

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
FACULDADE DE FARMÁCIA

MARIA CLARA COUTINHO MACEDO

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES COMPOSTOS
POR RESÍDUO DE MARACUJÁ (*Passiflora edulis f. Flavicarpa*) COM
EXTRATO DAS FOLHAS DE ORA-PRO-NÓBIS (*Pereskia aculeata* Miller)**

Belo Horizonte
2023

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
FACULDADE DE FARMÁCIA

MARIA CLARA COUTINHO MACEDO

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES COMPOSTOS
POR RESÍDUO DE MARACUJÁ (*Passiflora edulis f. Flavicarpa*) COM
EXTRATO DAS FOLHAS DE ORA-PRO-NÓBIS (*Pereskia aculeata* Miller)**

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

Coorientador: Prof. Dr. Christiano Vieira Pires – Universidade Federal de São João del-Rei

Belo Horizonte

2023

M141d Macedo, Maria Clara Coutinho.

Desenvolvimento e caracterização de filmes compostos por resíduo de maracujá (*Passiflora edulis f. Flavicarpa*) com extrato das folhas de ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller) [recurso eletrônico] / Maria Clara Coutinho Macedo. – 2023.

1 recurso eletrônico (154 f. : il.) : pdf

Orientadora: Camila Argenta Fante.
Coorientador: Christiano Vieira Pires.

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

Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Sustentabilidade – Teses. 2. Embalagem de alimentos – Teses. 3. Resíduos agroalimentares – Teses. 4. Farinhas – Teses. 5. Extratos vegetais – Teses. 6. Filmes comestíveis – Teses. I. Fante, Camila Argenta. II. Pires, Christiano Vieira. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Faculdade de Farmácia. IV. Título.

CDD: 664.8



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
FACULDADE DE FARMÁCIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DE ALIMENTOS

FOLHA DE APROVAÇÃO

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES COMPOSTOS POR RESÍDUO DE MARACUJÁ
(*Passiflora edulis f. Flavicarpa*) COM EXTRATO DAS FOLHAS DE ORA-PRO-NÓBIS (*Pereskia aculeata*
Miller)**

MARIA CLARA COUTINHO MACEDO

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 24 de novembro de 2023, pela banca constituída pelos membros:

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

Dra. Marina de Souza Ladeira - UFMG

Profa. Dra. Maria Aparecida Vieira Teixeira Garcia - UFMG

Profa. Dra. Camila Gonçalves Rodrigues - UFSJ

Prof. Dr. Leandro Soares de Oliveira - UFMG

Assinatura dos membros da banca examinadora:



Documento assinado eletronicamente por **Marina de Souza Ladeira, Técnica de Laboratório**, em 24/11/2023, às 15:48, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Camila Argenta Fante, Professora do Magistério Superior**, em 24/11/2023, às 16:01, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Leandro Soares de Oliveira, Professor do Magistério Superior**, em 28/11/2023, às 10:21, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Maria Aparecida Vieira Teixeira Garcia, Professora do Magistério Superior**, em 07/12/2023, às 11:24, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Camila Gonçalves Rodrigues, Usuária Externa**, em 18/12/2023, às 18:15, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.ufmg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **2834374** e o código CRC **7AC50BD5**.

Referência: Processo nº 23072.237200/2020-20

SEI nº 2834374

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por sempre me guiar, orientar, e por ter me dado saúde e força para superar as dificuldades. A Nossa Senhora, por sua poderosa intercessão em minha vida. A Eles minha eterna gratidão e maior dedicação.

Ao meu filho Benício e afilhada Marina, pelo amor incondicional.

Aos meus pais Jose Eloi e Alcina Aparecida, e a minha irmã Laura por todo o carinho e apoio.

Ao Edilson por sempre me auxiliar com companheirismo.

Ao meu coorientador, Professor Dr Christiano Vieira Pires, pela oportunidade, confiança e por todos ensinamentos desde sempre.

A minha orientadora, Professora Dr^a Camila Argenta Fante, por todas instruções.

A Viviane Medeiros e Débora Vitor, que sempre estiveram ao meu lado, ao longo deste trabalho.

A todos os amigos e técnicos da UFMG e UFSJ.

Por todas as conquistas, que Deus seja glorificado.

RESUMO

O desenvolvimento de filmes biodegradáveis à base de resíduos agroalimentares combinados com aditivos naturais é uma tecnologia promissora na indústria de alimentos e que tem crescido nos últimos anos. Neste contexto, este estudo desenvolveu filmes biodegradáveis a partir da Farinha da Casca do Maracujá (FCM) amarelo (*Passiflora edulis f. Flavicarpa*) adicionado de extrato das folhas de ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller), e caracterizou as propriedades físicas, mecânicas, de barreira, microscópicas, antioxidantes, químicas e morfológicas. Inicialmente foi realizada a obtenção da FCM, para tanto, a casca do maracujá foi submetida a desidratação em estufa com circulação forçada de ar a 60 ± 5 °C por 24 horas e fragmentadas em liquidificador. A FCM apresentou coloração clara, granulometria heterogênea, elevado teor de carboidratos, carotenoides e compostos fenólicos totais com atividade antioxidante. Para elaboração de extratos etanólicos das folhas de ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller), verificou-se como diferentes tempos de extração ultrassônica (10, 20, 30 e 40 minutos) podem influenciar no perfil fitoquímico, atividade antioxidante e antibacteriana. O extrato obtido em extração ultrassônica por 20 minutos (EO20) demonstrou melhores resultados frente a inibição bacteriana. Dessa forma, o EO20 foi escolhido como aditivo a ser incorporado nos filmes elaborados com a FCM. Diante desses resultados, desenvolveu-se um filme controle de amido, um Filme Padrão (FPCM) apenas com a FCM e três filmes com a FCM adicionados de extrato das folhas de ora-pro-nóbis nas concentrações de 12,50% (FOR1); 6,24% (FOR2) e 3,10% (FOR3) p/p em relação à solução filmogênica. A microscopia eletrônica de varredura revelou que a adição do extrato nas concentrações utilizadas, foi capaz de melhorar a homogeneidade dos filmes, tornando-os mais densos, com menores rachaduras e estrutura mais lisa. O FPCM e os filmes com adição de extrato não diferiram entre si estatisticamente para espessura, solubilidade, resistência à tração, alongamento e resistência à perfuração, além de não se verificar grandes alterações no espectro infravermelho dos filmes, que demonstraram baixa permeabilidade ao vapor de água. Através da espectrometria de massas por *paper spray* (EM-PS), identificou-se 66 compostos químicos nos filmes desenvolvidos nos modos de ionização positivo e negativo. A adição do extrato

nos filmes, possibilitou um aumento significativo do teor de compostos fenólicos totais e da atividade antioxidante. Diante dos resultados, pôde-se inferir que esta pesquisa foi capaz de evidenciar um grande potencial no uso da casca do maracujá, um resíduo agroindustrial e das folhas de ora-pro-nóbis, uma planta ainda pouco explorada tecnologicamente e na alimentação humana.

Palavras-chave: Sustentabilidade; embalagem de alimentos; resíduos agroalimentares.

ABSTRACT

The development of biodegradable films based on agro-food waste combined with natural additives is a promising technology in the food industry and has grown in recent years. In this context, this study developed biodegradable films from the yellow Passion Fruit Peel Flour (FCM) (*Passiflora edulis f. Flavicarpa*) added from extract from the leaves of ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller), and characterized the physical, mechanical, barrier, microscopic, antioxidant, chemical and morphological properties. Initially, the MHR was obtained, so the passion fruit hull was subjected to dehydration in an oven with forced air circulation at 60 ± 5 °C for 24 hours and fragmented in a blender. MF showed light coloration, heterogeneous granulometry, high carbohydrate content, carotenoids and total phenolic compounds with antioxidant activity. For the elaboration of ethanolextracts from the leaves of ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller), it was verified how different ultrasonic extraction times (10, 20, 30 and 40 minutes) can influence phytochemical profile, antioxidant and antibacterial activity. The extract obtained in ultrasonic extraction for 20 minutes (EO20) showed better results against bacterial inhibition. Thus, the EO20 was chosen as an additive to be incorporated in films prepared with FCM. In view of these results, a starch control film, a Standard Film (FPCM) was developed only with the FCM and three films with the FCM added extract from the leaves of ora-pro-nóbis at concentrations of 12.50% (FOR1); 6.24% (FOR2) and 3.10% (FOR3) w/w in relation to the filmogenic solution. Scanning electron microscopy revealed that the addition of the extract in the concentrations used was able to improve the homogeneity of the films, making them denser, with smaller cracks and smoother structure. The FPCM and the films with addition of extract did not differ statistically for thickness, solubility, tensile strength, elongation and puncture resistance, besides not showing major changes in the infrared spectrum of the films, which demonstrated low permeability to water vapor. Through paper spray mass spectrometry (EM-PS), 66 chemical compounds were identified in films developed in positive and negative ionization modes. The addition of the extract in the films allowed a significant increase in the content of total phenolic compounds and antioxidant activity. In view of the results, it was possible to infer that this research was able to evidence a great

potential in the use of passion fruit bark, an agro-industrial residue and the leaves of ora-pro-nóbis, a plant still little explored technologically and in human food.

Keywords: Sustainability; food packaging; agri-food waste.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	- Área da seção transversal
Abs	- Absorbância
ABTS	- 2,2-azino-bis (ácido 3-etilbenzotiazolina-6-sulfônico) sal diamônio
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
CA	- Carvão ativado
CIM	- Concentração inibitória mínima
CLSI	- <i>Clinical and Laboratory Standards Institute</i>
cm	- centímetro
CMH	- Caldo Muller-Hinton
d	- Distância
DCCR	- Delineamento composto central rotacional
DP	- Deformação à perfuração
DPPH	- 2,2-difenil-1-picril-hidrazil
EAG	- Equivalente de ácido gálico
EM-PS	- Espectrometria de massas por <i>paper spray</i>
ET	- Equivalentes de Trolox
EO10	- Extrato obtido das folhas de ora-pro-nóbis extraídas por 10 minutos
EO20	- Extrato obtido das folhas de ora-pro-nóbis extraídas por 20 minutos
EO30	- Extrato obtido das folhas de ora-pro-nóbis extraídas por 30 minutos
EO40	- Extrato obtido das folhas de ora-pro-nóbis extraídas por 40 minutos
FAS	- Fibra alimentar solúvel
FAI	- Fibra alimentar insolúvel
FCM	- Farinha da casca do maracujá amarelo
FDA	- <i>Food and Drug Administration</i>
F _{max}	- Força máxima
FOPN	- Farinha das folhas de ora-pro-nóbis
FOR1	- Filme adicionados de extrato das folhas de ora-pro-nóbis (12,5%)
FOR2	- Filme adicionados de extrato das folhas de ora-pro-nóbis (6,24%)
FOR3	- Filme adicionados de extrato das folhas de ora-pro-nóbis (3,1%)
FPCM	- Filme padrão apenas com a farinha da casca do maracujá

FOS	- Fruto-oligossacarídeos
FRAP	- <i>Ferric Reducing Antioxidant Power</i>
g	- Grama
GRAS	- <i>Generally recognized as safe</i>
h	- Hora
h°	- Ângulo hue ou tonalidade da cor
IC ₅₀	- Concentração para diminuir 50% da concentração inicial de DPPH
L	- Linear
L*	- Luminosidade
ME	- Módulo elástico
MEV	- Microscopia eletrônica de varredura
min	- Minutos
mL	- Mililitros
mm	- Milímetros
MPa	- Megapascal
MRSA	- <i>Staphylococcus aureus</i> resistente à meticilina
N	- Newton
n	- Número amostral
nm	- Nanômetros
ΔP	- Diferença de pressão de vapor
pi	- Peso inicial
pf	- Peso final
p/p	- Peso por peso
p/t	- Perda de peso por unidade de tempo
p/v	- Peso por volume
PANC	- Planta Alimentícia Não Convencional
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
Trolox	- 6-Hidroxi-2,5,7,8-tetrametilchroman-2-ácido carboxílico ()
UFC	- Unidade formadora de colônia
UR	- Umidade relativa

- v/v - Volume por volume
- ε - Taxa de alongamento à ruptura

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	12
2. OBJETIVOS	13
2.1 Objetivo geral	13
2.2 Objetivos específicos	Erro! Indicador não definido.
3. REVISÃO DE LITERATURA.....	14
3.1 Maracujá.....	14
3.1.1 Reaproveitamento da casca do maracujá	17
3.2 Revestimentos comestíveis biodegradáveis.....	18
3.2.1 Processo de obtenção dos revestimentos por <i>casting</i>	20
3.2.2 Filmes Ativos	22
3.2.3 Ora-pro-nóbis	23
REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	25
CAPÍTULO 1.....	40
DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DA FARINHA DO RESÍDUO DE MARACUJÁ, PELO PERFIL QUÍMICO POR ESPECTROMETRIA DE MASSAS POR PAPER SPRAY E AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES ANTIOXIDANTES, FÍSICO-QUÍMICAS E MICROSCÓPICAS.	40
RESUMO.....	40
1. INTRODUÇÃO.....	41
2. MATERIAL E MÉTODOS	42
2.1 Material.....	42
2.2 Métodos.....	42
2.2.1 Obtenção da farinha das cascas de maracujá (FCM)	42
2.2.2 Coloração	42
2.2.3 Composição centesimal e teor de amido.....	43
2.2.4 Espectroscopia no Infravermelho	43
2.2.5 Microscopia eletrônica de varredura	43
2.2.6 Granulometria.....	44
2.2.7 Preparação do extrato de compostos bioativos da farinha da casca do maracujá.....	44
2.2.8 Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante	45
2.2.9 Carotenoides	45
2.2.10 Determinação do perfil de compostos fenólicos	45
2.2.11 Perfil químico.....	46
2.3 Análise Estatística	46
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
3.1 Caracterização da farinha da casca de banana	46
3.1.1 Coloração	47
3.1.2 Composição centesimal e teor de amido.....	47
3.1.3 Espectroscopia no Infravermelho	49
3.1.4 Microscopia eletrônica de varredura	51
3.1.5 Granulometria.....	53
3.1.6 Compostos Fenólicos Totais e Atividade Antioxidante	53
3.1.7 Carotenoides	55
3.1.8 Determinação do perfil de compostos fenólicos	56
3.1.9 Perfil químico.....	58

4. CONCLUSÃO.....	65
REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	65
CAPÍTULO 2.....	74
DETERMINAÇÃO DO PERFIL FITOQUÍMICO, ATIVIDADE BIOLÓGICA, ANTIOXIDANTE, E CARACTERIZAÇÃO MICROSCÓPICA DAS FOLHAS E EXTRATOS DE <i>PERESKIA ACULEATA</i> MILLER OBTIDOS POR DIFERENTES TEMPOS DE EXTRAÇÃO ULTRASSÔNICA	74
RESUMO.....	74
1. INTRODUÇÃO.....	75
2. MATERIAL E MÉTODOS	76
2.1 Material.....	76
2.1.1 Reagentes químicos e linhagens bacterianas	76
2.1.2 Amostragem de plantas.....	76
2.2 Métodos.....	77
2.2.1 Liofilização.....	77
2.2.2 Preparo dos extratos	77
2.2.3 Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante	78
2.2.4 Identificação e quantificação de compostos fenólicos.....	78
2.2.5 Atividade da atividade antibacteriana	78
2.2.6 Espectroscopia no infravermelho	79
2.2.7 Microscopia eletrônica de varredura	80
2.2.8 Perfil Químico por espectrometria de massas por <i>paper spray</i>	80
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	81
3.1 Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante	81
3.2 Identificação e quantificação de compostos fenólicos.....	83
3.3 Avaliação da atividade antibacteriana	86
3.4 Espectroscopia no infravermelho	88
3.5 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	89
3.6 Perfil Químico por espectrometria de massas por <i>paper spray</i>	91
4. CONCLUSÃO	98
REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	99
CAPÍTULO 3.....	107
DESENVOLVIMENTO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS ATIVOS A PARTIR DO RESÍDUO DO MARACUJÁ COM EXTRATO DE ORA-PRO-NÓBIS	107
RESUMO.....	107
1. INTRODUÇÃO.....	108
2. MATERIAL E MÉTODOS	109
2.1 Material.....	109
2.2 Métodos.....	109
2.2.1 Obtenção da farinha da casca de maracujá	109
2.2.2 Obtenção do extrato hidroalcoólico das folhas de ora-pro-nóbis.....	110
2.2.3 Obtenção dos filmes ativos biodegradáveis	110
2.2.4 Caracterização dos Filmes	111
2.2.4.1 Potencial hidrogeniônico (pH) das soluções filmogênicas.....	111
2.2.4.2 Espessura dos filmes	111
2.2.4.3 Solubilidade em água.....	111
2.2.4.4 Permeabilidade ao vapor de água.....	112
2.2.4.5 Propriedades Mecânicas	112
2.2.4.6 Propriedades colorimétricas	114
2.2.4.7 Compostos Fenólicos Totais e Atividade Antioxidante	114

2.2.4.8 Biodegradabilidade.....	115
2.2.4.9 Perfil químico.....	115
2.2.4.10 Microscopia eletrônica de varredura.....	115
2.3 Análise Estatística	116
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	116
4. CONCLUSÃO	142
REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	142

1. INTRODUÇÃO

As principais funções das embalagens de alimentos é conferir maior proteção aos mesmos e garantir a sua conservação, permitindo uma ampla distribuição (LANDIM *et al.*, 2016).

Entretanto, grande parte das embalagens de alimentos são de fontes petroquímicas, que após o uso geram quantidade significativa de resíduos não biodegradáveis que são altamente prejudiciais ao meio ambiente (HASSAN *et al.*, 2018).

Nesse contexto, ao longo dos últimos anos estudos têm surgido com objetivo de desenvolver embalagens a partir de matérias primas naturais e de fontes renováveis, que apresentem interações com os produtos no qual são aplicadas, tais como as embalagens ativas, que são adicionadas de aditivos funcionais e que também possam ser biodegradáveis (SILVA, 2020)^a.

Essas novas embalagens de alimentos podem ser classificadas como revestimentos e filmes biodegradáveis e também apresentam um importante papel no processo de conservação dos alimentos (GALUS e KADZIŃSKA, 2015).

O uso dos filmes e revestimentos tem se destacado por serem uma das formas mais econômicas de preservação dos alimentos, pelo uso de matérias-primas renováveis, abundantes na natureza, não poluentes, biodegradáveis e baratas, que muitas vezes são subprodutos agroalimentares provenientes do lixo doméstico ou das indústrias de processamento de alimentos (CAZÓN *et al.*, 2017; DEHGHANI; HOSSEINI e REGENSTEIN, 2018).

A casca do maracujá amarelo (*Passiflora edulis f. Flavicarpa*) é um exemplo de resíduo da indústria de alimentos com interessantes propriedades constitucionais. A casca do maracujá representa mais de 50% do peso da fruta, caracterizando-se como um resíduo industrial com altos teores de vitaminas, ferro, cálcio, fósforo, sódio, fibras e pectina (SOUZA *et al.*, 2020).

Atualmente a indústria de alimentos detém o maior consumo da fruta para o processamento do suco de maracujá, portanto, o reaproveitamento do resíduo para o desenvolvimento de filmes biodegradáveis pode ser uma opção mais

rentável do que o simples descarte, transformando esse resíduo em um subproduto (PINHEIRO *et al.*, 2008).

A *Pereskia aculeata* Miller, popularmente conhecida como ora-pro-nóbis é considerada uma planta alimentícia não convencional (PANC) que pertence à família Cactaceae, nativa das Américas e amplamente encontrada no sudoeste do Brasil (MACIEL; YOSHIDA e GOYCOOLEA, 2019).

As folhas de ora-pro-nóbis são ricas em minerais, proteínas de alta qualidade, vitaminas, fibras, mucilagem, demonstram importante atividade antioxidante, antimicrobiana e nenhuma citotoxicidade (GARCIA *et al.*, 2019a; GLERIEIDE e GARCIA, 2016; MACIEL *et al.*, 2020).

A ora-pro-nóbis ainda é uma planta subexplorada, sua utilização de forma sustentável pode ser uma forma de agregação de renda e um modo de possibilitar a descoberta de novas características funcionais e de aplicação desse alimento (MACIEL *et al.*, 2020).

Neste contexto, a utilização dos resíduos agroalimentares como a casca do maracujá para elaboração de filmes ativos biodegradáveis com adição de extrato das folhas de ora-pro-nóbis além de contribuir para o meio ambiente, minimizando o impacto ambiental pela não geração de resíduos, também pode aumentar o tempo de conservação de alimentos, viabilizando sua comercialização por mais tempo e, contribuindo para o desenvolvimento científico na área de Ciência e Tecnologia de Alimentos.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Desenvolver e caracterizar filmes ativos comestíveis biodegradáveis com farinha da casca de maracujá *Passiflora edulis f. Flavicarpa*, contendo extrato das folhas de *Pereskia aculeata* Mill.

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Maracujá

Uma das primeiras frutas que os descobridores conheceram nas Américas foi o maracujá, que na língua tupi significa “alimento em formato de cuia” (PIRES e CONCEIÇÃO, 2011).

O maracujá é da família Passifloraceae do gênero *Passiflora*, representando grande importância econômica e ampla distribuição geográfica (CAUZ-SANTOS *et al.*, 2017).

O gênero *Passiflora* L., inclui mais de 500 espécies de maracujá, sendo essa variabilidade evidenciada por aspectos morfológicos, agrônomicos e ecológicos, a variabilidade genética é a que mais contribui para as diferentes características moleculares e do fruto (D’ABADIA *et al.*, 2020).

No Brasil, apenas duas espécies possuem interesse para produção comercial: *Passiflora edulis* usado para suco e *Passiflora alata* conhecido como “maracujá doce” (FARIA *et al.*, 2020).

Cerca de 97% da área destinada ao plantio de maracujá é da espécie *Passiflora edulis* f. *Flavicarpa*, conhecido como maracujazeiro-azedo ou amarelo (JUNIOR; FUZITANI e NOMURA, 2014).

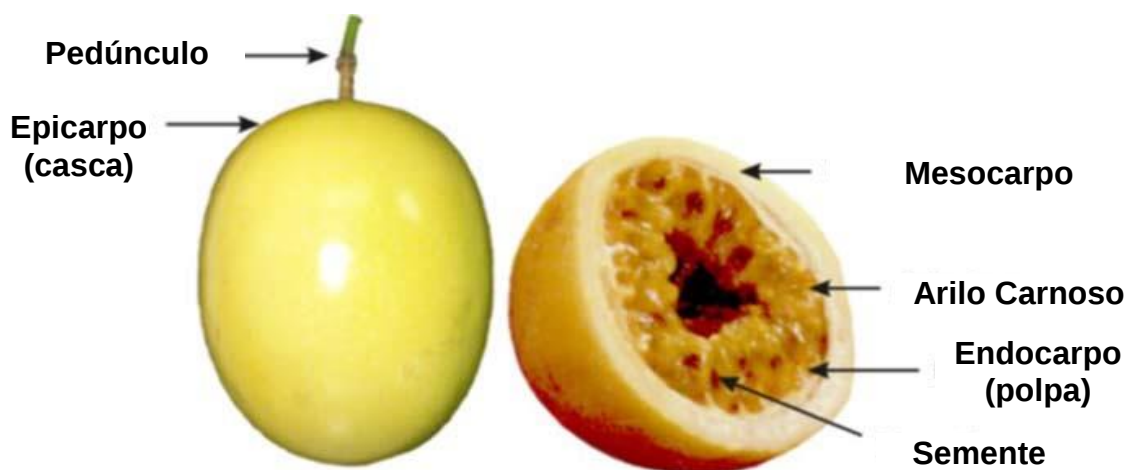
O maracujá-amarelo é um fruto originário da América Tropical, é uma espécie tanto de clima tropical quanto subtropical. O cultivo desse fruto ocorre em regiões ausentes de geadas severas, e no Brasil, o maracujá-amarelo é o mais cultivado e comercializado. No ciclo de produção, são necessárias práticas especializadas de cultivo, sendo este fruto, de fácil adaptação em pequenas propriedades. Do ponto de vista econômico, é considerado um fator de renda para diversos agricultores familiares, com importância significativa na base da economia de alguns municípios e regiões do Brasil (CARVALHO; STENZEL e AULER, 2015).

O maracujá amarelo *Passiflora edulis* f. *Flavicarpa*, tem sabor e aroma muito atraentes, com o consumo podendo ser natural e seu derivados consumidos como suco concentrado, geleia, néctar, caldas, etc..(CORRÊA *et al.*, 2016; MANIWARA *et al.*, 2014).

Sendo assim, para o processamento de sucos e néctar, a indústria alimentícia é geralmente a maior responsável pela utilização desse fruto em larga escala (COELHO *et al.*, 2017).

O fruto do maracujá-amarelo (Figura 1) é do tipo baga, apresentando um formato oval ou subgloboso, demonstrando grande variação quanto ao tamanho e coloração da polpa. O tamanho médio é de 7 cm de comprimento por 6 cm de largura, e o peso pode variar entre 44 a 160 g. A casca é coriácea, e no final do período de amadurecimento tem coloração amarelo intenso. O fruto, é carnoso, as sementes são cobertas por uma espécie de gel, denominado arilo (mucilagem), onde se encontra um suco amarelo-alaranjado, extremamente aromático e nutritivo. O suco possui de 13 a 18% de sólidos solúveis, cujos principais componentes são os açúcares, sendo ele a sacarose, glicose e frutose, e cada fruto possui em média de 200 a 300 sementes (SEBRAE, 2015).

Figura 1- Imagem representativa do fruto do maracujá.



Fonte: CEASA MINAS (2014).

A produção de maracujá traz importantes benefícios econômicos e importância social em todo o mundo, cada hectare cultivado gera 3 a 4 empregos diretos e 8 a 9 indiretos com uma renda de US \$15.000 a \$ 30.000 por ano (FALEIRO e JUNQUEIRA, 2016).

No Brasil a região nordeste é a maior produtora do país, com 62% da produção nacional, com destaque para o estado da Bahia que é o maior produtor.

A produção desta fruta no Brasil atingiu mais de 680 mil toneladas em 2022 (IBGE, 2022), tornando o Brasil o maior produtor mundial desse fruto (FARIA et al., 2023).

A versatilidade da produção da cultura do maracujá no Brasil, se dá por multifatores como o clima tropical e subtropical com luminosidade, volumes hídricos ideais, condições climáticas e variedades mais resistentes de plantio. Sendo que em conjunto, todas essas condições proporcionam maior longevidade às plantas, produzindo por ano três safras em média, além da menor incidência de pragas e doenças (BORGES; TONON e SILVA, 2019).

O maracujá é uma fruta fonte de vitaminas, minerais e antioxidantes, com excelente aceitação em todo o mundo (MONTEIRO et al., 2019).

Uma das características principais do maracujá é a sua polpa ácida que propicia sabor bastante representativo desse fruto ao seu suco e derivados (MOURA et al., 2019).

A vários anos nas indústrias de alimentos, farmacêutica, de cosméticos e nutricionais, as espécies de *Passiflora* têm sido altamente estudadas tanto para propósitos laboratoriais, quanto para produtos industriais (GUO et al., 2020).

Na indústria farmacêutica o maracujá é altamente requerido por conter maracugina e passiflorina, que são substâncias usadas para a produção de calmantes. A casca do maracujá é rica em pectina, vitamina B3, ferro, cálcio e fósforo (CÓRDOVA et al., 2005).

Tanto a polpa quanto a casca do maracujá contém altos teores de compostos fenólicos, ácidos graxos, tocoferóis e carotenoides que apresentam propriedades protetoras contra muitas doenças cardiovasculares e câncer (HATAMI et al., 2020).

Através da análise de compostos fenólicos pode-se quantificar o teor destes que em grande maioria combatem radicais livres atuando como inibidores em vários processos de deterioração de alimentos.

3.1.1 Reaproveitamento da casca do maracujá

A utilização industrial do maracujá para elaboração de produtos alimentícios, gera em média 54,000 toneladas de subprodutos por ano no Brasil (LÓPEZ-VARGAS *et al.*, 2013), apresentando variação de acordo com a produção.

O reaproveitamento de resíduos industriais como a casca do maracujá pelo uso de tecnologias, possibilita a diminuição do impacto ambiental pela redução de resíduos sólidos, agregação de valor e possibilidade de diversificação de novos produtos alimentícios com considerável valor nutritivo (RONDA *et al.*, 2017; THYBERG e TONJES, 2017).

O interesse pela casca do maracujá que é composta por flavedo (parte amarela) e albedo (parte branca) tem crescido nos últimos anos, por ser um produto de grande descarte pelas indústrias, chegando a representar 69,63% do peso da fruta, o restante é composto por 26,78% de suco e 3,59% das sementes (DOS SANTOS *et al.*, 2017).

A casca do maracujá pode ser reaproveitada como fonte principal de matéria-prima de ingredientes funcionais tais como fibras (60 a 70%) e substâncias fitoquímicas como alcaloides, flavonoides, carotenoides entre outros de uso em terapias médicas, além de apresentar versatilidade em utilizações industriais pelo seu valor agregado de pectina (ABBOUDA *et al.*, 2019; VUOLO; LIMA E JUNIOR, 2019; XIONG *et al.*, 2019).

A casca do maracujá é rica em compostos como cálcio, sódio e potássio, podendo ser utilizada como complemento em alimentos (NASCIMENTO *et al.*, 2020).

Na Tabela 1, são apresentados alguns autores que trabalharam com a casca do maracujá, e mostraram sua utilização no enriquecimento e elaboração de novos produtos.

Tabela 1 - Utilização da casca do maracujá na elaboração de novos produtos.

Produto	Referência
---------	------------

Barra de cereal	(AMBRÓSIO e RAMOS, 2012)
Filmes	(NASCIMENTO; CALADO e CARVALHO, 2012)
logurte probiótico	(ESPÍRITO-SANTO <i>et al.</i> , 2013)
Biscoito	(PADILHA e BASSO, 2015)
Bolo	(OZORES; STORCK e FOGAÇA, 2015)
Pão	(DAMASCENO <i>et al.</i> , 2018)
Massa alimentícia fresca	(RIBEIRO <i>et al.</i> , 2018)
Bolos	(OLIVEIRA <i>et al.</i> , 2019 ^a)
Sorbetto	(MONTEIRO <i>et al.</i> , 2019)
Sorvete	(CARLOS <i>et al.</i> , 2019)
Mistura para omelete	(ASSIS <i>et al.</i> , 2020)
Biscoito	(NASCIMENTO <i>et al.</i> , 2020)
Doces	(SILVA <i>et al.</i> , 2020 ^b)

Sendo assim, obter produtos de interesse industrial, a partir do processamento adequado da casca do maracujá, possibilita a otimização da economia das unidades de processamento, inovações tecnológicas, bem como a redução dos impactos ambientais.

3.2 Revestimentos comestíveis biodegradáveis

Os alimentos são importantes fontes de vitaminas, minerais, fibras entre outros compostos constitucionais, e que com o passar do tempo mudanças fisiológicas e bioquímicas começam a acontecer principalmente em frutas e hortaliças pela produção de etileno com consequente aumento da taxa respiratória e desenvolvimento fúngico (MARINGGAL *et al.*, 2019).

Com isso, diversos métodos de conservação de alimentos são utilizados a fim de promover o aumento da vida útil dos alimentos e garantir suas características sensoriais e nutricionais, dentre esses se tem o uso de filmes e revestimentos que vem ganhando cada vez mais destaque por apresentar características de fácil implementação, baixo custo e bons resultados na melhora da conservação dos alimentos (DA SILVA; ROMANI e MARTINS, 2020).

Os revestimentos biodegradáveis podem ser divididos entre filmes e coberturas, cuja a diferença se encontra na forma de obtenção e aplicação sobre os alimentos. As coberturas se caracterizam por serem uma suspensão aplicada diretamente sobre o produto, e que depois de seco torna-se um filme. Enquanto que os filmes são uma membrana delgada que é pré-formada separada do produto que, em seguida, é aplicado sobre o alimento (ASSIS e BRITTO, 2014).

Revestimentos biodegradáveis são geralmente produzidos com materiais biológicos ou biopolímeros, que são amplamente encontrados na natureza como polissacarídeos, proteínas, lipídios e/ou sua combinação, sendo todos esses materiais de baixo custo e não poluentes do meio ambiente, uma vez que podem ser biodegradáveis (BRODIN *et al.*, 2017).

Esses biopolímeros podem ser tanto de origem animal quanto de origem vegetal como por exemplo as proteínas do soro de leite, caseína, soja, milho, leguminosas, os polissacarídeos como derivados de celulose, carragena, quitosana, pululana, alginatos ou amidos, e nos lipídios as ceras, goma-laca, ácidos graxos, e nos polímeros sintéticos pode-se dar como exemplo o acetato de polivinila (FELLOWS, 2019).

Filmes e revestimentos a base de polissacarídeos geralmente possuem uma estrutura com pouca flexibilidade conferindo ao material uma estrutura frágil e quebradiça. Assim é de suma importância a incorporação de um plastificante na estrutura desses materiais para que o mesmo possa exercer as propriedades mecânicas dos filmes. Os benefícios dependerão do tipo e concentração em que o plastificante será aplicado. Os plastificantes são substâncias amplamente usados na categoria de aditivos com intuito de proporcionar uma melhoria nas propriedades mecânicas de biomateriais, como flexibilidade e processabilidade (GAO; POLLET e AVÉROUS, 2017).

Os plastificantes são aditivos essenciais nos revestimentos e películas protetoras cuja base seja um biopolímero, pois, serão observadas melhorias na sua flexibilidade, diminuição da fragilidade, manutenção da integridade, deformação sem ruptura, ausência de poros e fissuras na matriz polimérica e manuseio de filmes (COBOS *et al.*, 2018).

A diferenciação básica entre filmes e coberturas está na forma de produção e aplicação em um produto, os filmes são pré-formados para posterior

aplicação sobre a superfície do alimento, enquanto que as coberturas são elaboradas e depositadas diretamente sobre o alimento (PASCALL e LIN, 2013).

No processo de formação dos revestimentos, deve-se escolher quais são os tipos de biopolímeros e plastificantes que serão utilizados na elaboração desses novos materiais, afim de se obter propriedades desejadas frente a solubilidade em água e permeabilidade ao vapor de água. Podem também ser utilizados filmes a base de soluções emulsionadas, que podem encapsular compostos bioativos ou de interesse, e contribuir para uma liberação controlada (DAMMAK; LOURENÇO e SOBRAL; 2019; XU *et al.*, 2020).

Os 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. Apresentam diversas características estruturais, que são dependentes da formulação da solução filmogênica (ASSIS e BRITTO, 2014).

O termo “comestível” implica nos compostos usados na elaboração do revestimento e filme serem GRAS (*generally recognized as safe*), ou seja, substâncias geralmente reconhecidas como seguras pelo *Food and Drug Administration* (FDA) (ASSIS e BRITTO, 2014).

Os revestimentos comestíveis biodegradáveis, estão ganhando cada vez mais importância, uma vez que dão resposta a vários desafios relacionados a tecnologia de alimentos, como o armazenamento e aumento na vida de prateleira dos produtos alimentares, surgindo como uma alternativa para reduzir os efeitos prejudiciais impostos pelo processamento dos alimentos (ASSIS e BRITTO, 2014).

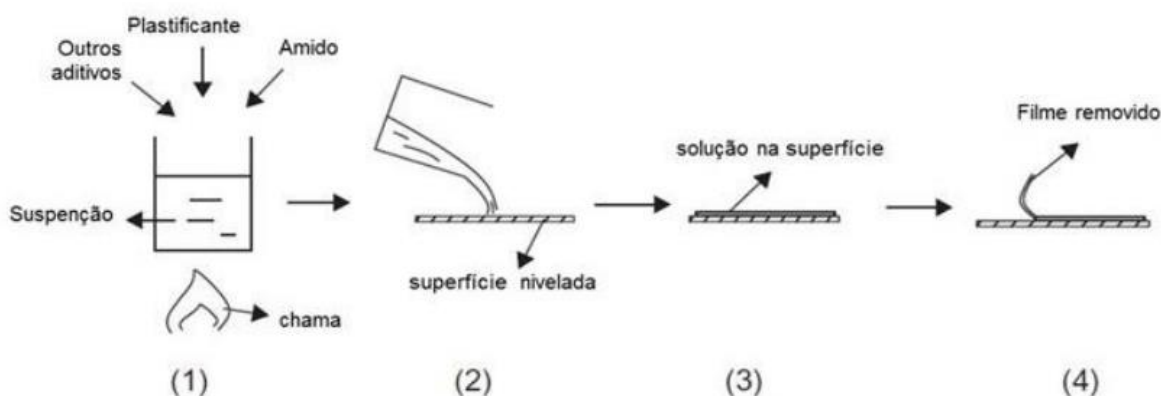
3.2.1 Processo de obtenção dos revestimentos por *casting*

A elaboração de revestimentos seja de filmes que também podem ser denominados de bioplásticos ou de coberturas, se dão a partir de uma solução filmogênica, desenvolvida basicamente por três componentes: um agente formador de filme (biopolímero), um solvente e um plastificante (SILVA; BRINQUES; GURAK, 2020^a), sendo importante enfatizar que cada um desses componentes confere características distintas para os revestimentos, quando utilizados em diferentes concentrações.

A maior parte dos filmes poliméricos são desenvolvidos pelo método de *casting* através da homogeneização dos componentes constitucionais sob um determinado tempo e temperatura, e posteriormente a solução é depositada sobre um suporte em estufa ou à temperatura ambiente (PACHECO, 2016).

Na etapa inicial, um determinado biopolímero é adicionado em um recipiente e solubilizado no solvente, sob agitação em uma determinada temperatura, posteriormente, são adicionados o agente plastificante e outros aditivos. Já na segunda etapa, a suspensão formadora de filme é depositada sobre um molde ou superfície, sendo então submetida à secagem. Geralmente, este processo de secagem é realizado em estufas com circulação de ar forçado ou secadores de bandejas, em temperaturas entre 30 °C e 40 °C durante 12 a 48 horas (PAGNO, 2016).

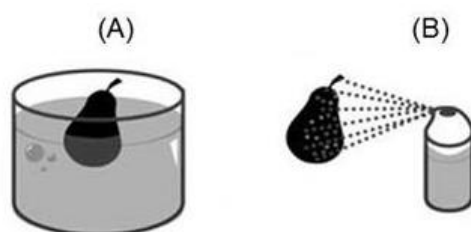
Figura 2- Imagem do esquema de obtenção de filmes pelo método de casting: (1) formulação de suspensão (solução filmogênica) de amido, (2) solução filmogênica depositada sobre um molde ou superfície, (3) resfriamento e secagem. (4) remoção do filme formado.



Fonte: PAGNO (2016)

As coberturas são aplicadas diretamente sobre a superfície do alimento por imersão (Figura 2 A), quando este é mergulhado em recipiente com a solução filmogênica, ou pela pulverização (Figura 2 B) da solução filmogênica diretamente sobre o alimento que, posteriormente, é deixado em repouso a temperatura ambiente ou refrigerado (DAS; DUTTA e MAHANTA, 2013).

Figura 3 - Imagem representativa da aplicação de coberturas comestíveis pelo método de (A) imersão e (B) pulverização.



Fonte: PAGNO (2016).

Após esse processo, o solvente é então evaporado e ocorre a formação da película (filme).

3.2.2 Filmes Ativos

Um filme ativo pode ser definido como um bioplástico no qual compostos antimicrobianos ou antioxidantes foram adicionados, intencionalmente e de maneira controlada, para beneficiar o desempenho da embalagem. Com isso podem ser observada melhorias diante dos aspectos sensoriais, de segurança e qualidade do alimento revestido com o filme ativo (FILHO, 2020).

Os filmes ativos são utilizados para aumentar a vida útil do produto no qual foi aplicado, esses filmes atuam em pontos importantes para a conservação do produto, como o sequestro de oxigênio, manutenção da umidade, controle de temperatura, liberação controlada de produtos químicos como óleos essenciais e ácidos naturais ou uma combinação desses efeitos (FABRA; LÓPEZ e LAGARON, 2016).

Esses compostos adicionados nos filmes ativos intencionalmente, podem atuar como emulsionantes, antioxidantes, antimicrobianos, nutracêuticos, saborizantes, corantes, melhorando a qualidade do alimento (DEHGHANI; HOSSEINI e REGENSTEIN, 2018; YOUSUF; QADRI e SRIVASTAVA, 2018).

Nos últimos anos vários trabalhos vêm sendo realizados a fim de se desenvolver filmes ativos, dentre os filmes ativos desenvolvidos pode-se enfatizar os a base de amido de mandioca, a partir de resíduos da indústria vinícola, de cascas de banana, incorporados com óleos essenciais, a base de farinha de grão de bico com ácido gálico, com extrato de pele de metilcelulose e jambolão, entre outros (ARQUELAU *et al.*, 2019; DA SILVA; ROMANI e MARTINS, 2020; DIAS e REIS, 2019; GALVÁN *et al.*, 2019; KOCAKULAK; SUMNU e SAHIN, 2019; QIN *et al.*, 2019).

