



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ORGÂNICA E INORGÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

ANA CAROLINA BARBOSA RIBEIRO

**FILMES ATIVOS DE PECTINA E COMPOSTOS FENÓLICOS DA CASCA DA
MANGA PARA APLICAÇÃO EM EMBALAGENS DE ALIMENTOS**

FORTALEZA

2022

ANA CAROLINA BARBOSA RIBEIRO

FILMES ATIVOS DE PECTINA E COMPOSTOS FENÓLICOS DA CASCA DA MANGA
PARA APLICAÇÃO EM EMBALAGENS DE ALIMENTOS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Doutora em Química. Área de concentração: Química.

Orientadora: Profa. Dra. Nágila Maria Pontes Silva Ricardo

Coorientadora: Dra. Henriette Monteiro Cordeiro de Azeredo

FORTALEZA

2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca Universitária

Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

- R367f Ribeiro, Ana Carolina Barbosa.
Filmes ativos de pectina e compostos fenólicos da casca da manga para aplicação em embalagens de alimentos / Ana Carolina Barbosa Ribeiro. – 2022.
98 f. : il. color.
- Tese (doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências, Programa de Pós-Graduação em Química, Fortaleza, 2022.
Orientação: Profa. Dra. Nágila Maria Pontes Silva Ricardo.
Coorientação: Profa. Dra. Henriette Monteiro Cordeiro de Azeredo.
1. Pectina da manga. 2. Extratos fenólicos. 3. Filmes ativos. I. Título.

CDD 540

ANA CAROLINA BARBOSA RIBEIRO

FILMES ATIVOS DE PECTINA E COMPOSTOS FENÓLICOS DA CASCA DA MANGA
PARA APLICAÇÃO EM EMBALAGENS DE ALIMENTOS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Doutora em Química.
Área de concentração: Química.

Aprovada em: 14/06/2022.

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Nágila Maria Pontes Silva Ricardo (Orientadora)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Dra. Henriette Monteiro Cordeiro de Azeredo (Coorientadora)
Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA)

Profa. Dra. Maria Elenir Nobre Pinho Ribeiro
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Profa. Dra. Nilce Viana Gramosa Pompeu de Sousa Brasil
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Dr. Men de Sá Moreira de Souza Filho
Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA)

Dra. Arcelina Pacheco Cunha
Universidade Federal do Ceará (UFC)

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar a Deus, pela minha vida, e por me permitir ultrapassar os obstáculos encontrados ao longo da realização deste trabalho.

Aos meus pais, Fátima Barbosa e André Luís, pelo apoio e amor ao longo de toda minha caminhada.

Aos meus familiares, especialmente meu irmão André, por todo o apoio, carinho e compreensão.

À Profa. Dra. Nágila Maria Pontes Silva Ricardo pela orientação, apoio e paciência.

À Dra. Henriette Monteiro Cordeiro de Azeredo, pela coorientação e pelos ensinamentos no andamento da pesquisa.

Aos professores da banca de Qualificação, pelas correções e ensinamentos que me permitiram apresentar um melhor desempenho na continuidade do trabalho.

À Dra. Arcelina Pacheco Cunha, pela amizade e apoio, que tantas horas dedicou comigo nos processos de pesquisa.

A todos os meus professores da Universidade Federal do Ceará, do curso de Pós-Graduação em Química, pela contribuição no meu aperfeiçoamento acadêmico.

Aos colegas e amigos da pós-graduação, em especial a Rayane Rodrigues, Vanessa Pereira, Raquel Freitas e Silvana Silveira de Farias.

Ao grupo do Laboratório de Polímeros e Inovação de Materiais, professores e colegas, onde eu passei todos esses anos da minha formação desde a iniciação científica.

À Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA), pelas análises realizadas e apoio à pesquisa.

À Profa. Dra. Larissa Moraes Ribeiro da Silva do departamento de Engenharia de Alimentos, pelas análises realizadas.

A todos que participaram, direta ou indiretamente do desenvolvimento deste trabalho de pesquisa, enriquecendo o meu processo de aprendizado.

À Célia, da Coordenação da Pós-Graduação em Química pelo pronto atendimento e serviços prestados.

Ao Departamento de Física da UFC, pelas análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo desenvolver filmes ativos de pectina e compostos fenólicos utilizando as cascas da manga, variedade Tommy Atkins, que são consideradas um resíduo agroindustrial no processamento da fruta. A matriz utilizada foi a pectina, isolada e caracterizada por Espectroscopia na Região do Infravermelho (FTIR), Análises Térmicas (TGA e DSC), Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio e Carbono (RMN ^1H e ^{13}C) e Cromatografia de Permeação em Gel (GPC). A pectina apresentou boa estabilidade térmica, rendimento satisfatório, alto grau de metoxilação e massa molar na ordem de 10^6 g mol^{-1} . Os extratos aquoso, etanólico e metanólico foram obtidos com rendimentos variando entre 17 e 33%. Os extratos apresentaram uma variedade de compostos fenólicos que foram identificados pela análise de UPLC-MS, e um alto teor de fenólicos totais quantificados pelo método de Folin-Ciocalteu. Os extratos foram avaliados quanto às suas atividades antioxidantes através dos testes de ABTS e DPPH e quanto às suas atividades antimicrobianas contra as bactérias *Escherichia coli*, *Salmonella enteritidis*, *Listeria monocytogenes* e *Staphylococcus aureus*. Os extratos etanólico e metanólico apresentaram maior atividade antioxidante e foram mais eficazes na inibição do crescimento de bactérias Gram-positivas e Gram-negativas. De modo geral, os filmes contendo extratos fenólicos caracterizados quanto à opacidade, Permeabilidade ao Vapor de Água (PVA), atividade antioxidante, propriedades mecânicas e térmicas, apresentaram resultados melhores do que os obtidos para o filme controle (sem a presença de fenólicos). Portanto, os filmes desenvolvidos neste trabalho apresentam-se como uma alternativa promissora para aplicação como embalagens e/ou revestimentos ativos de alimentos.

Palavras-chave: pectina da manga; extratos fenólicos; filmes ativos.

ABSTRACT

This work aimed to develop active films of pectin and phenolic compounds using mango peels, Tommy Atkins variety, which are considered an agro-industrial residue in the fruit processing. The matrix used was pectin, isolated and characterized by Infrared Spectroscopy (FTIR), Thermal Analysis (TGA and DSC), Hydrogen and Carbon Nuclear Magnetic Resonance (^1H and ^{13}C NMR) and Gel Permeation Chromatography (GPC). Pectin showed good thermal stability, satisfactory yield, high degree of methoxylation and molar mass in the order of 10^6 g mol $^{-1}$. The aqueous, ethanolic and methanolic extracts were obtained with yields varying between 17 and 33%. The extracts showed a variety of phenolic compounds that were identified by the UPLC-MS analysis, and a high content of total phenolics quantified by the Folin-Ciocalteu method. The extracts were evaluated for their antioxidant activities through ABTS and DPPH tests and for their antimicrobial activities against *Escherichia coli*, *Salmonella enteritidis*, *Listeria monocytogenes* and *Staphylococcus aureus* bacteria. The ethanolic and methanolic extracts showed higher antioxidant activity and were more effective in inhibiting the growth of Gram-positive and Gram-negative bacteria. In general, the films containing phenolic extracts characterized in terms of opacity, Water Vapor Permeability (WVP), antioxidant activity, mechanical and thermal properties, presented better results than those obtained for the control film (without the presence of phenolics). Therefore, the films developed in this work present themselves as a promising alternative for application as packaging and/or active coatings for food.

Keywords: mango pectin; phenolic extracts; active films.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	– Aspecto visual da manga da variedade Tommy Atkins	15
Figura 2	– Localização do polissacarídeo pectina na parede celular vegetal	18
Figura 3	– Modelo de estrutura proposto para a pectina	19
Figura 4	– Mecanismo de ação da atividade dos compostos fenólicos	22
Figura 5	– Alguns dos principais compostos fenólicos encontrados na manga	23
Figura 6	– Embalagens ativas de alimentos	25
Figura 7	– FTIR da pectina da manga	44
Figura 8	– Espectro de RMN ¹ H da pectina da manga	45
Figura 9	– Espectro de RMN ¹³ C da pectina da manga	47
Figura 10	– GPC da pectina da manga	47
Figura 11	– Curva de DSC da pectina da manga	49
Figura 12	– TGA/DTA da pectina da manga	50
Figura 13	– FTIR dos extratos aquoso, etanólico e metanólico	51
Figura 14	– Cromatograma dos três extratos aquoso (a), etanólico (b) e metanólico (c) de casca de manga obtidos por UPLC – QTOF– MS no modo negativo	55
Figura 15	– Compostos identificados nos extratos obtidos das cascas da manga	56
Figura 16	– Aspecto visual dos filmes desenvolvidos	67
Figura 17	– Micrografias da superfície dos filmes FCP (a), FPÉE (b), FPÉM (c) e FPÉA (d) com aumento de 2000x	70
Figura 18	– Espectro de ATR dos filmes	71
Figura 19	– Curvas de TGA e DTG dos filmes	72
Figura 20	– Gráfico do módulo de armazenamento (E') dos filmes	73
Figura 21	– Gráfico Tan δ dos filmes	74
Figura 22	– Gráfico do módulo de perda (E'') dos filmes	75

Figura 23 – Gráfico do Teor de Fenólicos Totais dos filmes	76
Figura 24 – Gráfico da inibição do radical DPPH (%) dos filmes	76

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Principais bandas observadas na pectina da manga.....	44
Tabela 2 – Principais etapas de degradação e perda de massa da pectina da manga.....	50
Tabela 3 – Rendimento, umidade e teor fenólico total.....	52
Tabela 4 – Compostos tentativamente identificados por UPLC-ESI-QTOF-MS nos extratos aquoso, etanólico e metanólico de casca de manga	58
Tabela 5 – Atividade antioxidante dos extratos fenólicos da casca da manga	59
Tabela 6 – Atividade antimicrobiana dos extratos fenólicos da casca da manga	61
Tabela 7 – Espessura e umidade dos filmes	63
Tabela 8 – Matéria insolúvel, Permeabilidade ao vapor de água e opacidade dos filmes .	64
Tabela 9 – Propriedades mecânicas dos filmes	68
Tabela 10 – Eventos da análise termogravimétrica dos filmes	73

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABTS	Ácido 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolina-6-sulfônico)
CIM	Concentração Inibitória Mínima
CBM	Concentração Bactericida Mínima
DMA	Análise Mecânica Dinâmica
DPPH	2,2-difenil-1-picril-hidrazil
D ₂ O	Água deuterada
DSC	Calorimetria Exploratória de Varredura
DTG	Derivada de Análise Termogravimétrica
FCP	Filme controle de pectina
FPEA	Filme de pectina com extrato aquoso
FPEE	Filme de pectina com extrato etanólico
FPEM	Filme de pectina com extrato metanólico
FTIR	Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho
GM	Grau de Metoxilação
GPC	Cromatografia de Permeação em Gel
MI	Matéria Insolúvel
Mn	Massa molar numérica média
Mw	Massa molar ponderal média
Mw/Mn	Índice de polidispersividade
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
PVA	Permeabilidade ao Vapor de Água
RMN ¹ H	Ressonância Magnética Nuclear de Próton
RMN ¹³ C	Ressonância Magnética Nuclear de Carbono
TFT	Teor de Fenólicos Totais
TGA	Análise Termogravimétrica

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1	Manga	15
2.2	Pectina	17
2.3	Compostos fenólicos	21
2.4	Embalagens de alimentos	24
2.4.1	<i>Embalagens ativas</i>	25
2.4.1.1	<i>Embalagens ativas com propriedades antimicrobianas</i>	26
2.4.1.2	<i>Embalagens ativas com propriedades antioxidantes</i>	27
2.4.1.3	<i>Embalagens de alimentos com matriz de pectina</i>	29
3	OBJETIVOS	31
3.1	Objetivo geral	31
3.2	Objetivos específicos	31
4	METODOLOGIA	32
4.1	Coleta e preparo das cascas da manga da variedade Tommy Atkins	32
4.2	Isolamento e caracterização da pectina da manga	32
4.2.1	<i>Isolamento da pectina</i>	32
4.2.2	<i>Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho (FTIR)</i>	33
4.2.3	<i>Ressonância Magnética Nuclear de 1H e 13C</i>	33
4.2.4	<i>Cromatografia de Permeação em Gel (GPC)</i>	34
4.2.5	<i>Análise termogravimétrica (TGA)</i>	34
4.2.6	<i>Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)</i>	34
4.3	Obtenção e caracterização dos extratos fenólicos da casca da manga da variedade Tommy Atkins	34
4.3.1	<i>Obtenção dos extratos por maceração</i>	34
4.3.2	<i>Umidade</i>	35
4.3.3	<i>Análise cromatográfica dos extratos pelo método de cromatografia de ultra performance acoplada a espectrometria de massas de alta resolução (UPLC-QTOF-MSE)</i>	35
4.3.4	<i>Determinação do Teor de Fenólicos Totais (TFT)</i>	36
4.3.5	<i>Atividade antioxidante</i>	36

4.3.5.1	<i>Método ABTS</i>	36
4.3.5.2	<i>Ensaio de inibição do radical DPPH</i>	37
4.3.6	<i>Atividade antimicrobiana</i>	37
4.3.6.1	<i>Concentração Inibitória e Bactericida Mínima</i>	37
4.4	Desenvolvimento e caracterização dos filmes de pectina e extratos fenólicos das cascas da manga	39
4.4.1	<i>Preparação das dispersões filmogênicas</i>	39
4.4.2	<i>Espessura e umidade</i>	39
4.4.3	<i>Matéria Insolúvel (MI)</i>	40
4.4.4	<i>Permeabilidade ao Vapor de Água (PVA)</i>	40
4.4.5	<i>Opacidade</i>	40
4.4.6	<i>Ensaio Mecânicos</i>	41
4.4.7	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	41
4.4.8	<i>Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) com Reflexão Total Atenuada (ATR)</i>	41
4.4.9	<i>Análise Termogravimétrica (TGA)</i>	41
4.4.10	<i>Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)</i>	42
4.4.11	<i>Determinação do Teor de Fenólicos Totais (TFT) dos filmes</i>	42
4.4.12	<i>Ensaio de inibição do radical DPPH</i>	42
4.5	Análise estatística	42
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	43
5.1	Caracterização da pectina da manga	43
5.1.1	<i>Rendimento</i>	43
5.1.2	<i>Espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR)</i>	43
5.1.3	<i>Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio e de Carbono (RMN 1H e 13C)</i>	45
5.1.4	<i>Cromatografia de Permeação em Gel (GPC)</i>	47
5.1.5	<i>Análises Térmicas (DSC e TGA)</i>	48
5.2	Caracterização dos extratos das cascas da manga	50
5.2.1	<i>Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho (FTIR)</i>	50
5.2.2	<i>Rendimento e umidade</i>	51
5.2.3	<i>Determinação do Teor de Fenólicos Totais</i>	52

5.2.4	<i>Identificação dos compostos fenólicos presentes na casca da manga da variedade Tommy Atkins</i>	54
5.2.5	<i>Atividade antioxidante</i>	59
5.2.5.1	<i>Método ABTS</i>	59
5.2.5.2	<i>Ensaio de inibição do radical DPPH</i>	60
5.2.6	<i>Atividade antimicrobiana</i>	61
5.3	Caracterização dos filmes de pectina e extratos fenólicos das cascas da manga	63
5.3.1	<i>Espessura e umidade</i>	63
5.3.2	<i>Matéria Insolúvel (MI)</i>	64
5.3.3	<i>Permeabilidade ao Vapor de Água (PVA)</i>	65
5.3.4	<i>Opacidade</i>	66
5.3.5	<i>Ensaio Mecânicos</i>	67
5.3.6	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	69
5.3.7	<i>Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) em Reflexão Total Atenuada (ATR)</i>	70
5.3.8	<i>Análise Termogravimétrica (TGA)</i>	72
5.3.9	<i>Análise Dinâmico Mecânica (DMA)</i>	73
5.3.10	<i>Teor de Fenólicos Totais e ensaio de inibição do radical DPPH dos filmes</i>	75
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS	78
7	PERSPECTIVAS PARA NOVOS TRABALHOS	79
	REFERÊNCIAS	80
	APÊNDICE A – ARTIGO PUBLICADO	97
	APÊNDICE B – PATENTE DEPOSITADA	98

1 INTRODUÇÃO

A manga, fruto da mangueira (*Mangifera indica* L.), pertencente à família Anacardiaceae, é uma das frutas mais comercializadas no mundo. É cultivada principalmente em regiões tropicais e subtropicais (ASIF et al., 2016; VASCONCELOS et al., 2019). No ano de 2019 a produção mundial de manga foi de 55,8 milhões de toneladas (SHAHBANDEH, 2021). O processamento da manga resulta em uma alta geração de resíduos (incluindo cascas e sementes, correspondendo a 35-60% do fruto). Além de criar um problema ao serem descartados com a geração de um grande volume de resíduos, esses subprodutos se apresentam como fontes potenciais para a obtenção de compostos químicos de interesse industrial. Dentre esses compostos, a pectina e os polifenóis são os produtos tecnologicamente mais promissores devido à sua abundância e facilidade de obtenção (MUGWAGWA; CHIMPHANGO, 2019).

O uso de plásticos provenientes de fontes não renováveis em embalagens de alimentos vem causando um sério problema ambiental com a geração de resíduos. Uma alternativa é a utilização de biopolímeros de fontes renováveis, abundantes e de baixo custo, na preparação de filmes biodegradáveis. Em alguns casos, esses materiais podem ser obtidos a partir do aproveitamento de resíduos agroindustriais agregando valor aos mesmos dentro de uma abordagem de biorrefinaria (BASHIR et al., 2018; KOC et al., 2020; RADUSIN et al., 2019). A biorrefinaria se baseia no uso de matérias-primas renováveis (incluindo resíduos alimentares) para obter produtos de alto valor agregado (ESPOSITO; ANTONIETTI, 2015; ESTEBAN; LADERO, 2018).

Dentre os materiais estudados como substitutos dos polímeros sintéticos para o desenvolvimento de filmes e revestimentos estão os polímeros naturais como celulose, quitosana, amido, alginato e pectina (CHEN et al., 2020b; SARICAOGLU; TURHAN, 2020). Polissacarídeos são capazes de formar filmes e revestimentos com boas propriedades de barreira contra o transporte de gases como oxigênio e dióxido de carbono e apresentam características importantes como baixa toxicidade, biodegradabilidade e biocompatibilidade (CAZÓN et al., 2017).

A pectina é um dos principais componentes da parede celular de vegetais. A estrutura desse polissacarídeo consiste em uma cadeia linear principal de ácido galacturônico tendo ao longo dessa cadeia ramificações de vários açúcares como arabinose, xilose, manose, dentre outros. De acordo com o grau de metoxilação apresentado, a pectina pode ser classificada como sendo de alta ou de baixa metoxilação (ZHANG; CAO; JIANG, 2022). Na indústria de

alimentos, a pectina é usada como agente de gelificação, estabilização ou espessamento em produtos alimentícios, como geléias, iogurtes, sucos de frutas e sorvetes. Devido ser um polímero biodegradável, de baixa toxicidade e biocompatível, apresentando propriedades químicas e físicas versáteis, vem sendo considerada uma matriz polimérica adequada para a elaboração de filmes comestíveis destinados a embalagens de alimentos (CUI; CHANG, 2014; LEI et al., 2019). Filmes de pectina, assim como os de outros polissacarídeos, fornecem uma boa barreira ao oxigênio (devido ao seu caráter hidrofílico), mas têm uma barreira relativamente fraca ao vapor de água (RODSAMRAN; SOTHORNVIT, 2019b).

Uma forma de melhorar a barreira ao vapor de água de filmes à base de pectina e, ao mesmo tempo, fornecer propriedades ativas (antioxidantes e/ou antimicrobianas) é a incorporação de extratos com compostos fenólicos. Estes compostos, produzidos através do metabolismo secundário de plantas em resposta a condições de estresse, têm sido estudados devido aos seus múltiplos efeitos biológicos relatados, como atividade anti-inflamatória, antimicrobiana e antioxidante (ALANÓN et al., 2019; DEY et al., 2016; LÓPEZ-COBO et al., 2017). Vários estudos têm demonstrado efeitos antioxidantes (MELO et al., 2019; RODSAMRAN; SOTHORNVIT, 2019b) e/ou antimicrobianos (LEI et al., 2019) conferidos por extratos fenólicos quando adicionados a filmes à base de polissacarídeos.

Os compostos fenólicos podem ser utilizados em embalagens ativas de alimentos para substituir alguns aditivos sintéticos, pois são biodegradáveis e não tóxicos (GÓMEZ-MALDONADO et al., 2020; JAMRÓZ et al., 2019; STAROSZCZYK et al., 2020). Compostos bioativos com propriedades antimicrobianas podem estender a estabilidade microbiológica dos alimentos, enquanto as propriedades antioxidantes podem resultar na diminuição das taxas de oxidação lipídica (HANANI; YEE; NOR-KHAIZURA, 2019).

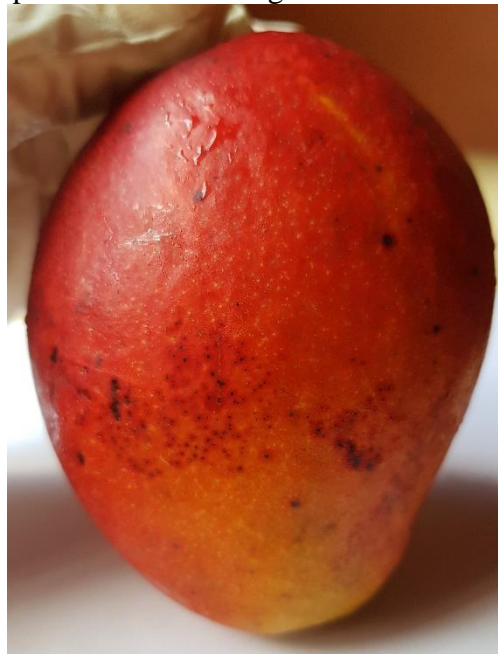
Assim, este trabalho tem como proposta a utilização das cascas da manga da variedade Tommy Atkins, um resíduo agroindustrial do processamento da fruta, como fonte para a obtenção de pectina e de extratos fenólicos e utilizá-los no desenvolvimento de filmes ativos, com propriedades antioxidante e/ou antimicrobiana, para aplicação como embalagens/revestimentos na área de alimentos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Manga

A manga (FIGURA 1) é o fruto da mangueira (*Mangifera Indica* L.), uma árvore pertencente à família Anacardaceae que possui mais de 70 gêneros e 1.000 variedades, sendo uma das mais importantes frutas tropicais amplamente consumida na forma fresca ou processada em todo o mundo. Devido ao seu sabor exótico, suculento e doce, a manga é amplamente utilizada pelos consumidores em todas as etapas da maturidade em todo o mundo. Datado em 4.000 anos atrás, acredita-se que o Sudeste Asiático seja a origem desta deliciosa fruta (ASIF et al., 2016).

Figura 1 - Aspecto visual da manga da variedade Tommy Atkins



Fonte: Elaborada pela autora.

É uma fruta climatérica cultivada em mais de 100 países nas regiões tropicais e subtropicais tendo como maiores produtores a Índia e a China. Ocupa a segunda posição como cultura tropical com uma produção global superior a 35 milhões de toneladas (ABDEL-ATY et al., 2018; GUAMÁN-BALCÁZAR et al., 2019). É uma fruta de alta perecibilidade e seus produtos de valor agregado, como polpa e néctar, são de alta importância comercial (BARRETO et al., 2008; DORTA et al., 2014; PAN et al., 2018a; SOGI; SIDDIQ; DOLAN, 2015; TORRES-LEÓN et al., 2017; WANG et al., 2016).

A produção mundial de manga foi de 55,8 milhões de toneladas em 2019, sendo a variedade Tommy Atkins a predominante (MELO et al., 2019; SHAHBANDEH, 2021). A Ásia é o principal produtor, com uma produção de 34,6 milhões de toneladas, contribuindo com cerca de 74,30% da produção global de manga seguida pela América (13,00%; 4 milhões de toneladas), África (11,00%; 3 milhões de toneladas) e Oceania (0,10%; 0,04 milhões de toneladas). Entre as milhares de variedades de manga produzidas em todo o mundo, as cultivares comerciais de maior interesse incluem 'Tommy Atkins', 'Haden', 'Ataulfo', 'Kent', 'Keitt' e 'Alphonso' (NTSOANE et al., 2019).

No Brasil, a mangicultura é uma das principais culturas economicamente importantes, especialmente para o Nordeste, que é um grande produtor e consumidor desta fruta. No cenário mundial, o Brasil ocupa o sétimo lugar na produção, com uma área plantada de 52.400 hectares. A variedade Tommy Atkins é a mais produzida, ocupando cerca de 80% da área cultivada (ABDEL-ATY et al., 2018; VASCONCELOS et al., 2019).

A casca e o caroço da manga contêm altas concentrações de importantes metabólitos secundários, como ácidos fenólicos, flavonoides e xantonas C-glicosídeos. As variedades de manga são ricas em vitaminas, açúcares, proteínas, fibras e apresentam um amplo espectro de compostos fenólicos em sua composição. Os benefícios significativos para a saúde obtidos das mangas comerciais, bem como os compostos presentes nos subprodutos da manga, como a casca, levam a possibilidade de estudar cultivares locais como fontes de compostos bioativos ou produtos nutracêuticos (ADILAH et al., 2018; MONRIBOT-VILLANUEVA et al., 2019).

Na indústria, devido à sua alta perecibilidade e sazonalidade, uma grande quantidade da manga é processada na forma de polpa, geleias, néctar e doces. Estima-se que após o processamento cerca de 30 a 50% (casca, caroço e bagaço) da fruta sejam descartados gerando um grande volume de resíduos (ARORA et al., 2018; GARCIA-MENDOZA et al., 2015; SÁNCHEZ-CAMARGO et al., 2019). Dentre os resíduos de 40 a 60% são referentes a casca da manga que possui em sua constituição compostos bioativos como carotenóides e polifenóis com excelentes propriedades antioxidantes e funcionais sendo uma fonte interessante para obtenção de materiais com alto valor comercial (AJILA; RAO, 2013; BANERJEE et al., 2018; CHEN et al., 2019a; GUANDALINI; RODRIGUES; MARCZAK, 2019; JAHURUL et al., 2015; KIM et al., 2010; TORRES-LEÓN et al., 2017). Das cascas da manga também podem ser obtidos biopolímeros como hemicelulose (8,1%), celulose (9,19%), lignina (4,25%) e pectina (10-21,2%) (BANERJEE et al., 2018; MUGWAGWA; CHIMPHANGO, 2019;

SIDDIQ; SOGI; DOLAN, 2013; TORRES-LEÓN et al., 2017). Esses subprodutos da manga, ricos em compostos bioativos, têm sido estudados como uma alternativa natural mais segura em relação aos bioativos sintéticos (DORTA et al., 2014).

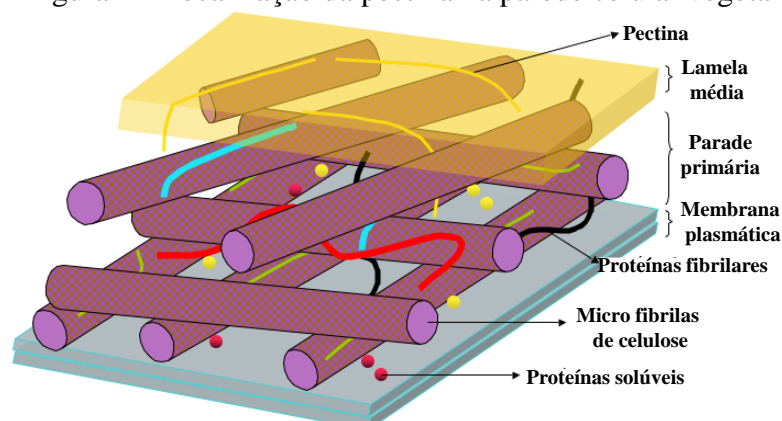
Na medicina tradicional, o uso de extratos de manga como fitoterápicos é generalizado (BARRETO et al., 2008). Os efeitos benéficos das mangas são atribuídos aos polifenóis presentes na polpa, na casca, nas folhas e no caule e têm demonstrado várias bioatividades, como antioxidante, antidiabético, antimicrobiano, imunomodulatório, antipirético, atividades anti-inflamatórias e analgésicas (KIM et al., 2010; LOBO et al., 2017; PAN et al., 2018). Estudos já mostraram que a composição fenólica qualitativa e quantitativa dos extratos analisados depende da variedade, do estágio de maturação e da parte da manga analisada (casca, polpa ou semente) (LÓPEZ-COBO, et al., 2017). A mangiferina um dos polifenóis mais importantes identificados na fruta é um antioxidante com forte atividade de inibição de radicais, tendo a capacidade de quelar metais, atua como modulador do sistema imunológico, agente hepatoprotetor e analgésico, antimicrobiano, anti-inflamatório e exibiu alto potencial para o tratamento de câncer e infecções virais (MONRIBOT-VILLANUEVA et al., 2019).

Outros fenólicos, como a quercetina e o ácido gálico, também presentes na manga, foram relatados com a exibição de efeitos anti-inflamatórios, anticarcinogênicos e de regulação de genes, além de outras propriedades biológicas (LOBO et al., 2017).

