



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

MAYARA LIMA GOIANA

**PRODUÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS E APRIMORAMENTO DE SUAS
PROPRIEDADES UTILIZANDO TECNOLOGIAS NÃO TÉRMICAS**

FORTALEZA
2025

MAYARA LIMA GOIANA

PRODUÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS E APRIMORAMENTO DE SUAS
PROPRIEDADES UTILIZANDO TECNOLOGIAS NÃO TÉRMICAS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de doutor em Engenharia Química. Área de concentração: Processos Químicos e Bioquímicos.

Orientador: Prof. Dr. Fabiano André Narciso Fernandes.

Coorientadora: Dra. Morsyleide de Freitas Rosa.

FORTALEZA

2025

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Sistema de Bibliotecas
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

- G553p Goiana, Mayara Lima.
 Produção de filmes biodegradáveis e aprimoramento de suas propriedades utilizando tecnologias não térmicas / Mayara Lima Goiana. – 2025.
 95 f. : il. color.
- Tese (doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Fortaleza, 2025.
 Orientação: Prof. Dr. Fabiano André Narciso Fernandes.
 Coorientação: Profa. Dra. Morsyleide de Freitas Rosa.
1. Amido. 2. Plasma DBD. 3. Indicador de pH. 4. Carragenana. I. Título.

CDD 660

MAYARA LIMA GOIANA

PRODUÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS E APRIMORAMENTO DE SUAS
PROPRIEDADES UTILIZANDO TECNOLOGIAS NÃO TÉRMICAS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de doutor em Engenharia Química. Área de concentração: Processos Químicos e Bioquímicos.

Aprovada em: 18/09/2025

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Fabiano André Narciso Fernandes. (Orientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Profa. Dra. Andrêssa Maria Medeiros Theóphilo Galvão
Universidade da Integração Internacional da Lusofonia Afro-Brasileira (UNILAB)

Profa. Dra. Dayanne Lara Holanda Maia
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Profa. Dra. Luciana de Siqueira Oliveira
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Matheus de Oliveira Barros
Embrapa Agroindústria Tropical (EMBRAPA)

A Deus pela oportunidade concedida.

AGRADECIMENTOS

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal do Ceará, pela oportunidade de realizar o doutorado.

À Instituição FUNCAP, pelo apoio financeiro com a manutenção da bolsa de auxílio.

Ao Prof. Dr. Fabiano Fernandes, pela excelente orientação e confiança no meu trabalho.

À Dra. Morsyleide Rosa pela coorientação e ajuda para o desenvolvimento do projeto.

Ao Núcleo de Análise e Desenvolvimento de Processos, da UFC pela infraestrutura, que foi essencial para a realização deste trabalho. E à equipe, Dayanne Lara, pela parceria no dia a dia no laboratório.

Ao Laboratório de Tecnologia da Biomassa, pertencente a Embrapa Agroindústria Tropical pela estrutura e colaboração nas análises. Em especial, ao Adriano Lincoln pelo suporte técnico.

Aos membros da banca avaliadora, Dra. Andrêssa Galvão, Dra. Dayanne Maia, Dra. Luciana Siqueira e Dr. Matheus Barros pelo tempo e contribuições dedicados ao meu trabalho.

Aos meus pais, Robério Goiana e Teuma Goiana que sempre acreditaram em mim. Ao meu irmão Bruno Goiana e tia, Márcia Goiana, por todo incentivo. E ao meu namorado, Miguel Ângelo por todo suporte durante esse período.

RESUMO

Filmes a base de amido, apesar de serem uma alternativa promissora de embalagem biodegradável, enfrentam desafios de desempenho devido à alta solubilidade e baixa hidrofobicidade. Para superar estas limitações, o estudo explorou três estratégias: plasma DBD, incorporação de extratos ricos em antocianinas (resíduos de uva e acerola) e adição de carragenana. Na etapa I, os efeitos do plasma DBD foram avaliados quanto as propriedades físico-químicas e estruturais do amido de milho. Foram testadas diferentes frequências (100, 200 e 300 Hz) e tempos de exposição (10 e 20 min). O tratamento de 200 Hz por 20 min foi o mais eficaz, causando as maiores mudanças na proporção de amilose para amilopectina, solubilidade, absorção de água e morfologia. A superfície do amido ficou mais lisa e com poros. Foram notadas pequenas alterações na estrutura ordenada do amido, conforme FTIR. A etapa II consistiu na produção de filmes (5% p/p) por *casting* utilizando o amido da etapa 1 e o tratamento por plasma da solução filmogênica, nos mesmos moldes testados anteriormente. Os resultados mostraram diferenças significativas em relação às suas propriedades físico-químicas e morfológicas. A maioria das alterações químicas ocorreu no amido submetido ao plasma antes da formação do filme, enquanto os filmes produzidos com o amido não tratado apresentaram alterações físicas. Na etapa III, foi adicionado os extratos de antocianinas aos filmes junto com o tratamento com DBD em condições otimizadas. Os filmes de amido com extratos de acerola e uva, separadamente, mostraram boa resposta colorimétrica para indicação de pH, porém com algumas desvantagens nas propriedades físico-químicas, tais como umidade e solubilidade, mas não alterou significativamente o ângulo de contato, o teor de amilose ou os espectros de FTIR. Por fim, a etapa IV contou com a adição da carragenana aos filmes de amido (2,5% p/p, cada) e antocianinas. Foi confirmada a capacidade de indicação de pH (mais satisfatória com o extrato de uva) e melhora nas propriedades físicas, como o aumento da hidrofobicidade (ângulo de contato subiu de 52.9° para 74.8° com extrato de bagaço de uva). Em resumo, a aplicação do plasma mostrou-se capaz de aprimorar as propriedades dos filmes, sem comprometer a indicação de frescor dos alimentos via a resposta colorimétrica das antocianinas às variações de pH. Para um filme inteligente, a recomendação seria usar plasma, carragenana e extrato de uva.

Palavras-chave: amido; plasma DBD; indicador de pH; carragenana.

ABSTRACT

Starch-based films, despite being a promising biodegradable packaging alternative, face performance challenges due to their high solubility and low hydrophobicity. To overcome these limitations, the study explored three strategies: DBD plasma, incorporation of anthocyanin-rich extracts (grape and acerola residues), and addition of carrageenan. In stage I, the effects of DBD plasma were evaluated on the physicochemical and structural properties of cornstarch. Different frequencies (100, 200, and 300 Hz) and exposure times (10 and 20 min) were tested. The 200 Hz treatment for 20 min was the most effective, causing the greatest changes in the amylose-to-amylopectin ratio, solubility, water absorption, and morphology. The starch surface became smoother and more porous. Minor changes in the ordered structure of the starch were observed, as determined by FTIR. Stage II consisted of producing films (5% w/w) by casting using the starch from stage 1 and plasma treating the film-forming solution using the same molds tested previously. The results showed significant differences in their physicochemical and morphological properties. Most of the chemical changes occurred in the starch subjected to plasma before film formation, while the films produced with untreated starch showed physical changes. In stage III, anthocyanin extracts were added to the films along with DBD treatment under optimized conditions. The starch films with acerola and grape extracts, separately, showed a good colorimetric response for pH indication, but with some disadvantages in physicochemical properties, such as moisture and solubility, but without significantly altering the contact angle, amylose content, or FTIR spectra. Finally, stage IV involved the addition of carrageenan to the starch films (2.5% w/w each) and anthocyanins. The film's pH-indicating capability (more satisfactory with grape extract) and improved physical properties, such as increased hydrophobicity (contact angle increased from 52.9° to 74.8° with grape pomace extract), were confirmed. In summary, the application of plasma proved capable of improving film properties without compromising food freshness indication via the colorimetric response of anthocyanins to pH variations. For a smart film, the recommendation would be to use plasma, carrageenan, and grape extract.

Keywords: starch; DBD plasma; pH indicator; carrageenan.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estrutura da amilose e amilopectina pertencentes ao amido	23
Figura 2 – Diagrama do dispositivo de plasma de descarga de barreira dielétrica	28
Figura 3 – Estrutura molecular da antocianina	30
Figura 4 – Estrutura molecular da κ -carragenana	33
Figura 5 – Esquema representativo das etapas elaboradas no projeto	35
Figura 6 – Estrutura morfológica do amido controle (Am-C) e tratado com plasma (Am-100; Am-200; Am-300) em 20 min, com magnitude 2.500x	47
Figura 7 – Espectros de FTIR de amido de milho controle (Am-C) e tratados com plasma DBD (Am-200-10; Am-200-20)	48
Figura 8 – Espectros de FTIR das amostras de filmes A-C, A _t -300-20 e A-200-20	55
Figura 9 – Microscopias obtidas por MEV dos filmes de amido (A-C, A-200-20, A _t -200-20 e A _t -300-20)	57
Figura 10 – Espectros de FTIR das amostras de filmes Ac-C, Ac-P, Uva-C, Uva-P	61
Figura 11 – Microscopias obtidas por MEV dos filmes Ac-C, Ac-P, Uva-C, Uva-P	63
Figura 12 – Cor do filme a base de amido adicionado de extrato de acerola (a) e uva (b) em função do pH	66
Figura 13 – Espectros de comprimento de onda visível do filme de amido adicionado com extrato de resíduo de acerola para quatro pHs diferentes (3, 5, 7 e 9). (a) Filme sem tratamento com plasma, (b) filme tratado com plasma	67
Figura 14 – Espectros de comprimento de onda visível do filme a base de amido adicionado com extrato de bagaço de uva para quatro pHs diferentes (3, 5, 7 e 9). (a) Filme sem tratamento de plasma, (b) filme tratado com plasma	69
Figura 15 – Espectros de FTIR de filmes a base de amido e carragenana controle e adicionados com extrato de resíduo de acerola e bagaço de uva	74
Figura 16 – Micrografias obtidas por MEV com ampliação de 5000 \times . (A) Filme de amido carragenana; (B) Filme produzido com a adição de extrato de bagaço de uva; (C) 78	

Filme produzido com a adição de extrato de resíduo de acerola	
Figura 17 – Espectros de comprimento de onda visível do filme de amido e carragenana adicionados com extrato de bagaço de uva para quatro pHs diferentes (3, 5, 7, 9 e 10.6)	79
Figura 18 – Espectros de comprimento de onda visível do filme de amido e carragenana adicionados com extrato de resíduo de acerola para quatro pHs diferentes (3, 5, 7, 9 e 10.6)	81
Figura 19 – Alterações de cor dos filmes de amido e carragenana adicionados com extrato de bagaço de uva e resíduo de acerola para três diferentes pHs (3, 7 e 10.6)	81

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Pesquisas realizadas utilizando o plasma DBD	28
Tabela 2 – Siglas das amostras utilizadas no trabalho que foram tratadas pelo plasma DBD	40
Tabela 3 – Solubilidade, índice de absorção de água e grau de turbidez do amido submetido ao plasma DBD	44
Tabela 4 – Teor de amilose e amilopectina em amido de milho tratado ou não com plasma DBD	46
Tabela 5 – Intensidade das absorbâncias nos principais pontos referentes a estrutura do amido	49
Tabela 6 – Parâmetros de estrutura ordenada de curto alcance do amido	50
Tabela 7 – Resistência ao escoamento não confinado de pó de amido de milho antes e após tratamento com plasma	50
Tabela 8 – Densidade, compressibilidade e ângulos de atrito na parede de amido de milho antes e após tratamento com plasma	51
Tabela 9 – Propriedades físico-químicas dos filmes produzidos com amido tratado com plasma e solução formadora de filme	53
Tabela 10 – Parâmetros de RCA em relação aos filmes de amido	56
Tabela 11 – Umidade, solubilidade, ângulo de contato e amilose dos filmes de amido passados ou não no plasma, com extratos de acerola (Ac-C/Ac-P) e uva (Uva-C/Uva-P)	58
Tabela 12 – Parâmetros de estrutura ordenada de curto alcance em relação aos filmes de amido com extratos de acerola e uva	62
Tabela 13 – PVA, espessura, força máxima e elongação dos filmes de amido com extratos de acerola e uva	64
Tabela 14 – Absorbâncias de comprimento de onda visível do filme de amido adicionado com extratos de resíduos de acerola e uva em quatro refletâncias de cores distintas	68

Tabela 15 – Teor de umidade, solubilidade, ângulo de contato e amilose de filmes de amido-carragenana adicionados de extratos de acerola e bagaço de uva	71
Tabela 16 – Parâmetros de estrutura ordenada de curto alcance de filmes de amido-carragenana adicionados com extratos de acerola e bagaço de uva	74
Tabela 17 – PVA e espessura de filme de filmes de amido-carragenana adicionados com extratos de acerola e bagaço de uva	76
Tabela 18 – Absorbâncias de comprimento de onda visível dos filmes de amido-carragenana incorporados com bagaço de uva e extrato de acerola em quatro refletâncias de cores distintas	80
Tabela 19 – Esquema geral dos resultados obtidos com o trabalho	84

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ATR	Reflexão total atenuada
CA	Corrente alternada
CC	Corrente contínua
DBD	Descarga de Barreira Dielétrica
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier
IAA	Índice de Absorção de Água
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
PE	Polietileno
PVA	Permeabilidade ao Vapor de Água
RCA	Razão Cristalino Amorfo
UV	Ultravioleta

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
2	OBJETIVOS	19
2.1	Geral	19
2.2	Específicos	19
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
3.1	Embalagens de Alimentos	20
3.1.1	<i>Embalagens Biodegradáveis</i>	<i>20</i>
3.1.2	<i>Embalagens Inteligentes</i>	<i>22</i>
3.2	Amido	23
3.2.1	<i>Filmes a base de amido</i>	<i>24</i>
3.3	Tecnologia de Plasma	26
3.3.1	<i>Plasma a frio</i>	<i>26</i>
3.3.1.1	<i>Descarga de Barreira Dielétrica</i>	<i>27</i>
3.3.1.2	<i>Aplicações do plasma DBD</i>	<i>28</i>
3.4	Antocianinas	30
3.4.1	<i>Acerola</i>	<i>31</i>
3.4.2	<i>Uva</i>	<i>32</i>
3.5	Carragenana	33
3.5.1	<i>Filmes a base de carragenana</i>	<i>34</i>
4	MATERIAL E MÉTODOS	35
4.1	Etapa I – Tratamento do amido	35
4.1.1	<i>Aplicação plasma DBD em amido</i>	<i>35</i>
4.1.2	<i>Caracterização do amido</i>	<i>36</i>
4.1.2.1	<i>Solubilidade e Índice de Absorção de Água (IAA)</i>	<i>36</i>
4.1.2.2	<i>Turbidez</i>	<i>36</i>
4.1.2.3	<i>Teor de Amilose</i>	<i>36</i>
4.1.2.4	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	<i>37</i>
4.1.2.5	<i>Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)</i>	<i>37</i>
4.1.2.6	<i>Reologia do pó</i>	<i>37</i>
4.2	Etapa II – Filmes de amido	
4.2.1	<i>Produção dos filmes de amido</i>	<i>38</i>
4.3	Etapa III – Filmes de amido com antocianinas	38

4.3.1	<i>Extração das antocianinas</i>	39
4.3.2	<i>Produção dos filmes</i>	39
4.4	Etapa IV – Filmes de amido e carragenana com antocianinas	39
4.4.1	<i>Produção dos filmes de amido com carragenana</i>	39
4.5	Aplicação de plasma DBD nos filmes	40
4.6	Metodologia das análises em filmes	41
4.6.1	<i>Umidade e Solubilidade</i>	41
4.6.2	<i>Teor de Amilose</i>	41
4.6.3	<i>Ângulo de contato</i>	41
4.6.4	<i>FTIR</i>	42
4.6.5	<i>MEV</i>	42
4.6.6	<i>Espessura</i>	42
4.6.7	<i>Permeabilidade ao Vapor de Água (PVA)</i>	42
4.6.8	<i>Teste de Perfuração</i>	42
4.6.9	<i>Alteração de cor em função do pH</i>	43
4.7	Análise Estatística	43
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	44
5.1	Caracterização amido após plasma DBD	44
5.1.1	<i>Solubilidade e IAA</i>	44
5.1.2	<i>Turbidez</i>	45
5.1.3	<i>Teor de Amilose</i>	45
5.1.4	<i>MEV</i>	47
5.1.5	<i>FTIR</i>	48
5.1.6	<i>Reologia do pó</i>	50
5.2	Caracterização filmes de amido após tratamento com plasma DBD	52
5.2.1	<i>Umidade e Solubilidade</i>	52
5.2.2	<i>Ângulo de Contato</i>	54
5.2.3	<i>Teor de Amilose</i>	54
5.2.4	<i>FTIR</i>	55
5.2.5	<i>MEV</i>	57
5.3	Caracterização filmes de amido com antocianinas	58
5.3.1	<i>Umidade e Solubilidade</i>	58
5.3.2	<i>Ângulo de Contato</i>	59

5.3.3	<i>Teor de Amilose</i>	60
5.3.4	<i>FTIR</i>	60
5.3.5	<i>MEV</i>	62
5.3.6	<i>PVA e Espessura</i>	64
5.3.7	<i>Teste de Perfuração</i>	65
5.3.8	<i>Alteração de cor em função do pH</i>	65
5.4	Caracterização filmes de amido e carragenana com antocianinas	70
5.4.1	<i>Umidade e Solubilidade</i>	70
5.4.2	<i>Teor de Amilose</i>	72
5.4.3	<i>Ângulo de contato</i>	72
5.4.4	<i>FTIR</i>	73
5.4.5	<i>PVA e Espessura</i>	76
5.4.6	<i>MEV</i>	77
5.4.7	<i>Alteração de cor em função do pH</i>	79
5.5	Implicações futuras	82
6	CONCLUSÃO	85
	REFERÊNCIAS	86

1 INTRODUÇÃO

Para reduzir a dependência de plásticos convencionais, esforços consideráveis estão sendo feitos para desenvolver materiais biodegradáveis derivados de polímeros naturais. Desse modo, o desafio é desenvolver embalagens verdes, de base biológica e que possam transmitir informações sobre o status dos alimentos, como o frescor do produto (Dmitrenko *et al.*, 2025; Gupta *et al.*, 2022).

Polímeros naturais, como polissacarídeos e proteínas, obtidos de fontes como plantas, frutos do mar e algas, são investigados como alternativas viáveis e sustentáveis aos polímeros sintéticos, principalmente devido à crescente consciência ambiental. Essas características os tornam ideais para o desenvolvimento de materiais de embalagem completamente compostáveis (Kola; Carvalho, 2023).

No entanto, as desvantagens devem ser superadas, principalmente em termos de desempenho mecânico e de barreira. Algumas dessas limitações podem ser parcialmente superadas por diferentes tratamentos físicos e/ou químicos que foram explorados para resolver essas limitações, como compostos bioativos (Jiang *et al.*, 2023), agentes de reforço incluindo nanoestruturas (Dmitrenko *et al.*, 2025), tecnologias não-térmicas como: plasma a frio (Marengo-Oroczo *et al.*, 2022) e ultrassom (Liu *et al.*, 2019).

O amido é uma macromolécula natural e um dos mais importantes carboidratos, composto por moléculas de amilose e amilopectina, com cadeias lineares e ramificadas, respectivamente. A indústria alimentícia desempenha um papel significativo, devido às suas diversas propriedades funcionais, que o tornam um ingrediente versátil na formulação e fabricação de alimentos. Além de ser um polissacarídeo natural biodegradável abundante e de baixo custo, amplamente estudado para produção de filmes (Zhu *et al.*, 2023).

Os filmes a base de amido podem ser sensíveis à umidade, o que pode afetar suas propriedades mecânicas e vida útil. Há uma tendência de utilizar tecnologias verdes para modificar o amido sem gerar quaisquer produtos residuais, e o tratamento com plasma se enquadra nesta categoria. Investigações foram conduzidas recentemente sobre alterações induzidas por plasma em filmes de amido, mostrando que o tratamento com plasma pode ser eficiente no aumento da hidrofobicidade de filmes de amido (Goiana *et al.*, 2021; Pankaj *et al.*, 2015).

O plasma frio é uma técnica de processamento não térmico que pode ser usada para modificar as propriedades dos materiais, tais como: propriedades de barreira e resistência mecânica (Wu *et al.*, 2020). O método de Descarga por Barreira Dielétrica (DBD) é um dos

sistemas mais utilizados para geração de plasma frio, em que um material isolante é carregado entre dois eletrodos de descarga, oferecendo versatilidade em seu modo de operação e configuração do sistema (Hou *et al.*, 2021). Vários estudos investigaram o efeito do plasma DBD em polímeros, variando o tempo de exposição, voltagem e frequência de excitação. As propriedades físicas e químicas da matriz de amido mudam de acordo com o tipo de plasma empregado e a fonte da matriz (Okeyre *et al.*, 2022).

A carragenana, um polissacarídeo linear derivado de algas vermelhas, consiste em galactose e sulfatos de éster e é conhecida por sua excelente capacidade de formação de filme. Sua adição a filmes de amido demonstrou melhorar as propriedades mecânicas e funcionais, aproveitando as vantagens de cada componente e, ao mesmo tempo, para evitar suas possíveis limitações (Dmitrenko *et al.*, 2025; Ramadas *et al.*, 2024).

Recentemente, pesquisas têm se concentrado no uso de substâncias bioativas para aprimorar as propriedades de polímeros naturais. Nesse contexto, os filmes inteligentes têm ganhado destaque por sua capacidade de atuar como indicadores de frescor e qualidade de alimentos (Jiang *et al.*, 2023). As antocianinas, pigmentos vegetais que alteram de cor em resposta a mudanças de pH, são particularmente úteis, pois sua sensibilidade a essas variações estruturais pode ser usada para monitorar a deterioração de alimentos, que muitas vezes é acompanhada por mudanças no pH. Além de serem indicadores, as antocianinas também possuem alta atividade antioxidante (Qin *et al.*, 2019).

Nesse sentido, o presente estudo tem como objetivo avaliar os efeitos do tratamento com plasma frio DBD nas características físico-químicas no amido de milho, bem como nas propriedades mecânicas e de barreira de filmes a base de amido com adição de antocianinas e carragenana separadamente, provenientes de resíduos da acerola e uva. Além disso, analisar a sensibilidade sobre a mudança de coloração das antocianinas com a variação do pH, esperando compreender melhor sua influência na aplicabilidade dos filmes resultantes para embalagens de alimentos.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

- Desenvolver e avaliar filmes de amido para embalagens inteligentes, investigando os efeitos do plasma a frio, agente de reforço e bioativos.

2.2 Objetivos Específicos

- Avaliar os efeitos do tratamento com plasma DBD na estrutura morfológica e nas propriedades físico-químicas do amido de milho.
- Estudar a influência do plasma DBD sobre soluções filmogênicas e filmes de amido de milho nas suas propriedades físico-químicas, mecânicas e de barreira.
- Avaliar a incorporação de antocianinas nos filmes, obtidas de resíduos de acerola e uva.
- Criar um mecanismo de indicador de pH em alimentos.
- Estudar os efeitos da incorporação da carragenana em filmes de amido.
- Combinar o uso de carragenana e antocianinas em filmes de amido para embalagens.
- Produzir filmes inteligentes biodegradáveis com características melhoradas.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Embalagens de Alimentos

O setor de embalagens evoluiu para além da proteção e transporte, assumindo funções multifacetadas, como transmitir informações, despertar o desejo de compra e conquistar o consumidor por meio de um visual atraente (Landim *et al.*, 2016; Duarte *et al.*, 2024). Esse mercado, que abrange fabricação, design e reciclagem, apresenta projeções de crescimento (ABRE, 2023), com a indústria de alimentos sendo a maior usuária global, respondendo por cerca de 51% das vendas.

O material de embalagem de alimentos é essencial, pois prolonga a vida útil dos produtos, protege contra contaminantes e danos mecânicos, e contribui para a redução do desperdício (Paiva; Ugaya, 2024). Embora materiais tradicionais (vidros, metais, papéis) sejam utilizados, os plásticos sintéticos (como o polietileno - PE) ganharam destaque devido ao seu baixo custo, praticidade e processabilidade.

O uso de plásticos na indústria alimentícia prolonga a vida útil dos produtos, o que auxilia na redução do desperdício (Gonçalves, 2022). No entanto, o uso massivo desses plásticos não renováveis e não biodegradáveis gera graves problemas ambientais. A acumulação de plásticos no ambiente leva à formação de microplásticos, que contaminam organismos marinhos e, consequentemente, a cadeia alimentar humana (Gupta *et al.*, 2022). Estima-se que mais de 300 milhões de toneladas de resíduos plásticos sejam geradas anualmente, sendo grande parte proveniente de embalagens alimentares descartáveis (Cheng *et al.*, 2024).