CHANG *et al.*, (2017) elaboraram um sachê antifúngico com óleo essencial de orégano (*Origanum vulgare L.*) microencapsulado, que demonstrou atividade contra o fungo *Dickeya chrysanthemi* quando aplicado em alface, o qual reduziu até 2 log.UFC.g⁻¹.

Já SILVA *et al.*, (2020)^C desenvolveram um filme ativo inteligente a base de soro de leite com extrato da casca de jaboticaba para o acondicionamento de queijos que atuou como um indicador da qualidade desses produtos.

Ao desenvolverem filmes de acetato de celulose incorporados com cafeína e ácido acético CARNEIRO *et al.*, (2020) verificaram que os filmes incorporados com cafeína mostraram efeito antimicrobiano sobre a *Salmonella enteritidis*.

Dessa forma, o desenvolvimento de filmes incorporados com compostos bioativos, pode aumentar a eficiência dos revestimentos que irão atuar como agentes ativos interagindo diretamente com o alimento (RODRIGUES; SIQUEIRA e SANTANA, 2020).

A elaboração de filmes com essas propriedades é um ramo promissor na pesquisa, pois além de proporcionar características funcionais aos filmes, promove um maior aproveitamento de resíduos e subprodutos, reduzindo assim a poluição.

3.2.3 Ora-pro-nóbis

Pereskia aculeata Miller. popularmente conhecida como ora-pro-nóbis, groselha de barbados, cacto-maçã, cacto-folha ou cacto-rosa é uma espécie tropical perene, de cultivo fácil, nativa da América tropical e muito comum em diversos lugares no Brasil (SOUZA *et al.*, 2020)^a.

A ora-pro-nóbis pertence à família *Cactaceae*, da espécie *Pereskia aculeata*, é de manuseio simples e sua prevalência ocorre em lugares de sol intenso e temperatura acima de 25 °C. É classificada como arbusto ou erva daninha, que possui nutrientes essenciais, especialmente proteínas variando entre 17,4% e 28,4%, com 85% de digestibilidade (GLERIEIDE; GARCIA, 2016).

As folhas de ora-pro-nóbis se destacam pelos altos níveis de proteínas e minerais como cálcio, magnésio, manganês, zinco e ferro, e algumas pesquisas evidenciaram que as folhas de ora-pro-nóbis possuem atividade antimicrobiana contra determinadas bactérias gram-positivas e gram-negativas, devido a presença de fitoquímicos com ampla intensidade de atividade antibiótica (GARCIA *et al.*, 2019b; SOUZA, L. F. *et al.*, 2016).

Além disso, as folhas de ora-pro-nóbis são ricas em fibra alimentar total, mucilagem e vitaminas (AMADO *et al.*, 2017; GARCIA *et al.*, 2019^b).

As folhas de ora-pro-nóbis contêm grandes quantidades de compostos bioativos, conferindo a essa planta atividade antioxidante, antimicrobiana e antitumoral e não apresentam nenhuma citotoxicidade em células normais (DA SILVA *et al.*, 2014; MORAIS *et al.*, 2019; SOUZA *et al.*, 2016).

Além de ser usada na alimentação humana, estudos também evidenciam o uso da ora-pro-nóbis como fonte para extração de hidrocolóides (AMADO *et al.*, 2017; CONCEIÇÃO *et al.*, 2013) e no tratamento de processos inflamatórios (DE CASTRO e SCIO, 2014).

SOUZA *et al.*, (2014) ao elaborarem diferentes tipos de extratos com as folhas de ora-pro-nóbis, verificaram grande quantidade de compostos bioativos e elevada atividade antioxidante.

O estudo das folhas de *Pereskia aculeata* Mill. vem ganhando grande interesse nos últimos anos por parte da comunidade científica devido aos benefícios potenciais que tem mostrado em virtude de vários estudos nela desenvolvidos (OLIVEIRA *et al.*, 2019^b) .

Diante disso, os extratos das folhas de *Pereskia aculeata* Mill. 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.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ABBOUDA, K. Y. *et al.* Gastroprotective effect of soluble dietary fibres from yellow passion fruit (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*) peel against ethanol-induced ulcer in rats. **Journal of Functional Foods**, [s. l.], v. 54, n. August 2018, p. 552–558, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jff.2019.02.003>

AGOSTINI-COSTA, T. D. A. S. *et al.* CAROTENOIDS PROFILE AND TOTAL POLYPHENOLS IN FRUITS OF *Pereskia aculeata* MILLER 1. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [s. l.], v. 34, p. 234–238, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1590/s0100-29452012000100031>

ALBUQUERQUE, P. B. S.; MALAFAIA, C. B. Perspectives on the production, structural characteristics and potential applications of bioplastics derived from polyhydroxyalkanoates. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 107, n. PartA, p. 615–625, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.09.026>

ALKARKHI, A. F. M. *et al.* Comparing physicochemical properties of banana pulp and peel flours prepared from green and ripe fruits. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 129, n. 2, p. 312–318, 2011. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.04.060>

AMADO, A. *et al.* Chemical structure and physical-chemical properties of mucilage from the leaves of *Pereskia aculeata*. **Food hydrocolloids**, [s. l.], v. 70, p. 20–28, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.03.020>

AMBRÓSIO-UGRI, M. C. B.; RAMOS, A. C. H. Elaboração de cereais com substituição parcial de aveia por farinha de casca de maracujá. **Revista Tecnológica**, [s. l.], v. 21, p. 69–76, 2012.

AOAC. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 19th. ed. Gaithersburg: [s. n.], 2012.

ARAÚJO, K. T. A. *et al.* Physical-chemical characterization of tropical fruit flour. **Revista Brasileira de Agrotecnologia**, [s. l.], v. 2, p. 110–115, 2017.

ARQUELAU, P. B. de F. *et al.* Characterization of edible coatings based on ripe “Prata” banana peel flour. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 89, p. 570–578, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.11.029>

ASSIS, O. B. G., BRITTO, D. Review: edible protective coatings for fruits: fundamentals and applications. **Brazilian Journal of Food Technology**, [s. l.], v. 17, n. 2, p. 87–97, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1590/bjft.2014.019>

ASSIS, C. S. de *et al.* Desenvolvimento, caracterização e vida de prateleira de mistura para omelete em pó enriquecida com farinha da casca de maracujá. **Brazilian Journal of Animal and Environmental Research**, v. 3, n. 3, p. 2140–2151, 2020. Available at: <https://doi.org/10.34188/bjaerv3n3-125>

ATANASOV, A. G.; WALTENBERGER, B.; PFERSCHY-WENZIG, E. Europe PMC Funders Group Discovery and resupply of pharmacologically active plant-derived natural products : A review. **Biotechnology Advances**, [s. l.], v. 33, n. 8, p. 1582–1614, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2015.08.001>.Discovery

ATMS. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics (D638). *In*: MATERIALS, A. S. for T. and (org.). **Annual book of ASTM standards**. Philadelphia: [s. n.], 2014.

ATMS. Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting (D882). *In*: MATERIALS, A. S. for T. and (org.). **Annual book of ASTM standards**. Philadelphia: [s. n.], 2012.

ATMS. Standard Test Method for Thickness Measurement of Flexible Packaging Material (F2251). *In*: MATERIALS, A. S. for T. and (org.). **Annual book of ASTM**. Philadelphia: [s. n.], 2013.

ATMS. Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials (E96/E96M). *In*: MATERIALS, A. S. for T. and (org.). **Annual book of ASTM standards**. Philadelphia: [s. n.], 2016.

BAEK, S. K.; KIM, S.; SONG, K. Bin. Characterization of Ecklonia cava Alginate Films Containing Cinnamon Essential Oils. **International journal of molecular sciences**, [s. l.], v. 19, n. 11, 2018. Available at: <https://doi.org/10.3390/ijms19113545>

BAZARGANI, M. M.; ROHLOFF, J. Antibiofilm activity of essential oils and plant extracts against Staphylococcus aureus and Escherichia coli bio fi lms. **Food Control**, [s. l.], v. 61, p. 156–164, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2015.09.036>

BORGES, J. D.; TONON, D. S.; SILVA, D. J. Produção e comercialização do maracujá-azedo em Tangará da Serra/MT, Brasil: desafios, fragilidades e oportunidades. **Revista Ibero-Americana de Ciências Ambientais**, [s. l.], v. 10, n. 2, p. 10–24, 2019. Available at: <https://doi.org/10.6008/cbpc2179-6858.2019.002.0002>

BRAZIL. Determinação de amido em farinha de mandioca , produtos amiláceos e outros. *In*: , 2014, Lanagro/RS: Porto Alegre. **Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento, Secretaria de Defesa Agropecuária, Coordenação-Geral de Laboratórios Agropecuários, Laboratório Nacional Agropecuário, Laboratório de Análises para Classificação Vegetal.**

Lanagro/RS: Porto Alegre: [s. n.], 2014.

BRODIN, M. *et al.* Lignocellulosics as sustainable resources for production of bioplastics – A review. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], v. 162, p. 646–664, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.05.209>

MONTEIRO, C. S. *et al.* SORBETTO DE MARACUJÁ ENRIQUECIDO COM FIBRAS EXTRAÍDAS DOS RESÍDUOS DO MARACUJÁ AMARELO. **Revista Engenho**, [s. l.], v. 11, p. 127–143, 2019.

CARLOS, S. A. V. *et al.* Production of cupuaçu ice cream with passion fruit peel fiber as a fat replacer. **Evidência**, [s. l.], v. 19, n. 1, p. 23–44, 2019.

CARNEIRO, J. Ê. dos S. *et al.* Atividade Antimicrobiana E Propriedades Físicas De Filmes Biodegradáveis Incorporados Com Cafeína E Ácido Acético. **Brazilian Journal of Development**, [s. l.], v. 6, n. 8, p. 60252–60262, 2020. Available at: <https://doi.org/10.34117/bjdv6n8-443>

CARVALHO, S. L. C.; STENZEL, M. C. N.; AULER, P. A. M. **Maracujá-amarelo: recomendações técnicas para cultivo no Paraná**. IAPARed. Londrina-PR, 54p., 2015.

CAUZ-SANTOS, L. A. *et al.* The chloroplast genome of *passiflora edulis* (passifloraceae) assembled from long sequence reads: Structural organization and phylogenomic studies in malpighiales. **Frontiers in Plant Science**, [s. l.], v. 8, n. March, p. 1–17, 2017. Available at: <https://doi.org/10.3389/fpls.2017.00334>

CAZÓN, P. *et al.* Polysaccharide-based films and coatings for food packaging: A review. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 68, p. 136–148, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.09.009>

CEASA MINAS. Disponível em: <http://www.ceasaminas.com.br/agroqualidademaracuja.asp>. Acesso em :07 dez.2017.

CHANG, Y. *et al.* Reduction of *Dickeya chrysanthemi* on 7 Fresh-cut Iceberg Lettuce using antimicrobial sachet containing microencapsulated 8 oregano essential oil. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], 2017. p. 361–368. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.04.043>

CHEN, X. *et al.* Critical review of controlled release packaging to improve food safety and quality. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, [s. l.], v. 59, p. 2386–2399, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1080/10408398.2018.1453778>

CLARO, M. D. L.; PÉRES-RODRIGUES, G.; TEIXEIRA, S. A. Functional properties of yellow passion fruit bark (*Passiflora edulis*) in metabolic syndrome. **DEMETRA: Alimentação, Nutrição & Saúde**, [s. l.], v. 13, n. 1, p. 181–194, 2018. Available at: <https://doi.org/10.12957/demetra.2018.28957>

CLSI. **Performance Standards for Antimicrobial Susceptibility Testing** (P. C. and L. S. Institute., Org.). Supplement. CLSI document M100-S25, Wayne: [s. n.], 2015.

COBOS, M. *et al.* Study on the effect of graphene and glycerol plasticizer on the properties of chitosan-graphene nanocomposites via in situ green chemical reduction of graphene oxide. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 114, n. 2017, p. 599–613, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.03.129>

COELHO, Emanuela M. *et al.* Physico-chemical properties, rheology and degree of esterification of passion fruit (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*) peel flour. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, [s. l.], v. 98, n. 1, p. 166–173, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1002/jsfa.8451>

COELHO, E. M. *et al.* Passion fruit peel flour – Technological properties and application in food products. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 62, p. 158–164, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.07.027>

CONCEIÇÃO, M. C. *et al.* Response surface methodology for optimization of the mucilage extraction process from *Pereskia Aculeata* Miller. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 70, p. 20–28, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.02.012>

CÓRDOVA, K. R. V *et al.* Características físico-químicas da casca do maracujá amarelo obtida por secagem. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, [s. l.], v. 23, n. 2, p. 221–230, 2005. Available at: <https://doi.org/10.5380/cep.v23i2.4491>

CORRÊA, R. C. G. *et al.* The past decade findings related with nutritional composition, bioactive molecules and biotechnological applications of *Passiflora* spp. (passion fruit). **Trends in Food Science and Technology**, [s. l.], v. 58, p. 79–95, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2016.10.006>

D'ABADIA, A. C. A. *et al.* Genetic variability of selected *passiflora alata* genotypes based on the physical characteristics of fruits. **Ciencia Rural**, [s. l.], v. 50, n. 2, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20181056>

DA SILVA FILIPINI, G.; ROMANI, V. P.; GUIMARÃES MARTINS, V. Biodegradable and active-intelligent films based on methylcellulose and jambolão (*Syzygium cumini*) skins extract for food packaging. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 109, p. 106–139, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106139>

DA SILVA, L. M. R. *et al.* Quantification of bioactive compounds in pulps and by-products of tropical fruits from Brazil. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 143, p. 398–404, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.08.001>

DAMASCENO, C. S. B. *et al.* EFFECT OF PASSION FRUIT PEEL FLOUR (*Passiflora edulis*) IN BREAD ACCEPTABILITY. Carolina. **Visão Acadêmica**, [s. l.], v. 19, p. 46–60, 2018.

DAMMAK, I.; LOURENÇO, R. V.; SOBRAL, P. J. do A. Active gelatin films incorporated with Pickering emulsions encapsulating hesperidin: Preparation and physicochemical characterization. **Journal of Food Engineering**, [s. l.], v. 240, p. 9–20, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.07.002>

DAS, D. K.; DUTTA, H.; MAHANTA, C. L. Development of a rice starch-based coating with antioxidant and microbe-barrier properties and study of its effect on tomatoes stored at room temperature. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], v. 50, n. 1, p. 272–278, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.05.018>

DE CASTRO. C. P. N.; SCIO, E. The Biological Activities and Chemical Composition of *Pereskia* Species (Cactaceae)-A Review. **Plant Foods for Human Nutrition**, [s. l.], v. 69, n. 3, p. 189–195, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1007/s11130-014-0423-z>

DE OLIVEIRA, T. A. *et al.* Influence of carnauba wax on films of poly (butylene adipate co-terephthalate) and sugarcane residue for application in soil cover (mulching). **Materials Research**, [s. l.], v. 22, p. 1–10, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2019-0040>

DEHGHANI, S.; HOSSEINI, S. V.; REGENSTEIN, J. M. Edible films and coatings in seafood preservation: A review. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 240, n. July, p. 505–513, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.07.034>

DELVAR, A. *et al.* Semi-Siccative Oils and Bioactive Fractions Isolated from Reunion Island Fruit Co-Product: Two Case Studies. **European Journal of Lipid Science and Technology**, [s. l.], v. 121, n. 4, p. 1–9, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1002/ejlt.201800391>

DIAS, H. C.; REIS, A. B. Estudo Da Viabilidade E Desenvolvimento De Filmes Ativos a Partir De Resíduos Da Indústria Vinícola. **The Journal of Engineering and Exact Sciences**, [s. l.], v. 5, n. 5, p. 0444–0451, 2019. Available at: <https://doi.org/10.18540/jcecvl5iss5pp0444-0451>

DOGARU, B.-I.; SIMIONESCU, B.; POPESCU, M.-C. Synthesis and characterization of κ -carrageenan bio-nanocomposite films reinforced with bentonite nanoclay. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 154, p. 9–17, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.03.088>

DOMÍNGUEZ-RODRÍGUEZ, G. *et al.* Revalorization of *Passiflora* species peels as a sustainable source of antioxidant phenolic compounds. **Science of the Total Environment**, [s. l.], v. 696, p. 134030, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.134030>

DOS SANTOS, V. A. *et al.* Production and fruit quality of yellow passion fruit from the cultivation of seedlings at different ages. **Revista de Ciencias Agroveterinarias**, [s. l.], v. 16, n. 1, p. 33–40, 2017. Available at: <https://doi.org/10.5965/223811711612017033>

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**, [s. l.], v. 80, n. 11, p. C2389–C2396, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1111/1750-3841.13074>

JUNIOR, E. R. D.; FUZITANI, E. J.; NOMURA, E. S. Produção de maracujá com uso de mudas avançadas no Vale do Ribeira. **Pesquisa & Tecnologia**, [s. l.], v. 11, p. 1123–1131, 2014.

ESPÍRITO-SANTO, A. P. *et al.* Rheology, spontaneous whey separation, microstructure and sensorial characteristics of probiotic yoghurts enriched with passion fruit fiber. **Food Research International**, [s. l.], v. 50, n. 1, p. 224–231, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.09.012>

FALEIRO, F. G.; JUNQUEIRA, N. T. V. J. **Maracujá: o produtor pergunta, a Embrapa responde**. Brasília, DF, (INFOTECA-E)., Embrapa Cerrados-Livro técnico, 341p, 2016.

FABRA, M. J.; LÓPEZ-RUBIO, A.; LAGARON, J. M. Use of the electrohydrodynamic process to develop active / bioactive bilayer films for food packaging applications. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 55, p. 11–18, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.10.026>

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**, [s. l.], v. 109, p. 57–64, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2015.05.015>

FARIA, G. A. *et al.* Experimental plot size of passion fruit. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [s. l.], v. 42, n. 1, p. 1–7, 2023. Available at: <https://doi.org/10.1590/0100-29452020125>

FELLOWS, P. J. Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática. *In*: PRINCÍPIOS E PRÁTICA. 4. ed. Porto Alegre: Artmed: [s. n.], 2019. p. 526–528.

FENG XIONG, XIA LI, LIHUA ZHENG, NAN HU, MENGJIA CUI, H. L. Characterization and antioxidant activities of polysaccharides from *Passiflora edulis* Sims peel under different degradation methods. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 218, n. December 2018, p. 46–52, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.04.069>

FIGUEIREDO, D. A. F. *et al.* Effects of bark flour of *Passiflora edulis* on food intake, body weight and behavioral response of rats. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, [s. l.], v. 26, n. 5, p. 595–600, 2016. Available at:

<https://doi.org/10.1016/j.bjp.2016.02.010>

FILHO, A. C. *et al.* Plot size related to numbers of treatments and replications, and experimental precision in dwarf pigeon pea. **Bragantia**, [s. l.], v. 77, n. 2, p. 212–220, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1590/1678-4499.2017085>

FILHO, L. E. P. T. de M. **Desenvolvimento de filmes ativos de poli (butileno adipato co-tereftalato) (pbat) e investigação da biodegradação em solo**. 84 f. 2020. - Universidade Federal de Pernambuco, [s. l.], 2020.

GALUS, S.; KADZIŃSKA, J. Food applications of emulsion-based edible films and coatings. **Trends in Food Science and Technology**, [s. l.], v. 45, n. 2, p. 273–283, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2015.07.011>

GALVÁN, K. L. P. *et al.* Desenvolvimento De Filmes Ativos Biodegradáveis: Filmes De Amido Incorporados Com Nanopartículas De Amido E Óleo Essencial De Orégano. **V Simpósio Internacional de Inovação e Tecnologia**, [s. l.], v. 6, n. 3, p. 137–144, 2019. Available at: <https://doi.org/10.5151/siintec2019-18>

GAO, C.; POLLET, E.; AVÉROUS, L. I. Innovative plasticized alginate obtained by thermomechanical mixing: Effect of different biobased polyols systems. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 10, p. 669–676, 2017.

GARCIA, J. A. A. *et al.* Phytochemical profile and biological activities of 'Ora-pro-nobis' leaves (*Pereskia aculeata* Miller), an underexploited superfood from the Brazilian Atlantic Forest. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 294, n. April, p. 302–308, 2019a. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.05.074>

GARCIA, J. A. A. *et al.* Phytochemical profile and biological activities of "Ora-pro-nobis" leaves (*Pereskia aculeata* Miller), an underexploited superfood from the Brazilian Atlantic Forest. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 294, n. May, p. 302–308, 2019b. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.05.074>

GLERIEIDE, L.; GARCIA, S. Relato de caso : Caracterização físico-química e aceitabilidade de paçoca produzida com amêndoa de castanha-de-caju e sua comparação com produtos comerciais. **Braz. J. Food Technol**, [s. l.], v. 18, n. 4, p. 332–336, 2016.

GONÇALVES, B. H. L. *et al.* Efeito do bioestimulante Stimulate® no desenvolvimento de mudas de maracujazeiro cv. BRS Rubi do Cerrado. **Revista de Ciências Agrárias**, [s. l.], v. 41, n. 1, p. 147–155, 2018. Available at: <https://doi.org/10.19084/rca16077>

GONÇALVES, G. A. *et al.* Effects of in vitro gastrointestinal digestion and colonic fermentation on a rosemary (*Rosmarinus officinalis* L) extract rich in rosmarinic acid. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 271, p. 393–400, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.132>

GOSS, M. J. *et al.* Peel flour of *Passiflora edulis* Var. *Flavicarpa* supplementation

prevents the insulin resistance and hepatic steatosis induced by low-fructose-diet in young rats. **Biomedicine and Pharmacotherapy**, [s. l.], v. 102, n. February, p. 848–854, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biopha.2018.03.137>

HASSAN, B. *et al.* Recent advances on polysaccharides, lipids and protein based edible films and coatings: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 109, p. 1095–1107, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.11.097>

HATAMI, T. *et al.* Integrated supercritical extraction and supercritical adsorption processes from passion fruit by-product: experimental and economic analyses. **Journal of Supercritical Fluids**, [s. l.], v. 162, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2020.104856>

HEINRICH, M. Ethnopharmacology in the 21st century – grand challenges. **Frontiers in Pharmacology**, [s. l.], v. 1, p. 1980–1982, 2010. Available at: <https://doi.org/10.3389/fphar.2010.00008>

IBGE. **Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística**. Produção brasileira de maracujá safra 2022, Disponível em: <<https://www.ibge.gov.br/explica/producao-agropecuaria/maracuja/br>> Acesso em: 19 mai 2022.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 1985.

KOCAKULAK, S.; SUMNU, G.; SAHIN, S. Chickpea flour-based biofilms containing gallic acid to be used as active edible films. **Applied Polymer science**, [s. l.], v. 47704, p. 1–9, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1002/app.47704>

LANDIM, A. P. M.; BERNARDO, C. O.; MARTINS, I. B. A.; FRANCISCO, M. R. .; SANTOS, M. B.; DE MELO, N. R. Sustainability concerning food packaging in Brazil. **Polimeros**, [s. l.], v. 26, p. 82–92, 2016.

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**, [s. l.], v. 225, p. 146–153, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.01.027>

LÓPEZ-VARGAS, J. H. *et al.* Chemical, Physico-chemical, Technological, Antibacterial and antioxidant properties of dietary fiber powder obtained from yellow passion fruit (Passiflora edulis var. flavicarpa) co-products. **Food Research International**, [s. l.], v. 51, n. 2, p. 756–763, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2013.01.055>

MACIEL, V. B. V., YOSHIDA, C. M. P., & GOYCOOLEA, F. M. (. Agronomic cultivation, chemical composition, functional activities and applications of Pereskia species - a mini review. **Current Medicinal Chemistry**, [s. l.], v. 26, n. 24, p. 4573–4584, 2019.

MACIEL, V. B. V. *et al.* Iron-rich chitosan-pectin colloidal microparticles laden with ora-pro-nobis (*Pereskia aculeata* Miller) extract. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 98, p. 1–12, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105313>

MAIA, S. M. P. C. *et al.* Passion fruit meal in the elaboration of corn cake. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, [s. l.], v. 13, n. 3, p. 328–336, 2018. Available at: <https://doi.org/10.18378/rvads.v13i3.5678>

MANIWARA, P. *et al.* The use of visible and near infrared spectroscopy for evaluating passion fruit postharvest quality. **Journal of Food Engineering**, [s. l.], v. 143, p. 33–43, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.06.028>

MARINGGAL, B. *et al.* The causal agent of anthracnose in papaya fruit and control by three different Malaysian stingless bee honeys, and the chemical profile. **Scientia Horticulturae**, [s. l.], v. 257, n. February, p. 1–9, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2019.108590>

MARQUES, S. do S. F. *et al.* Evaluation of the effects of passion fruit peel flour (*Passiflora edulis* fo. *flavicarpa*) on metabolic changes in HIV patients with lipodystrophy syndrome secondary to antiretroviral therapy. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, [s. l.], v. 26, n. 4, p. 420–426, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.bjp.2016.03.002>

MARTINO, H. S. D. *et al.* Chemical characterization and size distribution of sorghum genotypes for human consumption Caracterização química e distribuição granulométrica de genótipos de sorgo para alimentação humana. **Rev Inst Adolfo Lutz**, [s. l.], v. 71, n. 2, p. 337–344, 2012.

MARTUCCI, J. F.; RUSECKAITE, R. A. Biodegradation of three-layer laminate films based on gelatin under indoor soil conditions. **Polymer Degradation and Stability**, [s. l.], v. 94, n. 8, p. 1307–1313, 2009. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2009.03.018>

MATIAS, T. G. *et al.* Densidade aparente dos resíduos da polpa de maracujá. **Brazilian Journal of Food Technology**, [s. l.], v. 21, n. 0, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1590/1981-6723.15517>

MAZON, S. *et al.* Exploring consumers ' knowledge and perceptions of unconventional food plants : case study of addition of *Pereskia aculeata* Miller to ice cream. **Food Science and Technology**, [s. l.], v. 2061, n. 1, p. 215–221, 2020.

VUOLO, M. M.; LIMA, G. C.; JUNIOR, M. R. M. *Passiflora edulis* peel flour and health effects. In: FLOUR AND BREADS AND THEIR FORTIFICATION IN HEALTH AND DISEASE PREVENTION. In V. R. Ped. San Diego, CA, USA: Academic Press: [s. n.], 2019. p. 249–258.

MIRANDA, G.S.; SANTANA, G.S.; MACHADO B.B.; COELHO, F.P.; CARVALHO, C. A. In vitro antibacterial activity of four plant species at different

alcoholic. **Revista Brasileira de Plantas Medicinai**s, [s. l.], v. 15, n. 2002, p. 104–111, 2013.

MIRJANA Z. MURUZOVI , KATARINA G. MLADENOVIC, O. D. S.; SAVA M. VASIC, L. R. C. Extracts of Agrimonia eupatoria L . as sources of biologically active compounds and evaluation of their antioxidant , antimicrobial , and antibiofilm activities. **Journal of Fod and Drug Analysis**, [s. l.], v. 24, p. 539–547, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jfda.2016.02.007>

MONTEIRO, S. S. *et al.* Production of Probiotic Passion Fruit (*Passiflora edulis* Sims f. *Flavicarpa* Deg.) Drink Using *Lactobacillus reuteri* and Microencapsulation via Spray Drying. **Foods**, [s. l.], v. 9, n. 3, 2020. Available at: <https://doi.org/10.3390/foods9030335>

MORAIS, L. C. *et al.* Protein Recovery From Barbados Gooseberry (*Pereskia Aculeata* Miller) Leaves By Salting Out and Isoelectric Precipitation. **Revista Mexicana de Ingeniería Química**, [s. l.], v. 18, n. 2, p. 419–430, 2019. Available at: <https://doi.org/10.24275/uam/izt/dcbi/revmexingquim/2019v18n2/morais>

MOURA, H. V. *et al.* Production and characterization of passion fruit jellies with brown flaxseed seeds. **Revista Brasileira de Higiene e Sanidade Animal**, [s. l.], v. 3, n. 2, p. 218–229, 2019.

NASCIMENTO; N. C. *et al.* Elaboração de biscoito com a farinha da casca do maracujá (*Passiflora edulis*). **Research, Society and Developmen**t, [s. l.], v. 9, n. 7, p. 1–16, 2020.

NASCIMENTO, T. A.; CALADO, V.; CARVALHO, C. W. P. Development and characterization of flexible film based on starch and passion fruit mesocarp flour with nanoparticles. **Food Research International**, [s. l.], v. 49, n. 1, p. 588–595, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.07.051>

NASCIMENTO DA SILVA, M. *et al.* Physical and morphological properties of hydroxypropyl methylcellulose films with curcumin polymorphs. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 97, n. July, p. 1–10, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105217>

NATIÉLI, C. P. B. *et al.* Ultrasonic assisted extraction to obtain bioactive , antioxidant and antimicrobial compounds from marcela. **Ciência Rural**, [s. l.], v. 48, p. 1–6, 2018.

NGUYEN, N. M. P. *et al.* In vitro antioxidant activity and phenolic profiles of tropical fruit by-products. **International Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 54, n. 4, p. 1169–1178, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1111/ijfs.14093>

NOSTRO, A. *et al.* In vitro activity of plant extracts against biofilm-producing food-related bacteria. **International Journal of Food Microbiology**, [s. l.], v. 238, p. 33–39, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2016.08.024>

OLIVEIRA, F. A. de S. *et al.* Utilização de farinha de albedo de maracujá (*passiflora edulis*) na substituição parcial de farinha de trigo para a elaboração de bolos. **Brazilian Applied Science Review**, [s. l.], v. 3, n. 6, p. 2457–2468, 2019^a. Available at: <https://doi.org/10.34115/basrv3n6-013>

OLIVEIRA, N. L. *et al.* Development and characterization of biodegradable films based on *Pereskia aculeata* Miller mucilage. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], v. 130, n. August 2018, p. 499–510, 2019^b. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.01.014>

OTHMAN, S. H. *et al.* Tapioca starch films reinforced with microcrystalline cellulose for potential food packaging application. **Food Science and Technology**, [s. l.], v. 39, n. 3, p. 605–612, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1590/fst.36017>

OZORES, B.; STORCK, C. R.; FOGAÇA, A. de O. ACCEPTABILITY AND TECHNOLOGICAL CHARACTERISTICS OF CAKES ENRICHED WITH PASSION FRUIT FLOUR. **Disciplinarum Scientia. Série: Ciências da Saúde**, [s. l.], v. 16, p. 61–69, 2015.

PACHECO, L. R. E. **OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE UMA MATRIZ POLIMÉRICA A BASE DE ALGINATO COM DIFERENTES AGENTES RETICULANTES**. 74 f. 2016. - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, [s. l.], 2016.

PADILHA, T.; BASSO, C. Biscoitos Com Resíduo De Manga, Maracujá E Jaboticaba 1 Cookies With Mango, Passion Fruit and Jaboticaba Flour. **Ciências da Saúde**, [s. l.], v. 16, n. 1, p. 79–88, 2015.

PÁDUA, H. C. *et al.* YOGURT FLAVORED BANANA (MUSA AAB, subgrupo prata) FLOUR ENRICHED WITH THE BARK OF JABUTICABA (*Myrciaria jaboticaba* (vell.) Berg.). **Golobal Science and Technology**, [s. l.], v. 10, n. 1, p. 89–104, 2017.

PAGNO, C. H. **Efeito da adição de nanoestruturas, óleos essenciais e quitosana no desenvolvimento de filmes e coberturas biodegradáveis com propriedades antioxidantes e antimicrobianas**. 182 f. 2016. - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, [s. l.], 2016.

PASCALL, M. A., LIN, S. J. The Application of Edible Polymeric Films and Coatings in the Food Industry. **Journal of Food Processing & Technology**, [s. l.], v. 04, n. 02, p. 1–2, 2013. Available at: <https://doi.org/10.4172/2157-7110.1000e116>

PELISSARI, F. M. *et al.* Comparative study on the properties of flour and starch films of plantain bananas (*Musa paradisiaca*). **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 30, n. 2, p. 681–690, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2012.08.007>

PÊSSOA, G. K. A. *et al.* Carotenoid composition of berries and leaves from a Cactaceae – *Pereskia* sp. **Journal of Functional Foods**, [s. l.], v. 11, p. 178–184, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jff.2014.09.015>

PINELI, L. de L. d. O. *et al.* Antioxidants and sensory properties of the infusions of wild passiflora from Brazilian savannah: Potential as functional beverages. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, [s. l.], v. 95, n. 7, p. 1500–1506, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1002/jsfa.6852>

PINHEIRO, E. R. *et al.* Optimization of extraction of high-ester pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis flavicarpa*) with citric acid by using response surface methodology. **Bioresource Technology**, [s. l.], v. 99, n. 13, p. 5561–5566, 2008. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.10.058>

PIRES, M. M.; CONCEIÇÃO, A. O. A. R. S. J. **Maracujá: etnofarmacologia e ciência. In: Maracujá: avanços tecnológicos e sustentabilidade.** Editus-Eed. Ilheus - BA: [s. n.], 2011.

QIN, Y. *et al.* Preparation and characterization of active and intelligent packaging films based on cassava starch and anthocyanins from *Lycium ruthenicum* Murr. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 134, p. 80–90, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.05.029>

RABÊLO, S. V. *et al.* ATIVIDADE ANTIOXIDANTE E ANTIMICROBIANA DE EXTRATOS DE ATEMOIA (*Annona cherimola* Mill . x *A. squamosa* L .) 1 ANTIOXIDANT AND ANTIMICROBIAL ACTIVITY OF EXTRACTS. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [s. l.], v. 36, p. 265–271, 2014.

REGIS, S. A.; RESENDE, E. D. de; ANTONIASSI, R. Oil quality of passion fruit seeds subjected to a pulp-waste purification process. **Ciência Rural**, [s. l.], v. 45, n. 6, p. 977–984, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20140099>

RIBEIRO, A. F. C. *et al.* Effect of *Arrabidaea chica* extracts on the Ehrlich solid tumor development. **Revista Brasileira de Farmacognosia Brazilian Journal of Pharmacognosy**, [s. l.], v. 22, n. 2, p. 364–373, 2012.

RIBEIRO, T. H. S. *et al.* Physicochemical and sensory characterization of gluten-free fresh pasta with addition of passion fruit peel flour. **Ciência Rural**, [s. l.], v. 48, n. 12, p. 1–9, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20180508>

RODRIGUES, H. G. A. A.; SIQUEIRA, A. C. P.; SANTANA, L. C. L. A. Application of edible coatings based on chitosan and cassava starch incorporated with tamarind seed extract in the preservation of guavas. **Research, Society and Development**, [s. l.], v. 9, n. 6, p. 1–25, 2020.

RONDA, A. *et al.* A novel methodology to characterize and to valorize a waste by a fractionation technology. **Process Safety and Environmental Protection**, [s. l.], v. 180, p. 1–12, 2020.

/], v. 109, p. 140–150, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.psep.2017.03.037>

RUFINO, M. do S. M. *et al.* Bioactive compounds and antioxidant capacities of 18 non-traditional tropical fruits from Brazil. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 121, n. 4, p. 996–1002, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.01.037>

GUO, R. *et al.* Pectic polysaccharides from purple passion fruit peel: A comprehensive study in macromolecular and conformational characterizations. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 229, n. October 2019, p. 115406, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115406>

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**, [s. l.], v. 22, n. 3, p. 613–620, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10068-013-0122-9>

SANTOS, O. V. *et al.* Efeitos do Consumo de Produtos e Subprodutos do Maracujá (*Passiflora edulis*) nas Doenças Crônicas não Degenerativas. **Brazilian Journal of Health Review**, [s. l.], v. 2, n. 6, p. 6226–6244, 2019. Available at: <https://doi.org/10.34119/bjhrv2n6-116>

SEBRAE. *O cultivo e o mercado do maracujá*. Disponível em: <<http://www.sebrae.com.br/sites/PortalSebrae/artigos/O-cultivo-e-o-mercado-do-maracuj%C3%A1>> Acesso em 24 abr. 2015.

SILVA, D. O. *et al.* Acute Toxicity and Cytotoxicity of *Pereskia aculeata*, a Highly Nutritious Cactaceae Plant. **Journal of Medicinal Food**, [s. l.], v. 20, n. 4, p. 1–7, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1089/jmf.2016.0133>

SILVA, A. P. G. da *et al.* Ripe *Ora-pro-nobis* (*Pereskia aculeata* miller) fruits express high contents of bioactive compounds and antioxidant capacity. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [s. l.], v. 40, n. 3, p. 1–6, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1590/0100-29452018749>

SILVA, M. de L. W. J. dos S. S. A. K. L. S. P. Aproveitamento de resíduos vegetais como alternativa na fabricação de embalagens biodegradáveis. **Brazilian Journal of Development**, [s. l.], v. 6, n. 11, p. 86238–86250, 2020.

SILVA, M. L. T.; BRINQUES, G. B.; GURAK, P. D. Development and characterization of corn starch bioplastics containing dry sprout by-product flour. **Brazilian Journal of Food Technology**, [s. l.], v. 23, p. 1–13, 2020a. Available at: <https://doi.org/10.1590/1981-6723.32618>

SILVA, C. C. B. *et al.* Doces em massa elaborados com polpa de frutos tropicais e mesocarpo do maracujá amarelo (*Passiflora edulis* f. *Flavicarpa*): características físico-químicas e sensoriais. **Evidência**, [s. l.], v. 20, n. 2, p. 129–140, 2020b.

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**, [s. l.], v. 30, n. 5, p. 1034–1044, 2019. Available at: <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20190002>

SILVA, N. M. *et al.* Adição de extrato de casca de jaboticaba no desenvolvimento de embalagem inteligente para queijo prato. **Brazilian Journal of Development**, [s. l.], v. 6, n. 4, p. 19512–19532, 2020c. Available at: <https://doi.org/10.34117/bjdv6n4-207>

SOARES, S. *et al.* Effects of *Pereskia aculeata* Miller on the Biochemical Profiles and Body Composition of Wistar Rats. **Journal of Biosciences and Medicines**, [s. l.], v. 3, n. July, p. 82–89, 2015.

SOUSA, R. M. F. *et al.* Antioxidant activity of ora-pro-nobis (*Pereskia aculeata* Mill.) leaves extracts using spectrophotometric and voltammetric assays in vitro. **Bioscience Journal**, [s. l.], v. 30, n. 3 SUPPL. 1, p. 448–457, 2014.

SOUZA, M. R. M. *et al.* Protein yield and mineral contents in *Pereskia aculeata* under high-density planting system. **Pesq. Agropec. Trop**, [s. l.], v. 50, p. 1–8, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1590/1983-40632020v5062365.2>.^a

SOUZA, V. F. de *et al.* Efeito da granulometria na expansão de extrusados de cascas e albedo de maracujá (*Passiflora edulis flavicarpa* Degener) e arroz (*Oryza sativa* L.). **Brazilian Journal of Development**, [s. l.], v. 6, n. 7, p. 43214–43228, 2020. Available at: <https://doi.org/10.34117/bjdv6n7-076>

SOUZA, L. F. *et al.* *Pereskia aculeata* muller (Cactaceae) leaves: Chemical composition and biological activities. **International Journal of Molecular Sciences**, [s. l.], v. 17, n. 9, 2016. Available at: <https://doi.org/10.3390/ijms17091478>

SOUZA, V. G. L. *et al.* Physical properties of chitosan films incorporated with natural antioxidants. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], v. 107, n. April, p. 565–572, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.04.056>

SUDHEESH, C. *et al.* Energetic neutral N₂ atoms treatment on the kithul (*Caryota urens*) starch biodegradable film: Physico-chemical characterization. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 103, n. January, p. 105650, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.105650>

THYBERG, K. L.; TONJES, D. J. The environmental impacts of alternative food waste treatment technologies in the U.S. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], v. 158, p. 101–108, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.04.169>

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**, [s. l.], v. 185, p. 90–98, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.03.112>

XIONG, XIA LIA LIHUA ZHENG, NAN HUA MENG, C. H. L. Characterization and antioxidant activities of polysaccharides from *Passiflora edulis* Sims peel under different degradation methods. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], p. 46–52, 2019.

XU, Y. *et al.* Effects of zein stabilized clove essential oil Pickering emulsion on the structure and properties of chitosan-based edible films. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 156, p. 111–119, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.04.027>

YOUSUF, B.; QADRI, O. S.; SRIVASTAVA, A. K. Recent developments in shelf-life extension of fresh-cut fruits and vegetables by application of different edible coatings: A review. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], v. 89, p. 198–209, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.10.051>

CAPÍTULO 1

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DA FARINHA DO RESÍDUO DE MARACUJÁ, PELO PERFIL QUÍMICO POR ESPECTROMETRIA DE MASSAS POR *PAPER SPRAY* E AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES ANTIOXIDANTES, FÍSICO-QUÍMICAS E MICROSCÓPICAS.