2.2 Pectina

A pectina é um heteropolissacarídeo sendo o componente mais abundante da parede celular de todas as plantas terrestres. Está presente na parede celular primária (FIGURA 2), principalmente na lamela média dos vegetais juntamente com a celulose e a hemicelulose (DRANCA; OROIAN, 2018; KOZIOŁ et al., 2017; ZHU et al., 2014). Esses polissacarídeos fornecem resistência e flexibilidade mecânica devido à sua interação com outros componentes da parede celular, formando uma rede tridimensional reticulada e hidratada. As estruturas finas das pectinas podem ser extremamente heterogêneas entre plantas, tecidos e até mesmo dentro de uma única célula (MARCON et al., 2005; NURDJANAH et al., 2013).

Figura 2 - Localização da pectina na parede celular vegetal



Fonte: <https://educavita.blogspot.com/2013/01/definicao-de-parede-celular.html>.

As propriedades funcionais das pectinas estão altamente relacionadas à sua estrutura, incluindo peso molecular, grau de metilação etc., e irão depender da fonte e do método de extração utilizado. A maioria das aplicações das pectinas resultam de sua capacidade de formação de gel (CUI; CHANG, 2014; HOSSEINI et al., 2019; NURDJANAH et al., 2013).

Os polissacarídeos pécnicos são polímeros complexos cuja estrutura ainda não foi completamente elucidada (CUI; CHANG, 2014; KARBOUNE; KHODAEI, 2016). Um modelo proposto (FIGURA 3) mostra as pectinas sendo compostas por dois polímeros principais: HG homogalacturonana (HG) e ramnogalacturonana-I (RG-I), que são covalentemente unidos. Entretanto, as seções rhamnogalacturonana-II (RG-II) e xilogalacturonana (XG) também são observadas em menor quantidade em sua estrutura (PENG et al., 2016; WANG et al., 2014).

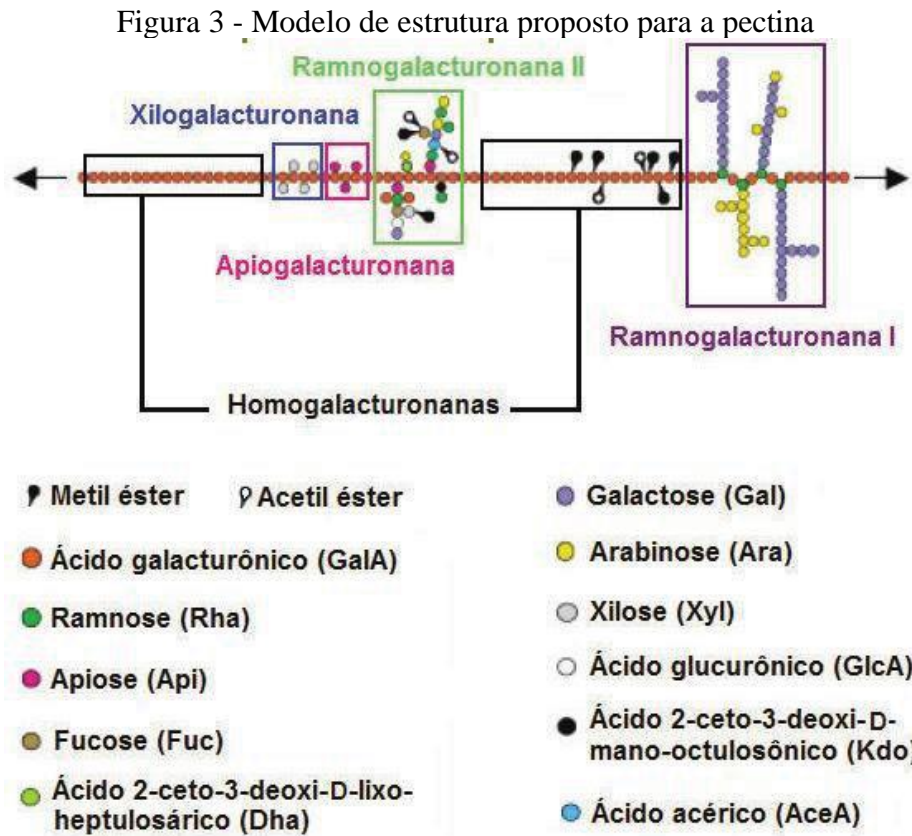
Homogalacturonana (HG) é o principal tipo de polímero pécnico, sendo responsável por 65% do total de pectina. É um homopolímero linear de unidades de ácido galacturônico covalentemente ligadas entre si nas posições O-1 e O-4, sendo parcialmente metil esterificado em C-6 e O-acetilado em O-2 ou O-3.

Ramnogalacturonana I (RG-I) possui uma cadeia lateral mais abundante, constituindo cerca de 20 a 35% da pectina. Possui estrutura mais complexa que o HG com até 100 unidades de repetições do ácido α - (1,4)-D-galacturônico- α - (1,2)-L-rhamnose. Uma grande quantidade do açúcar ramnose é substituído em O-4 por cadeias laterais neutras, especialmente arabinogalactose I e II, arabinose e galactose, entre as quais galactose e arabinose são mais abundantes (JINDAL et al., 2013; KAZEMI; KHODAIYAN; HOSSEINI, 2019).

Ramnogalacturonana II (RG-II) contém cerca de 10% de pectina e é um componente estruturalmente mais complexo. Embora esteja presente em menor quantidade desempenha um papel central na arquitetura da parede celular da planta com sua estrutura

conservada, independentemente da fonte (CUI; CHANG, 2014; FERREIRA-LAZARTE et al., 2018; NOREEN et al., 2017).

A xilogalacturonana (XG) é uma homogalacturonana substituída com xilose em C-3, com grau de substituição variável de acordo com a origem vegetal da pectina obtida (CANTERI et al., 2012).



Fonte: VRIESMANN (2012), adaptado de Willats, Knox e Mikkelsen (2006).

A propriedade de gelificação das pectinas, de grande importância para sua aplicação, depende de alguns fatores, como, pH do meio, temperatura, presença de íons, concentração de açúcares e grau de metoxilação. O grau de metoxilação (GM) é a razão entre os grupos carboxilas e carboxilatos presentes na estrutura da pectina. Esse é o principal parâmetro para a classificação da pectina, pois determina suas propriedades e o mecanismo de gelificação (GUO et al., 2015; HOSSEINI; KHODAIYAN; YARMAND, 2016; KIM et al., 2010b). O grau de metoxilação (GM) ou o número de grupos metoxila substituindo a fração de ácido carboxílico (COOH) nos resíduos de ácido galacturônico é frequentemente usado para classificar os diferentes tipos de pectina. De acordo com o grau de metoxilação apresentado, as

pectinas podem ser classificadas como sendo de alta metoxilação ($GM > 50\%$) e de baixa metoxilação ($GM < 50\%$) (HOSSEINI et al., 2019; SYNYTSYA; COPIKOVA; BRUS, 2003).

Pectinas com alto grau de metoxilação formam géis na faixa de pH entre 2,5 e 3,5 e necessitam de grandes quantidades de açúcares no meio (55–75%), formando géis por ligações de hidrogênio e interações hidrofóbicas que ocorrem entre os metil-ésteres. Já as pectinas de baixa metoxilação formam gel em valores de pH entre 3 e 4,5 e não necessitam de grande quantidade de açúcar, mas é imprescindível a presença no meio de íons bivalentes, como o cálcio (Ca^{+2}). O mecanismo proposto para a geleificação da pectina de baixa metoxilação baseia-se no modelo “caixa de ovo”, com formação de redes de gel através de ligações cruzadas iônicas com cátions divalentes, normalmente o Ca^{+2} (ESPITIA et al., 2014b; MUNARIN; TANZI; PETRINI, 2012; NOREEN et al., 2017; VERONOVSKI et al., 2014; YANG et al., 2013).

A casca de frutas cítricas, especialmente laranja e limão, e bagaço de maçã são as fontes mais utilizadas para extração de pectina na indústria. O bagaço de maçã contém cerca de 10 a 15% de pectina, enquanto as cascas dos cítricos contém quantidades 20 a 30% (EINHORN-STOLL, 2018; NOREEN et al., 2017; ZHANG et al., 2013). A extração de pectina é um processo físico-químico de múltiplos estágios, influenciado por diversas condições, como temperatura, pH, tempo, solventes e razão material/solvente (GRASSINO et al., 2016; KOUBALA et al., 2008).

Comercialmente a extração de pectina é feita através de tratamento com ácidos minerais, como ácido sulfúrico (H_2SO_4), ácido clorídrico (HCl) e ácido nítrico (HNO_3), variando o pH entre 1 e 3, por diferentes períodos e em altas temperaturas (70-90°C). A utilização desses ácidos inorgânicos juntamente com condições extremas, como altas temperaturas, podem levar a degradação do polissacarídeo (PANDIT; VIJAYANAND; KULKARNI, 2015; TABOADA et al., 2010). A obtenção da pectina pode ser realizada ainda, em meio aquoso (ácido, básico ou neutro) ou por ação enzimática (NAQASH et al., 2017; WANG et al., 2014). Alguns ácidos orgânicos, com propriedades quelantes são relatados como eficazes na extração de pectina em termos de rendimento e propriedades físico-químicas além de levar a uma menor degradação do polissacarídeo (KARBOUNE; KHODAEI, 2016). No trabalho de Koubala et al. (2008) a utilização de ácido oxálico juntamente com oxalato de amônio na extração de pectina de cascas de manga levou a um polissacarídeo de elevada massa molar e alto grau de metoxilação, em comparação com pectina extraída utilizando HCl ou água deionizada.

2.3 Compostos fenólicos

O hidroxianisol butilado (BHA), o hidroxitolueno butilado (BHT) e a hidroquinona terciária (TBHQ) são comumente usados em diferentes produtos alimentícios como fenólicos antioxidantes sintéticos, com riscos potenciais à saúde associados a esses compostos. Portanto, a busca pela obtenção e utilização de antioxidantes de fontes naturais, como os compostos fenólicos, a fim de substituir o uso de antioxidantes sintéticos, aumentou bastante nos últimos anos (DEY et al., 2016).

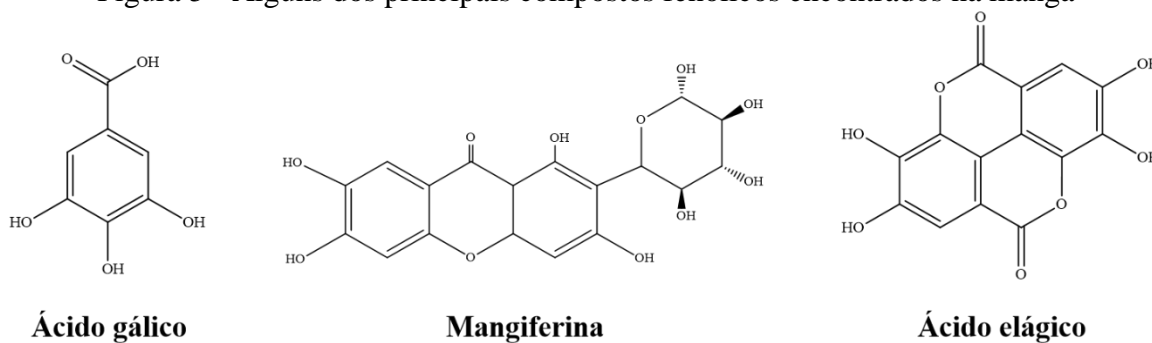
Os compostos fenólicos são encontrados em muitos alimentos vegetais, como sementes, frutas, folhas cereais legumes etc., e exibem uma ampla gama de propriedades funcionais, como atividades anti-inflamatórias, antidiabéticas, anticâncer, antimicrobianas e antivirais (ALBUQUERQUE et al., 2019; GUANDALINI; RODRIGUES; MARCZAK, 2019). São produzidos através do metabolismo secundário das plantas, em resposta às condições de estresse, sendo essenciais para o seu desenvolvimento. Eles desempenham um papel protetor e, por isso, são distribuídos principalmente nas camadas externas da fruta (LÓPEZ-COBO et al., 2017). Eles podem ser encontrados ligados a açúcares (glicosídeos) ou em sua estrutura básica (aglicona). A atividade biológica está relacionada às diferentes estruturas de cada grupo fenólico e aos diferentes padrões de glicosilação. Em geral, a porção aglicona está associada aos efeitos terapêuticos, enquanto a porção glicona (glicosídeo) tem a capacidade de aumentar a solubilidade em água, propriedades farmacocinéticas e farmacodinâmicas (SANTOS et al., 2021).

Os compostos fenólicos têm atraído o interesse de pesquisas por apresentarem forte ação antioxidante contra espécies reativas de oxigênio (RUMAINUM et al., 2018). A capacidade antioxidante desses compostos depende de sua estrutura, número de grupos hidroxila e sua distribuição na estrutura (PALAFOX-CARLOS et al., 2012). Os fenólicos compreendem pelo menos um anel aromático (C6) com pelo menos um grupo hidroxil e a atividade antioxidante dos grupos fenólicos ocorre devido o anel fenólico ser capaz de deslocalizar elétrons não emparelhados e doar íons H^+ dos grupos hidroxila aos radicais livres (FIGURA 4) (DEY et al., 2016). Tais compostos poderiam ser aplicados como bioativos naturais para prevenir doenças crônicas, como ingredientes antienvhecimento em produtos cosméticos ou como aditivos alimentares para substituir antioxidantes sintéticos tóxicos (FERNÁNDEZ-PONCE et al., 2015).

alimentos e além de alterar propriedades estruturais, os compostos fenólicos adicionam propriedades bioativas, como antioxidante e/ou antimicrobiana, a esses materiais. O uso de compostos fenólicos em embalagens de alimentos é interessante, pois além de preservar os alimentos quanto a oxidação e ataque de microrganismos promovem uma variedade de benefícios à saúde humana (FLÓREZ et al., 2022; OLSZEWSKA; GĘDAS; SIMÕES, 2020).

As cascas da manga, fruta utilizada para obtenção dos compostos fenólicos neste trabalho, possuem já relatado na literatura a identificação de diversos desses compostos em sua composição (BARRETO et al., 2008). Compostos como galotaninas, ácido gálico e seus derivados, mangiferina, flavonóides, catequina e ácidos fenólicos são apontados como os principais compostos bioativos presentes em subprodutos da manga (FIGURA 5) (MELO et al., 2019). A quantidade dos compostos bioativos é influenciada por vários fatores como variedade, condições agrônômicas, manipulação pós-colheita, condições de armazenamento e estágio de maturação (ALAÑÓN et al., 2019). Lobo et al. (2017) demonstrou que a manga da variedade Tommy Atkins é uma fonte rica em polifenóis e possui alta capacidade antioxidante. Esses compostos fenólicos também já apresentaram uma atividade antibacteriana contra muitos microrganismos (JAFARZADEH et al., 2020).

Figura 5 - Alguns dos principais compostos fenólicos encontrados na manga



Fonte: Elaborada pela autora.

No trabalho de Adilah, Jamilah e Hanani (2018) diferentes concentrações de um extrato fenólico, obtido de cascas de manga, foram incorporados em filmes a base de gelatina de peixe. Os filmes com o aditivo mostraram maior rigidez e menor flexibilidade, diminuição à permeabilidade ao vapor de água e excelente resultado no ensaio de inibição do radical DPPH demonstrando potencial para aplicação como um filme ativo com propriedade antioxidante.

2.4 Embalagens de alimentos

As embalagens são consideradas um fator indispensável na preservação da qualidade dos produtos alimentícios protegendo os alimentos dos perigos químicos, físicos e biológicos ao longo da cadeia alimentar. A embalagem é essencial para lidar com os diversos fatores (odores, choques, poeira, temperatura, luz, umidade) aos quais os alimentos são submetidos (FLÓREZ et al., 2022; SADEGHI; RAZAVI; SHAHRAMPOUR, 2022). Materiais de embalagem baseados em derivados de petróleo desempenham um papel significativo na indústria de alimentos e um crescimento acelerado foi observado nas últimas décadas devido às suas boas propriedades mecânicas, de barreira e baixo custo, resultando em sérias preocupações ambientais, pois esses materiais não são biodegradáveis gerando um grande volume de resíduos (DESHMUKH et al., 2022; MOALLA et al., 2021). Nos últimos anos, os consumidores tentando reduzir os impactos ambientais negativos associados às embalagens de alimentos convencionais tem buscado materiais de fontes biodegradáveis (BRITO et al., 2019; CAZÓN et al., 2017).

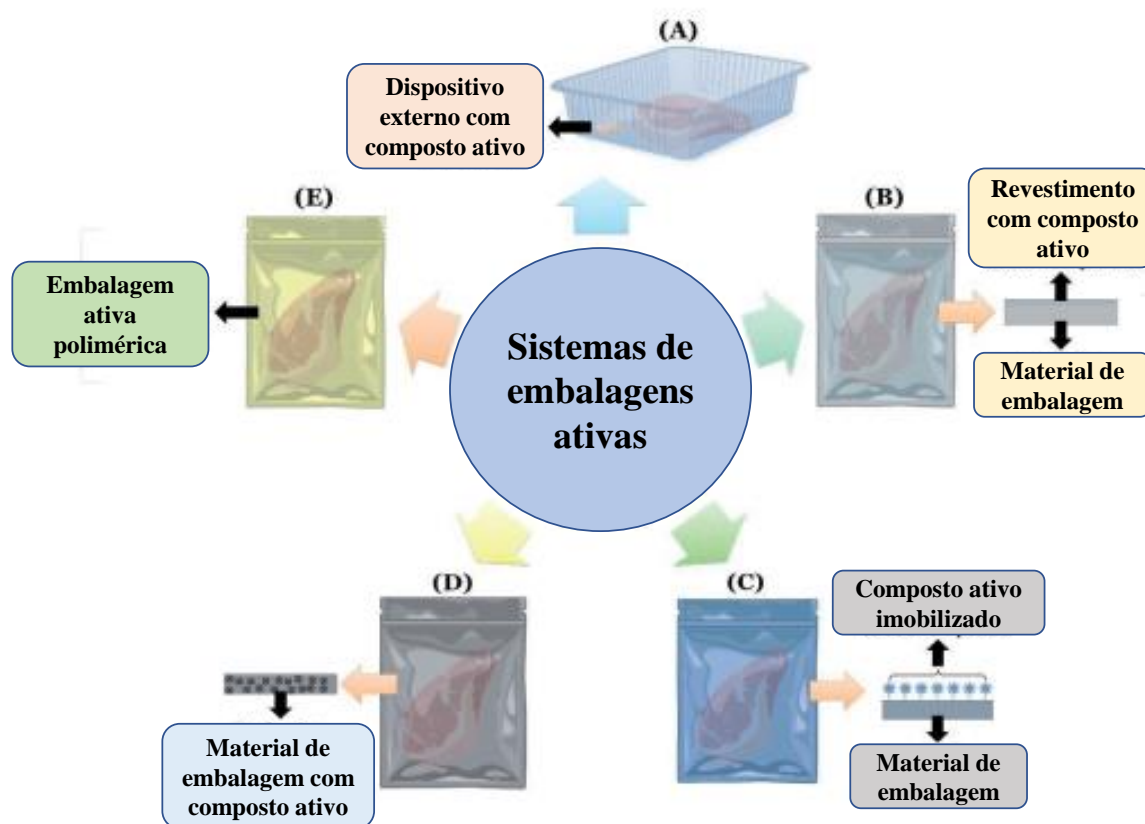
Os revestimentos ou filmes biodegradáveis formados por biopolímeros podem ser uma alternativa aos materiais sintéticos de embalagem em várias aplicações por apresentarem características como baixa toxicidade, biodegradabilidade e serem de fontes naturais renováveis abundantes na natureza. Em geral, esses materiais são baratos e muitos deles são considerados resíduos ou subprodutos. As aplicações de filmes à base de polissacarídeos em produtos alimentícios podem oferecer novas oportunidades para o desenvolvimento de novos sistemas de embalagem de alimentos reduzindo os problemas ambientais associados às embalagens de alimentos tradicionais (BASHIR et al., 2018; BERNHARDT et al., 2017; BRITO et al., 2019).

Polissacarídeos como quitosana, alginato, amido, gomas e pectina têm sido utilizados como matriz no desenvolvimento de filmes e revestimentos comestíveis que podem ser usados como material de embalagem na conservação de alimentos (BAJIC et al., 2019; FABRA et al., 2018; MENDES et al., 2019; MENZEL et al., 2019; MIRÓN-MÉRIDA et al., 2019). Um dos problemas da utilização em filmes desses materiais é devido serem bastante hidrofílicos, resultando em más propriedades de barreira ao vapor de água. Uma solução é a combinação de diferentes polímeros como matriz e/ou a incorporação de aditivos que melhorem essas propriedades (AZEREDO; WALDRON, 2016).

2.4.1 Embalagens ativas

As embalagens ativas são uma tecnologia promissora desempenhando um papel ativo na conservação de alimentos ajudando a prolongar a vida útil e/ou melhorando as propriedades sensoriais e de segurança tornando-os mais seguros para consumo (BELIZÓN et al., 2018). Além das propriedades de barreira e tração, que são importantes do ponto de vista da proteção passiva dos alimentos, algumas propriedades ativas (como antimicrobianas ou antioxidantes) também são interessantes para aumentar a estabilidade dos alimentos, sendo algumas vezes incorporadas em filmes e revestimentos comestíveis através de aditivos (FIGURA 6) (MELO et al., 2019). O desenvolvimento desses filmes e revestimentos tem sido extensivamente estudado nas últimas décadas (AZEREDO; WALDRON, 2016).

Figura 6 - Embalagens ativas de alimentos



Fonte: Adaptada de Vidal, et al. (2022).

Os sistemas de embalagens ativas devem implicar interação positiva entre a embalagem, os alimentos embalados e a atmosfera. Essa interação é alcançada graças à inclusão de aditivos com propriedades bioativas no material da embalagem. Além disso, embalagens

ativas utilizando aditivos de origens naturais são opções interessantes devido as preocupações com a saúde e as questões ambientais causadas pela utilização de substâncias não biodegradáveis (ADILAH et al., 2018; BELIZÓN et al., 2018).

Componentes naturais recuperados de resíduos e subprodutos podem ser fontes alternativas para a produção de embalagens de base biológica. Portanto, a utilização de cascas de manga, consideradas subprodutos do processamento industrial ou do consumo da própria fruta, como fonte de compostos bioativos, ajudará a reduzir o desperdício e agregará valor a essa matéria prima antes sem destinação (ADILAH et al., 2018; RAMBABU et al., 2019; STAROSZCZYK et al., 2020).

2.4.1.1 Embalagens ativas com propriedades antimicrobianas

No mercado de alimentos, a proliferação de patógenos geralmente ocorre nas embalagens e na superfície dos alimentos. As propriedades únicas da embalagem ativa são obtidas a partir da incorporação direta de compostos com propriedades específicas, por exemplo, compostos antimicrobianos. Esses compostos exercem a função de aditivos especiais e podem ser incorporados durante o processo de fabricação da embalagem (ZANETTI et al., 2018).

As embalagens antimicrobianas têm atraído muita atenção da indústria de alimentos devido ao aumento na demanda do consumidor por alimentos minimamente processados, seguros e livres de conservante sintéticos, com vida útil prolongada e qualidade controlada (SHARMA; JAFARI; SHARMA, 2020; WANG et al., 2020). A embalagem antimicrobiana compreende técnicas de embalagem, como embalagem em atmosfera modificada ou materiais de embalagem contendo agentes antimicrobianos, como antimicrobianos naturais, nanomateriais, etc (KUMAR; MUKHERJEE; DUTTA, 2020). Um dos objetivos mais significativos da embalagem antimicrobiana é a obtenção de embalagens de alimentos que possuam alta qualidade, segurança e longa vida útil, reduzindo, inibindo ou retardando o crescimento de microrganismos que podem estar presentes nos alimentos (KAUR et al., 2020; ZHONG et al., 2020).

Geralmente, os agentes antimicrobianos são classificados em duas classes: materiais orgânicos e inorgânicos. Os materiais orgânicos incluem fenóis, compostos halogenados, sais de amônio quaternário e biopolímeros naturais, como quitosana e quitina. Os materiais inorgânicos incluem metais, metais ligados a fosfatos e óxidos metálicos. Compostos

orgânicos como polissacarídeos, óleos essenciais, ácidos orgânicos e enzimas apresentam alta sensibilidade a condições intensas de processamento (como altas temperaturas e pressões) e têm sido usados como materiais de embalagem de alimentos antimicrobianos (ALMASI et al., 2021; SHARMA; JAFARI; SHARMA, 2020).

O desenvolvimento de uma embalagem antimicrobiana eficaz pode ser influenciado por diversos fatores, como materiais e propriedades intrínsecas dos filmes poliméricos, coeficientes de transferência de massa de substâncias ativas, condições de armazenamento e matriz alimentar preservada (WANG et al., 2020).

Vários compostos bioativos vegetais estão ganhando atenção como potenciais fontes naturais de conservantes de alimentos (YEMMIREDDY et al., 2020). Estudos relataram que extratos vegetais ricos em polifenóis são capazes de inibir o crescimento de bactérias e fungos, podendo ser utilizados na indústria de alimentos. O desenvolvimento recente com antimicrobianos naturais e sua incorporação em materiais de embalagem oferecem a vantagem de concentrar o antimicrobiano na superfície de um produto alimentício onde os microrganismos residem provocando a inibição destes, preservando melhor os atributos sensoriais e aumentando a segurança e a vida útil de um produto (ZANETTI et al., 2018). A ação antimicrobiana dos compostos fenólicos está relacionada ao número e posição dos grupos hidroxila do anel fenólico, pois já foi demonstrado que eles podem atuar como um trocador de prótons, reduzindo assim o gradiente através da membrana citoplasmática e, conseqüentemente, resultando no colapso da força motriz do próton e na depleção da reserva de ATP, levando à morte celular (ANDRADE; GONZÁLEZ-MARTÍNEZ; CHIRALT, 2022).

A natureza antimicrobiana das plantas tropicais fornece uma fonte de substâncias com propriedades antimicrobianas para serem empregadas em filmes ativos. Além disso, alguns subprodutos de plantas tropicais, como sementes, cascas, raízes, cascas, etc., podem ser usados como uma alternativa aos agentes antimicrobianos sintéticos (JAFARZADEH et al., 2020).

2.4.1.2 Embalagens ativas com propriedades antioxidantes

A rancificação dos lipídios é uma das principais reações de deterioração dos alimentos, levando ao surgimento de sabores e odores que frequentemente descaracterizam o produto em questão. Essa reação causa deterioração, perda de qualidade e redução do valor nutricional dos alimentos. Para evitar isso, a indústria de alimentos vem utilizando substâncias com propriedade antioxidante (CRUZ et al., 2019). As espécies reativas de oxigênio são muito

instáveis e reagem rapidamente com outras substâncias, incluindo DNA, lipídios e proteínas da membrana, resultando em distúrbios de saúde como diabetes mellitus, hipertensão, câncer, úlceras gástricas neurodegenerativas, úlceras gástricas e artrite com incidentes crescentes em todo o mundo. O consumo de alimentos ricos em antioxidantes tem sido positivamente relacionado à redução do risco de desenvolver essas doenças crônicas (DIBANDA et al., 2020).

Um antioxidante é um composto que protege um alvo biológico contra danos oxidativos. Seus compostos bioativos podem desempenhar funções como evitar a formação de espécies reativas como peróxidos ou H_2O_2 , desativar os radicais livres capturando radicais livres e reparar os danos. Os antioxidantes naturais presentes nos alimentos atraíram considerável interesse devido à sua segurança presumida e ao potencial valor nutricional e terapêutico (AJILA et al., 2010; GUAMÁN-BALCÁZAR et al., 2017).

A propriedade antioxidante de um composto pode ser determinada por suas principais características que são: (1) potenciais doadores de hidrogênio ou elétrons que são potenciais de redução; (2) destino do radical derivado antioxidante resultante (3) capacidade de estabilização e deslocalização de elétrons não emparelhados, (4) reatividade com outros compostos antioxidantes e (5) o potencial quelante do metal de transição (DEY et al., 2016b).

Duas classificações básicas são aplicadas aos antioxidantes: sintético e natural. Geralmente, os antioxidantes sintéticos são compostos fenólicos contendo vários graus de substitutos de alquil, enquanto os antioxidantes naturais podem ser compostos fenólicos como quinona e lactona. Antioxidantes sintéticos como o hidroxianisol butilado (BHA) e o hidroxitolueno butilado (BHT) são amplamente utilizados na indústria de alimentos devido à sua alta capacidade antioxidante e excelente desempenho no retardamento das reações de oxidação (ADILAH et al., 2018). Além das aplicações alimentares, a caracterização da propriedade antioxidante de moléculas e misturas também é de crescente interesse para sistemas biológicos (CRUZ et al., 2019).

Existem alguns problemas sérios quanto à segurança e toxicidade de antioxidantes sintéticos relacionados ao seu metabolismo e possível absorção e acúmulo nos órgãos e tecidos do corpo. Assim, a busca pela obtenção de antioxidantes naturais é desejável. Os compostos antioxidantes de fontes naturais são encontrados em inúmeros materiais vegetais, como oleaginosas, cereais, vegetais, frutas, folhas, cascas e raízes, especiarias e ervas. Muitos estudos mostraram que antioxidantes naturais, como flavonóides e outros fitoquímicos fenólicos, presentes nas plantas estão associados a um risco reduzido de doenças crônicas, possuem atividade anti-inflamatória, anticarcinogênio, fornecem proteção cardiovascular e previnem o

envelhecimento. Eles estão amplamente disponíveis na natureza e podem ser de diferentes classes químicas, como compostos fenólicos, carotenóides e vitaminas (ABDALLA et al., 2007; AJILA et al., 2007; KIM et al., 2010; PALAFOX-CARLOS; YAHIA; GONZÁLEZ-AGUILAR, 2012; TORRES-LEÓN et al., 2017).