Diante dessa ameaça e reconhecendo que a indústria alimentícia é uma das principais responsáveis pela crise global do plástico (Ghasemlou *et al.*, 2024), existe uma necessidade crítica de desenvolver materiais com biodegradabilidade e/ou reciclabilidade. A evolução das embalagens foca, portanto, em materiais biodegradáveis como alternativas sustentáveis que mantenham a função de proteção e preservação dos alimentos (Romani *et al.*, 2020).

3.1.1 Embalagens Biodegradáveis

A preocupação global sobre a poluição plástica (com micro e nanoplásticos) destaca a questão de como a sustentabilidade das embalagens podem ser melhoradas (Granato

et al., 2022). O termo “biodegradável” refere-se a materiais que podem se desintegrar naturalmente ou se decompor em dióxido de carbono e água pela ação de microrganismos no solo ou na água (Ghasemlou *et al.*, 2024).

Os polímeros naturais, referidos como biopolímeros, materiais poliméricos de base biológica ou polímeros biodegradáveis, são derivados de fontes naturais através da extração direta de cereais, tubérculos, leguminosas ou métodos indiretos de resíduos gerados por fábricas de processamento de alimentos, indústrias de papel, dentre outras. Esses materiais possuem imenso potencial para substituir os plásticos tradicionais devido à sua não toxicidade, compatibilidade com sistemas biológicos e alguns com rápida degradação. Por isso, nos últimos anos, materiais biodegradáveis para embalagens de alimentos feitos a partir de recursos biológicos renováveis surgiram como uma alternativa sustentável para resolver os problemas associados às embalagens plásticas convencionais (Dutta; Sit, 2024).

Com base em sua recepção às condições e seu uso em embalagens de alimentos, os filmes biodegradáveis têm grande importância na pesquisa de alimentos. Biopolímeros derivados de fontes renováveis e resíduos alimentares, incluindo vários tipos, como polissacarídeos (celulose, quitosana, pectina, carragenana, ágar, etc.), proteínas (gelatina, isolado de proteína de soja, zeína, etc.) ou suas combinações (gelatina/ágar, quitosana/pululana, pectina/ágar, gelatina/zeína, etc.), têm sido utilizados para produzir material de embalagem neste contexto (Roy; Rhim, 2022).

As embalagens a base de polímeros naturais são mais vantajosas que os polímeros sintéticos e semissintéticos em preparações ou formulações devido às suas propriedades únicas de sustentabilidade, redução de resíduos e neutralidade de carbono. No entanto, tem enfrentado várias limitações funcionais, como fragilidade, difícil selagem térmica, instabilidade térmica, baixa resistência mecânica e características de barreira deficientes (ou seja, alta permeabilidade ao vapor de água e ao oxigênio) (Cheng *et al.*, 2024).

Estratégias estão sendo desenvolvidas para enriquecer as propriedades funcionais dos polímeros naturais, tais como: modificação química (Barizao *et al.*, 2020), modificação física (Romani *et al.*, 2020), mistura de dois ou mais materiais de base biológica (Prasetyaningrum *et al.*, 2024; Liu *et al.*, 2019), incorporação de nanopartículas (Oliveira *et al.*, 2018), adição de compostos bioativos (Zhao *et al.*, 2022). Os polímeros biodegradáveis mostram um campo em desenvolvimento, com crescente utilização de polímeros não só para embalagens, bem como para os mais variados setores, se tornando uma área de grande potencial de estudos para viabilização do seu uso.

3.1.2 Embalagens Inteligentes

Conforme definição do Ministério do Meio Ambiente (2024), cabe à embalagem proporcionar segurança no manuseio do produto, manutenção de suas propriedades e informações legais sobre sua composição e validade, e rastreabilidade do lote de produção. Em certos casos cabe ainda à embalagem estender o prazo de vida dos produtos, evitando o seu desperdício. É neste contexto que se insere as embalagens inteligentes, as quais interagem com o produto e comunicam o consumidor.

Uma vez que os alimentos interagem com o material de embalagem durante algum tempo antes de serem adquiridos pelo consumidor, os indicadores podem ser utilizados para melhorar os alimentos e a experiência do consumidor, revolucionando a indústria de embalagens de alimentos.

As embalagens inteligentes monitoram e comunicam sobre o produto acondicionado, são sistemas que usam geralmente rótulos ou etiquetas para monitorar a qualidade do produto e traçar pontos críticos, conseguindo suprir toda a cadeia de informação (consumidor/produtor/varejista) (Fontoura *et al.*, 2016). Incluem-se nesta categoria: indicadores de tempo-temperatura; indicadores de qualidade, frescor e amadurecimento; indicadores de oxigênio; indicadores de violação; biossensores; etiquetas por rádio frequência, entre outras. As embalagens inteligentes podem ser classificadas dentro de três categorias: indicar qualidade, proporcionar comodidade e fornecer proteção (Dutta; Sit, 2024).

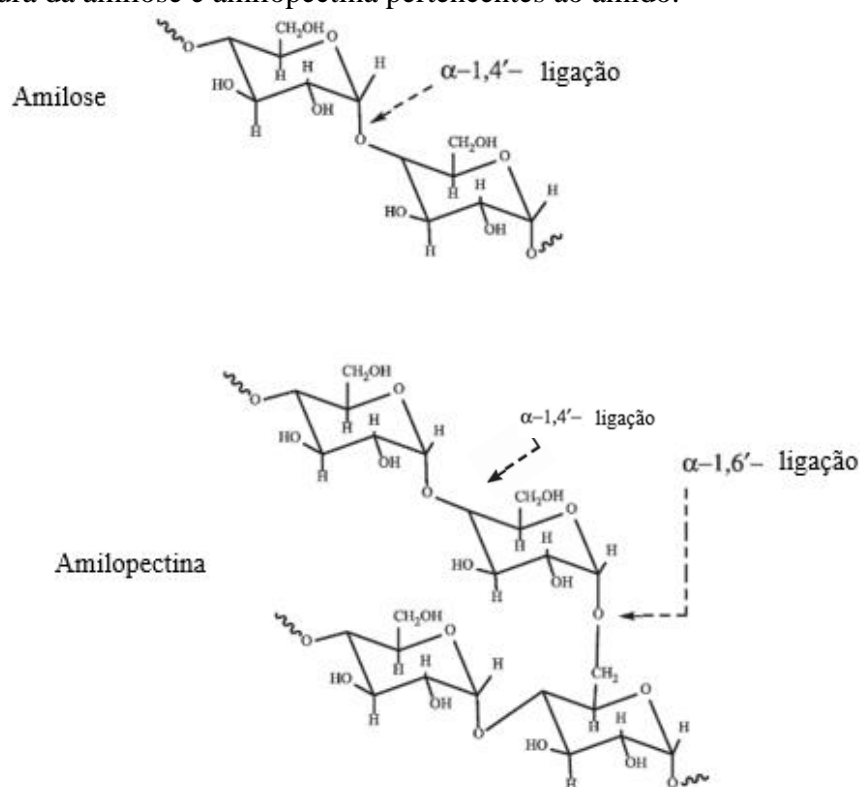
Os indicadores de qualidade, frescor e amadurecimento são sensores que exibem sinais aos consumidores através da mudança de cor (geralmente por mudança de pH). Este sensor reage com os compostos orgânicos voláteis liberados pelo alimento presentes no espaço livre da embalagem a qual foi acondicionada. Como as alterações de pH são um fator importante para informar a deterioração de muitos produtos alimentícios, isso tem despertado interesse em estudos que desenvolvem indicadores visuais de pH, como um tipo de sistema inteligente de embalagem de alimentos, devido as diversas vantagens, incluindo tamanho pequeno, grande sensibilidade e baixos custos (Choi *et al.*, 2017).

Compostos ativos de fontes naturais como alizarina, betalaínas, curcumina, antocianinas, entre outros, demonstraram ser seguros e não tóxicos e podem ser adicionados a filmes de biopolímeros adequados para embalagens inteligentes e utilizados como indicadores de frescor de alimentos para monitorar a qualidade do produto dentro da embalagem (Xu *et al.*, 2024).

3.2 Amido

O amido é uma macromolécula natural e um dos carboidratos comestíveis mais abundante em cereais, frutas e vegetais; amplamente utilizado em diversas indústrias devido a sua vasta disponibilidade e variadas funções tecnológicas. Contudo, é mais utilizado nas indústrias alimentícias, aplicando-o como ingrediente funcional em diversos alimentos, com finalidade espessante, estabilizante, gelificante, dentre outras (Ferreira; Almeida 2022). No entanto, devido a algumas características negativas, como retrogradação, viscosidade incomum e fragilidade, as aplicações do amido podem ser limitadas (Dutta; Sit, 2024).

Figura 1 – Estrutura da amilose e amilopectina pertencentes ao amido.



Fonte: Ferreira; Almeida 2022 (adaptado).

É constituído por moléculas de amilose e amilopectina, que são naturalmente configuradas em formas granulares com tamanho variando de 1 a 100 μm (Zhu, 2017), conforme Figura 1. A amilose consiste em uma cadeia linear de unidades de D-glicose que são unidas por ligações glicosídicas α -1, 4, contendo poucas ramificações. As unidades glicosídicas das moléculas propiciam à amilose um formato helicoidal, que determina o comportamento e a aplicação deste polímero, pois é responsável por estruturar o grânulo de amido. Constitui de 20 a 30% da maioria dos grânulos de amidos de fontes convencionais,

tais como: milho, mandioca (Fatima *et al.*, 2024), podendo atingir 70% da composição de amido com alto teor de amilose (Pankaj *et al.*, 2015).

A amilopectina também apresenta cadeias lineares formadas por moléculas de glicose unidas por ligações α -D-(1, 4) (Figura 1). No entanto, se diferencia da amilose por ser um polissacarídeo altamente ramificado, formada por cadeias poliméricas curtas com ligações glicosídicas α -(1,6) nos pontos de ramificação. Consiste no principal polissacarídeo da maioria dos amidos: entre 70-75% dos amidos convencionais (Agarwal, 2021).

As frações de amilose e amilopectina são compostas de unidades de glicose, e por esta razão se apresentam em diferentes proporções, dependendo da fonte de amido. Portanto, é possível afirmar que amidos provenientes de diferentes fontes vegetais possuem características físico-químicas distintas e aplicações comerciais variadas que estão vinculadas à relação da concentração de amilose/amilopectina, grau de cristalinidade, forma física e tipos de processamento (Azevêdo *et al.*, 2018).

Uma das suas características mais requeridas do amido é a sua capacidade de formar gel, principalmente pela indústria alimentícia e farmacêutica. A gelatinização consiste na transformação irreversível do amido granular em uma pasta viscoelástica, e que ocorre em três etapas: intumescimento, fusão e lixiviação da amilose dos grânulos de amido. Algumas ligações internas de hidrogênio, que estabelecem a estrutura cristalina do grânulo, são rompidas quando submetidas ao aquecimento em meio aquoso. Assim, as moléculas de água interagem com os grupos hidroxilas da amilose e amilopectina, causando um aumento do tamanho dos grânulos, viscosidade e solubilização parcial do amido (Mali *et al.*, 2010).

Os parâmetros de gelatinização são mais fortemente influenciados pelo tipo de amido, sendo controlados por características derivadas da estrutura molecular da amilopectina (comprimento de cadeia, extensão de ramificação, peso molecular), composição do amido (proporção amilose:amilopectina) e arquitetura granular (proporção de regiões cristalinas e amorfas) (Denardin; Silva, 2009).

Após a gelatinização e, sob condições favoráveis, as moléculas de amido podem sofrer uma nova reestruturação, voltando a apresentar forma cristalina; a este conjunto de alterações dá-se o nome de retrogradação ou recristalização (Azevêdo *et al.*, 2018).

3.2.1 Filmes a base de amido

O amido é um polímero natural presente nas plantas. Tem sido considerado há um bom tempo como o polissacarídeo mais importante e amplamente difundido, utilizado para a

síntese de filmes biodegradáveis. Fonte renovável, abundância, relação custo-benefício e excelentes propriedades de produção de filmes abrem uma ampla variedade de campos de aplicação, incluindo o setor de embalagens (Fatima *et al.*, 2024).

Para embalagens biodegradáveis, o amido fornece uma das melhores opções, pois tem a vantagem ao ser comparados aos polímeros plásticos, por serem inodoros, transparentes, insípidos, resistentes ao oxigênio e biologicamente absorvíveis (Gupta *et al.*, 2022).

Os filmes a base de amido são flexíveis e tendem a apresentar uma boa resistência mecânica, têm boa barreira ao oxigênio devido à sua extensa rede de ligações de hidrogênio; mas os grupos hidroxilas livres na estrutura do amido tornam o filme hidrofílico. Porém, comparado aos polímeros sintéticos tradicionais, possui fracos atributos mecânicos e sensibilidade à umidade, e são opacos, o que pode restringir sua aplicação (Dutta; Sit, 2024).

Além disso, a composição do amido, os plastificantes e as condições operacionais também têm efeito significativo nas propriedades físico-químicas do filme a base de amido (Agarwal, 2021). A plastificação do amido é uma forma comum de reduzir sua fragilidade, aumentar a flexibilidade e permitir a processabilidade. Plastificantes como glicerol, glicol e sorbitol são geralmente adicionados ao amido para plastificá-lo (Ghasemlou *et al.*, 2024).

Como o amido é composto principalmente por dois tipos de moléculas: amilose linear e amilopectina ramificada, a proporção amilose/amilopectina do amido impacta significativamente a estrutura e a estabilidade térmica de seus biopolímeros. A resistência mecânica do amido depende geralmente do seu teor de amilose. Em geral, o amido rico em amilose apresenta melhores propriedades mecânicas (Ghasemlou *et al.*, 2024).

A recristalização é o mais importante fenômeno que leva ao envelhecimento dos filmes de amido, tornando-os mais rígidos e quebradiços. A resistência de um gel de amido geralmente depende do teor de amilose. Moléculas lineares de amilose formam zonas de junção longas e fortes na rede de gel e, portanto, a resistência aumenta com o aumento da quantidade de conteúdo de amilose. Ao permanecerem em repouso por um período mais longo, as moléculas de amido amorfo recristalizam para formar cristalitos de dupla hélice e perdem a capacidade de retenção de água. Várias propriedades como solubilidade, permeabilidade, estabilidade e propriedades mecânicas de filmes a base de amido são afetadas negativamente pelo processo de retrogradação (Agarwal, 2021; Thakur *et al.*, 2019).

A maioria das propriedades desejadas em biopolímeros são hidrofobicidade, flexibilidade, resistência, barreira de gás, resistência à tração, resistência à umidade etc.; embora as propriedades tangíveis do material/filme sejam decididas de acordo com seu uso final. Pesquisas extensas foram feitas sobre várias propriedades, mas para fazer um filme

excelente, ainda é desafiador definir as diretrizes devido à inconsistência do tipo de matéria-prima, sua origem botânica, composição variável e estrutura (Agarwal, 2021).

3.3 Tecnologia de Plasma

O Plasma, definido por Irving Langmuir na década de 1920, constitui o quarto estado da matéria, caracterizando-se como um gás total ou parcialmente ionizado (Ucar *et al.*, 2021). Este estado, composto por elétrons, prótons, íons e radicais livres, representa aproximadamente 99% da matéria visível do universo e pode ser gerado em contextos naturais (ex: sol e aurora boreal) ou artificiais (ex: letreiros de néon) (Okeyre *et al.*, 2022).

O plasma é classificado em térmico e não térmico (ou a frio), diferenciados por suas propriedades termodinâmicas. O plasma térmico é gerado em alta temperatura ($>20.000\text{ }^{\circ}\text{C}$), enquanto o plasma a frio é produzido em condições de não equilíbrio térmico – onde a energia alcançada pelos elétrons supera a dos demais componentes – e opera em temperaturas próximas à ambiente ($30\text{--}60\text{ }^{\circ}\text{C}$) (Liu *et al.*, 2022). A geração do plasma frio é frequentemente realizada por descargas elétricas, como a Descarga de Barreira Dielétrica (DBD), jatos de plasma, descargas corona, descargas de micro-ondas e radiofrequência em diversos níveis de pressão (Dharini *et al.*, 2023).

Ambos os tipos de plasma possuem vasta aplicabilidade em tecnologia, abrangendo propulsão espacial, solda e esterilização (Silveira *et al.*, 2017; Romani *et al.*, 2020; Hoque *et al.*, 2022; Okeyre *et al.*, 2022). Contudo, o plasma a frio tem se destacado como uma tecnologia verde, sendo particularmente adequado para o tratamento de materiais sem resíduos industriais. Seu uso é proeminente na modificação de superfícies poliméricas, na descontaminação microbiana e na segurança alimentar (Zhu, 2017).

3.3.1 Plasma a frio

O tratamento com plasma frio é um processo ecologicamente correto que não gera resíduos tóxicos, gerado mediante a aplicação de um campo elétrico a um gás ou combinações gasosas (Ucar *et al.*, 2021).

Dependendo da frequência de excitação, pode ser classificado como descargas de corrente contínua e de baixa frequência (descargas corona e descargas de barreira dielétrica); descargas de radiofrequência (jatos de plasma de pressão atmosférica); e plasma acionado por micro-ondas (Hoque *et al.*, 2022). Sua composição contém muitas partículas carregadas (OH^{\cdot} ,

H_2O^+ , elétrons), espécies reativas de oxigênio, espécies reativas de nitrogênio, luz UV e íons positivos e negativos (Sruthi *et al.*, 2022).

As descargas elétricas são uma forma direta de produzir plasma a frio aplicando alta tensão em um espaço gasoso, induzindo a dissociação do gás. Após essa dissociação, um campo elétrico pode acelerar os elétrons, produzindo plasma, que altera a composição do gás (Khoja *et al.*, 2019). A eficácia do tratamento depende fortemente de fatores internos do equipamento, composição do gás, tensão, frequência aplicada e duração do processamento (Kaur *et al.*, 2024).

O plasma a frio é uma tecnologia emergente, promissora no processamento de alimentos, devido à sua eficácia na descontaminação, inativando agentes microbianos como bactérias, esporos bacterianos, fungos e vírus. Além de modificação de proteínas, carboidratos, polímeros, degradação de pesticidas (Bezerra *et al.*, 2023). Portanto, essa tecnologia apresenta inúmeras vantagens em relação aos métodos convencionais, pois reduz os custos operacionais do processo, utiliza tempo de tratamento reduzido em baixas temperaturas, possui natureza atóxica e é aplicada a uma ampla variedade de produtos.

3.3.1.1 Descarga de Barreira Dielétrica

Entre os diferentes métodos de geração de plasma a frio, o plasma de Descarga por Barreira Dielétrica (DBD) é um método comum, altamente eficiente, que consome pouca energia, de fácil operação e amplas aplicações industriais, sendo o tipo mais comum de plasma usado na modificação de materiais (Sheikhi *et al.*, 2020).

O plasma DBD é gerado por uma alta voltagem aplicada entre dois eletrodos de metal (um eletrodo energizado e um eletrodo de aterramento) (Laroque *et al.*, 2022). Conforme a Figura 2, consiste em eletrodos revestidos (um ou ambos) com materiais dielétricos, como um polímero, vidro, quartzo ou cerâmica, separados por uma lacuna que varia de 0,1 mm a vários centímetros. Os eletrodos são geralmente colocados dentro do recipiente fechado para evitar o escape de partículas de plasma, e as amostras são colocadas entre os eletrodos para tratamento direto. Além dos materiais dielétricos revestidos, o ar usado nesses sistemas atua como barreira à corrente, evitando a formação de faíscas. Esses modelos requerem ignição de alta tensão (10 kV) que pode ser alimentada por alimentação de corrente alternada (CA) ou corrente contínua (CC) (Okeyre *et al.*, 2022).

Figura 2 – Diagrama do dispositivo de plasma de descarga de barreira dielétrica.



Fonte: Laroque, 2022 adaptado.

Os gases comumente usados no sistema de plasma DBD incluem ar atmosférico, nitrogênio, argônio e hélio. A eficácia do plasma DBD depende de vários fatores. Como: o tipo de gás de alimentação empregado determina principalmente a natureza e as quantidades de espécies reativas produzidas na descarga (Gao *et al.*, 2022).

3.3.1.2 Aplicações do plasma DBD

Devido ao seu caráter não térmico e à sua operação sob pressão atmosférica, o plasma DBD pode ser uma abordagem adequada para o tratamento de materiais sensíveis ao calor, como alimentos, polímeros, esterilização/desinfecção, pesticidas (Bezerra *et al.*, 2023). Na Tabela 1 são apresentados exemplos com o uso do plasma DBD em diferentes materiais, tendo o ar atmosférico como gás do processo, mostrando diversos resultados alcançados.

Tabela 1 – Pesquisas realizadas utilizando o plasma DBD.

PLASMA DBD			
Tipo de material	Objetivos	Mudanças alcançadas	Referência
Filmes a base de amido de milho	Efeitos nas propriedades mecânicas e de barreira.	Maior resistência à tração e rigidez, e menor hidrofobicidade e solubilidade em água.	Goiana <i>et al.</i> , 2021.
Amido de batata	Avaliar as estruturas morfológicas e propriedades físico-químicas.	Aumento da solubilidade, intumescimento e absorção de água. Poros nas partículas.	Guo <i>et al.</i> , 2022.
Antibióticos	Decomposição de antibióticos.	Remoção completa de ampicilina por oxidação.	Smith <i>et al.</i> , 2017.

Suco de cenoura	Eficácia do plasma a frio na manutenção da qualidade do suco.	Preservação do ácido ascórbico, sem alteração de cor e deterioração sensorial. Redução crescimento microbiano.	Nasri <i>et al.</i> , 2023.
Água de coco	Efeitos na composição, parâmetros físico-químicos e inativação de peroxidase na água de coco.	Sem alterações na qualidade do produto: pH, sólidos solúveis totais e cor estáveis. Inativação completa de peroxidase.	Porto <i>et al.</i> , 2020.
Arroz	Influência no teor de amilose, estrutura cristalina, solubilidade em água e poder de intumescimento do amido de arroz.	Aumento do teor de amilose, amido resistente; Diminuição da cristalinidade relativa.	Sun <i>et al.</i> , 2022.
Esporos de <i>Aspergillus niger</i>	Eficácia fungicida de <i>A. niger</i> .	MEV indicou membrana celular danificada; Redução do crescimento e da toxicidade dos esporos resistentes.	Wei, 2024.
PE de baixa densidade	Melhorar a atividade de superfície do filme de PE.	Rugosidade na superfície; redução do crescimento de <i>E. coli</i> e <i>S. aureus</i> .	Wong <i>et al.</i> , 2020.
Filmes a base de caseína	Caracterização: morfologia da superfície, propriedades mecânicas e térmicas.	Melhora as propriedades mecânicas, de barreira e a estabilização térmica.	Wu <i>et al.</i> , 2020.
Gasolina	Capacidade de remediar solos poluídos.	Remoção e degradação de resíduos de gasolina no solo.	Zhao <i>et al.</i> , 2023.

Fonte: elaborada pela autora.

Tratando-se de amido, é uma nova tecnologia em modificação, que comprovadamente afeta a estrutura do material para melhorar suas propriedades físicas e químicas e ampliar sua faixa de aplicação. Nesse processo, o amido é modificado principalmente por meio de três mecanismos: reticulação, despolimerização e corrosão por plasma (Zhu, 2017). Os efeitos do plasma nas propriedades físico-químicas dos amidos dependerão da fonte botânica e das condições de processamento. A mudança das propriedades físicas e químicas dos amidos como aumento da solubilidade, capacidade de ligação de água e redução da temperatura de gelificação podem representar ferramentas importantes para a indústria alimentícia (Carvalho *et al.*, 2021).

Em relação aos polímeros a base de amido, os processos citados anteriormente alteram as superfícies dos mesmos. A interação das espécies quimicamente ativas, produzidas

no plasma com os biopolímeros, pode resultar na introdução de grupos hidrofílicos polares. Tratamentos com o oxigênio como gás, adiciona grupos funcionais como grupos hidroxila, peróxidos e ácido carboxílico. O plasma de gás nobre produz radicais livres, mas não contém grupos funcionais (Zhu, 2023). As consequências de reações e rearranjos após o tratamento, devem ser considerados nas modificações das superfícies, bem como a duração do tratamento e o tipo de gás de entrada (Gupta, 2024).