RESUMO

Neste estudo as cascas do maracujá amarelo *Passiflora edulis f. Flavicarpa*, foram utilizadas para o desenvolvimento de uma farinha que foi avaliada quanto as suas características físico-químicas, microscópicas, colorimétricas, granulométricas, teor de compostos fenólicos, carotenoides, atividade antioxidante, presença de grupos funcionais por espectroscopia de infravermelho, além da determinação do perfil de compostos fenólicos por cromatografia líquida e perfil químico através de um método rápido e inovador: espectrometria de massa em *paper spray*. Esta farinha apresentou coloração clara, granulometria heterogênea, elevado teor de carboidratos, carotenoides e compostos fenólicos totais com atividade antioxidante. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) demonstrou uma farinha bem particulada, fato que contribui para sua compactação. A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier confirmou a presença de grupos funcionais de celulose, hemicelulose e lignina, constituintes da fibra alimentar insolúvel. Pela espectrometria de massa em *paper spray*, foi possível sugerir a presença de 32 substâncias como ácidos orgânicos, ácidos fenólicos, flavonóides, açúcares, quinonas, terpenos e aminoácido. Está pesquisa demonstrou que o uso da farinha da casca do maracujá (FCM) em produtos alimentícios, além de diminuir o desperdício de alimentos, contribui para um sistema alimentar sustentável, e pode conferir propriedades funcionais aos alimentos em que estão presentes, devido ao alto teor de diferentes compostos bioativos importantes para a saúde humana e no combate a doenças. Além disso, foi possível verificar a utilização da técnica de ionização por *paper spray*, na identificação de diversos compostos na FCM e comparar os resultados com outras técnicas de análises.

Palavras-chave: Alimento funcional; compostos bioativos; *Passiflora edulis*; resíduo agrícola; sustentabilidade.

1. INTRODUÇÃO

Atualmente, diversas indústrias principalmente as alimentícias geram uma enorme quantidade de resíduo agroindustrial seja na forma sólida (sementes, cascas, polpas) ou líquida, que além de serem biodegradáveis também possuem importantes componentes de interesse (DELVAR *et al.*, 2019).

A casca do maracujá amarelo *Passiflora edulis f. Flavicarpa* é um exemplo de resíduo da indústria alimentícia com alto teor de compostos fenólicos com considerável atividade antioxidante (FIGUEIREDO *et al.*, 2016).

Segundo DOS SANTOS *et al.*, (2017), sendo o Brasil o maior produtor mundial chegando à um total de aproximadamente 703,489 toneladas de maracujá produzidos no ano de 2019 (FARIA *et al.*, 2020).

Vários estudos vêm mostrando os benefícios do uso da casca do maracujá na saúde, como redução do colesterol, controle do ganho de peso, melhoria do trânsito intestinal de indivíduos constipados e redução glicêmica em diabéticos (MARQUES *et al.*, 2016; FIGUEIREDO *et al.*, 2016; CLARO; PÉRES-RODRIGUES e TEIXEIRA, 2018).

Além disso, a farinha da casca do maracujá (FCM) vem sendo empregada na preparação e enriquecimento nutricional de diversos alimentos (PINELI *et al.*, 2015; ARAÚJO *et al.*, 2017; PÁDUA *et al.*, 2017; MAIA *et al.*, 2018).

Entretanto, grande parte dos trabalhos de caracterização de resíduos da indústria alimentícia apresentam apenas resultados básicos utilizando métodos espectrofotométricos. Neste sentido, são necessários maiores detalhes dos perfis de compostos fenólicos e sobre a composição da FCM, dados estes que ainda não foram totalmente explicitados (NGUYEN *et al.*, 2019). Pesquisas mais avançadas sobre a casca do maracujá são necessárias para que se possa oferecer uma avaliação mais completa do seu potencial polifenólico e sua exploração, buscando assim, valorizar esse resíduo industrial (DOMÍNGUEZ-RODRÍGUEZ *et al.*, 2019).

Desta forma o presente trabalho caracterizou a FCM quanto ao perfil químico por cromatografia líquida de ultra eficiência (UPLC®) e por uma técnica de ionização inovadora ultrarrápida utilizando espectrometria de massas por paper spray (PS-MS). Além disso, determinaram-se os parâmetros físico-químicos, as propriedades tecnológicas e microscópicas, o teor total de compostos fenólicos e a atividade antioxidante.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

As cascas de maracujá *Passiflora edulis f. Flavicarpa* foram adquiridas no Sacolão Popular na Cidade de Sete Lagoas-MG, no mês de Junho de 2019.

2.2 Métodos

2.2.1 Obtenção da farinha das cascas de maracujá (FCM)

As cascas de *Passiflora edulis f. Flavicarpa*, logo após a aquisição, foram transportadas para o Laboratório de Análises de Alimentos do Departamento de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de São João del-Rei, Campus Sete Lagoas- MG. As mesmas foram higienizadas em água corrente, cortadas, distribuídas uniformemente sobre bandejas de alumínio e submetidas a desidratação em estufa com circulação forçada de ar (400-TD, Brazil) a 60 ± 5 °C por 24 horas.

Com o processo de desidratação concluído, as cascas foram fragmentadas em liquidificador (Philips Walita, modelo Walita Brasília LB, Brasil) e peneiradas através do uso de tamis (Bertel Indústria Metalúrgica Ltda., 32 mesh, 500 mm, Brasil). A farinha da casca de maracujá foi acondicionada em frascos de vidro para congelamento a -18 °C até o momento das análises.

2.2.2 Coloração

A farinha foi avaliada quanto à cor em espectrofotômetro (Konica Minolta, CM-2300d, Tóquio, Japão), 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) (LEÃO *et al.*, 2017) . Todas as análises foram realizadas em triplicata.

2.2.3 Composição centesimal e teor de amido

A análise da composição centesimal da FCM foi realizada segundo os métodos da *Association of Official Analytical Chemists* (AOAC, 2012), com adaptações.

O teor de umidade foi determinado a 105 °C em estufa com circulação de ar forçado (FANEM, 320-SE, Brasil) até peso constante. O teor de lipídeos foi determinado utilizando um extrator de Soxhlet (Solab, SL-202, Brasil). O teor total de proteína (N x 6,25) foi determinado pelo método de Kjeldahl. O teor de cinzas foi realizado por incineração em mufla (FORNITEC, 2629, Brasil) a 550 ° C. O conteúdo de carboidratos foi determinado por diferença. Os resultados foram expressos em gramas por 100 g de matéria seca (bs). Já o teor de amido foi determinado conforme (BRAZIL, 2014). Todas essas análises foram realizadas em triplicata.

2.2.4 Espectroscopia no Infravermelho

A análise por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foi realizada no espectrômetro (Shimadzu IRAffinity – 1), com detector DLaTGS (sulfato de triglicina deuterado e dopado com L-alanina) e acessório de refletância total atenuada (ATR) com cristal de zinco. O espectro da FCM foi obtido na faixa de 4000 a 500 cm⁻¹, com 20 varreduras por experimento, com uma resolução de 4 cm⁻¹.

2.2.5 Microscopia eletrônica de varredura

A microestrutura da superfície da FCM foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) empregando o Microscópio Eletrônico de Varredura com Detector de Energia Dispersiva de raios X, modelo do MEV: Leo

440i e do EDS: 6070 (LEO Electron Microscopy/Oxford) (Cambridge, Inglaterra). A amostra foi seca e mantida sob vácuo por 24 horas antes da análise. Em seguida, foi revestida com uma camada de ouro com espessura estimada em 200 Å em um aplicador de pulverização Sputter Coater EMITECH, Modelo: K450 (Kent, Reino Unido). As análises das superfícies das amostras foram realizadas sob vácuo, utilizando uma tensão de aceleração de 10 kV e uma ampliação de 500x, 800x e 2000x.

2.2.6 Granulometria

A determinação da granulometria e distribuição do tamanho das partículas da farinha da casca do maracujá, foi realizada de acordo com (MARTINO *et al.*, 2012), onde 100 g da farinha foi submetida a tamisação em um agitador de peneiras (Lucadema) por 10 minutos, tendo o controlador de velocidade no nível 10, em um total de 11 peneiras padrão ABNT, com vibração. As malhas apresentavam aberturas entre 125 a 4000 µm, e a amostra da farinha retida em cada peneira foi pesada e expressa em porcentagem (%).

2.2.7 Preparação do extrato de compostos bioativos da farinha da casca do maracujá

A extração dos compostos bioativos presentes na farinha da casca do maracujá foi realizada para quantificar o teor de compostos fenólicos totais, determinar sua capacidade antioxidante e analisar o perfil químico conforme descrito por (RUFINO *et al.*, 2010). A farinha da casca de maracujá (2,5 g) foi misturada com 10 mL de solução metanol/água (50:50, v/v), e mantida em repouso por 1 hora. Após esse período, as amostras foram centrifugadas a 3493 x g por 22 min (Excelsa II, FANEM, 206BL, Brasil) e o sobrenadante foi recuperado. Posteriormente, 10 mL de solução de acetona/água (70:30, v/v) foram adicionados ao resíduo remanescente e um novo tempo de espera e centrifugação foram repetidos nas mesmas condições descritas acima. Ambos sobrenadantes foram misturados em um balão de 25 mL, que foi completado com água destilada até o volume final.

2.2.8 Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante

Os compostos fenólicos totais da farinha de casca de maracujá foram determinados pelo método de Folin-Ciocalteu (SAHAN; CANSEV; GULEN, 2013). O resultado foi expresso em ácido gálico equivalente (mg GAE.g⁻¹ amostra). A atividade antioxidante foi avaliada por DPPH (AOAC, 2012), FRAP, e ABTS (RUFINO *et al.*, 2010). A análise foi realizada em triplicata e em um ambiente com pouca luz.

2.2.9 Carotenoides

Os carotenoides totais, após extração com acetona, foram quantificados por espectrofotometria a 450 nm, segundo RODRIGUEZ-AMAYA, (1996) os resultados foram expressos em microgramas de carotenoides por grama matéria seca. A concentração de carotenoides foi calculada utilizando a Equação 1:

$$CT (\mu g \text{ carotenoides/g amostra}) = (A \times V \times 104 / E1\%1cm \times m) \quad (\text{Eq. 1})$$

Onde: A = absorbância a 450 nm, V = volume final da amostra (mL), m = massa da amostra (g), E1%1cm= coeficiente de extinção do β -caroteno em éter de petróleo = 2592.

2.2.10 Determinação do perfil de compostos fenólicos

A determinação dos principais compostos fenólicos presentes no extrato da FCM foi realizada conforme o método cromatográfico descrito por (EÇA *et al.*, 2015), usando um cromatógrafo líquido de ultra eficiência (Waters, Acquity UPLC® Class, Milford, Massachusetts, USA) equipado com detector de UV por arranjo de diodos, bomba quaternária, degaseificador *on line* e amostrador automático, coluna Acquity UPLC® BEH C18 (2,1 x 100 mm; 1,7 μ m, Waters, Milford, Massachusetts, USA) sob fluxo constante de 0,3 mL.min⁻¹, com duas fases móveis (A = acetonitrila e B = água: ácido fórmico, 99,75: 0,25). As curvas analíticas para cada padrão foram construídas na faixa de concentração de 20 a

200 $\mu\text{g.g}^{-1}$, obtendo-se R^2 maiores que 0,999. Os resultados foram expressos em $\mu\text{g.g}^{-1}$ de farinha.

2.2.11 Perfil químico

Para avaliação do perfil químico da farinha da casca do maracujá, o extrato obtido foi filtrado por um filtro de seringa de nylon de 0,22 μm e dois microlitros foram adicionados na borda do papel cromatográfico juntamente com metanol, funcionando como fonte de ionização, do espectrômetro de massa LCQ Fleet (Thermo Scientific, San Jose, USA), conforme a metodologia proposta por (SILVA *et al.*, 2019). O extrato da farinha da casca do maracujá foi analisado nos modos de ionização positivo e negativo, em triplicata.

Neste procedimento a fonte de tensão PS-MS foi igual a + 5,0 kV (modo de ionização positivo) e -3,5 kV (modo de ionização negativo); tensão capilar de 40 V; temperatura do tubo de transferência de 275 °C, tensão da lente do tubo de 115 V; e faixa de massa de 100 a 1000 m/z. A partir da base literária científica, os íons com seus respectivos fragmentos foram identificados.

As energias de colisão usadas para fragmentar os compostos variaram de 15 a 40 eV, e os espectros de massa obtidos dessa análise 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 maracujá

3.1.1 Coloração

A FCM obtida nesse trabalho apresentou coloração clara conforme apresentado pelos resultados dos parâmetros colorimétricos, $L^* 88,04 \pm 1,25$; $C^* 23,04 \pm 1,54$; e $h^\circ 85,69 \pm 0,67$.

Ao comparar os resultados dos parâmetros colorimétricos da FCM com os dados obtidos nos trabalhos de COELHO et al., (2017) e (DOS REIS et al., 2020), que também estudaram a FCM para diferentes finalidades, é possível constatar que a farinha do presente estudo apresenta coloração mais clara. Diversos fatores como tempo e temperatura de secagem, grau de maturação do fruto, tipo de estufa entre outras condições podem interferir diretamente nos parâmetros colorimétricos da FCM (VU; SCARLETT e VUONG, 2017).

O presente estudo, demonstrou que a secagem da casca do maracujá na temperatura de 60°C, não possibilitou a atividade da enzimática da polifenoloxidase (PPO), que promove a oxidação de compostos fenólicos para o-quinonas, resultando no escurecimento enzimático desse produto (OLIVEIRA et al., 2016).

Esse fato corrobora com o alto teor de compostos fenólicos encontrados para a FCM deste estudo. Em relação a coloração mais clara, a FCM pode ser utilizada sem muitas interferências nos parâmetros colorimétricos em diversos produtos e preparações de alimentos, entre outros.

3.1.2 Composição centesimal e teor de amido

Neste trabalho, o teor médio de umidade foi igual a $9,57 \pm 2,66\%$, portanto dentro do padrão exigido por lei (máximo de 15% para farinhas derivados de frutas), de acordo com a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (BRASIL, 2005). O teor de umidade esteve próximo ao encontrado por (GARCIA; MILANI; RIES, 2020) que detectou teor de umidade médio igual a 6,86% ao secarem a casca do maracujá em temperaturas entre 60 e 105 °C de 6 a 12 horas.

O baixo teor de umidade detectado no presente estudo é muito importante pois tem a capacidade de impedir a proliferação microbiana.

Na Tabela 1 estão apresentados os valores médios da composição centesimal da farinha da casca de maracujá obtida, expressa com os valores médios $\pm$ desvio padrão.

Tabela 1 - Valores médios da composição centesimal da FCM e teor de amido, em base seca.

Componente	Conteúdo (%)
Lipídeos	1,24 $\pm$ 0,20
Proteínas	2,13 $\pm$ 0,16
Cinzas	7,28 $\pm$ 0,11
Carboidratos totais	89,33 $\pm$ 2,66
Amido	3,15 $\pm$ 0,02

Valor médio $\pm$ desvio padrão

O teor de lipídeos encontrado neste estudo foi superior quando comparado com o trabalho de outros autores. HERNÁNDEZ-SANTOS e colaboradores (2015), detectaram 0,64 $\pm$ 0,02% lipídeos na FCM obtida da secagem a 60 °C até umidade inferior a 8%, e SILVA *et al.*, (2016), 0,63 $\pm$ 0,05% de lipídios da farinha elaborada da casca seca a 70°C até não haver diferença significativa de peso.

Pode-se constatar que além da utilização de determinadas partes do resíduo do maracujá, o método de obtenção da farinha também pode influenciar diretamente nos parâmetros centesimais, como o teor de lipídeos.

A FCM apresentou 2,13 $\pm$ 0,16 % de proteína, sendo este valor próximo ao encontrado por CAZARIN *et al.*, (2014) de 3,94 $\pm$ 0,18% de proteína em base seca para FCM, onde a casca foi seca em estufa com circulação de ar na temperatura de 50 °C, até obtenção de teor de umidade igual ou inferior a 10%.

OLIVEIRA e colaboradores (2016), ao avaliarem o teor de cinzas da farinha da casca de maracujá após a secagem a 60 °C, encontraram o valor de 7,24%, sendo este valor, próximo ao encontrado neste estudo (7,28 $\pm$ 0,11 %).

Entretanto, SILVA *et al.*, (2016), obtiveram um valor menor de cinzas igual a 1,95%, ao estudarem a farinha produzida com o albedo macerado e seco a 70 °C. O alto teor de cinzas encontrado neste trabalho, demonstra o método de

obtenção utilizado e o uso integral da casca do maracujá origina farinhas com maior quantidade de minerais.

O teor de carboidratos totais foram de $89,33 \pm 2,66\%$, valor maior ao apresentado por HERNÁNDEZ-SANTOS *et al.*, (2015), que foi de $30,37 \pm 0,41\%$ para FCM. Ao realizarem a avaliação da secagem de dois lotes das cascas de maracujá a $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 48 h e liofilizada a $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 72 h, OLIVEIRA *et al.*, (2016), encontraram valores entre $3,14\text{ g}\cdot 100^{-1}$ a $15,17\text{ g}\cdot 100^{-1}$ para carboidratos totais em base seca.

Ambos resultados são de farinhas obtidas pela casca integral do maracujá. Os menores teores de carboidratos encontrados em outros estudos estão associados a quantificação de fibras, certificando o elevado teor de fibras existente neste resíduo agroalimentar (CAZARIN *et al.*, 2014) . A FCM pode ser utilizada como fonte de fibras nas mais distintas elaborações de alimentos e processos tecnológicos.

O teor de amido da FCM foi igual a $3,15 \pm 0,02\%$, valor próximo ao encontrado no trabalho de BUSSOLO DE SOUZA *et al.*,(2018), $2,3 \pm 0,00\%$ para uma amostra de FCM utilizada comercialmente. O mesmo estudo mostrou que o teor de amido próximo desse valor para FCM é o correto, evidenciando a ausência de contaminação de amido nesse produto.

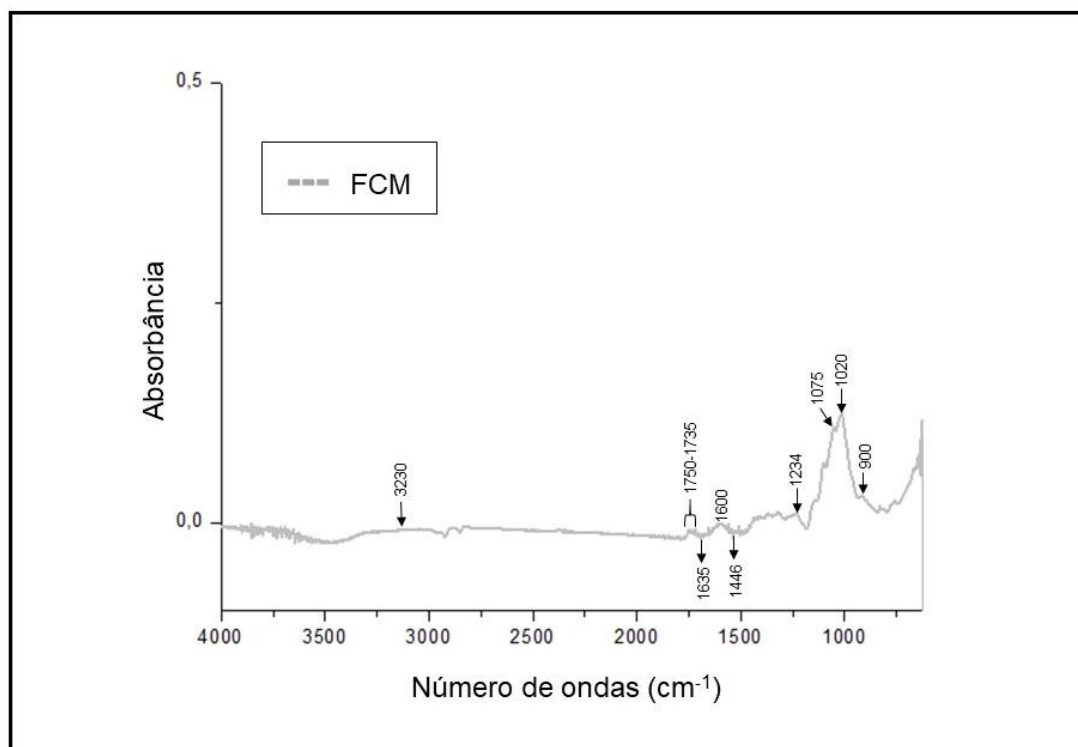
Além disso, certa fração do amido presente na FCM faz parte da constituição de um teor de pectina e das fibras insolúveis da casca do maracujá.

Diferenças na forma de processamento da FCM, pode influenciar nas propriedades químicas, explicando algumas diferenças das propriedades constitucionais encontradas na farinha desse resíduo, mesmo com a precisão do método de análise utilizado.

3.1.3 Espectroscopia no Infravermelho

A espectroscopia no Infravermelho foi usada para determinar os grupos funcionais presentes na farinha da casca de maracujá, conforme apresentado na Figura 1.

Figura 1 - Espectro de infravermelho com transformada de Fourier da FCM.



Os principais números de ondas foram encontrados entre as bandas de 1750 cm^{-1} a 900 cm^{-1} , fato que também ocorreu no trabalho de (CANTERI *et al.*, 2019) que usou a espectroscopia no infravermelho para determinar a composição da parede celular em uma grande diversidade de frutas e hortaliças.

Uma banda larga de baixa intensidade a 3230 cm^{-1} corresponde ao alongamento dos grupos -OH (EL-DIN *et al.*, 2018). O pico 1075 cm^{-1} , associado a $\nu(\text{C-O})$, $\nu(\text{C-C})$ de xiloglucano e fosfato, estão positivamente correlacionado a compostos fenólicos e a glicose não celulósica (CANTERI *et al.*, 2019; TALARI *et al.*, 2017).

O pico de absorção de 1600 cm^{-1} , corresponde aos grupos C=O e -OH , que estão presentes em aldeídos, cetonas, ésteres e ácidos carboxílicos, comuns nos frutos por exemplo (FLORES-MORALES; JIMÉNEZ-ESTRADA; MORA-ESCOBEDO, 2012; OLIVEIRA, T. Í. S. *et al.*, 2016).

As bandas em 1635 cm^{-1} e 1446 cm^{-1} são atribuídos às vibrações do O=C-O (UMOREN *et al.*, 2015), sendo estes padrões de banda encontrados, semelhantes ao observado no trabalho de (Bezerra *et al.*, 2019) na farinha de albedo de maracujá amarelo.

O pico de 1735 cm^{-1} está relacionado ao alongamento de C=O de grupos carbonil conjugados (grupos de ácido carboxílico e lactona), devido a presença de anéis aromáticos ou benzênicos na lignina (ANDIA *et al.*, 2020).

O pico a 1234 cm^{-1} indica estiramento de ligação C-O da lignina (EL-DIN *et al.*, 2018), enquanto que a banda a 1020 cm^{-1} corresponde à vibração de C-O-C do anel de piranose (PELISSARI; JOSE; MENEGALLI, 2014).

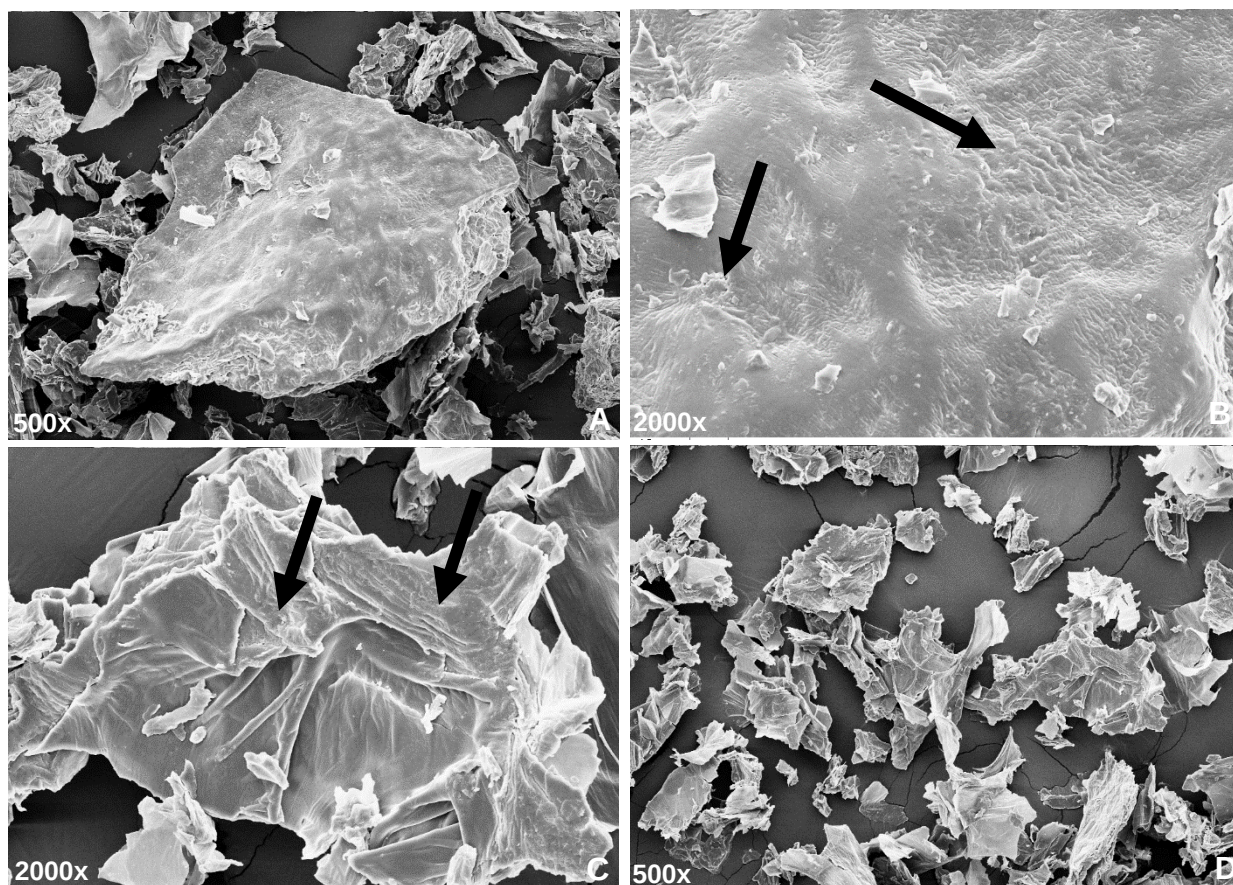
De forma geral, ao comparar os dados presentes na literatura pode se observar a variação de espectros e até mesmo a falta de algumas bandas, que demonstram a variabilidade da parede celular de frutas e hortaliças (CANTERI *et al.*, 2019), e a influência da forma de processamento dos materiais que serão submetidos a essas análises.

Os resultados encontrados na espectroscopia no infravermelho demonstra que a FCM assim como os subprodutos agrícolas geralmente são compostos por lignina e celulose (CHAO; CHANG; NIEVA, 2014). Além de outros grupos funcionais de lignina, como álcoois grupos aldeídos, cetonas, carboxílicos, fenólicos e éter.

3.1.4 Microscopia eletrônica de varredura

Uma microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi aplicada para observar a superfície morfológica da FCM (Figura 2).

Figura 2 - Imagens da microscopia eletrônica de varredura da farinha obtida a partir da casca do maracujá



Conforme exposto na Figura 2, pode-se observar que a FCM apresentou uma superfície áspera e um pouco enrugada (representado pelas setas na Figura 2B - C), sendo esse resultado provavelmente atribuído a desintegração de alguns compostos em elevadas temperaturas, que resultou em uma superfície mais irregular da FCM do presente estudo (KAZEMI et al., 2019).

As imagens obtidas dos grânulos da FCM se assemelham com a MEV realizada por OLIVEIRA et al., (2016), em FCM obtida pela secagem da casca a 60°C. A superfície mais irregular da FCM torna esse produto mais fácil de dispersar em solução, contribuindo para uma maior retenção de água na farinha (ALVES e ASCHERI, 2016; LIEW et al., 2016).

As imagens das microestruturas da FCM se assemelham com a de outras amostras que possuem um elevado teor de fibra de fontes vegetais (ROSELL, SANTOS e COLLAR, 2009).

A farinha também se mostrou bem particulada, com partículas grandes e pequenas (Figura 2D), que contribui para sua compactação, uma vez que,

partículas menores tendem a preencher os espaços deixados pelas maiores, conferindo maior densidade.

3.1.5 Granulometria

A FCM demonstrou um comportamento granulométrico heterogêneo, o que é muito característico das farinhas obtidas a partir de subprodutos de frutos.

Os maiores percentuais de retenção da farinha foram de 40,25% para a malha de 48 mesh (300 μm) e 21,29% para a malha de 60 mesh (250 μm), os demais percentuais de retenções ficaram distribuídos de forma dissimilar no restante das malhas.

O aspecto heterogêneo da FCM quanto a sua partícula também foi observado por outros autores (COELHO *et al.*, 2018; LEORO *et al.*, 2010).

A heterogeneidade granulométrica da FCM, está de acordo com as imagens apresentadas na MEV, onde foi possível verificar uma farinha bastante particulada.

De forma geral, o tamanho da partícula tem influência direta na capacidade de absorver água, no tempo de mistura e nas características organolépticas de vários produtos (SOARES *et al.*, 2020).

As partículas menores da FCM proporcionaram uma maior superfície de contato, facilitando maior liberação de compostos fenólicos devido a ruptura das células vegetais, enquanto que as partículas maiores são características de farinhas que possuem elevado teor de fibras (BRITO *et al.*, 2019).

Portanto, as partículas da FCM podem apresentar diferentes ações nas propriedades funcionais dos alimentos.

3.1.6 Compostos Fenólicos Totais e Atividade Antioxidante

O teor de fenólicos totais quantificados na FCM foi de $645,54 \pm 2,47$ mg EAG.100 g⁻¹(base seca), e comparando com outros trabalhos presentes na literatura como descrito abaixo, verifica-se que a FCM obtida neste estudo se destaca com maior teor destes constituintes.

MORAIS et al., (2015), avaliaram o teor de compostos fenólicos totais extraídos com metanol da casca do maracujá seco a 60 °C por 24 horas e liofilizados, encontrando baixos níveis de compostos fenólicos (86, 74 mg EAG.100 g⁻¹) e (269,75 mg EAG.100 g⁻¹) respectivamente.

Os menores teores de compostos fenólicos detectados na casca liofilizada no trabalho de MORAIS et al., (2015), em relação ao encontrado neste trabalho, demonstra que o aquecimento até certa temperatura auxilia na quebra da membrana vegetal, permitindo um aumento na bioacessibilidade dos compostos fenólicos (DOS REIS et al., 2020).

Ao realizar a avaliação de extratos obtidos a partir da casca do maracujá amarelo, ao natural e seco em diferentes condições de operação DO NASCIMENTO et al., (2016), detectaram concentração de compostos fenólicos na faixa de 143,8 a 381,3 mg EAG. 100 g⁻¹.

As diferentes concentrações de compostos fenólicos estão associadas a diversos fatores que podem intervir nos níveis de compostos bioativos. Portanto, um mesmo material, pode apresentar diferentes resultados, quanto a quantificação de compostos fenólicos (CHIRINOS et al., 2013; DO NASCIMENTO et al., 2016), evidenciando a eficácia do método de obtenção utilizado neste trabalho.

O resultado obtido, se mostra significativo, certificando que a farinha da casca do maracujá é um resíduo industrial com considerável teor de fenóis totais. As plantas possuem diversos compostos polifenólicos com diferentes ações e polaridades, sendo importante utilizar mais de um método de avaliação da atividade antioxidante, uma vez que, cada um tem a capacidade de avaliar um mecanismo de ação distinto (CAZARIN et al., 2014; VU; SCARLETT; VUONG, 2016).

Neste trabalho a determinação da atividade antioxidante do extrato obtido a partir da farinha da casca do maracujá se deu por três métodos, sendo os resultados obtidos igual a $29,06 \pm 1,70 \mu\text{M}$ de Trolox.g⁻¹ por ABTS, $72,38 \pm 2,66 \mu\text{M}$ de sulfato ferroso.g⁻¹ por FRAP e $79,05 \pm 1,65 \mu\text{M}$ de Trolox.g⁻¹ por DPPH (base seca).

CAZARIN e colaboradores (2014), ao determinarem a ATT de extratos aquoso, metanólico/acetônico e etanólico, das cascas de maracujá desidratadas a 50 °C até umidade inferior a 10%, detectaram ATT variando de $29,6 \pm 0,66$ até

46,35 $\pm$ 0,85% para DPPH e 34,95 $\pm$ 2,02 à 38,65 $\pm$ 1,55 μ mol Trolox equivalentes TE g⁻¹ de amostra para FRAP.

Ao avaliarem concentrados de fibra obtidos a partir de resíduos do maracujá que foram desidratados por 60 °C durante 12 horas, MARTÍNEZ *et al.*, (2012), determinaram a capacidade antioxidante de sequestro do radical ABTS igual a 2,4 $\pm$ 0,25 e 5,5 $\pm$ 0,58 μ M de Trolox.g⁻¹, para extratos do resíduo do maracujá obtido com etanol e metanol-acetona respectivamente.

Todos os resultados apresentados anteriormente, são inferiores aos encontrados neste estudo. Portanto, pode-se inferir que a atividade antioxidante também é influenciada pela cultivar, estágio de maturação, método de produção da farinha, bem como pelas condições de extração dos compostos (SILVA *et al.*, 2020).

Além dos compostos bioativos, estudos vem demonstrando que a pectina e as fibras das cascas do maracujá *P. edulis* podem efetivamente eliminar os radicais livres, como DPPH e ABTS (DOS REIS *et al.*, 2018; HE *et al.*, 2020).

O extrato da farinha da casca do maracujá eliminou o radical DPPH de maneira mais eficiente, indicando a grande capacidade de doação de hidrogênio, e evidenciando a forte atividade antioxidante desse resíduo (HARTANTO *et al.*, 2019).

Os resultados encontrados neste estudo demonstram que a FCM, pode ser utilizada para obtenção de alimentos e produtos com propriedades antioxidantes.

3.1.7 Carotenoides

O teor de carotenoides na FCM foi igual a 645,06 μ g carotenoide.100g⁻¹, indicando que a casca do maracujá amarelo é um subproduto com significativo teor desses compostos. Este resultado foi próximo ao encontrado por CHUTIA e MAHANTA (2021) ao avaliar diferentes formas de extração de carotenoides na FCM de *Passiflora edulis*, obtida a partir da casca do maracujá liofilizada (739,456 μ g.100 g⁻¹).

Esses resultados demonstra que a temperatura é um ponto importante no processo de extração dos carotenoides, uma vez que amostras submetidas a altas temperaturas de secagem como a desse estudo, demonstram elevada

quantificação de carotenoides (CHUTIA; MAHANTA, 2021; DOS REIS *et al.*, 2020; ELIK; KOÇAK; GÖ, 2020).

A alta temperatura, pode tornar os compostos mais disponíveis devido a ruptura do tecido vegetal dos carotenoides (DOS REIS *et al.*, 2020).

Os carotenoides têm propriedades antioxidantes e são considerados precursores da Vitamina A, favorecem o fortalecimento do sistema imunológico promovendo inúmeros benefícios a saúde (FERNÁNDEZ-GARCÍA *et al.*, 2012). Portanto, a FCM pode ser utilizada no desenvolvimento e elaboração de produtos alimentares com propriedades funcionais, devido ao alto teor de carotenoides, que são compostos bioativos importantes para a saúde humana e no combate a doenças.

3.1.8 Determinação do perfil de compostos fenólicos

Os compostos fenólicos da farinha das cascas do maracujá identificados e quantificados por cromatografia líquida de ultra eficiência foram dos grupos dos ácidos fenólicos (ácido gálico, ácido cafeico e ácido elágico) e dos flavonoides (quercetina), e estão apresentados na Tabela 2.

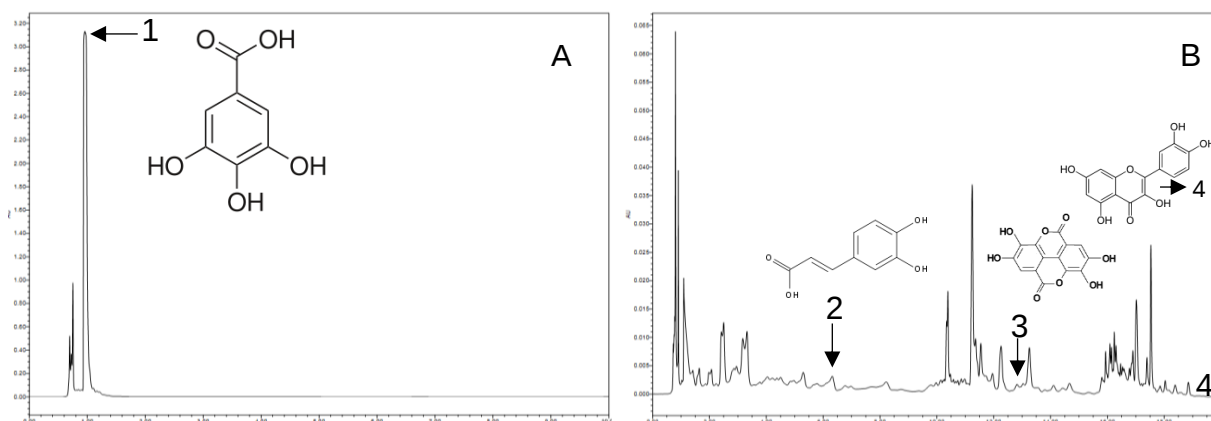
Tabela 2 – Perfil de fenólicos ($\mu\text{g.g}^{-1}$ de extrato) no extrato metanólico para FCM

Composto	FCM
Ácido gálico	12,37 $\pm$ 0,01
Ácido cafeico	2,32 $\pm$ 0,02
Ácido elágico	0,61 $\pm$ 0,02
Quercetina	0,34 $\pm$ 0,01
Ácido clorogênico	ND
Catequina	ND

Valor médio $\pm$ desvio padrão. ND: não determinado

A Figura 3 mostra o cromatograma dos fenólicos identificados no extrato metanólico obtido a partir da FCM.

Figura 3 - Cromatograma dos fenólicos identificados no extrato metanólico obtido da FCM a 320 nm



A: espectro dos padrões diluídos em água; 1: ácido gálico; B: espectro dos padrões diluídos em metanol; 2: ácido cafeico; 3: ácido elágico; 4: quercetina.

Ao todo, quatro compostos fenólicos foram quantificados na farinha da casca do maracujá, e em ordem decrescente quanto a concentração de fenólicos, se tem: ácido gálico > ácido cafeico > ácido elágico > quercetina, enquanto que o ácido clorogênico e a catequina não foram determinados nesta análise.

Todos os compostos encontrados neste estudo, também foram identificados em outros trabalhos que pesquisaram a FCM presentes na literatura (CAZARIN *et al.*, 2014; RIOS *et al.*, 2018; DOS REIS *et al.*, 2020; GADIOLI *et al.*, 2018; KONTA; ALMEIDA; LIRA, 2014).

A menor quantificação da quercetina em relação aos outros compostos, pode ser justificável por sua instabilidade em temperaturas mais elevadas, diminuindo assim sua concentração (DOS REIS *et al.*, 2020).

A não quantificação do ácido clorogênico e catequina pode ser justificada pelas diversas condições como localização geográfica de cultivo do fruto, variedade, estágio de maturação, condições de colheita e ao método de extração, especialmente quanto ao solvente utilizado, uma vez que a polaridade do mesmo com a amostra, afeta diretamente o rendimento de extração (CHIRINOS *et al.*, 2013).