Grandes quantidades de subprodutos e resíduos gerados por diferentes indústrias de processamento de frutas são tradicionalmente tratadas como contaminantes ambientais, mas nos últimos anos estão sendo reconhecidos como fonte para a obtenção de componentes valiosos, com significativa propriedades biológicas (GARCIA-MENDOZA et al., 2015). Os subprodutos da indústria de processamento de frutas, considerados resíduos, como caroço, sementes, bagaço e cascas, representam até 30% do peso total de algumas frutas. Já foi relatado que grande parte da atividade antioxidante total de frutas e legumes está relacionada ao seu conteúdo fenólico. Cascas de frutas têm sido usadas para desenvolver ingredientes de baixo custo com alto valor úteis na formulação de alimentos funcionais (DIBANDA et al., 2020).

Antioxidantes, como os ácidos fenólicos, são capazes de prevenir os efeitos nocivos do estresse oxidativo e agem como sequestradores de radicais livres ou agentes quelantes de metais. Eles são um grande grupo de compostos fenólicos pertencentes à família não flavonóide. Suas propriedades antioxidantes resultam da presença de um anel aromático, um grupo carboxila e um ou mais grupos hidroxila e / ou metoxila na molécula. São classificados como ácidos hidroxibenzóicos (por exemplo, ácido gálico, ácido vanílico, ácidos hidroxibenzóicos e seringais) ou derivados do ácido hidroxicinâmico (por exemplo, ácidos cafeico, clorogênico, ferúlico, p-cumarico e sinápico) e podem ocorrer em seus ácidos ou conjugados formúrios (ésteres). Eles são excelentes antioxidantes e são mais eficazes que as vitaminas C, E e carotenóides (AGATONOVIC-KUSTRIN; KUSTRIN; MORTON, 2018).

2.4.1.3 Embalagens de alimentos com matriz de pectina

A pectina é um dos polímeros mais versáteis sendo considerado como um biomaterial eficaz para a produção de filmes comestíveis devido à sua biocompatibilidade, biodegradabilidade e não toxicidade. Vários trabalhos propuseram a utilização da pectina como matriz na formulação de filmes comestíveis (ESPITIA et al., 2014a; ESPOSITO et al., 2016). A pectina tem o potencial de transportar substâncias funcionais, pois é adequada para a integração de compostos fitoquímicos para o desenvolvimento de filmes comestíveis ativos (NISAR et al., 2018).

Os filmes de pectina têm dureza e adesividade relativamente boas, com características mucoadesivas e bioadesivas, e atuam como uma boa barreira ao oxigênio. No entanto, apresentam algumas limitações, como rigidez e fragilidade, além de alta sensibilidade à água (BERMÚDEZ-ORIA et al., 2017). No entanto, os filmes à base de pectina pura apresentam algumas limitações, como desempenho mecânico inadequado ou baixo valor de PVA, restringindo seu uso em aplicações práticas de embalagem. A combinação da pectina com outros biopolímeros ou a adição de reforços e/ou compostos bioativos se constitui em uma alternativa para combater os problemas apresentados (LEI et al., 2019b).

Zhang, Cao e Jiang (2022) trabalhando com filmes de pectina de alta metoxilação e timol observaram que a reticulação com diferentes cátions aumentou a resistência à água desses filmes. O trabalho de (SUCHETA et al., 2019) mostrou que a incorporação de amido em um filme de pectina levou a uma melhora nas propriedades de resistência à tração, solubilidade em água, permeabilidade ao vapor de água e estabilidade térmica quando comparados ao filme contendo apenas com pectina como matriz.

Jridi et al. (2020) estudaram a combinação entre a gelatina de peixe e a pectina de casca de laranja para obtenção de filmes que apresentaram propriedades antioxidante e antibacteriana melhores, em relação ao filme à base apenas de gelatina. Basanta et al. (2018) desenvolveram filmes de pectina com fenólicos extraídos da cereja que apresentaram uma boa capacidade antioxidante podendo ser utilizados como embalagens na preservação de alimentos. Shivangi et al. (2021) utilizaram extrato bruto de folha de amoreira para o desenvolvimento de filmes comestíveis antioxidantes e antimicrobianos à base de pectina para embalagens de alimentos, concluíram que houve melhora nas atividades antioxidante e antimicrobiana e nas propriedades mecânicas dos filmes produzidos.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo geral

- Desenvolver filmes ativos utilizando a pectina e extratos fenólicos da casca da manga da variedade Tommy Atkins para a produção de embalagens/revestimentos de alimentos com propriedades antioxidante e/ou antimicrobiana.

3.2 Objetivos específicos

- Isolar e caracterizar a pectina da casca da manga (*Mangifera indica* L.) por FTIR, RMN ¹H, RMN ¹³C, GPC, TGA e DSC;
- Obter e caracterizar os extratos aquoso, etanólico e metanólico da casca da manga quanto aos Teores de Fenólicos Totais (TFT) e identificar os compostos presentes nos três extratos por UPLC-QTOF;
- Avaliar a capacidade antioxidante dos três extratos através dos métodos ABTS (ácido 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolina-6-sulfônico)) e DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazil);
- Avaliar a atividade antimicrobiana dos três extratos através dos ensaios frente à microrganismos Gram-positivos e Gram-negativos;
- Desenvolver e caracterizar filmes de pectina e extratos fenólicos quanto as suas propriedades mecânicas, ópticas, de barreira e suas capacidades antioxidantes.

4 METODOLOGIA

4.1 Coleta e preparo das cascas da manga da variedade Tommy Atkins

Mangas da variedade Tommy Atkins foram adquiridos na Central de Abastecimento S/A de Fortaleza – CEASA-CE. Sua utilização foi registrada no Sistema Nacional de Gestão do Patrimônio Genético e Conhecimentos Tradicionais Associados (SisGen) com o número de registro A53C3CE. Os frutos foram higienizados e despoldados no Laboratório Multiusuário de Química de Produtos Naturais (LMQPN - EMBRAPA). As cascas foram secas em estufa de circulação de ar a 65 °C por 66 horas, em seguida foram moídas em um moinho de facas tipo Willey, modelo BT 602 (Fortinox, Brasil) e armazenadas em uma sala com temperatura ambiente.

4.2 Isolamento e caracterização da pectina da manga

4.2.1 Isolamento da pectina

O procedimento de isolamento da pectina foi realizado de acordo com a metodologia de Koubala et al. (2008) com modificações. Primeiramente, preparou-se uma solução de oxalato de amônio 0,25% tendo seu pH ajustado para 4,6 com solução de ácido oxálico. Em um béquer, colocou-se as cascas da manga, juntamente com a solução de extração, preparada anteriormente, na proporção de 1:40 (m/v). Deixou-se o sistema a 80 °C por duas horas sob agitação de 800 rpm. Em seguida, o material foi filtrado a vácuo e ajustou-se o pH do filtrado para 7,0 utilizando uma solução de NaOH 0,1 M. O material filtrado foi concentrado por rotaevaporação a 1/5 do volume inicial, utilizando uma temperatura de 60 °C e 4 rpm de rotação. À solução concentrada foi adicionado etanol PA 97% em uma proporção de 3:1(v/v) para a precipitação da pectina. O material foi deixado sob refrigeração (10°C) por 24 horas e, então, centrifugado a (6237 G) por 10 minutos (Hettich Universal 320, Tuttlingen, Alemanha). Para purificação da pectina a mesma foi solubilizada em água deionizada, precipitada novamente com etanol PA 97% na proporção de 3:1(v/v) e, em seguida, solubilizada em água deionizada. A solução de pectina foi submetida à diálise permanecendo por 72 horas com trocas de água três vezes por dia e, em seguida, liofilizada. O procedimento foi realizado em triplicata para calcular o rendimento de pectina com base no peso seco da casca de manga.

4.2.2 Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho (FTIR)

Para obter o espectro da pectina da manga, a amostra foi macerada em um almofariz de ágata e prensada em pastilha de KBr sob pressão de 8 toneladas para composição da pastilha. Após a prensagem o espectro foi registrado no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} em uma resolução de 4 cm^{-1} . A análise foi realizada em um equipamento Perkin Elmer, Modelo 16 PC.

4.2.3 Ressonância Magnética Nuclear de ^1H e ^{13}C

Os espectros de ressonância magnética nuclear da pectina da manga foram obtidos em um equipamento Agilent DD2 de 600 MHz (para núcleo de ^1H) e equipado com uma sonda One Probe de 5 mm de diâmetro interno (H-F/15N-31P) de detecção inversa e gradiente de campo no eixo “z”. A amostra foi preparada dissolvendo-se 10 mg de pectina da manga purificada em 500 μL de água deuterada com 1% de 2,2,3,3-d $_4$ -(3-trimetilsilil)-propionato de sódio (TSP) para calibração espectral. O espectro de RMN de ^1H foi obtido na temperatura de 80 °C, utilizando 32 transientes, 32 k de pontos no domínio do tempo, janela espectral de 16 ppm e tempo de relaxação de 3,328 s. O espectro de RMN de ^{13}C foi obtido com 13 k transientes, 32 k de pontos, janela espectral de 251 ppm e intervalo de 1 s entre cada aquisição.

O grau de metoxilação (GM) da pectina foi determinado por RMN ^1H , através da razão entre o valor da integral de H5 adjacente aos ésteres (H5COO_{ME}) e a integral de H5 adjacente aos carboxilatos (H5COO_{-}). No entanto, só é possível determinar o valor dos ácidos esterificados totais somando as integrais de H1 e H5COO_{ME} , devido à proximidade e sobreposição desses dois sinais (ROSENBOHM et al., 2003). Assim, o GM da pectina foi obtido a partir da seguinte equação:

$$\text{GM}(\%) = \frac{(\text{H5COO}_{\text{ME}} + \text{H1}) - (\text{H5COO}_{-})}{(\text{H5COO}_{\text{ME}} + \text{H1}) + (\text{H5COO}_{-})} \times 100\% \quad (1)$$

Onde ($\text{H5COO}_{\text{ME}} + \text{H1}$) representa a somas das integrais dos sinais das unidades de ácido galacturônico esterificados e H5COO_{-} representa as integrais dos sinais H5 das unidades de ácido galacturônico livres.

4.2.4 Cromatografia de Permeação em Gel (GPC)

A massa molecular média da pectina da manga foi determinada em um cromatógrafo Shimadzu LC-10AD com detector de índice de refração RID-10A e temperatura do forno a 40 °C. A pectina da manga (1 mg) foi solubilizada em 2,0 mL de água deionizada e, em seguida, filtrada através de uma membrana de acetato de celulose de 0,22 µm. Para a análise, foi utilizada uma coluna Ultrahidrogel linear (7,8 mm x 300 mm), fase móvel de NaNO₃ 0,1 mol L⁻¹ à temperatura ambiente com fluxo de 0,5 mL min⁻¹ e volume de amostra injetada de 20 µL. A curva de calibração foi construída utilizando padrões de poliestireno (Allcrom) com massas moleculares na faixa de grandeza de 10² a 10⁶ Da.

4.2.5 Análise termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica da pectina da manga foi realizada no Laboratório de Tecnologia da Biomassa (LTB) da Embrapa Agroindústria Tropical de Fortaleza no equipamento Perkin Elmer modelo STA 6000 (Perkin Elmer, EUA). Foram utilizados aproximadamente 10 mg da amostra, num intervalo de temperatura de 25 a 800 °C, taxa de aquecimento de 10 °C min⁻¹ e atmosfera dinâmica de nitrogênio na vazão de 50 mL min⁻¹.

4.2.6 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A análise de DSC da pectina da manga foi realizada em um equipamento modelo Q20 V24.9 Build 121 (TA Instruments, EUA), pertencente ao Laboratório de Tecnologia da Biomassa (LTB), na Embrapa Agroindústria Tropical de Fortaleza. Foi utilizada uma massa de 5 mg de amostra, a faixa de temperatura foi de 0 a 400 °C, taxa de aquecimento de 10 °C min⁻¹ e um fluxo de nitrogênio de 30 mL min⁻¹.

4.3 Obtenção e caracterização dos extratos fenólicos da casca da manga variedade Tommy Atkins

4.3.1 Obtenção dos extratos por maceração

O método de extração utilizado neste trabalho foi o de maceração de acordo com Adilah et al. (2018) com algumas modificações. As cascas da manga trituradas foram suspensas em cada um dos solventes utilizados (água, etanol e metanol) na proporção 1:10 (m:v) durante 72 h, sob agitação constante de 500 rpm, sendo o material mantido no escuro. Após o período de extração os materiais foram filtrados à vácuo, concentrados por rotaevaporação a 40 °C para 1/5 do volume inicial e liofilizados.

4.3.2 Umidade

Cadinhos de porcelana foram secos em estufa a 105 °C por 1 h, resfriados em dessecador e, em seguida, pesados. 1 g de cada extrato (aquoso, etanólico ou metanólico) foi pesado. O material (cadinho + extrato) foi levado a uma estufa pré-aquecida a 105 °C, onde permaneceu inicialmente por 2 h. Após resfriamento em dessecador, o material (cadinho + extrato) foi pesado. Esse processo de aquecimento em estufa, resfriamento e pesagem dos materiais foi repetido a cada 1 hora, até atingir peso constante. A análise foi realizada em triplicata e o teor de umidade foi calculado como:

$$\text{Umidade (\%)} = m_f/m_i \times 100 \quad (2)$$

Onde m_i é a massa inicial do extrato e m_f é a massa final do extrato após a secagem.

4.3.3 Análise cromatográfica dos extratos pelo método de cromatografia de ultra performance acoplada a espectrometria de massas de alta resolução (UPLC-QTOF-MSE)

Para a identificação dos compostos bioativos dos três extratos foi realizado um pré-tratamento para retirada dos açúcares, utilizando soluções alcoólicas, através de uma extração em fase sólida. 100 mg de cada extrato foram pesados e adicionou-se 250 µL de uma solução metanol e água 20/80 (v/v). Foi utilizado um cartucho de SPE C18 de 1 g que foi primeiramente acondicionado com 3 mL de metanol e, em seguida, 3 mL de água. Adicionou-se a solução de cada extrato (aquoso, etanólico ou metanólico) ao cartucho. Foram eluídos 4 mL de água para remoção dos açúcares sendo descartados. Em seguida adicionou-se 4 mL de uma solução metanol e água 90/10 (v/v) para obtenção dos compostos de interesse retidos no cartucho. O líquido obtido foi rotaevaporado e liofilizado. 2 mg de cada amostra foram dissolvidos em 1

mL de metanol 70% grau HPLC e filtradas em filtro Millipore de membranas PTFE com poro de 0,22 μm . A análise foi realizada em um sistema Acquity UPLC (Waters), acoplado a um sistema de Quadrupolo/Tempo de Voo (QToF, Waters). As corridas cromatográficas foram realizadas em uma coluna Waters Acquity UPLC BEH (150 x 2,1 mm, 1,7 μm), temperatura fixa de 40 °C, fases móveis água com 0,1% de ácido fórmico (A) e acetonitrila com 0,1% de ácido fórmico (B), gradiente variando de 2% a 95% B (15 min), fluxo de 0,4 mL min⁻¹ e volume de injeção de 5 μL . As condições do equipamento foram: o modo ESI⁻ e ESI⁺ na faixa de 110-1180 Da; temperatura da fonte fixa a 120 °C; temperatura do gás de dessolvatação 350 °C; vazão do gás de dessolvatação de 500 L h⁻¹; tensão do cone de extração de 0,5 V; tensão capilar de 2,6 kV (ESI⁻) e 3,2 kV (ESI⁺). A Leucina encefalina foi utilizada como *lock mass*. O modo de aquisição foi MSE. O instrumento foi controlado pelo software Masslynx 4.1 (Waters Corporation). A análise foi realizada no Laboratório Multiusuário de Química de Produtos Naturais da Embrapa Agroindústria Tropical.

4.3.4 Determinação do Teor de Fenólicos Totais (TFT)

O teor de fenólicos totais dos extratos foi determinado pelo método de Folin-Ciocalteu (SINGLETON; ROSSI, 1965) com modificações. Soluções de cada extrato foram preparadas em água na concentração de 1mg mL⁻¹. Uma alíquota de 1 mL foi retirada para a análise. Em seguida, em tubos de ensaio, foram adicionados 1 mL do reagente Folin-Ciocalteu, previamente diluído em água deionizada na proporção de 1:3 (v/v), 2 mL de solução saturada de Na₂CO₃ e 2 mL de água destilada. Os tubos de ensaio foram agitados em Vortex para homogeneização e deixados em repouso fora do alcance da luz por 30 minutos. Foi preparado um branco no qual a alíquota de cada extrato foi substituída por água destilada. A leitura foi realizada em espectrofotômetro UV-1800 (Shimadzu) a 700 nm. Uma curva padrão de ácido gálico foi preparada nas concentrações de 10-50 $\mu\text{g mL}^{-1}$. A análise foi realizada em triplicata e os resultados foram expressos em mg de equivalente de ácido gálico/100 g de extrato (mg EAG 100 g⁻¹).

4.3.5 Atividade antioxidante

4.3.5.1 Método ABTS

O ensaio do método ABTS foi realizado de acordo com Zhu et al. (2011). A solução radical de ABTS foi preparada a partir de uma reação de 5 mL de solução de 7mM ABTS e 88 mL de uma solução de 140mM de persulfato de potássio ($K_2S_2O_8$). Após armazenar a mistura no escuro por 16 h, 3 mL de solução ABTS foram adicionados a 30 μ L de solução de cada extrato em diferentes concentrações. Após 6 minutos, as amostras foram lidas em um espectrofotômetro (Genesys™ 6, Thermo Scientific, EUA) em 734 nm. Uma curva padrão de Trolox (100 - $2.000 \mu\text{g mL}^{-1}$) foi preparada e os resultados foram expressos como μmol de Trolox /g de extrato.

4.3.5.2 Ensaio de inibição do radical DPPH

O método utilizado foi de acordo com Nunes et al. (2018). Uma amostra de 15 mg de cada extrato foi dissolvida em 1,5 mL de metanol e, a partir desta solução, foram preparadas diluições de 5.000 - 5 mg L^{-1} . Uma solução $6,5 \times 10^{-5} \text{ M}$ de 1,1-difenil-2-picril-hidrazil (DPPH) foi preparada e ajustada para leitura de absorvância entre 600-700 nm em um espectrofotômetro (Genesys™ 6, Thermo Scientific, EUA). 0,1 mL de cada diluição dos extratos e 3,9 mL da solução de DPPH foram misturados no escuro à temperatura ambiente. Após 1 hora, a absorvância foi medida a 515 nm. A taxa de inibição de DPPH foi calculada a partir da equação abaixo:

$$\text{Inibição de DPPH (\%)} = (A_{\text{DPPH}} - A_{\text{amostra}} / A_{\text{DPPH}}) \times 100 \quad (3)$$

Onde A_{DPPH} é a absorvância encontrada para a solução de metanol com DPPH e A_{amostra} é a absorvância encontrada para cada concentração de extrato (250; 125; 25; 12,5; 2,5; 1,25; 0,25; 0,125 ppm). O teste foi realizado em triplicata para cada concentração e a concentração efetiva que inibe 50% do radical DPPH (IC_{50}) foi então calculada para cada extrato.

4.3.6 Atividade antimicrobiana

4.3.6.1 Concentração Inibitória e Bactericida Mínima

Culturas bacterianas: *Escherichia coli* ATCC-25922, *Salmonella enteritidis* IAL-1132, *Listeria monocytogenes* ATCC-19115 e *Staphylococcus aureus* ATCC-27664 foram

obtidas do Laboratório de Microbiologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará (Fortaleza, BR). As bactérias foram ativadas em caldo TSB (Becton, Dickinson e Co., Sparks, MD), por duas transferências consecutivas idênticas e incubados a 24 h de forma aeróbica a 35 °C. As culturas bacterianas foram mantidas em TSA inclinados armazenados a 4 °C.

As curvas de crescimento foram realizadas primeiro a 35 °C em cada estirpe para correlacionar contagens de placas com valores de densidade óptica a 630 nm (OD₆₃₀) em um leitor de absorvância de microplaca ELx808 (BioTek). A concentração mínima de inibição foi determinada pela técnica de diluição de microplacas (96 poços) de acordo com a metodologia descrita por Brandt et al. (2010). Os poços de microplacas foram preenchidos com 100 µL de meio de caldo TSB contendo o microrganismo (MHB-Micro Med) com um inóculo inicial de aproximadamente 5,0 log₁₀ CFU mL⁻¹ em cada poço de amostra (os inóculos iniciais foram enumerados por colocação em camada em TSA e incubados durante 24 h a 35 °C), sendo em seguida, adicionado 100 µL de soluções de extrato a diluição foi realizada, com concentrações variando entre 2,5 e 50 mg mL⁻¹.

Os controles negativos foram preparados com soluções de amostras e caldo esterilizado 2 vezes referentes as leituras OD₆₃₀ de linha de base. Também foram preparados controles positivos contendo inóculo e água destilada estéril. Alíquotas de 100 µL de todas as soluções antimicrobianas e/ou solventes foram espalhadas em meios de cultura em placas (TSA) para garantir a esterilidade. As microplacas foram incubadas (24 h a 35 °C) e as leituras de OD₆₃₀ foram tomadas no tempo 0 h e 24 h de incubação, a fim de observar o crescimento e a inibição bacteriana. Os poços de teste antimicrobianos que apresentaram variação $\leq 0,05$ na OD₆₃₀ após 24 h foram considerados inibidos pelo antimicrobiano (após ajustes de linha de base adequados) para esse período. A CIM (concentração inibitória mínima) foi determinada pela menor concentração de antimicrobianos que inibiu o crescimento de todas as repetições do teste (BRANDT et al., 2010).

Todos os poços que mostraram inibição do microrganismo após 24 h foram então testados quanto à capacidade bactericida, sendo espalhado (*spread plate*) 100 µL de cada poço que apresentou inibição em placas de TSA, submetendo as placas a incubação durante 24 h a 35 °C. A ausência de colônias nas superfícies da placa após a incubação determinou a concentração do tratamento que foi considerada bactericida. A menor concentração de amostras demonstrando atividade bactericida em todas as repetições foi considerada a CBM (concentração bactericida mínima).

4.4 Desenvolvimento e caracterização dos filmes de pectina e extratos fenólicos das cascas da manga

4.4.1 Preparação das dispersões filmogênicas

Os filmes foram preparados dissolvendo inicialmente 10,0 g de pectina da casca da manga em 200 mL de água destilada (previamente aquecida a 40 °C), sob agitação a 400 rpm por 2 h. Após a solubilização completa do polissacarídeo, com a temperatura permanecendo a 40°C, foram adicionados glicerol como plastificante (25% sobre a massa da matriz polimérica) e o extrato fenólico (aquoso, etanólico ou metanólico) a 20% (em relação a massa da matriz polimérica). As dispersões foram homogeneizadas em UltraTurrax T25 (Ika, Alemanha) por 15 min a 8000 rpm e submetidas ao processo de degaseificação, utilizando bomba de vácuo (modelo MA 057/1, Marconi) para eliminação de bolhas de ar. Os filmes foram produzidos por *casting*, onde as dispersões filmogênicas foram vertidas em placas de vidro, previamente revestidas com filme de poliéster Mylar® para facilitar a retirada do filme após a secagem e niveladas para uma espessura inicial de 1,5 mm. A secagem dos filmes foi realizada em ambiente com temperatura controlada a 25 °C e umidade relativa (UR) de 50% por um período de aproximadamente 48 h. Os filmes foram então removidos das placas, cortados em amostras de teste e condicionados por 48 h sob condições controladas (23 ± 1 °C, $50 \pm 3\%$ UR) antes das análises. Os filmes foram denominados como FCP – Filme controle de pectina; FPEA – Filme de pectina com extrato aquoso; FPPEE – Filme de pectina com extrato etanólico; FPPEM – Filme de pectina com extrato metanólico.

4.4.2 Espessura e umidade

As espessuras dos filmes foram determinadas através da média de 8 medições realizadas em diferentes pontos de cada filme através de um micrômetro digital AKROM, KR1250 (margem de erro do equipamento: $\pm 1\mu\text{m}$). O teor de umidade dos filmes foi calculado utilizando balança de infravermelho Marte modelo ID50 a 100 °C. Pesou-se 1 g de cada filme sendo em seguida colocado na balança e então foi determinado o percentual de umidade presente nas amostras. Esta análise foi realizada em duplicata para cada filme.

4.4.3 Matéria Insolúvel (MI)

A matéria insolúvel dos filmes foi definida como a quantidade de matéria seca que permaneceu insolúvel após 24 h de imersão dos filmes em água, de acordo com Pena-Serna e Lopes-Filho (2013). Os filmes foram cortados em discos de 2 cm de diâmetro, em triplicata, e secos em estufa a 105 °C por 24 h, pesados (massa inicial, m_i) e imersos em 50 mL de água destilada a 25 ± 1 °C por 24 h sob agitação em shaker orbital (MA-410, Marconi, Brazil) a 76 rpm. Após a imersão, os discos foram removidos, secos em estufa a 105 °C, acondicionados por 1 h em dessecador e pesados até peso constante. O teor de matéria insolúvel foi definido pela seguinte equação:

$$MI (\%) = \frac{m_f}{m_i} \times 100 \quad (4)$$

Onde, m_i é massa inicial dos filmes e m_f é a massa final dos filmes.

4.4.4 Permeabilidade ao Vapor de Água (PVA)

A determinação da PVA foi realizada com base no método ASTM E96/E96M (2016) a 25 °C, usando sílica gel como dessecante em dessecador vertical DCV040 (Arsec), e 1,5 mL de água dentro das células de permeação (diâmetro interno, 24 mm; altura, 10 mm). Ao longo de cerca de 24 h foram realizadas 8 pesagens, com intervalo mínimo de 1 hora entre elas. O coeficiente de PVA de cada amostra foi obtido através da equação abaixo:

$$PVA = \frac{\omega \cdot x}{t \cdot A \cdot \Delta P} \quad (5)$$

Onde: x : espessura média dos filmes (m); A : área de permeação ($0,00196 \text{ m}^2$); ΔP : diferença entre a pressão parcial da atmosfera sobre a sílica gel e sobre a água pura (3,168 kPa, a 25 °C); ω/t : calculado por regressão linear usando dados de ganho de massa, em função do tempo (g s^{-1}).

4.4.5 Opacidade

A determinação de opacidade dos filmes foi realizada em um colorímetro Minolta (CR 400, Minolta, Japão) sendo calculado como a razão entre a opacidade em um padrão preto e em um padrão branco. Cinco medições foram feitas para cada uma das amostras de filme com 2 cm de diâmetro e os resultados foram expressos em porcentagem.

4.4.6 Ensaio Mecânicos

As propriedades mecânicas foram realizadas em corpos de prova (cinco replicatas por filme), baseado no método ASTM D882 (2012), obtidos em prensa estampadora Ceast nas dimensões 125 mm x 12,5 mm. As amostras foram acondicionadas por, no mínimo, 48h em ambiente com temperatura e umidade relativa controladas (25 ± 1 °C e $50 \pm 5\%$). Foi utilizado o equipamento Emic DL-3000 Universal Testing Machine com célula de carga de 100 N, separação inicial entre as garras de 100 mm e velocidade de deformação de $12,5 \text{ mm min}^{-1}$.

4.4.7 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As micrografias de MEV dos filmes foram obtidas em um microscópio eletrônico de varredura ambiental Quanta-450 FEG (ESEM, FEI Company, EUA) a 3kV em *stubs* sobre fitas adesivas de carbono, na Central Analítica da Universidade Federal do Ceará. As amostras foram metalizadas em um equipamento Q150T ES (Quorum) com aplicação de uma camada de ouro (20 nm) e as imagens foram obtidas com ampliação de 2.000x.

4.4.8 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) com Reflexão Total Atenuada (ATR)

Os espectros de FTIR dos filmes foram obtidos em um espectrômetro Frontier FTIR/NIR (PerkinElmer, EUA) no modo de reflexão total atenuada (ATR) com cristal de seleneto. A varredura foi realizada no intervalo de 4000 a 650 cm^{-1} .

4.4.9 Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica dos filmes foi realizada em módulo termogravimétrico DTG modelo STA 6000 (PerkinElmer), no Laboratório de Tecnologia da Biomassa,

pertencente à Embrapa Agroindústria Tropical de Fortaleza. A medida termogravimétrica das amostras foi realizada em suporte de alumínio, com uma razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$, em intervalo de 25 a $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, em atmosfera de nitrogênio, com vazão de 30 mL min^{-1} e utilizando índium como material de referência.

4.4.10 Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

A análise dinâmico-mecânica dos filmes foi realizada em amostras de filmes com dimensões de 30 x 10 mm, em um DMA25 Dynamest (Metravib, França) a 1 Hz; taxa de aquecimento de $3\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ e faixa de temperatura de $-120-150\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.4.11 Determinação do Teor de Fenólicos Totais (TFT) dos filmes

Para a análise do conteúdo fenólico total dos filmes, a metodologia foi a mesma utilizada para os extratos. Os filmes foram preparados na concentração de 10 mg mL^{-1} para a determinação. A análise foi realizada em triplicata.