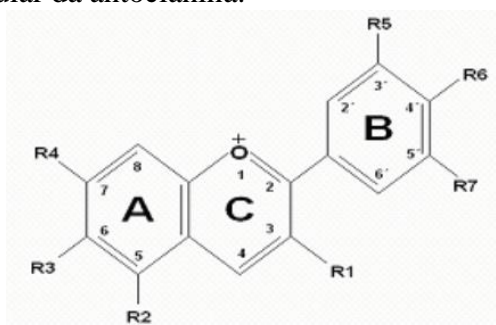
3.4 Antocianinas

O maior grupo de pigmentos naturais solúveis em água é composto pelas antocianinas. Das palavras gregas anthos-flor e kianos-azul, são pigmentos vegetais, responsáveis por uma grande variedade de cores observadas em flores, frutos e raízes de plantas que podem variar do vermelho vivo ao violeta/azul (Lopes *et al.*, 2007).

A forma geral da estrutura molecular se dá por glicosídeos de antocianidina e antocianinas aciladas, que pertencem a uma das subclasses de fenólicos. Mais de 600 tipos diferentes de antocianinas foram identificados na natureza. As seis antocianidinas mais comuns (forma aglicona) são cianidina, pelargonidina, delphinidina, petunidina, peonidina e malvidina (Zhao *et al.*, 2022).

A molécula é constituída por duas ou três porções, uma aglicona (antocianidina), um grupo de açúcares e, frequentemente, um grupo de ácidos orgânicos, conforme representado na Figura 3 (Damdindorj *et al.*, 2020). O núcleo parental da antocianina é tipificado por uma estrutura C6-C3-C6 com oito ligações duplas conjugadas e contém dois anéis de benzeno (A e B) conectados por um heterociclo oxigenado de três carbonos e um heterociclo oxigenado de seis membros (C) (Xu *et al.*, 2024).

Figura 3 – Estrutura molecular da antocianina.



Fonte: Lopes *et al.*, 2007.

A estabilidade das antocianinas é maior sob condições ácidas, mas pode ocorrer degradação por vários mecanismos, iniciando com perda da cor, seguida do surgimento de coloração verde amarelada e formação de produtos insolúveis. A estabilidade da cor de antocianinas é dependente da estrutura e da concentração dos pigmentos, além de fatores como o pH, a temperatura e a presença de oxigênio. A cor de uma antocianina individual varia desde o vermelho (condição ácida), passando pelo rosa (condição neutra), até chegar ao azul (condição alcalina) e em condições muito alcalina a cor fica amarela (Damdindorj *et al.*, 2020).

As antocianinas são amplamente utilizadas como indicadores naturais devido à sua alta atividade antioxidante e notável sensibilidade à alteração de pH (Jiang *et al.*, 2023). Estudos recentes demonstram que extratos ricos em antocianinas, derivados de fontes como frutas vermelhas, batata-doce roxa e repolho roxo, são eficazes para o desenvolvimento de filmes ativos e inteligentes (Gao *et al.*, 2022; Liu *et al.*, 2019).

Devido à sua eficiência e simplicidade, esses indicadores de pH extraídos de plantas se apresentam como alternativas viáveis em embalagens biodegradáveis. Eles são empregados para monitorar e indicar o frescor dos alimentos armazenados, uma vez que o processo de deterioração é tipicamente acompanhado por uma mudança de pH (Choi *et al.*, 2017).

As antocianinas também têm uma variedade de efeitos benéficos à saúde, como atividade antioxidante, atividade anti-inflamatória, efeitos retinoprotetores, atividade antimicrobiana, efeitos anti-obesidade e antidiabéticos. Estudos epidemiológicos recentes sugerem que o consumo de antocianinas reduz o risco de doenças cardiovasculares, diabetes e câncer (Zhao *et al.*, 2022).

3.4.1 Acerola

A acerola (*Malpighia emarginata* D.C.) é um fruto avermelhado originário da região das Antilhas, na América Central. Fruta bastante comercial em função de seu alto teor de vitamina C (700-1400 mg/100 g de suco), além de ser apreciada pelo aroma e sabor. Potencial explorado de exportação da polpa concentrada congelada, devido ao elevado número de safras anuais (3 a 4 sob condições de sequeiros e 6 a 7 sob irrigação). A cor vermelha da acerola, no estágio maduro, é devido à presença de antocianinas e mostra um fator importante na qualidade do produto (Aquino *et al.*, 2011).

O teor de antocianinas varia de 3,8 a 47,4 mg/100 g de polpa de fruta, dependendo do cultivar, sendo as principais antocianinas a cianidina-3-ramnosídeo e a pelargonidina-3-ramnosídeo. As antocianinas da acerola, de modo geral, são especialmente suscetíveis à degradação, o que é um problema no armazenamento de sucos e purês. A baixa estabilidade das antocianinas da acerola tem sido atribuída à alta concentração de ácido ascórbico, cuja degradação ocorre pela condensação direta do ácido ascórbico no C4 das antocianinas, o que resulta em perdas de ambos os componentes (Ribeiro *et al.*, 2018).

Estudos para estabilizar a cor da acerola e consequentemente, manter o teor de antocianinas estão sendo explorados. Alternativas para agregar valor nutricional e aumentar a aceitabilidade de filmes comestíveis com a inserção do suco de acerola, por exemplo (Lima *et al.*, 2003; Ribeiro *et al.*, 2018).

3.4.2 Uva

A uva é uma das frutas mais antigas utilizadas na alimentação humana, originária do árido Cáucaso, na Ásia, há 6.000 AC e sua produção se espalha por todo o mundo através das videiras. É uma fruta rica em sais minerais, tais como: cálcio, ferro, fósforo, magnésio, sódio e potássio. Possui também, em quantidade razoável, vitaminas (complexo B e vitamina C), seu sabor varia muito de acordo com o tipo de solo, podendo ser doce, cítrico ou ácido (Kato *et al.*, 2012).

A uva é uma fonte de compostos fenólicos, no entanto, os conteúdos fenólicos totais e de antocianinas nela encontrados, variam de acordo com a espécie, variedade, maturidade, condições climáticas e cultivar. Nas videiras estas se acumulam nas folhas durante a senescência e são responsáveis pela coloração das cascas das uvas tintas, sendo encontradas também, na polpa de algumas variedades de uvas. Houve vários estudos de antocianinas extraídas de uva como corantes indicadores de pH. Eles descobriram que a cor mudou claramente de vermelho para verde na faixa de pH de 2 a 9 e que filmes que incorporam esses compostos poderiam ser usados para monitorar visualmente a deterioração da carne suína (Zhang *et al.*, 2014).

Pensando no processo de fabricação de sucos ou vinhos, a quantidade estimada em geração 20% do resíduo sólido do seu peso inicial, que contém em sua composição antocianinas do grupo dos compostos fenólicos, destacando atividades antioxidantes e propriedades anti-inflamatórias e anticancerígenas. A recuperação desses compostos do

resíduo industrial pode ser uma forma de obtenção destes pigmentos de grande importância para a indústria alimentícia (Galli, 2010).

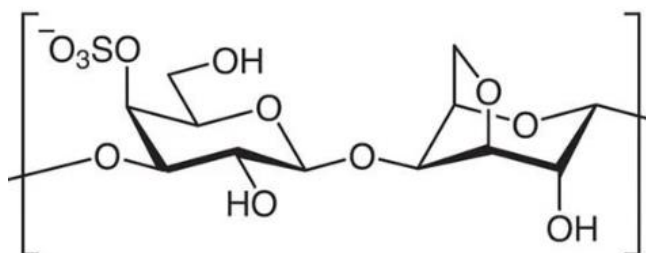
A casca da uva é um subproduto do processo de suco e também é rica em compostos fenólicos, incluindo flavonóides e não flavonóides. A EMBRAPA, através de Guimarães *et al.* (1984), realizou um estudo utilizando processos de extração de antocianinas de resíduos do processamento de uvas. As antocianinas mais abundantes na casca da uva são as formas glicosídicas de cianidina, malvidina, delfinidina, peonidina, petunidina e pelargonidina. Além disso, as antocianinas na casca da uva têm a maior atividade antioxidante. Portanto, incorporar extratos de casca de uva em polímeros para desenvolver embalagens de alimentos é potencialmente valioso (Ma; Wang, 2016).

3.5 Carragenana

As macroalgas marinhas são consideradas uma das fontes mais ricas, porém subutilizadas, de polissacarídeos, como carragenana, alginato e ágar. A carragenana é um biopolímero natural derivado de algas vermelhas e é um polissacarídeo hidrofílico (Alfatah *et al.*, 2025). Pertence ao grupo de polissacarídeos lineares que possuem grupos de enxofre em suas cadeias, classificado como uma família de compostos sulfatados lineares, é amplamente reconhecido como um importante ficocoloide comercial. Os polissacarídeos consistem principalmente de galactose (3,6-anidrido-galactose e D-galactose) e sulfatos de éster, ambos os quais constituem a espinha dorsal estrutural (Ramadas *et al.*, 2024).

As carragenanas, polissacarídeos lineares sulfatados, são classificadas em três tipos principais — lambda (λ), kappa (κ) e iota (ι) — com base na quantidade e na posição dos grupos sulfato presentes em suas unidades de repetição. Entre os três tipos, a carragenana kappa é a mais popular e amplamente utilizada devido à sua alta capacidade de formação de gel, seguida por iota e lambda (Chi *et al.*, 2023).

Figura 4 – Estrutura molecular κ -carragenana.



Fonte: Chi *et al.*, 2023 (adaptado).

A κ -carragenana (Figura 4) contém poucos grupos funcionais éster monosulfato, por isso adquire maior capacidade de formação de filme do que as outras. Todas as três carragenanas são insolúveis em solventes orgânicos, mas solúveis em água, dependendo do arranjo dos grupos sulfato na cadeia (Ramadas *et al.*, 2024).

Devido às suas propriedades físico-químicas excepcionais, a carragenana é amplamente utilizada na indústria alimentícia como agente gelificante, espessante e estabilizante (Saeidy *et al.*, 2019). Além de usos alimentícios, a carragenana também encontra aplicações em têxteis, impressões, cosméticos e formulações farmacêuticas.

As propriedades funcionais e físicas da carragenana podem ser aprimoradas combinando-a com outros polímeros, nanomateriais, ingredientes bioativos e agentes de reticulação (Dmitrenko *et al.*, 2025). A adição de ingredientes funcionais é fundamental para o desenvolvimento de materiais de embalagem inteligentes (ativos e inteligentes) (Matche *et al.*, 2020).

3.5.1 Filmes a base de carragenana

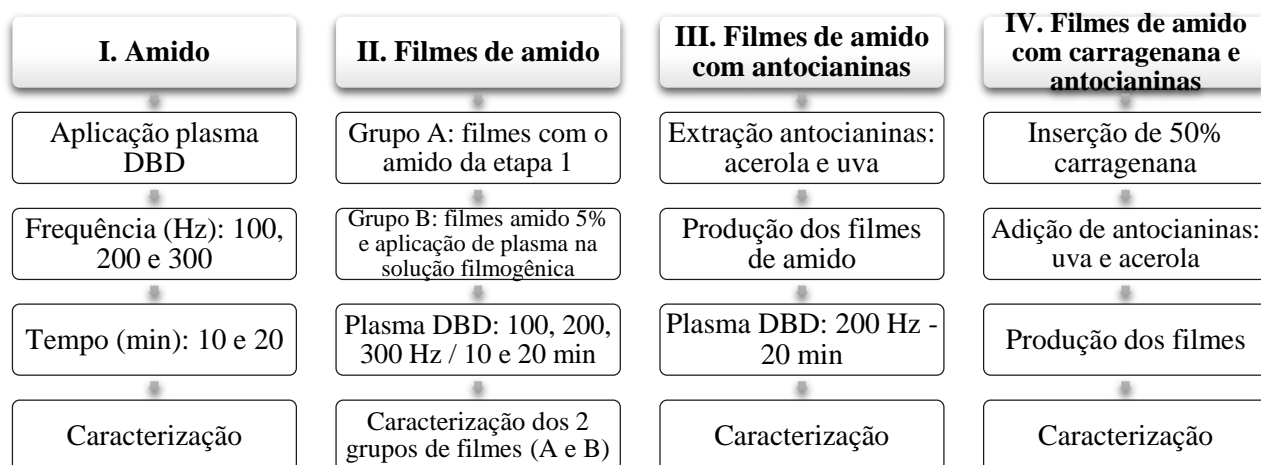
A carragenana ganhou muita atenção no desenvolvimento de filmes para embalagens de alimentos de base biológica devido à sua excelente capacidade de formação de filme (Chudasama *et al.*, 2021). Existem muitos estudos sobre filmes para embalagens a base de carragenana, e os resultados são promissores, mas a carragenana pura, quando usada para revelar filmes, tem algumas limitações. Portanto, é importante examinar as características estruturais da carragenana antes de aplicá-la em embalagens de alimentos.

Apesar de os filmes de embalagem a base de carragenana poderem ser uma alternativa promissora aos filmes de embalagem convencionais derivados do petróleo, eles apresentam certas desvantagens que limitam sua ampla aplicação em setores industriais. Esses fatores incluem alta hidrofilicidade, baixas propriedades mecânicas e de barreira, baixa processabilidade e, principalmente, custo mais alto do que os filmes de embalagem convencionais. A adição de materiais, como espécies reativas, pode compensar as baixas propriedades físicas do filme, mas melhorias adicionais são necessárias para atender aos requisitos de produção em larga escala. Portanto, para desenvolver filmes de embalagem derivados de polímeros marinhos, pesquisas adicionais sobre biopolímeros a base de carragenana são essenciais (Ramadas *et al.*, 2024).

4 MATERIAL E MÉTODOS

O trabalho ocorreu em 4 etapas, conforme esquema abaixo (Figura 5). Todos os pontos citados, estão detalhados nas seções posteriores.

Figura 5 – Esquema representativo das etapas elaboradas no projeto.



Fonte: elaborada pela autora.

4.1 Etapa I – Tratamento do amido

A etapa inicial do trabalho focou na modificação estrutural do grânulo de amido através do tratamento com DBD, variando-se os parâmetros de frequência e tempo, com o objetivo de alterar suas propriedades físico-químicas, com posterior caracterização (descrito no item 4.1.2).

4.1.1 Aplicação plasma DBD em amido

Amostras de amido de milho (marca comercial - Maizena®) foram tratadas com plasma frio em um equipamento de descarga de barreira dielétrica (DBD), composto por uma fonte de energia (Inergiae modelo PLS0130) e dois eletrodos de alumínio de 8 cm de diâmetro separados por placas de acrílico de 2 mm. Placas de Petri contendo 15 g de amido foram colocadas dentro de um espaço de 3 cm entre as barreiras dielétricas centradas com os eletrodos. O plasma frio foi gerado em 20 kV (tensão máxima alcançada com o equipamento), nas frequências de excitação de 100, 200 e 300 Hz e nos tempos 10 e 20 min. As amostras de

amido foram nomeadas como: Am-C (amostra controle) e Am-X-Y (amido tratado), sendo “X” a frequência testada e “Y” o tempo de tratamento em minutos.

4.1.2 Caracterização do amido

4.1.2.1 Solubilidade e Índice de Absorção de Água (IAA)

Suspensões de amostra de amido 1% (p/p) foram agitadas à temperatura ambiente (25 °C) por 30 min e depois centrifugada a 10000 rpm por 15 min. Depois que os sobrenadantes foram despejados em placas pré-pesadas e secas, o peso dos sobrenadantes foi medido. A solubilidade em água fria das amostras foi calculada usando o método descrito por Fang *et al.* (2021), através da proporção em peso do sobrenadante seco (P_f) em relação ao peso inicial do amido (P_i) (Equação 1).

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

Para o índice de absorção de água (IAA), após a retirada do líquido sobrenadante da análise de solubilidade, foram pesados os tubos de centrífuga e o IAA foi calculado, de acordo com relação do peso do resíduo centrifugado (P_c) pelo peso da amostra inicial de amido (P_i), seguindo a Equação 2.

$$IAA (\%) = \frac{P_c}{P_i} \times 100 \quad (2)$$

4.1.2.2 Turbidez

A medida da turbidez foi de acordo com Chen *et al.* (2020), adaptada. Uma suspensão aquosa a 2% (p/p) de amido de milho foi aquecida em banho-maria fervente por 1 h e agitada em intervalos de 5 min. Depois que a suspensão foi resfriada até temperatura ambiente (25 °C), a turbidez foi determinada medindo a absorbância a 640 nm contra um branco de água com um espectrofotômetro UV-Vis Spectrophotometers Evolution 201 (Thermo Scientific, China).

4.1.2.3 Teor de Amilose

O teor de amilose foi determinado com base na medição colorimétrica dos complexos de iodo do amido, segundo Hu *et al.* (2016) (com modificações). O amido (0,1 g)

foi pesado e suspenso em 1 mL de etanol (P.A.) e, em seguida, 10 mL de NaOH (1 mol/L) foi adicionado. A suspensão de amido foi aquecida (70 °C) em banho-maria por 15 min. Após resfriada à temperatura ambiente, 5 mL da solução de amido solubilizado foi retirada, e em seguida foram adicionados 46 mL de água, juntamente com 1 mL de ácido acético (1 mol/L) e 2 mL de solução de iodo em iodeto de potássio (0,2 g I₂ e 2 g KI em 100 mL de água). Após coloração por 10 min, a absorbância desta solução foi lida a 620 nm usando um espectrofotômetro UV-Vis Spectrophotometers Evolution 201 (Thermo Scientific, China) com um branco (sem amido). A curva padrão de concentração de amilose foi plotada dentro dos teores composta por diferentes proporções de amilose pura (Sigma, EUA). O teor de amilopectina foi determinado por diferença.

4.1.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizada para analisar a morfologia do amido de milho controle e tratado. Amostras de amido foram montadas em “stubs” e metalizadas com uma fina camada (20 nm) de ouro no metalizador Quorum QT150ES. Em seguida, foram examinadas em um microscópio eletrônico de varredura Quanta 450 FEG-FEI, com uma tensão de aceleração de 20 kV em diferentes magnitudes.

4.1.2.5 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

As estruturas moleculares do amido de milho tratado e não tratado com plasma foram analisadas por Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR). As análises foram realizadas utilizando o Cary 630 FTIR (Agilent, EUA), equipado com acessório para medição por ATR com cristal de diamante. Os espectros foram coletados na região entre 4000 a 650 cm⁻¹ de comprimento de onda.

4.1.2.6 Reologia do pó

O fluxo de pó de amido foi avaliado medindo sua tensão de consolidação, tensão de escoamento não confinada, densidade aparente e ângulos de atrito da parede (Lima *et al.*, 2022). Estas medições foram realizadas utilizando o Powder Flow Tester (PFT, Brookfield Engineering Labs, Essex, Reino Unido). 25 g de amido de milho foram colocados em

bandejas circulares de aço inoxidável e submetido a tensões de 0 a 13,5 kPa na superfície do pó.

4.2 Etapa II - Filmes de amido

Nesta fase, foram elaborados filmes utilizando o amido estudado na Etapa I e amido sem tratamento. O foco foi analisar as alterações nas propriedades morfológicas, de solubilidade e de barreira dos filmes resultantes do tratamento com plasma, definindo as melhores condições operacionais para as etapas subsequentes. Os filmes foram caracterizados quanto: Umidade, Solubilidade, Ângulo de contato, Amilose, FTIR e MEV (todas metodologias descritas no item 4.6).

4.2.1 Produção dos filmes de amido

Na produção dos filmes, utilizou-se a técnica de *casting* seguindo a metodologia proposta por Goiana *et al.* (2021). 5 g de amido de milho comercial (28% de teor de amilose; Maizena®, Brasil) foram dissolvidos em 100 mL de água destilada e aquecidos a 95 °C sob agitação magnética por 30 min. Foi adicionado glicerol (25%, p/p) e a mistura foi agitada a 60-65 °C durante 15 min. Em seguida, a dispersão foi homogeneizada em Ultra-Turrax T25 (IKA) a 10.000 rpm durante 10 min e colocadas em banho ultrassônico por 5 min para retirada de bolhas. A solução formadora de filme (cerca de 25 mL) foi vertida sobre placas de Petri e deixadas secar em condições ambientes (25 °C) até a evaporação do solvente estar completa.

4.3 Etapa III - Filmes de amido com antocianinas

Esta etapa envolveu a incorporação de extratos bioativos no desenvolvimento dos filmes, obtidos a partir dos resíduos de uva e acerola, ricos em antocianinas, para conferir características de embalagem inteligente. A aplicação do plasma DBD ocorreu em condições otimizadas, com base nos resultados da etapa II. A caracterização envolveu análises de: Umidade, Solubilidade, Amilose, Ângulo de contato, FTIR, MEV, PVA, Espessura, Teste de perfuração e Alteração de cor dos filmes em função do pH.

4.3.1 Extração das Antocianinas

As antocianinas foram extraídas a partir dos resíduos industriais de polpas de acerola e uva. Os resíduos foram previamente secos em estufa (Tecnal®, TE-394/1, Brasil) à 60 °C por 24 h, e em seguida passados em moinho (Cuisinart, DCG, EUA) para obtenção de uma farinha. A proporção de 3% de farinha foi dissolvida em água destilada e colocada no ultrassom de 500 W (Unique® DES500, Brasil) com ponteira de 1,3 cm de diâmetro por 3 min e 100% potência. Após o processo, o extrato foi filtrado em papel de filtro qualitativo.

4.3.2 Produção dos filmes

Seguindo a mesma metodologia descrita no item 4.2.1, os filmes de amido de milho incorporados com antocianinas, o volume de água destilada usado foi substituído pelos extratos de acerola e uva, separadamente (obtido de acordo o item 4.3.1).

4.4 Etapa IV - Filmes de amido e carragenana com antocianinas

A etapa IV consistiu na adição de reforço natural: carragenana, com o objetivo de melhorar a estrutura base dos filmes de amido, bem como suas propriedades funcionais a fim de validar seu potencial como embalagens inteligentes sustentáveis, incluindo os extratos de antocianinas obtidos dos resíduos de acerola e uva. A caracterização envolveu análises de: Umidade, Solubilidade, Amilose, Ângulo de contato, FTIR, MEV, PVA, Espessura e Alteração de cor dos filmes em função do pH.

4.4.1 Produção dos filmes de amido com carragenana

A carragenana utilizada foi extraída da macroalga vermelha *Hypnea musciformis*, cedida pelo Laboratório de Biotecnologia em Aquicultura do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará — IFCE, Campus Acaraú, Ceará, Brasil. As etapas de higienização, precipitação, lavagens e secagem foram necessárias para a obtenção do pó seco. Para os filmes, seguiu-se a metodologia acima, porém dividindo a quantidade de matriz entre amido e carragenana, 50% cada. Também houve o uso dos extratos de uva e acerola. Antes da etapa de aquecimento da solução filmogênica foi necessário acidificação com ácido cítrico 3,9 mol/L, cerca de 1 mL. As amostras foram nomeadas assim: A-Cgn (filme amido-carragenana

controle), A-Cgn-Ac (filme amido-carragenana acerola) e A-Cgn-U (filme amido-carragenana uva).

4.5 Aplicação de plasma DBD nos filmes

Com base nas etapas II, III e IV, três conjuntos de filmes foram expostos ao plasma DBD. O primeiro conjunto consistiu de soluções formadoras de filmes submetidas ao plasma, antes da etapa de evaporação. O segundo conjunto consistia em filmes feitos com o amido tratado (item 4.1). E o terceiro conjunto foi de filmes de amido incorporados com extratos de acerola e uva, separadamente (item 4.3.2).

Seguindo a metodologia descrita no item 4.1.1, o plasma foi aplicado nas soluções formadoras de filme e nos filmes de amido nas mesmas frequências e tempos do teste anterior. Já o tratamento com plasma DBD nos filmes de amido incorporados com as antocianinas, ocorreu somente na frequência 200 Hz por 20 min. Uma placa de Petri acrílica contendo os filmes a base de amido (com e sem extrato de uva e acerola), foi colocada no espaço entre os eletrodos (3 cm de distância) e submetida ao tratamento com plasma.

Em resumo, as amostras de todo o trabalho foram nomeadas assim (Tabela 2):

Tabela 2 – Siglas das amostras utilizadas no trabalho que foram tratadas pelo plasma DBD.

