naiara. *Desenvolvimento e caracterização de filmes comestíveis*. 2006, 130 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Departamento de Ciências Agrárias, Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões – Erechim, 2006.

RODRÍGUEZ-MARÍN, M. L. *et al.* Nanocomposites of rice and banana flours blend with montmorillonite: Partial characterization. *Materials Science and Engineering C*, v. 33, p. 3903-3908, 2013.

SABERI, B. *et al.* Characterization of pea starch-guar gum biocomposite edible films enriched by natural antimicrobial agents for active food packaging. *Food and Bioproducts Processing*, v. 105, p. 51–63, 2017.

SARTORI, T., MENEGALLI, F. C. Development and characterization of unripe banana starch films incorporated with solid lipid microparticles containing ascorbic acid. *Food Hydrocolloids*, v. 55, p. 210-219, 2016.

SCARTAZZINI, Laura. *Elaboração de cobertura comestível a partir de resíduo à base de gelatina e avaliação da sua aplicação em physalis (Physalis peruviana L.)*. 2014. 116 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2014.

SCHMIDT, V. C. R. *et al.* Water vapor barrier and mechanical properties of starch films containing stearic acid. *Industrial Crops and Products*, v. 41, p. 227-234, 2013.

SINGH, N. *et al.* Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources. *Food Chemistry*, v. 81, n. 219-231, 2003.

SIRACUSA, V. *et al.* Biodegradable polymers for food packaging: a review. *Trends in Food Science & Technology*, v. 19, n. 12, p. 634-643, 2008.

SOTHORNVIT, R.; PITAK, N. Oxygen permeability and mechanical properties of banana films. *Food Research International*, v. 40, p. 365-370, 2007.

SOUZA, B. W. S. *et al.* The use of electric fields for edible coatings and films development and production: a review. *Food Engineering Reviews*, v. 2, p. 244-255, 2010.

SOUZA, V. G. L. *et al.* Physical properties of chitosan films incorporated with natural antioxidants. *Industrial Crops & Products*, v. 107, p. 565–572, 2017.

STOLL, L. *et al.* Active biodegradable film with encapsulated anthocyanins: Effect on the quality attributes of extra-virgin olive oil during storage. *Journal of Food Processing and Preservation*, v. 41, p. 1-8, 2017.

STOLL, L. *et al.* Microencapsulation of anthocyanins with different wall materials and its application in active biodegradable films. *Food and Bioprocess Technology*, v. 9, p. 172–181, 2016.

TAK, J. K.; JAIN, S. Development of banana edible film and assessment of physicochemical properties. *International Research Journal of Pure & Applied Chemistry*, v. 20, n. 2, p. 1-6, 2019.

TULAMANDI, S. *et al.* A biodegradable and edible packaging film based on papaya puree, gelatin, and defatted soy protein. *Food Packaging and Shelf Life*, v. 10, p. 60–71, 2016.

WANG, X. *et al.* Barrier and mechanical properties of carrot puree films. *Food and Bioproducts Processing*, v. 89, p. 149–156, 2011.

WOLLERDORFER, M.; BADER, H. Influence of natural fibers on the mechanical properties of biodegradable polymers. *Industrial Crops and Products*, v. 8, p. 105–112, 1998.

CAPÍTULO 3

Artigo publicado: SILVA, V. D. M.; MACEDO, M. C. C.; SANTOS, A. N.; SILVA, M. R.; AUGUSTI, R.; LACERDA, I. C. A.; MELO, J. O. F.; FANTE, C. A. Bioactive activities and chemical profile characterization using paper spray-mass spectrometry of extracts of the *Eriobotrya japonica* Lindl. leaves. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, v. 34, e8883, p. 1-12, 2020. <https://doi.org/10.1002/rcm.8883>.

ATIVIDADES BIOATIVAS E CARACTERIZAÇÃO DO PERFIL QUÍMICO USANDO ESPECTROMETRIA DE MASSAS POR PAPER SPRAY DE EXTRATOS DAS FOLHAS DE *Eriobotrya japonica* Lindl.

RESUMO

A nespereira (*Eriobotrya japonica* Lindl.) é uma árvore frutífera usada na medicina chinesa há milhares de anos para o tratamento de várias doenças. Os extratos das suas folhas contêm vários compostos bioativos com propriedades antioxidantes e antimicrobianas, e a identificação dessas substâncias por métodos rápidos e simples tem sido uma tendência analítica. Neste estudo, foram avaliados a influência da desidratação das folhas de nespereira (sem secagem, a 40 °C e 60 °C), o tipo de solvente (etanol e metanol) e o método de extração (agitação e ultrassom) na obtenção de extratos contendo compostos fenólicos e substâncias com atividades antioxidante e antimicrobiana. Os constituintes químicos do extrato foram identificados por espectrometria de massa por paper spray (EM-PS). O extrato obtido com as folhas desidratadas a 40 °C apresentou os melhores resultados. A extração com etanol proporcionou os maiores valores de fenólicos totais e atividade antioxidante, mas o extrato metanólico submetido ao ultrassom apresentou os maiores teores de ácidos clorogênico, cafeico e elágico. Todos os extratos avaliados inibiram o crescimento de *Staphylococcus aureus*. Pela técnica de EM-PS, foi possível sugerir a presença de 49 substâncias como ácidos orgânicos, ácidos fenólicos, flavonoides, açúcares, quinonas e terpenos. Em geral, extratos de folhas desidratadas a 40 °C e extraídos com etanol por ultrassom podem ser considerados uma boa fonte de compostos bioativos com potenciais aplicações como ingredientes funcionais ou aditivos na indústria alimentícia

e farmacêutica. A EM-PS demonstrou ser uma técnica simples e ultra-rápida para obter o perfil químico do extrato de folhas de nespereira.

Palavras-chave: Extração. Impressão digital. Nespereira. Atividade antioxidante. Atividade antimicrobiana.

1. INTRODUÇÃO

A nespereira (*Eriobotrya japonica* Lindl.) é uma árvore frutífera perene da família Rosaceae, de origem chinesa, atualmente cultivada em vários outros países, como Japão, Turquia, Espanha e Brasil (ZHANG *et al.*, 2015). O Brasil está entre os principais produtores mundiais, sendo a maior produção no estado de São Paulo (SINDICATO RURAL DE MOGI DAS CRUZES, 2019). Partes da planta como folhas, sementes e frutos contêm metabólitos secundários, como os polifenóis, conferindo-lhe propriedades bioativas como antioxidante (CHEN *et al.*, 2017b; DELFANIAN; KENARI; SAHARI, 2015) e antimicrobiana (AZIZ *et al.*, 2017), entre outras.

Nas folhas já foram identificados flavonoides, ácidos fenólicos, procianidinas, triterpenos, sesquiterpenos e glicosídeos megastigmanos (CHEN *et al.*, 2017a; MOKDAD-BZEOUICH *et al.*, 2015), geralmente, em maior concentração do que nos frutos e sementes (CHEN *et al.*, 2017a; PARK *et al.*, 2008). Métodos tradicionais como cromatografia líquida de alta eficiência com detecção por UV e/ou espectrometria de massas e eletroforese capilar têm sido empregados para a análise desses compostos. Porém, várias etapas de preparo de amostras e tempos longos de análises tem sido relatado como limitações dessas técnicas. Nesse sentido, as técnicas de ionização ambiente como a espectrometria de massas com ionização por paper spray têm se mostrado eficientes em superar essas limitações, uma vez que tem permitido a obtenção de impressão digital de diversas matrizes complexas por meio de análises ultrarrápidas, de baixo custo analítico e sem geração de resíduos químicos (CAMPELO *et al.*, 2020; GUO *et al.*, 2017; SILVA *et al.* 2019; ZHANG; LIU; ZHENG, 2014). Portanto, os extratos de folhas são matérias-primas em potencial para conservantes de produtos alimentícios, devido à sua composição (AZIZ *et al.*, 2017; CHEN *et al.*, 2017b).

Há um grande interesse em pesquisar a atividade antioxidante dos vegetais e seus compostos naturais que possam substituir o uso dos agentes antioxidantes sintéticos em produtos alimentícios e farmacêuticos. Essas substâncias agem sobre os radicais livres, substâncias relacionadas ao envelhecimento, senescência ou surgimento de doenças, retardando ou inibindo sua ação sobre as células humanas, vegetais e animais (TLILI *et al.*, 2015).

No processamento do material vegetal, uma etapa de extração é necessária para o isolamento dos compostos a serem avaliados quanto ao teor de fenólicos e à funcionalidade. Os extratos obtidos podem exibir diferentes características relacionadas à origem vegetal e ao modo de preparo, como uso ou não da secagem e, se houver, qual a técnica escolhida e o tamanho da partícula. Além disso, o método e as condições de extração, como tempo, tipo e polaridade do solvente, temperatura e relação amostra: solvente, interferem na eficiência da extração (CVETANOVIĆ *et al.*, 2015; KHODDAMI; WILKES; ROBERTS, 2013).

Entre os vários métodos de extração, há a maceração, infusão, percolação, extração contínua a quente e extração com solvente assistida por ultrassom. Esta última pode ser considerada uma técnica de “extração verde”, pois é rápida e consome menos solventes em comparação aos métodos tradicionais (DHANANI *et al.*, 2017).

Os extratos vegetais também contêm diversos compostos bioativos com propriedades antimicrobianas, por isso, podem ter ampla aplicação na indústria farmacêutica (BAZARGANI; ROHLOFF, 2016) e alimentícia (ZHANG; RONCA; MELE, 2017). Para ter ação antimicrobiana, os extratos devem inibir o crescimento ou causar a morte de patógenos e não devem ser tóxicos na dose adicionada. Portanto, são uma alternativa na terapêutica de doenças microbianas e no desenvolvimento de produtos alimentícios (ASKARI *et al.*, 2012).

Neste contexto, o objetivo do trabalho foi avaliar as melhores condições de obtenção de extratos hidroalcoólicos de folhas de nespereira quanto ao teor e composição de compostos fenólicos, e suas respectivas atividades antioxidantes e antimicrobianas *in vitro*, para posterior aplicação como conservante de alimentos. Além disso, outros constituintes químicos foram identificados experimentalmente por EM-PS.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

As folhas de nespereira foram coletadas de cinco árvores localizadas no Campus Pampulha da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Belo Horizonte, Minas Gerais, em janeiro de 2018. A espécie foi depositada no herbário do Instituto de Ciências Biológicas da UFMG (n. 192122).

Os reagentes Folin-Ciocalteu, 2,2-azino-bis (ácido 3-etilbenzotiazolina-6-sulfônico) sal diamônio (ABTS), 2,4,6-Tris(2-piridil)-s-triazina (TPTZ), 2,2-difenil-1-picril-hidrazil (DPPH), 6-Hidroxi-2,5,7,8-tetrametilchroman-2-ácido carboxílico (Trolox), catequina, ácido cafeico, ácido elágico, quercetina e ácido clorogênico foram adquiridos da Sigma-Aldrich. Os demais reagentes foram de grau analítico.

As bactérias *Staphylococcus aureus* ATCC 29213 e *Escherichia coli* ATCC 35218 (produtora de beta-lactamase) foram fornecidas pelo laboratório de Microbiologia Clínica da Faculdade de Farmácia da UFMG.

2.2 Métodos

2.2.1 Influência da desidratação

No Setor de Operações, Processos e Tecnologia (SOPT) da Faculdade de Farmácia da UFMG, as folhas foram lavadas em água corrente e distribuídas em tabuleiros, separadas em 3 lotes: 1) submetido à desidratação em estufa com circulação mecânica (FANEM, 320-SE, São Paulo) a 40 °C por 46 h; 2) submetido à desidratação em estufa a 60 °C (Nova Ética, São Paulo) durante 10 h; 3) não foi submetido ao processo de desidratação. Ao finalizar os processos, os lotes 1 e 2 foram acondicionados em sacos plásticos para congelamento a -18 °C. No dia das análises, foram descongeladas, trituradas em liquidificador (Philips Walita, modelo Walita Brasília) e passadas em peneira de malha de 16-mesh. O terceiro lote, após removido o excesso de água em papel absorvente, foi processado em liquidificador e analisado no mesmo dia.

O preparo dos extratos foi realizado conforme descrito por Delfanian, Kenari e Sahari (2015), com algumas alterações. Resumidamente, 20 g de cada amostra foram misturadas com 100 mL de solução de álcool etílico a 50% em água (relação folha:solvente = 1:5), em frascos de Erlenmeyers embalados e tampados com papel alumínio, a fim de evitar a evaporação do álcool durante a extração. Essa mistura foi mantida sob agitação em mesa agitadora com inversor (Lucadema, São José do Rio Preto, SP) por 48 h a 160 rpm. Ao finalizar esta etapa, as amostras foram filtradas em papel de filtro qualitativo e os filtrados foram coletados. Por fim, as amostras foram evaporadas em capela de exaustão para a eliminação do solvente, resultando nos seguintes extratos hidroalcoólicos: 1) extrato obtido das folhas desidratadas a 40 °C (EF40); 2) extrato obtido das folhas desidratadas a 60 °C (EF60); 3) extrato obtido das folhas frescas (EFF)

2.2.2 Efeito do solvente e dos métodos de extração

Após analisar qual o processamento das folhas originou o extrato com as maiores concentrações de compostos fenólicos totais e atividades antioxidantes (item 2.2.3), foram avaliados o tipo de solvente (etanol a 50% e metanol a 50%) e o método de extração (agitação e ultrassom).

Primeiramente, as folhas desidratadas foram trituradas em liquidificador e peneiradas (16-mesh). Em seguida, foram pesadas (5 g) e misturadas com 50 mL de solução de etanol a 50% ou de metanol a 50% (relação folha:solvente = 1:10), em frascos Erlenmeyers envolvidos e tampados com papel alumínio. Estas amostras foram submetidas a duas técnicas de extração: 1) agitação em mesa agitadora a 160 rpm por 48 h (DELFIANIAN; KENARI; SAHARI, 2015) e 2) extração em lavadora ultrassônica digital (Sanders Medical, SoniClean 2, Santa Rita do Sapucaí, MG) por duas vezes de 20 min, com um intervalo de 10 min entre elas (HONG *et al.*, 2008).

Finalizadas as extrações, foi realizada a filtração com papel de filtro qualitativo e os extratos obtidos foram evaporados em rotavapor (Büchi, R-215, Valinhos, SP) a 45 °C até a remoção do álcool. Assim, os compostos extraídos das folhas de nespereira foram diluídos apenas em água. Foram obtidos quatro extratos hidroalcoólicos: extrato obtido das folhas extraídas com etanol a 50% por agitação (EFEA); extrato obtido das folhas extraídas com etanol a 50% por ultrassom (EFEU);

extrato obtido das folhas extraídas com metanol a 50% por agitação (EFMA) e extrato obtido das folhas extraídas com metanol a 50% por ultrassom (EFMU).

2.2.3 Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante

Os teores dos compostos fenólicos totais foram determinados pelo método do reagente Folin Ciocalteu (SAHAN; CANSEV; GULEN, 2013), com algumas modificações. Foi necessária a diluição dos extratos com água destilada antes da reação para que houvesse a leitura espectrofotométrica. Assim, as amostras obtidas da extração das folhas frescas foram diluídas 11 vezes, e aquelas das folhas desidratadas a 40 °C e a 60 °C foram diluídas 55 vezes. Os volumes dos extratos de cada amostra foram 300 µL (apenas para os extratos obtidos no item 2.2.2 com etanol 50%) ou 700 µL. Em seguida, adicionou-se metanol 50% (quantidade suficiente para completar o volume para 750 µL), 3,5 mL de água destilada e 250 µL do reagente Folin Ciocalteu. Essa mistura foi agitada em agitador de tubos e mantida em repouso por 3 min. Após este tempo, adicionaram-se 500 µL da solução de carbonato de sódio 7,5% (p/v) e homogeneizou em agitador de tubos. As amostras, bem como as soluções do padrão de ácido gálico a 0,01 g.100 g⁻¹ em metanol 50% (faixa de concentração = 2 – 10 mg.L⁻¹), foram mantidas por 60 min à temperatura ambiente, ao abrigo da luz. A absorbância foi medida a 750 nm em espectrofotômetro (Micronal modelo AJX-1900, São Paulo) contra um branco dos reagentes, substituindo a amostra ou padrão por metanol 50%. O resultado final foi expresso como equivalente de ácido gálico (mg EAG.g⁻¹ de amostra). A análise foi realizada em triplicata e em ambiente com pouca iluminação.

A atividade antioxidante total (AAT) nos extratos das folhas de nespereira foi determinada por três métodos: 1) reação com 2,2'-difeníl-1-picrilhidrazil (DPPH); 2) pela captura do radical livre ABTS; 3) reação de redução do ferro (FRAP, *Ferric Reducing Antioxidant Power*). Para essas análises, são necessárias três diferentes diluições para a obtenção das curvas das amostras, e estas devem ter leituras espectrofotométricas dentro da faixa das medidas de absorbância dos padrões, sendo utilizadas para cada amostra as seguintes diluições com água destilada:

- ✓ EFF: diluído 11x, 16x, e 21x;
- ✓ EF40 e EF60: diluídos 55x, 77x, e 99x;
- ✓ EFMA e EFMU: diluídos 55x, 77x, e 99x;

✓ EFEA e EFEU: diluídos 88x, 110x, e 132x.

A análise pelo DPPH foi realizada conforme o método oficial 2012.04 da AOAC (2012), utilizando 100 µL das diluições dos extratos de cada tratamento e 5 mL da solução metanólica de DPPH (40 mg.L⁻¹), em triplicata. Os métodos ABTS e FRAP foram realizados conforme descrito por Rufino *et al.* (2010). Os resultados da AAT por DPPH e ABTS foram expressos como µM de equivalentes Trolox (µM ET.g⁻¹ de amostra) e por FRAP em µM de sulfato ferroso.g⁻¹ de extrato.

2.2.4 Identificação e quantificação de compostos fenólicos

A determinação dos principais compostos fenólicos presentes nos extratos metanólicos e etanólicos das folhas de nespereira foi realizada conforme o método cromatográfico descrito por Eça *et al.* (2015), com algumas modificações. Os extratos foram filtrados com um filtro de seringa de nylon 0,22 µm e injetados em cromatógrafo líquido de ultra eficiência (Waters, Acquity UPLC® Class, Milford, Massachusetts, EUA) equipado com detector de UV por arranjo de diodos, bomba quaternária, degaseificador e amostrador automático. Os dados foram processados através do software Empower®. As condições cromatográficas consistiram em coluna Acquity UPLC® BEH C18 (2,1 x 100 mm; 1,7 µm, Waters, Milford, Massachusetts, EUA) sob fluxo constante de 0,3 mL.min⁻¹, com duas fases móveis (A = acetonitrila e B = água: ácido fórmico, 99,75: 0,25). A corrida dos padrões diluídos em água (ácido gálico, catequina e ácido clorogênico) foi de 17 min, em modo de eluição isocrático de 5: 95 v/v (A: B). Enquanto que para os padrões diluídos em metanol (ácido cafeico, ácido elágico e quercetina), um gradiente linear foi aplicado: de 0 a 8 min = 8: 92 (A: B); de 8 a 14 min = 15: 85; e de 14 a 22 min = 25: 75. Os espectros de absorção no UV foram obtidos para o ácido elágico a 253 nm; ácido gálico e catequina a 271 nm; ácidos clorogênico e cafeico a 320 nm; e quercetina a 372 nm. A curva analítica para o ácido gálico foi construída na faixa de concentração de 21,2 a 212 µg.g⁻¹ ($y = 9365,6x + 3731,4$, $R^2 = 1$). Para a catequina, usaram-se soluções a 24,4 a 244 µg.g⁻¹ ($y = 1560,8x - 73,57$, $R^2 = 0,9998$). A faixa de concentração para o ácido clorogênico foi de 18,4 a 184 µg.g⁻¹ ($y = 7684,6x + 7508,9$, $R^2 = 0,9999$). Para o ácido elágico foi de 20 a 200 µg.g⁻¹ ($y = 22204x - 63030$, $R^2 = 0,9999$). Para o ácido cafeico, de 20 a 200 µg.g⁻¹ ($y = 15824x + 29175$, $R^2 = 0,9999$) e para a quercetina, 21,2 a 212 µg.g⁻¹ ($y = 10884x +$

19971, $R^2 = 0,9999$). Os resultados para as amostras foram expressos em $\mu\text{g.g}^{-1}$ de extrato.

2.2.5 Atividade antimicrobiana

A atividade antimicrobiana nos extratos metanólicos e etanólicos foi avaliada pelo método de microdiluição em caldo, conforme recomendações do *Clinical and Laboratory Standards Institute* (CLSI, 2015), com adaptações, contra as linhagens referências dos patógenos *Staphylococcus aureus* (ATCC 29213) e *Escherichia coli* (ATCC 35218). Primeiramente, tais linhagens foram semeadas em ágar sangue e MacConkey, respectivamente, e incubadas em atmosfera normal a 37 °C por 24 h. Em seguida, uma a cinco colônias isoladas foram suspensas em 4,0 mL de caldo Mueller Hinton (CMH) e incubadas em agitação a 37 °C e 180 rpm até observada turbidez equivalente ao padrão 0,5 na escala McFarland ($1-2 \times 10^8 \text{ UFC.mL}^{-1}$). A seguir, ajustou-se o inóculo em CMH a $1,5 \times 10^5 \text{ UFC.mL}^{-1}$ para realização dos ensaios.

Em uma microplaca de 96 poços, foram adicionados, em triplicata, 100 μL do CMH (a partir da linha B) e 200 μL de cada extrato (linha A). A partir desses extratos, foram realizadas diluições seriadas (100 μL) de modo a atingir a faixa de concentração de 50,0 a 1,56% após a adição do inóculo bacteriano (100 μL). Controles de inibição de crescimento (0,1 $\mu\text{g.mL}^{-1}$ de penicilina para *S. aureus*, e 2,5 $\mu\text{g.mL}^{-1}$ de gentamicina para *E. coli*), de viabilidade celular (somente bactérias) e de esterilidade (somente CMH) foram empregados em cada microplaca. Após incubação a 37 °C por cerca de 20 h, verificou-se visualmente a ausência de turbidez em cada poço, sendo considerada como a concentração inibitória mínima (CIM) a menor concentração (%) do extrato em que não houve crescimento bacteriano visível. Os ensaios foram realizados em duplicata.

2.2.6 Perfil químico por Espectrometria de Massa por Paper Spray

O extrato com as melhores características foi avaliado em relação ao seu perfil químico (SILVA *et al.*, 2019), utilizando o espectrômetro de massa LCQ Fleet (Thermo Scientific, San Jose, EUA) equipado com fonte de ionização por *Paper Spray*. O extrato (2 μL), depois de filtrado em filtro de seringa de nylon a 0,22 μm , foi aplicado

na borda do papel cromatográfico cortado no formato de triângulo equilátero (1,5 cm). Então, 40 µL de metanol foi transferido para o papel, e a fonte de tensão foi conectada para aquisição de dados. A amostra foi analisada, em triplicata, nos modos de ionização positivo e negativo. As condições usadas foram: voltagem da fonte igual a -3,5 kV (modo de ionização negativa) e + 5,0 kV (modo de ionização positiva); voltagem da lente do tubo de 115 V; voltagem capilar de 40 V; temperatura do tubo de transferência de 275 °C; faixa de massa de 100 a 1000 m/z , e energias de colisão para fragmentar os íons de 15 a 40 eV. Os íons e seus fragmentos foram identificados com base nos dados descritos na literatura. Os espectros de massa obtidos foram processados com o software Xcalibur (versão 2.1, Thermo Scientific, San Jose, CA, EUA).

2.3 Análise estatística

Os resultados foram expressos com as médias das replicatas e seus respectivos desvios padrão. A análise de variância (ANOVA), a normalidade e a homogeneidade, seguida da comparação das médias pelo teste de Tukey ($p < 0,05$) e o coeficiente de correlação de Pearson foram calculados usando o programa SPSS 15.0 for Windows (SPSS Inc., Chicago, IL, EUA).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Influência da desidratação

Os valores de compostos fenólicos totais e das AAT para os três extratos estão apresentados na Tabela 1. Os maiores valores obtidos pertenceram ao extrato EF40, diferindo significativamente dos demais ($p < 0,05$). O EFF foi o que apresentou os menores resultados, provavelmente devido às perdas por degradação enzimática e diluição das substâncias (HOSSAIN *et al.*, 2010). A 60 °C, alguns desses compostos podem ter sofrido decomposição (ZHOU *et al.*, 2011a), corroborando os dados de outros autores que observaram a mesma decomposição, além da indução de condensação oxidativa, a temperaturas superiores a 60 °C (SHIH; KUO; CHIANG,

2009). Portanto, a desidratação na temperatura mais baixa foi melhor para a extração desses compostos. A desidratação é necessária, pois a perda de água pode causar maior rompimento da estrutura celular, facilitando a extração desses compostos (RABETA; LIN, 2015; SHIH; KUO; CHIANG, 2009)

Tabela 1 - Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante dos extratos hidroalcoólicos das folhas de nespereira processadas a diferentes temperaturas

Métodos	EFF	EF40	EF60
Compostos fenólicos (mg EAG/g extrato)	0,62 ± 0,00 ^c	2,62 ± 0,05 ^a	1,83 ± 0,03 ^b
ABTS (µM Trolox/g)	11,65 ± 0,53 ^c	54,24 ± 1,87 ^a	35,17 ± 2,29 ^b
FRAP (µM FeSO ₄ /g)	21,94 ± 1,26 ^c	91,27 ± 0,85 ^a	59,16 ± 4,12 ^b
DPPH (µM Trolox /g)	12,46 ± 2,68 ^c	52,95 ± 3,72 ^a	41,84 ± 4,21 ^b

Valor médio ± desvio padrão; n = 3. Letras iguais na mesma linha não diferem significativamente entre si a 5%, pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). EAG: equivalente de ácido gálico; EFF: extrato obtido das folhas frescas; EF40: extrato obtido das folhas desidratadas a 40 °C; EF60: extrato obtido das folhas desidratadas a 60 °C.