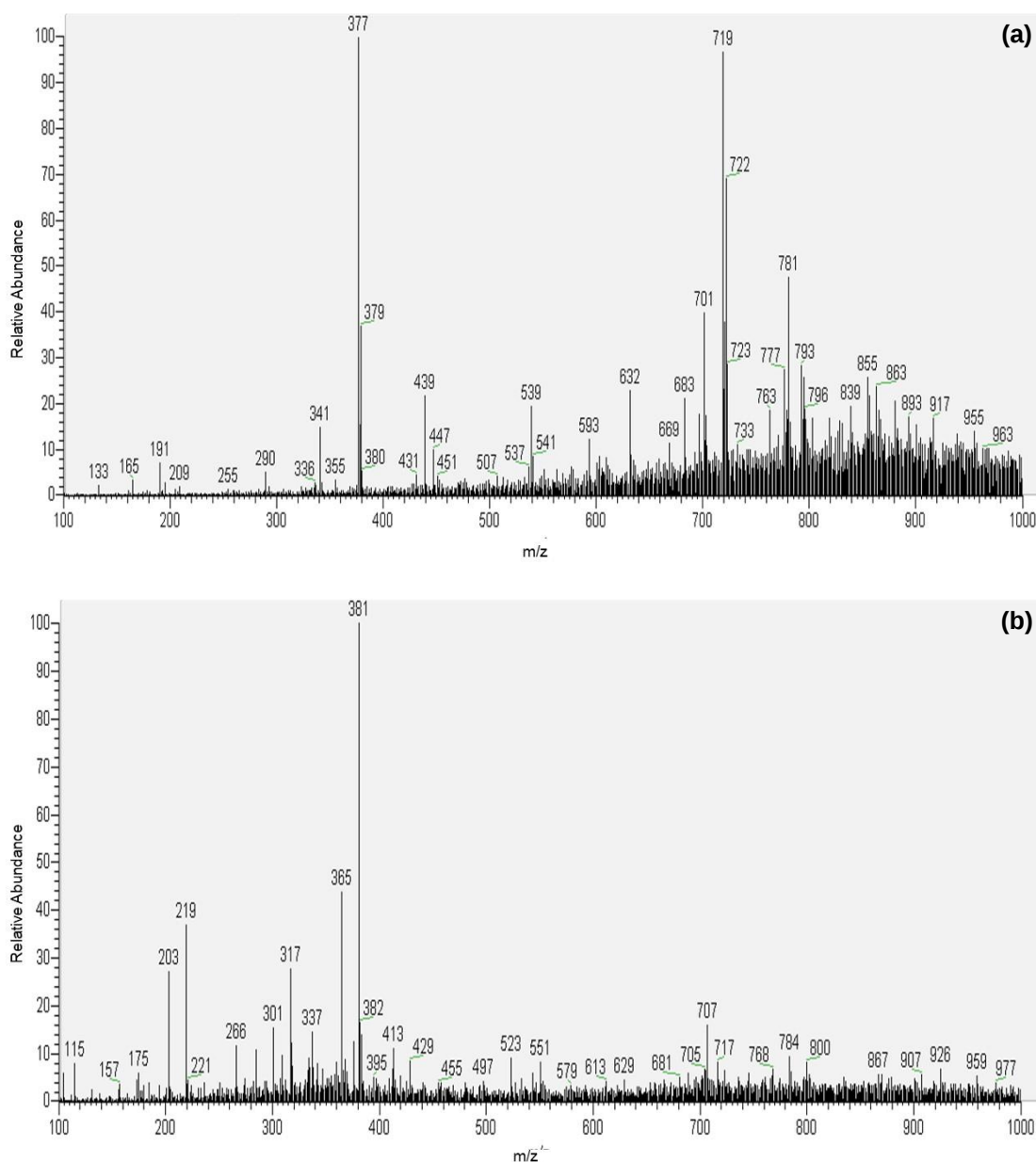
Sendo estes alguns dos motivos da difícil comparação da identificação e quantificação dos compostos fenólicos detectados neste estudo para a FCM com outros trabalhos, que demonstram uma grande variedade e diferentes

concentrações de compostos fenólicos (KONTA; ALMEIDA; LIRA, 2014; SIMIRGIOTIS *et al.*, 2013).

Contudo, os compostos fenólicos identificados e quantificados neste trabalho são bastante conhecidos por sua capacidade antioxidante, indicando importância da detecção destes na FCM.

3.1.9 Perfil químico

Através da EM-PS foi possível obter as impressões digitais em amplas faixas de massas do extrato da farinha da casca de maracujá nos modos de ionização positivo e negativo, como ilustrados na Figura 4.

Figura 4- Representação dos espectros de massas por *Paper Spray*

(a) Espectrograma PS-MS no modo de ionização negativo e (b) espectrograma PS-MS no modo de ionização positivo do extrato obtido da farinha da casca do maracujá.

A identificação dos compostos no modo de ionização negativo distinguiu entre ácidos orgânicos, fenólicos e graxos, glicerídeos de fenilpropano, açúcares, flavonoidese e quinona, totalizando 21 substâncias apresentadas na Tabela 3.

Tabela 3 - Íons identificados na farinha da casca de maracujá 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; SILVA, <i>et al.</i> , 2020)
Ácido Fenólico			
Ácido Cafeico	179	135	(KANG <i>et al.</i> , 2016)
Galloyl pyrogallol	279	153	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)
Ácido cafárico	311	133	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)
Ácido cumárico	325	265	(AABY; EKEBERG e SKREDE, 2007; ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)
Cumaroilquínicos, pCoQA (ácidos clorogênicos)	337	173	(NCUBE <i>et al.</i> , 2014)
Cafeoil-D-glucose	339	159	(SILVA, M. R. <i>et al.</i> , 2019)
Ácido clorogênico	353	191	(NCUBE <i>et al.</i> , 2014)
Derivado do ácido cafeico	377	341, 215	(SILVA <i>et al.</i> , 2020)
Éster metil do ácido 3,5-di-O-cafeoilquínico	535	445	(SILVA, V. D. M. <i>et al.</i> , 2020)
Glicerídeos de fenilpropano			
1-O-diidrocafeoil glicerol	255	163	(KANG <i>et al.</i> , 2016; SILVA, <i>et al.</i> , 2020)

Açúcar			
Hexose	215	89,179	(GUO <i>et al.</i> , 2017; SILVA <i>et al.</i> , 2020)
Flavonoides			
Luteolin-6-C-quinovoside/fucoside	431	341,413	(OTIFY <i>et al.</i> , 2015)
Naringenin hexoside	433	313	(KANG <i>et al.</i> , 2016)
Luteolin-7-glucoside (flavona)	447	227	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)
Kaempferol-3-O-rutinosídeo	593	285,447	(SILVA <i>et al.</i> , 2020; WANG <i>et al.</i> , 2017)
Rutina (quercetina rutinosídeo)	3- 609	341	(SILVA <i>et al.</i> , 2020; WANG <i>et al.</i> , 2017)
Ácidos Graxos			
Ácido Oleico	281	237	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)
Ácido esteárico	283	265	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)
Ácido trihidroxi-octadecadienóico	327	113, 195,239,309	(KANG <i>et al.</i> , 2016; OTIFY <i>et al.</i> , 2015)
Quinona			
4,9-Dihydroxy-6,7-dimethoxynaphtho (2,3-d)-1,3-dioxole-5,8-dione	293	249	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)

A maior parte dos compostos da FCM está dentro do grupo de ácidos fenólicos, o que torna esse resíduo um excelente candidato para avaliar vários efeitos *in vivo*, como evidenciado por DOS REIS *et al.*, (2018), que estudou o potencial antioxidante do maracujá (*P. edulis*).

O ácido cafeico também foi detectado por UPLC, diferentemente do ácido clorogênico. A identificação do ácido clorogênico pela EM-PS, demonstra como essa técnica de ionização ultrarrápida possibilita a identificação de compostos que muitas vezes podem não ser detectados por outros métodos.

O íon com m/z 133 foi proposto como ácido málico $[M - H]^-$ 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.*, (2020), na farinha da casca de banana. Na literatura ainda não foi encontrado nenhum trabalho que detectasse a presença do ácido málico na FCM.

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

O sinal com m/z 215 pode ser considerado como hexose, de forma geral a FCM possui alto teor de carboidratos como demonstrado na Tabela 1 através da análise de composição centesimal. Esse resultado confirma que os carboidratos também podem ser identificados por *paper spray*.

O íon m/z 431 demonstrou um espectro desprotonado $[M-H]^-$ a partir da perda de massa $[M-18-H]^-$, indicando um 6-C-glicosídeo denominado como luteolin-6-C-quinovosídeo ou luteolin-6-C-fucosídeo, descrito anteriormente para *P. edulis* F. *flavicarpa* (OTIFY *et al.*, 2015).

Nesta pesquisa foram encontrados 11 compostos do grupo dos flavonoides, em ambos modos de ionização. No maracujá os flavonoides são os compostos sugeridos com propriedades terapêuticas (HE *et al.*, 2020; OTIFY *et al.*, 2015). De modo geral, os resíduos do maracujá, podem ser considerados com uma fonte natural de flavonoides (DOS REIS *et al.*, 2018).

Os ácidos oleico e esteárico que são alguns dos principais ácidos graxos insaturados presentes na semente do maracujá (HE *et al.*, 2020), também foram detectados na casca. O ácido oleico, foi o ácido graxo mais abundante encontrado nas partes aéreas secas de *P. edulis* (folha e caule), por OTIFY *et al.*, (2015), que também constataram a presença do ácido trihidroxioctadecadienóico m/z 327 por cromatografia líquida de ultra eficiência acoplada com espectrometria de massa.

RAMLI *et al.*, (2020), ao avaliarem o conteúdo fenólico e de favonóides por espectrometria de massas no modo negativo de extrato das cascas do

maracujá (*P. edulis*), detectaram 11 compostos, quantidade inferior ao encontrado nesta pesquisa.

As variações nos tipos e quantidades de compostos identificados estão relacionadas a diversos fatores que envolvem desde a variedade do maracujá, grau de maturação, condições de cultivo, bem como métodos de extração e solventes utilizados.

Quanto aos possíveis compostos identificados no modo de ionização positivo da FCM, estes são apresentados na Tabela 4, totalizando 11 compostos distintos compreendendo as classes químicas dos flavonoides, açúcares, ácido graxo, ácido fenólico, terpeno e aminoácido.

Tabela 4- Íons identificados na farinha da casca de maracujá por EM-PS em modo positivo.

Tentativa de identificação	m/z	MS/MS	Referência
Flavonoides			
Diosmetin	301	258	(WANG <i>et al.</i> , 2017)
3-O-methylquercetin	317	245,273,247	(GOBBO-NETO, L.; LOPES, 2008)
Apigeninidin-7-O-methylflavene dimer	523	269	(GEERA; OJWANG; AWIKA, 2012)
quercetin-3-malonylglucoside	551	303	(AABY; EKEBERG; SKREDE, 2007)
Açúcares			
Sacarose	381	219	(SILVA, M. R. <i>et al.</i> , 2019)
Morroniside	429	267	(XIONG <i>et al.</i> , 2017; ZHANG <i>et al.</i> , 2017)
Ácido graxo			

Éster metílico de cnidiosídeo	413	413	(REN; LONG, 2017)
Ácido Fenólico			
Galloyl pyrogallol	279	153	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)
Terpeno			
Deacetylforskolin	369	253	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)
Vomifoliol glucopyranoside	β -D- 409	394, 391, 247	(JIA <i>et al.</i> , 2017)
Aminoácido			
L arginina	175	129	(SILVA <i>et al.</i> , 2019)

O grupo com maior quantidade de compostos identificados foi dos flavonoides, que são geralmente conjugados como uma forma de proteção nas plantas e o maior grupo de fenólicos naturais presentes em vegetais (CORREIA *et al.*, 2021; SILVA *et al.*, 2020).

Como no modo negativo, foi possível detectar diferentes açúcares, confirmando mais uma vez a presença de distintos carboidratos na constituição da casca do maracujá.

O Vomifoliol β -D-glucopyranoside mostrou como íon principal m/z 409 $[M + Na]^+$ e um fragmento proveniente m/z 247 que é atribuível à perda de um resíduo de glucosil ($[M + Na - 162]^+$). O íon proveniente m/z 391 foi formado pela perda sucessiva de H_2O do m/z 409, o que também foi observado por (JIA *et al.*, 2017).

CORREIA, *et al.*, (2021) ao estudarem farinha de sorgo também identificaram a presença do ácido graxo éster metílico de cnidiosídeo m/z 413, que é um éster de ácido graxo que pode ser produzido por uma reação catalisada por álcali entre ácidos graxos e metanol.

De forma geral a espectrometria de massas com ionização por *paper spray* se caracterizou por ser uma técnica promissora para identificar o perfil químico da FCM.

4. CONCLUSÃO

A produção da FCM pode ser considerada uma alternativa para a valorização desse resíduo da agroindústria, uma vez que esse subproduto pode se tornar um ingrediente com importantes propriedades constitucionais.

A FCM pode ser obtida por procedimentos simples e de baixo custo se destacando entre as demais farinhas, pela potencial fonte de compostos fenólicos com atividade antioxidante.

O uso da espectrometria de massa em *paper spray*, possibilitou a identificação de 11 compostos pelo modo positivo e 21 pelo modo negativo, como ácidos orgânicos, ácidos fenólicos, flavonóides, açúcares, quinona, terpeno e aminoácido.

Ressalva-se que este estudo foi o primeiro a utilizar a técnica de ionização por *paper spray*, comparando com outras técnicas de análises para identificação e quantificação de diversos compostos na FCM

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

AABY, K.; EKEBERG, D.; SKREDE, G. Characterization of phenolic compounds in strawberry (*Fragaria x ananassa*) fruits by different HPLC detectors and contribution of individual compounds to total antioxidant capacity. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 55, n. 11, p. 4395–4406, 2007. Available at: <https://doi.org/10.1021/jf0702592>

ABU-REIDAH, I. M. *et al.* HPLC – DAD – ESI-MS / MS screening of bioactive components from *Rhus coriaria* L. (Sumac) fruits. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 166, p. 179–191, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.06.011>

ALVES, P. L. da S.; ASCHERI, J. L. R. Análise por imagem e microscopia eletrônica por varredura das farinhas extrudadas de arroz e maracujá. **Hig. aliment**, [s. l.], v. 30, p. 144–148, 2016.

AOAC. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 19th. ed. Gaithersburg: [s. n.], 2012.

ARAÚJO, K. T. A. *et al.* Physical-chemical characterization of tropical fruit flour. **Revista Brasileira de Agrotecnologia**, [s. l.], v. 2, p. 110–115, 2017.

BRASIL. RESOLUÇÃO RDC NO. 263, de 22 de setembro de; 2005. **Aprova o regulamento técnico para produtos de cereais, amidos, farinhas e farelo** 2005. p. 1–368.

BRAZIL. Determinação de amido em farinha de mandioca , produtos amiláceos e outros. *In:* , 2014, Lanagro/RS: Porto Alegre. **Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento, Secretaria de Defesa Agropecuária, Coordenação-Geral de Laboratórios Agropecuários, Laboratório Nacional Agropecuário, Laboratório de Análises para Classificação Vegetal.** Lanagro/RS: Porto Alegre: [s. n.], 2014.

BRITO, T. B. *et al.* Fruit and vegetable residues flours with different granulometry range as raw material for pectin-enriched biodegradable film preparation. **Food Research International**, [s. l.], v. 121, n. January, p. 412–421, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.03.058>

BUSSOLO DE SOUZA, C. *et al.* Characterization and in vitro digestibility of byproducts from Brazilian food industry: cassava bagasse, orange bagasse and passion fruit peel. **Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre**, [s. l.], v. 16, p. 90–99, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.bcdf.2018.08.001>

C.M. ROSELL, E. SANTOS, C. C. Physico-chemical properties of commercial fibres from different sources: A comparative approach. **Food Research International**, [s. l.], v. 42, p. 176–184, 2009.

CANTERI, M. H. G. *et al.* ATR-FTIR spectroscopy to determine cell wall composition: Application on a large diversity of fruits and vegetables. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 212, n. December 2018, p. 186–196, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.02.021>

CAZARIN, C. B. B. *et al.* Antioxidant capacity and chemical composition of passion fruit peel (*Passiflora edulis* | Capacidade antioxidante e composição química da casca de maracujá (*Passiflora edulis*). **Ciencia Rural**, [s. l.], v. 44, n. 9, p. 1699–1704, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20131437>

CHAO, H. P.; CHANG, C. C.; NIEVA, A. Biosorption of heavy metals on *Citrus maxima* peel, passion fruit shell, and sugarcane bagasse in a fixed-bed column. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, [s. l.], v. 20, n. 5, p. 3408–3414, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2013.12.027>

CHIRINOS, R. *et al.* Phenolic compound contents and antioxidant activity in plants with nutritional and/or medicinal properties from the Peruvian Andean region. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], v. 47, p. 145–152, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.02.025>

CHUTIA, H.; MAHANTA, C. L. Green ultrasound and microwave extraction of carotenoids from passion fruit peel using vegetable oils as a solvent: Optimization, comparison, kinetics, and thermodynamic studies. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, [s. l.], v. 67, p. 102547, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2020.102547>

CLARO, M. D. L.; PÉRES-RODRIGUES, G.; TEIXEIRA, S. A. Functional

properties of yellow passion fruit bark (*Passiflora edulis*) in metabolic syndrome. **DEMETRA: Alimentação, Nutrição & Saúde**, [s. l.], v. 13, n. 1, p. 181–194, 2018. Available at: <https://doi.org/10.12957/demetra.2018.28957>

COELHO, E. M. *et al.* Physicochemical properties, rheology and degree of esterification of passion fruit (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*) peel flour. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, [s. l.], v. 98, n. 1, p. 166–173, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1002/jsfa.8451>

COELHO, E. M. *et al.* Passion fruit peel flour – Technological properties and application in food products. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 62, p. 158–164, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.07.027>

CORREIA, V. T. da V. *et al.* Chemical profile of extruded sorghum flour the genotype BRS 305 by paper spray. **Research, Society and Development**, [s. l.], v. 10, n. 1, p. e40710111414, 2021. Available at: <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i1.11414>

DELVAR, A. *et al.* Semi-Siccative Oils and Bioactive Fractions Isolated from Reunion Island Fruit Co-Product: Two Case Studies. **European Journal of Lipid Science and Technology**, [s. l.], v. 121, n. 4, p. 1–9, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1002/ejlt.201800391>

DO NASCIMENTO, E. M. G. C. *et al.* Effects of high-intensity ultrasound on drying kinetics and antioxidant properties of passion fruit peel. **Journal of Food Engineering**, [s. l.], v. 170, p. 108–118, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.09.015>

DOMÍNGUEZ-RODRÍGUEZ, G. *et al.* Revalorization of *Passiflora* species peels as a sustainable source of antioxidant phenolic compounds. **Science of the Total Environment**, [s. l.], v. 696, p. 134030, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.134030>

DOS REIS, L. C. R., FACCO, E. M. P., SALVADOR, M., FLÔRES, S. H., & DE OLIVEIRA RIOS, A. Antioxidant potential and physicochemical characterization of yellow, purple and orange passion fruit. **Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 55, n. 7, p. 2679–2691, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3190-2>

DOS REIS, L. C. R. *et al.* Characterization of Orange Passion Fruit Peel Flour and Its Use as an Ingredient in Bakery Products. **Journal of Culinary Science and Technology**, [s. l.], v. 18, n. 3, p. 214–230, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1080/15428052.2018.1564103>

DOS SANTOS, V. A. *et al.* Production and fruit quality of yellow passion fruit from the cultivation of seedlings at different ages. **Revista de Ciências Agroveterinárias**, [s. l.], v. 16, n. 1, p. 33–40, 2017. Available at: <https://doi.org/10.5965/223811711612017033>

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, [s. l.], v. 80, n. 11, p. C2389–C2396, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1111/1750-3841.13074>

EL-DIN, G. A. *et al.* Study on the use of banana peels for oil spill removal. **Alexandria Engineering Journal**, [s. l.], v. 57, p. 2061–2068, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.aej.2017.05.020>

ELIK, A.; KOÇAK, D.; GÖ, F. Microwave-assisted extraction of carotenoids from carrot juice processing waste using fl axseed oil as a solvent. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], v. 123, n. August 2019, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109100>

FARIA, G. A. *et al.* Experimental plot size of passion fruit. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [s. l.], v. 42, n. 1, p. 1–7, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1590/0100-29452020125>

FERNÁNDEZ-GARCÍA, E. *et al.* Carotenoids bioavailability from foods: From plant pigments to efficient biological activities. **Food Research International**, [s. l.], v. 46, n. 2, p. 438–450, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.06.007>

FIGUEIREDO, D. A. F. *et al.* Effects of bark flour of *Passiflora edulis* on food intake, body weight and behavioral response of rats. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, [s. l.], v. 26, n. 5, p. 595–600, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.bjp.2016.02.010>

FLORES-MORALES, A.; JIMÉNEZ-ESTRADA, M.; MORA-ESCOBEDO, R. Determination of the structural changes by FT-IR, Raman, and CP/MAS 13 C NMR spectroscopy on retrograded starch of maize tortillas. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 87, n. 1, p. 61–68, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.07.011>

GADIOLI, I. L. *et al.* A systematic review on phenolic compounds in *Passiflora* plants: Exploring biodiversity for food, nutrition, and popular medicine. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, [s. l.], v. 58, n. 5, p. 785–807, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1080/10408398.2016.1224805>

GARCIA, M. V.; MILANI, M. S.; RIES, E. F. Production optimization of passion fruit peel flour and its incorporation into dietary food. **Food Science and Technology International**, [s. l.], v. 26, n. 2, p. 132–139, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1177/1082013219870011>

GEERA, B.; OJWANG, L. O.; AWIKA, J. M. New Highly Stable Dimeric 3-Deoxyanthocyanidin Pigments from Sorghum bicolor Leaf Sheath. **Journal of Food Science**, [s. l.], v. 77, n. 5, p. 1–7, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2012.02668.x>

GOBBO-NETO, L.; LOPES, N. P. Online Identification of Chlorogenic Acids, Sesquiterpene Lactones, and Flavonoids in the Brazilian Arnica. **Journal of**

Agricultural and Food Chemistry, [s. l.], v. 56, n. 10, p. 1193–1204, 2008.

GUO, Y. *et al.* Rapid Analysis of Corni fructus Using Paper Spray-Mass Spectrometry. **Phytochemical Analysis**, [s. l.], v. 28, n. 4, p. 344–350, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1002/pca.2681>

HANG T. VU; SCARLETT, C. J.; VUONG, and Q. V. Effects of drying conditions on physicochemical and antioxidant properties of banana (*Musa cavendish*) peels. **DRYING TECHNOLOGY**, [s. l.], v. 35, n. 9, p. 1141–1151, 2017.

HARTANTO, S. *et al.* A Comparative Study of Peel and Seed Extract of Passion Fruit (*Passiflora edulis*) as Anti Collagenase. **American Scientific Research Journal for Engineering, Technology, and Sciences (ASRJETS)**, [s. l.], v. 54, n. 1, p. 42–48, 2019. Available at: https://asrjetsjournal.org/index.php/American_Scientific_Journal/article/view/4722

HE, X. *et al.* *Passiflora edulis*: An Insight Into Current Researches on Phytochemistry and Pharmacology. **Frontiers in Pharmacology**, [s. l.], v. 11, n. May, p. 1–16, 2020. Available at: <https://doi.org/10.3389/fphar.2020.00617>

HERNÁNDEZ-SANTOS, B. *et al.* Dietary fibre and antioxidant compounds in passion fruit (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*) peel and depectinised peel waste. **International Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 50, n. 1, p. 268–274, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1111/ijfs.12647>

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**, [s. l.], v. 28, n. 4, p. 629–640, 2017. Available at: <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20160211>

KANG, J. *et al.* Identification and characterization of phenolic compounds in hydromethanolic extracts of sorghum wholegrains by LC-ESI-MSn. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 211, p. 215–226, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.05.052>

KAZEMI, M. *et al.* Pistachio green hull pectin: Optimization of microwave-assisted extraction and evaluation of its physicochemical, structural and functional properties. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 271, p. 663–672, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.212>

KONTA, E. M.; ALMEIDA, M. R.; LIRA, C. Evaluation of the Antihypertensive Properties of Yellow Passion Fruit Pulp (*Passiflora edulis* Sims f. *flavicarpa* Deg.) in Spontaneously Hypertensive Rats. **Phytotherapy Research**, [s. l.], v. 32, n. January 2014, p. 28–32, 2014.

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**, [s. l.], v. 225, p. 146–153,

2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.01.027>

LEORO, M. G. V. *et al.* Evaluation of the in vitro glycemic index of a fiber-rich extruded breakfast cereal produced with organic passion fruit fiber and corn flour. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, [s. l.], v. 30, n. 4, p. 964–968, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1590/s0101-20612010000400019>

LIEW, S. Q. *et al.* Sequential ultrasound-microwave assisted acid extraction (UMAE) of pectin from pomelo peels. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 93, p. 426–435, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.08.065>

MAIA, S. M. P. C. *et al.* Passion fruit meal in the elaboration of corn cake. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, [s. l.], v. 13, n. 3, p. 328–336, 2018. Available at: <https://doi.org/10.18378/rvads.v13i3.5678>

MARQUES, S. do S. F. *et al.* Evaluation of the effects of passion fruit peel flour (*Passiflora edulis* fo. *flavicarpa*) on metabolic changes in HIV patients with lipodystrophy syndrome secondary to antiretroviral therapy. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, [s. l.], v. 26, n. 4, p. 420–426, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.bjp.2016.03.002>

MARTÍNEZ, R. *et al.* Chemical , technological and in vitro antioxidant properties of mango , guava , pineapple and passion fruit dietary fibre concentrate. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 135, n. 3, p. 1520–1526, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.05.057>

MARTINO, H. S. D. *et al.* Chemical characterization and size distribution of sorghum genotypes for human consumption Caracterização química e distribuição granulométrica de genótipos de sorgo para alimentação humana. **Rev Inst Adolfo Lutz**, [s. l.], v. 71, n. 2, p. 337–344, 2012.

MONTALVO ANDIA, J., LARREA, A., SALCEDO, J., REYES, J., LOPEZ, L., & YOKOYAMA, L. Synthesis and characterization of chemically activated carbon from *Passiflora ligularis*, *Inga feuillei* and native plants of South America. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, [s. l.], v. 8, n. 4, p. 103892, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.103892>

MORAIS, D. R. *et al.* Antioxidant activity, phenolics and UPLC-ESI(-)-MS of extracts from different tropical fruits parts and processed peels. **Food Research International**, [s. l.], v. 77, p. 392–399, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2015.08.036>

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**, [s. l.], v. 8, n. 1, p. 1–10, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1186/s13065-014-0066-z>

NGUYEN, N. M. P. *et al.* In vitro antioxidant activity and phenolic profiles of tropical fruit by-products. **International Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 54, n. 4, p. 1169–1178, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1111/ijfs.14093>

OLIVEIRA, C. F. *et al.* Evaluation of physicochemical, technological and morphological characteristics of powdered yellow passion fruit peel. **International Food Research Journal**, [s. l.], v. 23, n. 4, p. 1653–1662, 2016.

OLIVEIRA, T. Í. S. *et al.* Optimization of pectin extraction from banana peels with citric acid by using response surface methodology. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 198, p. 113–118, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.08.080>

OTIFY, A. *et al.* Function Mechanistic evidence of *Passiflora edulis* (Passifloraceae) anxiolytic activity in relation to its metabolite fingerprint as revealed via LC-MS and. **Food & Function**, [s. l.], v. 6, n. 12, p. 3807–3817, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1039/c5fo00875a>

PÁDUA, H. C. *et al.* YOGURT FLAVORED BANANA (*MUSA AAB*, subgrupo prata) FLOUR ENRICHED WITH THE BARK OF JABUTICABA (*Myrciaria jabuticaba* (vell.) Berg.). **Global Science and Technology**, [s. l.], v. 10, n. 1, p. 89–104, 2017.

PELISSARI, F. M.; JOSE, P.; MENEGALLI, F. C. Isolation and characterization of cellulose nanofibers from banana peels. **Cellulose**, [s. l.], v. 21, p. 417–432, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-013-0138-6>

PINELI, L. de L. d. O. *et al.* Antioxidants and sensory properties of the infusions of wild passiflora from Brazilian savannah: Potential as functional beverages. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, [s. l.], v. 95, n. 7, p. 1500–1506, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1002/jsfa.6852>

QUÊNIA, P. *et al.* Innovative functional nanodispersion: Combination of carotenoid from *Spirulina* and yellow passion fruit albedo. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 285, n. January, p. 397–405, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.01.181>

RAMLI, A. N. M. *et al.* Passion fruit (*Passiflora edulis*) peel powder extract and its application towards antibacterial and antioxidant activity on the preserved meat products. **SN Applied Sciences**, [s. l.], v. 2, n. 10, p. 1–11, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1007/s42452-020-03550-z>

REN, Q.; LONG, S. S. Chemical identification and quantification of HU-GU capsule by UHPLC–Q-TOF-MS and HPLC-DAD. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, [s. l.], v. 27, n. 5, p. 557–563, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.bjp.2017.06.002>

RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. Assessment of the provitamin A contents of foods - The Brazilian experience. **Journal of Food Composition and Analysis**, [s. l.], v. 9, n. 3, p. 196–230, 1996. Available at: <https://doi.org/10.1006/jfca.1996.0028>

RUFINO, M. do S. M. *et al.* Bioactive compounds and antioxidant capacities of 18 non-traditional tropical fruits from Brazil. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 121, n. 4, p. 996–1002, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.01.037>

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**, [s. l.], v. 22, n. 3, p. 613–620, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10068-013-0122-9>

SILVA, E. C. O. da *et al.* Obtenção e caracterização da farinha do albedo de maracujá (*Passiflora edulis* f. *Flavicarpa*) para uso alimentício. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, [s. l.], v. 11, n. 3, p. 69, 2016. Available at: <https://doi.org/10.18378/rvads.v11i3.4062>

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**, [s. l.], v. 30, n. 5, p. 1034–1044, 2019. Available at: <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20190002>

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**, [s. l.], v. 43, n. 5, p. 579–585, 2020.

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**, [s. l.], v. 18, n. 2, p. 1672–1692, 2013. Available at: <https://doi.org/10.3390/molecules18021672>

SOARES, I. R. *et al.* Analysis of physical-chemical parameters and centesimal composition of sugarcane bagasse flour (*Saccharum officinarum* L.). **Research, Society and Development**, [s. l.], v. 9, n. 7, p. e773974689, 2020. Available at: <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v9i7.4689>

TALARI, A. C. S., MARTINEZ, M. A. G., MOVASAGHI, Z., REHMAN, S., & REHMAN, I. U. Advances in Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy of Biological Tissues. [s. l.], v. 52, n. September, p. 456–506, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1080/05704928.2016.1230863>

UMOREN, S. A. *et al.* Performance evaluation of pectin as ecofriendly corrosion inhibitor for X60 pipeline steel in acid medium: Experimental and theoretical approaches. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 124, p. 280–291, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.02.036>

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**, [s. l.], v. 41, n. February, p. e13148, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1111/jfpp.13148>

WANG, J. *et al.* Analysis of chemical constituents of melastoma dodecandrum lour. By UPLC-ESI-Q-Exactive Focus-MS/MS. **Molecules**, [s. l.], v. 22, n. 3, p. 1–20, 2017. Available at: <https://doi.org/10.3390/molecules22030476>

WANG, W. *et al.* Acoustic cavitation assisted extraction of pectin from waste grapefruit peels: A green two-stage approach and its general mechanism. **Food Research International**, [s. l.], v. 102, p. 101–110, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.09.087>

XIONG, S. *et al.* The effects of gender and multiple oral dosing on the pharmacokinetics and bioavailability of morroniside in beagle dogs: A pilot study. **Indian Journal of Pharmaceutical Sciences**, [s. l.], v. 79, n. 2, p. 303–306, 2017. Available at: <https://doi.org/10.4172/pharmaceutical-sciences.1000229>

ZHANG, L. *et al.* Recovery of dietary fiber and polyphenol from grape juice pomace and evaluation of their functional properties and polyphenol compositions. **Food and Function**, [s. l.], v. 8, n. 1, p. 341–351, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1039/c6fo01423b>

CAPÍTULO 2

DETERMINAÇÃO DO PERFIL FITOQUÍMICO, ATIVIDADE BIOLÓGICA, ANTIOXIDANTE, E CARACTERIZAÇÃO MICROSCÓPICA DAS FOLHAS E EXTRATOS DE *PERESKIA ACULEATA* MILLER OBTIDOS POR DIFERENTES TEMPOS DE EXTRAÇÃO ULTRASSÔNICA

RESUMO

Esta pesquisa teve como objetivo realizar um estudo inovador sobre como diferentes tempos de extração ultrassônica (10, 20, 30 e 40 minutos) podem influenciar no perfil fitoquímico, atividade antioxidante e antibacteriana, de extratos etanólicos obtidos das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller), uma planta ainda pouco estudada. Os diferentes tempos de extração, ocasionaram distintos valores de conteúdo fenólico e atividade antioxidante. Todos os extratos foram capazes de inibir o crescimento de *Staphylococcus aureus* até mesmo para maiores diluições. Por cromatografia líquida, o ácido clorogênico foi o composto detectado em maior quantidade em todos os extratos. Com a espectrometria de massas por *paper spray* (EM-PS), foi possível sugerir a presença de 53 substâncias como ácidos orgânicos, fenólicos, flavonoides, entre outros. Além disso, essa técnica demonstrou ser simples e ultra-rápida para obter o perfil químico do extrato de folhas de ora-pro-nobis. A microscopia eletrônica de varredura (MEV), evidenciou que o processo de liofilização foi capaz de promover maior conservação nas estruturas morfológicas das folhas de ora-pro-nóbis. A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) evidenciou a presença dos grupos funcionais carboxila e de proteína nas folhas de ora-pro-nóbis, que favorece a interação com a água, fato que contribui para formação de géis. Este é o primeiro trabalho que avaliou a extração aprimorada de polifenóis das folhas de ora-pro-nobis sob diferentes tempos em ultrassom, demonstrando o potencial de aplicação das folhas de ora-pro-nóbis e seu extrato como ingredientes funcionais ou aditivos principalmente por sua alta atividade antioxidante na indústria alimentícia e farmacêutica.

Palavras-chave: Espectrometria de massa em *paper spray*, espectroscopia no infravermelho, Ora-pro-nóbis, PANC, tecnologia verde.

1. INTRODUÇÃO

Pereskia aculeata Miller, é uma planta alimentícia não convencional (PANC), pertencente à família Cactaceae e à subfamília Pereskioideae, é nativa da América do Sul. No Brasil é popularmente conhecida como ora-pro-nóbis e suas folhas são a única parte usualmente consumida, sendo utilizada tanto na medicina popular quanto na culinária, por não apresentar propriedades tóxicas (SILVA *et al.*, 2017; SOARES *et al.*, 2015).

As folhas de ora-pro-nóbis possuem elevado teor de proteína, fibras, cálcio, ferro entre outros componentes, sendo consideradas um complemento nutricional. Além disso, estudos evidenciam que os extratos e folhas de ora-pro-nóbis também são ricos em carotenóides e fenólicos, demonstrando propriedades curativas, anti-inflamatórias, antioxidantes, potencial analgésico e ações antifúngicas (AGOSTINI-COSTA *et al.*, 2012; AMADO *et al.*, 2017; DE CASTRO e SCIO, 2014; PÊSSOA *et al.*, 2014; SOUZA *et al.*, 2016).

Contudo, ainda se faz necessária uma maior caracterização dos compostos presentes nas folhas de *Pereskia aculeata* Miller (GARCIA *et al.*, 2019b), e como a proporção desses compostos identificados por técnicas mais avançadas pode ser influenciada pelo modo de extração.

Extratos naturais, por exemplo, quando aplicados na produção de alimentos, são capazes de atuar como conservantes e até mesmo com ação funcional, podendo trazer benefícios aos produtos alimentícios, como substitutos de conservantes sintéticos utilizados em larga escala na indústria alimentícia (ATANASOV; WALTENBERGER e PFERSCHY-WENZIG, 2016; GONÇALVES *et al.*, 2019).

Para a obtenção de extratos, o método de extração pode intervir diretamente no potencial antioxidante e biológico do mesmo (HEINRICH, 2010). A extração por ultrassom é uma das técnicas mais promissoras quando comparada as demais técnicas convencionais para extração de compostos bioativos, com maior benefício de tempo e segurança (NATIÉLI *et al.*, 2018).

Neste contexto, o presente trabalho teve como objetivo realizar um estudo inovador sobre como diferentes tempos de extração ultrassônica podem influenciar no perfil fitoquímico, atividade antioxidante e atividade antimicrobiana, de extratos obtidos das folhas de *Pereskia aculeata* Miller, contribuindo para o desenvolvimento científico nessa área, e possibilitando a obtenção otimizada destes compostos, para potencial uso na indústria de alimentos e farmacêutica.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

2.1.1 Reagentes químicos e linhagens bacterianas

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 obtidos da Sigma-Aldrich (San Luis, Missouri, EUA). Os demais reagentes foram de grau analítico.

As linhagens referência das bactérias *Staphylococcus aureus* ATCC 29213, *Escherichia coli* (ATCC 35218; produtora de beta-lactamase) e *Staphylococcus aureus* resistente à meticilina (MRSA; ATCC 43300) foram gentilmente cedidas pelo laboratório de Microbiologia Clínica da Faculdade de Farmácia da UFMG.

2.1.2 Amostragem de plantas

As folhas de ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller) foram coletadas no Campus da Universidade Federal de São João Del Rei (UFSJ), na cidade de Sete Lagoas, Minas Gerais, em março de 2019.

2.2 Métodos

2.2.1 Liofilização

As folhas de ora-pro-nóbis foram selecionadas quanto a aparência visual (coloração verde típica e integridade), higienizadas em água corrente e o excesso de água removido com papel toalha, sendo estas submetidas ao congelamento em ultra freezer a temperatura de -55 °C por 24 h.

A liofilização foi conduzida em um liofilizador da marca TERRONI, modelo LS-6000-A. Após 12 horas o processo foi finalizado, as folhas foram acondicionadas em sacos plásticos para congelamento a -18 °C até o momento das análises, quando foram descongeladas, trituradas em liquidificador (Philips Walita, modelo Walita Brasília) e tamisadas em peneira de malha de 16-mesh.

2.2.2 Preparo dos extratos

Para o preparo dos extratos pesou-se 5g da amostra que foi misturada com 50 mL de solução de álcool etílico a 50%, em Erlenmeyers de vidro embalados com papel alumínio e tampados com filme de parafina plástica com papel (Parafilm®) e papel alumínio, a fim de evitar a evaporação do álcool durante a extração.

Prepararam-se quatro extratos que foram submetidos a diferentes tempos de extração em lavadora ultra-sônica digital (Sanders Medical, SoniClean 2, Santa Rita do Sapucaí, MG) por 10, 20, 30 e 40 minutos, em temperatura ambiente de 20°C.

Finalizadas as extrações, realizou-se 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, resultando nos seguintes extratos aquosos: extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas por 10 minutos (EO10); extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas por 20 minutos (EO20); extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas por 30 minutos (EO30); extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas por 40 minutos (EO40).

2.2.3 Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante

Seguindo o método Folin-Ciocalteu (SAHAN; CANSEV e GULEN, 2013), determinou-se o teor de compostos fenólicos totais, com o resultado expresso em equivalentes de ácido gálico (mg EAG.g^{-1} de amostra). Em relação a atividade antioxidante (ATT), a mesma foi avaliada por três modos distintos nos extratos obtidos das folhas de ora-pro-nóbis: 1) reação com 2,2'-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH) (AOAC, 2012); 2) pela captura do radical livre 2,2'-Azino-bis(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid) (ABTS) (RUFINO *et al.*, 2010) e 3) *Ferric Reducing Antioxidant Power* (FRAP) (RUFINO *et al.*, 2010). Todas as análises foram feitas em ambiente escuro e em triplicata.

2.2.4 Identificação e quantificação de compostos fenólicos

De acordo com o método cromatográfico descrito por (EÇA *et al.*, 2015), foi possível determinar e quantificar os principais compostos fenólicos existentes nos extratos das folhas de ora-pro-nóbis liofilizadas. Os quatro extratos foram filtrados em filtro de seringa de nylon de $0,22 \mu\text{m}$ e injetados em um cromatógrafo líquido de alto desempenho (Waters, Acquity UPLC® Class) Milford, Massachusetts, EUA), equipado com detector de UV por arranjo de diodos, bomba quaternária, degaseificador, amostrador automático, coluna Acquity UPLC® BEH C18 ($2,1 \times 100 \text{ mm}$; $1,7 \mu\text{m}$, Waters Milford, Massachusetts, EUA) sob fluxo constante de $0,3 \text{ mL.min}^{-1}$, com duas fases móveis (A = acetonitrila e B = água: ácido fórmico, 99,75: 0,25). Todos os dados obtidos a partir dessa análise foram processados no Empower® software e os resultados foram expressos em $\mu\text{g.g}^{-1}$ de extrato.

2.2.5 Atividade da atividade antibacteriana

A atividade antimicrobiana dos quatro extratos das folhas de ora-pro-nóbis foi avaliada pelo método de microdiluição em caldo, conforme recomendações do *Clinical and Laboratory Standards Institute* (CLSI, 2017), com algumas

adaptações, contra as linhagens referências dos patógenos *S. aureus* (ATCC 29213), *E. coli* (ATCC 35218) e MRSA (ATCC 43300).

As linhagens Gram-positivas e Gram-negativa semeadas em ágar de sangue e MacConkey, respectivamente, foram incubadas em atmosfera normal a 37 °C por 24 h. Após esse tempo, uma a cinco colônias isoladas foram suspensas em 4,0 mL de caldo Mueller Hinton (MH) e incubadas em agitação a 180 rpm e 37 °C até que uma presença de turbidez fosse observada, equivalente ao padrão 0,5 na escala McFarland ($1-2 \times 10^8$ UFC.mL⁻¹). A seguir, ajustou-se o inóculo em MH a $1,5 \times 10^5$ UFC.mL⁻¹ para realização dos ensaios.

Em microplacas 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 µg.mL⁻¹ de penicilina para *S. aureus*, 2,5 µg.mL⁻¹ de gentamicina para *E. coli* e 2,5 µg.mL⁻¹ de estreptomicina), de viabilidade celular (somente bactérias) e de esterilidade (somente CMH) foram empregados em triplicata em cada ensaio.