PARÂMETROS DE TRATAMENTO	AMIDO	FILMES DE AMIDO		FILMES DE AMIDO COM ANTOCIANINAS	
		Amido tratado	Solução filmogênica tratada	Acerola	Uva
Controle	Am-C	A-C		Ac-C	Uva-C
100 Hz – 10 min	Am-100-10	A _t -100-10	A-100-10	-	-
100 Hz – 20 min	Am-100-20	A _t -100-20	A-100-20	-	-
200 Hz – 10 min	Am-200-10	A _t -200-10	A-200-10	-	-
200 Hz – 20 min	Am-200-20	A _t -200-20	A-200-20	Ac-P	Uva-P
300 Hz – 10 min	Am-300-10	A _t -300-10	A-300-10	-	-
300 Hz – 20 min	Am-300-20	A _t -300-20	A-300-20	-	-

Fonte: elaborada pela autora.

4.6 Metodologia das análises em filmes

4.6.1 Umidade e Solubilidade

As amostras de filmes foram pesadas e, em seguida, secas em estufa a 105 °C durante 24 h. Após a secagem, as amostras foram pesadas novamente e a quantidade de água absorvida pelas amostras em função do teor de umidade (U %) do acondicionamento foi determinada por diferença, conforme a Equação 3.

$$U (\%) = \frac{P_i - P_f}{P_i} \times 100 \quad (3)$$

Onde: P_i corresponde ao peso da amostra (g) antes da secagem em estufa e P_f é o peso da amostra (g) após toda água ter sido retirada.

A solubilidade em água dos filmes foi definida como a quantidade de matéria seca solubilizada após 24 h de imersão em água, e medida de acordo com Pena-Serna e Lopes-Filho com adaptações (2013). A solubilidade em água (S %) foi calculada de acordo com a Equação 4:

$$S (\%) = \frac{P_i - P_f}{P_i} \times 100 \quad (4)$$

Onde: P_i corresponde ao peso da amostra antes da solubilização e P_f é o peso da amostra após toda água ter sido retirada em estufa.

4.6.2 Teor de Amilose

O teor de amilose de todos os filmes a base de amido foi determinado conforme descrito no item 4.1.2.3.

4.6.3 Ângulo de Contato

Conforme a norma ASTM D5725-99 (2008), as medições de ângulo de contato indicam alterações na hidrofobicidade das superfícies. Amostras de todos os filmes (2 x 2 cm) foram fixas em um suporte de vidro e ao cair uma gota na superfície, uma imagem foi capturada (câmera Pixe Link Nikon) e o ângulo foi medido pelo equipamento GBX Instrumentation Scientific por intermédio do software Visiodrop, através de 5 repetições. O teste ocorreu em temperatura ambiente (25 °C).

4.6.4 FTIR

A formação ou não de grupos químicos nas superfícies dos filmes de amido foi avaliada através de espectros de FTIR. A análise ocorreu conforme descrito no item 4.1.2.5.

As absorbâncias nas bandas 995 cm^{-1} e 1022 cm^{-1} foram usadas para calcular a estrutura ordenada de curto alcance ou razão cristalino/amorfo (RCA), que é determinada seguindo a relação (Equação 5) descrita por Warren *et al.* (2016).

$$RCA = \frac{Abs\ 995\ \text{cm}^{-1}}{Abs\ 1022\ \text{cm}^{-1}} \quad (5)$$

4.6.5 MEV

As imagens obtidas com o MEV, da superfície de todas as amostras de filme com e sem extrato de antocianinas, foi realizada conforme o item 4.1.2.4.

4.6.6 Espessura

Foi determinada a espessura dos filmes (mm) através da média de 10 medições, feitas com um micromêtro externo (Eda 0-25mm).

4.6.7 Permeabilidade ao Vapor de Água (PVA)

A determinação da permeabilidade ao vapor de água (PVA) dos filmes seguiu o método E96-00 (ASTM, 2000). Foram utilizadas oito células de permeação para cada filme, com 24 mm de diâmetro contendo 1,5 mL de água destilada, e mantidas a $25 \pm 2\ ^\circ\text{C}$ em dessecador vertical Arsec DCV040. Foram realizadas oito pesagens ao longo de 24 h, com intervalo mínimo de 1 hora entre as medições.

4.6.8 Teste de Perfuração

O teste de perfuração foi realizado em texturômetro (TexturePro CT V1.2 Build 9, Brookfield Engineering Laboratories, USA) no modo de compressão. Os corpos de prova com 4 cm de diâmetro foram submetidos a uma sonda de aço inoxidável cilíndrica, com diâmetro

de 5 mm a uma velocidade de 2 mm/s e célula de carga de 25 kg, que fez a perfuração das amostras.

4.6.9 Alteração de cor em função do pH

Para verificar a resposta da cor dos filmes de amido com extratos de acerola e uva à mudança de pH, amostras de 1,5 x 1,5 cm foram imersas em diferentes soluções tampão (pH 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10 e 10,6) por 10 min. Em seguida, foram scaneadas em espectrofotômetro UV-vis (Thermo Scientific modelo Evolution 201, Waltham, MA, EUA) de 380 a 780 nm por 5 min.

As mudanças de cor dos filmes também foram registradas por uma câmera digital (Canon, EOS T7, EUA). Luzes LED brancas foram posicionadas nas laterais de uma câmera fotográfica translúcida para iluminação constante.

4.7 Análise Estatística

Todas as análises realizadas ocorreram em quadruplicata. A análise estatística foi feita em software Statistic[®] 7, através da análise de variância (ANOVA) e as diferenças entre as médias foram comparadas pelo teste de Tukey, com nível de significância estabelecido em 95% ($p < 0,05$).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização Amido após plasma DBD

5.1.1 Solubilidade e IAA

Quando o amido entra em contato com a água, os grânulos incham ligeiramente devido à difusão e absorção de água nas regiões amorfas, que são formadas pelas interações das cadeias de amilose e amilopectina. A relação entre a estrutura molecular do amido e seu comportamento em algumas propriedades físico-químicas sugere que diversas características estruturais, como teor de amilose, distribuição de comprimento das cadeias de amilopectina e grau de cristalinidade no grânulo, poderiam estar intimamente relacionadas aos eventos associados à gelatinização e retrogradação (Denardin *et al.*, 2009).

Tabela 3 – Solubilidade, índice de absorção de água e grau de turbidez do amido submetido ao plasma DBD.

AMOSTRAS	SOLUBILIDADE (%)	IAA (%)	TURBIDEZ
Am-C	90,60 ^a ± 0,63	1,97 ^a ± 0,05	1,73 ^a ± 0,03
Am-100-10	83,81 ^b ± 0,60	1,98 ^a ± 0,11	1,73 ^a ± 0,01
Am-100-20	83,70 ^b ± 0,84	1,97 ^a ± 0,04	1,78 ^{ab} ± 0,02
Am-200-10	82,57 ^{ab} ± 1,38	2,07 ^{ab} ± 0,47	1,77 ^{ab} ± 0,02
Am-200-20	83,97 ^b ± 1,17	2,07 ^{ab} ± 0,16	1,78 ^{ab} ± 0,02
Am-300-10	83,29 ^{ab} ± 1,10	2,10 ^b ± 0,10	1,77 ^{ab} ± 0,02
Am-300-20	82,68 ^{ab} ± 0,79	2,18 ^b ± 0,08	1,81 ^b ± 0,02

Fonte: elaborada pela autora.

* Os valores são a média de quatro medidas ± desvio padrão; valores na mesma coluna não seguidos de uma letra comum são significativamente diferentes ($p < 0,05$).

A Tabela 3 apresenta os dados de solubilidade, índice de absorção de água e grau de turbidez do amido. A solubilidade do amido diminuiu após o tratamento com plasma em todas as condições testadas. Decréscimos superiores a 8,5% foram observados para o amido submetido ao tratamento com plasma a 200 e 300 Hz. Alguns autores explicaram esse efeito como causado pela degradação molecular e oxidação do amido (Guo *et al.*, 2022). Entretanto, a diminuição da solubilidade está relacionada ao aumento da amilopectina durante o tratamento com plasma. Mudanças semelhantes foram encontrados por Marenco-Orozco (2022) para amido de banana, diferentemente do que observado no amido de arroz por Sun *et*

al. (2022), usando plasma a frio gerado por micro-ondas e por Thirumdas *et al.* (2017) após o tratamento com plasma de ar DBD.

A absorção de água do amido teve um leve aumento em relação à amostra controle, a partir de 200 Hz (Tabela 3). O aumento na higroscopicidade do amido de milho tratado com plasma DBD é devido ao aumento do teor de hidroxila, comprovado pela análise de FTIR (Figura 4). Este resultado é consistente com o de Yan *et al.* (2019) que usaram amido de banana modificado por plasma DBD e Guo *et al.* (2022) em amido de batata. O aumento no índice de absorção de água é positivo para diversas aplicações alimentícias, pois resulta em géis com maior viscosidade e firmeza e auxilia na retenção de umidade em produtos alimentícios.

5.1.2 Turbidez

Conforme a Tabela 3, a turbidez manteve-se estável após o tratamento com plasma. Apenas a amostra tratada a 300 Hz por 20 min (Am-300-20) diferiu significativamente da amostra controle, com aumento de 5%, que se deve provavelmente ao aumento do peso molecular do amido (Chen *et al.*, 2020). A turbidez é um indicador significativo das propriedades do amido, pois envolvem a interação entre as espécies de plasma e amido, sendo três mecanismos possíveis para esta modificação: reticulação, despolimerização e corrosão (Shen *et al.*, 2022).

5.1.3 Teor de Amilose

O teor de amilose é um parâmetro importante que determina muitas propriedades e aplicações do amido. A Tabela 4 apresenta o teor de amilose e amilopectina, observado no amido de milho antes e após tratamento com plasma DBD.

A amostra controle (Am-C) apresentou $24,2 \pm 0,3\%$ de amilose. O tratamento com plasma reduziu o teor de amilose no amido de milho, tendo a sua maior redução (14%) na frequência 200 Hz por 20 min (Am-200-20). Essa tendência de queda também foi observada por Zhu (2017), e pode ser devido à extensa degradação da amilose como resultado de interações com as espécies reativas. O plasma de barreira dielétrica aplicado no ar atmosférico gera muitas espécies reativas que podem interagir com as cadeias poliméricas de amilose e amilopectina (Carvalho *et al.*, 2021).

Tabela 4 - Teor de amilose e amilopectina em amido de milho tratado ou não com plasma DBD.

AMOSTRAS	AMILOSE (%)	AMILOPECTINA (%)
Am-C	24,2 ± 0,3 ^a	75,8 ± 0,3 ^a
Am-100-10	21,6 ± 0,4 ^b	78,4 ± 0,4 ^b
Am-100-20	23,7 ± 0,9 ^{ac}	76,3 ± 0,9 ^c
Am-200-10	22,1 ± 1,2 ^c	77,9 ± 1,2 ^b
Am-200-20	20,8 ± 0,9 ^{bc}	79,2 ± 0,9 ^d
Am-300-10	22,4 ± 0,4 ^c	77,6 ± 0,4 ^b
Am-300-20	23,7 ± 0,4 ^{ac}	76,3 ± 0,4 ^c

Fonte: elaborada pela autora.

* Os valores são a média de quatro medidas ± desvio padrão; valores na mesma coluna não seguidos de uma letra comum são significativamente diferentes ($p < 0,05$).

Resultados diferentes foram encontrados por Sun *et al.* (2022), no qual o plasma do tipo micro-ondas foi aplicado em amido de arroz, e aumentou o teor de amilose do material. A influência da modificação do plasma na amilose está relacionada com a fonte de amido, tipo de plasma, tempo de processamento e potência do plasma (Shen *et al.*, 2022).

Todas as condições operacionais aplicadas aumentaram o teor de amilopectina. A conversão de amilose em amilopectina foi maior em 200 Hz, aumentando com o tempo de processamento. Tempos de processamento mais longos (> 20 min) não foram testados neste trabalho porque estudos anteriores indicaram que nenhuma alteração foi obtida após 30 min de tratamento com plasma (Goiana *et al.*, 2021). Os tratamentos em 100 e 300 Hz apresentaram aumento no teor de amilopectina, mas após 10 min de tratamento o teor de amilose tendeu a aumentar devido à despolimerização dos ramos da amilopectina.

Amidos com menores teores de amilose e, consequentemente, maiores teores de amilopectina, influenciam diversas propriedades do amido. A quantificação da amilose é de grande relevância, uma vez que ela estrutura o grânulo do amido e determina o comportamento deste e a aplicação a qual será destinado (Okeyre *et al.*, 2022). O plasma tende a despolimerizar cadeias lineares de polímeros de carboidratos, produzindo cadeias mais curtas e radicais de carboidratos. Ao mesmo tempo, os radicais livres gerados no plasma reagem com a amilose criando radicais internos, que se polimerizam, produzindo amilopectina (Alves Filho *et al.*, 2016; Almeida *et al.*, 2017).

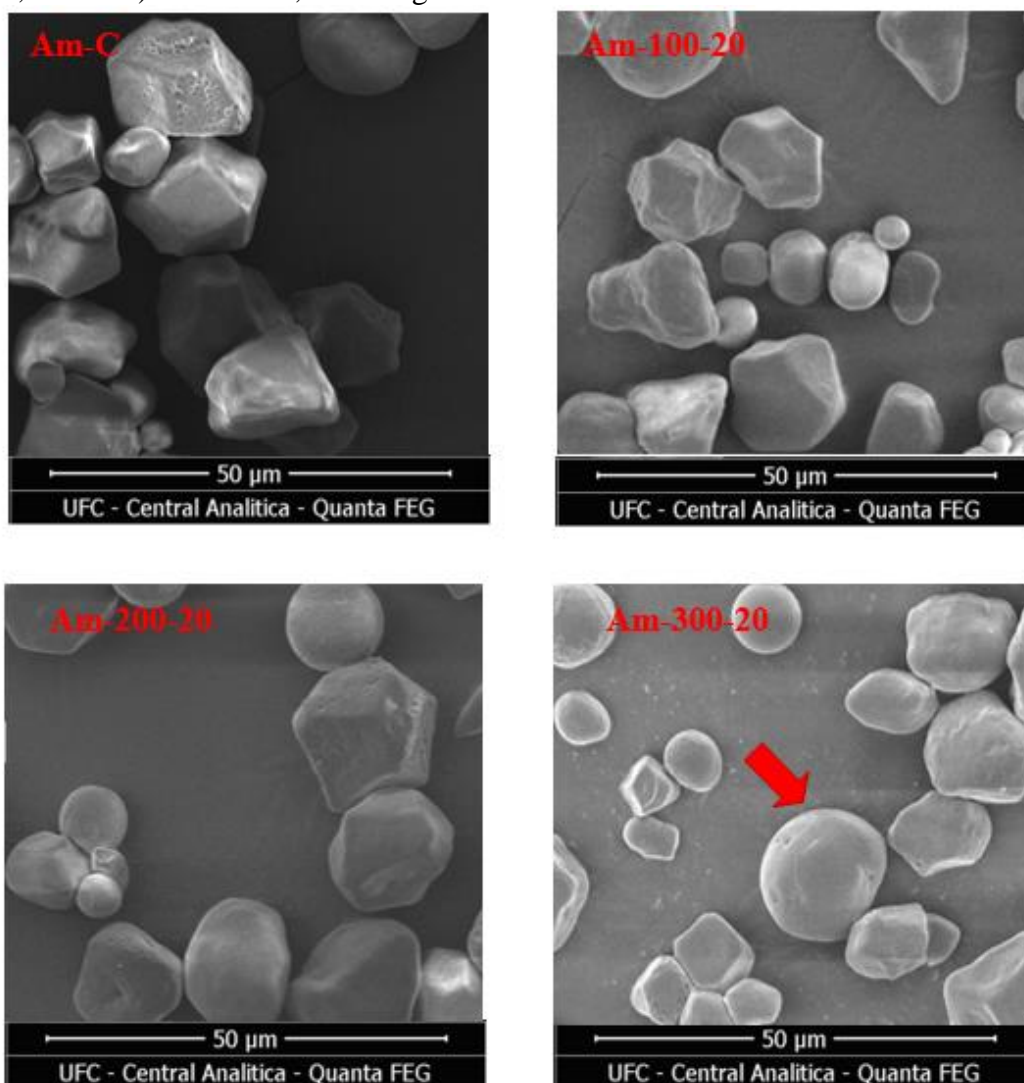
Em geral, um teor mais elevado de amilopectina melhora a digestibilidade do amido, uma vez que as enzimas digestivas facilitam o acesso as unidades de glicose nos amidos ramificados, melhora a gelificação levando a aplicações práticas na indústria de

alimentos, e melhora a textura dos alimentos que contêm amido devido à melhor mastigabilidade, firmeza e sensação geral na boca (Goiana; Fernandes 2023).

5.1.4 MEV

A Figura 6 apresenta a morfologia granular do amido submetido ao plasma. Os grânulos tratados com plasma mostraram uma superfície mais lisa do que a amostra controle. As alterações na morfologia da superfície foram mais evidentes no amido tratado a 200 Hz do que naquele tratado a 100 e 300 Hz. É possível observar a manutenção da estrutura do grânulo de amido, o mesmo obtido por Gao *et al.* (2021) após tratamento com diferentes tipos de plasma em amido de sorgo e quinoa.

Figura 6 - Estrutura morfológica do amido controle (Am-C) e tratado com plasma (Am-100; Am-200; Am-300) em 20 min, com magnitude 2.500x



Fonte: elaborada pela autora.

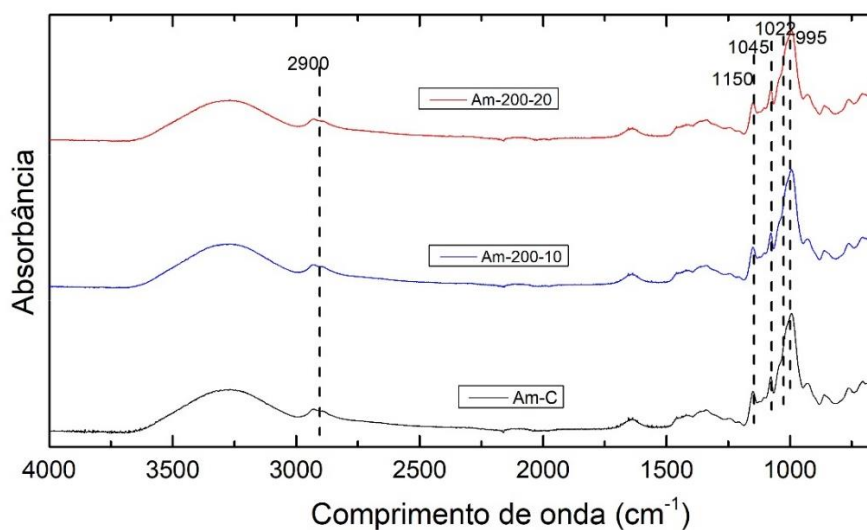
A superfície de alguns grânulos de amido tratados a 300 Hz apresentou rachaduras e poros devido ao ataque de plasma, mas sua integridade não foi afetada (Figura 6), assim como observado por Yan *et al.* (2019) em amido de banana (Guo *et al.*, 2022). Essas mudanças têm um efeito importante nas propriedades moleculares e estruturais da molécula de amido. Shen *et al.* (2022) observaram que poros grandes e superfície distorcida da partícula do amido permitiram que as espécies reativas do plasma acessassem o interior do grânulo, o que resultou na corrosão e despolimerização das moléculas, o que não foi constatado nas nossas imagens de MEV nas três frequências estudadas.

As rachaduras e poros observados nos grânulos tratados a 300 Hz não influenciaram na solubilidade do amido, mas podem ter contribuído para o aumento da capacidade de retenção de água, que pode estar relacionado com os resultados de maior índice de absorção de água (Tabela 1).

5.1.5 FTIR

Os espectros de FTIR para todas as amostras testadas mostraram poucas diferenças entre si e o controle, com destaque para a frequência de 200 Hz (Figura 7). A espectroscopia no infravermelho mostra-se sensível a mudanças na estrutura molecular do amido, tais como: conformação da cadeia helicoidal, cristalinidade, fenômeno de retrogradação e conteúdo de água (Kizil *et al.*, 2002).

Figura 7 – Espectros de FTIR de amido de milho controle (Am-C) e tratados com plasma DBD (Am-200-10; Am-200-20).



Fonte: elaborada pela autora.

As intensidades de absorbâncias dos espectros foram bem similares, conforme a Tabela 5, com aumento mais perceptível nas amostras tratadas na frequência 200 Hz (linha em destaque na tabela).

As bandas apresentadas na Tabela 5 correspondem a CH na ligação CH-O-CH (2900 cm^{-1}), estiramento N-H (1337 cm^{-1}), estiramento C-OH (1150 cm^{-1}), estiramento C-O (1102 cm^{-1}), alongamento C-C (1078 cm^{-1}), alongamento C-O-C (1045 , 1022 e 995 cm^{-1}), uma ligação glicosídica (962 cm^{-1}) e anéis aromáticos (762 e 703 cm^{-1}). As bandas em 1337 , 762 e 703 cm^{-1} indicam a presença de proteínas e fenólicos, que são impurezas normalmente encontradas no amido.

Tabela 5 – Intensidade das absorbâncias nos principais pontos referentes a estrutura do amido.

AMOSTRAS	ABSORBÂNCIAS NAS FREQUÊNCIAS (cm^{-1})										
	2900	1337	1150	1102	1078	1045	1022	995	962	762	703
Am-C	0,085	0,084	0,166	0,140	0,232	0,280	0,402	0,514	0,242	0,180	0,209
Am-100-10	0,086	0,084	0,166	0,141	0,230	0,271	0,396	0,500	0,239	0,179	0,206
Am-100-20	0,087	0,086	0,170	0,144	0,236	0,284	0,407	0,519	0,246	0,184	0,212
Am-200-10	0,098	0,097	0,191	0,161	0,265	0,318	0,459	0,594	0,279	0,208	0,240
Am-200-20	0,091	0,089	0,176	0,149	0,244	0,293	0,422	0,537	0,257	0,190	0,217
Am-300-10	0,089	0,087	0,172	0,144	0,238	0,286	0,411	0,525	0,246	0,188	0,216
Am-300-20	0,085	0,083	0,167	0,141	0,233	0,282	0,405	0,517	0,244	0,180	0,207

Fonte: elaborada pela autora.

As bandas relativas correspondente à vibração de estiramento de C-O em grupos C-OH (região 1150 cm^{-1}), das amostras tratadas com plasma, foram ligeiramente maiores do que as amostras de amido não tratadas, indicando que foram obtidas modificações suaves, isto é, as posições permaneceram inalteradas, o que indica que o tratamento com plasma DBD pode manter a integridade estrutural dos grânulos de amido (Ge *et al.*, 2022). Corroborado pelas imagens de MEV, conforme Figura 6.

As principais alterações observadas na estrutura molecular foram relacionadas ao estiramento C-OH (1150 cm^{-1}), estiramento C-O (1102 cm^{-1}), estiramento C-C (1078 cm^{-1}) e estiramento C-O-C (1045 , 1022 e 995 cm^{-1}). O aumento da amilopectina e as alterações na estrutura química indicam que a principal reação é a reticulação das cadeias de amido iniciada por radicais livres de oxigênio, provavelmente criando ligações C-O-C entre cadeias de amido ou oligossacarídeos.

O espectro de refletância total atenuada (ATR) é geralmente utilizado para analisar a estrutura ordenada de curto alcance na região externa do grânulo de amido. A faixa de 1022 cm^{-1} está associada à região amorfa do amido. A absorbância em 1045 cm^{-1} é relativa à região ordenada/cristalina do amido. A proporção em $1045/1022\text{ cm}^{-1}$ pode mostrar o grau ordenado de amido, e a de $995/1022\text{ cm}^{-1}$ reflete a proporção de estrutura amorfa para estrutura de carboidrato ordenada no amido, que estão apresentadas na Tabela 6, respectivamente. O amido em 200 Hz – 20 min teve ligeira queda nessas proporções, indicando uma possível mudança na estrutura ordenada na região externa do amido. A estrutura ordenada na região externa do amido tem efeitos significativos no poder de dilatação, viscosidade de colagem e hidrólise por estarem relacionadas com a etapa de gelatinização (Wang *et al.*, 2018).

Tabela 6 – Parâmetros de estrutura ordenada de curto alcance do amido.

AMOSTRAS	1045/1022 cm^{-1}	995/1022 cm^{-1}
Am-C	0,697	1,279
Am-100-10	0,699	1,263
Am-100-20	0,698	1,275
Am-200-10	0,693	1,294
Am-200-20	0,694	1,273
Am-300-10	0,696	1,277
Am-300-20	0,696	1,277

Fonte: elaborada pela autora.