Resultado semelhante foi encontrado por Hajimehdipoor *et al.* (2012) para as folhas de *Mentha piperita*, *Mentha spicata* e *Thymus vulgaris*, e por Rabeta e Lin (2015) para as folhas de *Cayratia trifolia*. Esses autores relataram que as folhas frescas apresentaram menores valores de compostos fenólicos totais e de atividade antioxidante comparado às folhas secas ao sol e à sombra (HAJIMEHDIPOOR *et al.*, 2012) e aquelas liofilizadas e desidratadas em estufa à vácuo a 30 °C (RABETA; LIN, 2015). Devido às diferenças nos constituintes das plantas, cada espécie necessita de um método de preparo e, ou de secagem específico para permitir uma maior extração de compostos de interesse (HAJIMEHDIPOOR *et al.*, 2012).

Portanto, a espécie, o cultivar e a parte da planta, o modo de preparo da amostra, com uso ou não de tratamento térmico, bem como o método empregado, além das condições de extração afetam no teor final dos compostos bioativos.

3.2 Efeito do solvente e dos métodos de extração

Diante dos resultados obtidos para os três extratos das folhas, descritos anteriormente, escolheu-se o método de desidratação à 40 °C para avaliar o melhor

tipo de solvente e método de extração sobre os teores dos compostos fenólicos e as atividades antioxidante e antimicrobiana.

3.2.1 Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante.

Os teores de compostos fenólicos totais e as AAT dos quatro extratos obtidos a partir das folhas desidratadas a 40 °C estão apresentados na Tabela 2. Os maiores valores de fenólicos totais e de atividade antioxidante foram achados nas amostras extraídas com etanol a 50%, não diferindo significativamente entre os métodos de extração por agitação e por ultrassom. O extrato obtido com metanol a 50% com agitação foi estatisticamente diferente de todas as amostras, apresentando as menores atividades antioxidante e concentração de fenólicos. Portanto, nas condições avaliadas, o tipo de solvente influenciou a extração dos compostos bioativos.

Tabela 2 - Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante nos extratos hidroalcoólicos de folhas de nespereira

Métodos	EFEA	EFEU	EFMA	EFMU
Fenólicos (mg EAG/g)	6,36 ± 0,25 ^a	5,92 ± 0,07 ^a	2,15 ± 0,03 ^c	3,02 ± 0,02 ^b
ABTS (µM Trolox/g)	84,47 ± 9,86 ^a	82,15 ± 4,09 ^a	43,86 ± 2,35 ^b	70,38 ± 1,72 ^a
FRAP (µM FeSO ₄ /g)	117,99 ± 5,92 ^{ab}	126,37 ± 5,58 ^a	71,52 ± 1,80 ^c	113,57 ± 3,40 ^b
DPPH (µM Trolox /g)	92,90 ± 3,59 ^a	91,29 ± 7,43 ^{ab}	51,86 ± 2,79 ^c	77,81 ± 1,12 ^b

Valor médio ± desvio padrão; n = 3. Letras iguais na mesma linha não diferem significativamente entre si a 5%, pelo teste de Tukey (p < 0,05). EAG: equivalente de ácido gálico; EFEA: extrato obtido das folhas extraídas com etanol 50% por agitação; EFEU: extrato obtido das folhas extraídas com etanol 50% por ultrassom; EFMA: extrato obtido das folhas extraídas com metanol 50% por agitação; EFMU: extrato obtido das folhas extraídas com metanol 50% por ultrassom.

Os fenólicos das plantas são geralmente extraídos com solventes polares produzidos principalmente por misturas de água com etanol, metanol ou acetona (DO *et al.*, 2014). O etanol é um pouco menos polar que o metanol (RUESGAS-RAMÓN; FIGUEROA-ESPINOZA; DURAND, 2017) e é considerado um solvente mais seguro que os outros dois (DO *et al.*, 2014). Neste estudo, o etanol 50% foi mais eficiente na extração desses compostos bioativos do que o metanol 50%. Isso pode ser devido à maior solvatação das moléculas bioativas.

Delfanian, Kenari e Sahari (2015) avaliaram o tipo de solvente (etanol, água e etanol 50%) e os métodos de extração (por solvente, ultrassom e CO₂ supercrítico) de

fenólicos contidos em cascas e polpas de nêspereira. Esses autores verificaram que o método de extração de solventes utilizando etanol 50% foi o que obteve o maior teor de polifenóis, tanto para a casca quanto para a polpa da fruta. Isso é semelhante a um dos melhores resultados obtidos em nosso estudo: etanol 50% por agitação. Além disso, os extratos das cascas (0,265 a 0,879 mg EAG.g⁻¹) e das polpas (0,147 a 0,388 mg EAG.g⁻¹) mostrado no estudo citado apresentaram quantidades menores de fenólicos do que os extratos das folhas obtidos em nosso estudo (2,15 a 6,36 mg EAG.g⁻¹). Park *et al.* (2008) também relataram que as folhas de nespereira têm os maiores teores de fenólicos totais em comparação aos frutos e sementes.

Valores semelhantes ao do presente estudo foram obtidos por Maher, Yassine e Sofiane (2015), em extratos de folhas de nespereira fracionados com diclorometano: metanol em diferentes proporções. Contudo, a porção não fracionada, extraída com metanol 70% rendeu maior concentração de fenólicos. Extratos aquosos e metanólicos das folhas de nespereira preparados por Uysal *et al.* (2016) também apresentaram maiores valores desses compostos. Essas variações no conteúdo podem ser decorrentes da cultivar e do método de secagem das folhas, da secagem solar ou na sombra, bem como das condições de extração.

Em relação à AAT, os extratos das folhas de nespereira obtidos com metanol por Uysal *et al.* (2016) apresentaram os maiores valores para FRAP (158,9 µM Trolox.g⁻¹) e ABTS (204,5 mg Trolox.g⁻¹) do que aqueles extraídos com água destilada fervida (113,6 µM de ET.g⁻¹ de extrato e 137,0 mg de ET.g⁻¹ de extrato, respectivamente) e aqueles obtidos nesse estudo. Todavia, a AAT por FRAP do extrato obtido com etanol 50% em ultrassom foi maior em relação à amostra extraída com água destilada fervida. Como os compostos antioxidantes são termossensíveis, a temperatura muito alta da água pode ter degradado algumas dessas substâncias, mesmo o aquecimento ter sido por pouco tempo (30 min).

Verificou-se que houve correlação positiva, forte ($r > 0,70$) e significativa ($p < 0,01$) entre o teor de fenólicos e as AAT: entre compostos fenólicos e AAT por ABTS ($r = 0,878$), FRAP ($r = 0,775$), e DPPH ($r = 0,883$), entre FRAP e ABTS ($r = 0,901$), FRAP e DPPH ($r = 0,952$), ABTS e DPPH ($r = 0,936$). Esse resultado indica que a concentração de fenólicos totais é diretamente proporcional a sua AAT. Desta forma, esses compostos pode ser considerados os principais contribuintes para tal propriedade nos extratos das folhas de nespereira. Essa relação também foi observada nos trabalhos com nespereira de Xu, Li e Chen (2014) para extratos dos

frutos, de Zhang *et al.* (2015) para extratos da casca e polpa de diferentes cultivares, e de Uysal *et al.* (2017) para extratos das folhas.

3.2.2 Identificação e quantificação de compostos fenólicos.

Os fenólicos totais nas plantas podem ser divididos em várias classes, como os fenóis simples, ácidos fenólicos, flavonoides, cumarinas, ligninas, lignanas e taninos condensados e hidrolisáveis (KHODDAMI; WILKES; ROBERTS, 2013; SOTO-VACA *et al.*, 2012). Os compostos fenólicos das folhas de nespereira identificados e quantificados por cromatografia líquida de ultra eficiência foram dos grupos dos ácidos fenólicos (ácido clorogênico, ácido cafeico e ácido elágico) e dos flavonoides (quercetina) e estão apresentados na Tabela 3.

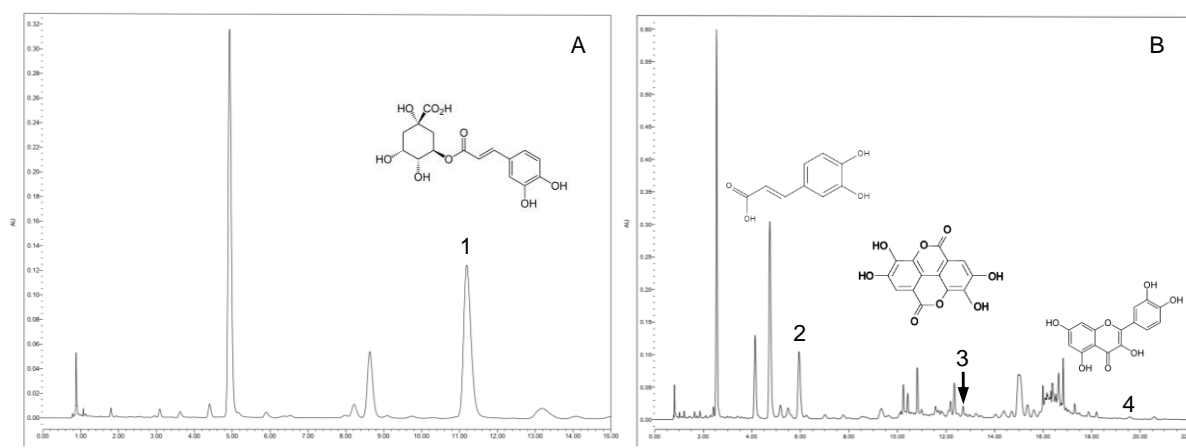
Tabela 3 - Perfil de fenólicos ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ de extrato) nos extratos hidroalcoólicos das folhas de nespereira

Composto	EFEA	EFEU	EFMA	EFMU
Ácido clorogênico	177,48 \pm 2,90 ^{bc}	159,81 \pm 1,51 ^c	199,20 \pm 0,09 ^b	511,04 \pm 11,52 ^a
Ácido cafeico	33,86 \pm 0,38 ^c	25,05 \pm 0,16 ^d	42,07 \pm 1,16 ^b	82,01 \pm 0,95 ^a
Ácido elágico	1,14 \pm 0,00 ^c	0,92 \pm 0,02 ^d	1,35 \pm 0,08 ^b	2,73 \pm 0,06 ^a
Quercetina	0,26 \pm 0,02 ^a	0,13 \pm 0,01 ^b	0,26 \pm 0,02 ^a	0,24 \pm 0,05 ^{ab}
Ácido gálico	ND	ND	ND	ND
Catequina	ND	ND	ND	ND

Valor médio \pm desvio padrão; n = 2. Letras iguais na mesma linha não diferem significativamente entre si a 5%, pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). EFEA: extrato obtido das folhas extraídas com etanol 50% por agitação; EFEU: extrato obtido das folhas extraídas com etanol 50% por ultrassom; EFMA: extrato obtido das folhas extraídas com metanol 50% por agitação; EFMU: extrato obtido das folhas extraídas com metanol 50% por ultrassom; ND: não detectado.

A Figura 1 mostra os cromatogramas dos fenólicos identificados no extrato obtido com metanol 50% por ultrassom, que foi o tratamento que apresentou as maiores concentrações de ácidos fenólicos.

Figura 1 - Cromatogramas dos fenólicos identificados no extrato obtido das folhas extraídas com metanol 50% por ultrassom (EFMU), a 320 nm



A: espectro dos padrões diluídos em água; 1: ácido clorogênico; B: espectro dos padrões diluídos em metanol; 2: ácido cafeico; 3: ácido elágico; 4: quercetina.

Nas condições avaliadas, os ácidos fenólicos apresentaram as maiores concentrações entre todos os compostos nos quatro extratos das folhas de nespereira, com o ácido clorogênico como o composto principal, especialmente no EFMU. No trabalho de Uysal *et al.* (2016), tal ácido também foi o fenólico que apresentou a maior concentração nas folhas extraídas com metanol. Assim como relatado por Jeong, Lee e Kim (2014) nos extratos metanólicos das sementes e por Xu, Li e Chen (2014) nos frutos da nespereira.

O ácido clorogênico contém dois grupos hidroxila na posição orto do anel aromático, o que lhe confere capacidade de doar átomos de hidrogênio aos radicais livres, isso porque, quanto maior o número de hidroxilas, maior a atividade antioxidante (GRAF, 1992; ZANG *et al.*, 2003).

Chen *et al.* (2017a) também verificaram que os ácidos fenólicos foram os principais constituintes nas folhas de nespereira. Em outros estudos (Chen *et al.*, 2017b; Uysal *et al.*, 2016), foram observadas variações nos tipos e concentrações de fenólicos nas folhas de nespereira. Isso porque diversos fatores podem afetar tal quantificação, como a genética, o ambiente de crescimento, modo de processamento das folhas, com uso ou não de tratamento térmico, bem como as condições de extração e a técnica de análise.

Os picos cromatográficos do ácido gálico e da catequina não apareceram nos extratos do presente estudo, enquanto Uysal *et al.* (2016) não conseguiram encontrar

os ácidos gálico, hidroxibenzoico e benzoico, rutina, quercetina e apigenina nos extratos metanólicos das folhas de nespereira. Ao passo que, os extratos aquosos liofilizados não apresentaram ácido clorogênico, ácido benzoico, rutina, quercetina, kaempferol e apigenina. Nota-se que nesses dois extratos, a quercetina não foi determinada, contudo, ela foi quantificada nos quatro extratos do presente estudo e no trabalho de Chen *et al.* (2017b).

A extração metanólica foi mais eficiente para os ácidos clorogênico, cafeico e elágico uma vez que apresentaram os maiores teores no EFMU. O metanol é ligeiramente mais polar que o etanol (RUESGAS-RAMÓN; FIGUEROA-ESPINOZA; DURAND, 2017) e é indicado para extração de fenólicos de baixo peso molecular (DO *et al.*, 2014), como é o caso desses três ácidos. Porém, é um poluente ambiental e tóxico, assim, por questão de segurança e geração de resíduos, o etanol é considerado um solvente mais adequado (ZHOU *et al.*, 2011b). Além disso, a quantidade de fenólicos totais e os valores de atividade antioxidante foram superiores nos extratos obtidos com etanol. Isso pode também indicar que há outros compostos presentes nos extratos etanólicos que não foram quantificados por UPLC e que o etanol tem a capacidade de extrair mais destes em comparação com o metanol.

3.2.3 Atividade antimicrobiana

O resultado da avaliação da CIM dos extratos das folhas de nespereira contra as bactérias *S. aureus* e *E. coli*, está demonstrado na Tabela 4.

Tabela 4 - Concentração inibitória mínima dos extratos hidroalcoólicos das folhas de *E. japonica* contra *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli*

Diluição (% v/v)	<i>Staphylococcus aureus</i>				<i>Escherichia coli</i>			
	EFEA	EFEU	EFMA	EFMU	EFEA	EFEU	EFMA	EFMU
50,0	-	-	-	-	+	+	+	+
25,0	-	-	-	-	+	+	+	+
12,5	+	+	+	+	+	+	+	+
6,25	+	+	+	+	+	+	+	+
3,13	+	+	+	+	+	+	+	+
1,56	+	+	+	+	+	+	+	+

+ crescimento bacteriano; - inibição do crescimento. EFEA: extrato obtido das folhas extraídas com etanol 50% por agitação; EFEU: extrato obtido das folhas extraídas com etanol 50% por ultrassom; EFMA: extrato obtido das folhas extraídas com metanol 50% por agitação; EFMU: extrato obtido das folhas extraídas com metanol 50% por ultrassom.

Observa-se que os quatro extratos foram capazes de inibir o crescimento *in vitro* de *S. aureus* até a diluição de 25% (v/v). Contudo não foram capazes de inibir o crescimento da *E. coli* uma vez que todas as diluições dos extratos estavam turvas. Pela avaliação visual, verificou-se que o experimento foi válido, pois nos controles de esterilidade e de inibição não houve turbidez, ou seja, não houve crescimento bacteriano ou contaminação, em oposição aos controles de viabilidade celular.

Esses resultados, nas condições avaliadas, demonstram que os extratos das folhas de nespereira apresentaram atividade antimicrobiana contra uma bactéria Gram-positiva (*S. aureus*), mas não para uma Gram-negativa (*E. coli*). Dados da literatura demonstraram que diversos tipos de extratos vegetais têm baixo efeito ou não apresentam atividade inibitória contra bactérias Gram-negativas (ASKARI *et al.*, 2012; BAZARGANI; ROHLOFF, 2016; MURUZOVIĆ *et al.*, 2016; NOSTRO *et al.*, 2016). Isso se deve a essas bactérias possuírem uma membrana externa em sua parede celular, composta basicamente de lipopolissacarídeos, que podem conferir maior resistência à entrada de moléculas lipofílicas, extratos vegetais e antibióticos (ASKARI *et al.*, 2012; NAZZARO *et al.*, 2013). Neste estudo, o modo e o tipo de solvente empregado para a extração não influenciaram o resultado. Porém, Aziz *et al.* (2017) observaram diferentes comportamentos de inibição microbiana, dependendo do solvente de extração utilizado nas folhas de nespereira.

Jeong, Lee e Kim (2014) reportaram que os ácidos benzoico, cafeico e clorogênico extraídos das sementes de nespereira possuem efeito antibacteriano contra *S. aureus*, *Bacillus cereus*, *Staphylococcus epidermidis* e *Pseudomonas aeruginosa*. Como relatado anteriormente, o ácido clorogênico foi o fenólico com a maior concentração em cada extrato desse estudo, e essas amostras exerceram inibição contra o *S. aureus*, corroborando o resultado desses autores.

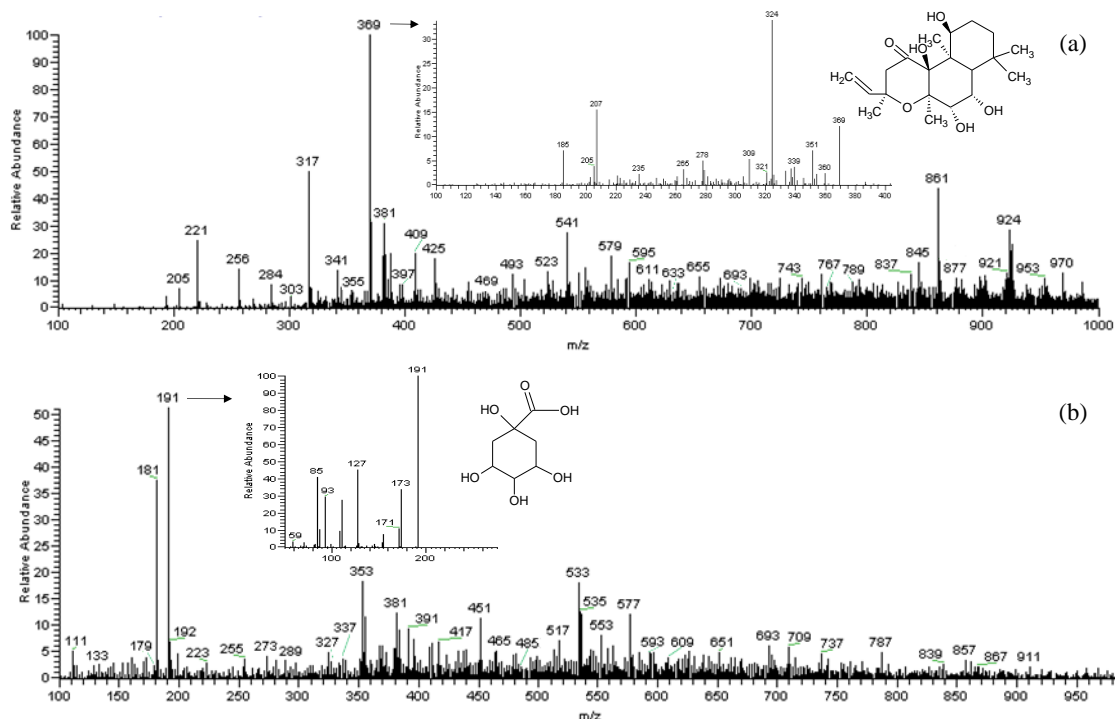
Diante disso, pode-se verificar que os extratos da nespereira possuem atividade antimicrobiana contra várias bactérias e essa propriedade varia dependendo das condições de extração, das partes da planta e das linhagens dos microrganismos.

3.2.4 Perfil químico por Espectrometria de Massa por Paper Spray

O extrato das folhas desidratadas a 40 °C e extraídas com etanol 50% por ultrassom foi escolhido para a avaliação do perfil químico por ter apresentado as melhores características e menor tempo de extração do que o método por agitação.

Assim, esta amostra foi analisada por EM-PS nos modos de ionização positivo e negativo (Figura 2). Um total de 49 compostos foram tentativamente identificados a partir das fragmentações dos íons predominantes nos espectros de massa (MS/MS) com base na comparação com a literatura. Os compostos químicos identificados no extrato das folhas de nespereira incluem ácidos orgânicos, ácidos fenólicos, flavonoides, fitosterol, carotenoide, terpenos e açúcares. Chen *et al.* (2017a) identificaram quantidades menores de compostos no extrato de folhas de nespereira (20 substâncias), incluindo ácidos fenólicos, flavonoides e ácidos triterpenos, usando cromatografia líquida de alto desempenho - DAD acoplada com um espectrômetro de massa.

Figura 2 - Representação dos espectros de massas por Paper Spray



(a) modo positivo com o espectro MS/MS do deacetilorskolina (m/z 369); (b) modo negativo com o espectro MS/MS do ácido quínico (m/z 191) do extrato com etanol e ultrassom.

3.2.4.1. Modo positivo

Na Tabela 5 estão representados os compostos identificados no modo de ionização positivo no EFEU, divididos em flavonoides, ácidos fenólicos, fitosterol, carotenoide, terpenos e açúcares, com 23 substâncias. Os flavonoides foram os que apresentaram o maior número de compostos tentativamente identificados, a maioria

dos quais são derivados de conjugados glicosídicos. Isso porque na forma de conjugados nas folhas, os flavonoides exercem melhor proteção para as plantas (CAVALIERE *et al.*, 2005).

Tabela 5 - Íons identificados no extrato das folhas de nespereira obtido com etanol 50% e ultrassom por EM-PS no modo de ionização positivo

Compostos	m/z	MS/MS	Referência
Flavonoides			
3-O-metilquercetina	317	245, 273	CAMPELO <i>et al.</i> , 2019; GOBBO-NETO; LOPES, 2008
Malvidin-3-glucosídeo	493	331	ZHANG <i>et al.</i> , 2017
Naringenina-C- α -rhamnose-glucose	525	459	CHEN <i>et al.</i> , 2017a
6,8-di-C- β -glucopiranosilcrisina	579	543, 561	GOBBO-NETO; LOPES, 2008
C-hexosil-C-pentosil-luteolina	581	563	CAVALIERE <i>et al.</i> , 2005
O,C-rhamnosil-glucosil-luteolina	595	469, 481, 559, 577	CAVALIERE <i>et al.</i> , 2005
Lucenina-2 (6,8-di-C- β -glucopiranosilluteolina	611	527, 593	GOBBO-NETO; LOPES, 2008
Kaempferol-3-O-rutinosídeo	617	331	JIA <i>et al.</i> , 2017
Rutina	633	331, 487, 615	JIA <i>et al.</i> , 2017
Tricina di-O,O-hexosídeo	655	493	CAVALIERE <i>et al.</i> , 2005
3-Hidroxycariine-O-glucose-rhamnose	693	385, 547	REN; LONG, 2017
Tetra-O-galloylhexosídeo I	789	635	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
Ácido fenólico			
Ácido elágico	303	201, 229, 247, 257, 285	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
Ácido cafeoilquínico	355	193	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
Ácido digaloiil-hexoil-elágico	767	463	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
Fitosterol			
Sitosterol	397	147	WANG <i>et al.</i> , 2017
Carotenoide			
5,6:5',6'-Diepoxi- β -criptoxantina	585	205, 567	FARIA <i>et al.</i> , 2009
Terpenos			
Deacetilforskolina	369	235, 253	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
Vomifoliol β -D-glucopiranosídeo	409	247, 391	JIA <i>et al.</i> , 2017
Dihidroisovaltrato	425	365	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
Ácido oxoglicirretínico	469	337	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
Açúcar			
Sacarose	381	201, 219	SILVA <i>et al.</i> , 2019

Outros			
17-Hidroxi-estran-3-one rutinosídeo	623	579, 591, 605	JIA <i>et al.</i> , 2017

A Figura 2a mostra que o pico com maior abundância relativa foi em m/z 369, atribuído à deacetilforskolina, um terpeno que também foi identificado em extratos hidrometanólicos das frutas *Rhus coriaria* (ABU-REIDAH *et al.*, 2015). Entre os flavonoides, o íon com m/z 317, identificado como 3-O-metilquercetina, foi o que teve maior intensidade no espectro de massas. Essa substância foi encontrada em folhas de arnica brasileira (*Lychnophora ericoides*) utilizando HPLC-DAD-MS e -MS/MS (GOBBO-NETO; LOPES, 2008) e em grãos de sorgo utilizando EM-PS (Campelo *et al.*, 2020). Como não há relatos da presença desses dois compostos em nespereiras, este estudo pode ser considerado como o primeiro a identificá-los em seu extrato.