As microplacas foram incubadas a 37 °C por 24 h, e após este período, pode-se analisar visualmente a ausência de turbidez em cada poço, sendo considerada como a concentração inibitória mínima (CIM), a menor concentração (%) dos extratos em que não foi evidenciado crescimento bacteriano visível. Os ensaios foram realizados em triplicata.

2.2.6 Espectroscopia no infravermelho

O espectro das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis foi adquirido na faixa de 4000 a 500 cm⁻¹, com 20 varreduras por experimento, com uma resolução de 4 cm⁻¹, sendo essa análise realizada por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), em espectrômetro (Shimadzu IRAffinity – 1), com detector DLaTGS (sulfato de triglicina deuterado e dopado com L-alanina) e acessório de refletância total atenuada (ATR) com cristal de zinco.

2.2.7 Microscopia eletrônica de varredura

Empregando a microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi avaliada a microestrutura dos fragmentos das folhas de ora-pro-nóbis liofilizadas, utilizando um microscópio eletrônico de varredura com detector de energia dispersiva de raios X (Leo 440i, EDS: 6070, LEO Electron Microscopy/Oxford, Cambridge-Inglaterra). Antes de serem analisados, os fragmentos liofilizados de ora-pro-nóbis foram secos e mantidos por 24 horas em vácuo, em seguida foram revestidos por uma camada de ouro com espessura de 200 Å em um aplicador de pulverização Sputter Coater EMITECH, Modelo: K450 (Kent, Reino Unido). Sob vácuo, a amostra foi analisada quanto a sua superfície utilizando uma tensão de aceleração de 10 kV e uma ampliação de 500x, 800x, 2000x e 3000x.

2.2.8 Perfil Químico por espectrometria de massas por *paper spray*

O extrato com os melhores resultados quanto às atividades antioxidantes e antimicrobiana, foram selecionados para avaliação do seu perfil químico, utilizando o espectrômetro de massa LCQ Fleet (Thermo Scientific), equipado com uma fonte de ionização por *paper spray*, conforme metodologia detalhada por (SILVA *et al.*, 2019), utilizando os modos de ionização positivo e negativo, em triplicata. 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*.

Para a realização das análises, papel cromatográfico cortado na forma de um triângulo equilátero (1,5 cm) foi posicionado a frente da entrada do espectrômetro de massas. Este papel era suportado por um conector metálico e posicionado a uma distância de 0,5 cm com auxílio de uma plataforma móvel (XYZ). Este aparato foi conectado a fonte de alta tensão do espectrômetro de massas por meio de um fio de cobre. Por fim, 2,0 µL do extrato foram aplicados na extremidade dos triângulos, 40,0 µL de metanol eram transferidos para o papel cromatográfico e a fonte de voltagem foi ligada para aquisição dos dados (CORREIA, 2021; SILVA, *et al.*, 2020b, 2020a).

Para identificação dos compostos foi realizada a comparação das razões massa carga de dados da literatura com os sinais instrumentais obtidos e a subsequente fragmentação por meio da espectrometria de massas sequencial. As energias de colisão utilizadas para fragmentação dos compostos variaram de 15 a 30 eV. Os espectros de massa obtidos, foram processados com auxílio do software Xcalibur (Thermo Scientific, EUA).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante

Os teores de compostos fenólicos totais e das atividades antioxidantes pelos métodos de ABTS, FRAP e DPPH nos quatro extratos das folhas de ora-pro-nóbis estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Atividades antioxidantes nos extratos hidroalcoólicos das folhas de *Pereskia aculeata* Miller.

Método	EO10	EO20	EO30	EO40
Compostos Fenólicos Totais mg EAG.g ⁻¹ de extrato	2,35 ± 2,83 ^{ab}	2,14 ± 3,34 ^{bc}	2,07 ± 14,75 ^c	2,60 ± 11,66 ^a
AAT por ABTS* (μM de ET.g ⁻¹)	10,24 ± 0,40 ^a	9,00 ± 0,38 ^b	6,38 ± 0,17 ^c	7,14 ± 0,17 ^c
AAT por FRAP (μM sulf. ferroso.g ⁻¹)	30,00 ± 1,29 ^{ab}	24,34 ± 1,87 ^c	32,13 ± 0,60 ^a	27,37 ± 0,83 ^{bc}
AAT por DPPH (μM de ET.g ⁻¹)	24,48 ± 7,55 ^b	28,22 ± 1,80 ^b	70,20 ± 1,05 ^a	61,20 ± 1,12 ^a

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). EO20 extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 20 minutos; EO30 extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 30 minutos; EO40 extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 40 minutos; AAT: atividade antioxidante total; ET = equivalentes de Trolox; EAG: equivalente de ácido gálico.

Neste estudo, os compostos fenólicos totais variaram de 2,07 ± 14,75 a 2,60 ± 11,66 mg EAG.g⁻¹ de extrato, para EO30 e EO40, respectivamente. De

forma geral, foi possível observar que os diferentes tempos de extração, levaram a diferentes valores de conteúdo fenólico e atividade antioxidante.

Agostini-Costa *et al.* (2012), encontraram um teor de compostos fenólicos igual a 0,649 mg EAG.g⁻¹ em frutos de ora-pro-nóbis (*Pereskia Aculeata* MILLER). Em seus estudos, Sim, Nurestri e Norhanom (2010), examinaram o conteúdo fenólico em extratos de folhas de *Pereskia grandifolia* e obtiveram como resultado 19,08 mg EAG.g⁻¹ utilizando hexano como solvente. Souza *et al.*, (2016), ao avaliarem a composição química e atividade biológica das folhas de *Pereskia aculeata* Muller, detectaram 5,17 ± 0,41 mg EAG.g⁻¹ de compostos fenólicos, utilizando clorofórmio como solvente.

Essas variações no conteúdo de fenólicos totais podem ser decorrentes das diferentes partes da planta, técnicas e locais de cultivo, método de secagem das folhas, bem como das condições de extração.

As atividades antioxidantes das folhas de ora-pro-nóbis são atribuídas principalmente aos metabólitos secundários e alguns metabólitos primários, principalmente aos compostos fenólicos e flavonoides (ANDRADE *et al.*, 2021).

Em relação à ATT, o extrato EO10 demonstrou melhores resultados nos métodos de determinação por ABTS (10,24 ± 0,40 µM de ET.g⁻¹) e associado ao EO30 no FRAP (30,00 ± 1,29 µM sulf. ferroso.g⁻¹).

Na extração assistida por ultrassom, são originadas bolhas no meio, sendo estas responsáveis pelo processo de cavitação na matriz. Quando em contato com as estruturas das células vegetais, são capazes de romper os polímeros por meio de um efeito mecânico, originando microporos por onde é realizada a extração dos polifenóis (MEDINA-TORRES; AYORA-TALAVERA; ESPINOSA-ANDREWS, 2017; WANG, W. *et al.*, 2017).

Portanto, pode-se inferir que menores tempos em ultrassom dos extratos das folhas de ora-pro-nóbis, também são efetivos para rompimento da membrana vegetal e obtenção de compostos bioativos com capacidade de sequestro dos radicais ABTS e que promovam a redução férrica.

Os resultados da Tabela 1, demonstram que há uma correlação entre a atividade antioxidante pela eliminação de radicais livres por DPPH e maior tempo de extração em ultrassom. SOUZA *et al.*, (2016) ao avaliarem a composição química e atividade biológica das folhas de ora-pro-nóbis, verificaram maior

atividade antioxidante por DPPH em extrato das folhas de ora-pro-nóbis com maior conteúdo de compostos fenólicos, semelhante ao extrato EO40.

Os resultados deste trabalho demonstraram que a extração de compostos bioativos com propriedades antioxidantes de origem vegetal, podem ser realizadas utilizando tecnologias inovadoras como a extração assistida por ultrassom (BALASUBRAMANIAM; SATHVIKA; ANTONY, 2019).

Os antioxidantes obtidos das folhas de ora-pro-nóbis são naturais e podem ser utilizados como uma alternativa aos antioxidantes sintéticos.

Estudos quanto a avaliação da atividade antioxidante de *Pereskia* spp. presentes na literatura, não utilizaram um conjunto de métodos antioxidantes diferentes, como foi realizado nesta pesquisa, enfatizando a importância deste trabalho, uma vez que os compostos antioxidantes podem atuar por mecanismos distintos.

3.2 Identificação e quantificação de compostos fenólicos

Os compostos fenólicos das folhas de ora-pro-nóbis identificados e quantificados por cromatografia líquida de ultra eficiência foram dos grupos dos ácidos fenólicos (ácido clorogênico, ácido gálico, ácido cafeico e ácido elágico) e dos flavonoides (quercetina) e estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 - Perfil de fenólicos ($\mu\text{g.g}^{-1}$ de extrato) nos extratos hidroalcoólicos das folhas de ora-pro-nóbis

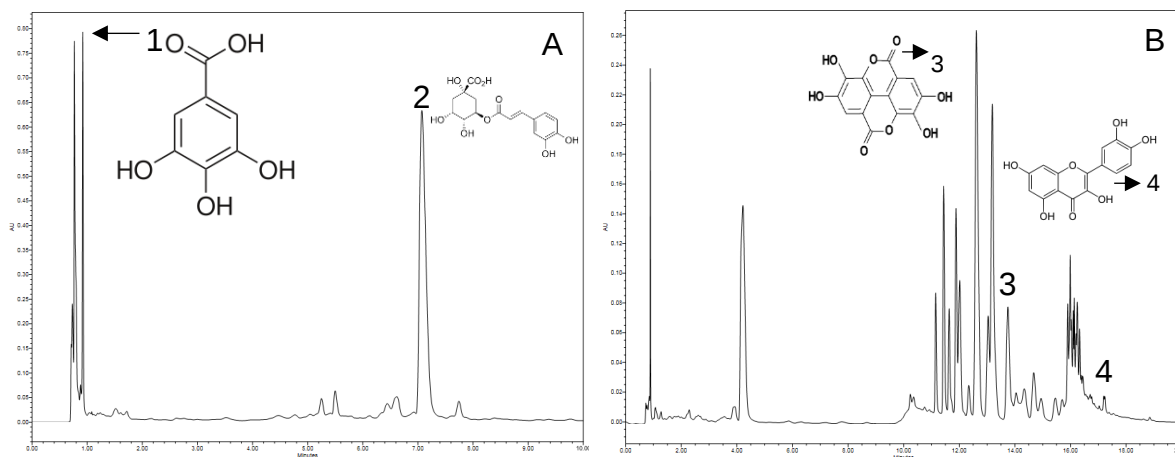
Composto	EO10	EO20	EO30	EO40
Ácido clorogênico	350,93 $\pm$ 0,01 ^d	524,54 $\pm$ 0,00 ^a	459,38 $\pm$ 1,00 ^b	364,48 $\pm$ 0,03 ^c
Ácido gálico	0,49 $\pm$ 0,17 ^d	0,31 $\pm$ 0,09 ^c	12,01 $\pm$ 0,20 ^b	14,66 $\pm$ 0,11 ^a
Ácido cafeico	ND	ND	29,03 $\pm$ 0,04 ^b	31,23 $\pm$ 0,02 ^a
Ácido elágico	1,00 $\pm$ 0,25 ^d	1,35 $\pm$ 0,02 ^c	6,32 $\pm$ 0,00 ^b	10,01 $\pm$ 0,01 ^a
Quercetina	0,05 $\pm$ 0,03 ^d	0,10 $\pm$ 0,05 ^a	0,08 $\pm$ 0,01 ^c	0,09 $\pm$ 0,08 ^b
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). EO20 extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 20 minutos; EO30 extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 30 minutos; EO40 extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 40 minutos; ND: não detectado.

A Figura 1 mostra os cromatogramas dos compostos fenólicos identificados no extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas

com etanol a 50% por ultrassom a 20 minutos. Este tratamento, por sua vez, apresentou as maiores concentrações de ácido clorogênico e o menor valor no resultado de atividade antibacteriana

Figura 1 - Cromatogramas dos fenólicos identificados no extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 20 minutos (EO20).



A: espectro dos padrões diluídos em água; 1: ácido gálico; 2: ácido clorogênico; B: espectro dos padrões diluídos em metanol; 3: ácido elágico; 4: quercetina.

Os resultados demonstraram que os ácidos fenólicos estão em maiores concentrações nos extratos das folhas de ora-pro-nóbis, se destacando o ácido clorogênico como o principal composto em maior quantidade em todos os extratos.

Altas concentrações de ácido clorogênico nas folhas de *Pereskia aculeata*, também foi verificado por AGOSTINI-COSTA (2020), em um trabalho de revisão sobre compostos bioativos de diversos gêneros das subfamílias Cactoideae e Pereskioideae.

O melhor desempenho antibacteriano obtido pelo EO20, pode estar associado a alta concentração de ácido clorogênico, uma vez que esse composto apresenta importante ação antimicrobiana (ANTONIO *et al.*, 2010). A obtenção de extratos das folhas de ora-pro-nóbis em banho ultrassônico por 20 minutos, conseguiu extrair maior quantidade desse composto.

Os extratos EOR30 e EOR40 quantificaram maiores teores de ácido gálico e ácido elágico, além de detectarem ácido cafeico, não identificado nos extratos EOR10 e EOR20. Portanto, fica claro que um maior tempo de exposição

ao ultrassom, contribui de forma positiva e significativa para a eficiência na extração dos ácidos gálico, cafeico e elágico, em extratos das folhas de ora-pro-nóbis.

Conforme apresentado na Figura 3 as folhas de ora-pro-nóbis liofilizadas apresentaram uma superfície áspera, consequentemente os maiores tempos de exposição destas em ultrassom, possibilitaram um grande processo de cavitação na matriz vegetal (WANG, W. *et al.*, 2017), liberando maior quantidade desses ácidos.

A menor quantificação da quercetina nos extratos das folhas de ora-pro-nóbis em relação aos outros compostos, pode ser justificável por sua alta instabilidade (DOS REIS *et al.*, 2020), fato semelhante também foi observado nos trabalhos de (GARCIA *et al.*, 2019b) e HASSANBAGLOU *et al.*, (2012) ao pesquisarem as folhas de *Pereskia aculeata* Miller e *Pereskia bleo* (Kunth), respectivamente.

Finalmente, a catequina foi o único composto não quantificado em nenhum dos extratos das folhas de ora-pro-nóbis deste trabalho. Contudo, Hassanbaglou *et al.*, (2012), identificaram e quantificaram a catequina (9,18 mg / g) como um dos principais componentes flavonóides do extrato etanólico da folha de *Pereskia bleo* Kunth.

A ausência da catequina, por sua vez, pode ser justificada por diversas condições como localização geográfica de cultivo das plantas, espécie, condições de colheita, método de secagem das folhas de ora-pro-nóbis, extração e o tipo de solvente utilizado, uma vez que a polaridade do mesmo com a amostra, afeta diretamente o rendimento de extração (CHIRINOS *et al.*, 2013).

Todos os compostos fenólicos identificados e quantificados nessa pesquisa demonstram diversas propriedades importantes, podendo se enfatizar as atividades antioxidante e antibacteriana. Assim, se evidencia que a folha de ora-pro-nóbis pode se caracterizar como uma matéria prima em potencial para o desenvolvimento, por exemplo, de alimentos funcionais.

3.3 Avaliação da atividade antibacteriana

O resultado da avaliação da concentração inibitória mínima (CIM) dos extratos das folhas de *Pereskia aculeata* Miller, contra as bactérias *S. aureus*, *E. coli* e MRSA está demonstrado na Tabela 3.

Tabela 3 - Concentração inibitória mínima dos extratos hidroalcoólicos das folhas de *Pereskia aculeata* Miller contra *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus* resistente à metilicina (MRSA).

Diluição (% v/v)	<i>Staphylococcus aureus</i> (ATCC 29213)				MRSA (ATCC 43300)				<i>Escherichia coli</i> (ATCC 35218)			
	EO10	EO20	EO30	EO40	EO10	EO20	EO30	EO40	EO10	EO20	EO30	EO40
50,0	-	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+
25,0	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+
12,5	-	-	-	-	+	-	+	+	+	+	+	+
6,25	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+
3,13	+	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+
1,56	+	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

+ crescimento bacteriano; - inibição do crescimento. EO10: extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 10 minutos; EO20 extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 20 minutos; EO30 extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 30 minutos; EO40 extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 40 minutos.

Conforme observado na Tabela 3, os extratos demonstraram diferentes comportamentos para inibição do crescimento bacteriano, apresentando atividade contra ambas bactérias Gram-positivas, *S. aureus* e MRSA. Contudo, com exceção da avaliação em *E. coli*, nenhum extrato apresentou atividade antibacteriana

Apesar de todos os quatro extratos serem oriundos do mesmo material e solvente, o distinto modo de inibição frente ao *S. aureus* e ao MRSA, está relacionado, dentre outros fatores, ao modo de extração empregado. Os diferentes tempos do extrato no banho ultrassônico, apresentaram influência direta em quais compostos e seus respectivos teores foram extraídos das folhas da *Pereskia aculeata* Miller (RABÊLO *et al.*, 2014).

Todos os extratos foram capazes de inibir o crescimento de *S. aureus* até mesmo para maiores diluições, com destaque para o extrato EO20, que inibiu o

crescimento até a última diluição (1,56%). Possivelmente também, os mecanismos que conferem resistência às penicilinas, meticilina e oxacilina, por MRSA (neste caso, as alterações estruturais das proteínas ligadoras de penicilina – PBP), podem ter reduzido a afinidade de interação dos compostos com atividade antibacteriana presente nos extratos.

Em relação as bactérias Gram-negativas, sabe-se que estas apresentam maior resistência frente a agentes externos como extratos vegetais e antibióticos, por possuírem uma membrana externa em sua parede celular, que ocasiona maior dificuldade de penetração aos agentes antibacterianos (RIBEIRO *et al.*, 2012).

Na literatura, são apresentados outros estudos realizados com extratos de diversos tipos de plantas incluindo das folhas de ora-pro-nóbis, que corroboram com este trabalho, onde são observados maior atividade dos extratos contra bactérias Gram-positivas, do que Gram-negativas, como *E. coli* (BAZARGANI e ROHLOFF, 2016; GARCIA *et al.*, 2019a; MIRANDA *et al.*, 2013; MIRJANA *et al.*, 2016; NOSTRO *et al.*, 2016; SOUZA, *et al.*, 2016).

O melhor desempenho antibacteriano obtido pelo EO20, se deve possivelmente a maior quantidade de rutina e ácido clorogênico que foi obtida neste extrato, uma vez que resultados promissores contra *S. aureus*, *Staphylococcus glurance*, *Streptococcus mutans* e *E. coli*, foram verificados utilizando esses compostos (ANTONIO *et al.*, 2010; SONI *et al.*, 2013).

A rutina é um flavonóide com propriedades farmacológicas, incluindo antimicrobiana, antiinflamatória, anticâncer e antidiabética (GULLÓN *et al.*, 2017), enquanto o ácido clorogênico, se destaca por suas propriedades antioxidantes e antimicrobianas (ANTONIO *et al.*, 2010; ZOHREH, 2020).

Souza *et al.*, (2016), verificaram a atividade antibacteriana dos extratos das folhas de *Pereskia aculeata* Muller, pela avaliação do halo de inibição em prato. Os autores constataram que o extrato de éter de petróleo exibiu potente atividade antibacteriana contra *E.coli*, enquanto o extrato de clorofórmio apresentou atividade inibitória contra *Bacillus cereus* e *S. aureus*.

A inibição do crescimento de *E. coli* a partir do extrato das folhas de ora-pro-nóbis com éter de petróleo, possivelmente se deve a maior capacidade que este solvente apresenta para extração de fenólicos de baixo peso molecular com atividade antibacteriana. Entretanto, é importante enfatizar que esses dois

solventes são tóxicos e poluentes ambientais, e o etanol utilizado na elaboração dos extratos neste estudo, é mais adequado (SILVA, V. D. M. *et al.*, 2020a).

Na literatura, são poucos os trabalhos envolvendo a análise de CIM das folhas de *P. aculeata*, e o presente trabalho demonstrou que os extratos das folhas de ora-pro-nóbis apresentam atividade antibacteriana contra bactérias Gram-positivas, podendo a inibição do crescimento microbiano estar atrelada a diferentes fatores como as características do microrganismo e a linhagem utilizada, além das condições de extração e composição dos componentes em cada extrato.

3.4 Espectroscopia no infravermelho

O espectro de infravermelho foi obtido para verificar os grupos funcionais presentes nas folhas de ora-pro-nóbis liofilizadas (Figura 2), sendo semelhante ao espectro encontrado por (AMARAL *et al.*, 2018) para carbono ativado com base nos resíduos de *Pereskia aculeata* Miller.

As ligações N-H (grupo amino) podem ser observadas em 1646 cm^{-1} , resultado semelhante ao observado por (REINAS *et al.*, 2014) em espectrograma de infravermelho de quitosana.

A banda em 1440 e 1320 cm^{-1} pode estar relacionado a CH_3 , CH_2 , flavonóides e grupos aromáticos, com vibração de C – H e o alongamento da vibração de compostos aromáticos (OLIVEIRA, R. N. *et al.*, 2016).

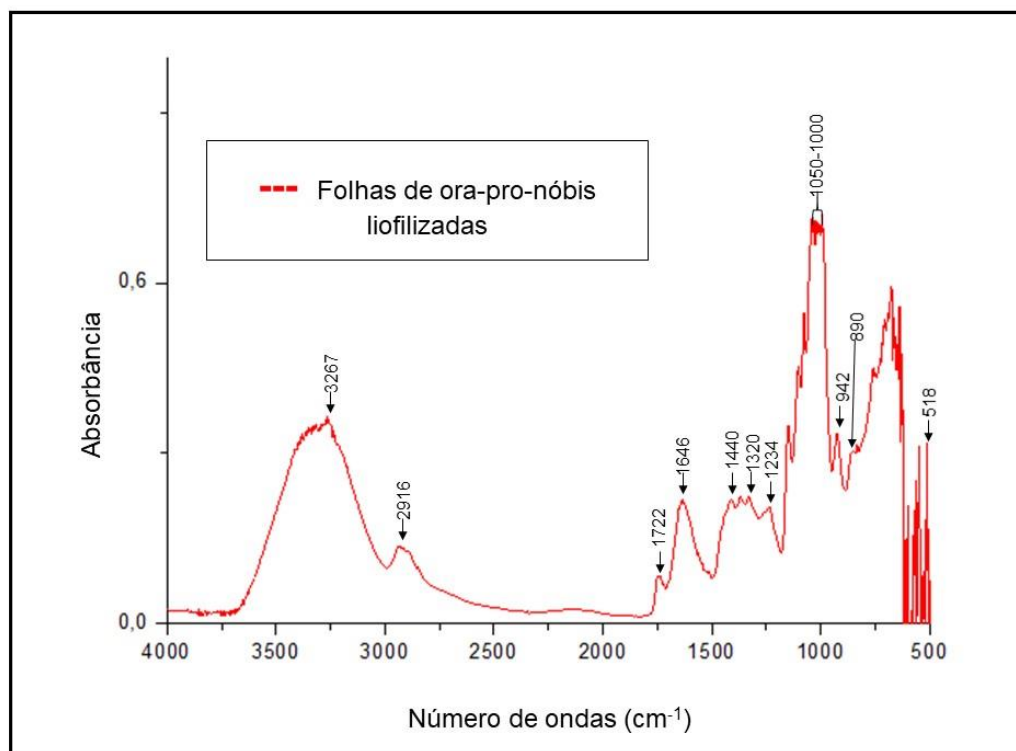
A banda a 2916 cm^{-1} foi caracterizada como vibrações de estiramento de C-H na celulose e na hemicelulose (OLIVEIRA, T. Í. S. *et al.*, 2016; PELISSARI; JOSE; MENEGALLI, 2014).

Com relação às bandas em 1000 cm^{-1} e 1050 cm^{-1} , pode indicar a conformação estrutural do ácido gálico (KANNAN; ARUMUGAM; ANANTHARAMAN, 2011), composto que foi identificado e quantificado por cromatografia nesse estudo.

Uma banda com o pico observado em 3267 cm^{-1} , por sua vez, é caracterizada pela presença de ligação OH-, semelhante ao encontrado por (SILVA, S. H. *et al.*, 2019), no espectro infravermelho de mucilagem de fruta verde de ora-pro-nóbis liofilizada.

A presença da ligação OH-, confere afinidade dos polímeros presentes na mucilagem das folhas de ora-pro-nóbis, por moléculas de água, propriedade típica de compostos hidrofílicos (SAHA; BHATTACHARYA, 2010). O pico a 1234 cm^{-1} indica estiramento de ligação C-O da lignina (EL-DIN *et al.*, 2018).

Figura 2 - Espectro de infravermelho com transformada de Fourier das folhas de ora-pro-nóbis liofilizadas.



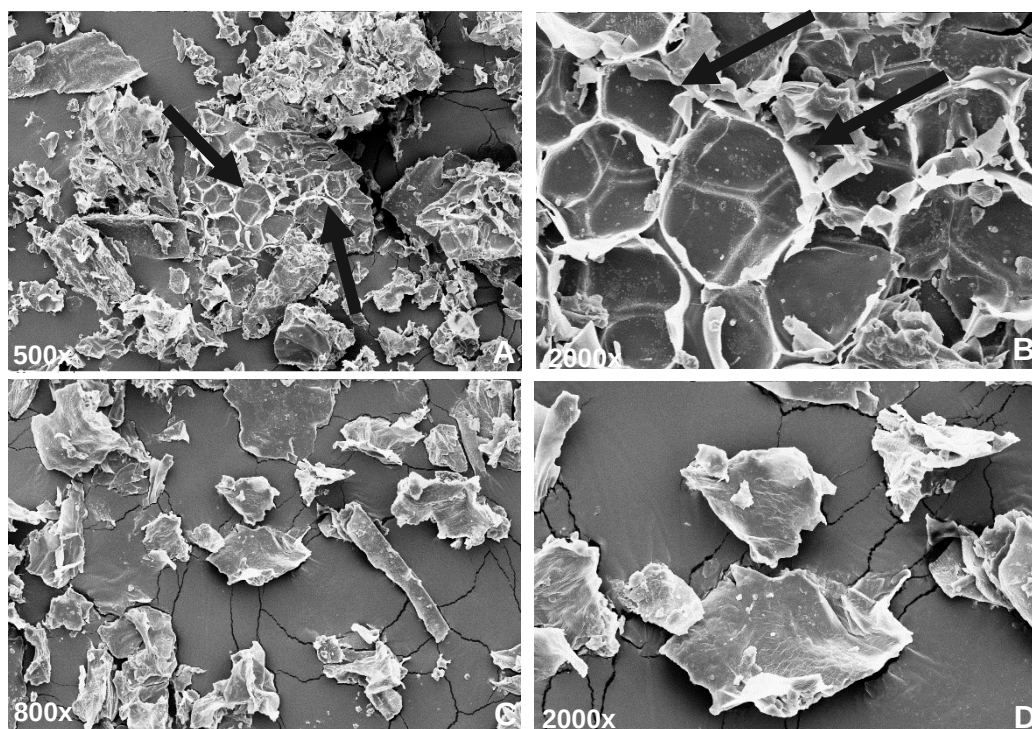
No número de onda 890 cm^{-1} há um pico característico de estrutura de polissacarídeos originado a partir de ligações β -glicosídicas entre as unidades de açúcares. As bandas em 518 e 942 cm^{-1} , podem estar associados a pectinas e ligninas (LUPOI; GJERSING; DAVIS, 2015; MARTINS *et al.*, 2021).

Finalmente, a presença dos grupos funcionais carboxila e de proteína nas folhas de ora-pro-nóbis neste trabalho, evidenciam o favorecimento da interação com a água, fato que contribui para formação de géis, uma característica importante que as folhas de ora-pro-nóbis apresentam para obtenção de coloides por exemplo.

3.5 Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As imagens da MEV demonstram a estrutura morfológica da farinha das folhas de ora-pro-nóbis (FOPN) liofilizadas (Figura 3). A FOPN apresentou uma superfície mais irregular e porosa, conferindo ao material uma maior área de contato que contribui para a retenção de água nesse produto (ALVES; ASCHERI, 2016; LIEW *et al.*, 2016).

Figura 3- Imagens da MEV das folhas de ora-pro-nóbis liofilizadas



Esta característica em particular é desejável para produção de alimentos e formação de emulsões, conforme observado no trabalho de SATO *et al.*, (2019) e CONCEIÇÃO *et al.*, (2014), especificamente no desenvolvimento de massas comestíveis e obtenção de emulsões à partir das folhas de *Pereskia aculeata* Miller, respectivamente.

A análise microscópica das FOPN demonstrou a presença de estômatos paracíticos e anomocíticos (representado pelas setas na Figura 3A - B), assim como foi evidenciado no trabalho de SQUENA *et al.*, (2012), que realizaram a análise morfoanatômica de partes vegetativas aéreas de *Pereskia aculeata* Miller.

A forte atração e adesão das partículas menores com as partículas maiores, também indicam uma boa ordenação ao longo do processo de liofilização, cuja estrutura é característica de materiais higroscópicos como a

quitosa e goma guar por exemplo (RENAULT *et al.*, 2009; WANG, Q.; ELLIS; ROSS-MURPHY, 2002).

As microestruturas das FOPN apresentaram características semelhantes ao encontrado por MONTEIRO *et al.*, (2021), nas folhas de *Pereskia aculeata* Miller liofilizadas, como superfície mais porosa e irregular.

A microestrutura obtida, é típica da sublimação do gelo formado em espaços intracelulares, que mantém a estrutura celular da folha, procedendo em partículas com superfície mais irregular, resultante dos grandes poros (MONTEIRO *et al.*, 2021).

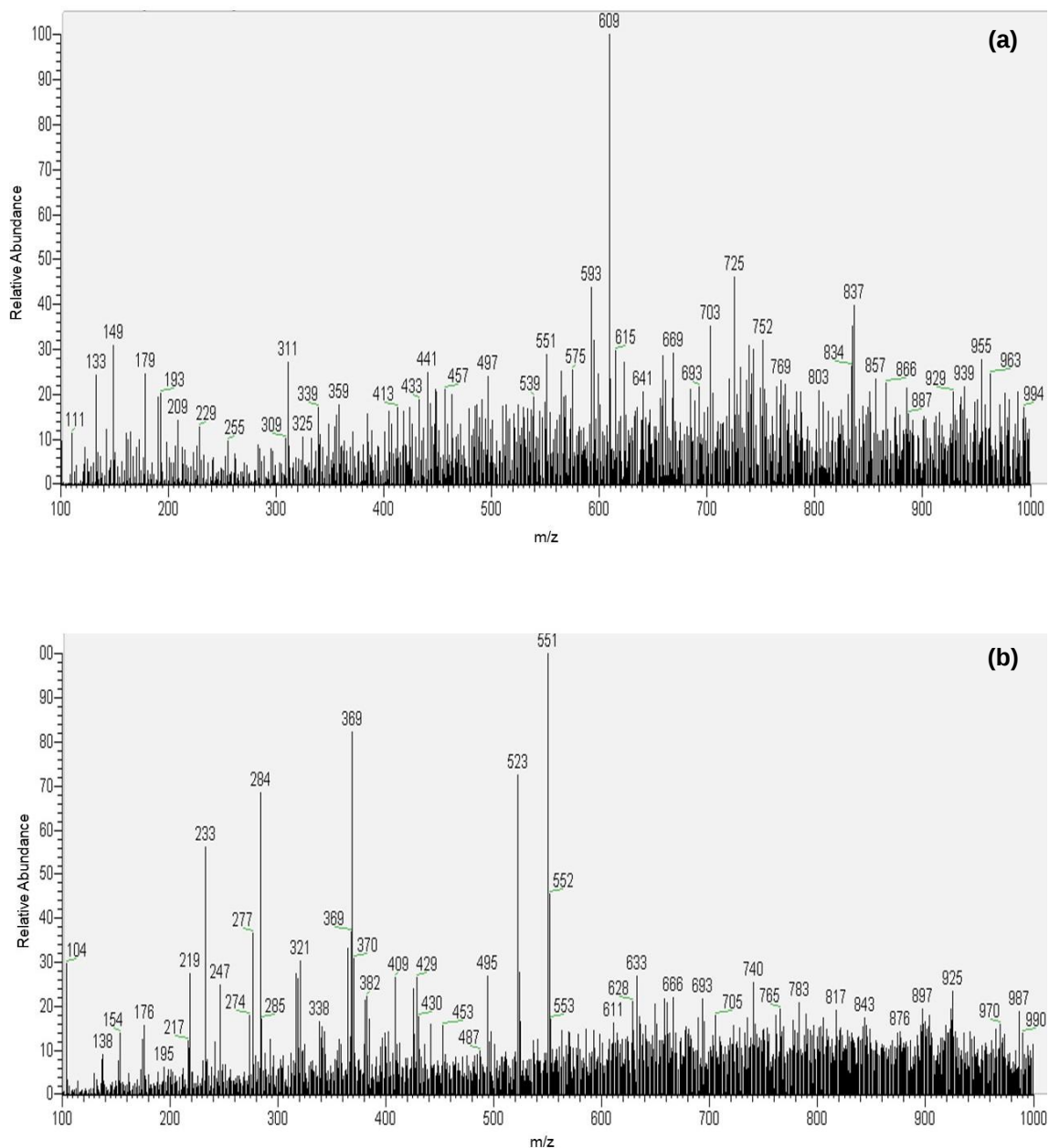
Conforme apresentado na Figura 3 as folhas de ora-pro-nóbis liofilizadas apresentaram uma superfície áspera, consequentemente os maiores tempos de exposição destas em ultrassom, possibilitaram um grande processo de cavitação na matriz vegetal (WANG, W. *et al.*, 2017), liberando maior quantidade de ácidos fenólicos.

Diante do exposto, pode-se inferir que o processo de liofilização é capaz de promover uma maior conservação nas estruturas morfológicas das folhas de ora-pro-nóbis liofilizadas, o que garante maior versatilidade e estabilidade de seus componentes para uso em formulações e como aditivos, por exemplo, nas indústrias farmacêutica e de alimentos.

3.6 Perfil Químico por espectrometria de massas por *paper spray*

O extrato das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 20 minutos, foi escolhido para a avaliação do perfil químico, uma vez que apresentou os menores valores nos resultados de atividade antibacteriana. Portanto, esta amostra foi analisada por EM-PS nos modos de ionização positivo e negativo (Figura 4).

Figura 4 - Representação dos espectros de massas por Paper Spray



(a) Espectrograma PS-MS no modo de ionização negativo e (b) espectrograma PS-MS no modo de ionização positivo do extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 20 minutos (EO20).

A caracterização dos compostos no modo de ionização negativo e positivo possibilitou a identificação de um total de 53 compostos químicos presentes no extrato das folhas de ora-pro-nóbis que incluem ácidos orgânicos, ácidos graxos, ácidos fenólicos, açúcares, flavonoides, terpenos, fitosterol, entre outros.

GARCIA *et al.*, (2019) identificaram quantidades menores de compostos no extrato hidroetanólico das folhas de *Pereskia aculeata* Miller, (10 substâncias) entre os quais dois eram ácidos fenólicos (derivados do ácido cafeico) e oito eram flavonóides (quercetina, caempferol e glicosídeo isorhamnetina derivados).

Todas as identificações no modo de ionização negativo do EO20 estão demonstradas na Tabela 4, totalizando 33 substâncias.

Tabela 4 - Íons identificados no extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 20 minutos (EO20) por EM-PS no modo de ionização negativo.

Compostos	m/z	MS/MS	Referência
Ácidos Orgânicos			
Ácido fumarico	115	71	(AL KADHI <i>et al.</i> , 2017)
Ácido málico	133	115	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015; SILVA, M. R. <i>et al.</i> , 2019)
Ácido cumárico	163	119	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015; SUN <i>et al.</i> , 2007)
Ácido ferulico	193	149	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)
Ácido fertárico	325	163,193	(AABY; EKEBERG; SKREDE, 2007; ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)
Ácidos Graxos			
Ácido esteárico	283	237	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)
Ácido ricinoleico	297	183	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)
Ácido eicosanoico	311	293	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)
Ácido trihidroxi-octadecadienóico	327	291,309	(KANG <i>et al.</i> , 2016)
Ácidos Fenólicos			
Ácido cafeico	179	135	(KANG <i>et al.</i> , 2016)
Ácido quínico	191	127,173	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015; CHEN <i>et al.</i> , 2017)

Ácido 5-feruloilquínico	367	175	(ZHANG, L. <i>et al.</i> , 2017)
Apigenin-6-C-glucoside	431	431	(KANG <i>et al.</i> , 2016)
Eriodictiol 6,8 di-C-glucosídeo flavonoide	611	491,593	(SIMIRGIOTIS <i>et al.</i> , 2013)
Açúcares			
Hexose	215	179	(GUO <i>et al.</i> , 2017; SILVA, M. R. <i>et al.</i> , 2019)
Sacarídeo	371	113,121,231,249	(KANG <i>et al.</i> , 2016)
Flavonoides			
Kaempferol-xilose	417	152,285	(CHEN <i>et al.</i> , 2017)
Quercetin-3-rhamnoside	447	447,300	(ZHANG, L. <i>et al.</i> , 2017)
Verbonol	453	435	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)
Quercetina-3-O-glucosídeo	463	300,301,343	(LI <i>et al.</i> , 2016; ZHANG, W. <i>et al.</i> , 2015)
Taxifolina hexosídeo	465	303,447	(KANG <i>et al.</i> , 2016)
Hexosídeo de ácido dimetilelágico	491	454	(SILVA <i>et al.</i> , 2019)
Cafeoil derivative hexose	499	337	(KANG <i>et al.</i> , 2016)
Kaempferol-3-O-rutinosídeo	593	285,447	(SILVA, <i>et al.</i> , 2020; WANG, W. <i>et al.</i> , 2017)
Rutina	609	255,271,301,463	(CHEN <i>et al.</i> , 2017; SILVA, V. D. M. <i>et al.</i> , 2020a; WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)
Naringina	579	271,459	(SUN <i>et al.</i> , 2007)
Isorhamnetin-3-O-rutinoside	623	315	(SOUZA <i>et al.</i> , 2021)
Derivado de Vigenin II	629	593	(SIMIRGIOTIS <i>et al.</i> , 2013)
Terpenos			

Sorhamnetin-7-O-glucopyranoside	477	243,343	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)
Metil corosolate	485	423,467	(CHEN <i>et al.</i> , 2017)
Outros			
Spinochrome A	265	235	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)
Plastoquinone 3	339	135,163,203	(SOUZA <i>et al.</i> , 2021)
Vaccihehin A	377	289,347,361	(SOUZA <i>et al.</i> , 2021)

Neste estudo, os flavonoides foram o grupo com maior quantidade de substâncias tentativamente identificadas no modo de ionização negativa, resultado semelhante também ocorreu no trabalho de SILVA *et al.*, (2020), na caracterização do perfil químico por EM-PS em extratos de *Eriobotrya japonica* Lindl. Esse fato pode ser explicado pelos flavonoides representarem uma classe de metabólitos vegetais secundários e, além disso, essas substâncias apresentam importante ação em benefício a saúde, como as ações antioxidantes (LISKOVA *et al.*, 2020).

De acordo com LI *et al.*, (2016), a fragmentação MS/MS de quercetina-3-O-glucosídeo (m/z 463 [M-162-H]⁻) e da rutina (m/z 609 [M-308-H]⁻), que também pode ser denominada como quercetina-3-O-rutinosídeo, gerou o íon em m/z 301, que corresponde à quercetina sem as unidades glucosídeo e rutinosídeo, respectivamente.

A quercetina, isorhamnetina e kaempferol constituem os principais flavonóides encontrados nas folhas de ora-pro-nóbis (AGOSTINI-COSTA, 2020), todos detectados por EM-PS neste estudo. Entretanto o Kaempferol-xilose se compõem como um glicosídeo, característica muito comum nas diferentes partes do ora-pro-nóbis que apresentam muitas agliconas.

O ácido cafeico e a quercetina, que não foram detectadas por UPLC, foram identificadas pelo EM-PS, evidenciando que essa técnica de ionização ultrarrápida, possibilita as impressões digitais em grandes faixas de massa, proporcionando a identificação de compostos que muitas vezes podem não ser detectados por outras técnicas.

SOUZA *et al.*, (2021), também encontraram a presença de ácido caféico (m/z 179), além de ácido ferúlico (m/z 193) nas folhas *in natura* de ora-pro-nobis,

enquanto que o Ácido 5-feruloilquínico, se caracteriza por ser um éster do ácido ferúlico com o ácido quínico.

A presença de ácidos orgânicos, ácidos graxos, ácidos fenólicos, açúcares, flavonoides e terpenos, também foram identificadas em outros trabalhos que estudaram as folhas de ora-pro-nóbis {Formatting Citation}. Contudo, essa é a primeira pesquisa que identificou determinadas substâncias de cada uma dessas classes em extrato das folhas de ora-pro-nóbis liofilizadas obtidos por uma tecnologia verde, ou seja, um processo produtivo sustentável.

Quanto ao modo de ionização positivo, foram identificados 20 compostos distintos compreendendo as classes químicas dos flavonoides, fitosterol, terpenos e açúcares. Todas as identificações no modo de ionização positivo do EO20 estão demonstradas na Tabela 5.