4.4.12 Ensaio de inibição do radical DPPH

A atividade antioxidante dos filmes foi avaliada por meio da análise de inibição de radicais DPPH. O método utilizado foi adaptado do descrito por Adilah, Jamilah e Hanani (2018). 30 mg de cada filme foram pesados e misturados com 2 mL de solução etanólica $0,06\text{ mM}$ de DPPH. A mistura foi agitada em vórtex por 30 segundos e incubada no escuro por 30 minutos. A absorbância foi medida a 517 nm usando um espectrofotômetro (Shimadzu UV-vis 2450, Japão). O ensaio foi realizado em triplicata, e a atividade antioxidante foi expressa como atividade de inibição de DPPH (%) obtida pela equação 3.

4.5 Análise estatística

Os dados experimentais foram expressos como média das medidas \pm desvio padrão (DP). Os parâmetros das amostras foram estimados usando análise de variância (ANOVA) de uma via, seguida pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização da pectina da manga

5.1.1 *Rendimento*

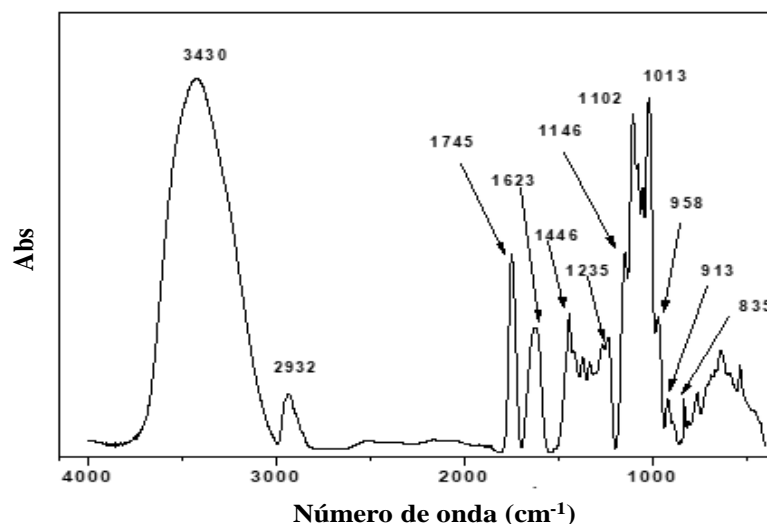
A pectina de manga, variedade Tommy Aktins, obtida neste trabalho apresentou rendimento de $21,8 \pm 0,95\%$ utilizando oxalato de amônio/ácido oxálico como solução extratora e pH 4,6. Koubala et al. (2008) relataram ter obtido valores de rendimento entre 23,5 e 31,8%, semelhantes aos encontrados neste trabalho, utilizando a mesma solução de extração e duas variedades de manga (Améliorée e Mango). Banerjee et al. (2018) encontraram rendimentos entre 22,4-30,8% para a variedade de manga Totapuri (indiana) e 13,3-21,3% para a manga Calypso (australiana) utilizando diferentes condições de extração. Wang et al. (2016) obtiveram pectina da casca da manga Tainong No.1 com rendimentos entre 16,70-17,15%, utilizando extração convencional com ácido cítrico e ultrassom.

O rendimento e as propriedades de diferentes pectinas são dependentes da fonte e das condições utilizadas no processo de extração (pH, tempo, temperatura etc.). Portanto, as cascas da manga utilizadas neste trabalho demonstraram ser uma fonte interessante para obtenção de pectina podendo o valor de rendimento encontrado ser comparados ao de pectinas de bagaço de maçã (10-15%) e cascas de frutas cítricas (20-35%), que são fontes comerciais utilizadas para a obtenção desse polissacarídeo (CHAIWARIT et al., 2020).

5.1.2 *Espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR)*

No espectro de FTIR (FIGURA 7) são mostradas as principais bandas da pectina da manga. A banda de absorção forte e larga em 3416 cm^{-1} é referente aos estiramentos de grupos O-H. A banda em 2936 cm^{-1} é relativa aos grupos C-H (HOU et al., 2022; QIN et al., 2022). As bandas em 1747 e 1624 cm^{-1} são atribuídas aos estiramentos de grupos carboxílicos esterificados (C=O) e aos grupos carboxilatos (COO^-), respectivamente, as quais são de grande importância para as pectinas pois podem ser utilizadas na determinação do grau de metoxilação desse polissacarídeo (ZHANG et al., 2022). A banda em 1624 cm^{-1} foi acompanhada pelo sinal em 1443 cm^{-1} , sendo correspondentes aos estiramentos assimétrico e simétrico, respectivamente, do grupo COO^- (GOPI et al., 2014; CABELLO et al., 2015).

Figura 7 - FTIR da pectina da manga



Fonte: Elaborada pela autora.

Bandas vibracionais atribuídas ao anel piranosídico foram encontradas em 1146, 1102 e 1013 cm^{-1} (YOUNIS; ZHAO, 2019) (TABELA 1). A região entre 950 e 1200 cm^{-1} é geralmente chamada de região de “impressão digital” de polissacarídeos, pois fornecem informações sobre a identificação dos principais grupos químicos dessa classe de substâncias, sendo que as posições e as intensidades de cada banda na região citada são únicas para cada polissacarídeo (LIU et al., 2022).

Tabela 1 - Principais bandas observadas na pectina da manga

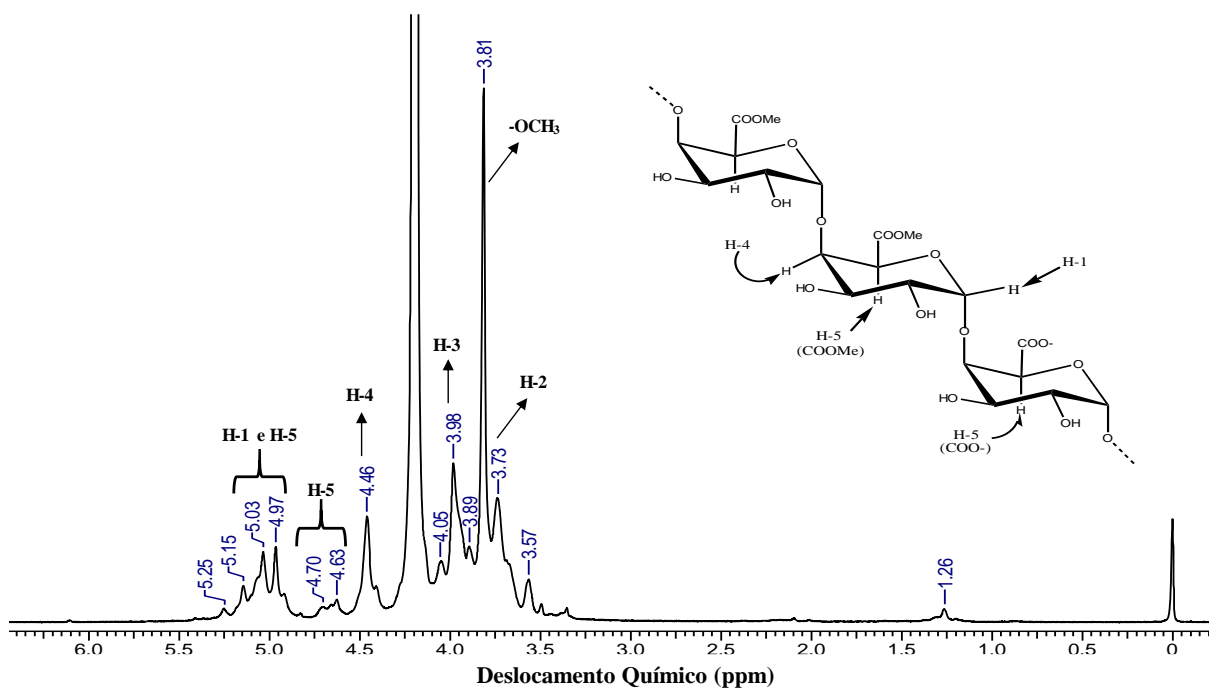
Bandas observadas (cm^{-1})	Atribuições
3430	ν O-H
2932	ν s e ν asC-H
1745	ν asC=O
1623	ν asCOO ⁻
1446	ν sCOO ⁻
1146	C-O-C das ligações do anel glicosídico
1013	ν C-O (anel piranosídico)
958	δ C-H em configuração α
913	δ C-H em configuração β

Fonte: Elaborada pela autora.

5.1.3 Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio e de Carbono (RMN ^1H e ^{13}C)

O espectro de RMN ^1H da pectina da manga é mostrado na Figura 8. Os sinais relativos aos hidrogênios do carbono anomérico H-1 e H-5 de ésteres metílicos ($-\text{COOCH}_3$) de ácidos galacturônicos são vistos em δ 4,97-5,15 ppm. O próton H-5 dos grupos carboxilatos (COO^-) está representado pelos sinais com deslocamentos químicos em δ 4,63 e δ 4,70 ppm (ROSENBOHM et al., 2003; TAMAKI et al., 2008). O sinal em δ 5,25 ppm é atribuído ao hidrogênio H1 da cadeia polimérica da α -L-arabinose (LIN et al., 2016). Os sinais em δ 3,75 ppm, δ 3,99 ppm e δ 4,47 ppm correspondem aos prótons H-2, H-3 e H-4, respectivamente, de grupos metílicos de ácidos galacturônicos esterificados (BÉDOUET; COURTOIS; COURTOIS, 2003). O sinal em torno de δ 2,11 ppm refere-se a grupos acetila ligados ao ácido 2-O- e 3-O-galacturônico. O sinal de δ 1,27 ppm refere-se ao sinal do próton H-6, referente ao resíduo de ramnose na cadeia principal da pectina. O sinal intenso em δ 3,82 ppm está relacionado aos hidrogênios dos grupos metila que se ligam aos grupos carboxila das unidades de ácido galacturônico (CUI; CHANG, 2014; GOPI et al., 2014; HOSSEINI et al., 2019; TAMAKI et al., 2008; WANG et al., 2014).

Figura 8 – Espectro de RMN ^1H da pectina da manga



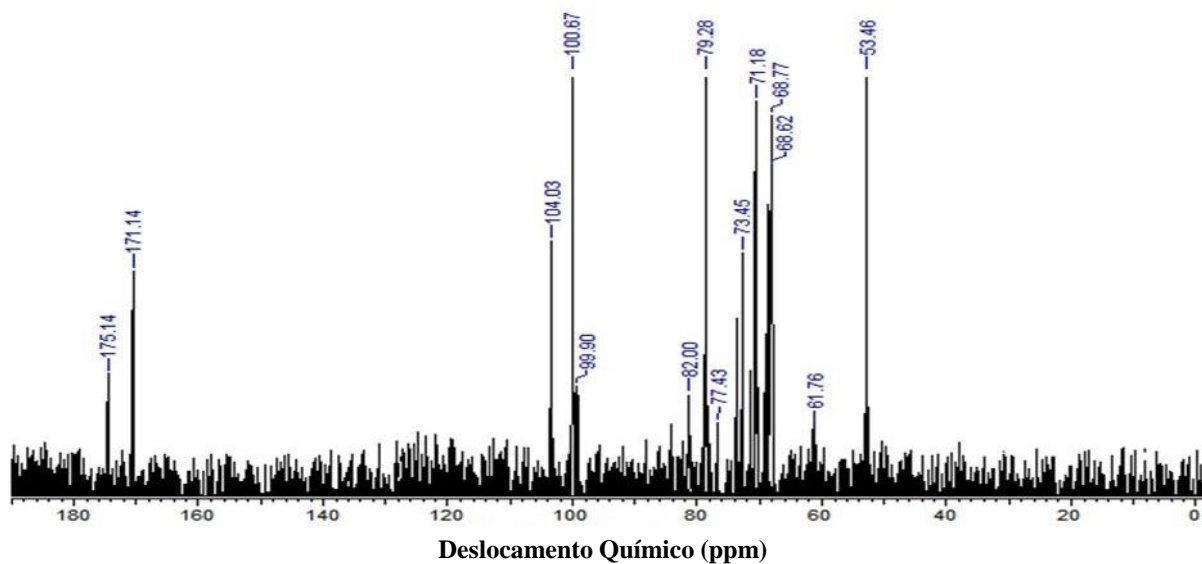
Fonte: Elaborada pela autora.

O grau de metoxilação da pectina da manga, determinada por RMN ^1H , foi de 58,3%, indicando que se trata de uma pectina de alta metoxilação (AM), o que corrobora estudos anteriores (GUANDALINI; RODRIGUES; MARCZAK, 2019; KOUBALA et al., 2008). O GM refere-se à porcentagem de grupos carboxila esterificados presentes na pectina e desempenha um papel importante nas propriedades físico-químicas desse polissacarídeo, principalmente no comportamento de gelificação (DENG et al., 2020). Uma pectina AM como a obtida da casca da manga é capaz de formar géis e filmes através de ligações de hidrogênio entre os grupos carboxila presentes nas moléculas de pectina sem a necessidade da adição de íons cálcio, necessários quando se utiliza pectinas de baixa metoxilação (CHAIWARIT et al., 2020).

No estudo de Chaiwarit et al. (2020), trabalhando com casca de manga da variedade Nam Dok Mai, observou que o GM ficou em torno de 78% quando analisado por RMN ^1H . Outros estudos que utilizaram casca de manga para extrair pectina observaram valores de GM entre 62-86%. A variação no grau de metoxilação pode ser explicada por diferenças na maturidade da casca de manga utilizada e nas etapas do processo de extração, como o solvente empregado.

O espectro de RMN ^{13}C da pectina da manga (FIGURA 9) mostrou deslocamentos químicos correspondentes à região anomérica do ácido α -D-galacturônico, evidenciado pelos sinais δ 100,67 ppm e δ 99,90 ppm equivalente ao carbono C-1 de unidades esterificadas e não esterificadas respectivamente, e dois sinais em δ 175,14 e δ 171,14 ppm correspondentes ao C-6 de grupos carboxílicos metil-esterificados e livres, respectivamente. O sinal δ 53,46 ppm é atribuído ao grupo éster O-metil do C-6 do anel piranosídico (MARCON et al., 2005; SYNYTSYA; COPIKOVA; BRUS, 2003; ZHU et al., 2014). Os deslocamentos químicos em δ 71,18; δ 68,77; δ 79,28 e δ 73,45 ppm são relativos aos carbonos C-2, C-3, C-4 e C-5 do ácido galacturônico, respectivamente. Em δ 61,76 e δ 82,00 ppm os deslocamentos são atribuídos aos carbonos C-5 e C-4 das α -L-arabinofuranoses, respectivamente. O sinal em δ 104,03 ppm foi atribuído a resíduos de α -L-galactopirranose na cadeia de pectina (MARCON et al., 2005; NURDJANAH et al., 2013; WANG et al., 2014).

Figura 9 – Espectro de RMN ^{13}C da pectina da manga

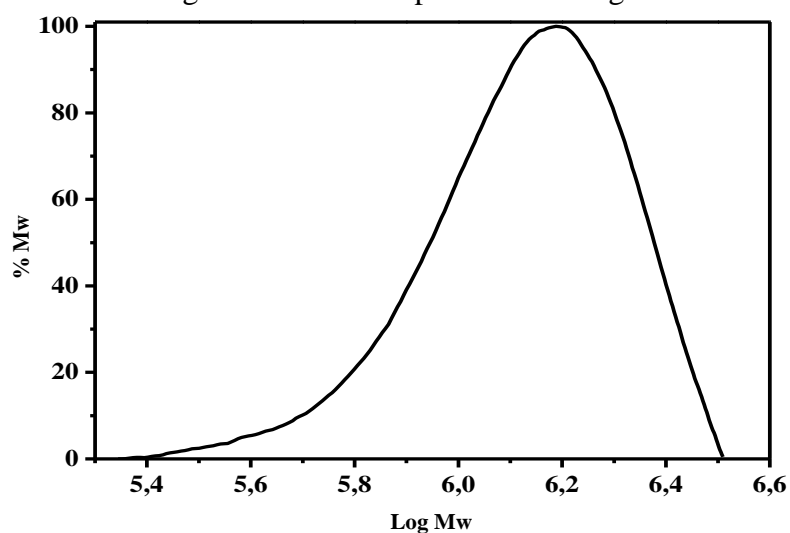


Fonte: Elaborada pela autora.

5.1.4 Cromatografia de Permeação em Gel (GPC)

O cromatograma da pectina da manga é mostrado a seguir (FIGURA 10), no qual pode-se observar a presença de um único pico com massa molar de $1,56 \times 10^6 \text{ g mol}^{-1}$, o que está de acordo com a literatura encontrada para este polissacarídeo (CANTERI et al., 2012).

Figura 10 - GPC da pectina da manga



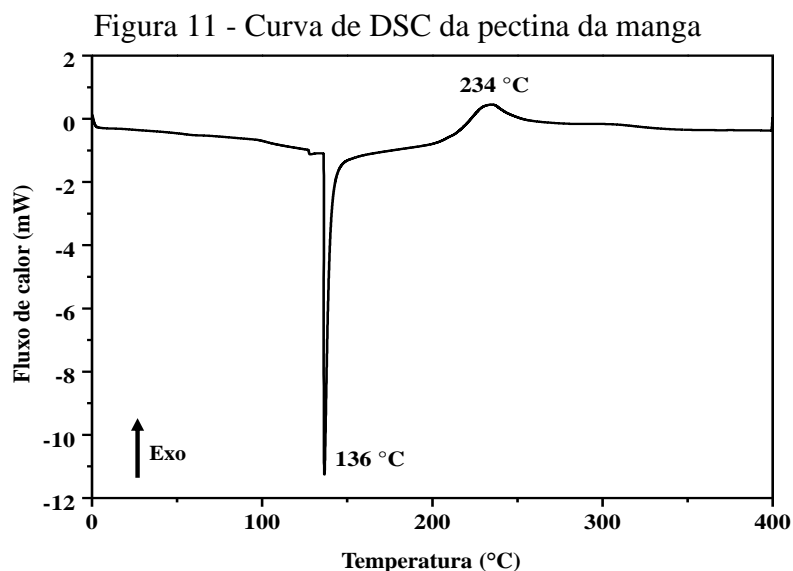
Fonte: Elaborada pela autora.

As pectinas apresentam uma cadeia linear de ácido galacturônico e ao longo dessa cadeia apresentam diversas ramificações de monossacarídeos. A estrutura complexa das pectinas irá influenciar diretamente nos valores de massa molecular e polidispersividade. A massa molar das pectinas varia de acordo com a fonte e as condições de extração utilizadas, podendo, por isso, apresentar uma heterogeneidade na estrutura e uma larga distribuição de massa. Em função da grande variedade das substâncias pécnicas, os valores médios de massa molecular podem diferir de um fator de até 10 (CANTERI et al., 2012; SOUSA et al., 2017).

As diferentes variações na estrutura das pectinas podem ser observadas e comparadas através do índice de polidispersidade (M_w/M_n), onde valores mais elevados dessa razão representam uma distribuição de massa molecular mais ampla. O índice de polidispersidade (M_w/M_n) encontrado para a pectina da manga neste trabalho foi de 1,2, refletindo uma pequena variação no tamanho das cadeias desse polímero (SEIXAS et al., 2014). O valor do índice de polidispersividade foi próximo ao relatado por Matharu et al. (2016), que obtiveram pectina da casca de manga da variedade Tommy Atkins usando extração assistida por micro-ondas, considerado um método de extração mais suave, e encontraram o valor de 1,36. No estudo de Deng et al. (2020), o índice de polidispersidade de pectinas obtidas de manga de fontes diferentes variou de 1,324 a 2,357, o que mostra que a distribuição do peso molecular foi relativamente estreita.

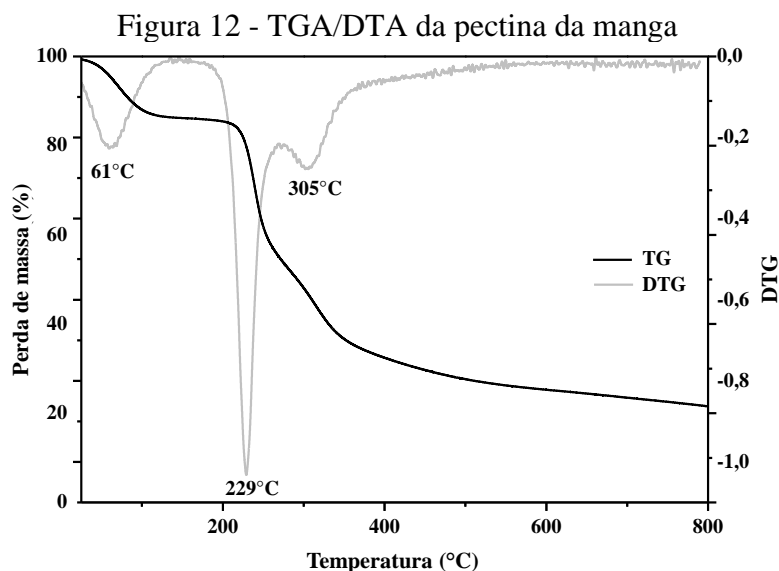
5.1.5 Análises Térmicas (DSC e TGA)

As análises térmicas (DSC/TGA) da pectina de manga são mostradas nas Figuras 11 e 12. A Figura 11 mostra a curva DSC da pectina da manga, na qual é possível observar dois picos. O primeiro pico (endotérmico) em 136°C está relacionado com a evaporação de água da cadeia da pectina. O segundo pico (exotérmico) em 234°C refere-se à decomposição do polissacarídeo. Os picos exotérmicos começando em torno de 200 °C e terminando em 210-270 °C são característicos de degradação e despolimerização da amostra (EINHORN-STOLL; KUNZEK; DONGOWSKI, 2007).



Fonte: Elaborada pela autora.

Na análise termogravimétrica (FIGURA 12), a pectina da manga apresentou quatro eventos de perda de massa. O primeiro evento na faixa de temperatura de 20-145°C, com pico máximo em 61°C e perda de massa de 13,8%, está relacionado à evaporação da água adsorvida (água retida na superfície das cadeias poliméricas) (EZZATI et al., 2020; JIANG et al., 2020; SUCHETA; MISRA; YADAV, 2020). O segundo evento, observado entre 145 e 272°C, com perda de peso de 31,5%, está relacionado à decomposição pirolítica do polissacarídeo, onde as cadeias de ácido galacturônico sofrem extensa degradação térmica seguida de descarboxilação das cadeias principais (EZZATI et al., 2020; JIANG et al., 2020). O terceiro evento, na faixa de temperatura de 272-350°C e perda de massa de 33,2%, pode ser atribuído a oligossacarídeos ligados a estrutura da pectina (MATHARU et al., 2016).



Fonte: Elaborada pela autora.

O teor residual da pectina da manga (21,5%), visto na Tabela 2, está relacionado ao fim da decomposição térmica do polissacarídeo resultando em um resíduo sólido inorgânico (EZZATI et al., 2020; TALEKAR et al., 2019). Nos estudos de Deng et al. (2020), que trabalhou com pectina da casca da manga de oito cultivares de países diferentes e Matharu et al. (2016), trabalhando com três variedades de manga, dentre elas a Tommy Atkins, foram observados comportamentos térmicos semelhantes.

Tabela 2 - Principais etapas de degradação e perda de massa da pectina da manga

1º Evento (°C)	Perda de massa (%)	2º Evento (°C)	Perda de massa (%)	3º Evento (°C)	Perda de massa (%)
20-145	13,8	145-272	31,5	272-350	33,2

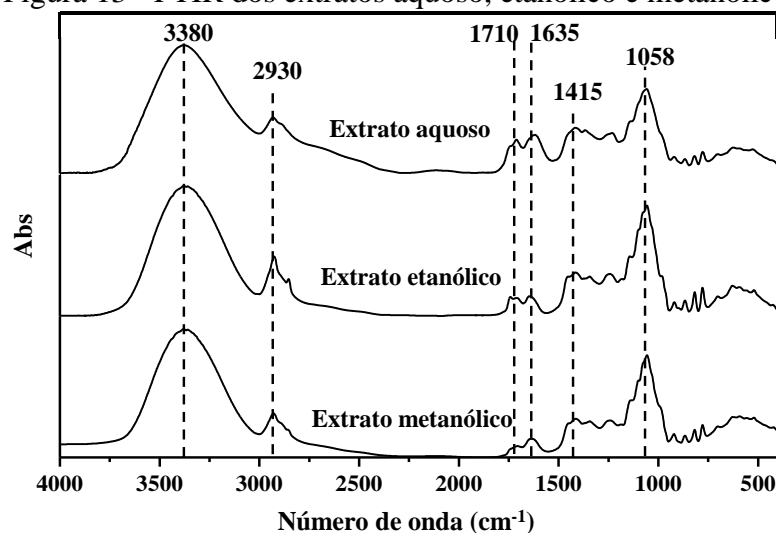
Fonte: Elaborada pela autora.

5.2 Caracterização dos extratos das cascas da manga

5.2.1 Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho (FTIR)

A espectroscopia de infravermelho permitiu identificar sinais atribuídos aos principais constituintes presentes nos extratos, com a presença de grupos funcionais característicos. A Figura 13 mostra os espectros de FTIR dos três extratos fenólicos obtidos da casca da manga.

Figura 13 - FTIR dos extratos aquoso, etanólico e metanólico



Fonte: Elaborada pela autora.

A banda larga em torno de 3380 cm^{-1} corresponde às vibrações de estiramento de grupos O–H de fenóis e ácidos carboxílicos, indicando a presença de grupos fenólicos nos extratos (FERNÁNDEZ et al., 2019; YANG, WEIHONG; HAO, 2014). A banda em 2930 cm^{-1} é atribuída à vibração de estiramento C–H simétrico e assimétrico dos ácidos alifáticos (RANI et al., 2020; WANG et al., 2018; YANG, WEIHONG; HAO, 2014). A região entre 4000 e 2500 cm^{-1} não é utilizada para especificar compostos fenólicos individuais devido ao fato de conter principalmente bandas largas associadas às vibrações de estiramento das funções hidroxila e às vibrações de estiramento C-H aromáticas. Para a identificação de compostos fenólicos a região da impressão digital é encontrada entre 1800 e 700 cm^{-1} (BALTACIOĞLU et al., 2021).

As bandas em 1710 cm^{-1} podem ser atribuídas ao estiramento do grupo carbonila em lactonas sesquiterpênicas e em saponinas (FERNÁNDEZ et al., 2019). As bandas em 1618 - 1647 cm^{-1} e 1414 - 1418 cm^{-1} são devido às vibrações de estiramentos assimétrico e simétrico de C=O no grupo ácido carboxílico. As bandas na região de 1070 – 1030 cm^{-1} estão associadas às ligações C–OH dos ácidos carboxílicos em oligossacarídeos, nos permitindo inferir que os extratos também contêm saponinas (FERNÁNDEZ et al., 2019a; RANI et al., 2020; WANG et al., 2018; YANG, WEIHONG; HAO, 2014).

5.2.2 Rendimento e umidade

As caracterizações dos três extratos obtidos a partir da casca da manga (aquoso, etanólico e metanólico) são mostradas na Tabela 3 abaixo.

Tabela 3 - Rendimento, umidade e teor fenólico total

Extrato	Rendimento (%)	Umidade (%)	TFT (mg EAG 100 g ⁻¹)
Aquoso	39,37 ± 3,63 ^a	12,25 ± 0,27 ^a	1960,00 ± 17,32 ^b
Etanólico	24,22 ± 9,48 ^b	11,28 ± 0,34 ^a	2173,33 ± 156,31 ^b
Metanólico	30,41 ± 1,47 ^b	10,93 ± 1,78 ^a	2426,67 ± 60,28 ^a

Valores expressos em médias das replicatas da análise ± desvio padrão. Letras diferentes em uma mesma coluna indicam diferença significativa ($p < 0,05$). Fonte: Elaborada pela autora.

A extração com solvente é frequentemente utilizada para o isolamento de compostos antioxidantes, e tanto o rendimento quanto as atividades biológicas dos extratos estão fortemente relacionados ao solvente utilizado, principalmente devido à diferença de polaridade dos compostos obtidos (MOURE et al., 2001). Pode-se observar que os valores de rendimento aumentaram com a polaridade do solvente. Ao utilizar água no processo de extração, geralmente também são extraídos proteínas e polissacarídeos, o que pode explicar o maior rendimento obtido para esse extrato (MAISUTHISAKUL; GORDON, 2009). Fernández-Agulló et al. (2013), trabalhando com extratos de casca de noz verde (*Juglans regia* L.) e Moriasi et al. (2021), trabalhando com extratos da casca do caule de *Lonchocarpus eriocalyx* (Harms.) utilizando os mesmos solventes deste estudo, obtiveram maiores valores de rendimento para extratos aquosos em comparação a extratos metanólicos. Sultana et al. (2012) trabalhando com duas variedades de manga (chonsa e lungra) e utilizando uma mistura de metanol e água como solvente obtiveram extratos das cascas com rendimentos próximos (27,8–28,3%).

Em relação ao teor de umidade (TABELA 3), os resultados observados para os três extratos não apresentaram diferença significativa, sendo superior ao teor encontrado no trabalho de Garcia-Mendoza et al. (2015), que foi de $8,62 \pm 0,52\%$ também trabalhando com extratos obtidos de cascas de manga.

5.2.3 Determinação do Teor de Fenólicos Totais

A Tabela 3 mostra o conteúdo fenólico total presente nos três extratos obtidos das cascas de manga. O extrato metanólico apresentou o maior teor de fenólicos em relação aos outros dois extratos.