O ácido elágico foi reconhecido pelo íon com m/z 303 $[M+H]^+$ com base em sua transição MS/MS, que também foi observado por Abu-Reidah *et al.* (2015), contribuindo para o resultado do perfil fenólico realizado pela UPLC.

3.2.4.2. Modo negativo

No modo de ionização negativa, foram tentativamente identificados 26 compostos no EFEU, divididos em ácido orgânico, ácido fenólico, flavonoides, terpenos e açúcar (Tabela 6).

Tabela 6 - Íons identificados no extrato das folhas de nespereira obtido com etanol 50% e ultrassom por EM-PS no modo de ionização negativo

Compostos	m/z	MS/MS	Referência
Ácido orgânico			
Ácido málico	133	115	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015; SILVA <i>et al.</i> , 2019
Ácido 2-hidroxi-3-(2-hidroxifenil) propanoico	181	119, 163	WANG <i>et al.</i> , 2017
Ácido trihidroxi-octadecadienoico	327	239, 309	KANG <i>et al.</i> , 2016
Ácido fenólico			
Ácido cafeico	179	135	KANG <i>et al.</i> , 2016
Ácido quínico	191	109, 127, 171, 173	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015; CHEN <i>et al.</i> , 2017a
Ácido 5- <i>p</i> -coumaroilquínico	337	191	NCUBE <i>et al.</i> , 2014
Ácido clorogênico	353	135, 179, 191	CHEN <i>et al.</i> , 2017a; WANG

			<i>et al.</i> , 2017 ZHANG <i>et al.</i> , 2015
Ácido 5-feruloilquínico	367	191	
Flavonoides			
Catequina	289	125, 145, 179, 205, 217, 231, 245	KANG <i>et al.</i> , 2016; WANG <i>et al.</i> , 2017
Feruloilglicosídeo	355	193	NCUBE <i>et al.</i> , 2014
Kaempferol-xilose	417	152, 241, 285	CHEN <i>et al.</i> , 2017a
Kaempferol-rhamnoside	431	227, 255, 284, 285	CHEN <i>et al.</i> , 2017a; ZHANG <i>et al.</i> , 2015
Naringenina hexosídeo	433	271, 313	KANG <i>et al.</i> , 2016
Kaempferol-glucosídeo	447	151, 179, 284, 285, 301	CHEN <i>et al.</i> , 2017a; ZHANG <i>et al.</i> , 2015; WANG <i>et al.</i> , 2017
Quercetina-3-O- glucosídeo	463	300, 301	LI <i>et al.</i> , 2016; ZHANG <i>et al.</i> , 2015
Taxifolina hexosídeo	465	259, 285, 303, 447	KANG <i>et al.</i> , 2016
Cafeoil derivative hexose	499	337	KANG <i>et al.</i> , 2016
Ácido málico kaempferol-hexose	563	285, 447	ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015
Procianidinas B2	577	289, 407, 425, 451, 559	CHEN <i>et al.</i> , 2017a; VALLS <i>et al.</i> , 2009
Kaempferol-3-O-rutinosídeo	593	227, 255, 285, 447	BRITO <i>et al.</i> , 2014; REBELLO <i>et al.</i> , 2014; TSAMO <i>et al.</i> , 2015; WANG <i>et al.</i> , 2017
Rutina	609	255, 271, 284, 300, 301, 463	CHEN <i>et al.</i> , 2017a; TSAMO <i>et al.</i> , 2015; WANG <i>et al.</i> , 2017
Terpenos			
Ácido ursólico / ácido oleanólico	455	411	LI; LUO; KONG, 2009; WU <i>et al.</i> , 2013
Ácido corosólico	471	425, 453	LI; LUO; KONG, 2009; WANG <i>et al.</i> , 2017
Metil corosolate	485	423, 467	CHEN <i>et al.</i> , 2017a
Ácido tormêntico	487	425, 469	CHEN <i>et al.</i> , 2017a; LI; LUO; KONG, 2009
Açúcar			
Hexose	521	341	SILVA <i>et al.</i> , 2019

O íon com m/z 191 foi proposto como ácido quínico $[M - H]^-$ sendo o sinal com maior abundância relativa no espectro de massas em modo negativo (Figura 2b). O ácido cafeico (m/z 179) e o ácido clorogênico (m/z 353), identificados e quantificados por UPLC, também foram identificados pelo EM-PS. No entanto, a catequina (m/z 289) foi identificada pelo EM-PS, mas não foi detectada por UPLC.

Os flavonoides também foram o grupo com maior quantidade de substâncias tentativamente identificadas no modo de ionização negativa. A fragmentação MS/MS de quercetina-3-O-glucosídeo (m/z 463 [M-162-H]⁻) e da rutina (m/z 609 [M-308-H]⁻), também conhecida como quercetina-3-O-rutinosídeo, gerou o íon em m/z 301, que corresponde à quercetina sem as unidades glucosídeo e rutinosídeo, respectivamente (LI *et al.*, 2016). Os íons em m/z 417, 431, 447, 563 e 593 apresentaram o íon fragmento com m/z 285 [M-H-162]⁻, o que indica a existência da unidade kaempferol, bem como a perda da unidade de hexose (CHEN *et al.*, 2017a; LI *et al.*, 2016).

Os triterpenos, juntamente com os flavonoides, são os principais compostos das folhas de nespereira com propriedades bioativas, incluindo antioxidante e antimicrobiana (CHEN *et al.*, 2017a; LIU *et al.*, 2016). Neste estudo, quatro triterpenos foram tentativamente identificados em m/z 455, 471, 485 e 487. Os ácidos ursólico e oleanólico são isômeros e estão presentes concomitantemente na nespereira (XU; SUN; ZANG, 2012), por isso não foi possível identificá-los separadamente pelo EM-PS.

Vários desses compostos foram identificados em outros estudos. Chen *et al.* (2017a) identificaram ácido quínico (m/z 191), ácido cafeico (m/z 179), ácido clorogênico (m/z 353), kaempferol-xilose (m/z 417) e ácido ursólico ou ácido oleanólico (m/z 455) em folhas de nespereira usando HPLC-DAD-ESI-MS.

Zhang *et al.* (2015) identificaram em nêsperas cinco ácidos fenólicos derivados do ácido quínico, três flavonóis derivados de quercetina glucosídeo, e três flavonóis derivados de kaempferol glucosídeo por HPLC-DAD e CL-ESI-MS/MS. No presente estudo, foi possível identificar no extrato das folhas dois compostos derivados do ácido quínico (m/z 337 e 367), cinco flavonoides derivados de kaempferol glucosídeo (m/z 417, 431, 447, 563 e 593), e três flavonoides derivados de quercetina glucosídeo (m/z 463, 465 e 609).

Com base nesses resultados, pode-se verificar que o EFEU apresentou uma variedade de compostos identificados rapidamente pela espectrometria de massa.

4 CONCLUSÃO

O processo de desidratação das folhas de nespereira e o tipo de solvente utilizado na extração exerceram diferenças significativas na extração dos compostos

fenólicos e, conseqüentemente, sobre a atividade antioxidante *in vitro* desses extratos. As folhas desidratadas a 40 °C e extraídas com etanol 50% apresentaram as maiores concentrações de fenólicos totais, as atividades antioxidantes mais elevadas e exerceram ação antimicrobiana contra *S. aureus*.

Portanto, a extração com etanol e ultrassom, além de ter um menor tempo de extração em relação à técnica por agitação, foi eficiente na obtenção de extratos das folhas de nespereira contendo substâncias bioativas. Um total de 49 compostos foi encontrado neste extrato aplicando a técnica EM-PS, indicando que pode ser uma fonte de compostos fenólicos, terpenos, antioxidantes e agentes antimicrobianos contra *S. aureus*, e ter potenciais aplicações como ingredientes funcionais ou aditivos na indústria alimentícia e farmacêutica. Destaca-se que este estudo foi o primeiro a utilizar a técnica de ionização por *paper spray* na avaliação do perfil químico de um extrato das folhas de nespereira.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABU-REIDAH, I. M. *et al.* HPLC–DAD–ESI-MS/MS screening of bioactive components from *Rhus coriaria* L. (Sumac) fruits. *Food Chemistry*, v. 166, p. 179–191, 2015.

AOAC. Association of Official Analytical Chemists. *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists*, 19th ed., Gaithersburg: Ed. William Horwitz, 2012.

ASKARI, G. A. *et al.* Evaluation of antimicrobial activity of aqueous and ethanolic extracts of leaves of *Vitis vinifera* collected from different regions in Morocco. *American-Eurasian Journal of Agricultural & Environmental Sciences*, v. 12, n. 1, p. 85-90, 2012.

AZIZ, A. *et al.* Comparative antimicrobial, phytotoxic and heamagglutination potential of *Eriobotrya japonica* leaf extract and its zinc nano – particles. *Pakistan Journal of Botany*, v. 49, n. 5, p. 1917-1924, 2017.

BAZARGANI, M. M.; ROHLOFF, J. Antibiofilm activity of essential oils and plant extracts against *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli* biofilms. *Food Control*, v. 61, p. 156-164, 2016.

BRITO, A. *et al.* HPLC-UV-MS profiles of phenolic compounds and antioxidant activity of fruits from three citrus species consumed in northern Chile. *Molecules*, v. 19, p. 17400-17421, 2014.

CAMPELO, F. A. *et al.* Study of thermoplastic extrusion and its impact on the chemical and nutritional characteristics and two sorghum genotypes SC 319 and BRS 332. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 31, n. 4, p. 788-802, 2020.

CAVALIERE, C. *et al.* Identification and mass spectrometric characterization of glycosylated flavonoids in *Triticum durum* plants by high-performance liquid chromatography with tandem mass spectrometry. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, v. 19, p. 3143–3158, 2005.

CHEN, B. *et al.* The chemical profiling of loquat leaf extract by HPLC-DAD-ESI-MS and its effects on hyperlipidemia and hyperglycemia in rats induced by a high-fat and fructose diet. *Food & Function*, v. 8, p. 687-694, 2017a.

CHEN, G. *et al.* Antioxidant activities and contents of free, esterified and insoluble-bound phenolics in 14 subtropical fruit leaves collected from the south of China. *Journal of Functional Foods*, v. 30, p. 290–302, 2017b.

CVETANOVIĆ, A. *et al.* Antioxidant and biological activity of chamomile extracts obtained by different techniques: Perspective of using superheated water for isolation of biologically active compounds. *Industrial Crops and Products*, v. 65, p. 582–591, 2015.

CLSI. *Performance Standards for Antimicrobial Susceptibility Testing*; Twenty-Fifth Informational. Supplement. CLSI document M100-S25. Wayne, PA: Clinical and Laboratory Standards Institute, 2015.

DELFANIAN, M.; KENARI, R. E.; SAHARI, M. A. Influence of extraction techniques on antioxidant properties and bioactive compounds of loquat fruit (*Eriobotrya japonica* Lindl.) skin and pulp extracts. *Food Science & Nutrition*, v. 3, n. 3, p. 179–187, 2015.

DHANANI, T. *et al.* Effect of extraction methods on yield, phytochemical constituents and antioxidant activity of *Withania somnifera*. *Arabian Journal of Chemistry*, v. 10, p. 1193-1199, 2017.

DO, Q. D. *et al.* Effect of extraction solvent on total phenol content, total flavonoid content, and antioxidant activity of *Limnophila aromatica*. *Journal of Food and Drug Analysis*, v. 22, p. 296-302, 2014.

EÇA, K. S. *et al.* Development of active films from pectin and fruit extracts: light protection, antioxidant capacity, and compounds stability. *Journal of Food Science*, v. 80, n. 11, p. C2389- C2396, 2015.

FARIA, A. F. *et al.* Cultivar influence on carotenoid composition of loquats from Brazil. *Journal of Food Composition and Analysis*, v. 22, p. 196–203, 2009.

GOBBO-NETO, L.; LOPES, N. P. Online identification of chlorogenic acids, sesquiterpene lactones, and flavonoids in the Brazilian arnica *Lychnophora ericoides* Mart. (Asteraceae) leaves by HPLC-DAD-MS and HPLC-DAD-MS/MS and a validated HPLC-DAD method for their simultaneous analysis. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 56, p. 1193–1204, 2008.

GRAF, E. Antioxidant potential of ferulic acid. *Free Radical Biology and Medicine*, v. 13, p. 435–448, 1992.

GUO, Y. *et al.* Rapid analysis of *Corni fructus* using Paper Spray-Mass Spectrometry. *Phytochemical Analysis*, v. 28, p. 344–350, 2017.

HAJIMEHDIPOOR, H. *et al.* Comparative study on the effect of different methods of drying on phenolics content and antioxidant activity of some edible plants. *International Journal of Pharmaceutical Science and Research*, v. 3, n. 10, p. 3712-3716, 2012.

HONG, Y *et al.* Variation in Contents of Total Phenolics and Flavonoids and Antioxidant Activities in the Leaves of 11 *Eriobotrya* Species. *Plant Foods for Human Nutrition*, v. 63, p. 200–204, 2008.

HOSSAIN, M. B. *et al.* Effect of drying method on the antioxidant capacity of six Lamiaceae herbs. *Food Chemistry*, v. 1, p. 85-91, 2010.

JEONG, J. M.; LEE, K. I.; KIM, S. M. Simultaneous determination of benzoic acid, caffeic acid and chlorogenic acid in seeds of *Eriobotrya japonica* and their antibacterial effect. *Journal of Applied Biological Chemistry*, v. 57, n. 1, p. 89–93, 2014.

JIA, C. *et al.* Identification of glycoside compounds from tobacco by high performance liquid chromatography/electrospray ionization linear ion-trap tandem mass spectrometry coupled with electrospray ionization orbitrap mass spectrometry. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 28, n. 4, p. 629-640, 2017.

KANG, J. *et al.* Identification and characterization of phenolic compounds in hydromethanolic extracts of sorghum whole grains by LC-ESI-MSn. *Food Chemistry*, v. 211, p. 215-226, 2016.

KHODDAMI, A.; WILKES, M. A.; ROBERTS, T. H. Techniques for analysis of plant phenolic compounds. *Molecules*, v. 18, p. 2328-2375, 2013.

LI, E.-N.; LUO, J.-G.; KONG, L.-Y. Qualitative and quantitative determination of seven triterpene acids in *Eriobotrya japonica* Lindl. by high-performance liquid chromatography with photodiode array detection and mass spectrometry. *Phytochemical Analysis*, v. 20, p. 338-343, 2009.

LI, Z.-H. *et al.* Rapid identification of flavonoid constituents directly from PTP1B inhibitive extract of raspberry (*Rubus idaeus* L.) leaves by HPLC-ESI-QTOF-MS-MS. *Journal of Chromatographic Science*, v. 54, n. 5, p. 805-810, 2016.

LIU, Y. *et al.* Biological activities of extracts from loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.): a review. *International Journal of Molecular Sciences*, v. 17, p. 1-15, 2016.

MAHER, K.; YASSINE, B. A.; SOFIANE, B. Anti-inflammatory and antioxidant properties of *Eriobotrya japonica* leaves extracts. *African Health Sciences*, v. 15, n. 2, p. 613-620, 2015.

MOKDAD-BZEOUICH, I. *et al.* Evaluation of the antimutagenic, antigenotoxic, and antioxidant activities of *Eriobotrya japonica* leaves. *Pharmaceutical Biology*, v. 53, n. 12, p. 1786-1794, 2015.

MURUZOVIC, M. Z. *et al.* Extracts of *Agrimonia eupatoria* L. as sources of biologically active compounds and evaluation of their antioxidant, antimicrobial, and antibiofilm activities. *Journal of Food and Drug Analysis*, v. 24, p. 539-547, 2016.

NAZZARO, F. *et al.* Effect of essential oils on pathogenic bacteria. *Pharmaceuticals*, v. 6, n. 12, p. 1451-1474, 2013.

NCUBE, E. N. *et al.* Analyses of chlorogenic acids and related cinnamic acid derivatives from *Nicotiana tabacum* tissues with the aid of UPLC-QTOF-MS/MS based on the in-source collision-induced dissociation method. *Chemistry Central Journal*, v. 8, n. 66, p. 1-10, 2014.

NOSTRO, A. *et al.* In vitro activity of plant extracts against biofilm-producing food-related bacteria. *International Journal of Food Microbiology*, v. 238, p. 33–39, 2016.

PARK, Y. S. *et al.* Physiological activity of ethanol extract from the different plant parts of loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.). *Korean Journal of Horticultural Science and Technology*, v. 26, n. 1, p. 75-80, 2008.

RABETA, M. S.; LIN, S. P. Effects of different drying methods on the antioxidant activities of leaves and berries of *Cayratia trifolia*. *Sains Malaysiana*, v. 44, n. 2, p. 275–280, 2015.

REBELLO, L. P. G. *et al.* Flour of banana (*Musa AAA*) peel as a source of antioxidant phenolic compounds. *Food Research International*, v. 55, p. 397-403, 2014.

REN, Q.; LONG, S. Chemical identification and quantification of Hu-Gu capsule by UHPLC–Q-TOF-MS and HPLC-DAD. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, v. 27, p. 557-563, 2017.

RUESGAS-RAMÓN, M.; FIGUEROA-ESPINOZA, M. C.; DURAND, E. Application of deep eutectic solvents (DES) for phenolic compounds extraction: overview, challenges, and opportunities. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 65, p. 3591–3601, 2017.

RUFINO, M. S. M. *et al.* Bioactive compounds and antioxidant capacities of 18 non-traditional tropical fruits from Brazil. *Food Chemistry*, v. 121, p. 996–1002, 2010.

SAHAN, Y.; CANSEV, A.; GULEN, H. Effect of processing techniques on antioxidative enzyme activities, antioxidant capacity, phenolic compounds, and fatty acids of table olives. *Food Science and Biotechnology*, v. 22, n. 3, p. 613-620, 2013.

SHIH, M. C.; KUO, C. C.; CHIANG, W. Effects of drying and extrusion on colour, chemical composition, antioxidant activities and mitogenic response of spleen lymphocytes of sweet potatoes. *Food Chemistry*, v. 117, p. 114–121, 2009.

SILVA, M. R. *et al.* Antioxidant activity and metabolomic analysis of cagaitas (*Eugenia dysenterica*) using Paper Spray Mass Spectrometry. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 30, n. 5, p. 1034-1044, 2019.

SINDICATO RURAL DE MOGI DAS CRUZES. Plantar e colher. Nêspira. 2019. Disponível em: <<https://www.sindicatoruralmc.com.br/single-post/2019/10/07/NÊSPERA>>. Acesso em: 03 agosto 2020.

SOTO-VACA, A. *et al.* Evolution of phenolic compounds from color and flavor problems to health benefits. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 60, p. 6658-6677, 2012.

TLILI, N. *et al.* Phenolic profile and antioxidant activity of *Capparis spinosa* seeds harvested from different wild habitats. *Industrial Crops and Products*, v. 76, p. 930-935, 2015.

TSAMO, C. V. P. *et al.* Phenolic profiling in the pulp and peel of nine plantain cultivars (*Musa* sp.). *Food Chemistry*, v. 167, p. 197–204, 2015.

UYYSAL, S. *et al.* Chemical and biological approaches on nine fruit tree leaves collected from the Mediterranean region of Turkey. *Journal of Functional Foods*, v. 22, p. 518–532, 2016.

UYYSAL, S. *et al.* Optimization of the extraction process of antioxidants from loquat leaves using response surface methodology. *Journal of Food Processing and Preservation*, v. 41, p. 1-8, 2017.

VALLS, J. *et al.* Advanced separation methods of food anthocyanins, isoflavones and flavanols. *Journal of Chromatography A*, v. 1216, n. 43, p. 7143-7172, 2009.

WANG, J. *et al.* Analysis of chemical constituents of *Melastoma dodecandrum* Lour. by UPLC-ESI-Q-Exactive Focus-MS/MS. *Molecules*, v. 22, n. 476, p. 1-20, 2017.

WU, L. *et al.* Processing technology investigation of loquat (*Eriobotrya japonica*) leaf by ultra-performance liquid chromatography-quadrupole time-of-flight mass spectrometry combined with chemometrics. *PLoS ONE*, v. 8, n. 5, e64178, 2013.

XU, H. X.; LI, X. Y.; CHEN, J. W. Comparison of phenolic compound contents and antioxidant capacities of loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) fruits. *Food Science and Biotechnology*, v. 23, p. 2013–2020, 2014.

XU, X.-H.; SUN, Q.; ZANG, Z.-H. Simultaneous determination of oleanolic acid and ursolic acid by RP-HPLC in the leaves of *Eriobotrya japonica* Lindl. *Journal of Pharmaceutical Analysis*, v. 2, n. 3, p. 238-240, 2012.

ZHANG, L. Y. *et al.* Effect of chlorogenic acid on hydroxyl radical. *Molecular and Cellular Biochemistry*, v. 247, n. 1-2, p. 205–210, 2003.

ZHANG, L. L. *et al.* Recovery of dietary fiber and polyphenol from grape juice pomace and evaluation of their functional properties and polyphenol compositions. *Food & Function*, v. 8, p. 341–351, 2017.

ZHANG, W. N. *et al.* Phenolic composition from different loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) cultivars grown in China and their antioxidant properties. *Molecules*, v. 20, p. 542–555, 2015.

ZHANG, W.; RONCA, S.; MELE, E. Electrospun nanofibras containing antimicrobial plant extracts. *Nanomaterials*, v. 7, n. 2, p. 1-17, 2017.

ZHANG, Z.-P.; LIU, X.-N.; ZHENG, Y.-J. Ambient ionization-paper spray ionization and its application. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, v. 42, n. 1, p. 145-152, 2014.

ZHOU, C. *et al.* Effects of drying methods on the bioactive components in loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) flowers. *Journal of Medicinal Plants Research*, v. 5, n. 14, p. 3037-3041, 2011a.

ZHOU, C. *et al.* Flavonoids, Phenolics, and Antioxidant Capacity in the Flower of *Eriobotrya japonica* Lindl. *International Journal of Molecular Sciences*, v. 12, p. 2935-2945, 2011b.

CAPÍTULO 4

Artigo publicado: SILVA, V. D. M.; MACEDO, M. C. C.; RODRIGUES, C. G.; SANTOS, A. N.; LOYOLA, A. C. F.; FANTE, C. A. Biodegradable edible films based on ripe banana peel and starch enriched with extract of *Eriobotrya japonica* leaves. *Food Bioscience*, v. 38, 100750, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2020.100750>.

FILMES COMESTÍVEIS BIODEGRADÁVEIS À BASE DE CASCA DE BANANA MADURA E AMIDO ENRIQUECIDOS COM EXTRATO DAS FOLHAS DE *Eriobotrya japonica*

RESUMO

A incorporação de aditivos em filmes tem sido muito empregada a fim de melhorar suas características. Neste estudo, o extrato das folhas de *Eriobotrya japonica* Lindl. foi adicionado nas concentrações de 2 e 4% (p/p) à solução filmogênica de farinha da casca de banana e os filmes obtidos foram avaliados quanto suas propriedades físicas, mecânicas, de barreira e antioxidante, bem como suas características morfológicas. Foi preparado também um filme controle de amido e glicerol para fins de comparação. A adição do extrato nas concentrações testadas não alterou o pH da solução filmogênica, bem como a luminosidade, a tonalidade, a opacidade e o espectro infravermelho dos filmes, assemelhando-se com o filme padrão da farinha da casca de banana sem extrato. Contudo, nesses dois filmes houve redução da resistência à tração, do módulo elástico e da permeabilidade ao vapor de água. Apenas no filme contendo 4% do extrato foi observada a elevação da intensidade da cor, da espessura, do alongamento, da taxa de deformação, da solubilidade, da atividade antioxidante e do teor de compostos fenólicos, enquanto que a resistência à perfuração diminuiu. O filme de amido se diferenciou significativamente dos demais em todas as avaliações, exceto na biodegradabilidade, uma vez que todos os filmes foram biodegradáveis. A estrutura morfológica dos filmes da casca de banana foi contínua e compacta, com rugosidade. Diante desses resultados, verificou-se que os filmes comestíveis da farinha da casca de banana foram pouco resistentes mas muito flexíveis em comparação ao filme de amido. Portanto, são aptos a serem aplicados no revestimento de alimentos perecíveis visando o aumento da vida útil.