Tabela 5 - Íons identificados no extrato obtido das folhas liofilizadas de ora-pro-nóbis extraídas com etanol a 50% por ultrassom a 20 minutos (EO20) por EM-PS no modo de ionização positivo.

Compostos	m/z	MS/MS	Referência
Flavonoides			
3-O-metilquercetina	317	121,193,245,274	(GOBBO-NETO; LOPES, 2008; SILVA, <i>et al.</i> , 2020)
6,8-di-C- β -glucopiranosilcrisina	579	495,507,543,561	(GOBBO-NETO, L.; LOPES, 2008)
Lucenina-2 (6,8-di-C- β -glucopiranosilluteolina	611	527,593	(GOBBO-NETO, L.; LOPES, 2008)
Rutina	633	331, 487,615	(JIA <i>et al.</i> , 2017)
Tricina di-O,O-hexosídeo	655	493	(SILVA <i>et al.</i> , 2020)
Sagittatoside A	677	531	(REN; LONG, 2017)
3-Hidroxycariine-O-glucose-rhamnose	693	547	(REN; LONG, 2017)

Iolidide- β -D-glucopyranoside	711	549,651,693	(JIA <i>et al.</i> , 2017)
Chrysoeriol O,O-malonyl hexoside	797	711	(CAVALIERE <i>et al.</i> , 2005)
Fitosterol			
Sitosterol	397	247	(WANG <i>et al.</i> , 2017)
Terpenos			
Deacetylforskolin	369	235,431	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015; ZHANG <i>et al.</i> , 2009)
Vomifoliol β -D-	409	353,391,394	(JIA <i>et al.</i> , 2017)
Dihidroisoaltrato	425	365	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)
Ononin	431	269,431	(REN; LONG, 2017)
Açúcares			
Sacarose	365	185	(GUO <i>et al.</i> , 2017)
Morroniside	429	267	(GUO <i>et al.</i> , 2017; XIONG <i>et al.</i> , 2017)
Ácido Fenólico			
Licanic acid	293	257,275	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)
Ácido Graxo			
Magnoflorine	342	282,342	(REN; LONG, 2017)
Outros			
L arginina	175	129	(SILVA <i>et al.</i> , 2019)
Diallyl phthalate	247	187	(REN; LONG, 2017)

Os flavonoides foram os compostos que apresentaram o maior número de compostos tentativamente identificados, assim como no modo de ionização negativo, sendo a maior parte desses flavonoides derivados conjugados de glicosídicos. Está conjugação nas folhas era uma característica esperada, uma vez que pode conferir melhor proteção as plantas (SILVA *et al.*, 2020).

PINTO *et al.*, (2015) detectaram apenas 7 diferentes compostos ao analisarem atividade antinociceptiva da fração hidrometanólica do extrato das

folhas de *P. aculeate* via UPLC-MS / MS no modo de ionização positivo, que incluiu triptamina, abrina, mescalina, hordenina, petunidina, isômeros di-terc-butilfenol e quercetina. A maior quantidade de substancias identificadas no modo de ionização positiva nesta pesquisa, evidencia o que outros trabalhos demonstram que o uso do ultrassom na extração de compostos apresenta melhores resultados, quando comparados com os processos de extração tradicional (BALASUBRAMANIAM; SATHVIKA; ANTONY, 2019; SINGH *et al.*, 2016).

Diante dos resultados apresentados, pode-se inferir que o EO20 demonstrou grande variedade de compostos tanto no modo de ionização positivo quanto negativo.

4. CONCLUSÃO

O presente trabalho, se destacou por utilizar um conjunto de métodos antioxidantes, ainda não verificados nos estudos das folhas de *Pereskia aculeata* Miller. Foi possível constatar que o conteúdo de compostos fenólicos e atividade antioxidante são influenciáveis pelos diferentes tempos de extração em banho ultrassônico.

Os extratos das folhas de ora-pro-nóbis apresentaram alta atividade antibacteriana contra *Staphylococcus aureus* e *Staphylococcus aureus* resistente à metilina (MRSA), demonstrando potencial de uso em formulações com atividade antibacteriana contra estas bactérias Gram-positivas.

O extrato EO20 inibiu o crescimento de *S. aureus* até a última diluição avaliada (1,56%), empregando análises de cromatografia líquida de ultra eficiência, demonstrou a maior quantificação de ácido clorogênico, substancia com alta atividade antibacteriana.

Um total de 53 compostos foram encontrados neste extrato aplicando a técnica EM-PS, apresentando ser uma fonte de compostos fenólicos como flavonoides, entre outras substâncias com importantes atividades antioxidantes e antimicrobianas, como as demonstradas neste trabalho.

Através da FTIR e MEV, foi possível constatar a presença de grupos funcionais que auxiliam a formação de coloides, que são muito desejáveis na

indústria farmacêutica e de alimentos, e que a liofilização foi capaz de promover maior conservação das estruturas morfológicas das folhas de ora-pro-nóbis.

Este é o primeiro trabalho que avaliou a extração aprimorada de polifenóis das folhas de ora-pro-nobis sob diferentes tempos em ultrassom, proporcionando a otimização de uma tecnologia verde para utilização de polifenóis, por exemplo, em nutracêuticos e alimentos funcionais.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

AABY, K.; EKEBERG, D.; SKREDE, G. Characterization of phenolic compounds in strawberry (*Fragaria x ananassa*) fruits by different HPLC detectors and contribution of individual compounds to total antioxidant capacity. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 55, n. 11, p. 4395–4406, 2007. Available at: <https://doi.org/10.1021/jf0702592>

ABU-REIDAH, I. M. *et al.* HPLC – DAD – ESI-MS / MS screening of bioactive components from *Rhus coriaria* L . (Sumac) fruits. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 166, p. 179–191, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.06.011>

AGOSTINI-COSTA, T. D. A. S. *et al.* CAROTENOIDS PROFILE AND TOTAL POLYPHENOLS IN FRUITS OF *Pereskia aculeata* MILLER. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [s. l.], v. 34, p. 234–238, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1590/s0100-29452012000100031>

AGOSTINI-COSTA, T. S. Bioactive compounds and health benefits of *Pereskioideae* and *Cactoideae*: A review. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 327, n. April, p. 1–14, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126961>

AL KADHI, O. *et al.* Development of a LC-MS/MS Method for the Simultaneous Detection of Tricarboxylic Acid Cycle Intermediates in a Range of Biological Matrices. **Journal of Analytical Methods in Chemistry**, [s. l.], v. 2017, n. Lc, p. 1–12, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1155/2017/5391832>

ALVES, P. L. da S.; ASCHERI, J. L. R. Análise por imagem e microscopia eletrônica por varredura das farinhas extrudadas de arroz e maracujá. **Hig. aliment**, [s. l.], v. 30, p. 144–148, 2016.

AMADO, A. *et al.* Chemical structure and physical-chemical properties of mucilage from the leaves of *Pereskia aculeata*. **Food hydrocolloids**, [s. l.], v. 70, p. 20–28, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.03.020>

AMARAL, T. N. *et al.* Extraction of hydrocolloids from *Pereskia Aculeata* Miller: Reuse of process residue as activated carbon for the pigment-removal phase.

Food Science and Technology, [s. l.], v. 38, p. 77–85, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1590/1678-457x.10517>

ANDRADE, T. C. *et al.* Avaliação da atividade antioxidante e imunomoduladora dos metabólitos primários de *Pereskia aculeata* Miller. **Journal of Biology & Pharmacy and Agricultural Management**, [s. l.], v. 17, n. 2, p. 358–376, 2021.

ANTONIO, A. G. *et al.* Species , roasting degree and decaffeination influence the antibacterial activity of coffee against *Streptococcus mutans*. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 118, n. 3, p. 782–788, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.05.063>

AOAC. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 19th. ed. Gaithersburg: [s. n.], 2012.

ATANASOV, A. G.; WALTENBERGER, B.; PFERSCHY-WENZIG, E. Europe PMC Funders Group Discovery and resupply of pharmacologically active plant-derived natural products : A review. **Biotechnology Advances**, [s. l.], v. 33, n. 8, p. 1582–1614, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2015.08.001>.Discovery

BALASUBRAMANIAM, V. G.; SATHVIKA, P. A. S.; ANTONY, U. Effect of enzyme pretreatment in the ultrasound assisted extraction of finger millet polyphenols. **Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 56, n. 3, p. 1583–1594, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1007/s13197-019-03672-2>

BAZARGANI, M. M.; ROHLOFF, J. Antibiofilm activity of essential oils and plant extracts against *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli* bio fi lms. **Food Control**, [s. l.], v. 61, p. 156–164, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2015.09.036>

BEHNAZ HASSANBAGLOU, AZIZAH ABDUL HAMID, A. M. ROHEEYATI, N. M. S. *et al.* Antioxidant activity of different extracts from leaves of *Pereskia bleo* (Cactaceae). **Journal of Medicinal Plants Research**, [s. l.], v. 6, n. 15, p. 2932–2937, 2012. Available at: <https://doi.org/10.5897/jmpr11.760>

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**, [s. l.], v. 19, n. 21, p. 3143–3158, 2005. Available at: <https://doi.org/10.1002/rcm.2185>

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 and Function**, [s. l.], v. 8, n. 2, p. 687–694, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1039/c6fo01578f>

CHIRINOS, R. *et al.* Phenolic compound contents and antioxidant activity in plants with nutritional and/or medicinal properties from the Peruvian Andean region. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], v. 47, p. 145–152, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.02.025>

CLSI. **Performance Standards for Antimicrobial Susceptibility Testing** (P. C. and L. S. Institute., Org.). Supplement. CLSI document M100-S25, Wayne: [s. n.], 2017.

CONCEIÇÃO, M. C. *et al.* Thermal and microstructural stability of a powdered gum derived from *Pereskia aculeata* Miller leaves. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 40, p. 104–114, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.02.015>

CORREIA, V. T. da V. D. F. D. M. C. C. M. A. L. C. C. R. A. L. S. V. V. A. V. Q. A. A. F. R. A. C. A. F. J. O. F. Chemical profile of extruded sorghum flour the genotype BRS 305 by paper spray. **Research, Society and Development**, [s. l.], v. 10, n. 1, p. e40710111414, 2021. Available at: <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i1.11414>

DE CASTRO CAMPOS PINTO, N.; SCIO, E. The Biological Activities and Chemical Composition of *Pereskia* Species (Cactaceae)-A Review. **Plant Foods for Human Nutrition**, [s. l.], v. 69, n. 3, p. 189–195, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1007/s11130-014-0423-z>

OS REIS, L. C. R. *et al.* Characterization of Orange Passion Fruit Peel Flour and Its Use as an Ingredient in Bakery Products. **Journal of Culinary Science and Technology**, [s. l.], v. 18, n. 3, p. 214–230, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1080/15428052.2018.1564103>

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**, [s. l.], v. 80, n. 11, p. C2389–C2396, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1111/1750-3841.13074>

EL-DIN, G. A. *et al.* Study on the use of banana peels for oil spill removal. **Alexandria Engineering Journal**, [s. l.], v. 57, p. 2061–2068, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.aej.2017.05.020>

GARCIA, J. A. A. *et al.* Phytochemical profile and biological activities of 'Ora-pro-nobis' leaves (*Pereskia aculeata* Miller), an underexploited superfood from the Brazilian Atlantic Forest. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 294, n. April, p. 302–308, 2019a. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.05.074>

GARCIA, J. A. A. *et al.* Phytochemical profile and biological activities of "Ora-pro-nobis" leaves (*Pereskia aculeata* Miller), an underexploited superfood from the Brazilian Atlantic Forest. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 294, n. May, p. 302–308, 2019b. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.05.074>

GOBBO-NETO, L.; LOPES, N. P. Online Identification of Chlorogenic Acids, Sesquiterpene Lactones, and Flavonoids in the Brazilian Arnica. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 56, n. 10, p. 1193–1204, 2008.

GONÇALVES, G. A. *et al.* Effects of in vitro gastrointestinal digestion and colonic fermentation on a rosemary (*Rosmarinus officinalis* L) extract rich in rosmarinic acid. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 271, p. 393–400, 2019. Available at:

<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.07.132>

GULLÓN, B. *et al.* Rutin: A review on extraction, identification and purification methods, biological activities and approaches to enhance its bioavailability. **Trends in Food Science and Technology**, [s. l.], v. 67, p. 220–235, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.07.008>

GUO, Y. *et al.* Rapid Analysis of Corni fructus Using Paper Spray-Mass Spectrometry. **Phytochemical Analysis**, [s. l.], v. 28, n. 4, p. 344–350, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1002/pca.2681>

HEINRICH, M. Ethnopharmacology in the 21st century – grand challenges. **Frontiers in Pharmacology**, [s. l.], v. 1, p. 1980–1982, 2010. Available at: <https://doi.org/10.3389/fphar.2010.00008>

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**, [s. l.], v. 28, n. 4, p. 629–640, 2017. Available at: <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20160211>

K. S. SIM, A. M. SRI NURESTRI, A. W. N. Phenolic content and antioxidant activity of *Pereskia grandifolia* Haw . (Cactaceae) extracts. **Pharmacognosy Magazine**, [s. l.], v. 6, n. 23, p. 248–255, 2010. Available at: <https://doi.org/10.4103/0973-1296.66945>

KANG, J. *et al.* Identification and characterization of phenolic compounds in hydromethanolic extracts of sorghum wholegrains by LC-ESI-MSn. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 211, p. 215–226, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.05.052>

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**, [s. l.], v. 54, n. 5, p. 805–810, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1093/chromsci/bmw016>

LIEW, S. Q. *et al.* Sequential ultrasound-microwave assisted acid extraction (UMAE) of pectin from pomelo peels. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 93, p. 426–435, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.08.065>

LISKOVA, A. *et al.* Flavonoids in cancer metastasis. **Cancers**, [s. l.], v. 12, n. 6, p. 1–29, 2020. Available at: <https://doi.org/10.3390/cancers12061498>

LUPOI, J. S.; GJERSING, E.; DAVIS, M. F. Evaluating lignocellulosic biomass, its derivatives, and downstream products with Raman spectroscopy. **Frontiers in Bioengineering and Biotechnology**, [s. l.], v. 3, n. APR, p. 1–18, 2015. Available at: <https://doi.org/10.3389/fbioe.2015.00050>

MARTINS, Q. *et al.* *Pereskia aculeata* vibrational model by Raman

characterization and DFT method. **International Journal for Innovation Education and Research**, [s. l.], v. 9, n. 1, p. 485–505, 2021. Available at: <https://doi.org/10.31686/ijer.vol9.iss1.2918>

MEDINA-TORRES, N.; AYORA-TALAVERA, T.; ESPINOSA-ANDREWS, H. Ultrasound Assisted Extraction for the Recovery of Phenolic Compounds from Vegetable Sources. **Agronomy**, [s. l.], v. 7, n. 3, p. 1–19, 2017. Available at: <https://doi.org/10.3390/agronomy7030047>

MIRANDA, G.S.; SANTANA, G.S.; MACHADO B.B.; COELHO, F.P.; CARVALHO, C. A. In vitro antibacterial activity of four plant species at different alcoholic. **Revista Brasileira de Plantas Medicinai**s, [s. l.], v. 15, n. 2002, p. 104–111, 2013.

MIRJANA Z. MURUZOVI , KATARINA G. MLADENOVIC, O. D. S.; SAVA M. VASIC, L. R. C. Extracts of Agrimonia eupatoria L . as sources of biologically active compounds and evaluation of their antioxidant , antimicrobial , and antibiofilm activities. **Journal of Fod and Drug Analysis**, [s. l.], v. 24, p. 539–547, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jfda.2016.02.007>

MONTEIRO, R. L. *et al.* Microwave vacuum drying of Pereskia aculeata Miller leaves: Powder production and characterization. **Journal of Food Process Engineering**, [s. l.], v. 44, n. 2, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1111/jfpe.13612>

NATIÉLI, C. P. B. *et al.* Ultrasonic assisted extraction to obtain bioactive , antioxidant and antimicrobial compounds from marcela. **Ciência Rural**, [s. l.], v. 48, p. 1–6, 2018.

NOSTRO, A. *et al.* In vitro activity of plant extracts against biofilm-producing food-related bacteria. **International Journal of Food Microbiology**, [s. l.], v. 238, p. 33–39, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2016.08.024>

OLIVEIRA, R. N. *et al.* FTIR analysis and quantification of phenols and flavonoids of five commercially available plants extracts used in wound healing. **Revista Materia**, [s. l.], v. 21, n. 3, p. 767–779, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1590/S1517-707620160003.0072>

OLIVEIRA, T. Í. S. *et al.* Optimization of pectin extraction from banana peels with citric acid by using response surface methodology. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 198, p. 113–118, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.08.080>

PELISSARI, F. M.; JOSE, P.; MENEGALLI, F. C. Isolation and characterization of cellulose nanofibers from banana peels. **Cellulose**, [s. l.], v. 21, p. 417–432, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10570-013-0138-6>

PÊSSOA, G. K. A. *et al.* Carotenoid composition of berries and leaves from a Cactaceae – Pereskia sp . **Journal of Functional Foods**, [s. l.], v. 11, p. 178–184, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jff.2014.09.015>

PINTO, N. D. C. C. *et al.* *Pereskia aculeata*: A plant food with antinociceptive activity. **Pharmaceutical Biology**, [s. l.], v. 53, n. 12, p. 1780–1785, 2015. Available at: <https://doi.org/10.3109/13880209.2015.1008144>

RABÊLO, S. V. *et al.* ATIVIDADE ANTIOXIDANTE E ANTIMICROBIANA DE EXTRATOS DE ATEMOIA (*Annona cherimola* Mill . x *A . squamosa* L .) 1 ANTIOXIDANT AND ANTIMICROBIAL ACTIVITY OF EXTRACTS. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [s. l.], v. 36, p. 265–271, 2014.

RAGUPATHI RAJA KANNAN, R.; ARUMUGAM, R.; ANANTHARAMAN, P. Fourier Transform Infrared Spectroscopy Analysis of Seagrass Polyphenols. **Current Bioactive Compounds**, [s. l.], v. 7, n. 2, p. 118–125, 2011. Available at: <https://doi.org/10.2174/157340711796011142>

REINAS, A. E. *et al.* Preparation and characterization of microcapsules of *Pterodon pubescens* Benth. By using natural polymers. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, [s. l.], v. 50, n. 4, p. 919–930, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1590/S1984-82502014000400028>

REN, Q.; LONG, S. S. Chemical identification and quantification of HU-GU capsule by UHPLC–Q-TOF-MS and HPLC-DAD. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, [s. l.], v. 27, n. 5, p. 557–563, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.bjp.2017.06.002>

RENAULT, F. *et al.* Chitosan for coagulation/flocculation processes - An eco-friendly approach. **European Polymer Journal**, [s. l.], v. 45, n. 5, p. 1337–1348, 2009. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2008.12.027>

RIBEIRO, A. F. C. *et al.* Effect of *Arrabidaea chica* extracts on the Ehrlich solid tumor development. **Revista Brasileira de Farmacognosia Brazilian Journal of Pharmacognosy**, [s. l.], v. 22, n. 2, p. 364–373, 2012.

RUFINO, M. do S. M. *et al.* Bioactive compounds and antioxidant capacities of 18 non-traditional tropical fruits from Brazil. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 121, n. 4, p. 996–1002, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.01.037>

SAHA, D.; BHATTACHARYA, S. Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: a critical review. **Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 47, n. 6, p. 587–597, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1007/s13197-010-0162-6>

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**, [s. l.], v. 22, n. 3, p. 613–620, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10068-013-0122-9>

SATO, R. *et al.* Nutritional improvement of pasta with *Pereskia aculeata* miller: A non-conventional edible vegetable. **Food Science and Technology**, [s. l.], v. 39, n. June, p. 28–34, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1590/fst.35617>

SILVA, D. O. *et al.* Acute Toxicity and Cytotoxicity of *Pereskia aculeata*, a Highly Nutritious Cactaceae Plant. **Journal of Medicinal Food**, [s. l.], v. 20, n. 4, p. 1–7, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1089/jmf.2016.0133>

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**, [s. l.], v. 30, n. 5, p. 1034–1044, 2019. Available at: <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20190002>

SILVA, S. H. *et al.* Industrial Crops & Products Extraction processes and characterization of the mucilage obtained from green fruits of *Pereskia aculeata* Miller. **Industrial Crops & Products**, [s. l.], v. 140, n. August, p. 111716, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.111716>

SILVA, V. D. M. *et al.* Bioactive activities and chemical profile characterization using paper spray mass spectrometry of extracts of *Eriobotrya japonica* Lindl. leaves. **Rapid Communications in Mass Spectrometry**, [s. l.], v. 34, n. 19, p. e8883, 2020a. Available at: <https://doi.org/10.1002/rcm.8883>

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. **Quimica Nova**, [s. l.], v. 43, n. 5, p. 579–585, 2020b.

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**, [s. l.], v. 18, n. 2, p. 1672–1692, 2013. Available at: <https://doi.org/10.3390/molecules18021672>

SINGH, B. *et al.* Ultrasound assisted extraction of polyphenols and their distribution in whole mung bean , hull and cotyledon. **Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 54, n. 4, p. 921–932, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1007/s13197-016-2356-z>

SOARES, S. *et al.* Effects of *Pereskia aculeata* Miller on the Biochemical Profiles and Body Composition of Wistar Rats. **Journal of Biosciences and Medicines**, [s. l.], v. 3, n. July, p. 82–89, 2015.

SONI, H. *et al.* Antimicrobial and antiinflammatory activity of the hydrogels containing rutin delivery. **Asian Journal of Chemistry**, [s. l.], v. 25, n. 15, p. 8371–8373, 2013. Available at: <https://doi.org/10.14233/ajchem.2013.14912>

SOUZA, A. H. *et al.* Influence of thermal processing on the characteristics and chemical profile of orapro- nobis by PS/MS paper spray. **Research, Society and Development**, [s. l.], v. 10, n. 2, p. e12110212119, 2021. Available at: <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i2.12119>

SOUZA, L. F. *et al.* *Pereskia aculeata* muller (Cactaceae) leaves: Chemical composition and biological activities. **International Journal of Molecular Sciences**, [s. l.], v. 17, n. 9, p. 1–12, 2016. Available at: <https://doi.org/10.3390/ijms17091478>

SQUENA, A. P. *et al.* MORPHO-ANATOMY ANALYSIS OF AERIAL VEGETATIVE PARTS OF *Pereskia aculeata* Mill., CACTACEAE. **Cadernos da Escola de Saúde**, [s. l.], v. 8, p. 189–207, 2012.

SUN, J. *et al.* Screening non-colored phenolics in red wines using liquid chromatography/ultraviolet and mass spectrometry/mass spectrometry libraries. **Molecules**, [s. l.], v. 12, n. 3, p. 679–693, 2007. Available at: <https://doi.org/10.3390/12030679>

WANG, J. *et al.* Analysis of chemical constituents of *melastoma dodecandrum* Lour. By UPLC-ESI-Q-Exactive Focus-MS/MS. **Molecules**, [s. l.], v. 22, n. 3, p. 1–20, 2017. Available at: <https://doi.org/10.3390/molecules22030476>

WANG, Q.; ELLIS, P. R.; ROSS-MURPHY, S. B. Dissolution kinetics of guar gum powders. I. Methods for commercial polydisperse samples. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 49, n. 2, p. 131–137, 2002. Available at: [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(01\)00327-7](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(01)00327-7)

WANG, W. *et al.* Acoustic cavitation assisted extraction of pectin from waste grapefruit peels: A green two-stage approach and its general mechanism. **Food Research International**, [s. l.], v. 102, p. 101–110, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.09.087>

XIONG, S. *et al.* The effects of gender and multiple oral dosing on the pharmacokinetics and bioavailability of morroniside in beagle dogs: A pilot study. **Indian Journal of Pharmaceutical Sciences**, [s. l.], v. 79, n. 2, p. 303–306, 2017. Available at: <https://doi.org/10.4172/pharmaceutical-sciences.1000229>

ZHANG, L. *et al.* Recovery of dietary fiber and polyphenol from grape juice pomace and evaluation of their functional properties and polyphenol compositions. **Food and Function**, [s. l.], v. 8, n. 1, p. 341–351, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1039/c6fo01423b>

ZHANG, W. *et al.* Phenolic composition from different loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) cultivars grown in China and their antioxidant properties. **Molecules**, [s. l.], v. 20, n. 1, p. 542–555, 2015. Available at: <https://doi.org/10.3390/molecules20010542>

ZHANG, W. W. *et al.* LC-DAD-ESI-MS-MS for characterization and quantitative analysis of diterpenoids from *coleus forskohlii*. **Chromatographia**, [s. l.], v. 70, n. 11–12, p. 1635–1643, 2009. Available at: <https://doi.org/10.1365/s10337-009-1370-y>

ZOHREH, D. Properties of dark chocolate enriched with free and encapsulated chlorogenic acids extracted from green coffee. **Brazilian Journal of Food Technology**, [s. l.], v. 23, p. 1–14, 2020.

CAPÍTULO 3

DESENVOLVIMENTO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS ATIVOS A PARTIR DO RESÍDUO DO MARACUJÁ COM EXTRATO DE ORA-PRO-NÓBIS RESUMO

O interesse no desenvolvimento de embalagens biodegradáveis a partir de resíduos tem crescido nos últimos anos. Neste contexto, este trabalho desenvolveu filmes biodegradáveis a partir da Farinha da Casca do Maracujá Amarelo (FCM) adicionado de extrato das folhas de ora-pro-nóbis e caracterizou as propriedades físicas, mecânicas, de barreira, microscópicas, antioxidantes, químicas e morfológicas. Foi desenvolvido um filme controle de amido, um Filme Padrão (FPCM) apenas com a FCM e três filmes com a FCM adicionados de extrato das folhas de ora-pro-nóbis nas concentrações de 12,50% (FOR1); 6,24% (FOR2) e 3,10% (FOR3) p/p em relação à solução filmogênica. A microscopia eletrônica de varredura revelou que a adição do extrato nas concentrações utilizadas, foi capaz de melhorar a homogeneidade dos filmes. O FPCM e os filmes com adição de extrato não diferiram entre si estatisticamente para espessura, solubilidade, resistência à tração, alongamento e resistência à perfuração, além de não se verificar grandes alterações no espectro infravermelho dos filmes, que demonstraram baixa permeabilidade ao vapor de água. A adição de extrato das folhas de ora-pro-nóbis ocasionou alterações em todos os parâmetros colorimétricos e possibilitou aumento significativo do teor de compostos fenólicos totais e da atividade antioxidante nos filmes obtidos. Através da espectrometria de massas por *paper spray* (EM-PS), identificou-se 66 compostos químicos nos filmes desenvolvidos nos modos de ionização positivo e negativo. O presente estudo conseguiu evidenciar um grande potencial no uso da casca do maracujá um resíduo industrial e das folhas de ora-pro-nóbis planta pouco explorada, para obtenção de filmes ativos biodegradáveis.

Palavras-chave: biopolímeros, casca de frutas, embalagem ativa, espectrometria de massas por *paper spray*, *Passiflora edulis* f. *Flavicarpa*, tecnologia sustentável.

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos vêm se intensificando o interesse pelo desenvolvimento de embalagens biodegradáveis como potenciais substitutos de materiais das fontes petroquímicas (DOGARU; SIMIONESCU e POPESCU, 2020). Diante disso, produzir filmes a partir de recursos naturais e sustentáveis é uma alternativa atraente e promissora, principalmente para a indústria de alimentos que apresenta grande demanda por este insumo.

Os filmes atuam como uma embalagem primária por estar em contato direto com o produto. No caso de o produto ser um alimento, o filme atua como uma barreira física contribuindo para a manutenção da sua qualidade (ASSIS e BRITTO, 2014).

Compostos biologicamente ativos com atividade microbiana e capacidade antioxidante podem ser adicionados no processo de elaboração dos filmes, com intuito de prolongar ainda mais a vida útil dos alimentos o que possibilita maior controle de qualidade e segurança alimentar (CHEN, X. *et al.*, 2018).

A casca do maracujá amarelo (*Passiflora edulis f. Flavicarpa*) é rica em substâncias fitoquímicas como alcaloides, flavonoides, carotenoides e pectina. O maracujá pertence à família Passifloraceae do gênero *Passiflora* e é originário da América do Sul (FARIA *et al.*, 2020; GUO *et al.*, 2020). A produção desta fruta no Brasil atingiu 593.429 toneladas em 2019 (IBGE, 2019), tornando o Brasil o maior produtor mundial desse fruto (FARIA *et al.*, 2020).

A casca do maracujá é um subproduto do processamento do maracujá que representa quase 50% do peso total da fruta, tornando então um material disponível e de baixo custo para reaproveitamento. Devido aos compostos presentes na casca do maracujá, este subproduto apresenta alta capacidade para formar géis viscosos, característica importante no desenvolvimento de filmes (ABBOUDA *et al.*, 2019; FENG *et al.*, 2019; GUO *et al.*, 2020).

Pereskia aculeata Miller, popularmente conhecida como Ora-Pro-Nóbis (OPN), é uma planta que pertence à família Cactaceae, nativa da América Tropical. As folhas do ora-pro-nóbis possuem capacidade de formação de gel e emulsões, alto teor de proteínas, vitaminas, minerais, compostos bioativos e não apresenta toxicidade. No entanto, esta planta é ainda pouco explorada (AMADO *et al.*, 2017; GARCIA *et al.*, 2019). Sendo assim, o uso de extrato das folhas de

ora-pro-nóbis no desenvolvimento de filmes, pode trazer importantes benefícios para as propriedades físico-químicas e tecnológicas desses materiais.

Até o momento, não foram encontrados na literatura, trabalhos de elaboração de filmes desenvolvidos a partir da casca do maracujá e incorporado com o extrato das folhas de ora-pro-nóbis. Pesquisa para a produção de filmes utilizando subprodutos da indústria de frutas, como por exemplo a casca de maracujá, devem ser realizadas, pois poderão permitir o desenvolvimento de um material com alto valor agregado e de grande interesse econômico, ambiental e tecnológico.

Neste contexto, o presente trabalho objetivou desenvolver filmes biodegradáveis a partir da farinha da casca do maracujá amarelo adicionado de extrato das folhas de ora-pro-nóbis e caracterizá-los quanto as propriedades físicas, mecânicas, de barreira e microscópicas.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

Os maracujás (*Passiflora edulis f. Flavicarpa*) e o amido de milho comercial (Maizena) foram adquiridos em um comércio local e as folhas de ora-pro-nóbis foram coletadas no Campus da Universidade Federal de São João del-Rei, ambos na cidade de Sete Lagoas - MG.

2.2 Métodos

2.2.1 Obtenção da farinha da casca de maracujá

Os maracujás que possuíam cascas rígidas e amareladas foram selecionados e higienizados em água corrente e a polpa dos frutos removida. Após este processo, as cascas foram então submetidas à secagem em estufa com circulação forçada de ar (400-TD, Brasil) a 60 ± 5 °C durante 24 horas. Em seguida, as cascas foram trituradas em liquidificador (Philips Walita, Brasil), e o produto, passado através de uma peneira de malha 32-mesh (Bertel Indústria

Metalúrgica Ltda, Brasil), para padronizar o tamanho dos grânulos da farinha da casca de maracujá obtida.

2.2.2 Obtenção do extrato hidroalcoólico das folhas de ora-pro-nóbis

Folhas de *ora-pro-nóbis* foram congeladas em ultrafreezer a -55 °C por 24 horas. Após o congelamento, as folhas de ora-pro-nóbis foram liofilizadas utilizando um liofilizador (Terroni, Brasil), trituradas em liquidificador e passadas através de uma peneira de malha 16-mesh. Em seguida, 5 g da farinha de ora-pro-nóbis foi diluída com 50 mL em solvente hidroalcoólico (50%, v/v) e então submetido em banho ultrassônico (Sanders Medical, Brasil) por 20 minutos. Após, o extrato foi filtrado com papel de filtro qualitativo e rotaevaporado (Büchi, R-215, Brasil) a 45 °C para remoção do álcool.

2.2.3 Obtenção dos filmes ativos biodegradáveis

A técnica escolhida para elaboração dos filmes foi a de *casting* conforme PELISSARI et al., (2013). As soluções filmogênicas foram produzidas a partir da mistura da farinha da casca de maracujá (FCM) (10 g) com água destilada (375 mL) e amido de milho (5 g), aquecimento sob agitação constante em um agitador magnético (VELP Científica, Itália) a 90 °C por 15 minutos; homogeneização (Ultra-turrax U, Brasil), seguida de agitação (Ultra80-II, Brasil) a 18000 rpm por 5 minutos; adição de glicerol (1,6 g), aquecimento sob agitação a 90°C por 15 minutos e filtração com gaze.

Foram desenvolvidos: 1) filme padrão (FPCM) apenas com a FCM, pesando-se 50 g da solução filmogênica em placas Petri de poliestireno (15 cm de diâmetro). E para os filmes com extrato das folhas de ora-pro-nóbis: 2) adição de 12,5% (p/p em relação à solução filmogênica) do extrato das folhas de ora-pro-nóbis (FOR1) onde foram misturados 6,25 g do extrato com 43,75 g da solução filmogênica. 3) adição de 6,24% (p/p em relação à solução filmogênica) do extrato (FOR2) onde foram misturados 3,12 g do extrato com 46,88 g da solução filmogênica e por último, 4) uma adição foi de 3,10 % (p/p em relação à solução filmogênica) do extrato das folhas de ora-pro-nóbis (FOR3) misturando-

se 1,55 g do extrato com 48,45 g da solução filmogênica. Posteriormente, cada mistura foi espalhada em placas de Petri e secas em estufa ventilada (Fanem, Brasil) a 40 °C por 24 horas.

O filme controle de amido de milho foi preparado conforme FAKHOURI *et al.*, (2015), misturando-se 5,00 g de amido de milho e 375 mL de água destilada. Esta mistura foi então submetida ao aquecimento a 90 °C por 15 minutos sob agitação. Posteriormente adicionou-se 1,60 g de glicerina, mantendo-se por mais 15 minutos de aquecimento. Ao atingir temperatura ambiente, 50,00 g dessa solução foi depositada em placas Petri e secas em estufa a 40 °C por 18 horas.

Os filmes foram elaborados em triplicata, e após secos foram armazenados em dessecadores contendo solução saturada de brometo de sódio a umidade relativa (UR) de 58%, a 25 °C por 48 horas, antes de serem realizadas as análises de caracterização.

2.2.4 Caracterização dos Filmes

2.2.4.1 Potencial hidrogeniônico (pH) das soluções filmogênicas

A medida do pH das soluções filmogênicas foi realizada em triplicata, usando um pHmetro de bancada (Bante-920, Brasil), previamente calibrado com soluções padrão pH 4,0 e 7,0, conforme o (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

2.2.4.2 Espessura dos filmes

A espessura foi medida em cada um dos filmes desenvolvidos a partir de 10 medições aleatórias nas amostras, com um micrômetro digital (Digimess, Electronic Outside Micrometer, São Paulo) com escala de 0–25 mm e precisão de 0,001 mm, de acordo com a ASTM F2251-13 (ATMS, 2013).

2.2.4.3 Solubilidade em água

A avaliação da solubilidade em água dos filmes foi verificada conforme metodologia apresentado por (PELISSARI *et al.*, 2013).

Neste método, três discos (diâmetro = 20 mm) de cada filme foram cortados e pesados para obtenção do peso inicial (P_i). Posteriormente foram imersos em 50 mL de água a 25 °C por 24 h, sob agitação esporádica (LUCA-180 / DTP, Brasil). Após as 24 horas, a solução contendo os filmes foi filtrada com papel filtro, onde a matéria insolúvel remanescente foi seca a 105 °C por 24 horas. Finalmente o material final foi pesado para determinação do peso seco final (P_f). Todas as análises foram realizadas em triplicata, e a solubilidade em água (%) dos filmes foi calculada de acordo com a Equação (1):

$$S = \frac{P_i - P_f}{P_i} \times 100 \quad (1)$$

Onde P_i corresponde ao peso seco inicial da amostra (g) e P_f ao peso seco final da amostra (g).

2.2.4.4 Permeabilidade ao vapor de água

A Permeabilidade ao Vapor de Água (PVA) foi determinada conforme o método padrão E96/E96M (ATMS, 2016) com modificações. Os filmes foram cortados em formato circular (diâmetro = 31 mm) e fixados em frascos de tereftalato de polietileno (8,5 × 10,0 × 50 mL) contendo 25 mL de água destilada, hermeticamente selados (100% UR). Os frascos foram colocados em dessecador contendo sílica gel (0% UR) e acondicionados a 25 ± 2 °C. A análise foi realizada em triplicata mais os controles: um controle com o frasco fechado com água sem filme e outro com o frasco vazio contendo um filme de cada ensaio. A redução de peso por garrafa foi determinada em intervalos de 24 horas durante 8 dias. A PVA foi calculada com base na perda de peso por unidade de tempo (W / t), espessura do filme (x) e gradiente de pressão (Δp), de acordo com a Equação (2):

$$PVA = \frac{(W/t) \cdot x}{\Delta p} \quad (2)$$

2.2.4.5 Propriedades Mecânicas

Todos os filmes foram avaliados quanto a Resistência à Tração (RT) (MPa), Percentual de Elongação na Ruptura (ϵ) (%), Módulo de Elasticidade (ME) (MPa), Resistência a Deformação (PD) (MPa) e Taxa de Deformação (PD) (%) de acordo com as normas ASTM D638 – 14 (ATMS, 2014) e ASTM D882 – 12 (ATMS, 2012) . Todos esses testes foram feitos utilizando um texturômetro (modelo TA-XT^{plus} , Stable Micro Systems) com interface acoplada em computador.

A resistência à tração (RT) (MPa), o alongamento percentual na ruptura (ϵ) (%) e o módulo de elasticidade (ME) (MPa) foram determinados, usando 5 repetições. Os resultados foram obtidos a partir da curva força (N) versus distância (mm) e calculados de acordo com as Equações (3), (4) e (5):

$$\sigma = \frac{F_{max}}{A} \quad (3)$$

onde σ corresponde à resistência à tração (MPa), F_{max} à força máxima (N) aplicada e A à área da seção transversal (mm²).

$$\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \times 100 \quad (4)$$

onde ϵ corresponde à taxa de alongamento (%), Δl à variação do comprimento (mm) e l_0 ao comprimento inicial da amostra (mm).

O módulo elástico foi calculado a partir da parte linear da curva força x distância, conforme Equação (5):

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon}, \text{ ou seja, } E = \frac{F_{max} \cdot l_0}{A \cdot \Delta l}, \quad (5)$$

O teste de resistência a perfuração (RP) (MPa) e taxa de deformação (TD) (%) foram determinados em triplicata, cada repetição composta por 4 medidas, totalizando 12 medidas para cada ensaio. Os resultados foram obtidos a partir da curva força (N) versus distância (mm) e calculados de acordo com as equações (6) e (7):

$$RP = \frac{F_{max}}{A}, \quad (6)$$

onde RP corresponde a resistência a perfuração calculada através da força máxima (Fmax) em Newtons (N) aplicada e A à área da seção transversal (mm²).

$$TD = \frac{(d^2 + l_0^2)^{1/2} - l_0}{l_0} \times 100, \quad (7)$$

onde TD corresponde à taxa de deformação (%), d à distância antes da ruptura (mm) e l_0 ao comprimento inicial do corpo de prova (mm).

2.2.4.6 Propriedades colorimétricas

Os parâmetros colorimétricos dos filmes foram avaliados usando um espectrofotômetro (Konica Minolta, CM-2300d, Tóquio, Japão), com a escala CIELab, onde os valores de L* (luminosidade), a* (vermelho a verde) e b* (amarelo a azul) foram obtidos a partir de 15 medidas aleatórias em cada uma das amostras de filme. Os parâmetros h° (tonalidade) e c*(croma ou intensidade da cor), foram calculados a partir dos valores de a* e b*, conforme apresentado por ARQUELAU *et al.*, (2019).

Os filmes também foram examinados quanto a opacidade (SOUZA *et al.*, 2017). As amostras foram cortadas (9 x 40 mm) e colocadas dentro da cubeta de vidro, para a realização das leituras a 600 nm em triplicata em um espectrofotômetro (FEMTO CIRRUS 80, São Paulo), tendo a cubeta vazia como branco.

2.2.4.7 Compostos Fenólicos Totais e Atividade Antioxidante

O teor de compostos fenólicos totais dos filmes foi determinado segundo método de Folin-Ciocalteu (SAHAN; CANSEV; GULEN, 2013) e, com o resultado expresso como equivalente de ácido gálico (mg EAG/g amostra). A atividade antioxidante foi avaliada pelos métodos de DPPH (AOAC, 2012), FRAP e ABTS (RUFINO *et al.*, 2010). Todas as análises foram realizadas em triplicata.

2.2.4.8 Biodegradabilidade

A biodegradabilidade dos filmes foi verificada pela sua capacidade de degradar quando em contato com o meio ambiente ao longo de 10 dias, de acordo com MARTUCCI e RUSECKAITE (2009). Onde o grau de biodegradação dos filmes se deu pela perda de peso em porcentagem (WL;%).