5.1.6 Reologia do pó

A Tabela 7 apresenta a resistência ao escoamento não confinado do amido de milho antes e após o plasma DBD. Os resultados aqui apresentados são para a amostra Am-200-20 porque foi a condição que resultou nas alterações mais significativas no amido de milho.

Tabela 7 – Resistência ao escoamento não confinado de pó de amido de milho antes e após tratamento com plasma.

Am-C		Am-200-20	
δ_l (kPa)	δ_c (kPa)	δ_l (kPa)	δ_c (kPa)
1,212	0,496	1,249	0,571
2,576	0,778	2,555	0,817

4,875	1,019	4,922	1,046
9,158	1,473	10,723	1,031
23,624	2,366	24,785	3,743

Fonte: elaborada pela autora.

A resistência ao escoamento não confinado (δ_c) indica a resistência à compressão do pó e depende da tensão aplicada a ele (δ_1). Este teste evidenciou que o amido de milho tratado com plasma apresentou menor fluidez, uma vez que o pó necessitou de maior tensão aplicada para deslizar.

Conforme a medição em equipamento, o índice de fluxo do amido de milho foi de 6,75, enquanto o índice de fluxo do amido de milho tratado com plasma foi de 6,13. Ambos os pós são classificados como pós de fácil fluidez. Esta classificação é mantida a mesma para o tratamento com plasma, apesar de apresentar fluidez inferior à do amido de milho não tratado.

A densidade aparente e a densidade compactada do amido de milho não tratado foram superiores às densidades do amido tratado com plasma (Tabela 8). Os índices de compressibilidade e razão de Hausner também foram ligeiramente superiores para o amido de milho não tratado. Essas propriedades estão relacionadas ao formato das partículas, que mudou ligeiramente durante a aplicação do plasma, conforme observado nas micrografias de MEV (Figura 5). O índice de compressibilidade mais elevado do amido não tratado indica que o tratamento com plasma resultou em partículas ligeiramente menos deformáveis.

Tabela 8 – Densidade, compressibilidade e ângulos de atrito na parede de amido de milho antes e após tratamento com plasma.

PARÂMETROS	AMOSTRAS	
	Am-C	Am-200-20
Densidade aparente (kg/m ³)	421,0	409,1
Densidade batida (kg/m ³)	1198,4	1125,1
Índice de compressibilidade (%)	43,7	43,0
Razão de Hausner	1,8	1,7
Coesão Máxima (kPa)	0,7	1,1
Ângulo mínimo de atrito na parede (°)	18,6	19,9
Ângulo máximo de atrito na parede (°)	23,7	26,3

Fonte: elaborada pela autora.

A coesão representa as interações entre as superfícies das partículas e as ligações iônicas e covalentes. O amido de milho tratado com plasma apresentou maior coesão o que pode estar relacionado às alterações químicas observadas em sua estrutura.

Os ângulos mínimo e máximo de atrito da parede do amido tratado com plasma foram 10% maiores que os ângulos do amido não tratado. Ângulos de fricção na parede mais elevados indicam uma menor fluidez do amido quando este está próximo das paredes. Os resultados do ângulo de atrito na parede corroboram com as demais propriedades de fluxo do amido tratado com plasma, indicando menor fluidez.

5.2 Caracterização filmes de amido após tratamento com plasma DBD

5.2.1 Umidade e Solubilidade

O amido tem um caráter hidrofílico, ou seja, facilita a absorção de água, ocasionando o intumescimento dos filmes, assim prejudicando a sua aplicabilidade. Os valores de umidade expostos na Tabela 9 para as amostras com plasma aplicado na solução filmogênica, variaram entre $17,1 \pm 0,4$ a $20,8 \pm 1,1\%$, no qual verificou-se que a única formulação que diferiu significativamente da amostra sem plasma (A-C) foi o filme A-200-10, apresentando o menor teor de umidade. Resultados semelhantes foram encontrados por Marengo-Orozco *et al.* (2022), no qual aplicou-se plasma em soluções filmogênicas a base de amido de banana. O baixo teor de umidade é desejado pois, exerce um efeito plastificante significativo que aumenta a resistência mecânica e reduz a flexibilidade dos filmes.

Para os filmes feitos com o amido submetidos ao plasma DBD, os valores de umidade foram ligeiramente menores, com destaque para as amostras na frequência 200 Hz, porém em conformidade com outros estudos envolvendo filme de amido de milho e glicerol (Agarwal, 2021). Conforme relatado por Zhu (2017), o tratamento com plasma em grânulos de amido tende a diminuir o teor de umidade, o qual se deve às interações das espécies reativas com as moléculas de água e amido que cercam as moléculas de água; ditas interações resultam na liberação de moléculas de água ligadas ao amido.

Os filmes tratados a 200 e 300 Hz apresentaram os menores percentuais de solubilidade (redução de cerca de 10% em relação a A-C) (Tabela 9), seja com o plasma nas suspensões ou na matriz polimérica, logo evidenciando maior integridade dos filmes em matrizes com alta umidade. A integridade do filme quando exposto à sistemas aquosos é

determinante quando o objetivo é a preservação de alimentos com elevada atividade de água (Silva *et al.*, 2021).

As maiores mudanças na solubilidade em água foram alcançadas com os filmes a base de amido tratado, seguidos pelos filmes com a solução filmogênica processada pelo plasma. A menor solubilidade em água do grupo de filmes a base de amido tratado está diretamente correlacionada ao seu maior teor de amilose (Tabela 9). A amilose é menos solúvel em água do que a amilopectina, portanto filmes com maior teor de amilose também serão menos solúveis (Tabela 9).

Filmes com baixa solubilidade são preferíveis para aplicações em que o material será consumido junto com o produto (filmes comestíveis) ou quando precisar resistir à umidade durante o processamento de alimentos desidratados (ex: temperos e chás). (Farias *et al.*, 2012).

Tabela 9 - Propriedades físico-químicas dos filmes produzidos com amido tratado com plasma e solução formadora de filme.

AMOSTRAS	UMIDADE (%)	SOLUBILIDADE (%)	ÂNGULO DE CONTATO (°)	AMILOSE (%)
A-C	20,6 ^a ± 3,0	89,3 ^a ± 2,2	54.2 ^a ± 1.1	22,6 ^a ± 0,1
A-100-10	18,8 ^a ± 1,9	83,8 ^b ± 3,3	54.0 ^a ± 1.7	24,8 ^b ± 0,4
A-100-20	17,4 ^{ab} ± 2,0	86,2 ^{ab} ± 3,1	53.2 ^a ± 1.8	22,3 ^a ± 0,1
A-200-10	17,1 ^b ± 0,4	75,8 ^c ± 4,1	53.5 ^{ab} ± 1.3	31,0 ^c ± 0,3
A-200-20	18,0 ^{ab} ± 1,4	76,5 ^c ± 3,7	55.4 ^{ab} ± 2.2	33,4 ^d ± 0,1
A-300-10	19,7 ^a ± 0,9	78,3 ^c ± 4,0	57.0 ^b ± 1.4	28,6 ^{bc} ± 0,3
A-300-20	20,8 ^a ± 1,1	79,5 ^c ± 3,3	58.1 ^b ± 1.7	27,2 ^{bc} ± 0,5
At-100-10	16,0 ^a ± 0,3	79,1 ^a ± 3,0	55.5 ^a ± 0.9	25,2 ^a ± 0,1
At-100-20	16,6 ^a ± 0,7	80,9 ^{ab} ± 3,3	56.2 ^a ± 1.4	20,0 ^b ± 0,2
At-200-10	14,4 ^b ± 1,0	79,2 ^a ± 0,4	61.0 ^b ± 1.6	22,3 ^b ± 0,3
At-200-20	14,8 ^b ± 0,2	81,8 ^{ab} ± 4,0	64.6 ^c ± 1.1	23,1 ^b ± 0,1
At-300-10	17,7 ^{bc} ± 3,0	79,2 ^{ab} ± 2,3	62.5 ^b ± 1.2	24,8 ^b ± 0,3
At-300-20	14,3 ^b ± 0,6	79,4 ^a ± 1,7	62.5 ^b ± 1.8	27,0 ^c ± 0,7

Fonte: elaborada pela autora.

* Os valores são a média de três medidas ± desvio padrão; valores na mesma coluna não seguidos de uma letra comum são significativamente diferentes ($p < 0,05$).

5.2.2 Ângulo de Contato

O ângulo de contato de um filme é um critério importante para decidir sua adequação em aplicações de embalagem. Indica a tendência de uma gota se espalhar e aderir à superfície dos materiais, refletindo sua molhabilidade e hidrofiliicidade. Quanto maiores os valores do ângulo de contato, maior a tendência da superfície em repelir a água (Hoque *et al.*, 2022).

É uma medida que varia em função do tempo e da voltagem do tratamento com plasma. Dados obtidos em estudo nas mesmas condições, porém com o plasma DBD aplicado diretamente na superfície do filme de amido de milho, promoveu o aumento do ângulo de contato em 15% no ponto 200 Hz–20 min em relação ao filme sem tratamento (Goiana *et al.*, 2021).

No ensaio atual, conforme a Tabela 9 para plasma na suspensão filmogênica, não houve diferença significativa entre A-200-20 e A-C, somente uma variação significativa com aumento de 7,5% em A-300-20. E para filmes com amido tratado, aumento de 20% (A_t-200-20). Segundo Oh *et al.* (2016), o aumento do ângulo de contato dos filmes pode estar relacionado com alterações na morfologia. Além disso, também está ligada a maior quantidade de teor de amilose dos filmes a base de amido que são menos solúveis em água e não tende a formar gel após adição de água, conforme observado anteriormente (Tabela 9) (Marenco-Orozco *et al.*, 2022).

5.2.3 Teor de Amilose

Teor de amilose é um parâmetro importante que afeta a estrutura do amido e as características funcionais, como solubilidade, poder de intumescimento, viscosidade de pasta, gelatinização e retrogradação. De modo geral, os dois grupos estudados apresentaram tendência semelhante no teor de amilose após o plasma DBD, mas com o menor teor observado em 100 Hz (Tabela 9). Diferentemente do apresentado por Shen *et al.* (2022) em fécula de batata. Já Yan *et al.* (2019) encontrou um aumento significativo à medida que a intensidade do tratamento aumentava em amido de banana, semelhante a faixa de 200-300 Hz e 20 min em ambos os grupos. A influência da modificação do plasma no teor de amilose foi relacionada com a fonte de amido, tipo de plasma, tempo de processamento e potência do plasma.

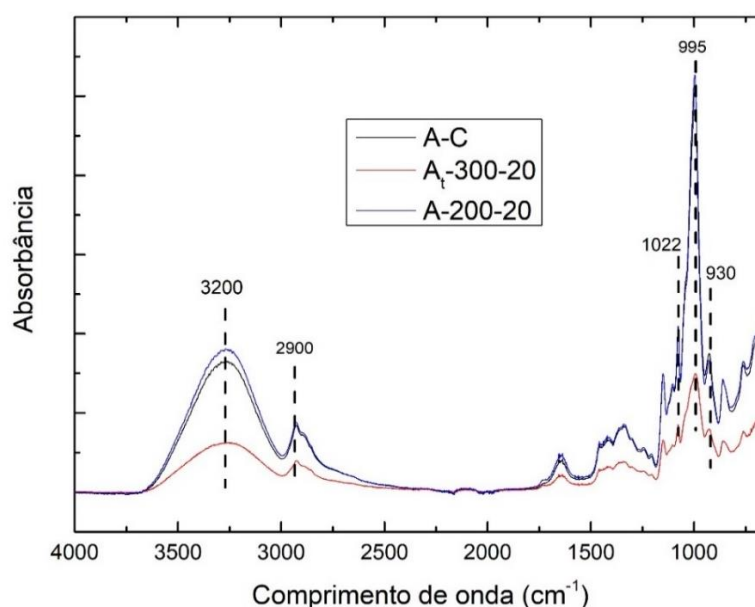
Além disso, amidos comerciais apresentam valões reduzidos de proteínas, lipídios e cinzas, mas contêm alto teor de amilose, o que demonstra comportamento semelhante aos polímeros sintéticos convencionais e, portanto, os dois grupos de filmes são adequados para uso no desenvolvimento de filmes para embalagens de alimentos (Abdillah; Charles, 2021).

5.2.4 FTIR

A partir de trabalhos anteriores, o plasma pode induzir a uma série de reações de químicas, tais como rearranjos moleculares, desidratação e hidrogenação de moléculas (Goiana *et al.*, 2021). E um dos métodos para observar se houve mudanças estruturais, é através dos espectros de FTIR.

Na Figura 8, foi observado que o espectro da amostra A-200-20 (que apresentou melhor desempenho nas análises anteriores), em comparação ao filme sem plasma (A-C) não houve grandes diferenças nas absorbâncias, nem surgimento de novas bandas. A banda de vibração larga observada na faixa de $3500 - 3000 \text{ cm}^{-1}$ correspondente ao estiramento de O-H, evidenciado no ponto 3200 cm^{-1} , com leve aumento de intensidade na amostra A-200-20. Diferentemente do observado para A_t-300-20, que mostrou redução significativa de intensidade nessa região, e na faixa de 2900 cm^{-1} associado ao estiramento de C-H relacionado com o conteúdo de amilose (Oliveira *et al.*, 2018).

Figura 8 - Espectros de FTIR das amostras de filmes A-C, A_t-300-20 e A-200-20.



Fonte: elaborada pela autora.

A região equivalente a morfologia do amido (1022 , 995 , 930 cm^{-1}), pelo gráfico (Figura 8) não evidenciou diferenças entre A-C e A-200-20, em oposto a A_t-300-20. A Tabela 10 mostra as absorvâncias da banda 930 cm^{-1} e a razão cristalino/amorfo (RCA) dos filmes de amido. Houve uma redução na razão $995\text{ cm}^{-1}/1022\text{ cm}^{-1}$, principalmente em A_t-300-20 que representa o declínio na ordem da estrutura do amido, sendo o mesmo comportamento observado por Marenco-Orozco *et al.* (2022) em filmes de amido de banana.

Tabela 10 - Parâmetros de RCA em relação aos filmes de amido.

AMOSTRAS	930 cm^{-1}	$995\text{ cm}^{-1}/1022\text{ cm}^{-1}$
A-C	0,35	1,46
A-100-10	0,33	1,39
A-100-20	0,35	1,47
A-200-10	0,36	1,48
A-200-20	0,33	1,43
A-300-10	0,35	1,41
A-300-20	0,34	1,43
A_t-100-10	0,32	1,36
A_t-100-20	0,27	1,31
A_t-200-10	0,32	1,37
A_t-200-20	0,33	1,44
A_t-300-10	0,29	1,34
A_t-300-20	0,16	1,21

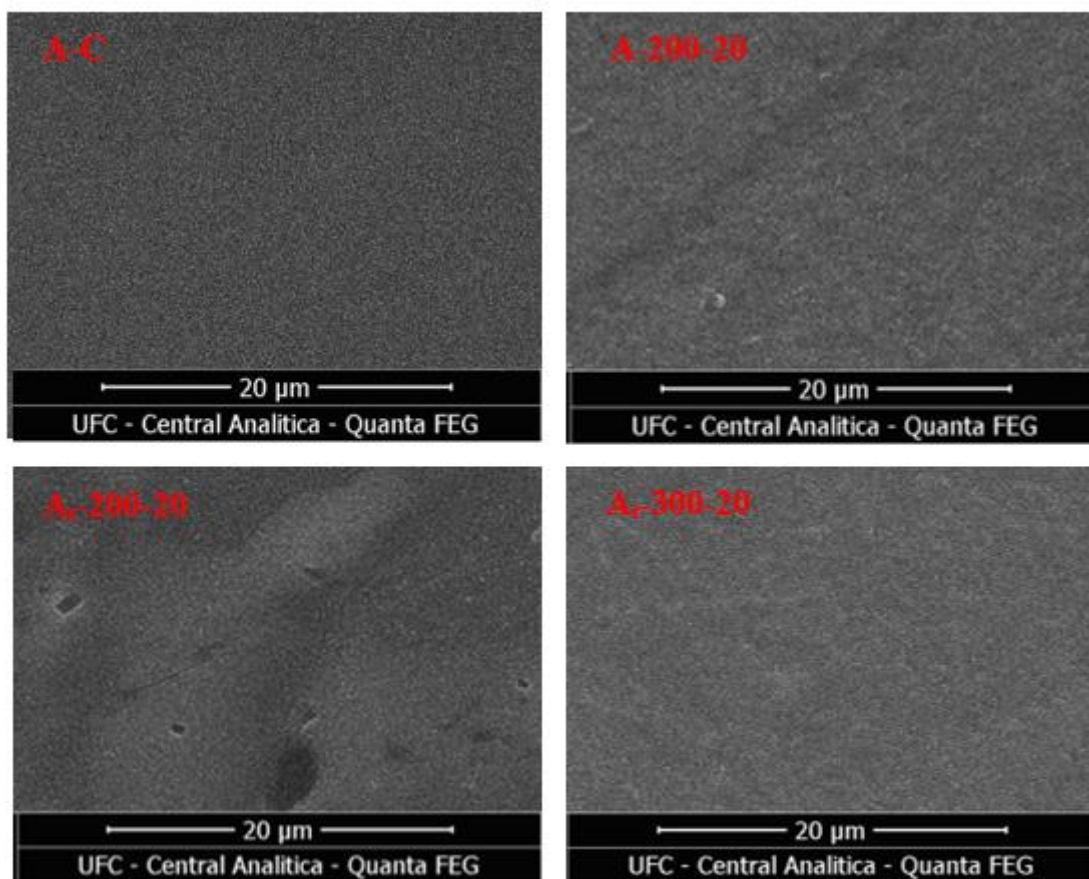
Fonte: elaborada pela autora.

Assim o tratamento com plasma ajuda, em duas vias, a aumentar a RCA ao passo que diminui a umidade do filme quando aplicado na fase de suspensão filmogênica, a qual obviamente apresenta mais conteúdo de água do que nas outras etapas do processo de produção de filmes. Isto se deve a que a eliminação de água nessa fase permite às ligações de tipo C–O–C incidir e reorganizar-se melhor com um grau baixo de teor de umidade (Deeyai *et al.*, 2013).

5.2.5 MEV

Considerando os resultados anteriores, a Figura 9 mostra a superfície dos filmes sob a óptica da microscopia eletrônica de varredura das amostras A-C, A-200-20, A_t-200-20 e A_t-300-20 em magnitude 5000x. Enquanto a A-C apresenta maior uniformidade, todos os outros filmes apresentam irregularidades em sua superfície, dados semelhantes relatados por Shen *et al.* (2022). Isso acontece porque o tratamento de plasma no final reduz as estruturas amorfas e a água disponível, o qual beneficia uma boa resistência mecânica e hidrofobicidade (baixa solubilidade em água e maior ângulo de contato), conforme os resultados de Marengo-Orozco *et al.* (2022).

Figura 9 - Microscopias obtidas por MEV dos filmes de amido (A-C, A-200-20, A_t-200-20 e A_t-300-20)



Fonte: elaborada pela autora.

Estudos na área mostram aumento da rugosidade de superfícies de polímeros naturais (a base de farelo de soja, caseína), estando diretamente relacionado com a ampliação

do tempo e da tensão de tratamento, produzindo uma textura de formato irregular nas superfícies analisadas (Goiana *et al.*, 2021; Oh *et al.*, 2016; Wong *et al.*, 2020).

Quanto a diferença entre as imagens dos filmes com plasma na matriz polimérica (A_T-200-20 e A_T-300-20), pode estar relacionado com o tratamento dos grânulos de amido com o plasma a frio, o qual modifica a distribuição do comprimento da cadeia de amido, o que afeta outras estruturas químicas de amido, como zonas cristalinas, estruturas lamelares, bem como a morfologia dos grânulos de amido (Zhu *et al.*, 2023).

5.3 Caracterização filmes de amido com antocianinas

5.3.1 Umidade e Solubilidade

Os teores de umidade dos filmes com antocianinas constam na Tabela 11. Analisando os resultados, os filmes com adição de antocianinas e aqueles submetidos ao plasma DBD tenderam a ter sua umidade reduzida. A adição de extratos vegetais apresentou uma diminuição considerável na solubilidade do filme, especialmente no filme ao qual foi adicionado extrato de resíduo de acerola (Ac-P). O tratamento desses filmes com plasma frio reduziu ainda mais a solubilidade. Em relação ao filme controle (A-C), os filmes tratados com plasma e incorporados com extrato de bagaço de uva (Uva-P) e extrato de acerola (Ac-P) obtiveram reduções na solubilidade de 15,7% e 22,9%, respectivamente.

Qin *et al.* (2019) descobriram que a adição de antocianinas em concentrações específicas não alterou a umidade dos filmes de amido de mandioca. No entanto, altas concentrações (4% p/p) de antocianinas reduziram a umidade do material. Nos filmes produzidos neste estudo, os 3% de extratos de acerola e uva reduziram significativamente o teor de umidade.

Tabela 11 - Umidade, Solubilidade, Amilose e Ângulo de contato dos filmes de amido passados ou não no plasma, com extrato de acerola (Ac-C / Ac-P) e uva (Uva-C / Uva-P).

AMOSTRAS	UMIDADE (%)	SOLUBILIDADE (%)	ÂNGULO DE CONTATO (°)	AMILOSE (%)
A-C	20,6 ^a ± 3,0	89,3 ^a ± 2,2	54,2 ^a ± 1,1	22,6 ^a ± 0,1
A-200-20	18,0 ^a ± 1,4	76,5 ^b ± 3,7	55,4 ^a ± 2,2	23,4 ^b ± 0,1
Ac-C	17,5 ^a ± 1,0	70,5 ^{bc} ± 3,7	57,5 ^{ab} ± 2,1	23,2 ^{ab} ± 1,4
Ac-P	15,0 ^b ± 1,2	61,1 ^c ± 2,5	61,7 ^b ± 1,5	21,9 ^a ± 0,7
Uva-C	16,8 ^b ± 0,1	74,1 ^b ± 2,8	56,4 ^a ± 1,3	24,2 ^b ± 0,6

Uva-P	16,6 ^{ab} ± 0,8	66,8 ^{bc} ± 0,1	63,6 ^{ab} ± 1,6	21,0 ^a ± 1,2
--------------	--------------------------	--------------------------	--------------------------	-------------------------

Fonte: elaborada pela autora.

*Os valores são a média de três medidas ± desvio padrão; valores na mesma coluna não seguidos por uma letra comum são significativamente diferentes ($p < 0,05$).

A solubilidade em água é importante em materiais de embalagem de alimentos à base de amido, pois influencia seu comportamento e resistência em ambientes aquosos (Romani *et al.*, 2020). A adição dos extratos reduziu a solubilidade dos filmes em aproximadamente 10%. A combinação de antocianinas e tratamento a plasma DBD reduziu eficientemente a solubilidade do filme.

Segundo Cui *et al.* (2021), a adição de extratos bioativos a filmes a base de amido pode diminuir a solubilidade, devido a composição dos mesmos. Além disso, o plasma a frio é responsável por alterar as propriedades físico-químicas dos filmes devido à funcionalização da superfície através da formação de grupos oxigênio e/ou nitrogênio na superfície (essa formação de radicais leva a modificações nas propriedades devido a diferentes efeitos – reticulação, despolimerização e outros) (Oh *et al.*, 2016).

5.3.2 Ângulo de Contato

Uma maneira de avaliar a hidrofobicidade ou molhabilidade de uma superfície ou material, é medindo seu ângulo de contato. Essa medição revela a tendência das gotículas de líquido se dissiparem na superfície lisa de diferentes materiais, indicando seu grau de hidrofobicidade (Sani *et al.*, 2023).

Na Tabela 11 consta os valores do ângulo de contato dos filmes estudados neste trabalho. Os filmes adicionados com antocianinas apresentaram um ângulo de contato aumentado. Os filmes tratados com plasma apresentaram um ângulo de contato significativamente maior, correlacionado com as alterações na superfície detectado pelo MEV (item 5.3.5). Essa diferença possivelmente está relacionada à natureza hidrofílica dos filmes de amido e aditivos, visto que foi observada em todas as amostras uma rápida absorção de água (Farias *et al.*, 2012). A depender do método de extração, concentração e fonte, a adição de antocianinas poderia melhorar a compatibilidade da matriz dos biopolímeros e reduzir os grupos hidrofílicos da superfície do filme (Yi *et al.*, 2023). Liu *et al.* (2019) relataram que a adição de antocianinas poderia aumentar significativamente o ângulo de contato do filme de amido/polivinil.