Palavras-chave: Nespereira. *Musa* spp. Antioxidante. Amido de milho.

1. INTRODUÇÃO

A combinação de polímeros biodegradáveis com aditivos naturais para a produção de filmes e revestimentos comestíveis tem sido estudada como uma tecnologia promissora na indústria alimentícia (ADILAH *et al.*, 2018; CAETANO *et al.*, 2018; EÇA *et al.*, 2015; HOMAYOUNI; KAVOOSI; NASSIRI, 2017; PIÑEROS-HERNANDEZ *et al.*, 2017). Algumas dessas associações podem melhorar as características físicas, mecânicas e de barreira do filme e, ainda, fornecer propriedades antioxidantes, antimicrobianas e nutritivas para prolongar a vida útil, manter a qualidade e a segurança, além de melhorar as propriedades organolépticas dos alimentos embalados ou revestidos (ADILAH *et al.*, 2018; EÇA *et al.*, 2015).

Entre os aditivos incorporados nos filmes e revestimentos tem-se extratos vegetais (ADILAH *et al.*, 2018; CAETANO *et al.*, 2018; PIÑEROS-HERNANDEZ *et al.*, 2017), extratos de fungos (KOC *et al.*, 2020), óleos essenciais (KAVOOSI *et al.*, 2014; KAYA *et al.*, 2018; SOUZA *et al.*, 2017), antimicrobianos como nisina e natamicina (DURAN *et al.*, 2016) e ácido ascórbico (SARTORI; MENEGALLI, 2016), que podem agir como agentes antimicrobianos, antioxidantes, anti-escurecimento, corantes, flavorizantes, entre outras funções (DEHGHANI; HOSSEINI; REGENSTEIN, 2018). Os plastificantes também são adicionados nas formulações para aumentar a flexibilidade, extensibilidade e a resistência mecânica dos filmes. O glicerol é um composto hidrofílico do grupo dos poliois, adequado para filmes à base de polissacarídeos (VIEIRA *et al.*, 2011), e tem sido amplamente usado em vários estudos (ARQUELAU *et al.*, 2019; CAETANO *et al.*, 2018; HOMAYOUNI *et al.*, 2017; KOC *et al.*, 2020). Portanto, ele foi escolhido como plastificante neste trabalho.

Os extratos derivados de plantas contêm alto teor de metabólitos secundários, como fenólicos, flavonoides, terpenos, ácidos orgânicos e álcoois alifáticos que, geralmente, exercem atividade antioxidante e antimicrobiana (NOSTRO *et al.*, 2016). Dentre esses extratos com propriedades bioativas, tem-se aqueles obtidos dos frutos, folhas, cascas e sementes da nespereira (*Eriobotrya japonica* Lindl.) (CHEN *et al.*, 2017a; DELFANIAN; KENARI; SAHARI, 2015; YOKOTA *et al.*, 2006).

A nespereira é uma árvore frutífera de origem chinesa, cultivada em vários países, inclusive no Brasil (ZHANG *et al.*, 2015). Suas folhas apresentam elevados teores de compostos que possuem diversas atividades bioativas em comparação aos frutos e sementes (CHEN *et al.*, 2017; PARK *et al.*, 2008). Por isso, seus extratos são potenciais matérias-primas para o desenvolvimento e, ou conservação de produtos alimentícios, principalmente devido à sua composição em substâncias bioativas com ação antioxidante e antibacteriana (AZIZ *et al.*, 2017; CHEN *et al.*, 2017).

As cascas de banana são geralmente descartadas e podem causar sérios problemas ambientais. Contudo, sua constituição polimérica as tornam adequadas para produzir filmes e revestimentos comestíveis (ARQUELAU *et al.*, 2019)

O amido é um polissacarídeo de baixo custo muito empregado na elaboração de filmes comestíveis. Os filmes de amido apresentam biodegradabilidade e transparência, porém, as propriedades mecânicas e de barreira não são muito adequadas para muitas aplicações (CAETANO *et al.*, 2018). Por isso, misturar este material com outras substâncias, como a casca de banana e extratos de plantas, pode melhorar suas características. Ressalta-se que não foram encontrados na literatura trabalhos utilizando extratos de nespereira na elaboração de filmes e revestimentos comestíveis. Desta forma, empregar resíduos agroalimentares, que são materiais de baixo custo e disponíveis em grande quantidade, na formação de revestimentos e filmes comestíveis e, ainda, melhorar suas características com a adição de extratos vegetais são de grande relevância científica.

Assim, o objetivo deste estudo foi desenvolver filmes comestíveis à base de farinha da casca de banana madura, amido e extrato das folhas de nespereira, avaliando as propriedades físicas, mecânicas, de barreira e antioxidantes, além de determinar os grupos químicos presentes e a estrutura morfológica desses filmes.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

As cascas de bananas Prata maduras (*Musa acuminata* × *Musa balbisiana*, AAB) em estágio 7 de maturação (amarela com manchas marrom, de acordo com a escala de cor de *Von Loesecke*) (GOMES; VIEIRA; LETA, 2013) foram coletadas em

escola infantil de Belo Horizonte, MG, em fevereiro de 2018. Para reduzir o escurecimento enzimático, as cascas foram imersas em solução de ácido cítrico a 0,5% (p/v) por cerca de 30 min. Em seguida, foram trituradas em liquidificador (Siemens, LS-04, Brusque, SC), congeladas, descongeladas, drenadas, e desidratadas em estufa com circulação mecânica (Fanem, 320-SE, São Paulo) a 60 °C por 24 h. O material desidratado foi processado em liquidificador (Philips Walita, modelo Walita Brasília) e passado em peneira de malha de 32-mesh.

As folhas de nespereira (das partes inferior e média das árvores) foram coletadas, em janeiro de 2018, de cinco árvores localizadas no Campus Pampulha da UFMG, em Belo Horizonte, MG. A espécie foi depositada no herbário do Instituto de Ciências Biológicas da UFMG (n. 192122).

O amido de milho (Maizena®, Unilever Brasil Industrial Ltda., Garanhuns, PE) foi comprado em mercado de Belo Horizonte. Os reagentes Folin-Ciocalteu, 2,2-azino-bis (ácido 3-etilbenzotiazolina-6-sulfônico) sal diamônio (ABTS), 2,4,6-Tris(2-piridil)-s-triazina (TPTZ), 2,2-difenil-1-picril-hidrazil (DPPH), 6-Hidroxi-2,5,7,8-tetrametilchroman-2-ácido carboxílico (Trolox) e persulfato de potássio foram adquiridos da Sigma-Aldrich. Os demais reagentes utilizados foram de grau analítico.

2.2 Métodos

2.2.1 Obtenção do extrato hidroalcoólico

As folhas foram lavadas em água corrente, secas com papel absorvente e desidratadas na estufa com circulação mecânica a 40 °C por 46 h. Em seguida, as amostras secas foram trituradas em liquidificador e peneiradas (16-mesh). Para a obtenção do extrato, 5 g das folhas desidratadas em pó foram misturadas com 50 mL de solução de etanol a 50% (v/v), em frascos Erlenmeyers envolvidos e tampados com papel alumínio, e sonicadas por duas vezes de 20 min em lavadora ultra-sônica digital (UltraCleaner 750, Unique, Indaiatuba, SP), com um intervalo de 10 min entre elas (HONG et al., 2008). Em seguida, foi realizada a filtração com papel de filtro qualitativo e o extrato obtido foi evaporado em rotavapor (Büchi, R-215, Valinhos, SP) a 45 °C até a remoção do álcool, atingindo o volume final de 25 mL.

2.2.2 Preparação dos filmes comestíveis

A partir do resultado de um estudo anterior (ARQUELAU *et al.*, 2019), foi elaborado um filme padrão objetivando ter baixos valores de permeabilidade ao vapor de água e de módulo elástico, e valores maiores de alongamento e deformação. Desta forma, foi validado o teste com o filme da farinha da casca de banana contendo 35% (p/p, em relação à farinha) de amido de milho e com 30 min de aquecimento, para cada etapa, empregando a técnica casting.

Foram preparados três tipos de filmes da farinha da casca de banana, em triplicata: 1) padrão (FPCB); 2) com adição de 2% (p/p, em relação à solução filmogênica) do extrato das folhas de nespereira (FCB2); e 3) com adição de 4% (p/p) do extrato (FCB4).

As soluções filmogênicas foram preparadas misturando 8 g da farinha da casca de banana, 2,8 g de amido de milho e 200 mL de água destilada. As suspensões foram aquecidas em banho-maria a 90 °C sob agitação constante durante 30 min e homogeneizadas em homogeneizador portátil (Ultra Stirrer, Ultra 80-II, São Paulo, SP) a 18000 rpm por 5 min. Adicionou-se 1,52 g de glicerol e retornou ao aquecimento (90 °C) por mais 30 min. Em seguida, foram filtradas com gaze. Para produzir o FPCB, pesou-se 50 g da solução filmogênica em placas de Petri de poliestireno (15 cm de diâmetro). Para o FCB2, misturaram-se 49 g da solução filmogênica com 1 g do extrato das folhas de nespereira, enquanto que para o FCB4, foram misturados 48 g da solução filmogênica com 2 g do extrato. Em seguida, cada mistura foi espalhada em placas de Petri e desidratadas em estufa a 40 °C por 24 h.

Um filme controle de amido de milho foi preparado, em triplicata, tendo como base o trabalho de Fakhouri *et al.* (2015). Foram pesados 2,8 g de amido de milho e adicionados 200 mL de água destilada. Essa mistura foi submetida ao aquecimento a 85 °C por 10 min sob agitação, em seguida, foi adicionado 0,53 g de glicerina (19% p/p, em relação ao amido), mantendo-se por mais 10 min de aquecimento. Após resfriar à temperatura ambiente, 50 g dessa solução foram espalhadas nas placas de Petri e desidratadas em estufa a 40 °C por 15 h.

Posteriormente, todos os filmes foram acondicionados em dessecadores contendo solução saturada de brometo de sódio para manter a umidade relativa (UR) de 58%, a 25 °C por 48 h, antes de serem caracterizados.

Foi retirada uma alíquota de 10 mL das soluções filmogênicas para avaliação dos valores de pH em potenciômetro (Bante Instruments, 920, China).

2.2.3 Caracterização dos filmes

2.2.3.1 Espessura dos filmes

As espessuras de todos os filmes foram medidas em doze pontos selecionados aleatoriamente em cada filme, em triplicata, com um micrômetro (Digimess, Electronic Outside Micrometer, São Paulo) com escala de 0–25 mm e precisão de 0,001 mm, do qual se calculou a média.

2.2.3.2 Permeabilidade ao vapor de água

A permeabilidade ao vapor de água (PVA) foi determinada gravimetricamente a 25 °C, pelo método úmido, segundo a norma ASTM E96/E96M (ARQUELAU *et al.*, 2019; ASTM, 2016) em triplicata. A PVA foi calculada através da Equação 1 e expressa em $\text{g}\cdot\text{mm}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{kPa}^{-1}$:

$$PVA = \frac{p}{t} \times \frac{e}{A \times \Delta P} \quad (\text{Eq. 1})$$

onde p/t corresponde à inclinação da curva *perda de peso x tempo* ($\text{g}\cdot\text{h}^{-1}$), e à espessura média do filme (mm), A à área superficial do filme (m^2) e ΔP à diferença de pressão de vapor entre dentro e fora do frasco (KPa).

2.2.3.3 Solubilidade em água

A solubilidade em água dos filmes foi determinada, em triplicata, conforme descrito por Pelissari *et al.* (2013), com algumas modificações. Os filmes foram cortados em três círculos (20 mm de diâmetro) e desidratados em estufa a 105 °C por 24 h. Após resfriamento em dessecador por 30 min, cada amostra foi pesada (peso seco inicial, P_i) e transferida para um béquer (tarado e pesado), o qual foi adicionado 50 mL de água destilada contendo azida de sódio (0,02% p/v). Esse conjunto foi mantido em temperatura ambiente por 24 h, sob agitação esporádica. Após este período, drenou-se a água destilada e as amostras foram submetidas à secagem à

105 °C por 24 h. O material resultante foi pesado para a determinação do peso seco final (P_f) e a solubilidade em água (SA) foi determinada de acordo com a Equação 2.

$$SA (\%) = \frac{P_i - P_f}{P_i} \times 100 \quad (\text{Eq. 2})$$

2.2.3.4 Biodegradabilidade

A avaliação da biodegradabilidade dos filmes pelo método de degradação em solo foi realizada conforme descrito por Martucci e Ruseckaite (2009), com modificações. Os filmes foram cortados (40 x 40 mm), em triplicata para cada tratamento, pesados e colocados em malhas de nylon. Cada conjunto foi desidratado em estufa a 60 °C por 6 h. Posteriormente, essas amostras foram colocadas em um recipiente plástico contendo solo natural, a uma profundidade de 4 cm da superfície, e cobertas com mais solo para exposição à microbiota natural. Foi adicionada água a cada dois dias para manter o solo umedecido. Após 10 dias, as amostras foram removidas do solo, lavadas com água destilada para remover resíduos superficiais do solo e secas a 60 °C até peso constante. O grau de biodegradabilidade dos filmes foi determinado como perda de peso (PP) pela Equação 3:

$$PP (\%) = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100 \quad (\text{Eq. 3})$$

onde m_i é a massa inicial do filme seco; m_f é a massa final do filme seco após 10 dias.

2.2.3.5 Propriedades óticas

Os parâmetros colorimétricos L^* (luminosidade), a^* (vermelho a verde) e b^* (amarelo a azul) dos filmes foram avaliados em dez posições, em triplicata, usando um espectrofotômetro (Konica Minolta, CM-2300d, Tóquio, Japão) equipado com a escala CIELab. A partir dos valores de a^* e b^* , foram calculados os parâmetros h° (tonalidade) e c^* (croma ou intensidade da cor) (ARQUELAU *et al.*, 2019).

Para a avaliação da opacidade (SOUZA *et al.*, 2017), os filmes foram cortados (9 x 40 mm) e colocados diretamente em uma cubeta de vidro. As absorvâncias foram medidas a 600 nm usando um espectrofotômetro UV/VIS (Cirrus 80, Femto Indústria e Comércio de Instrumentos, São Paulo), com uma cubeta vazia como referência.

Foram realizadas quatro medições para cada filme e a opacidade foi calculada dividindo a absorvância pela espessura do filme (mm).

2.2.3.6 Propriedades mecânicas

Os testes de tração (resistência à tração, alongamento à ruptura e módulo elástico) e de perfuração (resistência à perfuração e deformação à perfuração) foram realizados em todos os filmes com o analisador de textura (TAXT2i, Stable Micro Systems, Surrey, Reino Unido), usando as mesmas condições empregadas no Capítulo 2. Os experimentos foram feitos em triplicata, e cada replicata foi composta por cinco e três medições para testes de tração e perfuração, respectivamente.

2.2.3.7 Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier

Os filmes e as matérias-primas (farinha de casca de banana, amido de milho e extrato das folhas de nespereira) foram analisados em espectrômetro no infravermelho com transformada de Fourier (Shimadzu IRAffinity – 1, Shimadzu do Brasil, Barueri, SP), equipado com acessório ATR (*Attenuated Total Reflectance*) com cristal de seleneto de zinco e detector DLATGS (Sulfato de Triglicina Deuterado Dopado com L-Alanina). As amostras foram analisadas de 4000 a 500 cm^{-1} sob modo absorvância, com espectros coletados de 20 varreduras a uma resolução de 4 cm^{-1} .

2.2.3.8 Microscopia eletrônica de varredura

Os filmes foram cortados com bisturi e fraturados com nitrogênio líquido para exposição da estrutura interna. Em seguida, foram fixados em porta-espécimes metálicos e revestidos com uma fina camada de ouro usando um *Sputter Coater* (SCD 050, Bal-Tec, Balzers, Liechtenstein) para a avaliação da morfologia da superfície e da seção transversal por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Leo Evo 40 XVP, Carl Zeiss, Oberkochen, Alemanha). Foi aplicada uma voltagem de 20 kV e aumento de 200 a 650x.

2.2.3.9 Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante

A extração dos compostos para a análise de fenólicos totais e atividade antioxidante foi realizada de acordo com Rufino *et al.* (2010). O filme (1 g) foi cortado em pequenos pedaços e misturado com 6 mL de solução de metanol e água (50:50, v/v) em tubos encobertos com papel alumínio. Depois de 1 h à temperatura ambiente em local escuro, as amostras foram centrifugadas (206BL, Fanem) a 2264 x g por 22 min e o sobrenadante foi coletado. Posteriormente, 6 mL de solução de acetona e água (70:30, v/v) foram adicionados ao resíduo, repetindo as etapas anteriores. O sobrenadante obtido foi misturado ao primeiro e o volume foi completado para 10 mL com água destilada.

A determinação dos compostos fenólicos dos filmes foi feita usando o método de Folin-Ciocalteu (SAHAN; CANSEV; GULEN, 2013). O extrato (0,5 mL) foi diluído com 0,5 mL de água destilada. O extrato diluído (100 μ L) foi misturado com 650 μ L de metanol 50%, 3,5 mL de água destilada e 250 μ L do reagente Folin-Ciocalteu. Esta mistura foi mantida em repouso a temperatura ambiente por 3 min. Após este tempo, adicionaram-se 500 μ L da solução de carbonato de sódio 7,5% (p/v) e homogeneizou em agitador de tubos. Em seguida, as amostras, bem como os padrões, foram mantidos por 60 min à temperatura ambiente, ao abrigo da luz. A absorbância foi medida a 750 nm no espectrofotômetro. Uma solução de metanol a 50% (v/v) foi utilizada para o preparo da solução padrão de ácido gálico. O resultado foi expresso como equivalente de ácido gálico (mg EAG/g amostra).

Para a atividade antioxidante pelo método de DPPH (AOAC, 2012), três volumes diferentes do extrato (50, 100 e 250 μ L) foram diluídos com água destilada até completar 1 mL cada. Alíquotas de 100 μ L dos extratos diluídos foram misturadas com 5 mL da solução metanólica de DPPH (40 mg.L⁻¹) e incubadas a 35 °C por 4 h. Em seguida, procedeu-se a leitura a 517 nm, utilizando água destilada como branco. A solução padrão de trolox a 0,5 mg.mL⁻¹ foi usada para construção da curva analítica (massa de trolox x absorbância) na faixa de 0,01 a 0,04 mg. Os resultados de AAT foram expressos como μ M de equivalentes Trolox (μ M ET.g⁻¹ de amostra).

Para a determinação da atividade antioxidante pela captura do ABTS*+ (RUFINO *et al.*, 2010), três volumes diferentes do extrato (100, 250 e 500 μ L) foram diluídos com água destilada até completar 1 mL cada. O radical ABTS*+ foi preparado a partir da mistura da solução de ABTS (7 mM) com solução de persulfato de potássio

(140 mM). Após 16 h em repouso no escuro, a solução do radical ABTS foi diluída com álcool etílico (95%) até atingir uma Abs de $0,700 \pm 0,020$ nm a 734 nm e 3 mL desta solução foram misturados com 30 μ L de cada extrato diluído. Após homogeneizar em agitador de tubos, aguardou-se 6 min para a leitura da Abs. A solução padrão de Trolox a $0,5 \text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ foi utilizada para construção da curva analítica na faixa de 100 a 2000 μ M. Os resultado da AAT foi expresso como μ M de equivalentes Trolox (μ M ET. g^{-1} de amostra).

No método do FRAP (RUFINO *et al.*, 2010), a solução do reagente FRAP foi preparada misturando-se tampão acetato pH 3,6 (0,3 M), solução de TPTZ (10 mM) e solução de cloreto férrico (20 mM), na proporção 10:1:1, respectivamente. Três volumes diferentes do extrato (50, 75, e 100 μ L) foram diluídos com água destilada até completar 1 mL cada. Em tubos de ensaio cobertos com papel alumínio, foram adicionados 90 μ L de cada uma das três concentrações dos extratos, 270 μ L de água destilada e 2,7 mL do reagente FRAP, em triplicata. As soluções foram homogeneizadas e aquecidas a 37 °C por 30 min. Em seguida, fez-se a leitura da Abs a 595 nm. Como branco foi utilizado o reagente FRAP. A solução de sulfato ferroso (2 mM) foi utilizada como padrão para construção da curva analítica (250 a 2000 μ M). O resultado da AAT foi expresso em μ M de sulfato ferroso. g^{-1} da amostra.

2.3 Análise estatística

Os resultados foram expressos com as médias das replicatas e seus respectivos desvios padrão. A normalidade dos resultados, a homogeneidade das variâncias, a Anova e a comparação das médias pelo Teste de Tukey a 5% foram avaliadas pelo programa SPSS 15.0 for Windows (SPSS Inc., EUA).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Obtenção dos filmes comestíveis

Os valores de pH das soluções filmogênicas correspondentes aos filmes produzidos estão apresentados na Tabela 1. Apenas o pH da solução de amido diferiu

significativamente dos demais. Portanto, os constituintes da casca da banana conferiram à solução uma maior acidez. Ressalta-se que o extrato das folhas de nespereira não alterou o pH em comparação ao da solução filmogênica padrão. A aplicação de filmes ou revestimentos comestíveis que reduzem o pH da superfície do alimento pode minimizar o crescimento microbiano (GUILBERT; GONTARD, 2005). Dessa forma, um revestimento mais acidificado pode ser benéfico para o alimento.

Tabela 1 - Valores de pH das soluções filmogênicas

Filme	pH
Amido	5,40 ± 0,04 ^a
FPCB	4,76 ± 0,03 ^b
FCB2	4,77 ± 0,01 ^b
FCB4	4,79 ± 0,01 ^b

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Letras iguais não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância. FPCB: filme padrão da farinha da casca de banana; FCB2: filme da farinha da casca de banana com 2% de extrato das folhas de nespereira; FCB4: filme da farinha da casca de banana com 4% de extrato.

Os filmes da farinha da casca de banana padrão e com adição do extrato estavam manuseáveis, ou seja, não rasgaram ao serem retirados das placas, além de apresentarem flexibilidade. Estas características são importantes para aplicação no alimento.

O filme controle de amido foi preparado a 85 °C por esta ser a temperatura de gelatinização deste tipo de amido (FAKHOURI *et al.*, 2015). Além disso, o tempo de secagem foi 15 h, isso porque com 24 h este filme se tornou quebradiço.

3.2 Caracterização dos filmes comestíveis

3.2.1 Espessura dos filmes

A medida da espessura dos filmes é necessária para se avaliar as propriedades mecânicas e de barreira. Os valores para os filmes elaborados estão apresentados na Tabela 2. A maior espessura foi obtida para o FCB4, que diferiu significativamente ($p < 0,05$) dos demais. Provavelmente, a adição de uma maior quantidade de extrato (4% p/p) na solução filmogênica aumentou o teor de sólidos no filme, causando a elevação

da espessura, ao passo que o filme de amido continha o menor teor de sólidos e foi o mais fino.

Tabela 2 - Espessura dos filmes

Filme	Espessura (mm)
Amido	0,037 ± 0,003 ^c
FPCB	0,061 ± 0,003 ^b
FCB2	0,060 ± 0,003 ^b
FCB4	0,069 ± 0,002 ^a

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Letras iguais não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância. FPCB: filme padrão da farinha da casca de banana; FCB2: filme da farinha da casca de banana com 2% de extrato das folhas de nespereira; FCB4: filme da farinha da casca de banana com 4% do extrato.

A relação entre espessura e quantidade de extrato também foi observada em outros estudos, com filmes à base de gelatina de peixe e extrato etanólico de casca de manga (ADILAH *et al.*, 2018) e extrato etanólico da amêndoa da manga (MARYAM ADILAH; JAMILAH; NUR HANANI, 2018). De acordo com esses autores, a adição do extrato aumentou a quantidade de sólidos e pode ter causado alteração na conformação da cadeia de gelatina e maior distribuição de polifenóis no filme, gerando filmes mais espessos.

Entretanto, em alguns estudos, a aplicação de extratos não alterou a espessura dos filmes, por exemplo, nos filmes de amido de mandioca controle e adicionados de 5, 10 ou 20% (p/p) de extrato de alecrim as espessuras foram de 0,200 mm (PIÑEROS-HERNANDEZ *et al.*, 2017). Já nos filmes de pectina controle e acrescentados de extratos de frutas, as espessuras variaram entre 0,060 e 0,078 mm, sem diferença significativa ($p > 0,05$), devido à mesma hidrofobicidade dos extratos e da pectina, segundo Eça *et al.* (2015). Portanto, a espessura é afetada pelos constituintes de cada filme.