2.2.4.9 Perfil químico

Para avaliação do perfil químico dos filmes desenvolvidos, o extrato obtido foi filtrado por um filtro de seringa de nylon de 0,22 μm e dois microlitros foram adicionados na borda do papel cromatográfico juntamente com metanol, funcionando como fonte de ionização, do espectrômetro de massa LCQ Fleet (Thermo Scientific, San Jose, USA), conforme a metodologia proposta por (SILVA *et al.*, 2019). Os extratos dos filmes foram analisados nos modos de ionização positivo e negativo, em triplicata.

Neste procedimento a fonte de tensão da espectrometria de massas por *paper spray* (PS-MS) foi igual a + 5,0 kV (modo de ionização positivo) e -3,5 kV (modo de ionização negativo); tensão capilar de 40 V; temperatura do tubo de transferência de 275 °C, tensão da lente do tubo de 115 V; e faixa de massa de 100 a 1000 m/z. A partir da base literária científica, os íons com seus respectivos fragmentos foram identificados.

As energias de colisão usadas para fragmentar os compostos variaram de 15 a 40 eV, e os espectros de massa obtidos dessa análise foram processados com o software Xcalibur (Thermo Scientific, EUA).

2.2.4.10 Microscopia eletrônica de varredura

As análises das superfícies das amostras foram realizadas sob vácuo, utilizando uma tensão de aceleração de 10 kV e uma ampliação de 500x, 800x, 2000x e 3000x.

Os filmes foram submetidos a avaliação da microestrutura de sua superfície por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), utilizando um microscópio eletrônico de varredura com detector de energia dispersiva de raios

(Leo 440i e do EDS: 6070, LEO Electron Microscopy/Oxford, Cambridge-Inglaterra). Os filmes foram secos e armazenados sob vácuo 24 horas antes da análise, posteriormente, as amostras foram revestidas com uma camada de ouro tendo uma espessura estimada em 200 Å em um aplicador de pulverização Sputter Coater EMITECH, (K450, Kent, Reino Unido).

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 realizadas por meio do programa SPSS 15.0 for Windows (SPSS Inc., EUA).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização dos Filmes

Na Tabela 1, são apresentados os resultados dos valores de pH das soluções filmogênicas, espessura, solubilidade e PVA dos filmes.

Tabela 1 – Valores médios de pH das soluções filmogênicas, espessura (mm), solubilidade (%) e PVA ($\text{g mm h}^{-1} \text{m}^{-2} \text{kPa}^{-1}$) dos filmes de amido e da farinha da casca de maracujá (FPCM) sem e com incorporação de diferentes concentrações (FOR1 – 12,50%; FOR2 – 6,24% e FOR3 3,10%) do extrato das folhas de ora-pro-nóbis.

Filme	pH	Espessura (mm)	Solubilidade (%)	PVA ($\text{g mm h}^{-1} \text{m}^{-2} \text{kPa}^{-1}$)
AMIDO	$6,23 \pm 0,13^a$	$0,035 \pm 0,08^b$	$16,79 \pm 4,03^b$	$0,24 \pm 0,01^d$
FPCM	$4,59 \pm 0,09^e$	$0,077 \pm 0,01^a$	$59,17 \pm 3,94^a$	$0,41 \pm 0,06^c$
FOR1	$4,79 \pm 0,28^d$	$0,074 \pm 0,01^a$	$64,31 \pm 5,32^a$	$0,48 \pm 0,01^{bc}$
FOR2	$4,83 \pm 0,15^b$	$0,093 \pm 0,02^a$	$66,12 \pm 3,05^a$	$0,56 \pm 0,06^b$

FOR3	$4,81 \pm 0,21^c$	$0,098 \pm 0,03^a$	$60,84 \pm 4,24^a$	$0,67 \pm 0,05^a$
------	-------------------	--------------------	--------------------	-------------------

Valores médios $\pm$ desvio padrão. Letras iguais na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância.

3.1.1.1 Potencial hidrogeniônico (pH) das soluções filmogênicas

A solução filmogênica do filme controle de amido apresentou pH mais próximo da neutralidade ($6,23 \pm 0,13$), sendo possível perceber que os constituintes da FCM e do extrato conferiram um filme mais ácido, e que maiores concentrações de extrato das folhas de ora-pro-nóbis elevam gradativamente a acidez dos filmes.

Os valores de pH dos filmes da farinha da casca de maracujá com extrato das folhas de ora-pro-nóbis estiveram próximos aos encontrados por LIU et al., (2020) nas soluções filmogênicas para o desenvolvimentos de filmes de quitosana com ácido kójico ($4,44 \pm 0,04$ a $4,53 \pm 0,02$). Valores de pH semelhantes aos encontrados neste estudo são desejáveis uma vez que podem diminuir o pH da superfície dos alimentos, reduzindo assim o crescimento de possíveis microrganismos deteriorantes e patogênicos (GUILBERT; GONTARD, 2005).

3.1.2 Espessura dos filmes

A espessura é um dos fatores que influência diretamente diversas propriedades dos filmes biodegradáveis sendo, portanto, um importante parâmetro para ser avaliado (DELGADO et al., 2018).

O FPCM e os FOR1, FOR2 e FOR3 não diferiram entre si estatisticamente para espessura, portanto, pode-se inferir que a adição do extrato em diferentes concentrações não foi capaz de interferir neste parâmetro. Entretanto, quando comparados ao filme controle ($0,035 \pm 0,08$), apresentaram maiores espessuras.

Isso pode ser explicado pelo arranjo polimérico uma vez que mesmo sendo utilizado diferentes concentrações do extrato de ora-pro-nóbis, a FCM se fez presente em grande quantidade em todos os filmes desenvolvidos, além da mesma concentração de amido, não alterando as interações entre esses polímeros, mantendo assim a espessura padrão entre os filmes (CHAN et al., 2007).

DAUDT et al. (2017) elaboraram filmes com farinha de semente de pinheiro brasileiro (*Araucaria angustifolia*) e, encontraram espessura entre 0,05 e 0,17 mm, valores próximos aos obtidos neste trabalho. Portanto, de acordo com a forma de processamento, matéria prima utilizada, entre outros fatores, filmes biodegradáveis podem apresentar diferentes valores de espessura.

3.1.3 Solubilidade

Em relação a solubilidade o FPCM e FOR1, FOR2 e FOR3, não apresentaram diferença estatística entre si ($p>0,05$) para este parâmetro, sendo o filme controle de amido o único que se diferenciou dos demais com menor solubilidade (Tabela 1).

A presença da FCM e do extrato das folhas de ora-pró-nóbis aumentaram as propriedades higroscópicas dos filmes, devido ao caráter hidrofílico que esses materiais apresentam (MIR et al., 2018).

De acordo com NOURI; MOHAMMADI e NAFCHI (2014), a incorporação de extratos em filmes aumenta a solubilidade em água, devido a presença dos compostos fenólicos que possuem grupos hidroxila em sua estrutura que demonstram grande afinidade com a água. Entretanto, a quantidade de extrato adicionada em diferentes concentrações nos filmes elaborados com a FCM não foi suficiente para apresentar diferença significativa quanto a solubilidade no presente estudo.

RODRIGUES et al. (2021), desenvolveram filmes a partir de diferentes fontes de amido (mandioca, semente de jaca, caroço de manga e inhame) e os menores valores de solubilidade foram obtidos entre 11,56 e 26,38%. Enquanto que ALMEIDA et al., (2013), encontraram valores de solubilidade em água de 86,20% e 80,20%, em filmes elaborados com diferentes concentrações de fécula de batata e glicerol, diferindo dos valores encontrados nesse estudo. Destaca-se que, não existe um valor ideal para o parâmetro solubilidade, uma vez que o melhor valor para esse parâmetro irá depender diretamente da aplicação tecnológica e da forma pelo qual o filme será utilizado (PELISSARI et al., 2013).

Os filmes com elevada solubilidade em água são desejáveis em alimentos que serão submetidos ao contato com a água durante o processamento e também onde o filme poderá ser consumido junto com o produto (FARIAS et al.,

2012). Portanto os filmes deste estudo podem ser utilizados para aplicação em porções individuais de sopas, chás, açúcar, temperos, entre outros.

3.1.4 Permeabilidade ao vapor de água

Os filmes biodegradáveis desempenham um importante papel no controle da troca de umidade dos alimentos com o meio ambiente, sendo o potencial de eficácia desse parâmetro avaliado pela permeabilidade ao vapor de água (PVA) (LIU et al., 2020).

Os valores da PVA do FPCM e FOR1, FOR2 e FOR3 variaram entre $0,41 \pm 0,06 \text{ g mm h}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ kPa}^{-1}$ a $0,67 \pm 0,05 \text{ g mm h}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ kPa}^{-1}$, sendo maiores que o do filme controle de amido o qual apresentou PVA de $0,24 \pm 0,01 \text{ g mm h}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ kPa}^{-1}$.

A adição de FCM e do extrato de ora-pro-nóbis nos filmes, aumentaram a PVA, pois ocasionou a formação de uma superfície menos homogênea na matriz do filme, como demonstrado nas imagens da seção transversal e de superfície (Figura 1) do FPCM e dos que contêm extrato das folhas de ora-pro-nóbis. Resultado semelhante também foi observado por JU e SONG (2020), ao desenvolverem filmes biodegradáveis a partir de polissacarídeos com adição de extrato da casca de amendoim.

O maior valor de PVA foi encontrado no FOR3 (3,1%), que teve a menor adição de extrato de ora-pro-nóbis (p/p em relação à solução filmogênica). Este fato pode ser explicado pela imagem da seção transversal do FOR3 3,1%, na Figura 5 demonstrando uma estrutura menos compacta e contínua quando comparado aos demais filmes, promovendo uma maior permeabilidade ao vapor de água pelos poros do filme.

Comparando com outros trabalhos, verifica-se que os valores de PVA do presente estudo foram inferiores ao encontrado por Xie et al., (2020) que obtiveram filme biodegradável ativo elaborado com celulose bacteriana em pó e álcool polivinílico ($2,7 \times 10^{11} \text{ g mm h}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ kPa}^{-1}$) e filmes de purê de mamão, gelatina e proteína de soja ($5,55$ a $8,45 \text{ g mm h}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ kPa}^{-1}$) elaborados por TULAMANDI et al., (2016).

Apesar dos FPCM e FOR1, FOR2 e FOR3 apresentarem maior PVA que o filme controle, é possível perceber na Figura 4, que os filmes com a farinha da

casca de maracujá e extrato de ora-pro-nóbis apresentam uma estrutura compacta e têm espaços intersticiais menores se caracterizando como filmes cristalinos, reduzindo a área efetiva para difusão.

Portanto, de forma geral os filmes do presente trabalho demonstram melhores propriedades de PVA em comparação com filmes de outros trabalhos mencionados anteriormente, podendo indicar que seu uso pode ser mais vantajoso.

3.1.5 Propriedades Mecânicas

Na Tabela 2, são apresentados os resultados de todas as propriedades mecânicas avaliadas nos filmes desenvolvidos.

Tabela 2 – Propriedades mecânicas dos filmes de amido e da farinha da casca de maracujá (FPCM) sem e com incorporação de diferentes concentrações (FOR1 – 12,50%; FOR2 – 6,24% e FOR3 3,10%) do extrato das folhas de ora-pro-nóbis.

Filme	Resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Módulo elástico (MPa)	Resistência à perfuração (MPa)	Taxa de deformação (%)
AMIDO	10,96 ± 2,89 ^a	3,33 ± 3,44 ^b	477,14 ± 1,57 ^a	11,69 ± 0,35 ^a	9,71 ± 0,11 ^c
FPCM	3,84 ± 0,74 ^b	21,97 ± 1,96 ^a	24,49 ± 4,48 ^b	6,74 ± 0,22 ^b	20,31 ± 1,33 ^b
FOR1	3,03 ± 3,02 ^b	23,87 ± 3,87 ^a	13,28 ± 3,28 ^c	6,42 ± 1,35 ^b	27,88 ± 0,37 ^a
FOR2	4,20 ± 2,20 ^b	20,37 ± 2,03 ^a	23,28 ± 1,24 ^b	7,61 ± 0,56 ^b	22,33 ± 1,50 ^b
FOR3	4,74 ± 0,33 ^b	21,91 ± 3,20 ^a	24,63 ± 4,02 ^b	6,08 ± 1,98 ^b	22,45 ± 0,99 ^b

Valores médios ± desvio padrão. Letras iguais na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância.

O FPCM e FOR1, FOR2 e FOR3 não diferiram estatisticamente entre si ($p > 0,05$) para resistência à tração, alongamento e resistência à perfuração, demonstrando grande miscibilidade dos componentes e a não influência das diferentes concentrações do extrato nesses parâmetros.

3.1.5.1 Resistência à tração

O filme controle de amido apresentou maior resistência à tração (10,96 ± 2,89 MPa) em comparação com o FPCM e FOR, FOR2 e FOR3, possivelmente

devido aos aglomerados formados pelo uso da farinha da casca do maracujá, amido e extrato das folhas de ora-pro-nóbis que interromperam a compactação das ligações de hidrogênio.

Alguns trabalhos encontraram valores inferiores de resistência à tração quando comparados com este estudo. CRIZEL *et al.*, (2018), desenvolveram filmes biodegradáveis à base de gelatina com adição da casca de mamão em pó em diferentes concentrações (2,5%, 5,0% e 7,5%), demonstrando resistência a tração igual a $1,86 \pm 0,00$ MPa; $1,62 \pm 0,04$ MPa e $1,09 \pm 0,01$ MPa, respectivamente.

STOLL *et al.*, (2016), obtiveram uma resistência à tração de filmes de amido de mandioca com antocianinas encapsuladas por goma arábica igual a $0,14 \pm 0,02$ MPa e por goma arábica e maltodextrina de $0,15 \pm 0,01$ MPa, enquanto que NIU *et al.*, (2021) encontraram valores (4.15 ± 0.07 MPa a 4.83 ± 0.5 Mpa) de resistência à tração com filmes biodegradáveis desenvolvidos à base de amido de batata, glicerol e gelatina similares ao obtido neste estudo. Portanto, a resistência a tração vai estar diretamente relacionada a forma de obtenção e aos componentes utilizados na obtenção do filme.

3.1.5. 2 Alongamento

Maiores valores de alongamento foram constatados no FPCM e FOR1, FOR2 e FOR3 em relação ao filme controle de amido (Tabela 2).

Elevados teores de alongamento são desejáveis em revestimentos, visto que a alta flexibilidade favorece a aplicação de forma integral dos filmes na superfície dos alimentos (BIDUSKI *et al.*, 2017).

Ao avaliar as microestruturas dos filmes apresentados na Figura 1, infere-se que a menor flexibilidade do filme controle de amido se dá por este apresentar uma matriz mais densa e compacta, dificultando assim o movimento das cadeias do polímero (alongamento) quando o estresse é aplicado (AL-HASSAN; NORZIAH, 2012; CHIUMARELLI; HUBINGER, 2014).

Os valores de alongamento do FPCM e FOR1, FOR2 e FOR3 foram próximos aos relatados por OJAGH *et al.*, (2010) (24,73%) e MARTINS; CERQUEIRA e VICENTE (2012) (23,12%) e SOUZA *et al.*, (2010) (16%), em filmes de quitosana.

Os FCM e FOR1, FOR2 e FOR3 apresentaram uma melhor flexibilidade em relação ao filme controle, atribuindo à incorporação da farinha de maracujá e do extrato de ora-pró-nóbis uma ampliação mais eficiente nos alimentos.

3.1.5.3 Módulo Elástico

O módulo elástico e a resistência a perfuração apresentaram os maiores valores para o filme controle de amido. Este fato já era esperado, uma vez que o amido apresenta alta concentração de amilose que é responsável por ocasionar maior rigidez em filmes (DOMENE-LÓPEZ *et al.*, 2019).

A adição da maior concentração de extrato no FOR1 (12,5% p/p em relação à solução filmogênica), ocasionou um menor valor de ME nesse filme em relação ao FPCM e ao FOR2 e FOR3 que tiveram adição de extrato em menores concentrações.

No FOR1, com 12,5% de extrato das folhas de ora-pro-nóbis, favoreceu a produção de um filme menos rígido, sendo esse fato justificado pela maior concentração do extrato. A capacidade antioxidante dos compostos presentes no ora-pro-nóbis pode possivelmente ter hidrolisado o material polimérico à base da FCM e amido, devido à natureza ácida dos polifenóis (PIÑEROS-GUERRERO; PIÑEROS-CASTRO; ORTEGA-TORO, 2020).

3.1.5.4 Resistência à perfuração e Taxa de Deformação

As diferentes concentrações do extrato das folhas de ora-pro-nóbis não interferiram na resistência à perfuração dos filmes (FOR1, FOR2 e FOR3) em relação ao FPCM.

Em filmes de gelatina com nanofibra de celulose e glicerol, foram obtidos valores de resistência à perfuração entre 3 MPa a 10 MPa (ANDRADE PIZARRO; SKURTYS e OSORIO-LIRA, 2015), sendo estes resultados encontrados similares ao presente estudo.

Quanto a taxa de deformação, que é um dos fatores que analisam a resistência dos filmes por meio da compressão, constatou-se que a maior taxa de deformação entre os filmes se deu para o FOR1 (12,5%), com maior concentração do extrato das folhas de ora-pro-nóbis. Esse efeito pode ser devido

ao aumento na mobilidade das cadeias poliméricas causadas pela presença de alguns componentes do extrato de ora-pro-nóbis que elevaram a taxa de deformação (LÓPEZ DE DICASTILLO *et al.*, 2016). Em relação as embalagens de alimentos, as propriedades mecânicas ideais vão estar diretamente relacionadas a sua aplicação.

3.1.6 Propriedades colorimétricas

A cor e a opacidade das embalagens de alimentos são alguns dos fatores que mais influenciam a preferência dos consumidores (RIAZ *et al.*, 2020). Os valores de cor dos filmes, bem como o de opacidade são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Propriedades óticas dos filmes de amido e da farinha da casca de maracujá (FPCM) sem e com incorporação de diferentes concentrações (FOR1 – 12,50%; FOR2 – 6,240% e FOR3 3,10%) do extrato das folhas de ora-pro-nóbis.

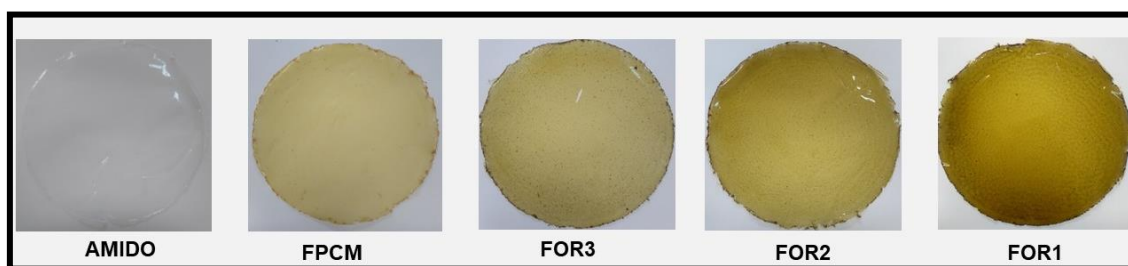
Filme	Luminosidade	Tonalidade	Croma	Opacidade
AMIDO	94,03 ± 0,19 ^a	78,90 ± 1,01 ^c	13,79 ± 0,39 ^b	2,22 ± 0,28 ^c
FPCM	89,09 ± 1,22 ^b	82,53 ± 1,87 ^{bc}	7,64 ± 1,68 ^c	1,61 ± 0,11 ^d
FOR1	57,42 ± 0,13 ^e	82,09 ± 1,35 ^{bc}	35,37 ± 1,48 ^a	4,81 ± 0,31 ^a
FOR2	68,99 ± 3,85 ^d	84,35 ± 2,46 ^b	29,88 ± 0,18 ^a	3,41 ± 0,16 ^b
FOR3	75,11 ± 1,63 ^c	89,02 ± 0,45 ^a	11,26 ± 2,28 ^{bc}	2,61 ± 0,15 ^c

Valores médios ± desvio padrão. Letras iguais na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância.

A adição de extrato das folhas de ora-pro-nóbis ocasionou uma mudança na cor dos filmes proporcionando filmes mais escuros em relação aos controles. Na luminosidade, quanto mais próximo de 100, mais branca é a amostra, e de acordo com os resultados obtidos, o filme controle de amido (94,03 ± 0,19) é o mais claro, conforme pode ser observado na Tabela 3 e Figura 1. Esse fato também foi observado no trabalho de TALÓN *et al.*, (2017), que desenvolveram filmes comestíveis a base de quitosana e amido incorporados com extrato de tomilho, e constataram filmes mais escuros e de coloração avermelhada quando o extrato de tomilho foi incorporado.

Quanto a tonalidade e índice croma, os filmes desenvolvidos apresentaram diferentes tonalidades com variáveis níveis de intensidade, conforme demonstrado na Figura 1.

Figura 1- Fotografia do filme de amido, FPCM e dos filmes (FOR1 – 12,50%; FOR2 – 6,24% e FOR3 3,10%) da farinha da casca de maracujá incorporados com diferentes concentrações do extrato das folhas de ora-pro-nóbis.



O FPCM demonstrou tonalidade mais amarelada, enquanto que os filmes desenvolvidos a partir da FCM com adição dos extratos de ora-pro-nóbis demonstraram coloração mais amarronzada de acordo com o aumento gradual da concentração de extrato. Esse resultado está de acordo com a literatura que demonstra que a adição de extratos vegetais altera a cor original de filmes desenvolvidos de acordo com o substrato/matéria-prima/material do extrato e concentração utilizada (MIR *et al.*, 2018).

O extrato das folhas de ora-pro-nóbis possui alta quantidade de polifenóis, o que leva a diversos tipos de interações com a FCM, ocasionando variação na cor dos filmes desenvolvidos neste trabalho.

Maiores concentrações de extratos das folhas de ora-pro-nóbis ocasionaram maior opacidade nos filmes na seguinte ordem: FOR1 > FOR2 > FOR3, conforme os resultados demonstrados na Tabela 3.

SGANZERLA *et al.*, (2019), também verificaram um aumento significativo na opacidade de filmes biodegradáveis que tiveram a adição de extrato, onde o filme controle apresentou opacidade inferior à $6,15 \pm 0,67 \text{ A mm}^{-1}$, enquanto que o filme utilizando extrato da polpa de *Acca sellowiana* teve opacidade igual à $11,31 \pm 2,22 \text{ A mm}^{-1}$ e extrato de casca $27,16 \pm 4,11 \text{ A mm}^{-1}$, sendo esses valores superiores aos encontrados no presente estudo.

O menor valor de opacidade do FPCM pode ser explicado pela maior rugosidade em sua superfície conforme apresentado na Figura 1. Esse fato também foi observado no trabalho de ILYAS et al., (2019) que desenvolveram filmes biodegradáveis à base de resíduos agroindustriais de amido de palma.

De forma geral, é possível verificar que as adições das diferentes concentrações do extrato levaram a uma diminuição significativa da transmissão de luz através dos filmes, onde filmes com concentrações mais altas de extrato (FOR1 e FOR2) demonstraram uma menor transmissão de luz, por apresentarem uma coloração mais escura. ASSIS et al., (2017), ao desenvolverem filmes ativos de amido de mandioca incorporados com nanocápsulas de licopeno também encontraram uma conclusão semelhante quanto a opacidade.

O uso do extrato das folhas de ora-pro-nóbis influenciou em todas as propriedades óticas dos filmes desenvolvidos a partir de FCM, principalmente pelo fato desse extrato ser uma potente fonte de polifenóis que levou a várias interações com os biopolímeros utilizados para o desenvolvimento dos filmes, ocasionando assim variação nas propriedades de cor.

3.1.7 Compostos Fenólicos Totais e Atividade Antioxidante

Os teores de compostos fenólicos totais e os valores de atividade antioxidante dos filmes estão apresentados na Tabela 4. Não foram realizadas a avaliação desses parâmetros no filme de amido, por este não apresentar compostos bioativos.

Tabela 4 - Compostos fenólicos totais e atividades antioxidantes do FPCM e dos filmes (FOR1 – 12,50%; FOR2 – 6,24% e FOR3 3,10%) da farinha da casca de maracujá incorporados com diferentes concentrações do extrato das folhas de ora-pro-nóbis.

Filme	Compostos fenólicos (mg EAG.g-1 de extrato)	ABTS (µM de ET.g-1)	FRAP (µM sulfato ferroso.g-1)	DPPH (µM de ET.g-1)
FPCM	3,86 ± 0,40 ^c	14,89 ± 0,29 ^b	36,16 ± 1,68 ^c	15,26 ± 0,02 ^c
FOR1	7,22 ± 0,26 ^a	20,14 ± 0,61 ^a	84,69 ± 1,71 ^a	40,88 ± 0,98 ^a
FOR2	7,48 ± 0,15 ^a	20,44 ± 1,40 ^a	86,92 ± 1,75 ^a	42,60 ± 2,13 ^a

FOR3	5,77 ± 0,25 ^b	15,88 ± 1,50 ^b	56,82 ± 2,14 ^b	37,19 ± 0,51 ^b
------	--------------------------	---------------------------	---------------------------	---------------------------

Valores médios ± desvio padrão (n =). Letras iguais na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância.

A adição do extrato de folhas de ora-pro-nóbis nos filmes desenvolvidos a partir da casca do maracujá, possibilitou um aumento significativo do teor de compostos fenólicos totais e da atividade antioxidante, pelos três métodos utilizados.

Os filmes FOR1 e FOR2, que tiveram as maiores adições de extrato apresentaram os maiores valores de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante em relação ao FPCM.

Vários estudos evidenciam que os extratos e as folhas de ora-pro-nóbis, são ricos em fenólicos, demonstrando propriedades antioxidantes, antibacteriana e ações antifúngicas (AGOSTINI-COSTA *et al.*, 2012; AMADO *et al.*, 2017; DE CASTRO e SCIO, 2014; SOUZA, *et al.*, 2016), propriedades interessantes quando em filmes biodegradáveis.

Além disso, diversas pesquisas tem demonstrado que filmes comestíveis biodegradáveis com adição de extrato de plantas, tiveram elevação no teor de compostos bioativos e atividade antioxidante (ABDUL KHALIL *et al.*, 2018; APARICIO-FERNÁNDEZ *et al.*, 2018; SILVA *et al.*, 2020; NOSTRO *et al.*, 2016), fato que corrobora com o observado nesse estudo.

Os filmes desenvolvidos com a FCM e adição de extrato das folhas de ora-pro-nóbis demonstram propriedades antioxidantes, que são essenciais para inibição de atividades enzimáticas e controle microbiológico, possibilitando ser uma alternativa para o aumento da vida útil dos alimentos onde forem aplicados.

3.1.8 Biodegradabilidade

Quanto ao índice quantitativo de degradabilidade dos filmes, as perdas de massa média para todos os filmes foram superiores a 99,00% conforme apresentado na Tabela 5, enfatizando que os filmes desenvolvidos são uma excelente alternativa ao uso de polímeros sintéticos.

Tabela 5 - Biodegradabilidade do filme de amido, FPCM e dos filmes (FOR1 – 12,50%; FOR2 – 6,24% e FOR3 3,10%) da farinha da casca de maracujá incorporados com diferentes concentrações do extrato das folhas de ora-pro-nóbis.

Filme	Biodegradabilidade (%)
AMIDO	99,51 ± 0,10 ^a
FPCM	99,20 ± 0,20 ^a
FOR1	99,21 ± 0,28 ^a
FOR2	99,33 ± 0,19 ^a
FOR3	99,44 ± 0,32 ^a

Valores médios ± desvio padrão (n =). Letras iguais na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey a 5% de significância.

Não houve diferença significativa ($p > 0,05$) nos valores de biodegradabilidade entre os filmes desenvolvidos. O filme de amido, da FCM e da FCM com adição de extrato, são considerados biodegradáveis, uma vez que sofreram degradação em condições semelhantes às que ocorrem em ambiente natural (BRIASSOULIS; DEJEAN, 2010; STOLL *et al.*, 2017).

SILVA e colaboradores (2020a), também desenvolveram filmes a base do resíduo da casca da banana com extrato de folhas de *Eriobotrya japonica*, e verificaram biodegradabilidade acima de 99,00%, semelhante a esse estudo.

Portanto, os filmes desenvolvidos nesta pesquisa, estão de acordo com a demanda atual que busca filmes de embalagens com materiais de base biológica, biodegradáveis e geralmente comestíveis (FERREIRA *et al.*, 2016).

3.1.8 Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier

A espectroscopia no infravermelho auxiliou na análise das estruturas dos biopolímeros e das interações intermoleculares que apresentam influências diretas nas propriedades mecânicas e físicas dos filmes.

Os espectros no infravermelho da farinha da casca de maracujá, amido de milho, folhas de ora-pro-nóbis liofilizadas e dos filmes estão apresentados na Figura 2.

Os filmes da farinha de casca de maracujá com extrato das folhas de ora-pró-nóbis, de amido e FPCM, mostraram picos semelhantes apresentando

apenas variações na intensidade de absorbância em alguns picos. Resultado análogo também foi observado por SILVA *et al.*, (2020a), ao desenvolverem filmes comestíveis biodegradáveis de casca de banana madura e amido enriquecido com extrato de folhas de *Eriobotrya japonica*.

O espectro de amido e do filme de amido apresentaram semelhanças e bandas em 3300 cm^{-1} (estiramento O-H), 2947 cm^{-1} (C-H de grupos alquila) e 1149 cm^{-1} (estiramento C-O), na mesma intensidade (PIÑEROS-HERNANDEZ *et al.*, 2017).

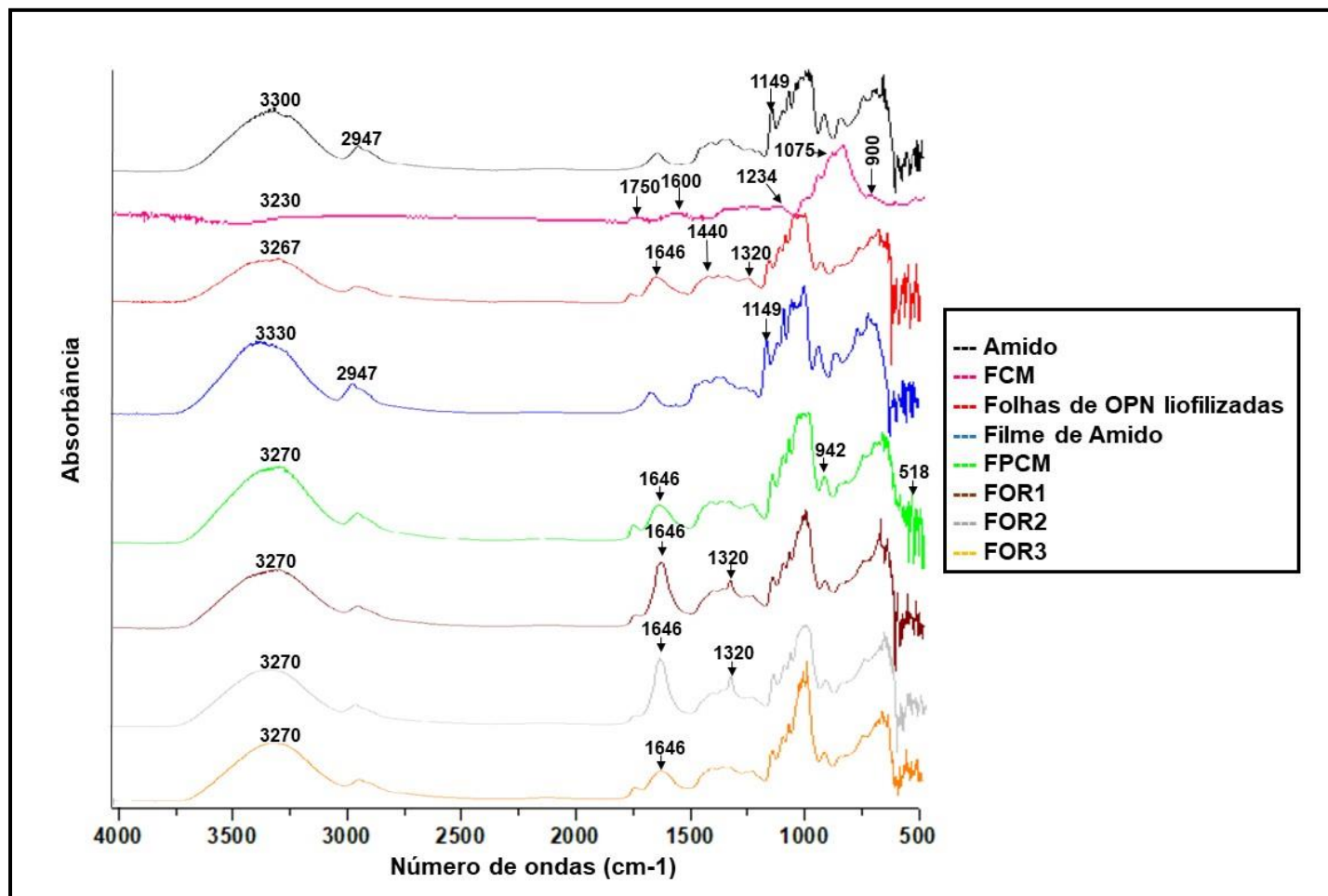
Em relação a FCM, os principais números de ondas foram encontrados entre as bandas de 1750 cm^{-1} a 900 cm^{-1} . Regiões onde estão presentes compostos como lignina, celulose, além de outros grupos funcionais de lignina, como álcoois grupos aldeídos, cetonas, carboxílicos, fenólicos e éter (CANTERI *et al.*, 2019; CHAO; CHANG; NIEVA, 2014; ANDIA *et al.*, 2020; TALARI *et al.*, 2017).

As ligações N-H (grupo amino) de proteínas podem ser observadas em 1646 cm^{-1} . Para essa banda de absorção, tanto o FPCM, como os filmes da FCM com adição de extrato e as folhas de ora-pro-nóbis liofilizadas, apresentaram perfis semelhantes, sendo localizados nas mesmas regiões de seus respectivos espectros.

A banda em 1440 e 1320 cm^{-1} pode estar relacionado a CH_3 , CH_2 , flavonóides e grupos aromáticos, com vibração de C – H e o alongamento da vibração de compostos aromáticos (OLIVEIRA *et al.*, 2016).

A maior intensidade da banda 1320 cm^{-1} nos filmes FOR1 e FOR2, demonstra um aumento das interações inter e/ou intramoleculares dos grupos funcionais tanto da FCM com os extratos das folhas de ora-pro-nóbis, com o aumento de suas concentrações. Fato que ocasionou maior teor de compostos fenólicos e atividade antioxidante para esses filmes, pelo acréscimo de flavonóides.

Figura 2 – Gráfico dos espectros no infravermelho com Transformada de Fourier das matérias-primas e do filme de amido, FPCM e dos filmes (FOR1 – 12,5%; FOR2 – 6,24% e FOR3 3,1%) da farinha da casca de maracujá incorporados com diferentes concentrações do extrato das folhas de ora-pro-nóbis.



A banda larga de alta intensidade entre 3600 e 3000 cm^{-1} nos filmes desenvolvidos com a FCM e com adição de extrato, é associada ao estriamento do grupo -OH das ligações de hidrogênio da água e de outros constituintes (MEDEIROS SILVA *et al.*, 2020; PELISSARI *et al.*, 2013; SHAR *et al.*, 2016). Esse resultado permite concluir o motivo da elevada solubilidade em água dos filmes desenvolvidos.

Os picos em 518 e 942 cm^{-1} , podem estar associados a pectinas e ligninas constituintes da fibra alimentar que estão presentes em grandes quantidades na casca do maracujá e nas folhas de ora-pro-nóbis (LUPOI; GJERSING; DAVIS, 2015; MARTINS *et al.*, 2021). Estes picos foram detectados em todos os

espectros dos filmes desenvolvidos, sendo estes compostos importantes para obtenção de géis no desenvolvimento de filmes.

A equivalência no espectro dos filmes desenvolvidos a partir da FCM e com adição do extrato nas diferentes concentrações, pode ser explicada pela semelhança dos grupos funcionais, proporcionando compatibilidade entre os componentes, independentemente da concentração de extrato utilizada. Além disso, os filmes são originados de uma mesma fonte, que é a FCM.

3.1.9 Perfil químico

Através da EM-PS foi possível obter as impressões digitais de um total de 66 compostos químicos em amplas faixas de massas dos filmes desenvolvidos nos modos de ionização positivo e negativo. O filme de amido não foi submetido a esta análise, por este não ser obtido com a FCM e extrato das folhas de ora-pro-nóbis.

A identificação dos compostos distinguiu entre ácidos orgânicos, fenólicos e graxos, glicerídeos de fenilpropano, açúcares, flavonoides, terpenos, entre outros, totalizando 41 substâncias no modo de ionização negativo e 25 no modo de ionização positivo, conforme apresentado nas Tabela 6 e 7 respectivamente.

Tabela 6 - Íons identificados no FPCM e dos filmes (FOR1 – 12,5%; FOR2 – 6,24% e FOR3 3,1%) da farinha da casca de maracujá incorporados com diferentes concentrações do extrato das folhas de ora-pro-nóbis por EM-PS em modo negativo. A letra X no corpo da tabela representa a presença do composto no filme.

Tentativa de identificação	m/z	MS/MS	Referência	Filmes			
				FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
Ácidos Orgânicos							
Ácido fumarico	115	71	(AL KADHI <i>et al.</i> , 2017)			X	
Ácido ferulico	193	149	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)			X	X

Ácido fertárico	325	163,193	(AABY; EKEBERG; SKREDE, 2007; ABU- REIDAH <i>et al.</i> , 2015)	X
-----------------	-----	---------	--	---

	Ácidos Fenólicos		FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
Ácido Cafeico	179	135	(KANG <i>et al.</i> , 2016)		X	X
Ácido quínico	191	127,173	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015; CHEN, B. <i>et al.</i> , 2017)	X		
Galloyl pyrogallol	279	153	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)		X	
Ácido cafárico	311	133	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)		X	X
Ácido cumárico	325	265	(AABY; EKEBERG; SKREDE, 2007; ABU- REIDAH <i>et al.</i> , 2015)		X	
Cumaroilquínicos, pCoQA (ácidos clorogênicos)	337	173	(NCUBE <i>et al.</i> , 2014)		X	
Cafeoil-D-glucose	339	159	(SILVA <i>et al.</i> , 2020b)		X	
Ácido clorogênico	353	191	(NCUBE <i>et al.</i> , 2014)	X	X	X

Ácido 5-feruloilquínico	367	175	(ZHANG, L. <i>et al.</i> , 2017)			X	X
Derivado do ácido cafeico	377	341, 215	(SILVA <i>et al.</i> , 2020)	X	X	X	X
Vacchihein A	377	289,347,361	(SOUZA <i>et al.</i> , 2021)		X	X	X
Éster metil do ácido 3,5-di-O-cafeoilquínico	535	445	(SILVA <i>et al.</i> , 2020)		X	X	X
Glicerídeos de fenilpropano				FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
1-O-diidrocafeoil glicerol	255	163	(KANG <i>et al.</i> , 2016; SILVA, V. D. M. <i>et al.</i> , 2020b)		X	X	X
Açúcar				FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
Hexose	215	89,179	(GUO <i>et al.</i> , 2017; SILVA <i>et al.</i> , 2020)			X	
Sacarídeo	371	113,121,231,249	(KANG <i>et al.</i> , 2016)			X	
Flavonoides				FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
Kaempferol-xilose	417	152,285	(CHEN, B. <i>et al.</i> , 2017)			X	X
Apigenin-6-C-glucoside	431	431	(KANG <i>et al.</i> , 2016)		X	X	X
Luteolin-6-C-quinovoside/fucoside	431	341,413	(OTIFY <i>et al.</i> , 2015)	X	X	X	X
Naringenin hexoside	433	313	(KANG <i>et al.</i> , 2016)			X	X
Quercetin-3-rhamnoside	447	447,300	(ZHANG, L. <i>et al.</i> , 2017)		X		X
Luteolin-7-glucoside (flavona)	447	227	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)	X	X		X

Quercetina-3-O-glucosídeo	463	300,301,343	(LI <i>et al.</i> , 2016; ZHANG, W. <i>et al.</i> , 2015)					X
Hexosídeo de ácido dimetilelágico	491	454	(SILVA, M. R. <i>et al.</i> , 2019)		X			
Cafeoil derivative hexose	499	337	(KANG <i>et al.</i> , 2016)					X
Kaempferol-3-O-rutinosídeo	593	285,447	(SILVA <i>et al.</i> , 2020; WANG <i>et al.</i> , 2017)	X	X		X	X
Rutina (quercetina rutinosídeo)	3- 609	341	(SILVA <i>et al.</i> , 2020; WANG <i>et al.</i> , 2017)	X	X		X	X
Isorhamnetin-3-O-rutinoside	623	315	(SOUZA <i>et al.</i> , 2021)		X		X	
Derivado de Vicenin II	629	593	(SIMIRGIOTIS <i>et al.</i> , 2013)		X			
Ácidos Graxos				FPCM	FOR1		FOR2	FOR3
Ácido Oleico	281	237	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)				X	X
Ácido esteárico	283	265	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)		X		X	X
Ácido ricinoleico	297	183	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)				X	X
Ácido eicosanoico	311	293	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)					
Ácido trihidroxi-octadecadienóico	327	113, 195,239,309	(KANG <i>et al.</i> , 2016; OTIFY <i>et al.</i> , 2015)				X	X
Terpenos								
Sorhamnetin-7-O-glucopyranoside	477	243,343	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)				X	X

Metil corosolate	485	423,467	(CHEN, B. <i>et al.</i> , 2017)				X
Quinonas				FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
Spinochrome A	265	235	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)				X
4,9-Dihydroxy-6,7-dimethoxynaphtho (2,3-d)-1,3-dioxole-5,8-dione	293	249	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)				X
Plastoquinone 3	339	135,163,203	(SOUZA <i>et al.</i> , 2021)				X

Neste estudo, os flavonoides e ácidos fenólicos foram os grupos com maiores quantidades de substâncias tentativamente identificadas no modo de ionização negativa. Esse fato pode ser justificado por essas classes de compostos representarem uma categoria de metabólitos vegetais secundários, com importantes ações antioxidantes e antimicrobianas por exemplo (LISKOVA *et al.*, 2020). Fato muito desejável para embalagens que tem contato direto com alimentos.