Agatonovic-Kustrin, Kustrin e Morton, (2018), trabalhando com 9 variedades de manga, analisaram o teor de polifenóis totais presentes na polpa e casca. Para as amostras de polpa, o teor de fenólicos variou de 275 a 1.267 mg EAG 100 g⁻¹ de polpa, enquanto nas amostras das cascas, a variação foi de 463 a 2.692 mg EAG 100 g⁻¹ de casca. Em 8 das 9 variedades estudadas verificou-se que o conteúdo fenólico foi maior nas cascas. Guandalini, Rodrigues e Marczak, (2019), utilizando etanol como solvente e o método de extração por micro-ondas, encontrou o valor de 9.800 mg EAG 100 g⁻¹ de casca de manga da variedade Tommy Atkins. Abdel-Aty et al. (2018) encontraram o valor de 17.400 mg EAG 100 g⁻¹ de semente trabalhando com extrato metanólico de manga da variedade Hindi.

Essas diferenças no teor de fenólicos podem ser devido a diferentes cultivares de manga, localização geográfica e condições de extração (ABDEL-ATY et al., 2018). Polifenóis como ácido gálico, metil galato, metil galoil galato, ácido digálico, presentes na casca de manga, possuem uma estrutura simples sendo extraída devido à maior solubilidade em solventes polares (GARCIA-MENDOZA et al., 2015; MARTÍNEZ et al., 2012). Os polifenóis extraídos da casca da manga (parte hidrofílica) têm maior afinidade por solventes orgânicos mais polares (por exemplo, álcoois de cadeia curta). Portanto, esses polifenóis são mais facilmente extraídos com metanol puro, como observado, ou em solução (partições metanol/água) (YAKOUB et al., 2018; HAMINIUK et al., 2014; HWANG; THI, 2014; KIRKAN, 2019). Rebolledo et al. (2021) e Nahdi et al. (2018) também encontraram maiores valores para extratos metanólicos. Marcillo-Parra et al. (2021) trabalhando com cascas de manga Tommy Atkins, encontraram valores variando entre 2.931 e 4.146 mg EAG 100 g⁻¹.

Os resultados mostraram que o método utilizado para obtenção dos extratos neste trabalho preservou os compostos fenólicos, servindo como teste preliminar da atividade antioxidante destes que, segundo a literatura, está relacionada à presença desses compostos devido à reatividade da fração fenólica, que tem a capacidade de eliminar radicais livres, via doação de hidrogênio ou doação de elétrons (KABIR et al., 2015; KIM et al., 2010). Assim, as cascas de manga provaram ser uma fonte promissora de compostos fenólicos que podem ser usados como antioxidantes naturais.

5.2.4 Identificação dos compostos fenólicos presentes na casca da manga da variedade Tommy Atkins

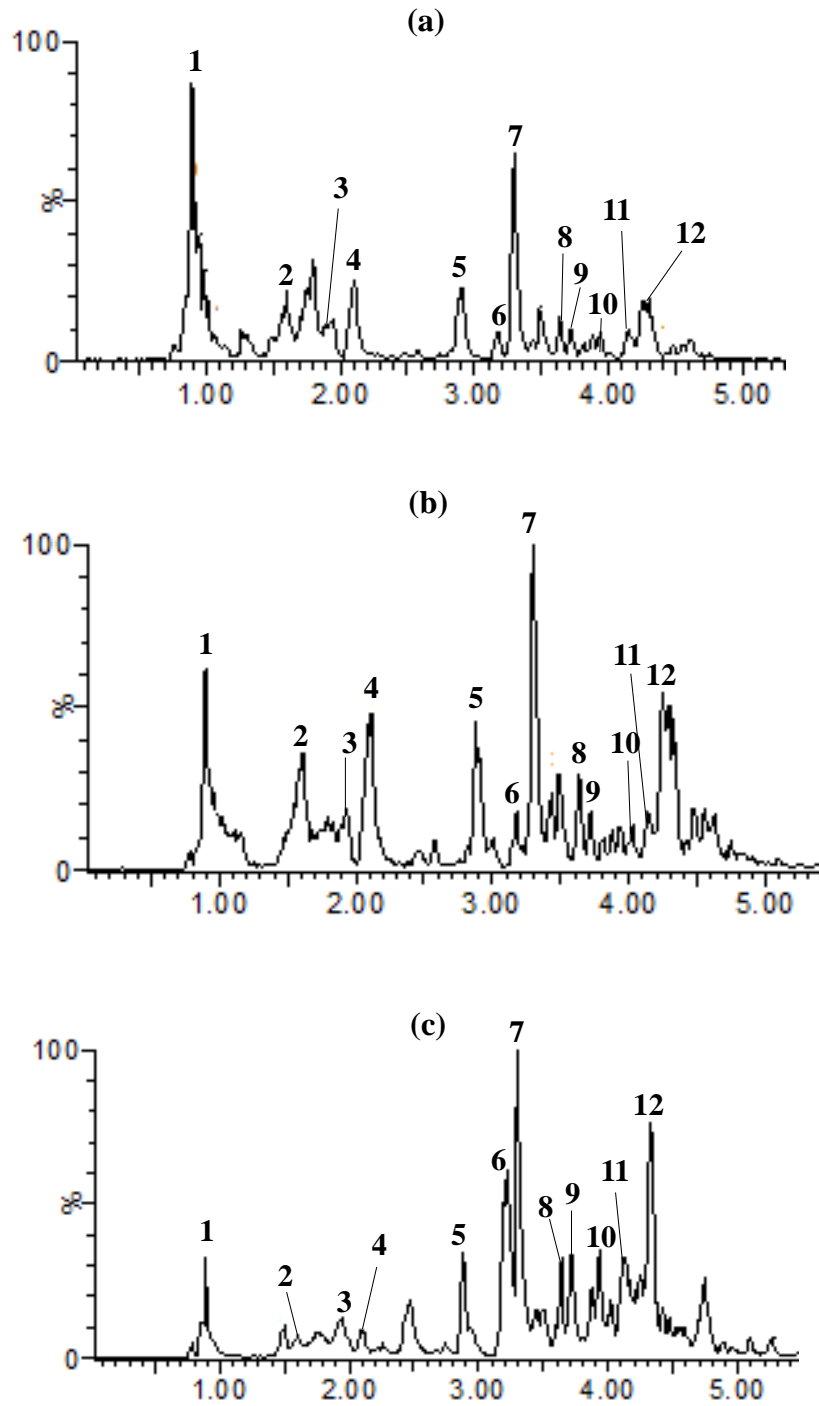
A identificação dos principais compostos presentes nos três extratos fenólicos foi realizada a partir da análise do cromatograma (FIGURA 14) em modo de ionização negativo juntamente com os espectros de massa de cada um dos compostos desconhecidos. Neste método as moléculas são ionizadas perdendo um próton (íon H^+) e adquirem carga negativa e, então, é feita a comparação das massas e dos padrões de fragmentação obtidos com compostos já identificados na literatura fornecendo uma identificação sugestiva.

Os compostos identificados nos extratos da casca da manga juntamente com outros dados são mostrados na Tabela 4. Foi possível observar a presença de vários compostos como ácidos fenólicos, flavonóides e xantonas, que também foram encontrados no trabalho de Melo et al. (2019) que obteve o extrato fenólico da amêndoa da casca da manga da mesma variedade utilizada neste trabalho.

O exame dos cromatogramas no modo TOF-MS revelou perfis semelhantes entre os extratos e a presença de diferentes compostos de galato e galotanina, como ácido gálico, galato de metila, galato de etila, éster de galato de metila, tetra-*O*-galoil-glicosídeo e penta-*O*-galoil-glicosídeo (FIGURA 15).

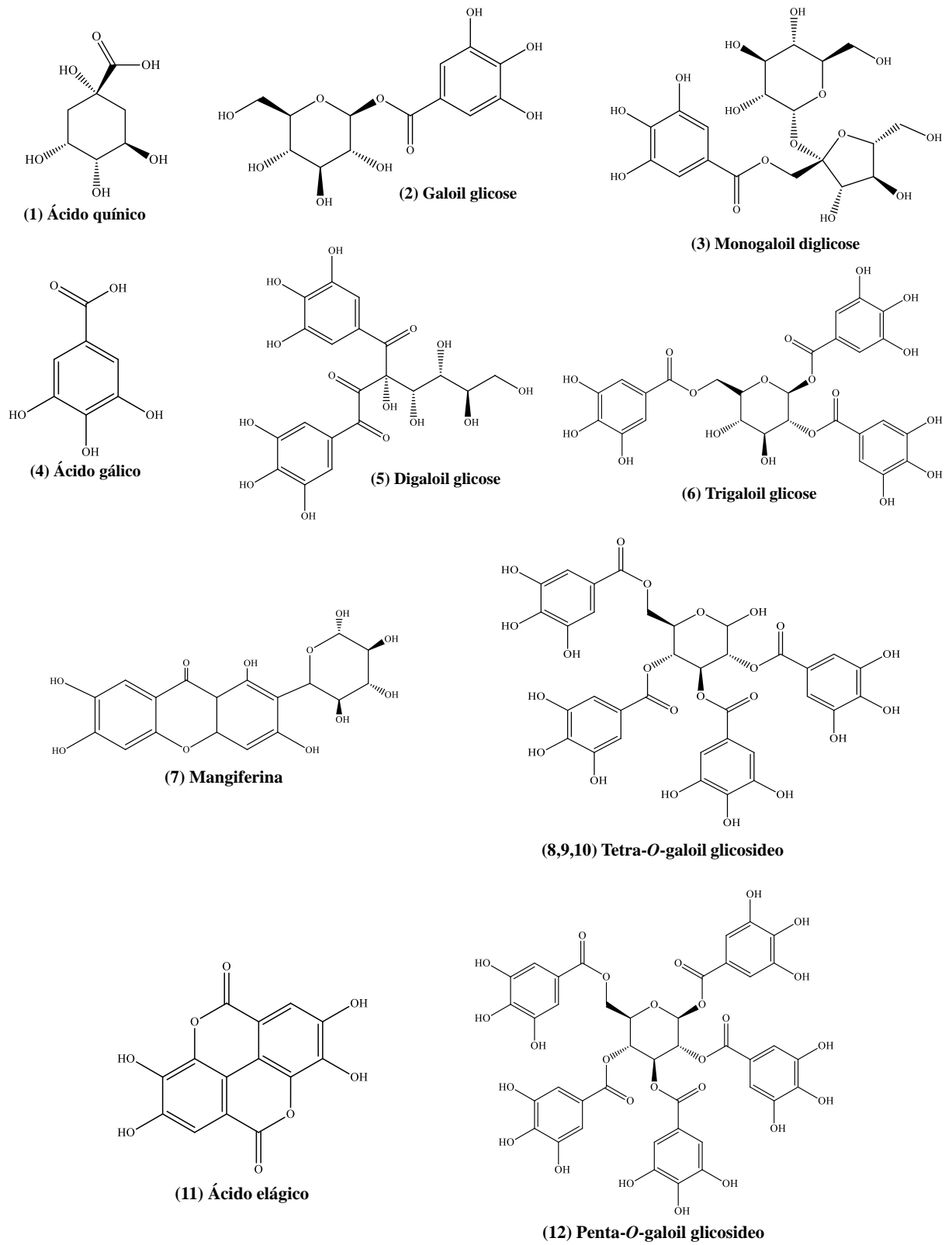
O composto 1 com tempo de retenção em torno de 0,90 min foi identificado como ácido gálico, mostrando um íon $[M-H]^-$ em m/z 169,0132 e um íon fragmento principal em m/z 125, típico de ácido gálico, produzido após a perda de um grupo $-CO_2$. O composto 10 com íon $[M-H]^-$ em m/z 183,02 foi identificado como galato de metila. Os fragmentos observados em m/z 169 e 124 correspondem ao fragmento de ácido gálico e à perda de $-CO_2CH_3$, respectivamente (BARRETO et al., 2008; DORTA et al., 2014; LI et al., 2016). O ácido gálico é um composto fenólico bem conhecido com atividades anti-inflamatórias, antioxidantes e anticancerígenas já relatadas (OJEABURU; ORIAKHI, 2021; ORIAKHI; ORUMWENSODIA, 2021). Possui um grupo carboxílico, mas também possui três grupos hidroxila adicionais disponíveis para doação de átomos de hidrogênio, o que poderia explicar sua alta atividade antioxidante. Os ácidos fenólicos são considerados doadores de hidrogênio eficientes devido ao seu grupo carboxílico característico, que é facilmente ionizado (PALAFOX-CARLOS; YAHIA; GONZÁLEZ-AGUILAR, 2012).

Figura 14 - Cromatograma dos três extratos aquoso (a), etanólico (b) e metanólico (c) de casca de manga obtidos por UPLC – QTOF– MS no modo negativo



Fonte: Elaborada pela autora.

Figura 15 - Compostos identificados nos extratos obtidos das cascas da manga



Fonte: Elaborada pela autora.

Nos cromatogramas TOF-MS o trigaloil-glicosídeo, o tetra-*O*-galoil-glucosídeo e o penta-*O*-galoil-glicosídeo apareceram nos três extratos. O pico com [M-H]⁻ íon em m/z 787,09 possui a fórmula molecular C₃₄H₂₈O₂₂ e o pico com [M-H]⁻ íon em m/z 939,1095 tem como fórmula molecular C₄₁H₃₂O₂₆. O cromatograma MS/MS do composto com m/z em 787,09 mostrou fragmentos de íons em m/z 635 e 617, causados pela perda de porções de galoil [M-H-152]⁻ e ácido gálico [M-H-170]⁻, respectivamente. O composto que apresentou no espectro de massas MS o valor de m/z 635,08 [M-H]⁻ e como um dos fragmentos m/z 465,0576 [M-H-170]⁻, referente a perda de uma molécula de ácido gálico, foi identificado como sendo o trigaloil glicosídeo (MUCCILLI et al., 2017).

O composto visto no tempo de retenção em torno de 1,60 min nos três extratos foi identificado como sendo o galoil glicosídeo apresentando íon [M-H]⁻ em m/z 331,0665. Os íons fragmentos observados em m/z 169 correspondem a perda de glicosil e em m/z 125 é referente a perda de -CO₂. O pico com m/z 343,0668 corresponde ao teogalina e apresenta íon fragmento em m/z 192 devido a perda da fração galoil [M-H-152]⁻. Dois isômeros de digaloil glicosídeo foram identificados com [M-H]⁻ íon em m/z 383,0771 e 483,0768 apresentando dois fragmentos característicos em m/z 331 e 169. O primeiro corresponde à perda da fração galoil [M-H-152]⁻ e o segundo fragmento é devido a perda de uma fração de ácido gálico (LI et al., 2016).

Na variedade de manga analisada, apenas uma xantona foi identificada. O composto com tempo de retenção nos extratos em torno de 3,29 min., apresentou um íon [M-H]⁻ em m/z 421,07 com fórmula molecular C₁₉H₁₈O₁₁, foi identificado como mangiferina. A mangiferina é uma xantona C-glicosilada descrita anteriormente em vários estudos como o principal polifenol em cascas e sementes de manga. Além disso, o íon molecular mostrou no modo MS/MS a fragmentação típica de um C-glicosídeo com íons em m/z 301 [M-H-120]⁻ e em 331 [M-H-90]⁻ (BARRETO et al., 2008; DORTA et al., 2014).

Tabela 4 - Compostos tentativamente identificados por UPLC-ESI-QTOF-MS nos extratos aquoso, etanólico e metanólico de casca de manga

Pico	Tr (min) Aquoso/Etanólico/ Metanólico	[M-H] ⁻ m/z (exp)	[M-H] ⁻ m/z (cal)	Ions (MS/MS)	Fórmula empírica	Tentativamente identificado
1	0,97/0,90/0,89	191,0533	191,0556	-----	C ₇ H ₁₂ O ₆	Ácido quínico
2	1,58/1,59/1,62	331,0665	331,0665	169,01/125,02	C ₁₃ H ₁₆ O ₁₀	Galoil glicose
3	1,94/1,90/1,92	493,1198	493,1193	331,06/313,05/1 69,01/143,04	C ₁₉ H ₂₆ O ₁₅	Monogaloil diglicose
4	2,11/2,02/2,09	169,0132	169,0137	125,02	C ₇ H ₆ O ₅	Ácido gálico
5	2,89/2,88/2,88	483,0768	483,0775	331,08/169,01/1 53,02	C ₂₀ H ₂₀ O ₁₄	Digaloil glicose
6	3,17/3,18/3,24	635,0880	635,0884	465,06/169,01/1 25,03	C ₂₇ H ₂₄ O ₁₈	Trigaloil glicose
7	3,31/3,29/3,29	421,0787	421,0771	331,05/301,03	C ₁₉ H ₁₈ O ₁₁	Mangiferina
8	3,60/3,64/3,66	787,0986	787,0994	635,09/169,01	C ₃₄ H ₂₈ O ₂₂	Tetra- <i>O</i> -galoil- glicose
9	3,70/3,92/3,71	787,1001	787,0994	635,08/169,01	C ₃₄ H ₂₈ O ₂₂	Tetra- <i>O</i> -galoil- glicose
10	3,91/4,03/3,92	787,0987	787,0994	635,08/169,01	C ₃₄ H ₂₈ O ₂₂	Tetra- <i>O</i> -galoil- glicose
11	4,14/4,18/4,09	300,9966	300,9984	191,05	C ₁₄ H ₆ O ₈	Ácido elágico
12	4,32/4,30/4,35	939,1095	939,1104	169,01	C ₄₁ H ₃₂ O ₂₆	Penta- <i>O</i> -galoil- glicose

Os compostos foram identificados provisoriamente de acordo com os espectros de massa e os dados correspondentes encontrados na literatura. Fonte: Elaborada pela autora.

A análise no modo TOF-MS confirmou a presença de ácido elágico em todos os extratos (m/z 300,99). O espectro MS/MS da molécula desprotonada [M-H]⁻ em m/z 301 mostrou a fragmentação típica com o íon fragmento em m/z 145 que corresponde à perda de dois -CO₂ e quatro -OH. O ácido elágico é um polifenol comum derivado do metabolismo do ácido gálico, presente na casca de frutas e nozes. Apresenta a estrutura de uma dilactona formada a partir de duas metades do ácido gálico (LIN et al., 2020), e exibe múltiplas funções biológicas, incluindo antibacteriana (AN et al., 2021) e antioxidante (GUPTA et al., 2021).

5.2.5 Atividade antioxidante

Vários métodos têm sido desenvolvidos para estimar a capacidade antioxidante total de diferentes materiais vegetais. Mais de um método deve ser utilizado para obter um quadro mais completo da capacidade antioxidante de diferentes extratos (MARTÍNEZ et al., 2012). Neste trabalho, a atividade antioxidante dos extratos das cascas de manga foi determinada pelos métodos ABTS e DPPH.

Tabela 5 - Atividade antioxidante dos extratos fenólicos da casca da manga

Extrato	ABTS ($\mu\text{M Trolox g}^{-1}$)	DPPH IC₅₀ ($\mu\text{g mL}^{-1}$)
Aquoso	282,34 \pm 20,44 ^b	116,57 \pm 1,58 ^a
Etanólico	472,75 \pm 10,57 ^a	100,44 \pm 0,50 ^b
Metanólico	455,83 \pm 15,25 ^a	100,56 \pm 0,80 ^b

Valores expressos em medias das replicatas da análise \pm desvio padrão. Letras diferentes em uma mesma coluna indicam diferença significativa ($p < 0,05$). Fonte: Elaborada pela autora.

5.2.5.1 Método ABTS

O ensaio ABTS é baseado na capacidade dos compostos antioxidantes em capturar o radical livre ABTS (MARTÍNEZ et al., 2012). É comumente aplicado para determinar a atividade antioxidante em compostos obtidos de plantas.

A atividade antioxidante dos extratos etanólico e metanólico foi de 472,75 e 455,8 μM de Trolox/ g de extrato (TABELA 5), respectivamente, muito superior à observada para o extrato aquoso (282,3 μM de Trolox/ g extrato). No trabalho de Sogi et al. (2013), o extrato de casca de manga da variedade Tommy Atkins apresentou capacidade antioxidante na faixa de 168 a 197 μM de Trolox / g extrato, valores inferiores aos encontrados neste trabalho. López-Cobo et al. (2017) encontraram resultados na faixa de 1.530-2.040 μM de Trolox /g de extrato analisando três variedades de manga (Keitt, Osteen e Sensación). No estudo de Hoyos-Arbeláez et al. (2018) trabalhando com casca de manga da variedade Hilacha, foi observado um valor de 516,79 μM de Trolox/ g extrato. A presença e a quantidade de polifenóis e outros tipos de metabólitos que possuem a capacidade de eliminar radicais é diferente dependendo da parte do vegetal utilizada. Estudos anteriores já relataram a presença de ácido ferúlico, ácido sérico, rutina, entre outros, na casca da manga (HOYOS-ARBELÁEZ et al., 2018).

5.2.5.2 Ensaio de inibição do radical DPPH

O teste de DPPH foi outro método utilizado para determinar a atividade antioxidante dos extratos de casca de manga. Neste método, compostos antioxidantes, como fenóis e flavonoides presentes nos extratos, transformam o radical livre reativo não estável DPPH na forma estável não reativa DPPH-H por meio de doação de elétrons ou radical hidrogênio. O IC₅₀ indica a quantidade de extrato necessária para diminuir a concentração inicial de DPPH em 50%, portanto, um menor IC₅₀ indica uma maior atividade antioxidante.

A Tabela 5 mostra os resultados encontrados para os três extratos determinados por DPPH. Os menores valores de IC₅₀ foram obtidos para os extratos etanólico (100,44 µg mL⁻¹) e metanólico (100,56 µg mL⁻¹) e o maior para o aquoso (116,57 µg mL⁻¹). Esses resultados indicaram que os extratos alcoólicos têm maior capacidade de atuar como sequestrador de radicais DPPH quando comparados ao extrato aquoso e essa capacidade está relacionada ao maior teor de fenólicos que os dois extratos apresentaram determinado pelo método de Folin-Ciocalteu visto anteriormente (AL-HADHRAMI; HOSSAIN, 2016; GARCIA-MENDOZA et al., 2015). Outros estudos relataram que os extratos de etanol e metanol são sequestradores de radicais livres mais poderosos do que extratos obtidos utilizando outros solventes (PARVEEN et al., 2018; REBOLLEDO et al., 2021). Os resultados observados podem ser atribuídos à capacidade de doação de hidrogênio dos grupos -OH e -CH₃ presente nos extratos (POLICEGOUDRA; ARADHYA, 2007).

Sabe-se que o uso de diferentes solventes na extração pode afetar a atividade antioxidante do extrato, pois há influência no teor e composição fenólica do extrato obtido com diferentes características químicas e polaridades, que podem ser solubilizados em solventes específicos. Assim, pode haver variação nos resultados dos testes antioxidantes, independente da metodologia empregada. Estudos anteriores mostraram maiores atividades antioxidantes quando extratos hidroalcoólicos foram usados (MARTINS et al., 2020). A atividade sequestrante de radicais dos extratos está relacionada ao conteúdo e estrutura dos componentes fenólicos (como ácido gálico, ácido elágico e ácido tânico, entre outros) que diferem na capacidade de transferir elétrons e/ou prótons convertendo radicais livres altamente reativos em moléculas não reativas estáveis (GÓMEZ-MALDONADO et al., 2020; MAISUTHISAKUL; GORDON, 2009; MARTÍNEZ et al., 2012). No entanto, em geral, o alto potencial antioxidante observado nos extratos fenólicos da casca de manga pode ser devido às ações combinadas de diferentes compostos bioativos, dificultando a definição da contribuição desses compostos nos resultados.

Os resultados dos testes antioxidantes (ABTS e DPPH) mostraram que os extratos de casca de manga obtidos neste trabalho possuem uma atividade sequestradora de radicais livres que está correlacionada com os teores de fenólicos, conforme relatado em outros estudos (NASROLLAHI et al., 2019; YIM et al., 2019). Portanto, os extratos mostraram ter potencial para serem utilizados em filmes poliméricos atribuindo atividade antioxidante a esses materiais para serem aplicados como embalagens ativas de alimentos.

5.2.6 Atividade antimicrobiana

A atividade antimicrobiana dos extratos foi avaliada frente aos microrganismos apresentados na Tabela 6. Não foi encontrada atividade para o extrato aquoso nas concentrações testadas. Da mesma forma, Semerci, Tunç e Okur (2020) avaliaram o efeito antimicrobiano de extratos aquosos obtidos pela maceração de frutos de *Pyracantha coccinea roem* e não encontraram atividade antimicrobiana contra os microrganismos testados. Subramaniam et al. (2020) também não encontraram efeito antimicrobiano para extratos aquosos de casca de banana (*Musa acuminata*), para bactérias gram-positivas.

De acordo com Umamahesh, Gandhi e Reddy (2020) e Lebaka et al. (2021), a casca de manga pode ser considerada um subproduto fonte de compostos bioativos, como mangiferina e β -caroteno, que apresentam diversas atividades biológicas. Dessa forma, verifica-se que a metodologia de extração empregada, utilizando-se água como solvente, não apresentou efetividade para o arraste de substâncias presentes na casca da manga que apresentem efeito antimicrobiano.

Tabela 6 - Atividade antimicrobiana dos extratos fenólicos da casca da manga

Microrganismo	Extrato aquoso		Extrato etanólico		Extrato metanólico	
	(mg mL ⁻¹)		(mg mL ⁻¹)		(mg mL ⁻¹)	
	MIC	MBC	MIC	MBC	MIC	MBC
<i>Escherichia coli</i>	N.E.	N.E.	0,63	N.E.	2,5	N.E.
<i>Salmonella enterica</i>	N.E.	N.E.	2,5	N.E.	1,25	N.E.
<i>Listeria monocytogenes</i>	N.E.	N.E.	0,63	1,25	0,63	1,25
<i>Staphylococcus aureus</i>	N.E.	N.E.	0,31	0,63	0,31	0,63

CIM: concentração inibitória mínima; CBM: concentração bactericida mínima; N.E.: não encontrado. Fonte: Elaborada pela autora.

Os extratos etanólico e metanólico apresentaram atividade antimicrobiana para bactérias gram-positivas (*L. monocytogenes* e *S. aureus*), com maior efeito para *S. aureus*, tendo em vista que para esta bactéria foram necessárias menores concentrações para obtenção de efeito inibitório e bactericida.

Villanueva-Magsombol e Magbojos-Magtibay (2020) avaliaram a atividade antimicrobiana do extrato metanólico de casca de manga obtido por maceração, encontrando atividades inibitórias em uma concentração de 6,25 mg mL⁻¹ para *S. aureus* e *E. coli*, superior à obtida neste estudo. A atividade antimicrobiana dos extratos etanólico e metanólico é atribuída aos compostos fenólicos presentes nesses extratos, o que foi confirmado no teste de Folin-Ciocalteu e na análise por UPLC-QTOF, contendo diferentes grupos funcionais, como grupos hidroxila e carboxílicos (SUBRAMANIAM et al., 2020), evidenciados por bandas características observadas na análise de FTIR (WAHEED et al., 2019).

A presença de um sistema de elétrons deslocalizados seria responsável pela atividade antimicrobiana dos compostos fenólicos. Estudos anteriores já relataram que compostos fenólicos, conhecidos por suas interações com proteínas e enzimas da membrana celular microbiana, podem danificar a estrutura da membrana microbiana e modificar sua hidrofobicidade (FERNÁNDEZ et al., 2019; PRABAKARAN et al., 2018). Outros autores relataram atividade inibitória e/ou bactericida para extratos de subprodutos de frutas elaborados com etanol ou metanol como solvente. Viktorová et al. (2020) encontraram atividade inibitória para *S. aureus* para extratos metanólicos de duas frutas nativas do Chile (*Luma apiculata* e *Cryptocarya alba*). Abdu, Saeed e Fdhel (2020) observaram efeito antimicrobiano em extratos metanólicos e etanólicos da casca de romã.

Comparando-se os extratos etanólico e metanólico, para as bactérias gram-positivas, as amostras apresentaram mesma concentração para efeito bactericida. No ensaio de Folin-Ciocalteu, os dois extratos (etanólico ou metanólico) apresentaram valores semelhantes de polifenóis totais. Dessa forma, esses extratos podem ser utilizados visando efeito antimicrobiano em diversas aplicações. Adem, Ayangbenro e Gopane (2020), trabalhando com extratos de *Olea africana*, também encontraram, para extratos etanólico e metanólico, resultados iguais de concentração inibitória.

Para as bactérias gram-negativas testadas, os extratos etanólico e metanólico apresentaram efeito inibitório do crescimento microbiano, com concentrações superiores as obtidas para as bactérias gram-positivas. Esse fato já era esperado tendo em vista que as bactérias gram-positivas são consideradas menos resistentes que as bactérias gram-negativas

devido a diferenças encontradas na morfologia celular desses microrganismos (DKHIL et al., 2020; HAJAJI et al., 2017; RAMANATHAN et al., 2018).

Os resultados de atividade antioxidante e antimicrobiano dos extratos, obtidos de um subproduto da manga (casca), neste trabalho demonstraram potencial para estes serem utilizados como aditivos em filmes em embalagens na área de alimentos devido os bioativos presentes nestes compostos.

5.3 Caracterização dos filmes de pectina e extratos fenólicos das cascas da manga

5.3.1 Espessura e umidade

O parâmetro da umidade em filmes serve como indicador dos espaços existentes na superfície, como poros e fissuras, que podem facilitar a adsorção de moléculas de água na matriz do filme. Conforme os dados apresentados na Tabela 7, não houve diferença significativa entre os valores de umidades médias dos 4 filmes. Portanto, a adição dos extratos não provocou mudanças na umidade dos filmes estudados, provavelmente devido à quantidade incorporada.

Rodsamran e Sothornvit (2019b) também observaram que não houve mudança no teor de umidade em filmes a base de pectina de limão quando extratos fenólicos da casca de limão foram adicionados.