3.2.2 Permeabilidade ao vapor de água

Um filme ideal deve apresentar baixa PVA para aplicação em frutas e hortaliças, já que estes alimentos perdem massa por volatilização de nutriente durante o armazenamento devido principalmente à transpiração da água (BREDA *et al.*, 2017). Os valores de PVA dos filmes estão demonstrados na Tabela 3.

Tabela 3 - Permeabilidade ao vapor de água dos filmes

Filme	PVA (g.mm.h ⁻¹ .m ⁻² .kPa ⁻¹)
Amido	0,19 ± 0,03 ^c
FPCB	0,39 ± 0,04 ^a
FCB2	0,32 ± 0,02 ^{ab}
FCB4	0,29 ± 0,02 ^b

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Letras iguais não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância. FPCB: filme padrão da farinha da casca de banana; FCB2: filme da farinha da casca de banana com 2% de extrato das folhas de nespereira; FCB4: filme da farinha da casca de banana com 4% do extrato.

A adição de 4% do extrato das folhas de nespereira reduziu a PVA em comparação ao FPCB, o que é desejável, indicando que o FCB4 será uma barreira à umidade mais eficiente que o filme padrão quando aplicado no alimento. Provavelmente, compostos do extrato preencheram espaços vazios da matriz polimérica, reduzindo a difusão do vapor de água através do filme. Este comportamento foi verificado também por Eça *et al.* (2015) em filmes de pectina contendo extratos de morango e de acerola. Contudo, tal fato não foi observado por Piñeros-Hernandez *et al.* (2017), que constataram que a adição de 10 e 20% de extrato de alecrim em filmes de amido de mandioca aumentou a PVA em comparação aos filmes sem e com 5% do extrato.

Todavia, o filme de amido é menos permeável que os filmes de farinha de casca de banana com e sem o extrato das folhas de nespereira. Nestes filmes, a presença de compostos hidrofílicos, como proteína, carboidratos e fibras que se interagem, causa maior espaçamento entre as moléculas e aumento das ligações de hidrogênio, os quais facilitam a difusão da água através do filme, aumentando a permeabilidade (RODRÍGUEZ-MARÍN *et al.*, 2013; STOLL *et al.*, 2017).

Além da hidrofobicidade do material polimérico, a espessura do filme também influencia a PVA (AHMAD *et al.*, 2015). Filmes hidrofílicos com baixo valor de espessura são menos permeáveis devido à menor afinidade com a água em comparação aos filmes mais espessos (STOLL *et al.*, 2017), explicando o resultado para o filme de amido, cujos valores de espessura e de PVA foram significativamente menores entre os filmes.

Os valores de PVA desses filmes foram inferiores aos encontrados por Caetano *et al.* (2018) para os filmes de amido de mandioca contendo extrato de resíduo de

abóbora e óleo essencial de orégano ($0,36$ a $0,66 \text{ g.mm.m}^{-2}.\text{h}^{-1}.\text{kPa}^{-1}$) e por Martelli *et al.* (2013) em filmes de purê de banana nanica madura adicionados de pectina e, ou nanopartículas de quitosana ($1,90$ a $3,03 \text{ g.mm.m}^{-2}.\text{h}^{-1}.\text{kPa}^{-1}$). Ademais, esses resultados estão incluídos na faixa de variação de PVA, de $0,10$ a $13,57 \text{ g.mm.h}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{kPa}^{-1}$, observada por Otoni *et al.* (2017) para filmes à base de vegetais.

Diante disso, os filmes do presente estudo deverão ser avaliados como revestimentos a fim de verificar sua ação sobre a vida útil de alimentos perecíveis.

3.2.3 Solubilidade em água

Os valores de solubilidade em água dos filmes elaborados estão apresentados na Tabela 4. Verifica-se que a adição de 4% do extrato aumentou a solubilidade em água em comparação ao filme padrão, não havendo diferença estatística ($p > 0,05$) entre o filme padrão e aquele adicionado de 2% de extrato e entre este com o filme de 4%. Possivelmente, houve uma maior interação dos compostos extraídos do FCB4 com a água, o que levou ao aumento da solubilidade. Os constituintes da casca de banana também devem se ligar mais às moléculas de água do que o amido, já que o filme de amido foi o menos solúvel.

Tabela 4 - Solubilidade em água dos filmes

Filme	Solubilidade (%)
Amido	$18,79 \pm 2,29^c$
FPCB	$33,92 \pm 1,86^b$
FCB2	$40,18 \pm 0,31^{ab}$
FCB4	$41,86 \pm 4,20^a$

Valores médios \pm desvio padrão ($n = 3$). Letras iguais não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância. FPCB: filme padrão da farinha da casca de banana; FCB2: filme da farinha da casca de banana com 2% de extrato das folhas de nespereira; FCB4: filme da farinha da casca de banana com 4% do extrato.

A solubilidade em água é um parâmetro importante para a aplicabilidade do filme ou revestimento, visto que, para alimentos com alta atividade de água, materiais com baixa solubilidade em água podem atuar como protetores a fim de aumentar a integridade do produto e a resistência à água (KAYA *et al.*, 2018). Apesar de as solubilidades dos filmes da farinha da casca de banana, adicionados ou não do extrato, terem sido maiores que a do amido, outros tipos de filmes com aditivos

apresentaram valores muito superiores de solubilidade (EÇA *et al.*, 2015; KAYA *et al.*, 2018; STOLL *et al.*, 2017). Embora filmes com solubilidade muita alta sejam biodegradáveis, seu uso pode ser limitado em alimentos com elevado teor de água, uma vez que podem se dissolver no alimento (SOUZA *et al.*, 2017).

Ao contrário do que foi obtido neste estudo, alguns autores verificaram que a incorporação de extrato ou óleo em filmes diminuiu a solubilidade em água, provavelmente devido à maior interação entre esses aditivos e as cadeias poliméricas do biopolímero, diminuindo sua afinidade por moléculas de água (ADILAH *et al.*, 2018; KAYA *et al.*, 2018). Por outro lado, Souza *et al.* (2017) observaram aumento da solubilidade em relação ao filme de quitosana sem extrato, de 17% para 28% de solubilidade com adição de extrato de alecrim e para 23% com extrato de sálvia.

Diante do exposto, os filmes da farinha de casca de banana padrão e adicionados de extrato de folhas de nespereira apresentaram solubilidade intermediária, sendo possível testar sua aplicação em alimentos perecíveis.

3.2.4 Biodegradabilidade

A análise de biodegradabilidade consiste em simular as condições de degradação que ocorrem no ambiente natural, por ação da microflora presente no solo (STOLL *et al.*, 2017). Os valores da biodegradabilidade dos filmes estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 - Biodegradabilidade dos filmes

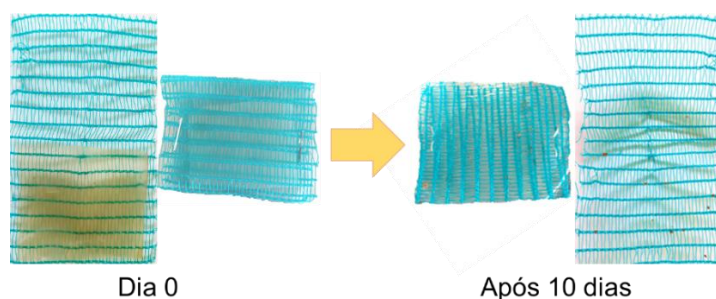
Filme	Biodegradabilidade (%)
Amido	99,56 ± 0,77
FPCB	99,56 ± 2,88
FCB2	99,69 ± 0,53
FCB4	97,62 ± 3,42

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). FPCB: filme padrão da farinha da casca de banana; FCB2: filme da farinha da casca de banana com 2% de extrato das folhas de nespereira; FCB4: filme da farinha da casca de banana com 4% do extrato.

A perda de peso após dez dias de análise pode ser devido tanto à ação dos microrganismos e de suas enzimas, como também pela solubilização dos compostos solúveis dos filmes pela água adicionada ao solo. Com isso, os filmes se desintegraram quase que totalmente (97,6 a 99,7%), perdendo sua forma original,

como demonstrado na Figura 1. Pela análise de variância a 5% de significância, verificou-se que não houve diferença significativa do valor de biodegradabilidade entre os filmes. Portanto, os filmes à base de amido e de casca de banana, contendo ou não extrato das folhas de nespereira, podem ser considerados materiais com alta taxa de biodegradabilidade (> 90%) (BRIASSOULIS; DEJEAN, 2010). Em outros estudos, diversos tipos de filmes à base de polímeros obtidos de fontes renováveis foram considerados também biodegradáveis (CAMPO et al., 2017; MARTUCCI; RUSECKAITE, 2009; STOLL et al., 2017).

Figura 1 - Aspecto visual do FPCB (dentro da malha de nylon) antes e após 10 dias exposto ao solo



Fonte: autoria própria.

3.2.5 Propriedades óticas

A análise colorimétrica foi realizada para avaliar o efeito do extrato das folhas de nespereira sobre a cor e a opacidade dos filmes, além de comparar as propriedades óticas destes com os filmes padrão e de amido. O resultado dessas propriedades está apresentado na Tabela 6.

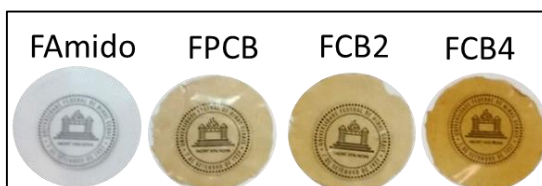
Tabela 6 - Propriedades óticas dos filmes

Filme	Luminosidade	Tonalidade	Croma	Opacidade
Amido	93,78 ± 0,04 ^a	283,31 ± 0,08 ^a	13,15 ± 0,19 ^c	2,39 ± 0,15 ^b
FPCB	78,95 ± 1,90 ^b	76,31 ± 0,40 ^b	22,02 ± 2,21 ^b	3,73 ± 0,13 ^a
FCB2	79,22 ± 1,55 ^b	76,99 ± 0,74 ^b	22,13 ± 1,72 ^b	3,77 ± 0,27 ^a
FCB4	77,90 ± 1,70 ^b	76,76 ± 0,51 ^b	27,64 ± 2,48 ^a	3,58 ± 0,43 ^a

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Letras iguais na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância. FPCB: filme padrão da farinha da casca de banana; FCB2: filme da farinha da casca de banana com 2% de extrato das folhas de nespereira; FCB4: filme da farinha da casca de banana com 4% do extrato.

De acordo com a Tabela 6, o FPCB e aqueles com extratos não apresentaram diferença significativa para luminosidade (L^*), tonalidade (h°) e opacidade. O croma do FCB4 foi o que apresentou maior valor, indicando que sua cor é mais intensa aos demais filmes, o que pode ser observado pela Figura 2.

Figura 2 - Aspectos colorimétricos dos filmes



Fonte: autoria própria. FPCB: filme padrão da farinha da casca de banana; FCB2: filme da farinha da casca de banana com 2% de extrato das folhas de nespereira; FCB4: filme da farinha da casca de banana com 4% do extrato.

Na luminosidade, quanto mais próximo de 100, mais branca é a amostra, e isso foi verificado para o filme de amido, tanto pelo maior valor de L^* (Tabela 6) quanto pela Figura 2. Isso porque a farinha da casca de banana, de coloração marrom, conferiu aos filmes provenientes dessa matéria-prima a coloração amarela-amarronzada, tornando-os mais escuros e mais opacos do que o de amido.

A incorporação de aditivos em filmes, geralmente, altera os parâmetros de cor, como observado em diversos estudos (MOGHADAM *et al.*, 2020; SARTORI; MENEGALLI, 2016; YANG *et al.*, 2016), cujos filmes com aditivos foram mais escuros que os filmes de farinha da casca de banana com extratos das folhas de nespereira.

O aumento da concentração do extrato das folhas de nespereira não alterou a luminosidade do filme. Todavia, no trabalho de Adilah *et al.* (2018), os filmes de gelatina de peixe ficaram mais escuros conforme se elevou a quantidade do extrato da casca de manga.

Conforme relatado por Souza *et al.* (2017), a mudança de coloração causada pela adição dos extratos pode ser proveniente da própria cor do extrato ou pela ligação dos compostos do extrato ao polímero, e irá depender do tipo de extrato e da concentração adicionada. Assim, esses autores verificaram que o acréscimo de 1% (v/v) do extrato hidroalcoólico de gengibre em filme de quitosana não alterou o valor de L^* e de c^* , assemelhando com o comportamento de FCB2, que também não divergiu do filme padrão para todos os parâmetros colorimétricos analisados. Porém, isso não foi observado com outros tipos de extratos (chás preto e verde, alecrim, sálvia

e de folhas de hibiscus), que foram mais escuros, com L^* na faixa de 88,4 a 90,3, e com cor mais intensa (c^* entre 9,6 e 15) em relação ao filme sem extrato ($L^* = 91,8$ e $c^* = 2,3$) (SOUZA et al., 2017).

A maior intensidade de cor dos filmes pode ser uma vantagem contra a deterioração dos alimentos por reações de foto-oxidação (SOUZA et al., 2017), e essa ação fotoprotetora poderá ser exercida pelos filmes da farinha da casca de banana, principalmente o FCB4, por ter tido o maior valor de c^* . No entanto, será necessária a avaliação sensorial do alimento revestido com essa formulação, a fim de verificar sua aceitabilidade pelos consumidores.

3.2.6 Propriedades mecânicas dos filmes

O efeito da adição do extrato das folhas de nespereira no filme da farinha da casca de banana foi avaliado sobre as propriedades mecânicas referentes à resistência à tração (RT), alongamento à ruptura, módulo elástico (ME), resistência à perfuração (RP) e taxa de deformação, que estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Propriedades mecânicas dos filmes

Filme	Resistência	Alongamento	Módulo	Resistência à	Taxa de
	à tração			perfuração	deformação
	(MPa)	(%)	elástico (MPa)	(MPa)	(%)
Amido	8,95 ± 0,94 ^a	4,37 ± 0,17 ^d	695,86 ± 8,17 ^a	19,62 ± 0,94 ^a	7,20 ± 0,77 ^c
FPCB	0,74 ± 0,02 ^b	31,42 ± 1,04 ^c	5,17 ± 0,10 ^b	1,54 ± 0,08 ^b	20,07 ± 1,50 ^b
FCB2	0,64 ± 0,01 ^c	37,98 ± 3,23 ^b	3,88 ± 0,40 ^c	1,34 ± 0,05 ^b	22,94 ± 1,31 ^b
FCB4	0,50 ± 0,04 ^c	47,42 ± 1,40 ^a	2,29 ± 0,06 ^d	0,92 ± 0,06 ^c	27,78 ± 1,75 ^a

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Letras iguais na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância. FPCB: filme padrão da farinha da casca de banana; FCB2: filme da farinha da casca de banana com 2% de extrato das folhas de nespereira; FCB4: filme da farinha da casca de banana com 4% de extrato das folhas de nespereira.

Pelos resultados obtidos, a adição do extrato nas duas concentrações (FCB2 e FCB4) reduziu a RT e o ME em relação ao FPCB e ao filme de amido, enquanto que o filme com 4% do extrato apresentou a menor RP em comparação aos demais. Provavelmente, o extrato afetou a interação entre o polímero e o glicerol, o que tornou esses filmes menos resistentes, porém, mais flexíveis. Caetano *et al.* (2018) também verificaram redução da RT na maioria dos filmes de amido de mandioca contendo

extrato de casca de abóbora e óleo essencial de orégano em comparação ao filme sem os aditivos, justificando que o óleo pode ter agido como plastificante.

Valores inferiores de RT ao deste estudo foram encontrados por Stoll *et al.* (2016) em filmes de amido de mandioca adicionados de antocianinas encapsuladas por goma arábica (0,14 MPa) e por goma arábica e maltodextrina (0,15 MPa), porém, apenas o filme com a goma arábica apresentou uma menor taxa de alongamento (12,1%), pois para o outro filme foi de 104%, muito superior aos filmes de farinha da casca de banana.

As taxas de alongamento e de deformação estão relacionadas com o tanto que o filme se estende sem se romper, portanto, também são parâmetros envolvidos com a flexibilidade do material. Neste estudo, os filmes adicionados de extrato exibiram os maiores valores desses parâmetros, com destaque para o FCB4, que foi diferente significativamente ($p < 0,05$) dos outros filmes. Provavelmente, os compostos presentes no extrato e em maior quantidade no FCB4 aumentaram a mobilidade das cadeias poliméricas (amido e farinha), e isso pode ser explicado por uma possível substituição das ligações originais entre as cadeias poliméricas por novas ligações entre os compostos do extrato e cadeias de amido. A flexibilidade é uma característica adequada para coberturas em alimentos, uma vez que para encobrir todo o produto, o revestimento não pode ser rígido.

Todavia, quando se comparam todas as propriedades mecânicas do filme de amido, este se mostrou mais resistente e mais rígido do que os demais. Os valores de RT, ME e RP foram muito mais altos, e o alongamento na ruptura e a deformação foram muito menores do que os dos outros filmes obtidos. Isso pode ter ocorrido devido à presença de açúcares, fibras e proteína na farinha de casca de banana, que funcionam como plastificantes (MARTELLI *et al.*, 2013), tornando os filmes FPCB, FCB2 e FCB4 menos resistentes, entretanto, mais flexíveis. Pelissari *et al.* (2013) também relataram que os filmes preparados com amido de banana verde são mais rígidos (4,5% de alongamento e 1,3% de deformação) que os filmes de farinha de banana verde (24,2% de alongamento e 6,8% de deformação). Quando se compara com os filmes do presente estudo, verificou-se que estes foram mais flexíveis que aqueles de farinha de banana verde.

Em relação ao efeito da adição de diferentes quantidades de extratos em filmes, Maryam Adilah, Jamilah e Nur Hanani (2018) verificaram que o aumento da concentração dos extratos etanólicos da amêndoa da manga elevou a RT e o ME e,

consequentemente, reduziu a taxa de alongamento dos filmes de isolado proteico de soja e de gelatina de peixe, tornando-os mais resistentes e mais rígidos que os filmes sem extrato. Segundo os autores, isso pode ter acontecido pela formação de ligação cruzada entre os grupos fenólicos do extrato e os grupos aminos das proteínas, que causa a rigidez dos filmes, além de reduzir o efeito do plastificante (FRIESEN; CHANG; NICKERSON, 2015). Porém, isso não foi observado nos filmes do presente estudo.

No trabalho de Piñeros-Hernandez *et al.* (2017), a adição de extrato de alecrim (5 - 20% p/p) em filmes de amido de mandioca não alterou a RT (0,5 - 0,8 MPa), mas aumentou três vezes o ME e reduziu a taxa de alongamento mais que 60%. Segundo os autores, os extratos podem ter causado uma heterogeneidade na estrutura dos filmes e enfraquecido a ligação entre amido e glicerol, aumentando a rigidez.

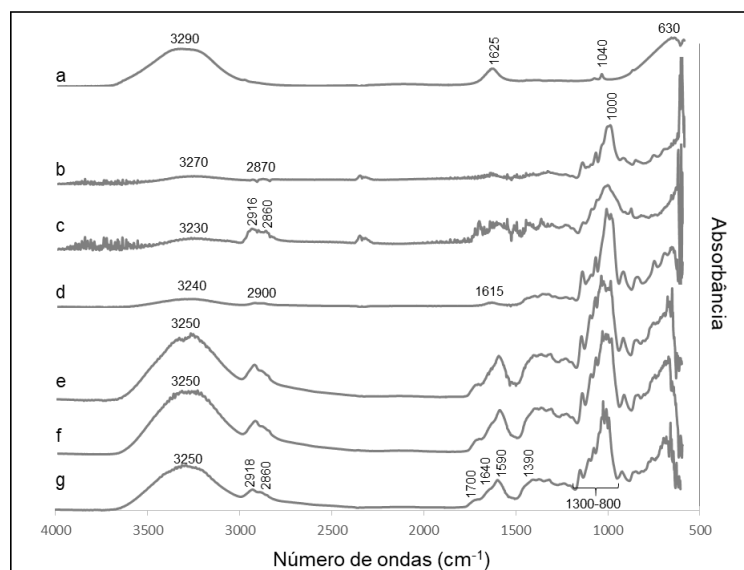
Os resultados das propriedades mecânicas indicam que proteínas, carboidratos, lipídeos e compostos bioativos presentes nos filmes de farinha de casca de banana contendo extrato das folhas de nespereira podem colaborar com o efeito plastificante, tornando os filmes mais flexíveis, apesar de serem menos resistentes que o filme de amido. Portanto, como material de embalagem, esses filmes não seriam tão eficazes mas como cobertura, a baixa resistência mecânica não é limitante.

3.2.7 Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier

Os espectros no infravermelho foram obtidos a fim de verificar as interações entre as estruturas dos filmes. Os espectros da farinha da casca de banana, amido de milho, extrato das folhas de nespereira e dos filmes estão apresentados na Figura 3.

Um espectro característico de amido apresenta bandas em 3300 cm^{-1} (estiramento O-H), 2947 cm^{-1} (C-H de grupos alquila) e 1149 cm^{-1} (estiramento C-O) (PIÑEROS-HERNANDEZ *et al.*, 2017). No presente trabalho, essas bandas foram identificadas tanto no amido de milho quanto no filme de amido, sendo as duas primeiras pouco pronunciadas, enquanto que os picos mais altos estão na região entre 1200 e 900 cm^{-1} . No filme de amido, o pico de baixa intensidade em 1615 cm^{-1} pode ser devido à presença de glicerol. Warren, Gidley e Flanagan (2016) observaram no espectro de amido bandas de absorção na região de 1700 a 1200 cm^{-1} e presumiram ser provenientes de outros componentes no amido em menores concentrações, como lipídeos e proteínas.

Figura 3 - Espectros no infravermelho com Transformada de Fourier das matérias-primas e dos filmes comestíveis



a. extrato das folhas de nespereira; b. amido de milho; c. farinha das cascas de bananas; d. filme de amido; e. filme da farinha das cascas de banana; f. filme da farinha das cascas de banana com 2% de extrato; g. filme da farinha das cascas de banana com 4% de extrato.

Em relação ao espectro do extrato das folhas de nespereira, foram observados picos a 3290, 1625, 1040 e 630 cm^{-1} , que foi semelhante ao encontrado por Rao e Tang (2017). O pico a 1625 cm^{-1} se refere a uma amida I relacionada com a vibração de alongamento de C=O na ligação amida das proteínas (RAO; TANG, 2017). O pico a 1040 cm^{-1} é indicativo de grupos epoxi ou alcoxi (AZIZ *et al.*, 2017), enquanto que a 630 cm^{-1} pode corresponder à flexão de grupos OH fora do plano (OLIVEIRA NETO *et al.*, 2013).

Observa-se que a banda larga e de alta intensidade de absorção entre 3600 e 3000 cm^{-1} nos filmes de farinha de casca de banana e no extrato pode ser atribuída ao estiramento do grupo -OH de ligações de hidrogênio da água e de outros constituintes (PELLISSARI *et al.*, 2013; SHAR *et al.*, 2016), como os fenólicos (KAYA *et al.*, 2018), bem como do grupo N-H de proteínas (RAO; TANG, 2017). Esse fato pode explicar a maior PVA desses filmes devido ao maior número de ligações de H. No filme de amido, no amido de milho e na farinha da casca de banana, esta banda foi de baixa intensidade, isso pode ser devido ao baixo teor de umidade nas amostras em pó ou de proteína no amido de milho e no filme de amido.

Dois picos localizados próximos a 2918 e 2860 cm^{-1} foram observados na maioria das amostras, exceto para o extrato, e poucos pronunciados no amido de milho e no filme de amido. Esses picos correspondem a vibrações de estiramento

assimétrico de C-H e estiramento do grupo C-H do ácido carboxílico, respectivamente (Breda *et al.*, 2017; Memon *et al.*, 2008).

Nos três filmes de farinha de casca de banana, o pico a 1640 cm^{-1} pode ser indicativo de amida I das proteínas, particularmente ao alongamento de C=O, também identificado por Pelissari *et al.* (2013) a 1613 cm^{-1} para filme de farinha de banana, ou de vibrações de alongamento de grupos C=C conjugados de compostos fenólicos, enquanto que os picos a 1590 e 1390 cm^{-1} correspondem a amida II de vibração de flexão de grupos N-H e amida III de vibrações no plano dos grupos C-N, respectivamente (Kaya *et al.*, 2018). Picos na região de 1300 a 800 cm^{-1} foram observados em todos os filmes, no amido e na farinha da casca de banana, e correspondem ao estiramento das ligações C-C, C-O e C-OH do amido (Pelissari *et al.*, 2013).

A adição do extrato das folhas não modificou os espectros dos filmes de casca de banana contendo extrato em relação ao filme sem extrato, isso pode ser porque tanto o extrato quanto a farinha contêm compostos fenólicos que não alteraram as interações intermoleculares.