SOUZA *et al.*, (2021), também encontraram a presença de ácido caféico (m/z 179), além de ácido ferúlico (m/z 193) nas folhas *in natura* de ora-pro-nobis, enquanto que o Ácido 5-feruloilquínico, se caracteriza por ser um éster do ácido ferúlico com o ácido quínico. Portanto, pode-se inferir que a obtenção do extrato das folhas de ora-pro-nóbis foi eficiente na extração de compostos, e que o processo de desenvolvimento dos filmes que tiveram a adição do extrato, não foi capaz de degradar substâncias como o ácido caféico e ferúlico que apresentam propriedades antioxidantes.

Quanto ao modo de ionização positivo (Tabela 7), os flavonoides foram os compostos que apresentaram o maior número de compostos tentativamente identificados, sendo a maior parte desses flavonoides derivados conjugados de glicosídicos.

Tabela 7 - Íons identificados no FPCM e dos filmes (FOR1 – 12,5%; FOR2 – 6,24% e FOR3 3,1%) da farinha da casca de maracujá incorporados com diferentes concentrações do extrato das folhas de ora-pro-nóbis por EM-PS em modo positivo. A letra X no corpo da tabela representa a presença do composto no filme.

Compostos	m/z	MS/MS	Referência	Filmes			
				FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
Flavonoides							
Diosmetin	301	258	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)	X	X	X	X
3-O-metilquercetina	317	121,193,245,274	(GOBBO-NETO e LOPES, 2008; SILVA <i>et al.</i> , 2020)		X	X	X
Apigeninidin-7-O-methylflavene dimer	523	269	(GEERA; OJWANG; AWIKA, 2012)	X		X	X
Quercetin-3-malonylglucoside	551	303	(AABY; EKEBERG; SKREDE, 2007)	X	X	X	X
6,8-di-C- β -glucopiranosilcrisina	579	495,507,543,561	(GOBBO-NETO e LOPES, 2008)				X
Lucenina-2 (6,8-di-C- β -glucopiranosilluteolina	611	527,593	(GOBBO-NETO e LOPES, 2008)			X	X
Rutina	633	331, 487,615	(JIA <i>et al.</i> , 2017)		X	X	X
Tricina di-O,O-hexosídeo	655	493	(SILVA <i>et al.</i> , 2020)		X	X	
Sagittatoside A	677	531	(REN e LONG, 2017)		X	X	

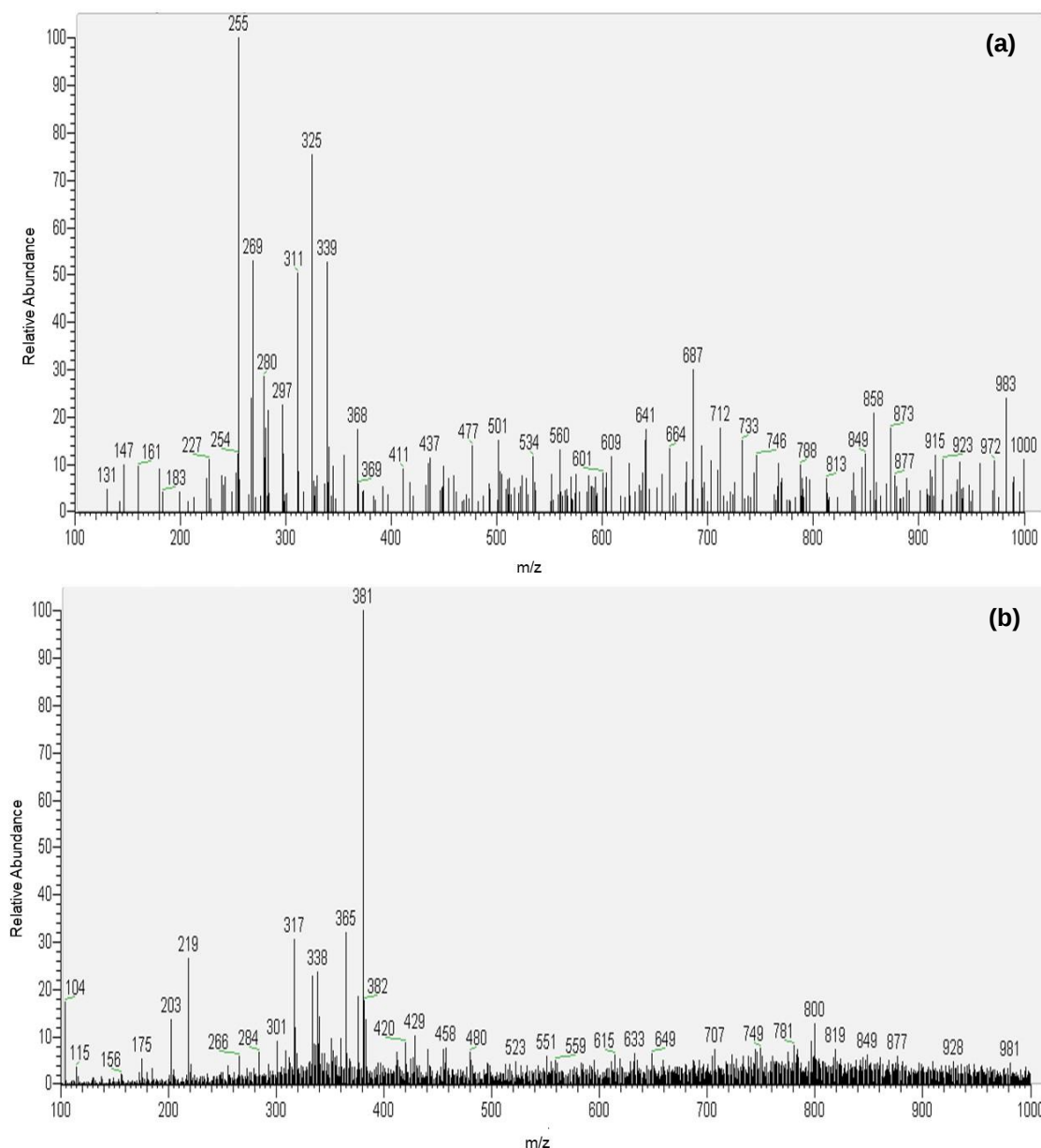
3-Hidroxycariine-O-glucose-rhamnose	693	547	(REN e LONG, 2017)	X	X	X
Iolidide- β -D-glucopyranoside	711	549,651,693	(JIA <i>et al.</i> , 2017)		X	X
Chrysoeriol malonyl hexoside	O,O- 797	711	(CAVALIERE <i>et al.</i> , 2005)	X	X	X
Fitosterol			FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
Sitosterol	397	247	(WANG, J. <i>et al.</i> , 2017)	X	X	X
Terpenos			FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
Deacetylforskolin	369	235,431	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015; ZHANG <i>et al.</i> , 2009)	X	X	X
Vomifoliol β -D-glucopyranoside	409	353,391,394	(JIA <i>et al.</i> , 2017)	X	X	X
Dihidroisovaltrato	425	365	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)	X	X	X
Ononin	431	269,431	(REN e LONG, 2017)	X		X
Açúcares			FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
Sacarose	365	185	(GUO <i>et al.</i> , 2017)	X	X	X
Morroniside	429	267	(GUO <i>et al.</i> , 2017; XIONG <i>et al.</i> , 2017)	X	X	
Ácido Fenólico			FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
Galloyl pyrogallol	279	153	(ABU-REIDAH <i>et al.</i> , 2015)	X	X	X
Licanic acid	293	257,275	(WANG <i>et al.</i> , 2017)	X	X	X
Ácido Graxo			FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
Éster metílico de cnidiosídeo	413	413	(REN; LONG, 2017)	X	X	X

Magnoflorine	342	282,342	(REN e LONG, 2017)	X	X	X	
Outros				FPCM	FOR1	FOR2	FOR3
L arginina	175	129	(SILVA <i>et al.</i> , 2019)	X	X	X	X
Diallyl phthalate	247	187	(REN e LONG, 2017)		X	X	

No FPCM foi quantificado menor número de compostos (11), enquanto que nos filmes incorporados com diferentes concentrações de extrato das folhas de ora-pro-nobis, detectou-se maior quantidade de substâncias com destaque para o FOR2 onde 58 substâncias foram identificadas. Portanto, na Figura 4 estão as representações dos EM-PS nos modos de ionização negativo e positivo do FOR2.

A maior quantificação de compostos no FOR2 pode ser justificada pela melhor incorporação do extrato na concentração utilizada (6,24%), favorecendo uma excelente adesão interfacial e retenção dos compostos neste filme, conforme demonstrado na MEV.

Os resultados da EM-PS estão de acordo com os obtidos para o teor de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante que demonstram melhores respostas para os filmes com adição de extrato das folhas de ora-pro-nobis, explicado pela maior quantidade de compostos com essas propriedades nesses filmes.

Figura 4 - Representação dos espectros de massas por Paper Spray

(a) Espectrograma PS-MS no modo de ionização negativo e (b) espectrograma PS-MS no modo de ionização positivo do FOR2 – 6,24% da farinha da casca de maracujá incorporado com extrato das folhas de ora-pro-nóbis.

3.1.10 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As informações quanto a microestrutura dos filmes, através de sua homogeneidade, estrutura de camadas, poros, fissuras de superfície e suavidade, são apresentadas na Figura 5. A análise da imagem da seção transversal do filme controle de amido demonstra o bom processo de gelatinização e a ruptura de todos os grânulos de amido, através de sua estrutura homogênea e sem poros (DOMENE-LÓPEZ et al., 2019).

De forma geral, os filmes da farinha da casca de maracujá com adição dos extratos (FOR1, FOR2 e FOR3) mostraram-se compactos e com integridade contínua da rede, sendo o maior grau de compactação e integridade verificado de acordo com a maior concentração de extrato adicionado. Fato semelhante também foi observado no trabalho de TALÓN et al. (2017), em filmes de quitosana com extrato de tomilho que formaram filmes com uma estrutura mais densa e com cadeias de polímero mais regulares.

O extrato das folhas de ora-pro-nóbis afetou significativamente as propriedades estruturais dos filmes desenvolvidos com a FCM (representado pelas setas na Figura 5F – I – K), influenciando o arranjo dos componentes destes filmes, sendo essas mudanças intimamente relacionadas às suas propriedades tecno-funcionais (MIR et al., 2018). Além disso, a adição do extrato independente da concentração proporcionou a formação de uma superfície mais lisa e menos rugosa (Figura 5E – G – H – J), com destaque para o FOR2 que apresentou melhores resultados para essas características, demonstrando que a proporção de extrato e solução filmogênica utilizada neste filme foi a ideal.

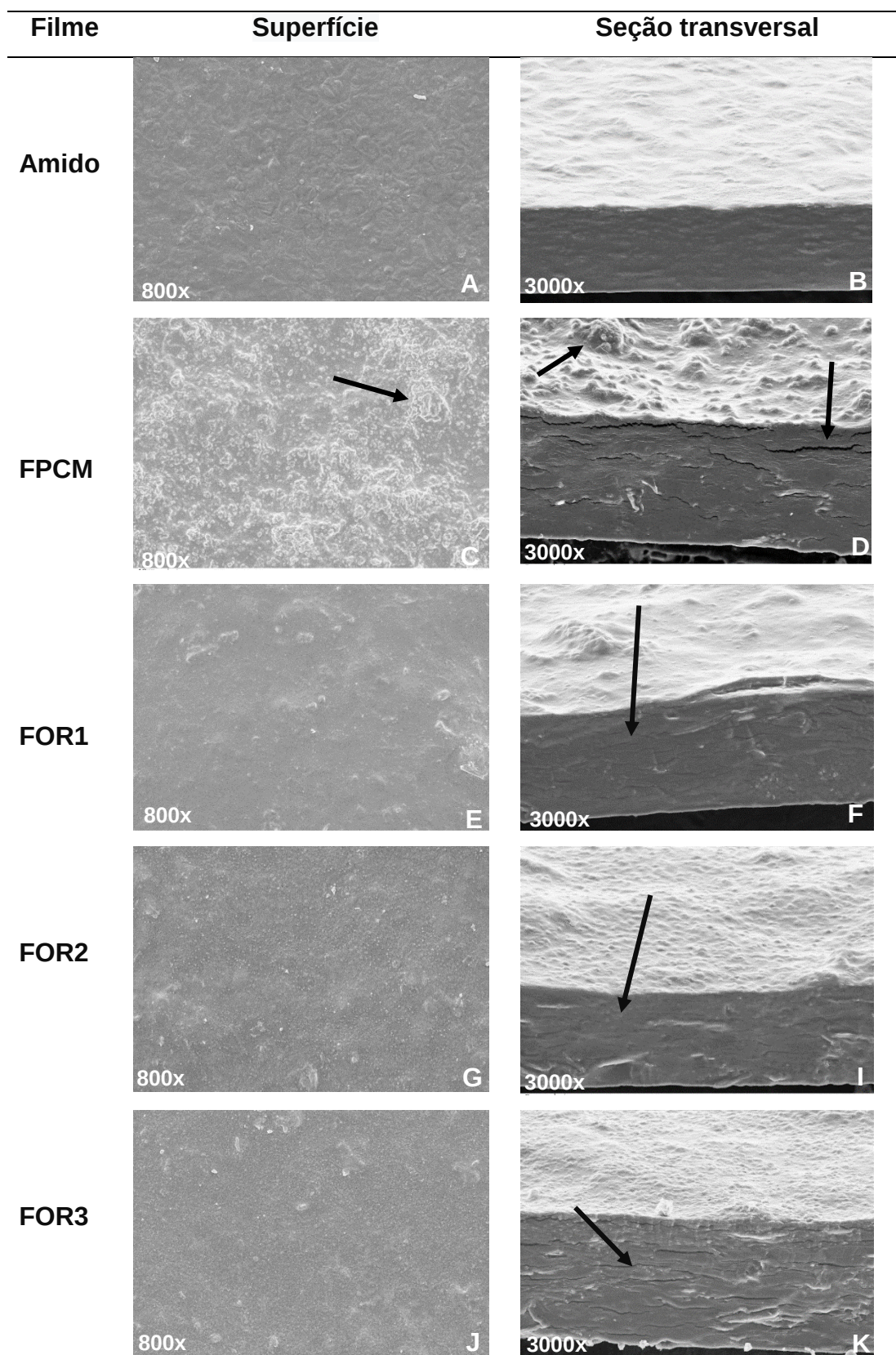
O FPCM exibiu estrutura relativamente mais áspera e maiores fissuras internas (representada pelas setas na Figura 5C - D) em comparação com os outros filmes desenvolvidos que tiveram a adição do extrato das folhas de ora-pro-nóbis. Esse fato indica que a incorporação do extrato favoreceu uma melhor adesão interfacial nos filmes. Resultado semelhante também foi observado por ILYAS et al. (2019), ao adicionarem diferentes concentrações de celulose nanofibrilada de palma em filmes biodegradáveis obtidos dos resíduos de palmeira.

XIE e colaboradores (2020), também desenvolveram filmes biodegradáveis a partir da casca de batata que é um resíduo industrial incorporando com celulose bacteriana com intuito de melhorar as propriedades dos filmes. Esses autores constataram que a superfície dos filmes desenvolvidos com a casca de batata incorporado com concentrações de até 10% de celulose bacteriana apresentavam uma superfície menos escamosa, além de estrutura mais lisa e densa, fato semelhante ao que aconteceu com a adição de extrato neste estudo.

Através da análise da microestrutura dos filmes é possível perceber que a adição do extrato das folhas de ora-pro-nóbis nas concentrações utilizadas, foi

capaz de melhorar a homogeneidade dos filmes formando filmes mais densos, com menores rachaduras e estrutura mais lisa em relação ao FPCM.

Figura 5- Micrografias de MEV das superfícies e seções transversais dos filmes de: amido e da farinha da casca de maracujá (FPCM) sem e com incorporação de diferentes concentrações (FOR1 – 12,5%; FOR2 – 6,24% e FOR3 3,1%) do extrato das folhas de ora-pro-nóbis.



4. CONCLUSÃO

O presente estudo conseguiu evidenciar que há um grande potencial para o uso da casca do maracujá, e de folhas de ora-pro-nóbis, para aplicações em desenvolvimento de embalagens sustentáveis

A análise da microestrutura dos filmes demonstrou que a adição de extrato das folhas de ora-pro-nóbis nas concentrações de 12,5; 6,24 e 3,1 %, foi capaz de melhorar a homogeneidade dos filmes e os baixos valores de PVA indicaram grande vantagem no uso dos filmes desenvolvidos.

Verificou se que a elevada solubilidade dos filmes permitirá sua aplicação de forma mais efetiva para alimentos que serão submetidos ao contato com a água durante o processamento.

Quanto as propriedades mecânicas, foi possível concluir que a grande miscibilidade dos componentes dos filmes impediu que maiores concentrações de extrato das folhas de ora-pro-nóbis influenciassem em alguns parâmetros como resistência à tração, alongamento e resistência à perfuração dos filmes em relação ao FPCM.

O alto teor de polifenóis no extrato das folhas de ora-pro-nóbis influenciou em todas as propriedades óticas dos filmes elaborados. Quanto a cor, em frutas e vegetais os filmes estudados podem ser aplicados em alimentos variando entre amarelados e mais escuros.

A EM-PS se mostrou uma ferramenta interessante e altamente inovadora para identificar o perfil químico de filmes ativos.

Os resultados desta pesquisa sugerem que o filmes baseados na FCM contendo o extrato das folhas de ora-pro-nóbis, poderão ser utilizados para elaboração de embalagens ecológica e biodegradáveis. Podendo ainda ser utilizadas para a elaboração de embalagens ativas devido a sua elevada atividade antioxidante.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

AABY, K.; EKEBERG, D.; SKREDE, G. Characterization of phenolic compounds in strawberry (*Fragaria x ananassa*) fruits by different HPLC detectors and contribution of individual compounds to total antioxidant capacity. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 55, n. 11, p. 4395–4406, 2007.

Available at: <https://doi.org/10.1021/jf0702592>

ABBOUDA, K. Y. *et al.* Gastroprotective effect of soluble dietary fibres from yellow passion fruit (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*) peel against ethanol-induced ulcer in rats. **Journal of Functional Foods**, [s. l.], v. 54, n. August 2018, p. 552–558, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jff.2019.02.003>

ABDUL KHALIL, H. P. S. *et al.* Biodegradable Films for Fruits and Vegetables Packaging Application: Preparation and Properties. **Food Engineering Reviews**, [s. l.], v. 10, p. 139–153, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1007/s12393-018-9180-3>

ABU-REIDAH, I. M. *et al.* HPLC – DAD – ESI-MS / MS screening of bioactive components from *Rhus coriaria* L. (Sumac) fruits. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 166, p. 179–191, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.06.011>

AGOSTINI-COSTA, T. D. A. S. *et al.* CAROTENOIDS PROFILE AND TOTAL POLYPHENOLS IN FRUITS OF *Pereskia aculeata* MILLER. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [s. l.], v. 34, p. 234–238, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1590/s0100-29452012000100031>

AL-HASSAN, A. A.; NORZIAH, M. H. Starch-gelatin edible films: Water vapor permeability and mechanical properties as affected by plasticizers. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 26, n. 1, p. 108–117, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.04.015>

AL KADHI, O. *et al.* Development of a LC-MS/MS Method for the Simultaneous Detection of Tricarboxylic Acid Cycle Intermediates in a Range of Biological Matrices. **Journal of Analytical Methods in Chemistry**, [s. l.], v. 2017, n. Lc, p. 1–12, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1155/2017/5391832>

ALMEIDA, D. M. *et al.* Propriedades Físicas, Químicas e de Barreira em Filme Formados por Blenda de Celulose Bacteriana e Fécula de Batata. **Polímeros**, [s. l.], v. 23, n. 4, p. 538–546, 2013. Available at: <https://doi.org/10.4322/polimeros.2013.038>

AMADO, A. *et al.* Chemical structure and physical-chemical properties of mucilage from the leaves of *Pereskia aculeata*. **Food hydrocolloids**, [s. l.], v. 70, p. 20–28, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.03.020>

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**, [s. l.], v. 82, n. 191, p. 219–226, 2015. Available at: <https://doi.org/10.15446/dyna.v82n191.45296>

AOAC. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 19th. ed. Gaithersburg: [s. n.], 2012.

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**, [s. l.], v. 11, n. 2, p. 368–379, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1007/s11947-017-2017-x>

ARQUELAU, P. B. de F. *et al.* Characterization of edible coatings based on ripe “Prata” banana peel flour. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 89, p. 570–578, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.11.029>

ASSIS, O. B. G., BRITTO, D. Review: edible protective coatings for fruits: fundamentals and applications. **Brazilian Journal of Food Technology**, [s. l.], v. 17, n. 2, p. 87–97, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1590/bjft.2014.019>

ASSIS, R. Q. *et al.* Industrial Crops & Products Active biodegradable cassava starch films incorporated lycopene nanocapsules. **Industrial Crops & Products**, [s. l.], v. 109, n. September, p. 818–827, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.09.043>

ATMS. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics (D638). *In*: MATERIALS, A. S. for T. and (org.). **Annual book of ASTM standards**. Philadelphia: [s. n.], 2014.

ATMS. Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting (D882). *In*: MATERIALS, A. S. for T. and (org.). **Annual book of ASTM standards**. Philadelphia: [s. n.], 2012.

ATMS. Standard Test Method for Thickness Measurement of Flexible Packaging Material (F2251). *In*: MATERIALS, A. S. for T. and (org.). **Annual book of ASTM**. Philadelphia: [s. n.], 2013.

ATMS. Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials (E96/E96M). *In*: MATERIALS, A. S. for T. and (org.). **Annual book of ASTM standards**. Philadelphia: [s. n.], 2016.

BIDUSKI, B. *et al.* Impact of acid and oxidative modifications, single or dual, of sorghum starch on biodegradable films. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 214, p. 53–60, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.07.039>

BRIASSOULIS, D.; DEJEAN, C. Critical review of norms and standards for biodegradable agricultural plastics part I. Biodegradation in soil. **Journal of Polymers and the Environment**, [s. l.], v. 18, n. 3, p. 384–400, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10924-010-0168-1>

CANTERI, M. H. G. *et al.* ATR-FTIR spectroscopy to determine cell wall composition: Application on a large diversity of fruits and vegetables. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 212, n. December 2018, p. 186–196, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.02.021>

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**, [s. l.], v. 19, n. 21, p. 3143–3158, 2005. Available at: <https://doi.org/10.1002/rcm.2185>

CHAN, P. S. K. *et al.* Study of the shear and extensional rheology of casein, waxy maize starch and their mixtures. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 21, n. 5–6, p. 716–725, 2007. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2007.02.001>

CHAO, H. P.; CHANG, C. C.; NIEVA, A. Biosorption of heavy metals on Citrus maxima peel, passion fruit shell, and sugarcane bagasse in a fixed-bed column. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, [s. l.], v. 20, n. 5, p. 3408–3414, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2013.12.027>

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 and Function**, [s. l.], v. 8, n. 2, p. 687–694, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1039/c6fo01578f>

CHEN, X. *et al.* Critical review of controlled release packaging to improve food safety and quality. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, [s. l.], v. 59, p. 2386–2399, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1080/10408398.2018.1453778>

CHIUMARELLI, M.; HUBINGER, M. D. Evaluation of edible films and coatings formulated with cassava starch, glycerol, carnauba wax and stearic acid. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 38, p. 20–27, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.11.013>

DAUDT, R. M. *et al.* Development of edible films based on Brazilian pine seed (*Araucaria angustifolia*) flour reinforced with husk powder. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 71, p. 60–67, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.04.033>

DE CASTRO CAMPOS PINTO, N.; SCIO, E. The Biological Activities and Chemical Composition of Pereskia Species (Cactaceae)-A Review. **Plant Foods for Human Nutrition**, [s. l.], v. 69, n. 3, p. 189–195, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1007/s11130-014-0423-z>

DE MORAES CRIZEL, T. *et al.* Biodegradable Films Based on Gelatin and Papaya Peel Microparticles with Antioxidant Properties. **Food and Bioprocess Technology**, [s. l.], v. 11, n. 3, p. 536–550, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1007/s11947-017-2030-0>

DELGADO, J. F. *et al.* Hydration and water vapour transport properties in yeast biomass based films: A study of plasticizer content and thickness effects. **European Polymer Journal**, [s. l.], v. 99, n. November 2017, p. 9–17, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2017.11.051>

DOGARU, B.-I.; SIMIONESCU, B.; POPESCU, M.-C. Synthesis and

characterization of κ -carrageenan bio-nanocomposite films reinforced with bentonite nanoclay. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 154, p. 9–17, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.03.088>

DOMENE-LÓPEZ, D. *et al.* Influence of starch composition and molecular weight on physicochemical properties of biodegradable films. **Polymers**, [s. l.], v. 11, n. 7, p. 1–17, 2019. Available at: <https://doi.org/10.3390/polym11071084>

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**, [s. l.], v. 109, p. 57–64, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2015.05.015>

FARIA, G. A. *et al.* Experimental plot size of passion fruit. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [s. l.], v. 42, n. 1, p. 1–7, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1590/0100-29452020125>

FARIAS, M. G. *et al.* Caracterização físico-química de filmes comestíveis de amido adicionado de acerola (*Malpighia emarginata* D.C.). **Química Nova**, [s. l.], v. 35, n. 3, p. 546–552, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1590/S0100-40422012000300020>

FENG XIONG, XIA LI , LIHUA ZHENG, NAN HU, MENGJIA CUID, H. L. Characterization and antioxidant activities of polysaccharides from *Passiflora edulis* Sims peel under different degradation methods. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 218, n. December 2018, p. 46–52, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.04.069>

FERREIRA, M. S. L. *et al.* Edible films and coatings based on biodegradable residues applied to acerolas (*Malpighia puniceifolia* L .). **Journal of the Science of Food and Agriculture**, [s. l.], v. 96, p. 1634–1642, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1002/jsfa.7265>

GARCIA, J. A. A. *et al.* Phytochemical profile and biological activities of ' Ora-pro-nobis ' leaves (*Pereskia aculeata* Miller), an underexploited superfood from the Brazilian Atlantic Forest. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 294, n. April, p. 302–308, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.05.074>

GEERA, B.; OJWANG, L. O.; AWIKA, J. M. New Highly Stable Dimeric 3-Deoxyanthocyanidin Pigments from *Sorghum bicolor* Leaf Sheath. **Journal of Food Science**, [s. l.], v. 77, n. 5, p. 1–7, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2012.02668.x>

GOBBO-NETO, L.; LOPES, N. P. Online Identification of Chlorogenic Acids, Sesquiterpene Lactones, and Flavonoids in the Brazilian Arnica. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 56, n. 10, p. 1193–1204, 2008.

GUILBERT, S.; GONTARD, N. Agro-polymers for edible and biodegradable films. Review of agricultural polymeric materials, physical and mechanical characteristics. **Innovations in Food Packaging**, [s. l.], p. 263–276, 2005.

Available at: <https://doi.org/10.1016/B978-012311632-1/50048-6>

GUO, Y. *et al.* Rapid Analysis of Corni fructus Using Paper Spray-Mass Spectrometry. **Phytochemical Analysis**, [s. l.], v. 28, n. 4, p. 344–350, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1002/pca.2681>

ILYAS, R. A. *et al.* Effect of sugar palm nanofibrillated cellulose concentrations on morphological, mechanical and physical properties of biodegradable films based on agro-waste sugar palm (*Arenga pinnata* (Wurmb.) Merr) starch. **Journal of Materials Research and Technology**, [s. l.], v. 8, n. 5, p. 4819–4830, 2019. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.08.028>

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 1985.

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**, [s. l.], v. 28, n. 4, p. 629–640, 2017. Available at: <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20160211>

JU, A.; SONG, K. Bin. Active biodegradable films based on water soluble polysaccharides from white jelly mushroom (*Tremella fuciformis*) containing roasted peanut skin extract. **Lwt- Food Science and Technology**, [s. l.], v. 126, n. March, p. 109293, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109293>

KANG, J. *et al.* Identification and characterization of phenolic compounds in hydromethanolic extracts of sorghum wholegrains by LC-ESI-MSn. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 211, p. 215–226, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.05.052>

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**, [s. l.], v. 54, n. 5, p. 805–810, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1093/chromsci/bmw016>

LISKOVA, A. *et al.* Flavonoids in cancer metastasis. **Cancers**, [s. l.], v. 12, n. 6, p. 1–29, 2020. Available at: <https://doi.org/10.3390/cancers12061498>

LIU, X. *et al.* Development and properties of new kojic acid and chitosan composite biodegradable films for active packaging materials. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 144, p. 483–490, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.12.126>

LÓPEZ DE DICASTILLO, C. *et al.* Cross-linked methyl cellulose films with murta fruit extract for antioxidant and antimicrobial active food packaging. **Food**

Hydrocolloids, [s. l.], v. 60, p. 335–344, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.03.020>

LUPOI, J. S.; GJERSING, E.; DAVIS, M. F. Evaluating lignocellulosic biomass, its derivatives, and downstream products with Raman spectroscopy. **Frontiers in Bioengineering and Biotechnology**, [s. l.], v. 3, n. APR, p. 1–18, 2015. Available at: <https://doi.org/10.3389/fbioe.2015.00050>

MARTINS, J. T.; CERQUEIRA, M. A.; VICENTE, A. A. Influence of α -tocopherol on physicochemical properties of chitosan-based films. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 27, n. 1, p. 220–227, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.06.011>

MARTINS, Q. *et al.* Pereskia aculeata vibrational model by Raman characterization and DFT method. **International Journal for Innovation Education and Research**, [s. l.], v. 9, n. 1, p. 485–505, 2021. Available at: <https://doi.org/10.31686/ijer.vol9.iss1.2918>

MARTUCCI, J. F.; RUSECKAITE, R. A. Biodegradation of three-layer laminate films based on gelatin under indoor soil conditions. **Polymer Degradation and Stability**, [s. l.], v. 94, n. 8, p. 1307–1313, 2009. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2009.03.018>

MEDEIROS SILVA, V. D. *et al.* Biodegradable edible films of ripe banana peel and starch enriched with extract of Eriobotrya japonica leaves. **Food Bioscience**, [s. l.], v. 38, n. March, p. 100750, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2020.100750>

MIR, S. A. *et al.* Effect of plant extracts on the techno-functional properties of biodegradable packaging films. **Trends in Food Science and Technology**, [s. l.], v. 80, n. August, p. 141–154, 2018. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.08.004>

MONTALVO ANDIA, J., LARREA, A., SALCEDO, J., REYES, J., LOPEZ, L., & YOKOYAMA, L. Synthesis and characterization of chemically activated carbon from Passiflora ligularis, Inga feuillei and native plants of South America. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, [s. l.], v. 8, n. 4, p. 103892, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.103892>

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**, [s. l.], v. 8, n. 1, p. 1–10, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1186/s13065-014-0066-z>

NIU, X. *et al.* Preparation and Characterization of Biodegradable Compositated Films Based on Potato Starch/Glycerol/Gelatin. **Journal of Food Quality**, [s. l.], v. 2021, p. 1–11, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1155/2021/6633711>

NOSTRO, A. *et al.* In vitro activity of plant extracts against biofilm-producing food-related bacteria. **International Journal of Food Microbiology**, [s. l.], v. 238, p. 33–39, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2016.08.024>

NOURI, L.; MOHAMMADI NAFCHI, A. Antibacterial, mechanical, and barrier properties of sago starch film incorporated with betel leaves extract. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 66, p. 254–259, 2014. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2014.02.044>

OJAGH, S. M. *et al.* Development and evaluation of a novel biodegradable film made from chitosan and cinnamon essential oil with low affinity toward water. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 122, n. 1, p. 161–166, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.02.033>

OLIVEIRA, R. N. *et al.* FTIR analysis and quantification of phenols and flavonoids of five commercially available plants extracts used in wound healing. **Revista Materia**, [s. l.], v. 21, n. 3, p. 767–779, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1590/S1517-707620160003.0072>

OTIFY, A. *et al.* Function Mechanistic evidence of *Passiflora edulis* (Passifloraceae) anxiolytic activity in relation to its metabolite fingerprint as revealed via LC-MS and. **Food & Function**, [s. l.], v. 6, n. 12, p. 3807–3817, 2015. Available at: <https://doi.org/10.1039/c5fo00875a>

PELISSARI, F. M. *et al.* Comparative study on the properties of flour and starch films of plantain bananas (*Musa paradisiaca*). **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 30, n. 2, p. 681–690, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2012.08.007>

PIÑEROS-GUERRERO, N.; PIÑEROS-CASTRO, Y.; ORTEGA-TORO, R. Active biodegradable films based on thermoplastic starch and poly (ϵ -caprolactone): Technological application of antioxidant extracts from rice husk. **Revista Mexicana de Ingeniera Quimica**, [s. l.], v. 19, n. 3, p. 1095–1101, 2020. Available at: <https://doi.org/10.24275/rmiq/Poli898>

PIÑEROS-HERNANDEZ, D. *et al.* Edible cassava starch films carrying rosemary antioxidant extracts for potential use as active food packaging. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 63, p. 488–495, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.09.034>

RABELO, J. *et al.* Biodegradable films based on fruit puree: a brief review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, [s. l.], v. 0, n. 0, p. 1–8, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1080/10408398.2020.1772715>

REN, Q.; LONG, S. S. Chemical identification and quantification of HU-GU capsule by UHPLC–Q-TOF-MS and HPLC-DAD. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, [s. l.], v. 27, n. 5, p. 557–563, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.bjp.2017.06.002>

RIAZ, A. *et al.* Chitosan-based biodegradable active food packaging film

containing Chinese chive (*Allium tuberosum*) root extract for food application. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 150, p. 595–604, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.02.078>

RODRIGUES, A. A. M. *et al.* Properties and characterization of biodegradable films obtained from different starch sources. **Food Science and Technology**, [s. l.], v. 2061, p. 1–7, 2021. Available at: <https://doi.org/10.1590/fst.28520>

RUFINO, M. do S. M. *et al.* Bioactive compounds and antioxidant capacities of 18 non-traditional tropical fruits from Brazil. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 121, n. 4, p. 996–1002, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.01.037>

RUI GUO, SEN TIAN, XUJIAO LI, XUEJIAO WU, XIN LIU, DESHUN LI, YANFANG LIU, LIANZHONG AI, ZIBO SONG, Y. W. Pectic polysaccharides from purple passion fruit peel: A comprehensive study in macromolecular and conformational characterizations. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 229, n. October 2019, p. 1–10, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115406>

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**, [s. l.], v. 22, n. 3, p. 613–620, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1007/s10068-013-0122-9>

SGANZERLA, W. G. *et al.* Bioactive and biodegradable film packaging incorporated with acca sellowiana extracts: physicochemical and antioxidant characterization. **Chemical Engineering Transactions**, [s. l.], v. 75, n. January, p. 445–450, 2019. Available at: <https://doi.org/10.3303/CET1975075>

SHAR, Z. H. *et al.* Banana peel: an effective biosorbent for aflatoxins. **Food Additives and Contaminants - Part A Chemistry, Analysis, Control, Exposure and Risk Assessment**, [s. l.], v. 33, n. 5, p. 849–860, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1080/19440049.2016.1175155>

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**, [s. l.], v. 30, n. 5, p. 1034–1044, 2019. Available at: <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20190002>

SILVA, V. D. M. *et al.* Bioactive activities and chemical profile characterization using paper spray mass spectrometry of extracts of *Eriobotrya japonica* Lindl. leaves. **Rapid Communications in Mass Spectrometry**, [s. l.], v. 34, n. 19, p. e8883, 2020a. Available at: <https://doi.org/10.1002/rcm.8883>

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. **Quimica Nova**, [s. l.], v. 43, n. 5, p. 579–585, 2020b.

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**, [s. l.], v. 18, n. 2, p. 1672–1692, 2013. Available at: <https://doi.org/10.3390/molecules18021672>

SOUZA, A. H. *et al.* Influence of thermal processing on the characteristics and chemical profile of orapro- nobis by PS/MS paper spray. **Research, Society and Development**, [s. l.], v. 10, n. 2, p. e12110212119, 2021. Available at: <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i2.12119>

SOUZA, B. W. S. *et al.* Influence of electric fields on the structure of chitosan edible coatings. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 24, n. 4, p. 330–335, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.10.011>

SOUZA, L. F. *et al.* *Pereskia aculeata* muller (Cactaceae) leaves: Chemical composition and biological activities. **International Journal of Molecular Sciences**, [s. l.], v. 17, n. 9, p. 1–12, 2016. Available at: <https://doi.org/10.3390/ijms17091478>

SOUZA, V. G. L. *et al.* Physical properties of chitosan films incorporated with natural antioxidants. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], v. 107, n. April, p. 565–572, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.04.056>

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**, [s. l.], v. 41, n. April 2016, p. 1–8, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1111/jfpp.13218>

STOLL, L. *et al.* Microencapsulation of Anthocyanins with Different Wall Materials and Its Application in Active Biodegradable Films. **Food and Bioprocess Technology**, [s. l.], v. 9, n. 1, p. 172–181, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1007/s11947-015-1610-0>

TALARI, A. C. S., MARTINEZ, M. A. G., MOVASAGHI, Z., REHMAN, S., & REHMAN, I. U. Advances in Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy of Biological Tissues. [s. l.], v. 52, n. September, p. 456–506, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1080/05704928.2016.1230863>

TALÓN, E. *et al.* Antioxidant edible films based on chitosan and starch containing polyphenols from thyme extracts. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 157, p. 1153–1161, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.10.080>

TULAMANDI, S. *et al.* A biodegradable and edible packaging film based on papaya puree, gelatin, and defatted soy protein. **Food Packaging and Shelf Life**, [s. l.], v. 10, p. 60–71, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2016.10.007>

WANG, J. *et al.* Analysis of chemical constituents of melastoma dodecandrum lour. By UPLC-ESI-Q-Exactive Focus-MS/MS. **Molecules**, [s. l.], v. 22, n. 3, p. 1–20, 2017. Available at: <https://doi.org/10.3390/molecules22030476>

WANG, W. *et al.* Acoustic cavitation assisted extraction of pectin from waste grapefruit peels: A green two-stage approach and its general mechanism. **Food Research International**, [s. l.], v. 102, p. 101–110, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.09.087>

XIE, Y. *et al.* Active biodegradable films based on the whole potato peel incorporated with bacterial cellulose and curcumin. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 150, p. 480–491, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.01.291>

XIONG, S. *et al.* The effects of gender and multiple oral dosing on the pharmacokinetics and bioavailability of morroniside in beagle dogs: A pilot study. **Indian Journal of Pharmaceutical Sciences**, [s. l.], v. 79, n. 2, p. 303–306, 2017. Available at: <https://doi.org/10.4172/pharmaceutical-sciences.1000229>

ZHANG, L. *et al.* Recovery of dietary fiber and polyphenol from grape juice pomace and evaluation of their functional properties and polyphenol compositions. **Food and Function**, [s. l.], v. 8, n. 1, p. 341–351, 2017. Available at: <https://doi.org/10.1039/c6fo01423b>

ZHANG, W. *et al.* Phenolic composition from different loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) cultivars grown in China and their antioxidant properties. **Molecules**, [s. l.], v. 20, n. 1, p. 542–555, 2015. Available at: <https://doi.org/10.3390/molecules20010542>

ZHANG, W. W. *et al.* LC-DAD-ESI-MS-MS for characterization and quantitative analysis of diterpenoids from *coleus forskohlii*. **Chromatographia**, [s. l.], v. 70, n. 11–12, p. 1635–1643, 2009. Available at: <https://doi.org/10.1365/s10337-009-1370-y>