Os filmes de amido tratados com plasma DBD melhoraram os valores do ângulo de contato, desafiando a tendência normal na qual a aplicação de plasma a frio resulta em uma diminuição no ângulo de contato, como observado por Heidemann *et al.* (2020) em filmes de amido de mandioca, que tiveram redução de cerca de 30% após plasma a frio. Isso pode ser causado pela oxidação do grupo –OH em grupos C=O, o que produz as novas ligações de hidrogênio (Karthik *et al.*, 2024). No geral, pode-se dizer que o tempo de exposição, a voltagem, e a composição do gás do plasma influenciam o ângulo de contato.

5.3.3 Teor de Amilose

Conforme a Tabela 11, os teores de amilose não variaram significativamente, permanecendo entre $21,0 \pm 1,2$ e $24,2 \pm 0,6\%$ quando adicionados com extratos vegetais ou quando tratados com plasma, o que é o adequado quando tratamos de amido de milho comercial (Ferreira; Almeida, 2022). Significando também que a razão de amilopectina se manteve em 80% nos filmes, por diferença.

A adição de extratos de acerola e bagaço de uva à solução de amido promoveu alterações na estrutura dos filmes de amido, provavelmente devido à interação entre os compostos bioativos do extrato, vitaminas, fibras, minerais, proteínas, lipídios e açúcares. Esses compostos podem diminuir o número de interações amilose-amilose, amilopectina-amilopeptina e amilose-amilopeptina, promovendo a desorganização da matriz polimérica (Meneghetti *et al.*, 2021). Além disso, o tratamento com plasma pode alterar ligeiramente o conteúdo de amilose dos filmes a base de amido, como previamente evidenciado em diversos estudos (Marenco-Orozco *et al.*, 2022; Hernandez-Perez *et al.*, 2021).

5.3.4 FTIR

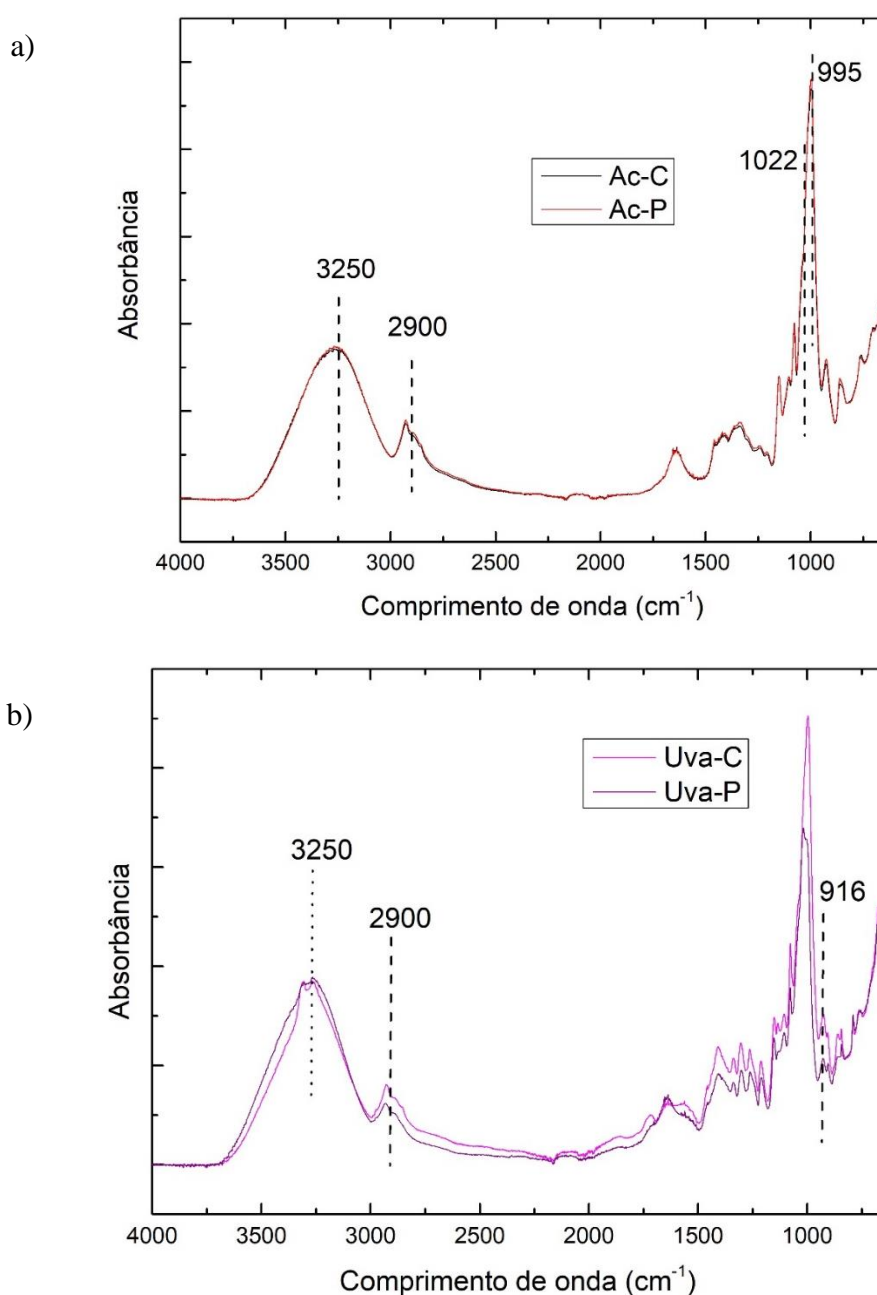
As análises de FTIR foram conduzidas para examinar os grupos funcionais nos filmes e as possíveis interações entre o amido e os extratos, separadamente. Não foram observadas novas bandas características dos materiais adicionados nos espectros dos filmes (Figura 10). A ausência de alterações significativas é causada pela baixa concentração de extrato (3% v/v) adicionada à solução do filme. Entretanto, algumas pequenas mudanças em termos de posição e intensidade puderam ser observadas.

Conforme mostrado na Figura 10a, não houve qualquer diferença entre os filmes de amido com extrato de acerola antes e após o plasma, Ac-C e Ac-P, respectivamente. A

banda de vibração atribuídas ao estiramento de O-H, evidenciado na faixa 3250 cm^{-1} , exatamente com mesma intensidade, bem como a faixa de 2900 cm^{-1} equivalente ao conteúdo de amilose (C-H), corroborando os resultados anteriores.

Os filmes produzidos com extrato de uva apresentaram maiores diferenças, principalmente uma redução de intensidade na faixa correspondente a morfologia do amido (916 cm^{-1}) (Figura 10b). Podendo ser atribuído às ligações glicosídicas nas estruturas do anel de piranose do amido (Jiang *et al.*, 2023).

Figura 10 – Espectros de FTIR das amostras de filmes Ac-C, Ac-P, Uva-C, Uva-P.



Fonte: elaborada pela autora.

A Tabela 12 mostra as absorvâncias da banda 930 cm^{-1} e dos parâmetros de estrutura ordenada de curto alcance dos filmes de amido com os extratos. A razão $995\text{ cm}^{-1}/1022\text{ cm}^{-1}$, que reflete a estrutura amorfa em relação à estrutura ordenada do carboidrato no amido, foi reduzida, principalmente nos filmes com extratos. Essa razão representa o declínio na ordem da estrutura do amido.

Tabela 12 - Parâmetros de estrutura ordenada de curto alcance em relação aos filmes de amido com extratos de uva e acerola.

AMOSTRAS	930 cm^{-1}	$995\text{ cm}^{-1}/1022\text{ cm}^{-1}$
A-C	0,35	1,46
A-200-20	0,33	1,43
Ac-C	0,74	1,32
Ac-P	0,70	1,32
Uva-C	0,67	1,28
Uva-P	0,70	1,32

Fonte: elaborada pela autora.

5.3.5 MEV

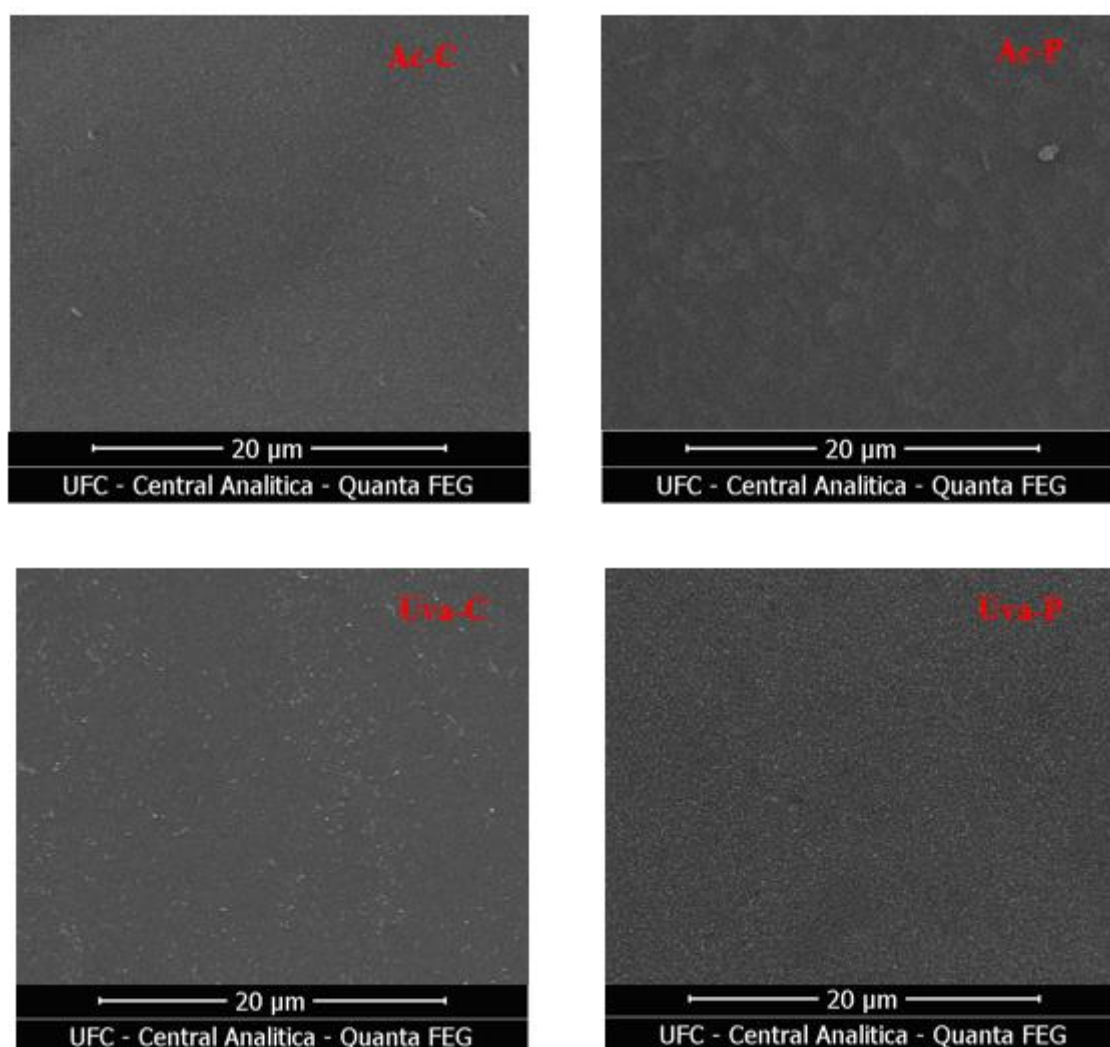
A Figura 11 mostra a morfologia dos filmes. Os filmes a base de amido tratados com plasma apresentaram uma superfície mais uniforme, evidenciando uma modificação considerável em sua estrutura. Os extratos vegetais incorporaram grânulos de açúcar ao filme, o que explica a presença de alguns "grumos" e cristais em sua superfície. O tratamento com plasma dos filmes adicionados com extratos vegetais resultou em uma superfície muito mais lisa, com o desaparecimento dos cristais de açúcar. Segundo Marengo-Orozco *et al.* (2022), as irregularidades podem estar relacionadas ao tratamento com plasma, que reduz as estruturas amorfas e a água disponível, beneficiando a resistência mecânica e a hidrofobicidade (baixa solubilidade em água e maior ângulo de contato).

Todos os quatro filmes com sensor de pH exibiram uma aparência granular e rugosa, indicando a presença de antocianinas nos filmes a base de amido. Os filmes tratados

com plasma e incorporados com extratos atenuaram ligeiramente esse aspecto granular e rugoso, especialmente para o filme adicionado com extrato de acerola.

Pigmentos naturais, quando bem integrados à matriz do filme, promovem a compatibilidade entre os componentes do filme, e a presença de pequenas trincas não enfraquece suas propriedades mecânicas (Wu *et al.*, 2023). Como foi observado pelo teste de perfuração (Tabela 13), realizado nos filmes até então (item 5.3.6). Xiao *et al.* (2023), que trabalharam com diversas fontes de antocianinas em filmes de quitosana e isolado proteico de soja, também confirmaram a aparência porosa de filmes incorporados com antocianinas. Em seu estudo, concentrações mais altas de antocianinas induziram a formação de uma aparência mais enrugada.

Figura 11 – Microscopias obtidas por MEV dos filmes Ac-C, Ac-P, Uva-C, Uva-P.



Fonte: elaborada pela autora.

5.3.6 PVA e Espessura

A permeabilidade ao vapor de água (PVA) pode indicar a capacidade de impedir a transferência de umidade do ar para o interior da embalagem. Embalagens com excelente resistência à água melhoram a estabilidade dos alimentos e prolongam a vida útil (Wu *et al.*, 2023). A PVA do filme a base de amido de controle foi de 1,57 g.mm/kPa.h.m². O tratamento com plasma do filme de controle não alterou a PVA (A-200-20 e Uva-P).

Tabela 13 – PVA, espessura, força máxima e alongação dos filmes de amido com extratos de acerola e uva.

AMOSTRAS	PVA (g.mm/kPa.h.m ²)	ESPESSURA (μm)	FORÇA MÁXIMA (N)	ELONGAÇÃO (%)
A-C	1,57 ^a ± 0,33	101,2 ^a ± 2,7	4,34 ^a ± 0,48	1,64 ^a ± 0,23
A-200-20	1,55 ^a ± 0,44	118,3 ^b ± 4,9	6,72 ^c ± 0,38	2,82 ^b ± 0,79
Ac-C	3,29 ^b ± 0,54	203,0 ^c ± 8,5	3,13 ^a ± 1,04	1,90 ^a ± 0,24
Ac-P	4,59 ^c ± 0,58	247,6 ^d ± 7,0	4,98 ^b ± 0,42	2,15 ^{ab} ± 0,11
Uva-C	1,71 ^a ± 0,81	124,4 ^b ± 3,3	6,73 ^c ± 1,01	2,03 ^{ab} ± 0,20
Uva-P	2,74 ^{bc} ± 1,87	275,5 ^d ± 5,5	5,69 ^{bc} ± 0,75	2,18 ^{ab} ± 0,07

Fonte: elaborada pela autora.

*Os valores são a média de três medidas ± desvio padrão; valores na mesma coluna não seguidos por uma letra comum são significativamente diferentes (p < 0,05).

A adição de extrato de acerola e de bagaço de uva aos filmes aumentou a permeabilidade ao vapor de água, com um aumento significativo observado nos filmes adicionados de acerola (cerca de 100%), provavelmente devido à sua natureza hidrossolúvel. O aumento observado na PVA dos filmes tratados com plasma adicionados com resíduo de acerola e extratos de bagaço de uva pode ser causado pela formação de uma estrutura densa entre as antocianinas e a matriz do filme (Tabela 13).

A PVA dos filmes com adição de extrato aumentou aproximadamente 50% em comparação com os filmes a base de amido sem adição dos extratos. Os açúcares e a pectina solúvel presentes nos extratos de acerola e bagaço de uva podem ter atuado como plastificantes, reduzindo as forças de atração intermoleculares do amido e aumentando o volume livre do sistema. Isso resultou em maior mobilidade da cadeia e, consequentemente, facilitou a permeação de água em sua estrutura (Azeredo *et al.*, 2016).

5.3.7 Teste de Perfuração

O teste de perfuração determina a força (em N) necessária para o dispositivo penetrar a superfície do filme. A força aplicada pela sonda em função de seu deslocamento é registrada em um gráfico, no qual a altura do pico representa a força de ruptura, expressa em Newton (N). O deslocamento da sonda entre o momento em que ela toca o filme e em que o filme se rompe reflete a deformação do filme (expressa em %) (Rocha, 2009).

Na Tabela 13 foram apresentados os valores de força máxima e elongação dos filmes com antocianinas. Os filmes após tratamento com plasma requerem maior força para sua ruptura. Percebemos valores diferentes para cada extrato testado. Filmes com extrato de uva apresentaram maior força máxima de perfuração, 6,73 N para Uva-C e uma tendência de aumento para amostra Uva-P. O mesmo comportamento foi observado por Marengo-Orozco (2022), que passou pelo plasma DBD filmes de amido de banana.

Farias *et al.* (2012) estudou a inserção de polpa de acerola em filmes de amido. A força de ruptura está na faixa encontrada, reduzindo de acordo com o aumento da concentração de polpa. Além disso, a quantidade de plastificante também interfere na redução da propriedade (Mali *et al.*, 2010), embora o percentual seja igual em todos os filmes. O valor porcentual da elongação apresentou pequenas diferenças significativas entre os tratamentos, em especial após plasma DBD.

5.3.8 Alteração de cor dos filmes em função do pH

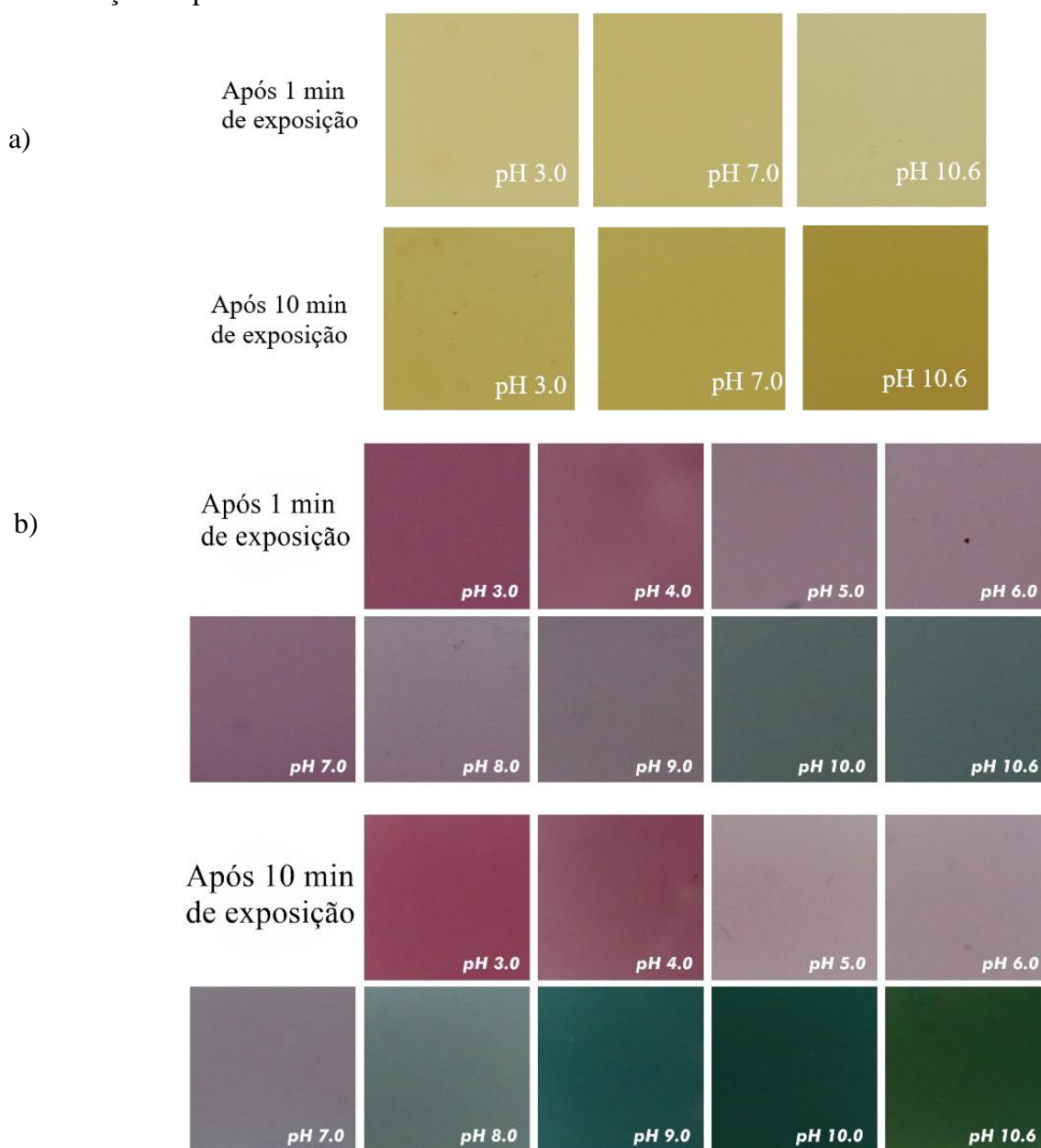
As mudanças colorimétricas dos filmes de amido com extratos de antocianinas expostos a diferentes pHs 3 ao 10,6, estão reproduzidas nas Figuras 11 e 12. Para o extrato de acerola, praticamente não houve alteração de cor, mesmo os filmes em contato após 10 min. Como indicador de pH, sua aplicação é complexa, pois não há tanta variação perceptível a olho nu.

Quanto aos filmes com extrato de uva, verificou-se que as antocianinas em pH ácido (pH 3) apresentam coloração rosada, passando ao levemente violeta (pH 5 a 7). Em pH 8 houve a transição de cor entre violeta e verde. À medida que o pH foi se tornando básico começou a ficar verde até chegar na tonalidade verde intenso (pH 10,6). Essa variação colorimétrica é explicada pela alteração na estrutura das antocianinas com a variação do pH. Quando as antocianinas são vermelhas, sua estrutura está na forma do cátion flavilium e

conforme o pH aumenta, produz formas quinoidais, exibindo cor violeta ou azul (Jiang *et al.*, 2023).

Resultados semelhantes em filmes foram obtidos por Zhao *et al.* (2022) e Pelicioli (2019), começando com vermelho, passando para rosa até chegar violeta. Então, com o aumento do pH o filme tornou-se verde. Essa propriedade particular das antocianinas tem sido a mais utilizada no desenvolvimento de filmes de embalagens inteligentes para monitoramento do frescor dos alimentos com base em indicadores de pH.