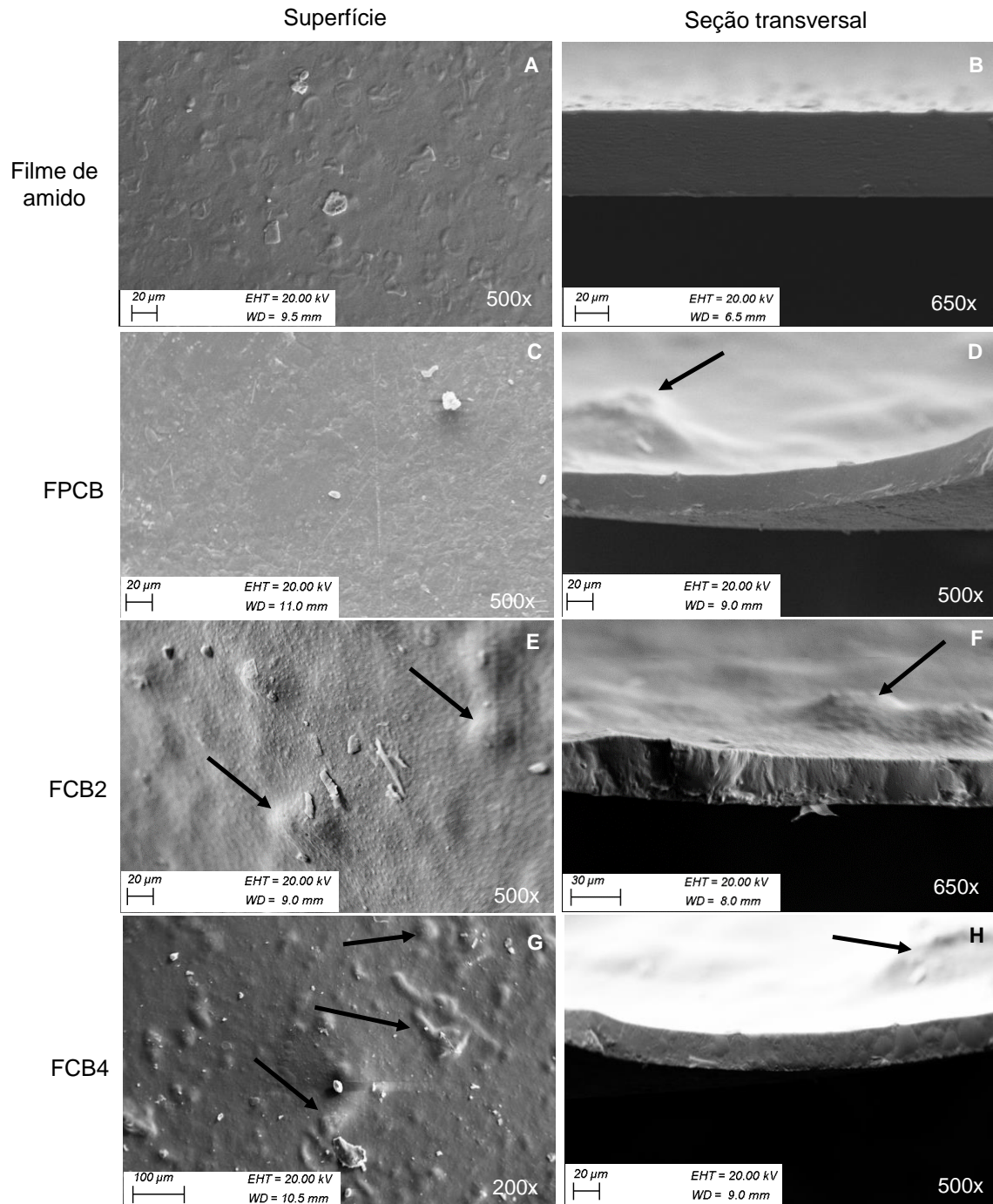
3.2.8 Microscopia eletrônica de varredura

As imagens da MEV exibem a estrutura morfológica da superfície e da seção transversal dos filmes obtidos (Figura 4). Observa-se que os filmes não apresentaram rachaduras e bolhas, sugerindo uma matriz coesa. Pelas imagens da seção transversal, verificou-se que todos os filmes mostraram estrutura compacta e contínua. O filme de amido exibiu superfície e seção transversal mais lisa que a dos demais. Este fato também foi observado por Pelissari *et al.* (2013) para o filme de amido de banana em comparação ao filme de farinha de banana. A morfologia do FPCB foi a que mais se assemelhou ao filme de amido, porém, apresentou alguma rugosidade (representada pela seta na Figura 4D). A incorporação do extrato das folhas de nespereira manteve a estrutura densa, sugerindo que houve uma forte interação entre os constituintes poliméricos e o extrato, apesar de ter causado aos filmes uma textura mais áspera (setas na Figura 4E – H). Outros tipos de filmes também apresentaram alteração morfológica com a adição de extratos de plantas, tais como filmes de gelatina com extrato de casca de manga (ADILAH *et al.*, 2018), filmes

de amido de mandioca com extrato de alecrim (PIÑEROS-HERNANDEZ *et al.*, 2017) e filmes de quitosana com extrato de casca de pequi (BREDA *et al.*, 2017).

Diante do exposto, pode-se propor que a maior opacidade obtida nos filmes de casca de banana provém da rugosidade (PELLISSARI *et al.*, 2013).

Figura 4 - Imagens da MEV da superfície e da seção transversal dos filmes



FPCB: filme padrão da farinha da casca de banana; FCB2: filme da farinha da casca de banana com 2% de extrato das folhas de nespereira; FCB4: filme da farinha da casca de banana com 4% do extrato.

3.2.9 Compostos fenólicos e atividade antioxidante

Os valores de compostos fenólicos totais e das atividades antioxidantes dos filmes estão apresentados na Tabela 8. Como o amido não apresenta compostos bioativos, os filmes de amido não foram avaliados.

Tabela 8 - Compostos fenólicos totais e atividades antioxidantes dos filmes

Filme	Compostos fenólicos (mg EAG.g ⁻¹ de extrato)	ABTS (µM de ET.g ⁻¹)	FRAP	DPPH
			(µM sulfato ferroso.g ⁻¹)	(µM de ET.g ⁻¹)
FPCB	3,18 ± 0,03 ^c	17,89 ± 0,83 ^c	68,07 ± 3,73 ^c	43,97 ± 2,02 ^c
FCB2	4,76 ± 0,06 ^b	35,22 ± 1,40 ^b	118,08 ± 7,67 ^b	74,58 ± 10,01 ^b
FCB4	6,55 ± 0,18 ^a	58,75 ± 3,11 ^a	191,84 ± 2,80 ^a	122,90 ± 5,64 ^a

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Letras iguais na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância. FPCB: filme padrão da farinha da casca de banana; FCB2: filme da farinha da casca de banana com 2% de extrato das folhas de nespereira; FCB4: filme da farinha da casca de banana com 4% de extrato das folhas de nespereira.

Como esperado, a incorporação do extrato no filme da farinha de casca de banana aumentou significativamente os teores de fenólicos e a atividade antioxidante nas três análises avaliadas, sendo o filme com a maior concentração do extrato (FCB4) o que apresentou os maiores valores: 2 vezes mais compostos fenólicos e atividade antioxidante 3 vezes maior em relação ao FPCB.

Em vários estudos com filmes comestíveis tem-se verificado que a adição de extratos de plantas, mesmo em pequenas quantidades, aumenta as propriedades antioxidantes e os compostos bioativos (Aparicio-Fernández et al., 2018; Kaya et al., 2018; Maryam Adilah et al., 2018; Pineros-Hernandez et al., 2017). Portanto, os filmes da farinha da casca de banana contendo extratos das folhas de nespereira têm potencial para serem aplicados como revestimento em alimentos perecíveis a fim de exercerem ação antioxidante e aumentar a vida útil desses produtos.

4. CONCLUSÃO

Foram desenvolvidos filmes comestíveis biodegradáveis, manuseáveis e flexíveis a partir da farinha da casca de banana e amido adicionados de extrato das

folhas de nespereira. O acréscimo do extrato melhorou as propriedades dos filmes ao aumentar as taxas de alongamento e de deformação, o teor de fenólicos totais e a atividade antioxidante, e diminuir o módulo elástico e a permeabilidade ao vapor de água em comparação ao filme padrão. Porém, outras características dos filmes foram prejudicadas como redução das resistências mecânicas e aumento da solubilidade. O filme contendo a maior concentração do extrato (4%) foi o que mais se diferenciou ($p < 0,05$) do filme padrão.

Todavia, pensando na aplicação destes filmes como revestimento comestível, uma menor permeabilidade e maior flexibilidade são características desejáveis para tal uso. Além disso, filmes mais escuros podem aumentar a proteção contra a fotooxidação dos alimentos. A coloração dos filmes da farinha da casca de banana pode propiciar uma maior proteção contra a luz e radiação UV para o alimento embalado, principalmente o FCB4, por ter tido a maior intensidade de cor (valor c^*).

Este estudo se destaca pelo uso de cascas de banana, um resíduo agroalimentar barato, renovável e ecológico, de ocorrência natural. Assim, os filmes comestíveis biodegradáveis à base de farinha de casca de banana madura e amido enriquecido com extrato de folhas de nespereira são excelentes veículos para compostos antioxidantes e podem levar a um revestimento ativo a ser usado como uma proteção segura para alimentos perecíveis durante o tempo de armazenamento. Pesquisas futuras são necessárias para ver como esses filmes podem ser transferidos para a tecnologia. Dessa forma, serão realizados estudos sobre a aplicação desses materiais, a fim de avaliar sua eficácia para prolongar a vida útil de queijos e outros alimentos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADILAH, A. *et al.* Utilization of mango peel extracts on the biodegradable films for active packaging. *Food Packaging and Shelf Life*, v. 16, p. 1–7, 2018.

AHMAD, M. *et al.* Optical and thermo-mechanical properties of composite films based on fish gelatin/rice flour fabricated by casting technique. *Progress in Organic Coatings*, v. 84, p. 115-127, 2015.

APARICIO-FERNÁNDEZ, X. *et al.* Physical and antioxidant characterization of edible films added with red prickly pear (*Opuntia ficus-indica* L.) cv. San Martín peel and/or its aqueous extracts. *Food and Bioprocess Technology*, v. 11, p. 368–379, 2018.

ARQUELAU, P. B. F. *et al.* Characterization of edible coatings based on ripe “Prata” banana peel flour. *Food Hydrocolloids*, v. 89, p. 570–578, 2019.

ASTM. American Society for Testing and Materials. *Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting – D882 – 12*. Annual book of ASTM, Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials, 2012.

ASTM. American Society for Testing and Materials. *Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials - E96/E96M - 16*. Annual book of ASTM, Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials, 2016.

AZIZ, A. *et al.* Comparative antimicrobial, phytotoxic and hemagglutination potential of *Eriobotrya japonica* leaf extract and its zinc nano – particles. *Pakistan Journal of Botany*, v. 49, n. 5, p. 1917-1924, 2017.

BREDA, C. A. *et al.* Processing and characterization of chitosan films with incorporation of ethanolic extract from “pequi” peels. *Macromolecular Research*, v. 25, n. 11, p. 1049-1056, 2017.

BRIASSOULIS, D., DEJEAN, C. J. Critical Review of Norms and Standards for Biodegradable Agricultural Plastics Part I Biodegradation in Soil. *Journal of Polymers and the Environment*, v. 18, p. 384-400, 2010.

CAETANO, K. S. *et al.* Characterization of active biodegradable films based on cassava starch and natural compounds. *Food Packaging and Shelf Life*, v. 16, p. 138–147, 2018.

CHEN, G. *et al.* Antioxidant activities and contents of free, esterified and insoluble-bound phenolics in 14 subtropical fruit leaves collected from the south of China. *Journal of Functional Foods*, v. 30, p. 290–302, 2017.

DEHGHANI, S.; HOSSEINI, S. V.; REGENSTEIN, J. M. Edible films and coatings in seafood preservation: A review. *Food Chemistry*, v. 240, p. 505–513, 2018.

DELFIANIAN, M.; KENARI, R. E.; SAHARI, M. A. Antioxidant activity of loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) fruit peel and pulp extracts in stabilization of soybean oil

during storage conditions. *International Journal of Food Properties*, v. 18, p. 2813–2824, 2015.

DURAN, M. *et al.* Potential of antimicrobial active packaging 'containing natamycin, nisin, pomegranate and grape seed extract in chitosan coating' to extend shelf life of fresh strawberry. *Food and Bioproducts Processing*, v. 98, p. 354–363, 2016.

EÇA, K. S. *et al.* Development of active films from pectin and fruit extracts: light protection, antioxidant capacity, and compounds stability. *Journal of Food Science*, v. 80, n. 11, p. C2389- C2396, 2015.

FAKHOURI, F. M *et al.* Edible films and coatings based on starch/gelatin: Film properties and effect of coatings on quality of refrigerated Red Crimson grapes. *Postharvest Biology and Technology*, v. 109, p. 57-64, 2015.

FRIESEN, K.; CHANG, C.; NICKERSON, M. Incorporation of phenolic compounds, rutin and epicatechin, into soy protein isolate films: Mechanical, barrier and cross-linking properties. *Food Chemistry*, v. 172, p. 18-23, 2015.

GOMES, J. F. S.; VIEIRA, R. R.; LETA, F. R. Colorimetric indicator for classification of bananas during ripening. *Scientia Horticulturae*, v. 150, p. 201–205, 2013.

GUILBERT, S.; GONTARD, N. Agro-polymers for edible and biodegradable films: review of agricultural polymeric materials, physical and mechanical. In: HAN, J. H. *Innovations in Food Packaging*. Amsterdã: Elsevier Ltd, p. 263-276, 2005.

HOMAYOUNI, H.; KAVOOSI, G.; NASSIRI, S. M. Physicochemical, antioxidant and antibacterial properties of dispersion made from tapioca and gelatinized tapioca starch incorporated with carvacrol. *LWT - Food Science and Technology*, v. 77, p. 503-509, 2017.

HONG, Y. *et al.* Variation in contents of total phenolics and flavonoids and antioxidant activities in the leaves of 11 Eriobotrya species. *Plant Foods for Human Nutrition*, v. 63, p. 200-204, 2008.

KAVOOSI, G. *et al.* Antioxidant, antifungal, water binding, and mechanical properties of poly(vinyl alcohol) film incorporated with essential oil as a potential wound dressing material. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 40937, p. 1-8, 2014.

KAYA, M. *et al.* Production and characterization of chitosan based edible films from *Berberis crataegina's* fruit extract and seed oil. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, v. 45, p. 287–297, 2018.

KOC, B. *et al.* Production and characterization of chitosan-fungal extract films. *Food Bioscience*, v. 35, 100545, 2020.

MARTELLI, M. R. *et al.* Effect of chitosan nanoparticles and pectin content on mechanical properties and water vapor permeability of banana puree films. *Journal of Food Science*, v. 78, n. 1, p. 98-104, 2013.

MARTUCCI, J. F.; RUSECKAITE, R. A. Biodegradation of three-layer laminate films based on gelatin under indoor soil conditions. *Polymer Degradation and Stability*, v. 94, p. 1307-1313, 2009.

MARYAM ADILAH, Z. A.; JAMILAH, B.; NUR HANANI, Z. A. Functional and antioxidant properties of protein-based films incorporated with mango kernel extract for active packaging. *Food Hydrocolloids*, v. 74, p. 207-218, 2018.

MEMON, J. R. *et al.* Characterization of banana peel by scanning electron microscopy and FT-IR spectroscopy and its use for cadmium removal. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, v. 66, p. 260-265, 2008.

MOGHADAM, M. *et al.* Development of antioxidant edible films based on mung bean protein enriched with pomegranate peel. *Food Hydrocolloids*, v. 104, n. 105735, 2020.

NOSTRO, A. *et al.* In vitro activity of plant extracts against biofilm-producing food-related bacteria. *International Journal of Food Microbiology*, v. 238, p. 33–39, 2016.

OLIVEIRA NETO, J. C. *et al.* Adsorção do corante turquesa remazol por casca de mandioca (*Manihot esculenta* Crantz). *Caderno de Pesquisa*, v. 20, p. 44-52, 2013.

OTONI, C. G. *et al.* Recent advances on edible films based on fruits and vegetables - A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, v. 16, p. 1151-1169, 2017.

PARK, Y. S. *et al.* Physiological activity of ethanol extract from the different plant parts of loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.). *Korean Journal of Horticultural Science and Technology*, v. 26, n. 1, p. 75-80, 2008.

PELISSARI, F. M. *et al.* Comparative study on the properties of flour and starch films of plantain bananas (*Musa paradisiaca*). *Food Hydrocolloids*, v. 30, p. 681-690, 2013.

PELISSARI, F. M.; SOBRAL, P. J. A.; MENEGALLI, F. C. Isolation and characterization of cellulose nanofibers from banana peels. *Cellulose*, v. 21, p. 417-432, 2014.

PIÑEROS-HERNANDEZ, D. *et al.* Edible cassava starch films carrying rosemary antioxidant extracts for potential use as active food packaging. *Food Hydrocolloids*, v. 63, p. 488-495, 2017.

RAO, B.; TANG, R.-C. Green synthesis of silver nanoparticles with antibacterial activities using aqueous *Eriobotrya japonica* leaf extract. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, v. 8, n. 015014, 2017.

RODRÍGUEZ-MARÍN, M. L. *et al.* Nanocomposites of rice and banana flours blend with montmorillonite: Partial characterization. *Materials Science and Engineering C*, v. 33, p. 3903-3908, 2013.

RUFINO, M. S. M. *et al.* Bioactive compounds and antioxidant capacities of 18 non-traditional tropical fruits from Brazil. *Food Chemistry*, v. 121, p. 996-1002, 2010.

SAHAN, Y.; CANSEV, A.; GULEN, H. Effect of processing techniques on antioxidative enzyme activities, antioxidant capacity, phenolic compounds, and fatty acids of table olives. *Food Science and Biotechnology*, v. 22, p. 613-620, 2013.

SARTORI, T.; MENEGALLI, F. C. Development and characterization of unripe banana starch films incorporated with solid lipid microparticles containing ascorbic acid. *Food Hydrocolloids*, v. 55, p. 210-219, 2016.

SHAR, Z. H. *et al.* Banana peel: an effective biosorbent for aflatoxins. *Food Additives & Contaminants: Part A*, v. 33, n. 5, p. 849-860, 2016.

SOUZA, V. G. L. *et al.* Physical properties of chitosan films incorporated with natural antioxidants. *Industrial Crops & Products*, v. 107, p. 565-572, 2017.

STOLL, L. *et al.* Active biodegradable film with encapsulated anthocyanins: Effect on the quality attributes of extra-virgin olive oil during storage. *Journal of Food Processing and Preservation*, v. 41, p. 1-8, 2017.

STOLL, L. *et al.* Microencapsulation of anthocyanins with different wall materials and its application in active biodegradable films. *Food and Bioprocess Technology*, v. 9, p. 172–181, 2016.

VIEIRA, M. G. A. *et al.* Natural-based plasticizers and biopolymer films: A review. *European Polymer Journal*, v. 47, p. 254–263, 2011.

WARREN, F. J.; GIDLEY, M. J.; FLANAGAN, B. M. Infrared spectroscopy as a tool to characterize starch ordered structure – a joint FTIR-ATR, NMR, XRD and DSC study. *Carbohydrate Polymers*, v. 139, p. 35-42, 2016.

YANG, H.-J. *et al.* Antioxidant activities of distiller dried grains with solubles as protein films containing tea extracts and their application in the packaging of pork meat. *Food Chemistry*, v. 196, p. 174–179, 2016.

YOKOTA, J. *et al.* Scavenging of reactive oxygen species by *Eriobotrya japonica* seed extract. *Biological and Pharmaceutical Bulletin*, v. 29, p. 467–471, 2006.

ZHANG, W. N. *et al.* Phenolic composition from different loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) cultivars grown in China and their antioxidant properties. *Molecules*, v. 20, p. 542–555, 2015.

CAPÍTULO 5

AVALIAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE QUEIJOS REVESTIDOS E INTERFOLHADOS COM FILMES À BASE DE CASCA DE BANANA MADURA E EXTRATO DAS FOLHAS DE *Eriobotrya japonica*

RESUMO

O objetivo do estudo foi avaliar o efeito de revestimento e filmes comestíveis à base de farinha da casca de banana madura e amido de milho, com e sem extrato das folhas de nespereira (*Eriobotrya japonica*), em queijos muçarela em pedaços e em fatias durante 28 dias de armazenamento refrigerado. Os queijos em pedaços foram revestidos por imersão em soluções filmogênicas e os fatiados foram interfolhados com os filmes comestíveis. As amostras foram armazenadas a 4 °C e analisadas em cinco tempos (1, 7, 14, 21 e 28 dias de armazenamento) quanto a perda de peso, pH, acidez titulável, umidade, parâmetros colorimétricos e dureza. Houve perda de peso durante o armazenamento para todos os tratamentos, mas a porcentagem de perda foi significativamente menor para o queijo em pedaços revestido com a formulação contendo extrato em comparação ao controle. O pH aumentou e a acidez titulável reduziu durante o armazenamento tanto para os queijos em pedaços quanto para os fatiados de todos os tratamentos, mas foram mais brandos nos queijos tratados com as formulações comestíveis. Quanto ao teor de umidade, os queijos submetidos ao revestimento ou ao filme foram menos úmidos que os demais. Os queijos revestidos e os queijos interfolhados com a formulação contendo o extrato foram menos claros e com coloração amarelada mais intensa. A dureza dos queijos avaliados não foi alterada durante os 28 dias de análise. Conclui-se que o emprego de filmes e revestimentos comestíveis preparados a partir da farinha da casca de banana madura e adicionado de extrato das folhas de nespereira tem potencial como um material alternativo para armazenamento e conservação de queijos.

Palavras-chave: filmes comestíveis, muçarela, nespereira, revestimento, vida útil

1. INTRODUÇÃO

Os alimentos perecíveis são tradicionalmente conservados por refrigeração em embalagens derivadas do petróleo, principalmente plásticos. A desvantagem dessas embalagens está relacionada com seu descarte inadequado no meio ambiente, pois devido sua resistência à degradação, pode gerar sérios problemas ambientais (MA *et al.*, 2017; MUSCAT *et al.*, 2012). Nos últimos anos, vários estudos têm sido feitos sobre a substituição parcial ou total desses materiais por filmes e revestimentos comestíveis que são uma das formas mais econômicas e sustentáveis de conservação dos alimentos, devido ao emprego de matérias-primas renováveis, biodegradáveis e de baixo custo, como os resíduos de frutas (CAETANO *et al.*, 2018; CAZÓN *et al.*, 2017; DEGHANI; HOSSEINI; REGENSTEIN, 2018; PIÑEROS-HERNANDEZ *et al.*, 2017).

A diferença entre filmes e revestimentos comestíveis está na forma de aplicação no alimento. Os revestimentos estão na forma líquida e são aplicados nos alimentos por imersão, pulverização ou outro meio, formando uma cobertura ao redor do produto após secos. Os filmes são formados como membranas finas, após a evaporação do solvente, e aplicados sobre ou entre os alimentos ou selados (COSTA *et al.*, 2018; OTONI *et al.*, 2017). O tipo de aplicação dependerá do alimento a ser estudado e das condições de estocagem (COSTA *et al.*, 2018).

Filmes e revestimentos comestíveis preparados com resíduos agroalimentares, como as cascas de banana, têm potencial uso na indústria de alimentos, devido sua composição polimérica (ARQUELAU *et al.*, 2019; SILVA *et al.*, 2020b,c). Além disso, a adição de extratos vegetais pode melhorar a funcionalidade desses materiais, devido principalmente à presença de fenólicos e agentes antioxidantes e antimicrobianos, o que pode contribuir para um maior período de conservação do alimento (PIÑEROS-HERNANDEZ *et al.*, 2017; SILVA *et al.*, 2020b,c). Os extratos das folhas da nespereira (*Eriobotrya japonica* Lindl.) são fontes dessas substâncias (AZIZ *et al.*, 2017; DELFANIAN; KENARI; SAHARI, 2015; SILVA *et al.*, 2020a), podendo ser empregados como aditivos em filmes e revestimentos comestíveis de modo que exerçam sua ação bioativa nos alimentos revestidos (SILVA *et al.*, 2020b).

Entre os alimentos perecíveis que podem ter uma melhor conservação com o uso de filmes e revestimentos comestíveis, tem-se os queijos. O queijo é um alimento

de origem milenar muito consumido em todo o mundo, em diversas variedades de tipos e sabores. Minas Gerais é o maior produtor do Brasil, com cerca de 25% da produção nacional (SOARES; RODRIGUES, 2019). É composto principalmente de proteína, lipídeos, carboidratos, minerais e água, sendo um meio propício ao crescimento de microrganismos contaminantes, que podem causar desenvolvimento de sabores e odores desagradáveis. Durante sua vida útil, ocorrem alterações bioquímicas, físico-químicas e microbiológicas que afetam sua composição, textura, cor e sabor. Por isso, o uso de embalagens é importante para conservar as características desejáveis do queijo e garantir a segurança alimentar. E, visando a sustentabilidade, a substituição das embalagens plásticas não degradáveis por filmes e revestimentos comestíveis pode ser uma boa alternativa para os queijos (CERQUEIRA *et al.*, 2010; COSTA *et al.*, 2018; SILVA, 2016; YOUSSEF *et al.*, 2019; ZHONG; CAVENDER; ZHAO, 2014).