Tabela 7 - Espessura e umidade dos filmes

Filme	Espessura (mm)	Umidade (%)
FCP	0,042 ± 0,002 ^d	10,85 ± 2,50 ^a
FPEA	0,076 ± 0,003 ^a	10,46 ± 0,78 ^a
FPEE	0,059 ± 0,003 ^c	11,39 ± 0,92 ^a
FPEM	0,067 ± 0,003 ^b	11,18 ± 1,19 ^a

Valores expressos em medias das replicatas da análise ± desvio padrão. Letras diferentes em uma mesma coluna indicam diferença significativa (p<0,05). Fonte: Elaborada pela autora.

Os filmes contendo os extratos fenólicos apresentaram um aumento em suas espessuras em comparação com o filme controle. O filme adicionado do extrato aquoso apresentou o maior valor de espessura e o filme controle o menor valor.

O aumento da espessura dos filmes contendo extratos se deve, possivelmente, ao maior conteúdo de sólidos presentes na mistura de formação do filme que impede a formação

de uma estrutura ordenada levando a filmes mais espessos. Além disso, as interações entre os grupos funcionais da pectina, com os grupos hidroxila, carboxila e hidroxila fenólica, existentes nos extratos também podem contribuir para a formação de uma estrutura mais densa e de maior espessura (LEI et al., 2019). Adilah, Jamilah e Hanani (2018) trabalhando com filmes à base de gelatina e proteína de soja também obtiveram filmes mais espessos após a incorporação de extratos fenólicos de casca de manga.

5.3.2 Matéria Insolúvel

Os teores de matéria insolúvel para os filmes produzidos neste trabalho são apresentados na Tabela 8. Através dessa análise podemos verificar o comportamento dos filmes em água, sendo um parâmetro importante tendo-se em vista que aplicação de filmes como embalagens ou revestimentos de alimentos às vezes exigem baixa solubilidade ou insolubilidade para reforçar as propriedades de barreira à umidade e a estabilidade do prazo de validade dos alimentos protegidos (NISAR et al., 2018).

Pode-se observar que o teor de matéria insolúvel dos filmes contendo os extratos fenólicos foi superior ao do filme controle, composto somente de pectina.

Tabela 8 – Matéria insolúvel, Permeabilidade ao vapor de água e opacidade dos filmes

Filme	Matéria insolúvel (%)	PVA ($\times 10^{-10} \text{g s}^{-1} \text{m}^{-1} \text{Pa}^{-1}$)	Opacidade (%)
FCP	14,82 ± 2,30 ^b	1,61 ± 0,12 ^a	6,97 ± 0,48 ^b
FPEA	27,05 ± 2,89 ^a	1,34 ± 0,15 ^b	7,46 ± 0,39 ^b
FPEE	18,96 ± 2,74 ^{ab}	1,29 ± 0,13 ^b	8,13 ± 0,17 ^a
FPEM	27,76 ± 5,92 ^a	1,47 ± 0,06 ^{ab}	7,36 ± 0,24 ^b

Valores expressos em medias das replicatas da análise ± desvio padrão. Letras diferentes em uma mesma coluna indicam diferença significativa ($p < 0,05$). Fonte: Elaborada pela autora.

O filme controle apresentou um menor teor de matéria insolúvel devido a matriz de pectina ser de natureza altamente hidrofílica possuindo em sua estrutura grupos hidroxila, capazes de formar ligações de hidrogênio com a água, levando a uma maior solubilidade em meio aquoso (NISAR et al., 2018; SALAZAR et al., 2019).

A interação entre os compostos fenólicos dos extratos e a cadeia polissacarídica da matriz de pectina, por meio de ligações de hidrogênio, diminuiu a disponibilidade dos grupos hidroxila do polímero para interação com a água, diminuindo a solubilidade dos filmes, o que

é interessante para aplicações que requerem contato com uma superfície úmida de alimentos (RAMBABU et al., 2019; SUCHETA et al., 2019).

Adilah et al. (2018) relataram que a incorporação de concentrações diferentes de extratos fenólicos em filmes de gelatina de peixe e proteína levou a uma diminuição significativa na solubilidade devido à alta interação da proteína com os polifenóis. Por outro lado, Rodsamran e Sothornvit (2019b) observaram uma maior solubilidade em água dos filmes contendo extrato de casca de limão do que os filmes sem o extrato, o que foi atribuído aos grupos hidrofílicos dos compostos fenólicos.

5.3.3 Permeabilidade ao Vapor de Água (PVA)

O PVA indica a capacidade de barreira dos filmes aos vapores de água, sendo um parâmetro essencial na área de embalagens. Os produtos alimentares são mais suscetíveis à deterioração quando expostos a alta umidade do ambiente por isso é necessário que os materiais propostos a serem utilizados como embalagens de alimentos tenham um baixo valor de PVA. A permeabilidade dos filmes é afetada pela solubilidade em água e difusividade dentro dos componentes do filme (RAMBABU et al., 2019).

O filme controle apresentou o maior valor de PVA devido a pectina utilizada como matriz nos filmes ser um polímero bastante hidrofílico possuindo uma forte dependência da umidade e temperatura relativa favorecendo a uma maior penetração de água no filme controle. A transferência de vapores de água ocorre principalmente através das partes hidrofílicas da estrutura do filme e geralmente depende da razão hidrofóbica-hidrofílica dos componentes do filme (NISAR et al., 2018). Em alta umidade relativa, as moléculas de água adsorvidas podem causar alterações estruturais internas nos filmes, levando a importantes modificações nas propriedades de barreira (SALAZAR et al., 2019).

Os resultados obtidos mostraram que a adição dos extratos fenólicos levou a uma diminuição de PVA dos filmes (TABELA 8), com os filmes com os extratos aquoso e etanólico apresentado os menores valores. A diminuição do PVA pode ser explicada por um aumento da hidrofobicidade da formulação (reduzindo a solubilidade em água) e/ou por interações dos fenólicos com a matriz de pectina (por exemplo, por meio de ligações de hidrogênio), reduzindo o espaço entre as cadeias poliméricas, bloqueando os canais e vias de transporte de água limitando sua penetração através do filme (ou seja, reduzindo a difusividade) (MALHERBI et al., 2019; ADILAH; JAMILAH; HANANI, 2018; SILVA et al., 2018). Neste estudo o efeito

reduzidor de PVA provavelmente se deve ao segundo efeito, ou seja, interações dos fenólicos com a matriz, tornando a estrutura do filme mais compacta (portanto, com menor difusividade da água).

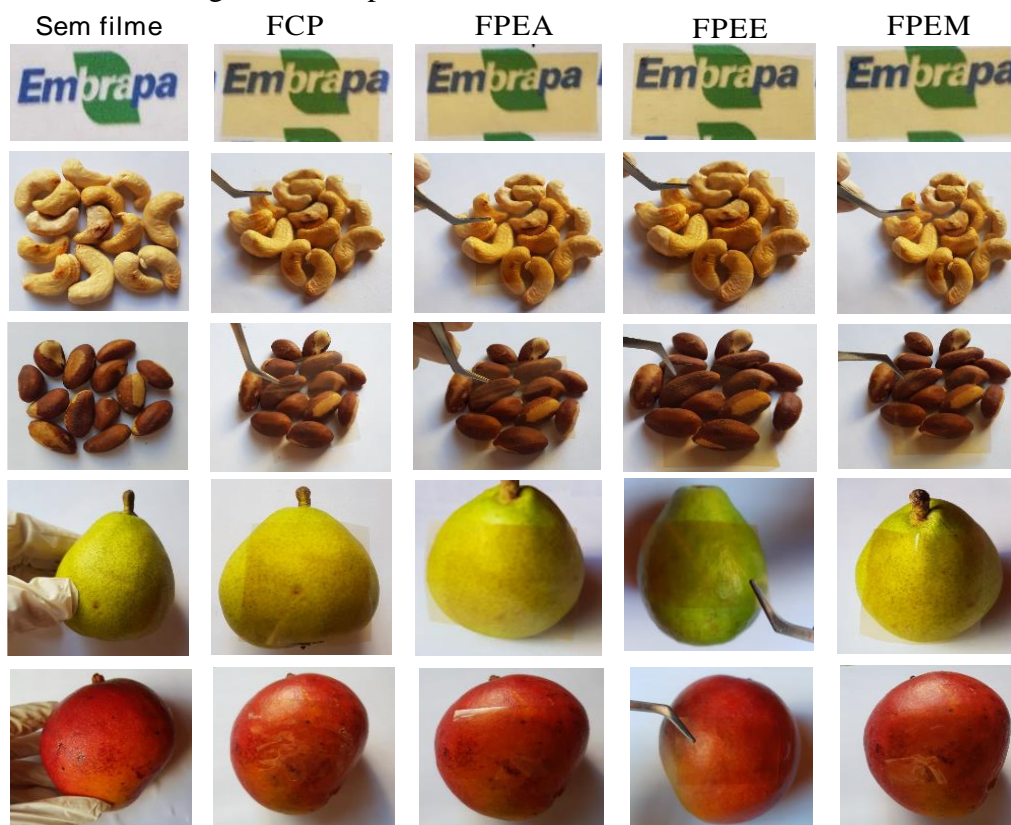
Lei et al. (2019) e Melo et al. (2019) obtiveram filmes com comportamento semelhante com a diminuição dos valores de PVA com a incorporação de extratos fenólicos.

5.3.4 Opacidade

A opacidade é um parâmetro importante para embalagens e/ou revestimentos de alimentos, pois dependendo da aplicação desses materiais, o aspecto visual influenciará na aceitação do produto pelo consumidor. Embora filmes transparentes que permitam a visualização do conteúdo dentro da embalagem sejam geralmente desejados pelos consumidores, a fim de mostrar produtos alimentares dentro da embalagem, materiais com propriedades ativas, como barreira à luz e redução das reações de oxidação, têm sido mais procurados por seus benefícios para a estabilidade dos alimentos evitando reações que levem a deterioração dos mesmos (RODSAMRAN; SOTHORNVIT, 2019b).

A adição de compostos fenólicos aos filmes de biopolímeros geralmente resulta em aumento da opacidade, uma vez que a presença de fases com diferentes índices de refração e a interação entre a matriz polimérica e os extratos de polifenol deveriam reduzir a intensidade da luz que passa pelos filmes. Porém, neste estudo, com exceção do filme com extrato etanólico, os valores de opacidade não foram afetados pela presença dos extratos (Tabela 8). Comportamento semelhante foi relatado por Adilah et al., (2018) utilizando extrato de casca de manga em filmes de gelatina de peixe, por Rodsamran e Sothornvit (2019b) na adição de extrato de limão a filmes de pectina, e por Melo et al. (2019) ao incorporar extrato do caroço de manga em filmes de amido.

Figura 16 - Aspecto visual dos filmes desenvolvidos



Fonte: Elaborada pela autora.

A utilização de filmes amarelados e translúcidos como os obtidos neste estudo pode prejudicar a aceitação do cliente em alguns casos (como quando o alimento é de cor clara), mas é aceitável nos casos em que o próprio produto alimentício é amarelado ou acastanhado, por exemplo, castanha de caju ou amêndoa, como se vê na Figura 16. Além disso, a aceitabilidade dos consumidores melhora quando a adição de compostos bioativos tem por finalidade acrescentar propriedades benéficas (para a estabilidade do próprio produto e até para a própria saúde), neste caso uma atividade antioxidante através da incorporação de extratos fenólicos (RUBILAR et al., 2013).

5.3.5 Ensaios Mecânicos

As propriedades mecânicas são consideradas importantes como parâmetros na avaliação do desempenho funcional dos filmes durante o manuseio, transporte e armazenamento (ADILAH; HANANI, 2019). A Tabela 9 mostra os valores de resistência à

tração, alongamento à ruptura e módulo de Young determinados para avaliar o efeito da adição dos extratos nas propriedades mecânicas dos filmes de pectina.

Tabela 9 - Propriedades mecânicas dos filmes

Filme	Resistência à tração (MPa)	Elongação na ruptura (%)	Módulo elástico (MPa)
FCP	14,57a ± 0,95 ^a	24,51 ± 0,90 ^b	311,94 ± 22,71 ^a
FPEA	11,04 ± 0,37 ^b	24,98 ± 0,96 ^b	168,79 ± 6,99 ^b
FPEE	7,04 ± 0,88 ^c	27,65 ± 5,12 ^b	116,86 ± 10,05 ^c
FPEM	11,50 ± 0,26 ^b	33,71 ± 1,44 ^a	117,98 ± 6,94 ^c

Valores expressos em medias das replicatas da análise ± desvio padrão. Letras diferentes em uma mesma coluna indicam diferença significativa (p<0,05). Fonte: Elaborada pela autora.

O filme controle, contendo apenas pectina, exibiu valor de resistência à tração maior em relação aos filmes com os extratos. Nisar et al. (2018) encontraram um valor de resistência à tração para filmes de pectina cítrica comercial de 14,78 MPa próximo ao encontrado neste trabalho.

Os filmes contendo compostos fenólicos apresentaram menores valores de módulo de elasticidade e resistência à tração. Em relação à deformação plástica, o filme contendo o extrato metanólico foi capaz de se deformar plasticamente em maior extensão quando comparado ao filme controle, enquanto a presença dos extratos aquoso e etanólico não resultou em diferença significativa no alongamento. O maior alongamento do filme com o extrato metanólico pode ser atribuído à interação da pectina com glicerol e polifenóis, reduzindo a atração de ligações intermoleculares na estrutura tridimensional do polímero.

O módulo de elasticidade revelou valores semelhantes para os filmes contendo os extratos etanólico e metanólico, enquanto o filme com extrato aquoso apresentou uma rigidez significativamente mais elevada. Geralmente, o tipo e a concentração de compostos ativos adicionados têm um impacto significativo no comportamento mecânico dos filmes.

A composição, a estrutura do filme e as interações intermoleculares são fatores importantes que afetam as propriedades mecânicas dos filmes. De um modo geral, a incorporação dos extratos fenólicos provocou uma diminuição da resistência e da rigidez e aumento da flexibilidade, em comparação ao filme controle de pectina da manga. As mudanças observadas sugerem que ocorreu um amolecimento na estrutura do filme formando uma estrutura mais flexível com valores de deformação mais altos na presença dos extratos, o que pode ser atribuído às interações intermoleculares que ocorreram entre os grupos hidroxila presentes nos extratos fenólicos e na pectina. Ou seja, a adição dos extratos pode ter causado

uma diminuição nas interações existentes entre as cadeias de pectina tornando a matriz polimérica mais flexível (BAJIĆ et al., 2019; RODSAMRAN; SOTHORNVIT, 2019b). Os extratos atuaram, portanto, como plastificantes, aumentando o volume livre e a mobilidade das cadeias da matriz polimérica (ESPITIA et al., 2014a; ESPOSITO et al., 2016).

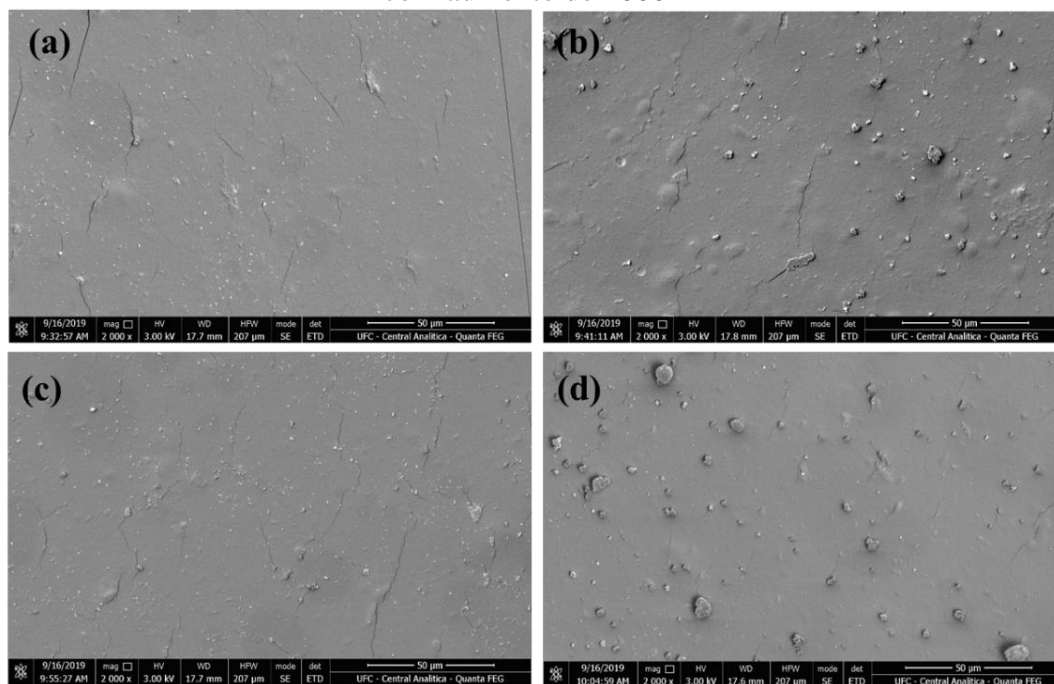
Resultados semelhantes em ensaios mecânicos foram relatados por Rodsamran e Sothornvit (2019b) em filmes à base de pectina com extrato fenólico da casca de limão, por Melo et al. (2019) trabalhando com filmes de amido incorporados com extratos fenólicos obtidos da amêndoa de manga e por Mendes et al. (2019) que trabalhou com filmes de pectina com pó de café. Nesses trabalhos os resultados encontrados foram atribuídos ao efeito plastificante dos extratos fenólicos adicionados na matriz polimérica.

5.3.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microestrutura dos filmes é afetada pela organização interna dos diferentes componentes e pela forma como eles interagem durante o processo de secagem (FABRA et al., 2018). Assim, a análise morfológica oferece informações relevantes sobre a disposição dos componentes nos filmes. As micrografias das superfícies do filme que permaneceram em contato com o ar durante o processo de secagem são mostradas na Figura 17.

Os filmes apresentaram superfícies homogêneas com irregularidades em algumas regiões. O filme controle apresentou uma superfície lisa e homogênea com pequenas partículas dispersas, o que pode ser atribuído à solubilização incompleta da matriz polimérica. Os filmes incorporados com os extratos mantiveram basicamente a mesma estrutura densa e contínua, sugerindo que houve uma forte interação entre a pectina e os extratos (KOC et al., 2020; SILVA et al., 2020). O filme contendo o extrato aquoso apresentou uma textura mais rugosa, onde as partículas encontraram-se distribuídas na superfície do filme.

Figura 17 - Micrografias da superfície dos filmes FCP (a), FPPE (b), FPPEM (c) e FPPEA (d) com aumento de 2000x



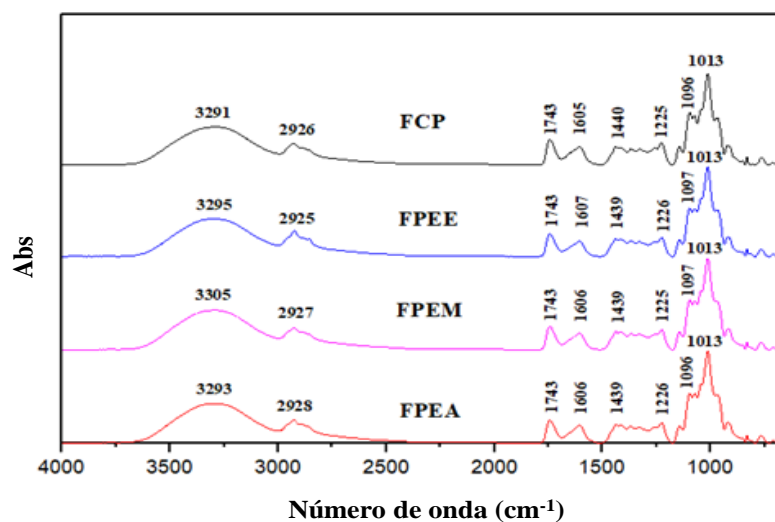
Fonte: Elaborada pela autora.

Filmes de gelatina incorporados com extratos de manga Adilah et al. (2018) e polissacarídeo do noni contendo extrato de folha de mirtilo Han e Song (2021) também mostraram alterações em sua morfologia após a adição de extratos.

5.3.7 Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) em Reflexão Total Atenuada (ATR)

A espectroscopia em ATR foi usada para investigar as interações intermoleculares e estruturais entre os componentes dos filmes. Na Figura 18 encontram-se os espectros de infravermelho para os filmes desenvolvidos neste trabalho, nos quais nota-se que os filmes apresentaram bandas semelhantes.

Figura 18 - Espectro de ATR dos filmes



Fonte: Elaborada pela autora.

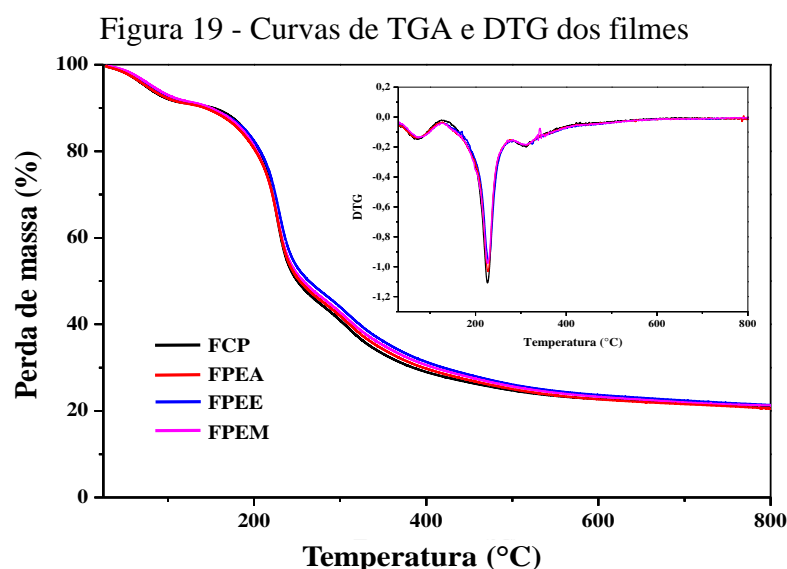
Os filmes apresentam bandas em torno de 3400 cm^{-1} e 2900 cm^{-1} , referentes aos estiramentos de ligações OH e CH respectivamente, presentes na pectina, nos compostos fenólicos e no glicerol presentes nos filmes (RANI et al., 2020). As bandas em 1750 cm^{-1} e 1640 cm^{-1} nos filmes são atribuídas ao estiramento de grupos carboxílicos metil esterificados (C=O) e grupos carboxilatos (COO^-), respectivamente, presentes na estrutura da matriz de pectina (LEI et al., 2019; PIÑEROS-HERNANDEZ et al., 2017). Além disso, as bandas em 1610 cm^{-1} e 1443 cm^{-1} são atribuídas às vibrações assimétricas e simétricas do grupo funcional carboxila, respectivamente (YANG; WEIHONG; HAO, 2014). As bandas em 1103 e 1017 cm^{-1} são atribuídas às vibrações de alongamento C-O-C da estrutura da cadeia polimérica (NISAR et al., 2018). Nos filmes com extratos, as bandas em torno de 1710 cm^{-1} podem ser atribuídas ao alongamento do grupo carbonila em lactonas e saponinas sesquiterpênicas e as bandas na região de $1070\text{-}1030\text{ cm}^{-1}$ estão associadas a R- CH_2OH (vibração de estiramento OH) (FERNÁNDEZ et al., 2019; RANI et al., 2020; YANG; WEIHONG; HAO, 2014).

A adição de extratos aos filmes resultou na redução da intensidade da banda de 3300 cm^{-1} devido às ligações de hidrogênio entre os grupos hidroxila da pectina e os compostos fenólicos nos extratos, conforme relatado em outros estudos (LEI et al., 2019; NISAR et al., 2018; SUCHETA et al., 2019). Portanto, após a adição dos extratos aos filmes não foram observadas bandas adicionais, apenas um pequeno deslocamento na banda em torno de 3300 cm^{-1} possivelmente devido as ligações de hidrogênio formadas entre os compostos presentes no filme.

No trabalho de Lei et al. (2019) utilizando filmes com a mistura de pectina e glucomanano como matriz adicionados com polifenóis de chá foi observado comportamento similar dos filmes, contendo o ativo em concentrações entre 2 e 5%, com variação apenas na intensidade das bandas devido às interações de ligação de hidrogênio entre os componentes.

5.3.8 Análise Termogravimétrica (TGA)

A estabilidade térmica dos filmes foi estudada por análise termogravimétrica. O gráfico abaixo mostra as curvas de TGA e DTG para os filmes (FIGURA 19).



Fonte: Elaborada pela autora.

Os quatro filmes exibiram comportamentos térmicos semelhantes, com três eventos, conforme mostrado nas curvas de TGA (FIGURA 19). O evento inicial na faixa de temperatura entre 28-126°C, com temperaturas máximas entre 71-78°C, refere-se à evaporação da água adsorvida na matriz de pectina (8,63-9,11%), mostrando que houve uma diminuição na quantidade de água adsorvida em comparação com a pectina pura (Figura 12) (LEI et al., 2019; MANRICH et al., 2017). O segundo evento, na faixa de temperatura entre 126-280°C, mostra uma grande perda de massa relacionada à decomposição das cadeias de pectina, glicerol e fenólicos presentes nos extratos com picos máximos entre 225-228°C e perda de massa entre 45,22-46,18% (GO; SONG, 2020; MENDES et al., 2019). O terceiro evento, entre 280-350°C, com temperaturas máximas entre 309-312°C e perdas de massa entre 23,60-24,79%, está relacionado à degradação de oligossacarídeos ligados à matriz de pectina, observado tanto no

termograma do polissacarídeo isolado como nos termogramas dos filmes (BERNHARDT et al., 2017). Os teores residuais da decomposição final dos componentes do filme variaram entre 20,63-21,36% (TABELA 10). Portanto, a adição dos extratos nos filmes não provocou mudanças na estabilidade térmica desses materiais.

Tabela 10 - Eventos da análise termogravimétrica dos filmes

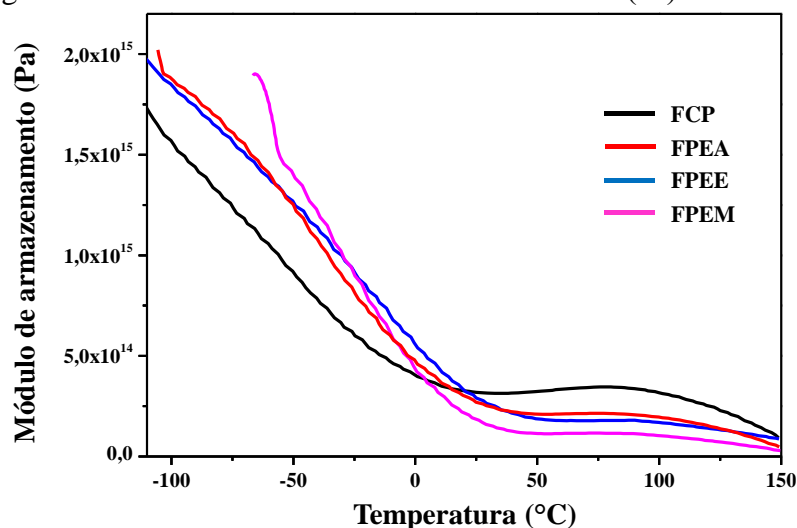
Filme	1º Evento (°C)	Perda de massa (%)	2º Evento (°C)	Perda de massa (%)	3º Evento (°C)	Perda de massa (%)	Resíduos (%)
FCP	28-126	9,11	126-278	46,18	278-350	23,60	21,11
FPEA	28-126	9,11	126-279	45,70	279-350	24,56	20,63
FPEE	28-126	8,86	126-280	43,80	280-350	25,98	21,36
FPEM	28-126	8,63	126-279	45,22	279-350	24,79	21,36

Fonte: Elaborada pela autora.

5.3.9 Análise Dinâmico Mecânica (DMA)

As Figuras 20, 21 e 22 mostram as curvas do módulo de armazenamento (E'), $\tan \delta$ e do módulo de perda (E'') dos filmes em função da temperatura.

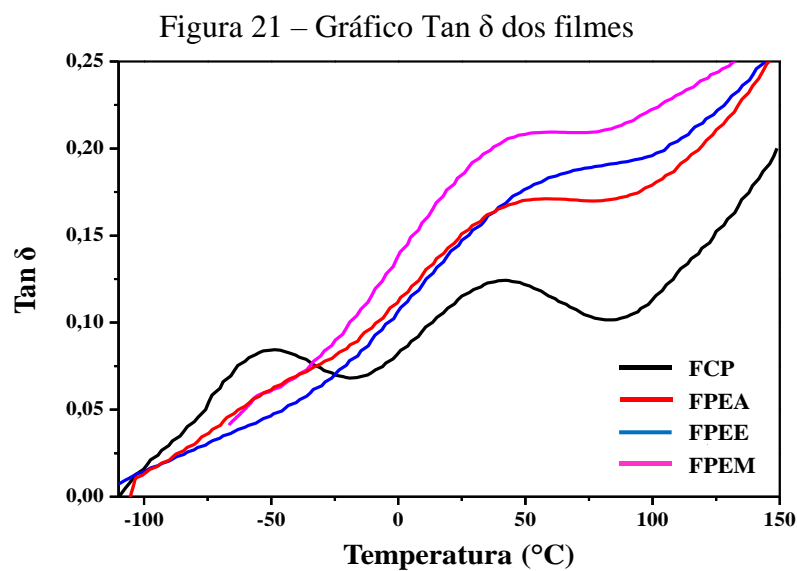
Figura 20 - Gráfico do módulo de armazenamento (E') dos filmes



Fonte: Elaborada pela autora.