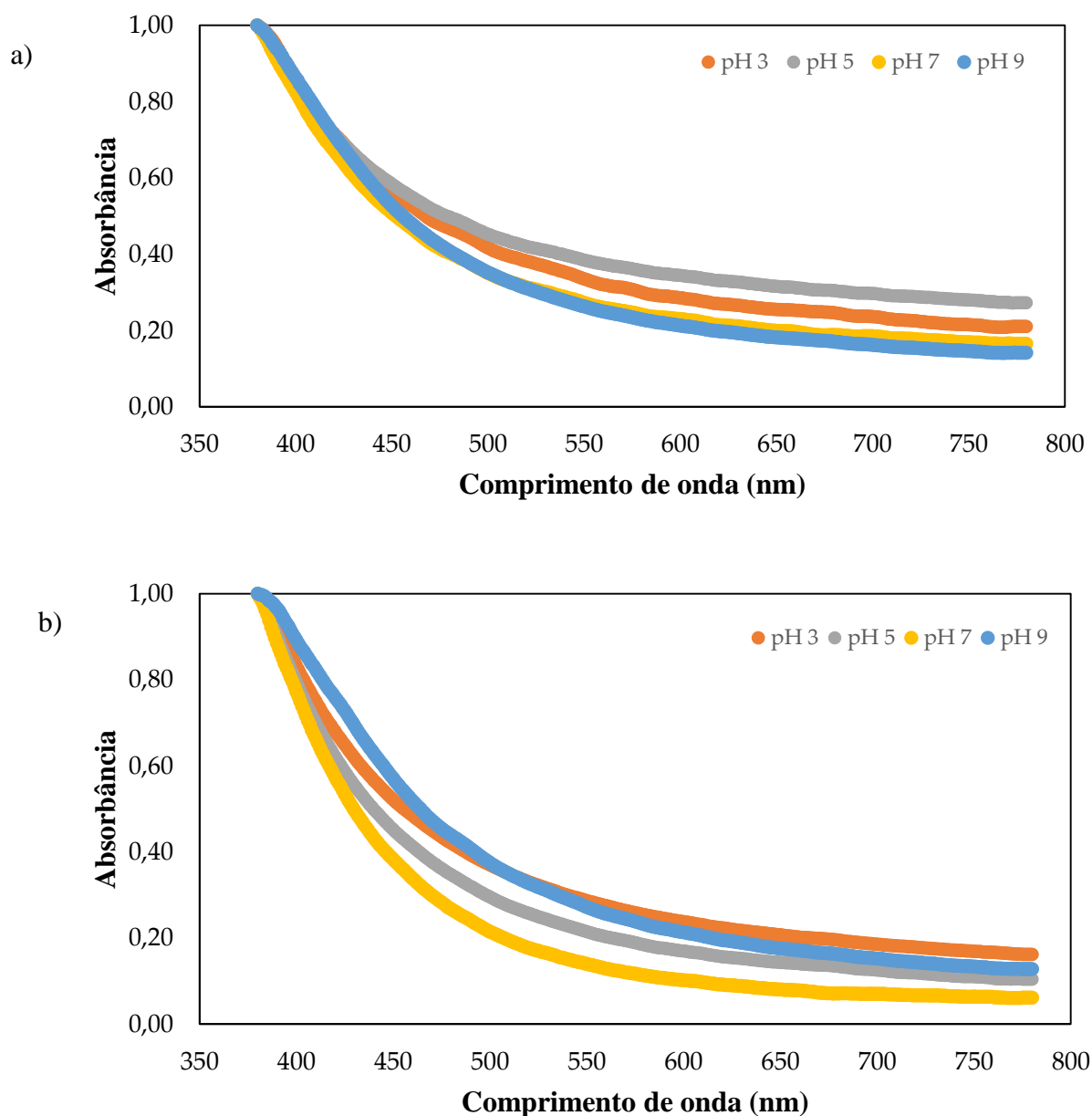
Figura 12 – Cor do filme a base de amido adicionado de extrato de acerola (a) e uva (b) em função do pH.



Fonte: elaborada pela autora.

Embora as informações visuais sobre a mudança de cor sejam perceptíveis, experimentos foram conduzidos para melhor compreender as mudanças de cor usando análise UV-Vis. A Figura 13 apresenta os espectros de comprimento de onda visível para os filmes a base de amido adicionados com extrato de resíduo de acerola. A Tabela 14 resume as informações dos espectros, apresentando a absorbância normalizada em quatro refletâncias de cor distintas.

Figura 13 – Espectros de comprimento de onda visível do filme de amido adicionado com extrato de resíduo de acerola para quatro pHs diferentes (3, 5, 7 e 9). (a) Filme sem tratamento com plasma, (b) filme tratado com plasma.



Fonte: elaborada pela autora.

O filme adicionado com extrato de resíduo de acerola é caracterizado principalmente por uma alta absorbância a 400 nm, o que resulta na refletância de sua cor amarelada. À medida que o pH aumenta, a cor característica no comprimento de onda de 400 nm continua predominando, enquanto as cores vermelho e azul, mais escuras, tendem a diminuir (comprimentos de onda de 500 a 700 nm). A redução na contribuição da cor vermelho-púrpura foi de apenas 16% e de 33% na contribuição da cor ciano. O tratamento com plasma não alterou o comportamento geral da mudança de cor. Ainda assim, a redução nas contribuições das cores vermelho-púrpura e ciano foi maior do que nos filmes não tratados com plasma. A principal alteração ocorreu em relação à intensidade geral da cor, medida pelo valor de absorbância a 400 nm, que aumentou 45% no filme Ac-C e 42% no filme tratado com plasma (Ac-P). Em termos de cor, isso realça o croma da cor e, portanto, a percepção humana de sua intensificação.

Tabela 14 - Absorbâncias de comprimento de onda visível do filme de amido adicionado com extratos de resíduos de acerola e uva em quatro refletâncias de cores distintas.

Comprimento de onda (nm)	Cor refletida	pH 3	pH 5	pH 7	pH 9
<i>Filme de amido com extrato de resíduo de acerola sem tratamento de plasma</i>					
400	Amarelo-esverdeado	0,85	0,85	0,83	0,86
500	Vermelho-roxo	0,42	0,45	0,35	0,35
600	Azul-esverdeado	0,29	0,34	0,23	0,21
700	Ciano	0,24	0,30	0,19	0,16
<i>Filme de amido com extrato de resíduo de acerola submetido a tratamento com plasma</i>					
400	Amarelo-esverdeado	0,83	0,80	0,77	0,89
500	Vermelho-roxo	0,37	0,30	0,21	0,37
600	Azul-esverdeado	0,24	0,17	0,10	0,21
700	Ciano	0,19	0,13	0,07	0,15
<i>Filme de amido com extrato de bagaço de uva sem tratamento de plasma</i>					
400	Amarelo-esverdeado	0,95	0,90	0,90	0,90

500	Vermelho-roxo	0,87	0,80	0,71	0,62
600	Azul-esverdeado	0,64	0,64	0,61	0,59
700	Ciano	0,67	0,56	0,49	0,43

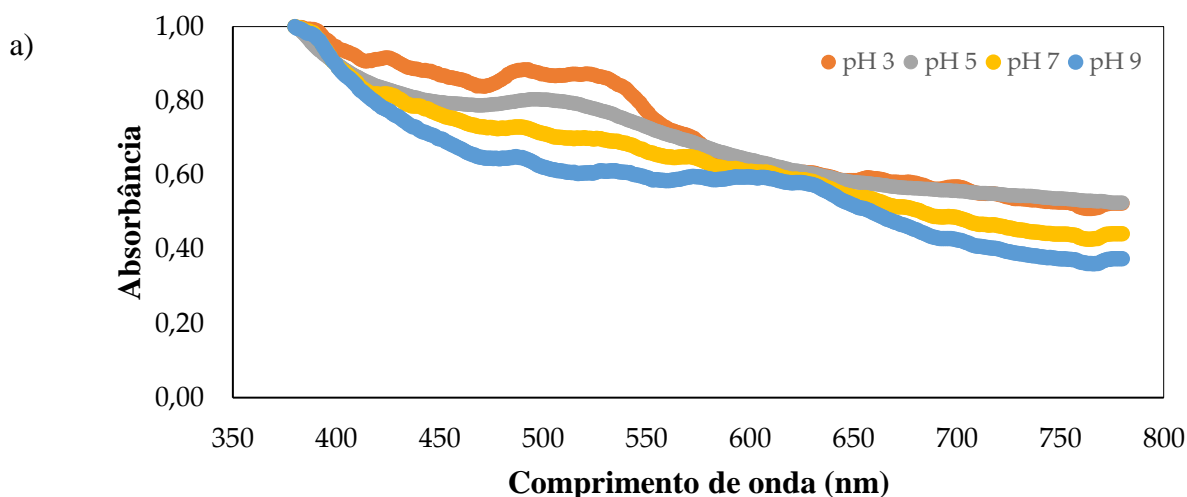
Filme de amido com extrato de bagaço de uva submetido a tratamento com plasma

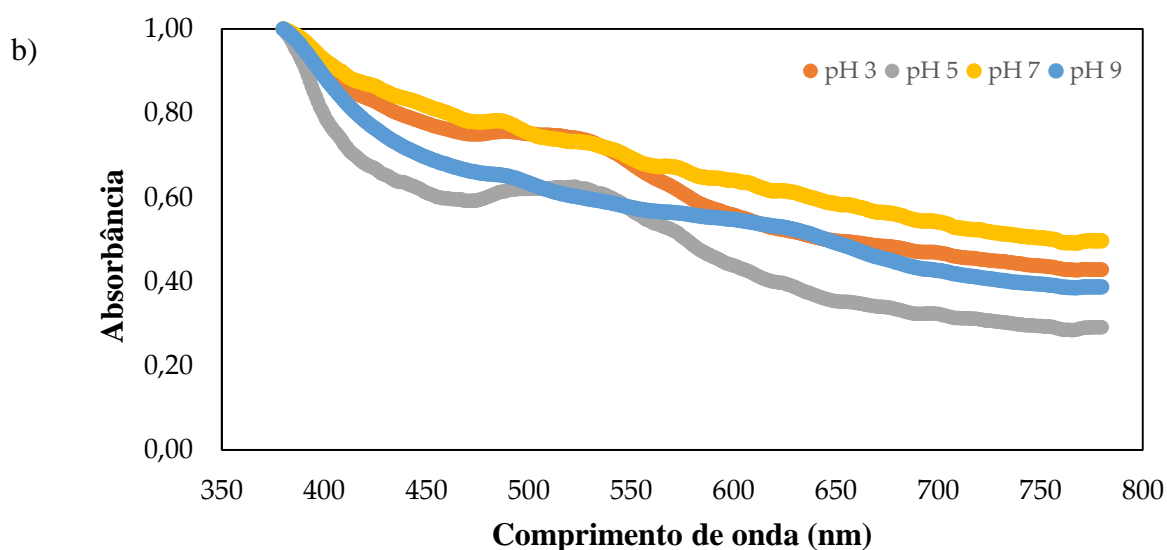
400	Amarelo-esverdeado	0,91	0,80	0,93	0,89
500	Vermelho-roxo	0,75	0,62	0,75	0,63
600	Azul-esverdeado	0,56	0,44	0,64	0,55
700	Ciano	0,47	0,32	0,54	0,43

Fonte: elaborada pela autora.

A Figura 14 apresenta os espectros de comprimento de onda visível para os filmes a base de amido adicionados com extrato de bagaço de uva. O filme adicionado com extrato de bagaço de uva é caracterizado principalmente por uma alta absorbância em 400 e 500 nm e absorbâncias médias em 600 e 700 nm, o que resulta na refletância de sua cor púrpura, conforme a Tabela 14. À medida que o pH aumenta, a cor característica no comprimento de onda de 400 nm permanece ligeiramente constante e começa a predominar sobre os outros comprimentos de onda característicos.

Figura 14 – Espectros de comprimento de onda visível do filme de amido adicionado com extrato de bagaço de uva para quatro pHs diferentes (3, 5, 7 e 9). (a) Filme sem tratamento de plasma, (b) filme tratado com plasma.





Fonte: elaborada pela autora.

As cores vermelho e azul mais escuras (comprimentos de onda de 500 a 700 nm) diminuem consideravelmente, especialmente em pHs 7 e acima. A redução na contribuição das cores vermelha e azul foi de 28% e 35%, respectivamente, abrindo caminho para a predominância da cor verde em pHs elevados. O tratamento com plasma não alterou o comportamento geral da mudança de cor. Ainda assim, a redução nas contribuições das cores vermelho-púrpura e ciano foi menor do que nos filmes de uva não tratados com plasma (Uva-P). A intensidade da cor diminuiu consideravelmente entre pH 3 e 5 (43% para o filme sem tratamento com plasma e 55% para o filme com tratamento com plasma) e aumentou novamente em pH 7 e 9 (em 56%), tornando-se verde. Em termos de cor, o croma da cor púrpura é reduzido de 3 para 5, tornando o filme mais pálido. Em seguida, ele se torna mais verde e brilhante à medida que o pH aumenta para 9.

5.4 Caracterização dos filmes de amido e carragenana com antocianinas

5.4.1 Umidade e Solubilidade

A Tabela 15 apresenta os teores de umidade e solubilidade dos filmes. O filme de amido-carragenana apresentou um teor de umidade de $32,5 \pm 0,3\%$. A adição dos extratos reduziu ligeiramente o teor de umidade dos filmes, com a adição de extrato de acerola apresentando a maior redução. Essa variação no teor de umidade é mais evidente do que o do

filme de amido (A-C), na qual a umidade aumenta de $20,6 \pm 3,0$ para $32,5 \pm 0,3\%$. O aumento no teor de umidade pode ser explicado pela natureza hidrofílica do plastificante, que pode resultar em uma reorganização da rede polissacarídica, volume livre e aumento dos movimentos segmentares, o que facilita a difusão das moléculas de água e resulta em um maior teor de umidade do filme (Wan Yahaya *et al.*, 2023).

Vários fatores influenciam a solubilidade e o teor de umidade dos filmes de amido e carragenana, incluindo a composição e a interação dos componentes do filme, a presença de plastificantes (como o glicerol) e as propriedades estruturais dos polissacarídeos envolvidos. A solubilidade e o teor de umidade são vitais na modelagem das interações poliméricas, afetando diretamente as propriedades físico-químicas e funcionais dos materiais ao longo do processamento e armazenamento (Marrenco-Orozco *et al.*, 2022).

Tabela 15 - Teor de umidade, solubilidade, ângulo de contato e amilose de filmes de amido-carragenana adicionados de extratos de acerola e bagaço de uva.

AMOSTRAS	UMIDADE (%)	SOLUBILIDADE (%)	ÂNGULO DE CONTATO (°)	AMILOSE (%)
A-C	$20,6^a \pm 3,0$	$89,3^a \pm 2,2$	$54.2^a \pm 1.1$	$22,6^a \pm 0,1$
A-Cgn	$32,5^c \pm 0,3$	$45,1^b \pm 2,7$	$52.9^a \pm 2.2$	$4,6^b \pm 0,4$
A-Cgn-Ac	$26,6^b \pm 1,1$	$49,1^b \pm 5,3$	$72.9^b \pm 0.7$	$6,5^c \pm 0,5$
A-Cgn-U	$30,3^c \pm 2,7$	$45,6^b \pm 3,2$	$74.8^b \pm 3.4$	$3,7^b \pm 0,3$

Fonte: elaborada pela autora.

*Os valores são a média de três medidas \pm desvio padrão; valores na mesma coluna não seguidos por uma letra comum são significativamente diferentes ($p < 0,05$).

O filme de amido-carragenana apresentou uma solubilidade de $45,1 \pm 2,7\%$ e pode ser considerada baixa, quando comparado a outros filmes de amido e carragenana descritos na literatura (Avila *et al.*, 2020; Hamid *et al.*, 2018). Normalmente, a proporção de carragenana em relação ao amido afeta significativamente a solubilidade e o teor de umidade dos filmes. Um teor mais alto de carragenana tende a aumentar a solubilidade em água e a absorção de umidade devido à sua natureza hidrofílica e estrutura cristalina, o que melhora a interação com a água. No entanto, a quantidade de plastificante utilizada aqui compensou a manutenção da solubilidade do filme em níveis mais baixos.

A adição de extratos de bagaço de uva e de resíduo de acerola alterou ligeiramente o teor de umidade e a solubilidade do filme. As alterações induzidas pela introdução do

extrato de bagaço de uva não foram consideradas estatisticamente significativas. Em contraste, a introdução do extrato de resíduo de acerola foi considerada estatisticamente significativa apenas em relação ao teor de umidade.

5.4.2 Teor de Amilose

A Tabela 15 mostra o teor de amilose dos filmes de amido-carragenana adicionados com extratos de acerola e bagaço de uva. O filme de amido-carragenana apresentou um teor de amilose de $4,6 \pm 0,4\%$.

Para fins de comparação, o filme controle a base de amido tem aproximadamente $22,6 \pm 0,1\%$ de amilose (item 5.2.3 – Tabela 15). A incorporação de carragenana tende a reduzir esses níveis devido à introdução de uma cadeia polissacarídica, em vez de amilose ou amilopectina. A adição posterior de extratos de acerola e bagaço de uva à solução de amido alterou ligeiramente o teor de amilose dos filmes.

A carragenana forma bons filmes devido à sua estrutura molecular específica e alto peso molecular, permitindo fortes interações intermoleculares e criando uma matriz contínua e coesa. Ao contrário do amido, que depende da fração linear de amilose para a formação de um filme forte, a capacidade de formação de filme da carragenana advém de suas cadeias poliméricas altamente ramificadas e flexíveis. Polímeros de alto peso molecular são geralmente melhores formadores de filme porque têm mais oportunidades de entrelaçamento e interações intermoleculares (como ligações de hidrogênio e forças de van der Waals) em uma cadeia maior. Isso contribui para a resistência mecânica e a continuidade do filme. A carragenana é altamente solúvel em água fria, formando soluções viscosas mesmo em baixas concentrações. Essa alta viscosidade é crucial para os processos de fundição de filmes, pois permite a formação de uma camada de filme úmido uniforme e contínua (Li *et al.*, 2022).

5.4.3 Ângulo de contato

A Tabela 15 apresenta os valores de ângulo de contato dos filmes analisados neste estudo e dados da literatura. O filme de amido e carragenana apresentou um baixo ângulo de contato ($52,9^\circ \pm 2,2$) e pode ser considerado hidrofílico. Filmes incorporando antocianinas exibiram um ângulo de contato aumentado.

A hidrofobicidade dos filmes de amido e carragenana é influenciada por vários fatores, incluindo a composição química, técnicas de modificação e a incorporação de aditivos. Amido e carragenana, ambos naturalmente hidrofílicos, requerem modificações para aprimorar suas propriedades hidrofóbicas em aplicações como embalagens de alimentos. Essas modificações podem ser obtidas por meio de vários métodos, incluindo processos químicos, físicos e enzimáticos, além da adição de agentes hidrofóbicos.

A introdução dos extratos de acerola e uva aumentou significativamente a hidrofobicidade do filme, mas não conseguiu aumentar o valor do ângulo de contato no ponto em que os filmes se tornam hidrofóbicos. O baixo teor de amilose do filme também contribuiu para sua baixa hidrofobicidade. Além disso, a interação entre amido e carragenana, juntamente com o processo de retrogradação, afeta as propriedades estruturais dos filmes, influenciando ainda mais sua hidrofobicidade. Diferentes fontes de amido e carragenana podem ser necessárias para aprimorar essa propriedade, pois o teor de amilose e sua associação com a amilopectina durante a retrogradação atuam diretamente na hidrofobicidade dos filmes (Thakur *et al.*, 2018). Além disso, diferentes tipos de carragenana podem interagir de forma diferente com o amido e outros componentes, influenciando as propriedades gerais do filme (Mavelil-Sam *et al.*, 2023).

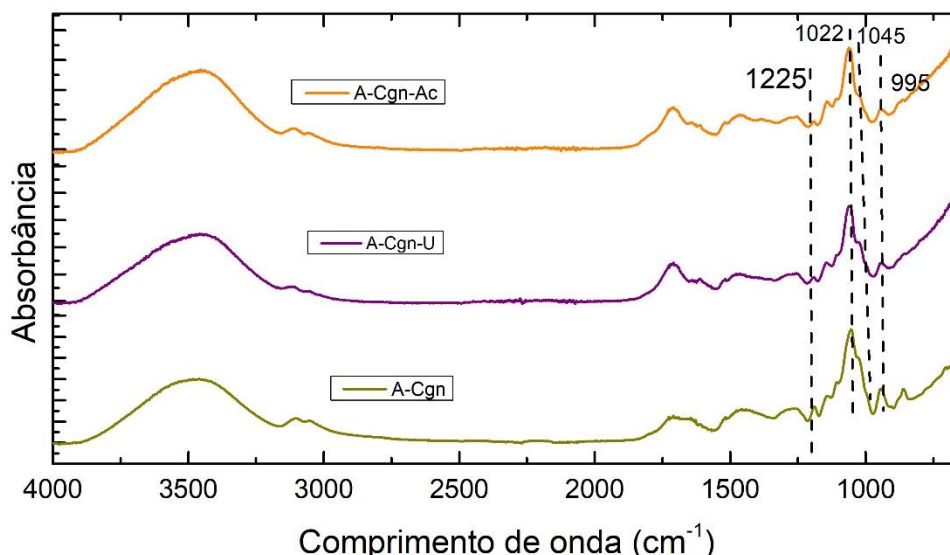
5.4.4 FTIR

Os grupos funcionais e interações entre amido, carragenana e os extratos nos filmes biodegradáveis foram avaliados por meio de análises de FTIR (Figura 15). Nenhuma nova banda característica apareceu nos espectros de FTIR devido à adição dos extratos. A mudança insignificante pode ser devido à adição de baixas concentrações de extratos (3% v/v) à solução do filme. A análise mostrou pequenas mudanças de banda de absorbância e mudanças de intensidade.

O filme produzido com amido e carragenana apresentou características semelhantes ao espectro do filme de amido controle (Figura 15), com deslocamentos de banda ocorrendo principalmente para o estiramento O-H (3250 cm^{-1}) e estiramento C-O (2900 cm^{-1}). Uma banda larga foi observada em 1225 cm^{-1} , representando o estiramento S=O característico da carragenana. O baixo número de extratos incorporados aos filmes não alterou significativamente os espectros de FTIR. As interações moleculares entre carragenana e amido são governadas principalmente por ligações de hidrogênio, interações eletrostáticas e

emaranhamentos físicos, que são influenciados pela estrutura química do amido e da carragenana.

Figura 15 - Espectros de FTIR de filmes a base de amido e carragenana controle e adicionados com extrato de resíduo de acerola e bagaço de uva.



Fonte: elaborada pela autora.

Entre essas interações, a ligação de hidrogênio é a interação molecular mais significativa em filmes de amido-carragenana. A carragenana possui grupos hidroxila que formam ligações de hidrogênio com os grupos hidroxila do amido (Prasetyaningrum *et al.*, 2024; Ramli *et al.*, 2023). A carragenana contém grupos sulfato que interagem eletrostaticamente com o amido, estabilizando ainda mais a estrutura do filme, o que pode levar a propriedades de barreira aprimoradas (Yap *et al.*, 2024; Flores *et al.*, 2015).

A Tabela 16 apresenta os parâmetros de estrutura ordenada de curto alcance dos filmes a base de amido e carragenana adicionados com extratos de resíduos de bagaço de uva e acerola. A análise da razão entre esses dois pontos permite inferir o grau de cristalinidade e a organização estrutural dos filmes, fatores decisivos para a compreensão de suas propriedades funcionais (Warren *et al.*, 2016).

Tabela 16 - Parâmetros de estrutura ordenada de curto alcance de filmes de amido-carragenana adicionados com extratos de acerola e bagaço de uva.

AMOSTRAS	995 cm ⁻¹ /1022 cm ⁻¹	1045 cm ⁻¹ /1022 cm ⁻¹
A-C	1,46	0,71

A-Cgn	1,29	0,95
A-Cgn-Ac	1,70	1,16
A-Cgn-U	1,59	1,17

Fonte: elaborada pela autora.

Em comparação com filmes a base de amido (item 5.2.4), a introdução de carragenana reduziu a razão $995/1022\text{ cm}^{-1}$ em 13%, indicando mudanças na conformação molecular do amido, como durante processos de gelatinização ou retrogradação. A diminuição da razão indicou um aumento na região cristalina da molécula em relação à região amorfa.

A carragenana, um polissacarídeo derivado de algas marinhas, aumentou a cristalinidade do filme de amido ao interagir com as moléculas de amido, levando a uma estrutura mais ordenada. Tais fenômenos podem ocorrer porque a carragenana, como um polissacarídeo, forma ligações de hidrogênio com o amido, reforçando seu alinhamento molecular. Esse reforço pode promover a formação de gel, o que leva a uma rede mais estruturada e cristalina. Além disso, pode restringir o movimento das cadeias de amido, ajudando a manter uma fase cristalina mais estável gerada durante a retrogradação do amido. Estudos sobre filmes de amido e carragenana também demonstraram uma taxa de degradação e grau de intumescimento reduzidos, tornando-os alternativas viáveis aos plásticos convencionais (Yap *et al.*, 2024).

Em um estudo relacionado, análises de FTIR indicaram emaranhamentos físicos entre o amido de mandioca e a κ -carragenana, provavelmente devido à ligação de hidrogênio. Essa interação contribuiu para a formação de uma rede mais rígida, melhorando as propriedades mecânicas e reduzindo a natureza higroscópica dos filmes (Flores *et al.*, 2015).

A adição de extratos de bagaço de uva e acerola aumentou a razão $995/1022$ em 23% e 31%, respectivamente, em comparação com o filme de amido e carragenana. O aumento na razão indicou uma diminuição na região cristalina da molécula em relação à região amorfa. A adição dos extratos de frutas ao filme de amido e carragenana alterou ligeiramente a banda de absorção de vibração de $-OH$, indicando que os extratos afetaram a força intermolecular do amido. Esse fenômeno também foi relatado por Wang *et al.* (2022), sugerindo que o amido, a carragenana e os extratos interagiram em uma interação de ligação de hidrogênio. Como indica a análise de FTIR, os extratos podem formar ligações de hidrogênio com grupos funcionais relevantes no filme, reduzindo o hidrogênio livre e formando ligações hidrofílicas.