Foram encontrados estudos empregando diferentes revestimentos comestíveis em diversos tipos de queijo, contudo, em nenhum foi utilizado queijo muçarela fatiado e interfolhado com filmes comestíveis. Bonilla e Sobral (2019) avaliaram queijos prato fatiados, cobertos em ambas superfícies com filmes de quitosana, gelatina e extrato de boldo. Youssef *et al.* (2019) prepararam uma mistura de quitosana e álcool polivinílico contendo nanopartículas de dióxido de titânio, que foi pincelada sobre a superfície de queijos Ras, um queijo duro produzido no Egito. Zhong, Cavender e Zhao (2014) testaram quatro diferentes métodos de revestimento (imersão, gotejamento, pulverização e pulverização eletrostática) e três tipos de solução filmogênica (à base de quitosana, alginato de sódio e isolado proteico de soja) em queijo muçarela. Os queijos da Mongólia foram revestidos com solução filmogênica de quitosana e amido por escovação (MEI *et al.*, 2013).

O queijo muçarela foi escolhido como amostra para aplicação de filme e revestimento por ser um dos queijos mais produzidos, equivalendo a 65% da produção nacional (SOARES; RODRIGUES, 2019), e consumidos no Brasil, além de existir no mercado tanto em pedaços quanto fatiado e interfolhado, sendo possível, assim, avaliar suas características quanto ao uso da cobertura e do filme, respectivamente.

Diante do exposto, os objetivos do trabalho foram revestir pedaços e interfolhar fatias de queijo muçarela com soluções filmogênicas e filmes, respectivamente, à base de farinha da casca de banana madura com e sem extrato das folhas de nespereira. Ainda, características físico-químicas durante a vida útil dos queijos foram avaliadas.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Material

A farinha foi obtida conforme descrito por Silva *et al.* (2020c). As cascas de banana Prata (*Musa acuminata* x *Musa balbisiana*, Grupo AAB), em estágio 7 de maturação, foram coletadas em fevereiro de 2018, trituradas, congeladas, descongeladas, drenadas para retirada do excesso de líquido e desidratadas em estufa com circulação mecânica (Fanem, 320-SE, São Paulo) a 60 °C por 24 h. Após a secagem, o material foi processado em liquidificador (Philips Walita, modelo Walita Brasília) e passado em peneira de malha de 32-mesh.

As folhas de nespereira (*Eriobotrya japonica* Lindl.) foram coletadas de árvores no *Campus* Pampulha da UFMG, Belo Horizonte, em dezembro de 2019. Em seguida, foram lavadas em água corrente, secas com papel absorvente e desidratadas na estufa com circulação mecânica a 40 °C por 46 h. Ao finalizar o processo, as folhas desidratadas foram acondicionadas em sacos plásticos para armazenamento a -18 °C até o momento do preparo do extrato.

O amido de milho (Maizena®, Unilever Brasil Industrial Ltda., Garanhuns, PE), o queijo muçarela em peça (Cristaulat®, Cristaulat Laticínios, Belo Horizonte, MG) e o queijo muçarela fatiado e interfolhado (Latelli®, Laticínios Exterkoetter Eireli, São Bonifácio, SC) foram comprados em mercados de Belo Horizonte e Contagem, MG. Os queijos foram estocados em refrigerador (8°C) até o uso. Os reagentes utilizados para avaliar as características físico-químicas foram de grau analítico.

2.2. Métodos

2.2.1 Obtenção do extrato hidroalcoólico

Para a extração, foi utilizado o método descrito por Silva *et al.* (2020b), onde 10 g das folhas de nespereira desidratadas, trituradas e peneiradas (16-mesh) foram misturadas com 100 mL de solução de etanol a 50% (v/v), em frascos Erlenmeyers envolvidos e tampados com papel alumínio. Esta mistura foi sonicada em lavadora

ultra-sônica digital (Sanders Medical, SoniClean 2, Santa Rita do Sapucaí, MG) por duas vezes de 20 min, com um intervalo de 10 min entre elas. Em seguida, foi realizada a filtração com papel de filtro qualitativo e os extratos obtidos foram evaporados em rotavapor (Büchi, R-215, Valinhos, SP) a 45 °C até a remoção do álcool.

2.2.2 Obtenção da solução filmogênica

As formulações para o revestimento e para a obtenção dos filmes foram preparadas conforme Silva *et al.* (2020b). A solução filmogênica foi obtida misturando-se 12 g da farinha da casca de banana, 4,2 g de amido de milho e 300 mL de água destilada, em três bateladas para conseguir volume suficiente de solução. As suspensões foram aquecidas em banho-maria a 90 °C sob agitação constante durante 30 min e homogeneizadas (Ultra Stirrer, Ultra 80-II) a 18000 rpm por 5 min. Adicionou-se 2,28 g de glicerol e retornou ao aquecimento (90 °C) por mais 30 min. Em seguida, foram filtradas com gaze e as três formulações obtidas foram misturadas, obtendo-se a solução filmogênica padrão (700 g). Parte dessa solução (350 g) foi misturada com 14 g do extrato das folhas de nespereira (equivale a 4% de extrato), obtendo-se a solução filmogênica com extrato.

2.2.3 Obtenção dos filmes comestíveis

Foram preparados dois tipos de filmes comestíveis, pela técnica *casting*, um obtido a partir da solução filmogênica padrão e outro a partir da solução filmogênica com o extrato das folhas de nespereira. Portanto, a produção foi realizada do mesmo modo descrito no item anterior. Cada 180 g dessas soluções filmogênicas foram espalhadas em bandejas de polipropileno (215 x 295 mm) e levadas à estufa com circulação mecânica a 40 °C por 24 h.

2.2.4 Revestimento dos queijos com as soluções filmogênicas

O queijo muçarela em peça de 3 kg foi cortado em pedaços de 20 x 20 x 20 mm (aproximadamente 6 g). Em seguida, foram agrupados em três partes contendo

80 pedaços cada. Um grupo foi revestido por imersão por 60 segundos na solução filmogênica padrão (PRP), outro na solução filmogênica com extrato (PRE) e a última porção em água destilada (controle - PC), totalizando três tratamentos. Após o processo, os queijos foram colocados em estrados plásticos para drenar e levados para secar em incubadora BOD (SL-224, Solab, Piracicaba, SP) a 8 °C *overnight*. Posteriormente, foram colocados cinco pedaços em embalagem de polietileno identificada de acordo com o tratamento e o tempo de análise, em triplicata, e armazenados a 4 ± 1 °C na BOD por até 28 dias.

2.2.5 Preparo dos queijos fatiados e interfolhados com os filmes comestíveis

Os queijos muçarela fatiados foram divididos em fatias menores de 30 x 30 x 2 mm (aproximadamente 2 g) e sobre essas amostras foram colocados os filmes comestíveis, do mesmo modo ao do produto comercial contendo o filme plástico. Esses queijos foram sobrepostos de modo a formar conjuntos com 6 fatias interfolhadas com os filmes, totalizando 5 camadas destes. Para o queijo sem filme, foram sobrepostas apenas as fatias de queijo. Para este teste, foram realizados quatro tratamentos, em triplicata: queijo fatiado sem filme (FSF), queijo fatiado com filme comercial (FFC), queijo fatiado com filme padrão da farinha da casca de banana (FFP), e queijo fatiado com o filme contendo o extrato das folhas de nespereira (FFE). Em seguida, as amostras foram colocadas em embalagens de polietileno identificadas de acordo com o tratamento e o tempo de análise, e armazenadas a 4 ± 1 °C na BOD por até 28 dias.

2.2.6 Análises físico-química dos queijos

Os queijos revestidos e aqueles com e sem filmes foram analisados quanto à umidade, parâmetros colorimétricos, perda de peso, dureza, pH e acidez titulável nos dias 1, 7, 14, 21 e 28 de armazenamento refrigerado. Exceto para a perda de peso, os filmes comercial e comestíveis foram removidos das superfícies das amostras dos queijos fatiados nos dias de cada análise. A umidade foi determinada por secagem em estufa a 105 °C por 24 h, em duplicata (MEI *et al.*, 2013). Os parâmetros colorimétricos L* (luminosidade), a* (vermelho a verde) e b* (amarelo a azul) dos queijos foram avaliados em um espectrofotômetro (Konica Minolta, CM-2300d,

Tóquio, Japão) equipado com a escala CIELab. A partir dos valores de a^* e b^* , foram calculados os parâmetros h° (tonalidade) e c^* (croma ou intensidade da cor) (ARQUELAU *et al.*, 2019). Determinaram-se seis leituras para os queijos fatiados e cinco para os queijos em pedaços, de cada tratamento, e calculou-se a média.

A avaliação da porcentagem de perda de peso consistiu em pesar as amostras de cada tratamento, identificadas com o tempo 5, no início do experimento e durante os demais tempos de estocagem e foi calculada conforme a Equação 1 (MOLINA-HERNÁNDEZ *et al.*, 2020).

$$\text{Perda de peso (\%)} = \frac{\text{peso inicial} - \text{peso final}}{\text{peso inicial}} \times 100 \quad (\text{Eq. 1})$$

A determinação da dureza (ZHONG; CAVENDER; ZHAO, 2014) foi realizada em analisador de textura (TAXT2i, Stable Micro Systems, Surrey, Inglaterra), em modo ruptura, usando uma célula de carga de 5 kg para calibração do equipamento e uma sonda cilíndrica de 4 mm de diâmetro. Para os queijos em pedaços, esta sonda foi colocada a uma distância de 20 mm da base e para os queijos fatiados a 5 mm, a qual se movia perpendicularmente para a superfície do queijo a uma velocidade constante de $0,4 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$, perfurando a amostra até a distância de 15 mm e 5 mm, respectivamente. Foram realizadas 5 e 4 medições, respectivamente, para cada tratamento. Pelo programa Texture Expert Exceed, foi gerada a curva *força x distância*, obtendo-se a força máxima (N) de ruptura, equivalente à dureza dos queijos.

O preparo das amostras para a análise de pH e acidez titulável (AT) foi realizado conforme Pierro *et al.* (2011) com modificações. Os queijos foram pesados (cerca de 10 g), picados, misturados com 50 mL de água destilada e triturados com mixer. Em seguida, foram adicionados 40 mL de água destilada e aquecidos em banho-maria a 40°C sob agitação por 15 min. Após, foram centrifugados (Jouan BR4) a $1792 \times g$ por 10 min e filtrados em papel de filtro. O sobrenadante foi submetido à leitura direta do pH em potenciômetro (Bante Instruments, 920, China). Posteriormente, 25 mL de cada sobrenadante foram adicionados em erlenmeyers para análise da AT com NaOH 0,1 M. A AT foi calculada conforme a Equação 2:

$$\text{AT \%} = \frac{V \times C}{m} \times 100 \quad (\text{Eq. 2})$$

Onde, V é o volume gasto de NaOH, C a concentração do NaOH padronizado e m é a massa do queijo (g).

2.3. Análise estatística

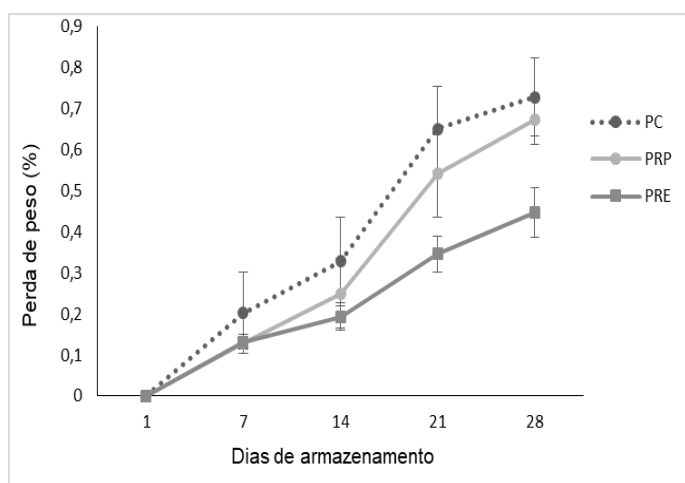
Os resultados foram expressos com as médias das replicatas e seus respectivos desvios padrão. Foi realizado o experimento em parcelas subdivididas, tendo como fatores o tempo e o tratamento. O ajuste para múltiplas comparações foi feito pelo teste de Sidak, ao nível de significância de 5%, pelo programa SPSS 15.0 for Windows.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Queijos revestidos

Os alimentos perecíveis tendem a perder peso ao longo do armazenamento, principalmente, devido à perda de umidade (WANG *et al.*, 2019). O comportamento dos queijos em pedaços revestidos frente à perda de peso está demonstrado na Figura 1.

Figura 1 - Perda de peso (%) dos queijos em pedaços durante o armazenamento



As barras de erro indicam o desvio padrão da média (n = 4). PC: queijo em pedaço controle; PRP: queijo em pedaço revestido com a solução filmogênica padrão; PRE: queijo em pedaço revestido com a solução filmogênica contendo o extrato das folhas de nespereira

Verificou-se que a perda de peso aumentou para todos os tratamentos durante o tempo de armazenamento. Para o queijo controle, variou de 0,20 a 0,73%, para o PRP foi de 0,13 a 0,67% e para o PRE de 0,13 a 0,45%. De modo geral, os queijos PRP e PRE demonstraram melhor desempenho quanto à perda de peso quando comparados com o controle, contudo, não houve diferença significativa ($p > 0,05$) entre os queijos revestidos com a formulação padrão e o controle, em todos os dias avaliados. Já o queijo PRE, nos dias 21 e 28, apresentou uma menor % de perda (0,35 e 0,45%, respectivamente), diferindo estatisticamente ($p < 0,05$) dos queijos PRP (0,54 e 0,67%, respectivamente) e PC (0,65 e 0,73%, respectivamente). Isto pode ser devido à menor permeabilidade ao vapor de água do filme contendo extrato (SILVA *et al.*, 2020b), o que minimizou a transferência de água do queijo para o ambiente.

Outros autores obtiveram comportamento semelhante para o queijo cheddar revestido com nanofibras do isolado proteico de soro (WANG *et al.*, 2019), queijo coalho revestido por nano-multicamadas de alginato e lisozima (MEDEIROS *et al.*, 2014) e queijo da Mongólia revestido com formulação à base de quitosana e castanha d'água (MEI *et al.*, 2013). Por outro lado, Zhong, Cavender e Zhao (2014) observaram que a perda de peso do queijo muçarela não revestido foi inferior àqueles revestidos por pulverização eletrostática com isolado proteico de soja.

Os valores de pH para todas as amostras de queijo em pedaço se mantiveram constante até o 14º dia de armazenamento, não havendo diferença significativa ($p > 0,05$) entre os tratamentos, exceto para o queijo revestido PRE no primeiro dia de análise, cujo pH foi menor ($p < 0,05$) que o do controle (Tabela 1). A partir do 21º dia de armazenamento, houve aumento do pH, provavelmente por causa da contaminação microbiana, devido à temperatura de armazenamento (4 °C) e a elevada umidade do muçarela, em torno de 40%. Isso porque, visualmente, no 21º dia de estudo foram observados pequenos pontos brancos e no 28º dia de armazenamento também apareceram manchas esverdeadas na superfície de alguns pedaços de queijos, em todos os três tratamentos, indicando uma possível contaminação por leveduras e fungos. Cabe ressaltar que as soluções filmogênicas apresentaram pH em torno de 4,8 e, por isso, acredita-se que não há influência no pH dos queijos revestidos, uma vez que estão próximos aos do queijo controle.

Tabela 1 - Características físico-químicas dos queijos em pedaços controle (PC), revestidos padrão (PRP) e revestido com extrato de folhas de nespereira (PRE) durante os dias de armazenamento

Variável	Dias	Tratamentos		
		PC	PRP	PRE
pH	1	5,64 ± 0,01 ^{aC}	5,61 ± 0,03 ^{abC}	5,58 ± 0,05 ^{bd}
	7	5,64 ± 0,02 ^C	5,63 ± 0,02 ^C	5,62 ± 0,02 ^C
	14	5,63 ± 0,02 ^C	5,61 ± 0,02 ^C	5,63 ± 0,02 ^C
	21	5,71 ± 0,02 ^B	5,70 ± 0,02 ^B	5,70 ± 0,02 ^B
	28	5,91 ± 0,05 ^{aA}	5,89 ± 0,05 ^{aA}	5,82 ± 0,05 ^{bA}
Acidez titulável (%)	1	1,73 ± 0,10 ^C	1,76 ± 0,03 ^B	1,69 ± 0,04 ^C
	7	1,91 ± 0,06 ^{aA}	1,94 ± 0,06 ^{aA}	1,83 ± 0,03 ^{bB}
	14	1,84 ± 0,03 ^{bb}	1,91 ± 0,02 ^{aA}	1,89 ± 0,04 ^{aA}
	21	1,59 ± 0,06 ^{bd}	1,57 ± 0,05 ^{bc}	1,67 ± 0,06 ^{aC}
	28	1,51 ± 0,08 ^{bd}	1,57 ± 0,04 ^{bc}	1,66 ± 0,06 ^{aC}
Umidade (%)	1	40,85 ± 0,41 ^{aB}	40,11 ± 0,39 ^b	40,04 ± 0,19 ^b
	7	41,80 ± 0,29 ^{aA}	40,65 ± 0,33 ^b	40,48 ± 0,40 ^b
	14	41,77 ± 0,16 ^{aA}	40,42 ± 0,24 ^b	40,04 ± 0,20 ^b
	21	41,81 ± 0,43 ^{aA}	40,35 ± 0,62 ^b	40,34 ± 0,31 ^b
	28	41,67 ± 0,20 ^{aA}	40,31 ± 0,44 ^b	40,47 ± 0,28 ^b
Luminosidade (L*)	1	76,18 ± 4,33	74,94 ± 4,93	74,31 ± 4,30
	7	76,38 ± 1,42 ^a	74,97 ± 2,08 ^{ab}	74,49 ± 1,04 ^b
	14	77,78 ± 1,69 ^a	76,73 ± 1,34 ^a	74,87 ± 1,52 ^b
	21	77,36 ± 1,43 ^a	76,63 ± 1,63 ^{ab}	75,21 ± 1,68 ^b
	28	76,98 ± 1,02 ^a	75,70 ± 0,96 ^b	74,08 ± 1,33 ^c
Tonalidade (h°)	1	89,61 ± 1,30 ^{AB}	89,07 ± 1,07 ^{AB}	89,22 ± 0,93 ^A
	7	90,10 ± 0,26 ^A	89,50 ± 0,39 ^A	88,86 ± 0,79 ^A
	14	89,60 ± 0,29 ^{aA}	88,65 ± 0,42 ^{bb}	88,73 ± 0,59 ^{bA}
	21	89,50 ± 0,43 ^{aAB}	88,78 ± 0,62 ^{aABC}	87,84 ± 1,33 ^{bb}
	28	88,91 ± 0,62 ^{ab}	87,99 ± 0,62 ^{bc}	87,21 ± 1,37 ^{bb}
Croma (c*)	1	33,32 ± 1,48 ^{ba}	35,47 ± 1,92 ^{aA}	35,36 ± 1,71 ^{aA}
	7	31,09 ± 0,87 ^{bb}	31,67 ± 0,90 ^{bb}	33,08 ± 1,51 ^{aB}
	14	30,99 ± 0,79 ^{bb}	31,71 ± 0,74 ^{bb}	32,88 ± 1,09 ^{aB}
	21	30,59 ± 0,94 ^{bb}	31,37 ± 0,84 ^{bb}	32,89 ± 0,86 ^{aB}
	28	29,23 ± 0,66 ^{bc}	29,25 ± 1,61 ^{bc}	31,78 ± 1,49 ^{aB}
Dureza (N)	1	5,261 ± 0,011	5,265 ± 0,011 ^{AB}	5,257 ± 0,012
	7	5,259 ± 0,005	5,261 ± 0,010 ^B	5,258 ± 0,005
	14	5,268 ± 0,011	5,272 ± 0,009 ^A	5,268 ± 0,010
	21	5,264 ± 0,010	5,268 ± 0,011 ^{AB}	5,266 ± 0,012
	28	5,260 ± 0,011	5,263 ± 0,011 ^B	5,262 ± 0,009

Valores médios ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferenças significativas ($p < 0,05$) entre os tratamentos para um mesmo tempo de armazenamento usando o teste de Sidak. Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas ($p < 0,05$) entre os tempos para um mesmo tratamento usando o teste de Sidak. Ausências de letras indicam que o efeito não foi significativo ($p > 0,05$).

A elevação do pH ao longo do tempo também foi observada em outros estudos com queijos revestidos. Medeiros *et al.* (2014) verificaram que o queijo coalho armazenado a 8 °C e revestido por nano-multicamadas de alginato e lisozima teve seu pH aumentado a partir do 12° dia. Martins *et al.* (2010) observaram elevação do pH a partir do 7° dia de armazenamento a 4 °C em ricota revestida com formulação preparada com galactomanana de *Gleditsia triacanthos* e incorporada de nisina.

Os valores de acidez titulável tiveram um pequeno aumento até o dia 7 para os queijos PC e PRP e até o dia 14 para o PRE, em seguida, reduziram (Tabela 1), corroborando o resultado do pH. A diminuição da acidez foi menos intensa para o queijo PRE. Medeiros *et al.* (2014) também verificaram uma menor redução para o queijo coalho revestido em comparação ao não revestido. Já Silva (2016) observou que a acidez titulável de queijo muçarela se manteve constante por 60 dias a 7 °C em estufa BOD.

Ressalta-se que os baixos valores de pH, em torno de 5, e a presença de ácidos orgânicos e outros compostos de origem microbiana em queijos dificultam o crescimento de patógenos (NUNEZ; CALZADA; OLMO, 2020). Portanto, a aplicação de revestimentos comestíveis que reduzem o pH da superfície do alimento pode minimizar a proliferação microbiana (GUILBERT; GONTARD, 2005). Dessa forma, o revestimento com a formulação contendo o extrato das folhas de nespereira propiciou ao queijo maior acidez, o que o torna uma melhor escolha para tal finalidade.

Os queijos muçarela apresentaram teor de umidade em torno de 40%, sendo classificados como de média umidade (36,0 a 45,9%) de acordo com o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade dos Queijos (BRASIL, 1996). Como a perda de peso dos queijos foi muito pequena, menor que 1%, não foi observada grande variação da umidade ao longo dos dias de armazenamento, principalmente para os queijos revestidos ($p > 0,05$). Verificou-se também que estes queijos apresentaram menor umidade que o controle em todos os tempos avaliados. Isso pode ser devido à imersão do queijo controle em água destilada, o que propiciou um maior teor de umidade nessa amostra. Soleimani-Rambod *et al.* (2018) também verificaram que queijos cheddar revestidos com mucilagem de linhaça ou goma xantana apresentaram menor umidade que o controle a 60 e 90 dias de armazenamento (8 °C). Segundo esses autores, revestimentos com alta propriedade hidrofílica causam maior absorção de água, acarretando redução do teor de umidade no alimento revestido.

Os parâmetros colorimétricos dos queijos estão apresentados na Tabela 1. A luminosidade, que define a amostra entre a cor escura (0) e clara (100), não diferenciou significativamente ($p > 0,05$) entre os tempos para cada tratamento, e os valores para todas as amostras tendem para a coloração mais clara, o que é desejável para o queijo muçarela. Observa-se que no primeiro dia de análise, todos os queijos não diferiram quanto à luminosidade ($p > 0,05$). Contudo, no sétimo dia, o queijo PRE se tornou menos claro que o controle enquanto que tal comportamento só ocorreu no 28º dia para o PRP. Ao contrário do obtido, Zhong, Cavender e Zhao (2014) verificaram que os queijos muçarela revestidos com alginato de sódio foram mais claro ($L^* = 80,3$ a $81,7$) que o controle ($L^* = 76,8$) e que ao longo de 14 dias de armazenamento todas as amostras se tornaram mais escuras ($L^* = 62,6$ a $75,4$ e $L^*_{\text{controle}} = 57,7$). Essa variação entre os estudos depende das características do leite utilizado na produção do queijo bem como da coloração da solução de revestimento.

Os valores para tonalidade dos queijos tratados estão entre 87,21 e 90,10, ou seja, estão próximos do ângulo de 90°, indicativo da coloração amarela (KONICA MINOLTA, 2015), que é proveniente dos β -carotenos existentes no leite (SILVA, 2016). A tonalidade das amostras diminuiu levemente durante o armazenamento, com maior redução para os queijos revestidos a partir do 14º dia.