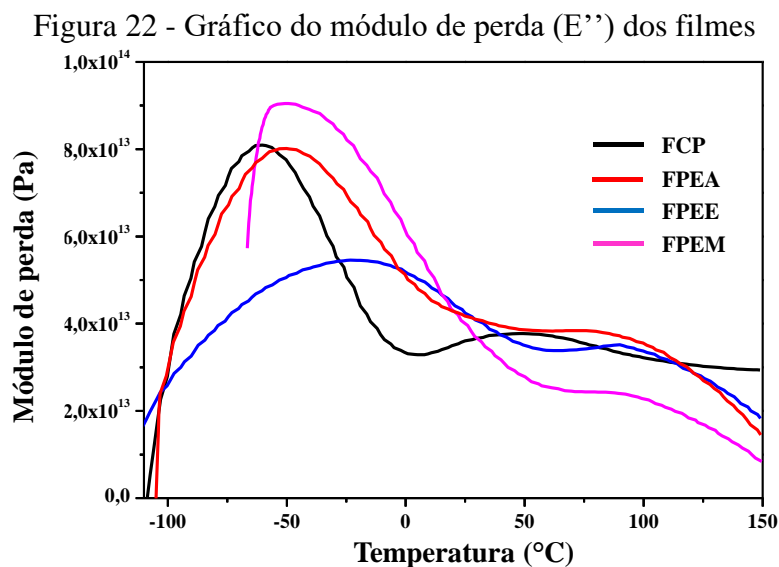
As curvas do gráfico do módulo de armazenamento (E'), Figura 20, mostraram que em temperaturas negativas, onde há restrição na mobilidade das cadeias poliméricas, os extratos adicionados aos filmes proporcionaram um reforço efetivo (filmes mais rígidos), em relação ao

filme controle, uma vez que os dois filmes apresentaram maiores valores de E' . Com o aumento da temperatura, os filmes contendo os extratos apresentaram valores de E' inferiores aos do filme controle de pectina, ou seja, tornaram-se menos rígidos, corroborando os resultados observados nos ensaios mecânicos.



Fonte: Elaborada pela autora.

Para polímeros com ramificação na cadeia principal, como a pectina, mesmo em regiões com mobilidade muito restrita, a técnica DMA captura os movimentos vibracionais e translacionais desses grupos devido à sua alta sensibilidade. Os polissacarídeos exibem relaxações primárias e secundárias em uma ampla faixa de temperatura (FIGURA 21). Esses movimentos geralmente são afetados pelo tipo de ligação glicosídica, tipo de ramificação ligado à cadeia principal, nível de intumescimento, entre outras características (NORCINO et al., 2018; SILVA et al., 2018).



Fonte: Elaborada pela autora.

Todos os filmes apresentaram processos relacionados ao relaxamento de cadeias poliméricas. O primeiro processo a -50°C refere-se à transição vítrea (T_g). O segundo processo, em torno de 50°C , tem sido associado à vibração dos açúcares dos ramos ligados à cadeia principal do ácido galacturônico (SILVA et al., 2018).

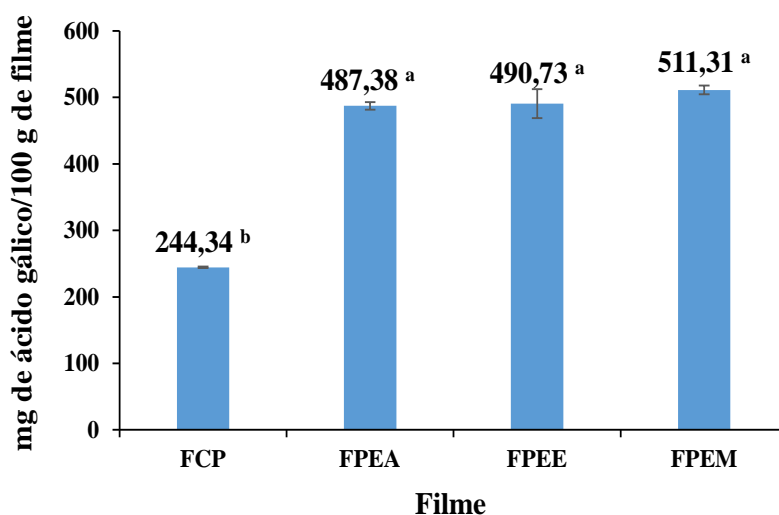
Os valores de T_g para os filmes foram determinados utilizando o gráfico do módulo de perda (E''), Figura 22, através do pico máximo, segundo a norma ASTM 1640 (2013). Os valores de T_g observados foram $-58,7^{\circ}\text{C}$ para FPEA, -59°C para FPEE e $-58,9^{\circ}\text{C}$ para FPEM. O filme controle (FCP), contendo apenas pectina, apresentou T_g de $-60,2^{\circ}\text{C}$. Assim, a adição dos extratos não levou a grande alteração na temperatura de transição vítrea dos filmes.

5.3.10 Teor de Fenólicos Totais e ensaio de inibição do radical DPPH dos filmes

Os ensaios do teor de fenólicos totais e de inibição de radicais DPPH foram realizados para avaliar a atividade antioxidante dos filmes produzidos. Os resultados dos filmes de pectina com e sem incorporação de extratos fenólicos são mostrados nas Figuras 23 e 24.

O DPPH é um radical livre estável e, quando dissolvido em álcool, exibe uma absorção característica em 517 nm. As moléculas antioxidantes atuam como doadoras de hidrogênio e eliminam os radicais livres, mudando a cor da solução de ensaio DPPH de roxo escuro para amarelo claro, resultando em uma redução no valor de absorbância.

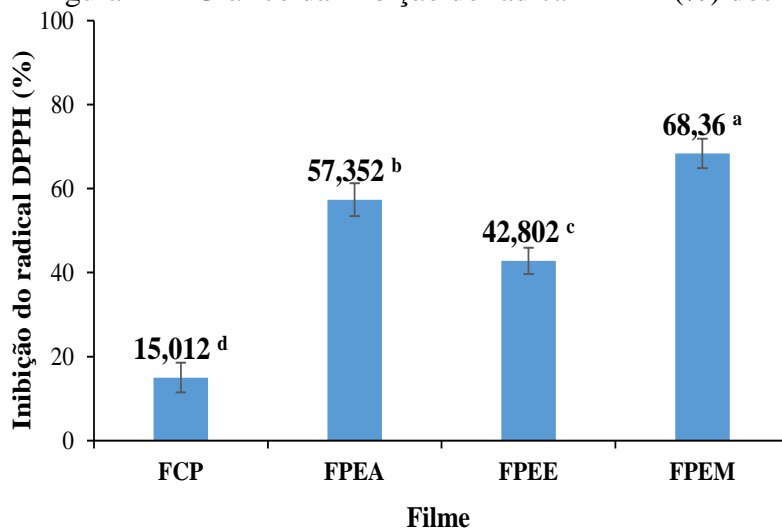
Figura 23 – Gráfico do Teor de Fenólicos Totais dos filmes



Fonte: Elaborada pela autora.

Os filmes com extratos fenólicos exibiram um teor mais alto de fenólicos quando comparados com o filme controle (contendo somente pectina) (FIGURA 23), o que já era esperado devido os teores de fenólicos encontrados nos testes com os extratos. Os valores de TFT dos três filmes com extratos não apresentaram diferença significativa entre eles. Normalmente o TFT se correlaciona com a atividade antioxidante dos materiais de modo diretamente proporcional.

Figura 24 – Gráfico da inibição do radical DPPH (%) dos filmes



Fonte: Elaborada pela autora.

No ensaio de inibição de radicais DPPH (FIGURA 24) o pequeno valor observado no filme controle se deve aos grupos hidroxila da pectina, que podem exibir capacidade antioxidante. Lei et al., (2019) também observou uma leve atividade antioxidante em filmes de pectina cítrica comercial.

A capacidade de inibição dos radicais livres nos filmes contendo os extratos se correlacionou com o teor de fenólicos totais (TFT) observado anteriormente para os extratos fenólicos, com o filme contendo o extrato metanólico apresentando o maior valor de inibição. Vários estudos sobre identificação de compostos fenólicos em cascas de manga relataram que os principais compostos encontrados, independentemente de sua variedade, foram mangiferina, quercetina, ácido elágico e ácido gálico que apresentam propriedade antioxidante (ADILAH; HANANI, 2019). A atividade antioxidante dos grupos fenólicos ocorre devido o anel fenólico ser capaz de deslocar elétrons não emparelhados e doar íons H^+ dos grupos hidroxila capturando radicais livres (DEY et al., 2016b).

No trabalho de Gao et al., (2019) filmes com matriz de pectina e quitosana, adicionado de chá de polifenóis em diferentes concentrações, apresentaram altos valores de inibição do radical DPPH (95-96%) em comparação com o filme controle (19%). A atividade antioxidante foi atribuída a presença de polifenóis no chá, devido à grande quantidade de grupos hidroxila fenólicos em sua estrutura, que podem efetivamente doar hidrogênio aos radicais livres e depois bloquear a reação em cadeia. Comportamento semelhante ao deste trabalho foi encontrado no estudo de Rodsamran e Sothornvit (2019a), onde foi observado um aumento no teor de fenólicos totais e na atividade antioxidante em filmes de pectina após a adição de extrato ambos obtidos da casca do abacaxi.

Os resultados demonstraram que os extratos obtidos da casca da manga incorporados nos filmes atribuíram atividade antioxidante a esses materiais podendo serem utilizados para aplicações em embalagens ativas de alimentos em produtos oxidáveis, como nozes comestíveis.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A pectina isolada das cascas da manga da variedade Tommy Atkins apresentou um rendimento satisfatório e sua estrutura foi elucidada principalmente através das caracterizações de FTIR e RMN ^1H e ^{13}C . O polissacarídeo apresentou boa estabilidade térmica e massa molar na ordem de 10^6 g mol^{-1} . Devido ao alto grau de metoxilação apresentado (58,3%), a pectina da casca de manga se mostrou adequada para ser utilizada como matriz polimérica na preparação de filmes e/ou revestimentos.

Os extratos obtidos das cascas da manga apresentaram compostos fenólicos confirmados através das análises do teor de fenólicos e da cromatografia líquida de ultra eficiência. Devido à presença desses compostos bioativos, os extratos obtiveram bons resultados nos testes de atividade antioxidante e antimicrobiana, com potencial para serem incorporados em filmes ativos para embalagens alimentos.

Os resultados obtidos para os filmes desenvolvidos a partir de pectina com os extratos fenólicos obtidos da casca da manga, mostraram que a sua incorporação melhorou as propriedades dos filmes nos ensaios mecânicos, na Permeabilidade ao Vapor de Água e na solubilidade. Devido a presença dos extratos, os filmes apresentaram boa capacidade antioxidante podendo ser utilizados como potenciais inibidores de processos oxidativos em alimentos.

O filme de pectina contendo o extrato etanólico mostrou-se como sendo o material mais promissor para ser utilizado como embalagem ativa em alimentos, pois este extrato apresentou tanto atividade antimicrobiana como antioxidante nos ensaios realizados.

Portanto, as cascas de manga demonstraram ser uma fonte alternativa para obtenção de pectina e compostos fenólicos, que foram utilizados para elaboração de filmes ativos, tornando-os materiais promissores para embalagens/revestimentos ativos de alimentos, especialmente produtos alimentícios suscetíveis à oxidação lipídica, incluindo nozes comestíveis, frutas e cereais matinais.

7 PERSPECTIVAS PARA NOVOS TRABALHOS

Os resultados apresentados nesta tese foram os primeiros passos para obtenção e melhoria de filmes com pectina e compostos fenólicos extraídos das cascas da manga da variedade Tommy Atkins, um subproduto agroindustrial com valor agregado. Os filmes produzidos se mostraram viáveis com baixo custo de obtenção, sobretudo na perspectiva de torná-los um agronegócio rentável. Como sugestão para trabalhos futuros com esses filmes, recomenda-se a realização de novos ensaios antimicrobianos, utilizando cepas específicas da área de alimentos, análise sensorial e testes de citotoxicidade (fibroblastos e queratinócitos).

REFERÊNCIAS

- ABDALLA, A. E. M. *et al.* Egyptian mango by-product 2: Antioxidant and antimicrobial activities of extract and oil from mango seed kernel. **Food Chemistry**, v. 103, n. 4, p. 1141–1152, 2007.
- ABDEL-ATY, A. M. *et al.* Phenolic-antioxidant capacity of mango seed kernels: therapeutic effect against viper venoms. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 28, n. 5, p. 594–601, 2018.
- ABDU, O. H.; A. M. SAEED, A.; FDHEL, T. A. Polyphenols/Flavonoids Analysis and Antimicrobial Activity in Pomegranate Peel Extracts. **Electronic Journal of University of Aden for Basic and Applied Sciences**, v. 1, n. 1, p. 14–19, 2020.
- ADEM, S. R.; AYANGBENRO, A. S.; GOPANE, R. E. Phytochemical screening and antimicrobial activity of *Olea europaea* subsp. *africana* against pathogenic microorganisms. **Scientific African**, v. 10, p. e00548, 2020.
- ADILAH, A. N. *et al.* Utilization of mango peel extracts on the biodegradable films for active packaging. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 16, p. 1–7, 2018.
- ADILAH, Z. A. M.; JAMILAH, B.; HANANI, Z. A. N. Functional and antioxidant properties of protein-based films incorporated with mango kernel extract for active packaging. **Food Hydrocolloids**, v. 74, p. 207–218, 2018.
- ADILAH, Z. A. M.; HANANI, Z. A. N. Storage stability of soy protein isolate films incorporated with mango kernel extract at different temperature. **Food Hydrocolloids**, v. 87, p. 541–549, 2019.
- AGATONOVIC-KUSTRIN, S.; KUSTRIN, E.; MORTON, D. W. Phenolic acids contribution to antioxidant activities and comparative assessment of phenolic content in mango pulp and peel. **South African Journal of Botany**, v. 116, p. 158–163, 2018.
- AJILA, C. M. *et al.* Bioactive compounds and antioxidant potential of mango peel extract. **Food Chemistry**, v. 105, n. 3, p. 982–988, 2007.
- AJILA, C. M. *et al.* Mango peel powder: A potential source of antioxidant and dietary fiber in macaroni preparations. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 11, n. 1, p. 219–224, 2010.
- AJILA, C. M.; RAO, U. J. S. P. Mango peel dietary fibre: Composition and associated bound phenolics. **Journal of Functional Foods**, v. 5, n. 1, p. 444–450, 2013.
- ALANÓN, M. E. *et al.* Evolution of bioactive compounds of three mango cultivars (*Mangifera indica* L.) at different maturation stages analyzed by HPLC-DAD-q-TOF-MS. **Food Research International**, v. 125, 2019.
- ALBUQUERQUE, M. A. C. DE *et al.* Tropical fruit by-products water extracts of tropical fruit by-products as sources of soluble fibres and phenolic compounds with potential

antioxidant, anti-inflammatory, and functional properties. **Journal of Functional Foods**, v. 52, p. 724–733, 2019.

AL-HADHRAMI, R. M. S.; HOSSAIN, M. A. Evaluation of antioxidant, antimicrobial and cytotoxic activities of seed crude extracts of *Ammi majus* grown in Oman. **Egyptian Journal of Basic and Applied Sciences**, v. 3, n. 4, p. 329–334, 2016.

ALMASI, L. *et al.* Fabrication and characterization of antimicrobial biopolymer films containing essential oil-loaded microemulsions or nanoemulsions. **Food Hydrocolloids**, v. 117, 2021.

AN, J. Y. *et al.* An efficiency strategy for extraction and recovery of ellagic acid from waste chestnut shell and its biological activity evaluation. **Microchemical Journal**, v. 160, 2021.

ANDRADE, J.; GONZÁLEZ-MARTÍNEZ, C.; CHIRALT, A. Antimicrobial PLA-PVA multilayer films containing phenolic compounds. **Food Chemistry**, v. 375, 2022.

ARORA, A. *et al.* Process design and techno-economic analysis of an integrated mango processing waste biorefinery. **Industrial Crops and Products**, v. 116, p. 24–34, 2018.

ASIF, A. *et al.* Therapeutic potentials of bioactive compounds from mango fruit wastes. **Trends in Food Science and Technology**, v. 53, p. 102–112, 2016.

ASTM 1640. Standard test method for assignment of the glass transition temperature by dynamic mechanical analysis. In: **ASTM International**, West Conshohocken, 2013.

ASTM D882. Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting. In: **ASTM International**, West Conshohocken, 2012.

ASTM E96/E96M. Standard test methods for water vapor transmission of materials. In: **ASTM International**, West Conshohocken, 2016.

AZEREDO, H. M. C.; WALDRON, K. W. Crosslinking in polysaccharide and protein films and coatings for food contact - A review. **Trends in Food Science and Technology**, v. 52, p. 109–122, 2016.

BAJIĆ, M. *et al.* Natural plant extracts as active components in chitosan-based films: A comparative study. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 21, 2019.

BALTACIOĞLU, H. *et al.* Optimization of microwave-assisted extraction of phenolic compounds from tomato: Characterization by FTIR and HPLC and comparison with conventional solvent extraction. **Vibrational Spectroscopy**, v. 113, 2021.

BANERJEE, J. *et al.* A hydrocolloid based biorefinery approach to the valorisation of mango peel waste. **Food Hydrocolloids**, v. 77, p. 142–151, 2018.

BARRETO, J. C. *et al.* Characterization and quantitation of polyphenolic compounds in bark, kernel, leaves, and peel of mango (*Mangifera indica* L.). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, n. 14, p. 5599–5610, 2008.

BASANTA, M. F. *et al.* Cherry (*Prunus avium*) phenolic compounds for antioxidant preservation at food interfaces. **Journal of Food Engineering**, v. 239, p. 15–25, 2018.

BASHIR, A. *et al.* Co-concentration effect of silane with natural extract on biodegradable polymeric films for food packaging. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 106, p. 351–359, 2018.

BÉDOUET, L.; COURTOIS, B.; COURTOIS, J. Rapid quantification of O-acetyl and O-methyl residues in pectin extracts. **Carbohydrate Research**, v. 338, p. 379–383, 2003

BELIZÓN, M. *et al.* Supercritical impregnation of antioxidant mango polyphenols into a multilayer PET/PP food-grade film. **Journal of CO₂ Utilization**, v. 25, p. 56–67, 2018.

BERMÚDEZ-ORIA, A. *et al.* Physical and functional properties of pectin-fish gelatin films containing the olive phenols hydroxytyrosol and 3,4-dihydroxyphenylglycol. **Carbohydrate Polymers**, v. 178, p. 368–377, 2017.

BERNHARDT, D. C. *et al.* Pectin-based composite film: Effect of corn husk fiber concentration on their properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 164, p. 13–22, 2017.

BRANDT, A. L. *et al.* Inhibition of *Listeria monocytogenes* by Food Antimicrobials Applied Singly and in Combination. **Journal of Food Science**, v. 75, n. 9, 2010.

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**, v. 121, p. 412–421, 2019.

CABELLO, S. D. P. *et al.* Influence of plasticizers in pectin films: Microstructural changes. **Materials Chemistry and Physics**, v. 162, p. 491–497, 2015.

CANTERI, M. H. G. *et al.* Pectina: da Matéria-Prima ao Produto Final. **Polimeros**, v. 22, n. 2, p. 149–157, 2012.

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

CHAIWARIT, T. *et al.* Mango (cv. Nam Dokmai) peel as a source of pectin and its potential use as a film-forming polymer. **Food Hydrocolloids**, v. 102, 2020.

CHEN, Y. *et al.* Effects of mango peel powder on starch digestion and quality characteristics of bread. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 140, p. 647–652, 2019a.

CHEN, Y. *et al.* Characterization and functional properties of a pectin/tara gum based edible film with ellagitannins from the unripe fruits of *Rubus chingii* Hu. **Food Chemistry**, v. 325, 2020a.

CRUZ, R. G. da *et al.* Comparison of the antioxidant property of acerola extracts with synthetic antioxidants using an in vivo method with yeasts. **Food Chemistry**, v. 277, p. 698–705, 2019.

CUI, S. W.; CHANG, Y. H. Emulsifying and structural properties of pectin enzymatically extracted from pumpkin. **LWT - Food Science and Technology**, v. 58, n. 2, p. 396–403, 2014.

DENG, Z. *et al.* Effects of cultivar and growth region on the structural, emulsifying and rheological characteristic of mango peel pectin. **Food Hydrocolloids**, v. 103, 1 jun. 2020.

DESHMUKH, R. K. *et al.* Guar gum/carboxymethyl cellulose based antioxidant film incorporated with halloysite nanotubes and litchi shell waste extract for active packaging. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 201, p. 1–13, 2022.

DEY, T. B. *et al.* Antioxidant phenolics and their microbial production by submerged and solid state fermentation process: A review. **Trends in Food Science and Technology**, v. 53, p. 60-74, 2016.

DKHIL, M. A. *et al.* Anthelmintic and antimicrobial activity of *Indigofera oblongifolia* leaf extracts. **Saudi Journal of Biological Sciences**, v. 27, n. 2, p. 594–598, 2020.

DIBANDA, R. F. *et al.* Effect of microwave blanching on antioxidant activity, phenolic compounds and browning behaviour of some fruit peelings. **Food Chemistry**, v. 302, 2020.

DORTA, E. *et al.* Screening of phenolic compounds in by-product extracts from mangoes (*Mangifera indica* L.) by HPLC-ESI-QTOF-MS and multivariate analysis for use as a food ingredient. **Food Research International**, v. 57, p. 51–60, 2014.

DRANCA, F.; OROIAN, M. Extraction, purification and characterization of pectin from alternative sources with potential technological applications. **Food Research International**, v. 113, p. 327-350, 2018.

EINHORN-STOLL, U. Pectin-water interactions in foods – From powder to gel. **Food Hydrocolloids**, v. 78, p. 109–119, 2018.

EINHORN-STOLL, U.; KUNZEK, H.; DONGOWSKI, G. Thermal analysis of chemically and mechanically modified pectins. **Food Hydrocolloids**, v. 21, n. 7, p. 1101–1112, 2007.

ELGUEA-CULEBRAS, G. O. DE; BRAVO, E. M.; SÁNCHEZ-VIOQUE, R. Potential sources and methodologies for the recovery of phenolic compounds from distillation residues of Mediterranean aromatic plants. An approach to the valuation of by-products of the essential oil market – A review. **Industrial Crops and Products**, v. 175, 114261, 2022.

ESPITIA, P. J. P. *et al.* Optimal antimicrobial formulation and physical-mechanical properties of edible films based on açai and pectin for food preservation. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 2, n. 1, p. 38–49, 2014a.

ESPITIA, P. J. P. *et al.* Edible films from pectin: Physical-mechanical and antimicrobial properties - A review. **Food Hydrocolloids**, v. 35, p.287-296, 2014b.

ESPOSITO, D.; ANTONIETTI, M. Redefining biorefinery: the search for unconventional building blocks for materials. **Chemical Society Reviews**, v. 44, n. 16, p. 5821–5835, 2015.

ESPOSITO, M. *et al.* Polyamines as new cationic plasticizers for pectin-based edible films. **Carbohydrate Polymers**, v. 153, p. 222–228, 2016.

ESTEBAN, J.; LADERO, M. Food waste as a source of value-added chemicals and materials: a biorefinery perspective. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 53, p. 1095–1108, 2018.

EZZATI, S. *et al.* Pectin from sunflower by-product: Optimization of ultrasound-assisted extraction, characterization, and functional analysis. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 165, p. 776–786, 2020.

FABRA, M. J. *et al.* Antiviral and antioxidant properties of active alginate edible films containing phenolic extracts. **Food Hydrocolloids**, v. 81, p. 96–103, 2018.

FERNÁNDEZ, N. J. *et al.* *Laurus nobilis* L. Extracts against *Paenibacillus* larvae: Antimicrobial activity, antioxidant capacity, hygienic behavior and colony strength. **Saudi Journal of Biological Sciences**, v. 26, n. 5, p. 906–912, 2019.

FERNÁNDEZ-AGULLÓ, A. *et al.* Influence of solvent on the antioxidant and antimicrobial properties of walnut (*Juglans regia* L.) green husk extracts. **Industrial Crops and Products**, v. 42, n. 1, p. 126–132, 2013.

FERNÁNDEZ-PONCE, M. T. *et al.* Use of high pressure techniques to produce *Mangifera indica* L. leaf extracts enriched in potent antioxidant phenolic compounds. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 29, p. 94–106, 2015.

FERREIRA-LAZARTE, A. *et al.* In vitro fermentation properties of pectins and enzymatic-modified pectins obtained from different renewable bioresources. **Carbohydrate Polymers**, v. 199, p. 482–491, 2018.

FLÓREZ, M. *et al.* Chitosan for food packaging: Recent advances in active and intelligent films. **Food Hydrocolloids**, v. 124, 107328, 2022.

GAO, H. X. *et al.* A functional polysaccharide film forming by pectin, chitosan, and tea polyphenols. **Carbohydrate Polymers**, v. 215, p. 1–7, 2019.

GARCIA-MENDOZA, M. P. *et al.* Extracts from mango peel by-product obtained by supercritical CO₂ and pressurized solvent processes. **LWT - Food Science and Technology**, v. 62, n. 1, p. 131–137, 2015.

GIL-MARTÍN, E. *et al.* Influence of the extraction method on the recovery of bioactive phenolic compounds from food industry by-products. **Food Chemistry**, v. 378, 131918, 2022.

GO, E. J.; SONG, K. B. Development and characterization of Citrus Junos Pomace pectin films incorporated with Rambutan (*Nephelium Lappaceum*) peel extract. **Coatings**, v. 10, n. 8, 2020.

GÓMEZ-MALDONADO, D. *et al.* Antifungal activity of mango kernel polyphenols on mango fruit infected by anthracnose. **LWT**, v. 126, 2020.

- GOPI, D. *et al.* Novel banana peel pectin mediated green route for the synthesis of hydroxyapatite nanoparticles and their spectral characterization. **Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 118, p. 589–597, 2014.
- GRASSINO, A. N. *et al.* Utilization of tomato peel waste from canning factory as a potential source for pectin production and application as tin corrosion inhibitor. **Food Hydrocolloids**, v. 52, p. 265–274, 2016.
- GUAMÁN-BALCÁZAR, M. C. *et al.* Precipitation of mango leaves antioxidants by supercritical antisolvent process. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 128, p. 218–226, 2017.
- GUAMÁN-BALCÁZAR, M. C. *et al.* Production of submicron particles of the antioxidants of mango leaves/PVP by supercritical antisolvent extraction process. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 143, p. 294–304, 2019.
- GUANDALINI, B. B. V.; RODRIGUES, N. P.; MARCZAK, L. D. F. Sequential extraction of phenolics and pectin from mango peel assisted by ultrasound. **Food Research International**, v. 119, p. 455–461, 2019.
- GUO, X. *et al.* Developing precipitation modes for preventing the calcium-oxalate contamination of sugar beet pectins. **Food Chemistry**, v. 182, p. 64–71, 2015.
- GUPTA, A. *et al.* Antioxidant, anti-inflammatory and hepatoprotective activities of *Terminalia bellirica* and its bioactive component ellagic acid against diclofenac induced oxidative stress and hepatotoxicity. **Toxicology Reports**, v. 8, p. 44–52, 2021.
- HAJAJI, S. *et al.* Amoebicidal, antimicrobial and in vitro ROS scavenging activities of Tunisian *Rubus ulmifolius* Schott, methanolic extract. **Experimental Parasitology**, v. 183, p. 224–230, 2017.
- HAMINIUK, C. W. I. *et al.* Extraction and quantification of phenolic acids and flavonols from *Eugenia pyriformis* using different solvents. **Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 10, p. 2862–2866, 2014.
- HAN, H. S.; SONG, K. BIN. Noni (*Morinda citrifolia*) fruit polysaccharide films containing blueberry (*Vaccinium corymbosum*) leaf extract as an antioxidant packaging material. **Food Hydrocolloids**, v. 112, 2021.
- HANANI, Z. A. N.; YEE, F. C.; NOR-KHAIZURA, M. A. R. Effect of pomegranate (*Punica granatum* L.) peel powder on the antioxidant and antimicrobial properties of fish gelatin films as active packaging. **Food Hydrocolloids**, v. 89, p. 253–259, 2019.
- HOSSEINI, S. S. *et al.* Optimization and characterization of pectin extracted from sour orange peel by ultrasound assisted method. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 125, p. 621–629, 2019.
- HOSSEINI, S. S.; KHODAIYAN, F.; YARMAND, M. S. Optimization of microwave assisted extraction of pectin from sour orange peel and its physicochemical properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 140, p. 59–65, 2016.