O croma está relacionado com a intensidade de cor. Todos os queijos apresentaram redução deste parâmetro a partir do 7º dia de armazenamento, mantendo-se constante até o final para o queijo PRE. Para os queijos controle e PRP, houve mais uma queda significativa ($p < 0,05$) no dia 28. Contudo, o queijo PRE foi o que exibiu a maior intensidade de cor. Como visto no capítulo 4, o filme com extrato a 4% foi o que apresentou maior valor de croma, assim, provavelmente, alguns compostos presente no extrato foram transferidos para o queijo PRE.

Portanto, esses resultados indicam que o revestimento contendo extrato das folhas de nespereira foi o que mais interferiu na cor do queijo. Desta forma, é sugerida a avaliação sensorial destes queijos a fim de verificar se a alteração da coloração será perceptível pelos provadores e se influenciará na aceitação dos mesmos.

Silva (2016) investigou os parâmetros colorimétricos do queijo muçarela, sem aplicação de qualquer revestimento, ao longo de 60 dias de armazenamento, a 7°C em BOD, e verificou redução da luminosidade (de 60,39 para 53,98) e do croma (de 18,29 para 16,46), enquanto que a tonalidade pouco variou (87,66 - 86,74). Observa-

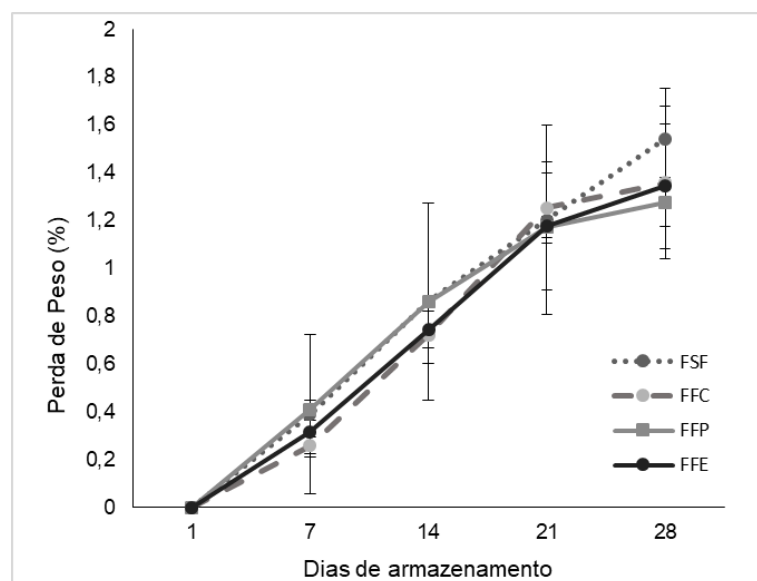
se que luminosidade e croma são inferiores ao dos queijos do presente estudo, indicando que o tipo de leite tem forte influência nestes parâmetros.

A textura dos queijos é influenciada principalmente pela distribuição dos glóbulos de gordura na matriz proteica (LOBATO-CALLEROS *et al.*, 2007). Para avaliar qualquer alteração nesta característica, o parâmetro mais avaliado é a dureza, que é a força empregada para causar uma deformação e está relacionada com a proteólise e o teor de água do queijo (MOLINA-HERNÁNDEZ *et al.*, 2020). A dureza dos queijos avaliados praticamente se manteve constante ao longo do armazenamento, com pouca diferenciação para o PRP ($p < 0,05$) e não houve diferença significativa entre os dias de armazenamento para PC e PRE. Além disso, os valores entre os tratamentos também não se diferenciaram. A dureza está correlacionada com a perda de peso e de umidade e, neste estudo, a variação destes três parâmetros foi pequena. E apesar de os queijos PRP e PRE terem apresentado menor umidade em relação ao controle, a dureza não foi alterada. Portanto, o revestimento não influenciou a dureza dos queijos muçarela em pedaço, assim, os queijos, inclusive o controle, mantiveram a textura característica para o muçarela durante os 28 dias de análise, o que é desejável. Diferentemente ao relatado neste estudo, Zhong, Cavender e Zhao (2014) observaram aumento da dureza durante o armazenamento por 14 dias do queijo muçarela controle e revestido com diferentes formulações, devido à evaporação da água. E a maior parte dessas amostras foi menos dura que o queijo não revestido. Segundo esses autores, a aplicação do revestimento hidratou os queijos, causando essa redução.

3.2. Queijos fatiados e interfolhados

A perda de peso dos queijos fatiados durante o armazenamento a 4 °C está representada na Figura 2. Observa-se que essa perda foi aumentando ao longo do tempo. Para o queijo FSF, variou de 0,39 a 1,54%, para o queijo FFC de 0,24 a 1,36%, para FFP de 0,41 a 1,28% e para o FFE de 0,31 a 1,34%, não havendo diferença significativa entre os tratamentos ($p > 0,05$) em todos os dias avaliados. Portanto, tanto o filme comercial quanto os filmes comestíveis não afetaram a perda de peso em comparação ao queijo sem filme, diferindo do comportamento observado para os queijos revestidos.

Figura 2 - Perda de peso (%) dos queijos fatiados e interfolhados durante os dias de armazenamento



As barras de erro indicam o desvio padrão da média (n = 3). FSF: queijo fatiado sem filme; FFC: queijo fatiado com filme comercial; FFP: queijo fatiado com filme padrão da farinha da casca de banana; FFE: queijo fatiado com filme contendo o extrato das folhas de nespereira.

Na Tabela 2 estão apresentados os valores de pH dos queijos fatiados. Houve aumento para todos os tratamentos ao longo do tempo, sendo maior nos queijos FSF e FFC na maioria dos dias analisados. Portanto, os filmes comestíveis foram mais protetores para os queijos, ao minimizarem a elevação do pH. Isso também foi observado pela análise de acidez (Tabela 2), cujos valores reduziram a partir do 14º dia para todas as amostras, mas para os queijos com filmes comestíveis, a acidez foi ligeiramente maior ($p < 0,05$) em comparação aos queijos FSF e FFC, na maioria dos dias. Esses dados estão consistentes com o resultado dos queijos em pedaços. Este comportamento pode ser devido à provável contaminação microbiana, já que no dia 28, os queijos de todos os tratamentos apresentaram pontos brancos na superfície e lateral das fatias, sendo que em algumas fatias dos queijos FSF e FFC foram observadas manchas esverdeadas, provavelmente, de colônias de fungos. Assim, pela avaliação visual, pode ser que os filmes comestíveis FFP e FFE exerceram algum efeito antimicrobiano.

A elevação do pH também foi observada por Bonilla e Sobral (2019) a partir do 3º dia de armazenamento, em queijos prato fatiados cobertos com filme de quitosana, gelatina e extrato de boldo armazenados a 4 °C.

Tabela 2 - Características físico-químicas dos queijos fatiados sem filme (FSF), com filme comercial (FFC), com filme padrão da farinha da casca de banana (FFP), e com o filme contendo o extrato das folhas de nespereira (FFE) durante os dias de armazenamento

Variável	Dias	Tratamentos			
		FSF	FFC	FFP	FFE
pH	1	5,79 ± 0,04 ^{aC}	5,81 ± 0,05 ^{aC}	5,70 ± 0,07 ^{bC}	5,67 ± 0,03 ^{bD}
	7	5,69 ± 0,01 ^{abD}	5,71 ± 0,05 ^{aD}	5,60 ± 0,02 ^{cD}	5,65 ± 0,03 ^{bD}
	14	5,81 ± 0,03 ^{aC}	5,79 ± 0,02 ^{aC}	5,69 ± 0,01 ^{cC}	5,74 ± 0,02 ^{bC}
	21	5,86 ± 0,02 ^B	5,86 ± 0,03 ^B	5,84 ± 0,02 ^B	5,83 ± 0,03 ^B
	28	6,21 ± 0,07 ^{aA}	6,09 ± 0,03 ^{bA}	5,95 ± 0,03 ^{aA}	5,93 ± 0,04 ^{aA}
Acidez titulável (%)	1	2,01 ± 0,04 ^{bA}	1,96 ± 0,21 ^{bA}	2,26 ± 0,04 ^{aA}	2,25 ± 0,08 ^{aA}
	7	2,00 ± 0,05 ^{cA}	1,99 ± 0,06 ^{cA}	2,34 ± 0,11 ^{aA}	2,14 ± 0,08 ^{bAB}
	14	1,78 ± 0,07 ^{bB}	2,03 ± 0,03 ^{aA}	2,06 ± 0,07 ^{aB}	2,09 ± 0,08 ^{aB}
	21	1,55 ± 0,07 ^{bC}	1,50 ± 0,05 ^{bB}	1,79 ± 0,12 ^{aC}	1,69 ± 0,04 ^{aC}
	28	1,19 ± 0,05 ^{dD}	1,44 ± 0,13 ^{cB}	1,73 ± 0,06 ^{aC}	1,61 ± 0,06 ^{bC}
Umidade (%)	1	41,22 ± 0,58 ^{bB}	42,08 ± 0,27 ^{aA}	37,84 ± 0,07 ^{dB}	39,10 ± 0,33 ^{cA}
	7	41,55 ± 1,10 ^{aAB}	41,67 ± 0,24 ^{aAB}	38,99 ± 1,00 ^{bAB}	39,01 ± 1,45 ^{bA}
	14	41,31 ± 0,99 ^{aAB}	40,61 ± 1,15 ^{abAB}	39,02 ± 0,44 ^{bAB}	39,17 ± 0,46 ^{bA}
	21	42,28 ± 0,39 ^{aA}	41,22 ± 0,79 ^{aB}	39,38 ± 0,10 ^{bA}	39,23 ± 0,68 ^{bA}
	28	41,80 ± 0,48 ^{aAB}	40,94 ± 0,57 ^{aAB}	38,81 ± 0,44 ^{bAB}	38,99 ± 1,36 ^{bA}
Luminosidade (L*)	1	72,88 ± 1,53 ^{bC}	74,96 ± 0,68 ^{aC}	70,81 ± 1,86 ^{cD}	71,11 ± 2,20 ^{cD}
	7	79,89 ± 1,02 ^{aB}	78,44 ± 0,96 ^{bB}	77,68 ± 1,50 ^{bcAB}	76,74 ± 1,44 ^{cB}
	14	79,76 ± 0,82 ^{aB}	80,48 ± 1,06 ^{aA}	77,91 ± 0,81 ^{bB}	78,04 ± 1,43 ^{bA}
	21	81,48 ± 1,06 ^{aA}	80,24 ± 1,86 ^{bA}	78,84 ± 0,70 ^{cA}	75,99 ± 1,55 ^{dB}
	28	81,31 ± 0,61 ^{aA}	78,76 ± 1,54 ^{bB}	74,09 ± 1,50 ^{cC}	73,53 ± 2,06 ^{cC}
Tonalidade (h°)	1	87,12 ± 0,40 ^{bB}	88,16 ± 0,41 ^{aA}	86,54 ± 1,11 ^{bcA}	86,27 ± 0,87 ^{cA}
	7	85,38 ± 0,57 ^{bC}	86,71 ± 0,49 ^{aB}	86,58 ± 0,98 ^{aA}	85,67 ± 1,36 ^{bAB}
	14	87,95 ± 0,52 ^{aA}	88,55 ± 0,42 ^{aA}	86,85 ± 0,48 ^{bA}	85,15 ± 1,59 ^{cB}
	21	88,23 ± 0,32 ^{aA}	88,62 ± 0,52 ^{aA}	86,56 ± 0,60 ^{bA}	84,98 ± 1,50 ^{cB}
	28	87,53 ± 0,32 ^{aAB}	88,36 ± 0,58 ^{aA}	85,44 ± 0,86 ^{bB}	82,82 ± 1,95 ^{cC}
Croma (c*)	1	35,98 ± 1,22 ^{aC}	32,94 ± 2,21 ^{bB}	30,47 ± 2,50 ^{cB}	33,32 ± 2,91 ^{bC}
	7	36,64 ± 1,47 ^{bBC}	36,93 ± 1,29 ^{bA}	43,04 ± 1,47 ^{aA}	44,30 ± 3,60 ^{aB}
	14	38,62 ± 1,57 ^{cAB}	36,94 ± 2,33 ^{cA}	42,42 ± 1,10 ^{bA}	46,30 ± 3,55 ^{aA}
	21	36,36 ± 0,32 ^{cC}	36,21 ± 2,20 ^{cA}	41,61 ± 1,52 ^{bA}	45,16 ± 4,46 ^{aAB}
	28	39,00 ± 1,64 ^{cA}	35,45 ± 1,47 ^{dA}	42,28 ± 1,29 ^{bA}	46,14 ± 4,10 ^{aAB}
Dureza (N)	1	5,263 ± 0,007	5,259 ± 0,005	5,259 ± 0,004	5,258 ± 0,003
	7	5,259 ± 0,012	5,259 ± 0,010	5,257 ± 0,009	5,256 ± 0,006
	14	5,264 ± 0,012	5,267 ± 0,011	5,267 ± 0,006	5,265 ± 0,008
	21	5,264 ± 0,012	5,262 ± 0,008	5,260 ± 0,008	5,261 ± 0,005
	28	5,265 ± 0,007	5,267 ± 0,008	5,264 ± 0,011	5,264 ± 0,009

Valores médios ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferenças significativas ($p < 0,05$) entre os tratamentos para um mesmo tempo de armazenamento usando o teste de Sidak. Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas ($p < 0,05$)

entre os tempos para um mesmo tratamento usando o teste de Sidak. Ausências de letras indicam que o efeito não foi significativo ($p > 0,05$).

Em relação à umidade, o mesmo comportamento observado para os queijos em pedaços foi verificado nos queijos fatiados e interfolhados. Houve pouca variação durante os 28 dias de análise (37,94 a 42,28%), diferindo significativamente ($p < 0,05$) apenas as amostras dos dias 1 e 21 para a maioria dos queijos. Além disso, os queijos com os filmes comestíveis apresentaram menor teor de umidade que os queijos FSF e FFC, provavelmente, os filmes comestíveis absorveram água dos queijos durante o armazenamento, devido sua hidrofiliçidade. Isso pode ser vantajoso, pois uma menor umidade no alimento pode minimizar a contaminação microbiana. Diferente do resultado encontrado neste estudo, Bonilla e Sobral (2019) observaram que os queijos prato fatiados e cobertos com filme de quitosana, gelatina e extrato de boldo, armazenados a 4 °C por 10 dias, apresentaram maior teor de umidade que o controle devido, possivelmente, à baixa permeabilidade ao vapor de água deste tipo de filme.

Em alguns tipos de queijos, a redução no teor de umidade pode aumentar a dureza, prejudicando a qualidade (Costa *et al.*, 2018). Como a dureza se manteve constante durante o armazenamento e não houve diferença significativa entre os tratamentos ($p > 0,05$) (Tabela 2), a menor umidade obtida nos queijos FFP e FFE não afetou tal parâmetro de qualidade. Este resultado foi semelhante aos dos queijos em pedaços.

Na tabela 2, observa-se também os valores para os parâmetros colorimétricos. As luminosidades dos queijos FSF e FFC se elevaram ao longo dos dias de armazenamento, enquanto que os queijos com os filmes comestíveis exibiram aumento inicial com queda posterior, a partir do dia 21 para o queijo FFP e do dia 14 para o FFE. Além disso, esses queijos foram menos claros que os demais, em todos os dias avaliados. Já Bonilla e Sobral (2019) observaram pouca variação de L^* (84,6 a 86,6), tanto do queijo prato fatiado controle quanto aqueles contendo filmes comestíveis. Provavelmente, o pouco tempo de armazenamento (10 dias) empregado no estudo desses autores não foi suficiente para causar uma maior alteração da luminosidade.

Os valores de tonalidade dos queijos fatiados estão próximos a 90°, como observado para os queijos em pedaços, indicando que são amarelos, com pouca variação durante o armazenamento. O queijo FFE foi o que teve os menores valores

do ângulo, principalmente a partir do 14º dia, diferindo significativamente ($p < 0,05$) dos demais, tendendo a um tom amarelado mais escuro.

Quanto à intensidade da cor, os queijos com os filmes comestíveis apresentaram um aumento após o primeiro dia, com pouca alteração entre o 7º e o 28º dia. O queijo FFE, a partir do 14º dia, exibiu os maiores valores do croma, corroborando os dados de tonalidade, apresentando uma coloração amarelada mais intensa. A intensidade da cor dos queijos FSF e FFC foi pouco variável ao longo dos dias e entre eles. Esses dados, de modo geral, podem indicar que os filmes comestíveis, por terem cor amarelo-amarronzada, exerceram efeito sobre os queijos, possivelmente houve transferência de compostos para os queijos, principalmente aqueles provenientes do extrato das folhas de nespereira, já que o queijo FFE foi o que mais se diferenciou dos queijos FSF e FFC. Portanto, assim como para os queijos em pedaços, a formulação com extrato das folhas de nespereira influenciou significativamente a cor dos queijos.

4. CONCLUSÃO

A aplicação do revestimento comestível nos queijos muçarela em pedaços foi vantajosa ao minimizar a perda de peso e a redução da acidez, com destaque para a formulação contendo o extrato das folhas de nespereira. Contudo, esta cobertura promoveu uma coloração amarelada mais intensa aos queijos. Para a dureza, os revestimentos não tiveram influência durante a vida útil.

Em relação aos queijos fatiados, o pH e a acidez titulável foram os únicos em que a aplicação dos filmes comestíveis foi benéfica, ao causar menor redução da acidez. Além disso, os queijos contendo os filmes comestíveis apresentaram o mesmo período de validade que o queijo contendo o filme comercial, o que é desejável, indicando que o filme sintético pode ser substituído por um material biodegradável, como o filme à base de farinha da casca de banana.

Diante desses resultados, o emprego de filmes e revestimentos comestíveis preparados a partir de um resíduo agroalimentar e adicionado de extrato vegetal em queijos é promissor, podendo ser um material alternativo para a indústria alimentícia, considerando os aspectos ambientais e de segurança alimentar.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARQUELAU, P. B. F. *et al.* Characterization of edible coatings based on ripe “Prata” banana peel flour. *Food Hydrocolloids*, v. 89, p. 570–578, 2019.

AZIZ, A. *et al.* Comparative antimicrobial, phytotoxic and hemagglutination potential of *Eriobotrya japonica* leaf extract and its zinc nano – particles. *Pakistan Journal of Botany*, v. 49, n. 5, p. 1917-1924, 2017.

BONILLA, J.; SOBRAL, P. J. A. Gelatin-chitosan edible film activated with Boldo extract for improving microbiological and antioxidant stability of sliced Prato cheese. *International Journal of Food Science and Technology*, v. 54, p. 1617–1624, 2019.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Secretaria de Defesa Agropecuária, Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal DIPOA. Portaria nº 146 de 07 de março de 1996. Regulamentos Técnicos de Identidade e Qualidade dos Produtos Lácteos. *Diário Oficial da União*, Brasília, 11 mar. 1996.

CAETANO, K. S. *et al.* Characterization of active biodegradable films based on cassava starch and natural compounds. *Food Packaging and Shelf Life*, v. 16, p. 138–147, 2018.

CAZÓN, P. *et al.* Polysaccharide-based films and coatings for food packaging: A review. *Food Hydrocolloids*, v. 68, p. 136-148, 2017.

CERQUEIRA, M. A. *et al.* Use of galactomannan edible coating application and storage temperature for prolonging shelf-life of “Regional” cheese. *Journal of Food Engineering*, v. 97, p. 87–94, 2010.

COSTA, M. J. *et al.* Use of edible films and coatings in cheese preservation: Opportunities and challenges. *Food Research International*, v. 107, p. 84-92, 2018.

DEHGHANI, S.; HOSSEINI, S. V.; REGENSTEIN, J. M. Edible films and coatings in seafood preservation: A review. *Food Chemistry*, v. 240, p. 505–513, 2018.

DELFANIAN, M.; KENARI, R. E.; SAHARI, M. A. Antioxidant activity of loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) fruit peel and pulp extracts in stabilization of soybean oil during storage conditions. *International Journal of Food Properties*, v. 18, p. 2813–2824, 2015.

FARKYE, N. Y.; FOX, P. F. Objective indices of cheese ripening. *Trends in Food Science & Technology*, p. 37-40, Agosto, 1990.

GUILBERT, S.; GONTARD, N. Agro-polymers for edible and biodegradable films: review of agricultural polymeric materials, physical and mechanical. In: HAN, J. H. *Innovations in Food Packaging*. Elsevier Ltd, p. 263-276, 2005.

KONICA MINOLTA. *Compreendendo o Espaço de Cor CIE L*a*b**. 2015. Disponível em: < <https://sensing.konicaminolta.us/br/blog/compreendendo-o-espaco-de-cor-cie-lch/>>. Acesso em: 05 maio 2020.

LOBATO-CALLEROS, C. *et al.* Microstructure and texture of white fresh cheese made with canola oil and whey protein concentrate in partial or total replacement of milk fat. *Food Research International*, v. 40, p. 529–537, 2007.

MA, L. *et al.* Recent developments in novel shelf life extension technologies of fresh-cut fruits and vegetables. *Trends in Food Science & Technology*, v. 64, p. 23-38, 2017.

MARTINS, J. T. *et al.* Shelf life extension of ricotta cheese using coatings of galactomannans from nonconventional sources incorporating nisin against *Listeria monocytogenes*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 58, p. 1884-1891, 2010.

MEDEIROS, B. G. S. *et al.* Physical characterization of an alginate/lysozyme nanolaminate coating and its evaluation on 'coalho' cheese shelf life. *Food and Bioprocess Technology*, v. 7, p. 1088-1098, 2014.

MEI, J. *et al.* Characterization of edible starch–chitosan film and its application in the storage of Mongolian cheese. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 57, p. 17–21, 2013.

MOLINA-HERNÁNDEZ, J. B. *et al.* Edible coating based on achira starch containing garlic/oregano oils to extend the shelf life of double cream cheese. *Revista Facultad Nacional de Agronomía*, v. 73, n. 1, p. 9099-9108, 2020.

MUSCAT, D. *et al.* Comparative study of film forming behaviour of low and high amylose starches using glycerol and xylitol as plasticizers. *Journal of Food Engineering*, v. 109, n. 2, p. 189-201, 2012.

NUNEZ, M.; CALZADA, J.; OLMO, A. High pressure processing of cheese: Lights, shadows and prospects. *International Dairy Journal*, v. 100, 104558, 2020.

OTONI, C. G *et al.* Recent advances on edible films based on fruits and vegetables—A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, v.16, p. 1151-1169, 2017.

PIERRO, P. D. *et al.* Chitosan/whey protein film as active coating to extend Ricotta cheese shelf-life. *LWT – Food Science and Technology*, v. 44, p. 2324-2327, 2011.

PIÑEROS-HERNANDEZ, D. *et al.* Edible cassava starch films carrying rosemary antioxidant extracts for potential use as active food packaging. *Food Hydrocolloids*, v. 63, p. 488-495, 2017.

SILVA, Thamara Evangelista. *Indicadores de qualidade em queijo muçarela durante armazenamento*. 2016. 58 f. Dissertação (Mestrado em Zootecnia) - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, 2016.

SILVA, V. D. M. *et al.* Bioactive activities and chemical profile characterization using paper spray-mass spectrometry of extracts of the *Eriobotrya japonica* Lindl. leaves. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, v. 34, e8883, p. 1-12, 2020a.

SILVA, V. D. M. *et al.* Biodegradable edible films based on ripe banana peel and starch enriched with extract of *Eriobotrya japonica* leaves. *Food Bioscience*, v. 38, 100750, 2020b.

SILVA, V. D. M. *et al.* Use of Paper Spray-Mass Spectrometry to determine the chemical profile of ripe banana peel flour and evaluation of its physicochemical and antioxidant properties. *Química Nova*, v. 43, n. 5, p. 579-585, 2020c.

SOARES, L.; RODRIGUES, F. *G1 Sul de Minas, Minas dos Queijos*. 20/05/2019. Disponível em: <<https://g1.globo.com/mg/sul-de-minas/minas-dos-queijos/noticia/2019/05/20/com-25percent-da-producao-nacional-mg-aposta-no-queijo-como-saida-para-crise-e-geracao-de-renda.ghtml>>. Acesso em: 21 abril 2020.

SOLEIMANI-RAMBOD, A. *et al.* The effect of xanthan gum and flaxseed mucilage as edible coatings in cheddar cheese during ripening. *Coatings*, v. 8, n. 80, p. 1-14, 2018.

WANG, Q. *et al.* Novel edible coating with antioxidant and antimicrobial activities based on whey protein isolate nanofibrils and carvacrol and its application on fresh-cut cheese. *Coatings*, v. 9, n. 583, p. 1-15, 2019.

YOUSSEF, A. M. *et al.* Development of bionanocomposite materials and its use in coating of Ras cheese. *Food Chemistry*, v. 270, p. 467-475, 2019.

ZHONG, Y.; CAVENDER, G.; ZHAO, Y. Investigation of different coating application methods on the performance of edible coatings on Mozzarella cheese. *LWT - Food Science and Technology*, v. 56, p. 1-8, 2014.