- HOU, Z. *et al.* Beneficial effects of high pressure processing on the interaction between RG-I pectin and cyanidin-3-glucoside. **Food Chemistry**, v. 383, 2022.
- HOYOS-ARBELÁEZ, J. *et al.* Antioxidant capacity of mango fruit (*Mangifera indica*). An electrochemical study as an approach to the spectrophotometric methods. **Food Chemistry**, v. 266, p. 435–440, 2018.
- HWANG, E. S.; THI, N. D. Effects of extraction and processing methods on antioxidant compound contents and radical scavenging activities of laver (*Porphyra tenera*). **Preventive Nutrition and Food Science**, v. 19, n. 1, p. 40–48, 2014.
- JAFARZADEH, S. *et al.* Biodegradable green packaging with antimicrobial functions based on the bioactive compounds from tropical plants and their by-products. **Trends in Food Science and Technology**, v. 100, p. 262-277, 2020.
- JAHURUL, M. H. A. *et al.* Mango (*Mangifera indica* L.) by-products and their valuable components: A review. **Food Chemistry**, v. 183, p. 173-180, 2015.
- JAMRÓZ, E. *et al.* Intelligent and active composite films based on furcellaran: Structural characterization, antioxidant and antimicrobial activities. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 22, 2019.
- JIANG, W. *et al.* Structural characterization of pectin-bismuth complexes and their aggregation in acidic conditions. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 154, p. 788–794, 2020.
- JINDAL, M. *et al.* *Aegle marmelos* fruit pectin for food and pharmaceuticals: Physico-chemical, rheological and functional performance. **Carbohydrate Polymers**, v. 93, n. 2, p. 386–394, 2013.
- JRIDI, M. *et al.* Physicochemical, antioxidant and antibacterial properties of fish gelatin-based edible films enriched with orange peel pectin: Wrapping application. **Food Hydrocolloids**, v. 103, 2020.
- KABIR, F. *et al.* Antioxidant and cytoprotective activities of extracts prepared from fruit and vegetable wastes and by-products. **Food Chemistry**, v. 167, p. 358–362, 2015.
- KARBOUNE, S.; KHODAEI, N. Structures, isolation and health-promoting properties of pectic polysaccharides from cell wall-rich food by-products: A source of functional ingredients. **Current Opinion in Food Science**, v. 8, p. 50-55, 2016.
- KAUR, J. *et al.* Nanomaterial loaded chitosan nanocomposite films for antimicrobial food packaging. **Materials Today: Proceedings**, v. 28, p. 1904-1909, 2020.
- KAZEMI, M.; KHODAIYAN, F.; HOSSEINI, S. S. Utilization of food processing wastes of eggplant as a high potential pectin source and characterization of extracted pectin. **Food Chemistry**, v. 294, p. 339–346, 2019.

KIM, H. *et al.* Antioxidant and antiproliferative activities of mango (*Mangifera indica* L.) flesh and peel. **Food Chemistry**, v. 121, n. 2, p. 429–436, 2010.

KIM, Y. *et al.* Molecular differences of low methoxy pectins induced by pectin methyl esterase I: Effects on texture, release and perception of aroma in gel systems. **Food Chemistry**, v. 123, n. 2, p. 451–455, 2010.

KIRKAN, B. Antioxidant potential, enzyme inhibition activity, and phenolic profile of extracts from *Stachys cretica* subsp. *vacillans*. **Industrial Crops and Products**, v. 140, 111639, 2019.

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

KOUBALA, B. B. *et al.* Effect of extraction conditions on some physicochemical characteristics of pectins from “Améliorée” and “Mango” mango peels. **Food Hydrocolloids**, v. 22, n. 7, p. 1345–1351, 2008.

KOZIOŁ, A. *et al.* Changes of pectin nanostructure and cell wall stiffness induced in vitro by pectinase. **Carbohydrate Polymers**, v. 161, p. 197–207, 2017.

KUMAR, S.; MUKHERJEE, A.; DUTTA, J. Chitosan based nanocomposite films and coatings: Emerging antimicrobial food packaging alternatives. **Trends in Food Science and Technology**, v. 97, p. 196-209, 2020.

LEBAKA, V. R. *et al.* Nutritional composition and bioactive compounds in three different parts of mango fruit. **International Journal of Environmental Research and Public Health**, v. 18, p. 741, 2021.

LEI, Y. *et al.* Investigation of the structural and physical properties, antioxidant and antimicrobial activity of pectin-konjac glucomannan composite edible films incorporated with tea polyphenol. **Food Hydrocolloids**, v. 94, p. 128–135, 2019.

LI, J. *et al.* Identification of chemical composition of leaves and flowers from *paeonia rockii* by UHPLC-Q-Exactive Orbitrap HRMS. **Molecules**, v. 21, n. 7, 2016.

LIN, L. *et al.* Structural elucidation of a pectin from flowers of *Lonicera japonica* and its antipancreatic cancer activity. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 88, p. 130–137, 2016.

LIN, Z. *et al.* The protective effect of Ellagic acid (EA) in osteoarthritis: An in vitro and in vivo study. **Biomedicine and Pharmacotherapy**, v. 125, 2020.

LIU, H. *et al.* Extraction, characterization and spontaneous gelation mechanism of pectin from *Nicandra physaloides* (Linn.) Gaertn seeds. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 195, p. 523–529, 2022.

LOBO, F. A. *et al.* Foam mat drying of Tommy Atkins mango: Effects of air temperature and concentrations of soy lecithin and carboxymethylcellulose on phenolic composition, mangiferin, and antioxidant capacity. **Food Chemistry**, v. 221, p. 258–266, 2017.

- LÓPEZ-COBO, A. *et al.* Use of HPLC- and GC-QTOF to determine hydrophilic and lipophilic phenols in mango fruit (*Mangifera indica* L.) and its by-products. **Food Research International**, v. 100, p. 423–434, 2017.
- MAISUTHISAKUL, P.; GORDON, M. H. Antioxidant and tyrosinase inhibitory activity of mango seed kernel by product. **Food Chemistry**, v. 117, n. 2, p. 332–341, 2009.
- MALHERBI, N. M. *et al.* Corn starch and gelatin-based films added with guabiroba pulp for application in food packaging. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 19, p. 140–146, 2019.
- MANRICH, A. *et al.* Hydrophobic edible films made up of tomato cutin and pectin. **Carbohydrate Polymers**, v. 164, p. 83–91, 2017.
- MARCILLO-PARRA, V. *et al.* Characterization and quantification of bioactive compounds and antioxidant activity in three different varieties of mango (*Mangifera indica* L.) peel from the Ecuadorian region using HPLC-UV/VIS and UPLC-PDA. **NFS Journal**, v. 23, p. 1–7, 2021.
- MARCON, M. V. *et al.* Pectins from Apple Pomace-Characterization by ¹³C and ¹H NMR Spectroscopy. **Annal of Magnetic Resonance**, v. 4, p. 56-63, 2005.
- MARTÍNEZ, R. *et al.* Chemical, technological and in vitro antioxidant properties of mango, guava, pineapple and passion fruit dietary fibre concentrate. **Food Chemistry**, v. 135, n. 3, p. 1520–1526, 2012.
- MARTINS, G. R. *et al.* Chemical characterization, antioxidant and antimicrobial activities of açai seed (*Euterpe oleracea* Mart.) extracts containing A- and B-type procyanidins. **LWT**, v. 132, 2020.
- MATHARU, A. S. *et al.* Acid-free microwave-assisted hydrothermal extraction of pectin and porous cellulose from mango peel waste-towards a zero waste mango biorefinery. **Green Chemistry**, v. 18, n. 19, p. 5280–5287, 2016.
- MELO, P. E. F. *et al.* Antioxidant films from mango kernel components. **Food Hydrocolloids**, v. 95, p. 487–495, 2019.
- MENDES, J. F. *et al.* Development and physical-chemical properties of pectin film reinforced with spent coffee grounds by continuous casting. **Carbohydrate Polymers**, v. 210, p. 92–99, 2019.
- MENZEL, C. *et al.* Antioxidant starch films containing sunflower hull extracts. **Carbohydrate Polymers**, v. 214, p. 142–151, 2019.
- MIRÓN-MÉRIDA, V. A. *et al.* Valorization of coffee parchment waste (*Coffea arabica*) as a source of caffeine and phenolic compounds in antifungal gellan gum films. **LWT**, v. 101, p. 167–174, 2019.

- MOALLA, S. *et al.* Development and characterization of chitosan films carrying *Artemisia campestris* antioxidants for potential use as active food packaging materials. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 183, p. 254–266, 2021.
- MONRIBOT-VILLANUEVA, J. L. *et al.* Endorsing and extending the repertory of nutraceutical and antioxidant sources in mangoes during postharvest shelf life. **Food Chemistry**, v. 285, p. 119–129, 2019.
- MORIASI, G. A. *et al.* In vivo anti-inflammatory, anti-nociceptive, and in vitro antioxidant efficacy, and acute oral toxicity effects of the aqueous and methanolic stem bark extracts of *Lonchocarpus eriocalyx* (Harms.). **Heliyon**, v. 7, n. 5, p. e07145, 2021.
- MOURE, A. *et al.* Natural antioxidants from residual sources. **Food Chemistry**, v. 72, p. 145-171, 2001.
- MUCCILLI, V. *et al.* α -Glucosidase inhibition and antioxidant activity of an oenological commercial tannin. Extraction, fractionation and analysis by HPLC/ESI-MS/MS and ¹H NMR. **Food Chemistry**, v. 215, p. 50–60, 2017.
- MUGWAGWA, L. R.; CHIMPHANGO, A. F. A. Box-Behnken design based multi-objective optimisation of sequential extraction of pectin and anthocyanins from mango peels. **Carbohydrate Polymers**, v. 219, p. 29–38, 2019.
- MUNARIN, F.; TANZI, M. C.; PETRINI, P. Advances in biomedical applications of pectin gels. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 51, p. 681-689, 2012.
- NAHDI, A. *et al.* Effect of *Hypericum humifusum* aqueous and methanolic leaf extracts on biochemical and histological parameters in adult rats. **Biomedicine and Pharmacotherapy**, v. 108, p. 144–152, 2018.
- NAQASH, F. *et al.* Emerging concepts in the nutraceutical and functional properties of pectin—A Review. **Carbohydrate Polymers**, v. 168, p. 227-239, 2017.
- NASROLLAHI, S. *et al.* Gas chromatography-mass spectrometry analysis and antimicrobial, antioxidant and anti-cancer activities of essential oils and extracts of *Stachys schtschegleevii* plant as biological macromolecules. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 128, p. 718–723, 2019.
- NISAR, T. *et al.* Characterization of citrus pectin films integrated with clove bud essential oil: Physical, thermal, barrier, antioxidant and antibacterial properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 106, p. 670–680, 2018.
- NORCINO, L. B. *et al.* Rheological and thermo-mechanical evaluation of bio-based chitosan/pectin blends with tunable ionic cross-linking. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 118, p. 1817–1823, 2018.
- NOREEN, A. *et al.* Pectins functionalized biomaterials; a new viable approach for biomedical applications: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 101, p. 254-272, 2017.

NTSOANE, M. L. *et al.* Quality assesment and postharvest technology of mango: A review of its current status and future perspectives. **Scientia Horticulturae**, v. 249, p. 77-85, 2019.

NUNES, A. R. *et al.* Photoprotective potential of medicinal plants from Cerrado biome (Brazil) in relation to phenolic content and antioxidant activity. **Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology**, v. 189, p. 119–123, 2018.

NURDJANAH, S. *et al.* Galacturonic Acid Content and Degree of Esterification of Pectin from Sweet Potato Starch Residue Detected Using ¹³C CP/MAS Solid State NMR Galacturonic Acid Content and Degree of Esterification of Pectin from Sweet Potato Starch Residue Detected Using ¹³C CP/MAS Solid State NMR. **European Journal of Food Research & Review**, v. 3, p. 16-37, 2013.

OJEABURU, S. I.; ORIAKHI, K. Hepatoprotective, antioxidant and, anti-inflammatory potentials of gallic acid in carbon tetrachloride-induced hepatic damage in Wistar rats. **Toxicology Reports**, v. 8, p. 177–185, 2021.

OLSZEWSKA, M. A.; GEDAS, A.; SIMÕES, M. Antimicrobial polyphenol-rich extracts: Applications and limitations in the food industry. **Food Research International**, v. 134, 109214, 2020.

ORIAKHI, K.; ORUMWENSODIA, K. O. Combinatorial effect of Gallic acid and Catechin on some biochemical and pro-inflammatory markers in CCl₄-mediated hepatic damage in rats. **Phytomedicine Plus**, v. 1, n. 1, p. 100017, 2021.

PALAFIX-CARLOS, H. *et al.* Effect of ripeness stage of mango fruit (*Mangifera indica* L., cv. Ataulfo) on physiological parameters and antioxidant activity. **Scientia Horticulturae**, v. 135, p. 7–13, 2012.

PALAFIX-CARLOS, H.; YAHIA, E. M.; GONZÁLEZ-AGUILAR, G. A. Identification and quantification of major phenolic compounds from mango (*Mangifera indica*, cv. Ataulfo) fruit by HPLC-DAD-MS/MS-ESI and their individual contribution to the antioxidant activity during ripening. **Food Chemistry**, v. 135, n. 1, p. 105–111, 2012.

PAN, J. *et al.* Bioactive phenolics from mango leaves (*Mangifera indica* L.). **Industrial Crops and Products**, v. 111, p. 400–406, 2018.

PANDIT, S. G.; VIJAYANAND, P.; KULKARNI, S. G. Pectic principles of mango peel from mango processing waste as influenced by microwave energy. **LWT - Food Science and Technology**, v. 64, n. 2, p. 1010–1014, 2015.

PARVEEN, R. *et al.* Phytochemical analysis and In-vitro Biochemical Characterization of aqueous and methanolic extract of Triphala, a conventional herbal remedy. **Biotechnology Reports**, v. 17, p. 126–136, 2018.

PENA-SERNA, C.; LOPES-FILHO, J. F. Influence of ethanol and glycerol concentration over functional and structural properties of zein-oleic acid films. **Materials Chemistry and Physics**, v. 142, n. 2–3, p. 580–585, 2013.

PENG, X. *et al.* Controlled methyl-esterification of pectin catalyzed by cation exchange resin. **Carbohydrate Polymers**, v. 137, p. 650–656, 2016.

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

POLICEGOUDRA, R. S.; ARADHYA, S. M. Biochemical changes and antioxidant activity of mango ginger (*Curcuma amada* Roxb.) rhizomes during postharvest storage at different temperatures. **Postharvest Biology and Technology**, v. 46, n. 2, p. 189–194, 2007.

PRABAKARAN, M. *et al.* Polyphenol composition and antimicrobial activity of various solvent extracts from different plant parts of *Moringa oleifera*. **Food Bioscience**, v. 26, p. 23–29, 2018.

QIN, C. *et al.* Characterization of edible film fabricated with HG-type hawthorn pectin gained using different extraction methods. **Carbohydrate Polymers**, v. 285, 2022.

RADUSIN, T. *et al.* Preparation, characterization and antimicrobial properties of electrospun polylactide films containing *Allium ursinum* L. extract. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 21, 2019.

RAMANATHAN, S. *et al.* Eco-friendly synthesis of *Solanum trilobatum* extract-capped silver nanoparticles is compatible with good antimicrobial activities. **Journal of Molecular Structure**, v. 1160, p. 80–91, 2018.

RAMBABU, K. *et al.* Mango leaf extract incorporated chitosan antioxidant film for active food packaging. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 126, p. 1234–1243, 2019.

RANI, H. *et al.* In-vitro catalytic, antimicrobial and antioxidant activities of bioengineered copper quantum dots using *Mangifera indica* (L.) leaf extract. **Materials Chemistry and Physics**, v. 239, 2020.

REBOLLEDO, V. *et al.* Phytochemical profile and antioxidant activity of extracts of the peruvian peppertree *Schinus areira* L. from Chile. **Saudi Journal of Biological Sciences**, v. 28, n. 1, p. 1052–1062, 2021.

RODSAMRAN, P.; SOTHORNVIT, R. Preparation and characterization of pectin fraction from pineapple peel as a natural plasticizer and material for biopolymer film. **Food and Bioproducts Processing**, v. 118, p. 198–206, 2019a.

RODSAMRAN, P.; SOTHORNVIT, R. Lime peel pectin integrated with coconut water and lime peel extract as a new bioactive film sachet to retard soybean oil oxidation. **Food Hydrocolloids**, v. 97, 2019b.

ROSENBOHM, C. *et al.* Chemically methylated and reduced pectins: Preparation, characterisation by ¹H NMR spectroscopy, enzymatic degradation, and gelling properties. **Carbohydrate Research**, v. 338, n. 7, p. 637–649, 2003.

RUBILAR, J. F. *et al.* Physico-mechanical properties of chitosan films with carvacrol and grape seed extract. **Journal of Food Engineering**, v. 115, n. 4, p. 466–474, 2013.

RUMAINUM, I. M. *et al.* Fruit quality and antioxidant capacity of six Thai mango cultivars. **Agriculture and Natural Resources**, v. 52, n. 2, p. 208–214, 2018.

SADEGHI, A.; RAZAVI, S. M. A.; SHAHRAMPOUR, D. Fabrication and characterization of biodegradable active films with modified morphology based on polycaprolactone-poly(lactic acid)-green tea extract. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 205, p. 341–356, 2022.

SALAZAR, A. S. S. *et al.* External factors and nanoparticles effect on water vapor permeability of pectin-based films. **Journal of Food Engineering**, v. 245, p. 73–79, 2019.

SÁNCHEZ-CAMARGO, A. D. P. *et al.* Valorisation of mango peel: Proximate composition, supercritical fluid extraction of carotenoids, and application as an antioxidant additive for an edible oil. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 152, 2019.

SANTOS, A. C. DOS *et al.* Phenolic composition and biological activities of stingless bee honey: An overview based on its aglycone and glycoside compounds. **Food Research International**, v. 147, 110553, 2021.

SARICAOGLU, F. T.; TURHAN, S. Physicochemical, antioxidant and antimicrobial properties of mechanically deboned chicken meat protein films enriched with various essential oils. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 25, 1 set. 2020.

SEIXAS, F. L. *et al.* Extraction of pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*) by microwave-induced heating. **Food Hydrocolloids**, v. 38, p. 186–192, 2014.

SEMERCİ, A. B.; TUNÇ, K.; OKUR, İ. Antioxidant activity of the fruits of *Pyracantha coccinea* using ethanolic extract method. **Food and Health**, 2020.

SERVILI, M. *et al.* Biological activities of phenolic compounds of extra virgin olive oil. **Antioxidants**, v. 3, p. 1–23, 2014.

SHAHBANDEH, M. **Mango production worldwide from 2000 to 2019.**

SHARMA, R.; JAFARI, S. M.; SHARMA, S. Antimicrobial bio-nanocomposites and their potential applications in food packaging. **Food Control**, v. 112, 107086, 2020.

SHIVANGI, S. *et al.* Development and characterisation of a pectin-based edible film that contains mulberry leaf extract and its bio-active components. **Food Hydrocolloids**, v. 121, 107046, 2021.

SIDDIQ, M.; SOGI, D. S.; DOLAN, K. D. Antioxidant properties, total phenolics, and quality of fresh-cut “Tommy Atkins” mangoes as affected by different pre-treatments. **LWT - Food Science and Technology**, v. 53, n. 1, p. 156–162, 2013.

- SILVA, I. S. V. DA *et al.* Polymeric blends of hydrocolloid from chia seeds/apple pectin with potential antioxidant for food packaging applications. **Carbohydrate Polymers**, v. 202, p. 203–210, 2018.
- SILVA, V. D. M. *et al.* Biodegradable edible films of ripe banana peel and starch enriched with extract of *Eriobotrya japonica* leaves. **Food Bioscience**, v. 38, 2020.
- SINGLETON, V. L.; ROSSI, J. A. Colorimetry of Total Phenolics with Phosphomolybdic-Phosphotungstic Acid Reagents. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 16, p. 144–158, 1965.
- SOGI, D. S. *et al.* Total phenolics, antioxidant activity, and functional properties of “Tommy Atkins” mango peel and kernel as affected by drying methods. **Food Chemistry**, v. 141, n. 3, p. 2649–2655, 2013.
- SOGI, D. S.; SIDDIQ, M.; DOLAN, K. D. Total phenolics, carotenoids and antioxidant properties of Tommy Atkin mango cubes as affected by drying techniques. **LWT**, v. 62, n. 1, p. 564–568, 2015.
- STAROSZCZYK, H. *et al.* Fish gelatin films containing aqueous extracts from phenolic-rich fruit pomace. **LWT**, v. 117, 2020.
- SOUSA, A. L. N. DE *et al.* Modificação química da pectina do melão caipira (*Cucumis melo* VAR. *acidulus*). **Química Nova**, v. 40, n. 5, p. 554–560, 2017.
- SUBRAMANIAM, Y. *et al.* Antimicrobial Activity of *Musa acuminata* Peel Extract against Gram-Positive Bacteria. **International Journal of Life Sciences and Biotechnology**, v. 3, n. 2, p. 191–196, 2020.
- SUCHETA *et al.* Evaluation of structural integrity and functionality of commercial pectin based edible films incorporated with corn flour, beetroot, orange peel, muesli and rice flour. **Food Hydrocolloids**, v. 91, p. 127–135, 2019.
- SUCHETA; MISRA, N. N.; YADAV, S. K. Extraction of pectin from black carrot pomace using intermittent microwave, ultrasound and conventional heating: Kinetics, characterization and process economics. **Food Hydrocolloids**, v. 102, 2020.
- SULTANA, B. *et al.* Investigation on the Antioxidant Activity of Leaves, Peels, Stems Bark, and Kernel of Mango (*Mangifera indica* L.). **Journal of Food Science**, v. 77, n. 8, 2012.
- SYNYTSYA, A.; COPIKOVA, J.; BRUS, J. ¹³C CP/MAS NMR spectra of pectins: a peak-fitting analysis in the C-6 region. **Czech Journal of Food Sciences**, v. 21, p. 00–00, 2003.
- TABOADA, E. *et al.* Isolation and characterisation of pectic substances from murta (*Ugni molinae* Turcz.) fruits. **Food Chemistry**, v. 123, n. 3, p. 669–678, 2010.
- TALEKAR, S. *et al.* Recyclable enzymatic recovery of pectin and punicalagin rich phenolics from waste pomegranate peels using magnetic nanobiocatalyst. **Food Hydrocolloids**, v. 89, p. 468–480, 2019.

TAMAKI, Y. *et al.* Isolation and structural characterisation of pectin from endocarp of *Citrus depressa*. **Food Chemistry**, v. 107, n. 1, p. 352–361, 2008.

TORRES-LEÓN, C. *et al.* Extraction of antioxidants from mango seed kernel: Optimization assisted by microwave. **Food and Bioproducts Processing**, v. 105, p. 188–196, 2017.

UMAMAHESH, K.; GANDHI, A. D.; REDDY, O. V. S. Ethnopharmacological Applications of Mango (*Mangifera indica* L.) Peel - A Review. **Current Pharmaceutical Biotechnology**, v. 21, n. 13, p. 1298–1303, 2020.

VASCONCELOS, O. C. DE M. *et al.* Development of an artificial fruit prototype for monitoring mango skin and flesh temperatures during storage and transportation. **Postharvest Biology and Technology**, v. 158, 2019.

VERONOVSKI, A. *et al.* Characterisation of biodegradable pectin aerogels and their potential use as drug carriers. **Carbohydrate Polymers**, v. 113, p. 272–278, 2014.

VIDAL, C. P. "Active Electrospun Mats: A Promising Material for Active Food Packaging", in *Electrospinning - Material Technology of the Future [Working Title]*. London, United Kingdom: IntechOpen, 2022 [Online]. Available: <https://www.intechopen.com/online-first/79949> doi: 10.5772/intechopen.101781

VIKTOROVÁ, J. *et al.* Antimicrobial Activity of Extracts of Two Native Fruits of Chile: Arrayan (*Luma apiculata*) and Peumo (*Cryptocarya alba*). **Antibiotics**, v. 9, n. 8, p. 444, 2020.

VILLANUEVA-MAGSOMBOL, L. M.; MAGBOJOS-MAGTIBAY, C. R. European Journal of Molecular & Clinical Medicine Potential Synergistic Antimicrobial Activity of Extract from Peelings of Common Local Fruits: An In-Vitro Analysis. **European Journal of Molecular & Clinical Medicine**, v. 07, p. 4175–4185, 2020.

VRIESMANN, L. C., Pectinas da casca dos frutos do cacau (*Theobroma cacao* L.): otimização da extração e caracterização, Tese (Doutorado em Ciências-Bioquímica)-Departamento de Bioquímica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba-PR, Brasil, 2012.

WAHEED, A. *et al.* The first report on the in vitro antimicrobial activities of extracts of leaves of *Ehretia serrata*. **Saudi Journal of Biological Sciences**, v. 26, n. 6, p. 1253–1261, 2019.

WANG, H. *et al.* Characterization of two homogalacturonan pectins with immunomodulatory activity from green tea. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 15, n. 6, p. 9963–9978, 2014.

WANG, L. *et al.* Characterization, antioxidant and antimicrobial activities of green synthesized silver nanoparticles from *Psidium guajava* L. leaf aqueous extracts. **Materials Science and Engineering C**, v. 86, p. 1–8, 2018.

WANG, L. *et al.* Volatile antimicrobial absorption in food gel depends on the food matrix characteristics. **Food Hydrocolloids**, v. 107, 105933, 2020.

WANG, M. *et al.* Characterization and functional properties of mango peel pectin extracted by ultrasound assisted citric acid. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 91, p. 794–803, 2016.

WIKI CULTURAMA. Parece celular – Definição, conceito, significado, o que é parede celular, 2013. Disponível em: <https://edukavita.blogspot.com/2013/01/definicao-de-parede-celular.html>. Acesso em: 15 de agosto de 2019.

WILLATS, W. G. T.; KNOX, J. P.; MIKKELSEN, J. D. Pectin new insights into an old polymer are starting to gel. **Trends in Food Science and Technology**, v. 17, p. 97-104, 2006.

YAKOUB, A. R. B. *et al.* Flavonoids, phenols, antioxidant, and antimicrobial activities in various extracts from Tossa jute leave (*Corchorus olitorus* L.). **Industrial Crops and Products**, v. 118, p. 206–213, 2018.

YANG, N.; WEIHONG, L.; HAO, L. Biosynthesis of Au nanoparticles using agricultural waste mango peel extract and its in vitro cytotoxic effect on two normal cells. **Materials Letters**, v. 134, p. 67–70, 2014.

YANG, Y. *et al.* Calcium cation triggers and accelerates the gelation of high methoxy pectin. **Food Hydrocolloids**, v. 32, n. 2, p. 228–234, 2013.

YEMMIREDDY, V. K. *et al.* Effect of pecan variety and the method of extraction on the antimicrobial activity of pecan shell extracts against different foodborne pathogens and their efficacy on food matrices. **Food Control**, v. 112, 2020.

YIM, D. G. *et al.* Effects of *Caesalpinia sappan* L. extract on the color stability, antioxidant and antimicrobial activity in cooked pork sausages during cold storage. **LWT**, v. 112, 2019.

YOUNIS, H. G. R.; ZHAO, G. Physicochemical properties of the edible films from the blends of high methoxyl apple pectin and chitosan. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 131, p. 1057–1066, 2019.

ZANETTI, M. *et al.* Use of encapsulated natural compounds as antimicrobial additives in food packaging: A brief review. **Trends in Food Science and Technology**, v. 81, p. 51-60, 2018.

ZHANG, L. *et al.* Ultrasound effects on the degradation kinetics, structure and rheological properties of apple pectin. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 20, n. 1, p. 222–231, 2013.

ZHANG, T. *et al.* Effects of enzymatic treatment on the physicochemical properties and antioxidant activity of hawthorn pectin. **Materials Today Communications**, v. 30, 2022.

ZHANG, W.; CAO, J.; JIANG, W. Effect of different cation in situ cross-linking on the properties of pectin-thymol active film. **Food Hydrocolloids**, v. 128, 2022.

ZHONG, Y. *et al.* Biodegradable polymers and green-based antimicrobial packaging materials: A mini-review. **Advanced Industrial and Engineering Polymer Research**, v. 3, p. 27-35, 2020.

ZHU, K. X. *et al.* Antioxidant activities and total phenolic contents of various extracts from defatted wheat germ. **Food Chemistry**, v. 126, n. 3, p. 1122–1126, 2011.

ZHU, X. *et al.* Quantitative and structure analysis of pectin in tobacco by ¹³C CP/MAS NMR spectroscopy. **Analytical Methods**, v. 6, n. 16, p. 6407–6413, 2014.

APÊNDICE A – ARTIGO PUBLICADO

International Journal of Biological Macromolecules 193 (2021) 1138–1150

Contents lists available at [ScienceDirect](https://www.sciencedirect.com)

International Journal of Biological Macromolecules

journal homepage: www.elsevier.com/locate/ijbiomac

From mango by-product to food packaging: Pectin-phenolic antioxidant films from mango peels

Ana Carolina Barbosa Ribeiro^a, Arcelina Pacheco Cunha^a, Larissa Morais Ribeiro da Silva^b, Adriano Lincoln Albuquerque Mattos^c, Edy Sousa de Brito^c, Men de Sá Moreira de Souza Filho^c, Henriette Monteiro Cordeiro de Azeredo^{c,d}, Nágila Maria Pontes Silva Ricardo^{a,*}


^a Laboratory of Polymers and Materials Innovation, Department of Organic and Inorganic Chemistry, Sciences Center, Federal University of Ceará, Campus of Pici, 60440-900 Fortaleza, CE, Brazil

^b Federal University of Ceará, Department of Food Engineering, Campus Pici, 60430-160 Fortaleza, CE, Brazil

^c Embrapa Agroindústria Tropical, R. Dra. Sara Mesquita, 2270, 60511-110 Fortaleza, CE, Brazil

^d Embrapa Instrumentação, R. XV de Novembro, 2452, 13560-970 São Carlos, SP, Brazil

APÊNDICE B – PATENTE DEPOSITADA

03/12/2021 870210112653
16:44

29409161942714237

**Pedido nacional de Invenção, Modelo de Utilidade, Certificado de
Adição de Invenção e entrada na fase nacional do PCT**

Número do Processo: BR 10 2021 024536 0