5.4.5 PVA e Espessura

As propriedades de barreira dos filmes de amido e carragenana são críticas para seu uso em embalagens de alimentos. Esses filmes apresentam baixa permeabilidade ao vapor de água (PVA), essencial para evitar a transferência de umidade entre o alimento embalado e o ambiente. A permeabilidade ao vapor de água do filme de amido e carragenana foi de $3,6 \pm 0,5 \text{ g}\cdot\text{mm}/\text{kPa}\cdot\text{h}\cdot\text{m}^2$ (Tabela 17). A incorporação de extratos de bagaço de uva e resíduos de acerola nos filmes aumentou sua PVA, com um efeito mais pronunciado observado em filmes com adição de acerola. A presença de açúcares e pectina solúvel nesses extratos provavelmente atuou como plastificantes, enfraquecendo as forças intermoleculares dentro do amido e da carragenana e expandindo o volume livre do sistema. Como resultado, a mobilidade da cadeia aumentou, tornando a permeação de água através da estrutura mais eficiente (Azeredo *et al.*, 2016).

Tabela 17 - PVA e espessura de filme de filmes de amido-carragenana adicionados com extratos de acerola e bagaço de uva.

AMOSTRAS	PVA (g.mm/kPa.h.m ²)	ESPESSURA (μm)
A-C	$1,6^a \pm 0,3$	$101,2^a \pm 2,7$
A-Cgn	$3,6^a \pm 0,5$	$130,8^b \pm 7,8$
A-Cgn-Ac	$4,5^b \pm 0,4$	$287,4^d \pm 8,0$
A-Cgn-U	$3,9^b \pm 0,2$	$203,5^c \pm 7,5$

Fonte: elaborada pela autora.

* Os valores são a média de três medidas \pm desvio padrão; valores na mesma coluna não seguidos por uma letra comum são significativamente diferentes ($p < 0,05$).

A PVA de filmes de amido e de carragenana é comparável à de alguns polímeros sintéticos (Madivoli *et al.*, 2025). No entanto, os filmes de amido e carragenana produzidos aqui apresentaram uma permeabilidade ao vapor de água pelo menos 131% e 468% maior, respectivamente, do que a PVA relatada na literatura para filmes de amido (item 5.3.7; Santos *et al.*, 2023).

As propriedades de barreira dos filmes de amido-carragenana, como a permeabilidade ao vapor de água (PVA), são influenciadas pelas interações moleculares entre os polímeros. Filmes com maior teor de carragenana geralmente apresentam menor PVA devido à natureza hidrofóbica da carragenana e à formação de uma estrutura de filme mais compacta (Flores *et al.*, 2015). Assim, a diferença entre a PVA do filme de carragenana e do

filme de amido e carragenana misturados foi muito maior do que a comparação com o filme de amido.

Estudos relacionados na literatura também mostraram que a incorporação de extratos de frutas em filmes de amido e carragenana aumenta sua permeabilidade ao vapor de água porque a presença do extrato produz um filme menos cristalino, resultando em um aumento da PVA (Wang *et al*, 2022).

A permeabilidade ao vapor de água (PVA) afeta diretamente a vida útil dos alimentos. Para itens como produtos frescos, pão ou salgadinhos úmidos, uma PVA baixa é requerida para evitar desidratação, perda de peso e alterações na textura. Isso é igualmente importante para alimentos secos como biscoitos, batatas fritas ou cereais, no qual uma PVA baixa é preciso para evitar que fiquem encharcados.

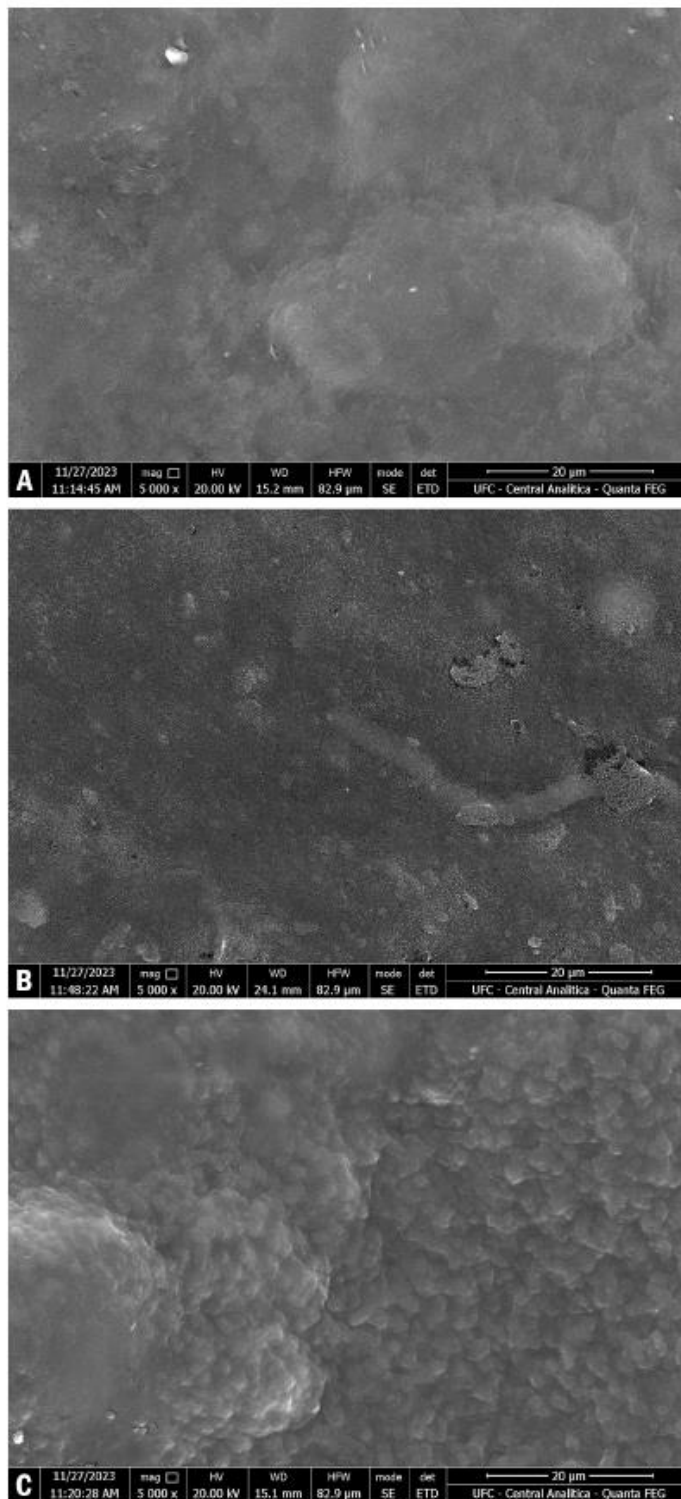
No entanto, certos produtos como queijos ou produtos frescos podem exigir uma PVA moderada para permitir que "respirem". Além disso, alguns itens precisam de maior permeabilidade para processos de maturação, evitando o acúmulo excessivo de umidade que pode levar à deterioração. Embora uma PVA baixa seja geralmente desejável para a maioria das aplicações convencionais de embalagem de alimentos, a PVA ideal depende do alimento específico e de suas necessidades de preservação.

Os valores de PVA dos filmes contendo extratos de acerola e bagaço de uva são considerados altos, portanto, isso deve ser considerado para queijos, produtos frescos e frutas que continuam a amadurecer. Para outras aplicações, esses filmes podem não ser adequados, a menos que o alimento seja destinado ao consumo rápido ou tenha requisitos muito específicos de troca de umidade.

5.4.6 MEV

A Figura 16 mostra a morfologia da superfície dos filmes de amido com carragenana e extratos. O filme de amido e carragenana apresentou uma morfologia de superfície mais uniforme. A interação entre amido e carragenana afeta a morfologia da superfície dos filmes. Uma diminuição na cristalinidade frequentemente resulta em superfícies mais lisas, o que pode melhorar a aparência e as propriedades táteis do filme (Sriphochai *et al.*, 2024).

Figura 16 - Micrografias obtidas por MEV com ampliação de 5000 \times . (A) Filme de amido-carragenana; (B) Filme produzido com a adição de extrato de bagaço de uva; (C) Filme produzido com a adição de extrato de resíduo de acerola. As micrografias foram ajustadas quanto ao brilho e contraste para melhor visualização.



Fonte: elaborada pela autora.

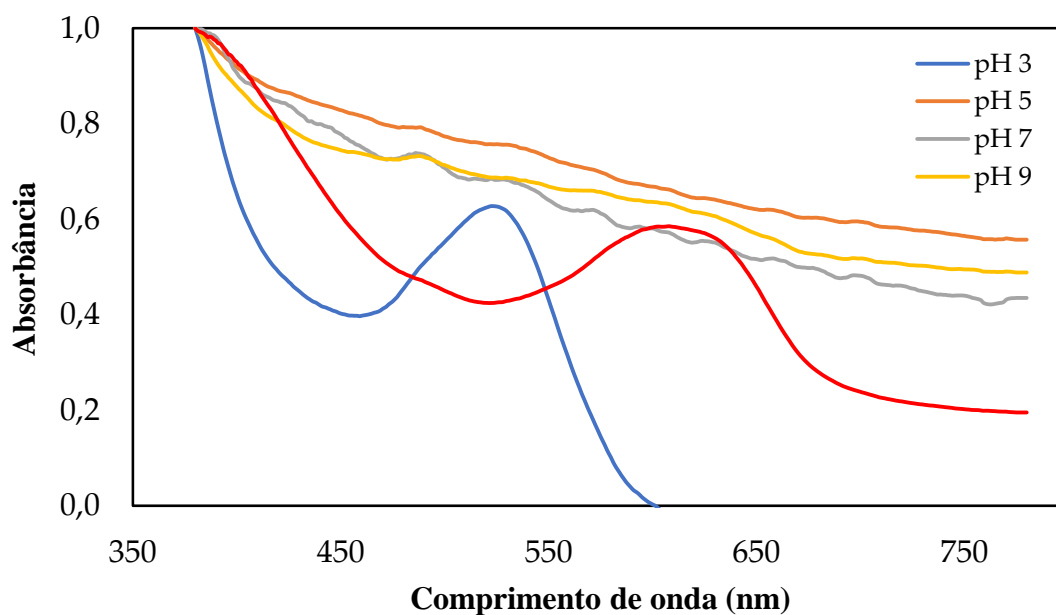
Os dois filmes incorporados com os extratos de frutas apresentaram uma aparência granular e rugosa, denotando a presença de antocianinas nos filmes de amido e

carragenana. Quando bem integrados à matriz do filme, os pigmentos naturais tendem a promover uma melhor compatibilidade entre os componentes do filme, enquanto a presença de pequenas rachaduras não enfraquece suas propriedades mecânicas (Wu *et al.*, 2023). Xiao *et al.* (2023) também confirmaram a aparência porosa de filmes incorporados com antocianinas, com a formação de uma aparência mais enrugada. A adição de antocianinas do bagaço de uva e do extrato de acerola resultou em uma morfologia superficial mais heterogênea e irregular dos filmes de amido. Isso se deve à agregação de partículas de antocianina na matriz do filme, que se torna mais pronunciada com maiores concentrações de antocianinas (Che Hamzah *et al.*, 2022; Li *et al.*, 2022).

5.4.7 Alteração de cor em função do pH

As Figuras 17 e 18 apresentam os espectros de comprimento de onda visível para os filmes de amido e carragenana adicionados com extratos de bagaço de uva e resíduos de acerola, respectivamente. A Tabela 18 resume as informações dos espectros, apresentando a absorbância normalizada em quatro refletâncias de cor distintas.

Figura 17 - Espectros de comprimento de onda visível do filme de amido e carragenana adicionados com extrato de bagaço de uva para quatro pHs diferentes (3; 5; 7; 9 e 10,6).



Fonte: elaborada pela autora.

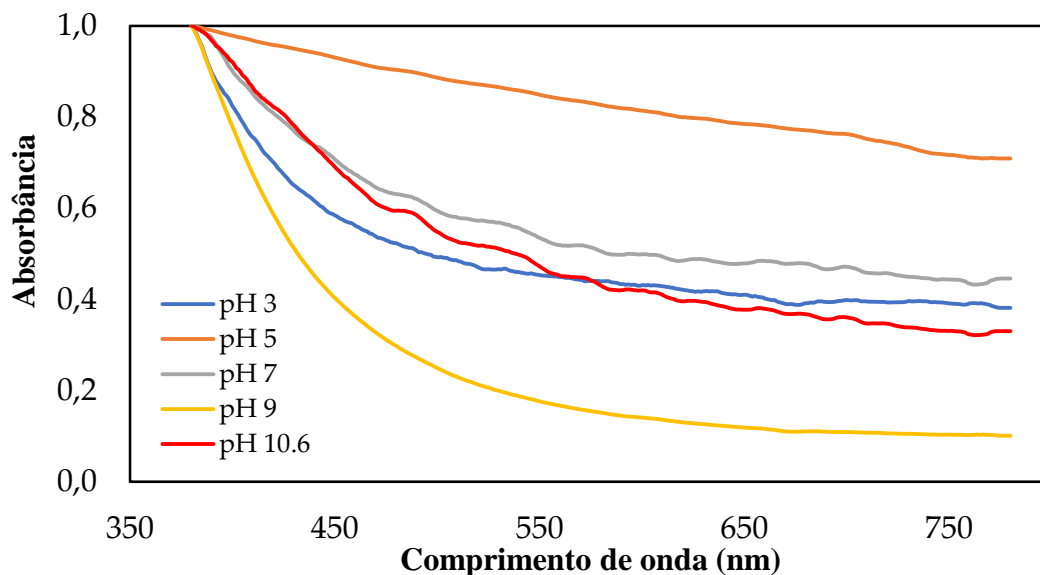
O filme com extrato de bagaço de uva foi caracterizado principalmente por uma alta absorvância em 400 e 500 nm e absorvâncias insignificantes em 600 e 700 nm, resultando na refletância de sua cor vermelho-púrpura. O aumento do pH altera a cor característica do filme. Em um pH entre 5 e 7, a absorvância de todos os comprimentos de onda aumenta, alterando a proporção entre os comprimentos de onda. Enquanto a refletância vermelho-púrpura aumenta, os tons ciano e azul-esverdeado aumentam mais significativamente, resultando em um desbotamento da cor vermelha em direção a uma paleta mais clara. A mudança de pH neutro (7,0) para pH básico (9,0) não foi acompanhada por uma mudança significativa de cor. No entanto, o aumento do pH para condições mais básicas (pH 10,6) alterou significativamente a cor dos filmes. Nesse pH, a absorvância dos tons vermelho e azul diminuiu consideravelmente, e o filme refletiu uma cor esverdeada. Em termos práticos, em pH ácido (3,0), o filme tem uma forte cor roxa, que se torna mais pálida em pH neutro e, em seguida, começa a ficar verde em pH básico (10,6).

Tabela 18 - Absorvâncias de comprimento de onda visível dos filmes de amido-carragenana incorporados com bagaço de uva e extrato de acerola em quatro refletâncias de cores distintas.

Comprimento de Onda (nm)	Cor refletida	pH 3	pH 5	pH 7	pH 9	pH 10,6
<i>Filme de amido e carragenana adicionado com extrato de resíduo de acerola</i>						
400	Amarelo-esverdeado	0,82	0,97	0,90	0,77	0,92
500	Vermelho-roxo	0,49	0,88	0,59	0,24	0,54
600	Azul-esverdeado	0,43	0,81	0,49	0,14	0,42
700	Ciano	0,39	0,76	0,47	0,10	0,36
<i>Filme de amido e carragenana adicionado com extrato de bagaço de uva</i>						
400	Amarelo-esverdeado	0,65	0,91	0,90	0,87	0,92
500	Vermelho-roxo	0,55	0,77	0,70	0,71	0,44
600	Azul-esverdeado	0,00	0,66	0,58	0,63	0,58
700	Ciano	0,00	0,59	0,48	0,51	0,23

Fonte: elaborada pela autora.

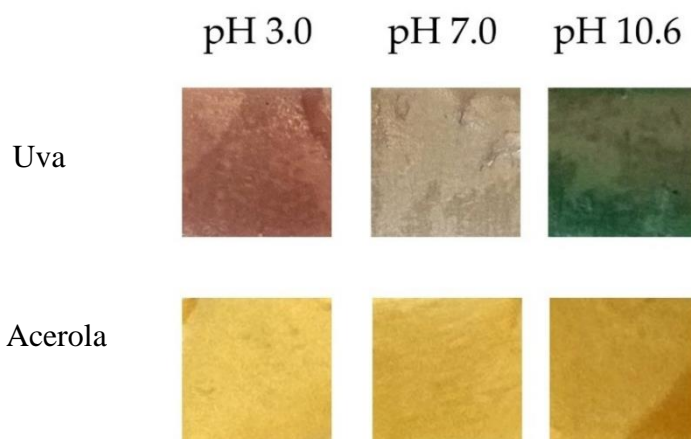
Figura 18 - Espectros de comprimento de onda visível do filme de amido e carragenana adicionados com extrato de resíduo de acerola para quatro pHs diferentes (3; 5; 7; 9 e 10,6).



Fonte: elaborada pela autora.

A Figura 19 mostra as cores dos filmes de amido e carragenana com extratos após 5 min de contato com três soluções de pH diferentes (3; 7; e 10,6). Choi *et al.* (2017) obtiveram resultados semelhantes em filmes de amido incorporados com antocianinas.

Figura 19 - Alterações de cor dos filmes de amido e carragenana adicionados com extrato de bagaço de uva e resíduo de acerola para três diferentes pHs (3, 7 e 10,6).



Fonte: elaborada pela autora.

O filme com extrato de resíduo de acerola (Figura 18) foi caracterizado principalmente por uma alta absorbância em 400 nm, absorbâncias intermediárias em 500 e 600 nm e baixa absorbância em 700 nm, resultando na reflectância de sua cor laranja, que resultou da combinação da predominância dos tons vermelho e amarelo. O aumento do pH não alterou significativamente a cor característica do filme, como ocorreu com o filme incorporado com extrato de bagaço de uva (Figura 17). Em pH 5, a absorbância dos tons vermelho e azul (500 a 700 nm) aumentou, intensificando a cor do filme. Em pH neutro (7), os tons de azul e ciano começaram a desbotar, dando lugar a uma característica mais amarelada. Em termos práticos, em pH ácido (3), o filme tem uma cor laranja, que se torna mais pálida em pH 5 e então começa a se tornar menos laranja e mais amarela em pHs neutro e básico.

A migração e a lixiviação de antocianinas do filme para o alimento geralmente são uma preocupação. Este estudo se concentrou no desenvolvimento dos filmes e em sua caracterização física e química. Nenhum estudo sobre migração foi realizado. No entanto, estudos sobre a produção de filmes biodegradáveis com extratos contendo antocianinas afirmam que ocorre algum grau de migração desses extratos do filme para o alimento. Tal migração geralmente é causada pela solubilidade desses extratos em água e, portanto, em alimentos úmidos (Cheng *et al.*, 2022; Li *et al.*, 2022).

5.5 Implicações futuras

Além do escopo do desenvolvimento de novos filmes de amido com propriedades melhoradas, esta pesquisa representa uma promessa significativa para abordar questões ambientais mais amplas e desvendar diversas aplicações, particularmente por meio da utilização da carragenana, bagaço de uva e resíduos de acerola e do potencial para processamento sustentável.

Estudos detalhados das propriedades mecânicas desses filmes, bem como ensaios de biodegradabilidade, atividade antioxidante, resistência ao calor ou selagem são necessários. Contudo, já podemos afirmar que o desenvolvimento de filmes a partir de fontes naturais como amido e carragenana, reforçados ou incorporados com pigmentos naturais, contribui para reduzir a dependência de plásticos convencionais a base de petróleo. O uso da tecnologia de plasma a frio representa o compromisso com os princípios da química verde que garante o

desenvolvimento de materiais sustentáveis não ocorra à custa de processos de extração poluentes.

Esses filmes biodegradáveis podem estender a vida útil de produtos alimentícios embalados, abordando o problema das propriedades de barreira e oferecendo recursos como indicação sensível ao pH. Reduzir a deterioração dos alimentos se traduz diretamente em uma diminuição do desperdício global de alimentos, o que tem implicações ambientais substanciais relacionadas.

Tabela 19 – Esquema geral dos resultados obtidos com o trabalho.

ANÁLISES	Amido		Filme Amido			Filme Amido e Antocianinas				Filme Amido-Carragenana e Antocianinas		
Amostras	<i>Am-C</i>	<i>Am-200-20</i>	<i>A-C</i>	<i>A-200-20</i>	<i>A-200-20</i>	<i>Ac-C</i>	<i>Ac-P</i>	<i>Uva-C</i>	<i>Uva-P</i>	<i>A-Cgn</i>	<i>A-Cgn-Ac</i>	<i>A-Cgn-U</i>
Solubilidade (%)	90,6 ± 0,6	84,0 ± 1,2	89,3 ± 2,2	81,8 ± 4,0	76,5 ± 3,7	70,5 ± 3,7	61,1 ± 2,5	74,1 ± 2,8	66,8 ± 0,1	45,1 ± 2,7	49,1 ± 5,3	45,6 ± 3,2
IAA (%)	2,0 ± 0,1	2,1 ± 0,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Umidade (%)	-	-	20,6 ± 3,0	14,8 ± 0,2	18,0 ± 1,4	17,5 ± 1,0	15,0 ± 1,2	16,8 ± 0,1	16,6 ± 0,8	32,5 ± 0,3	26,6 ± 1,1	30,3 ± 2,7
Turbidez	1,7 ± 0,0	1,8 ± 0,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Amilose (%)	24,2 ± 0,3	20,8 ± 0,9	22,6 ± 0,1	23,1 ± 0,1	33,4 ± 0,1	23,2 ± 1,4	21,9 ± 0,7	24,2 ± 0,6	21,0 ± 1,2	4,6 ± 0,4	6,5 ± 0,5	3,7 ± 0,3
Ângulo de contato (°)	-	-	54,2 ± 1,1	64,6 ± 1,1	55,4 ± 2,2	57,5 ± 2,1	61,7 ± 1,5	56,4 ± 1,3	63,6 ± 1,6	52,9 ± 2,2	72,9 ± 0,7	74,8 ± 3,4
Reologia	Pó de fácil fluidez	Menor fluidez e densidade	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
FTIR	Bandas comuns da morfologia do amido	Redução na estrutura ordenada do amido	Bandas comuns da morfologia de filmes de amido	Redução de intensidade nas bandas O-H; C-H	Sem diferenças significativas com A-C	Bandas comuns a filme de amido	Sem diferenças significativas	Bandas comuns a filme de amido	Redução de intensidade nas bandas	Presença da banda S=O	Sem variação para adição de extratos	Sem variação para adição de extratos
MEV	Aspecto Uniforme	Superfície mais lisa	Superfície uniforme	Rugosidade na superfície	Irregularidade na superfície	Grumos na superfície	Superfície mais uniforme	Grumos na superfície	Superfície mais uniforme	Superfície mais uniforme	Aparência granular	Aparência rugosa
Espessura (µm)	-	-	101,2 ± 2,7	-	118,3 ± 4,9	203,0 ± 8,5	247,6 ± 7,0	124,4 ± 3,3	275,5 ± 5,5	130,8 ± 7,8	287,4 ± 8,0	203,5 ± 7,5
PVA (g.mm/kPa.h.m²)	-	-	1,6 ± 0,3	-	1,5 ± 0,4	3,3 ± 0,5	4,6 ± 0,6	1,7 ± 0,8	2,7 ± 1,9	3,6 ± 0,5	4,5 ± 0,4	3,9 ± 0,2
Força máxima (N)	-	-	4,3 ± 0,5	-	6,7 ± 0,4	3,1 ± 1,0	5,0 ± 0,4	6,7 ± 1,0	5,7 ± 0,7	-	-	-
Elongação (%)	-	-	1,6 ± 0,2	-	2,8 ± 0,8	1,9 ± 0,2	2,1 ± 0,1	2,0 ± 0,2	2,2 ± 0,1	-	-	-
Mudança de cor	-	-	-	-	-	Variação de cor conforme muda pH	Mesma variação de cor conforme o pH	Leve variação de intensidade na cor conforme muda pH	Leve variação de intensidade na cor conforme muda pH	Variação de cor conforme muda pH	Mesma variação de cor conforme o pH	Leve variação de intensidade na cor conforme muda pH

Fonte: elaborada pela autora.

6 CONCLUSÃO

O estudo explorou três estratégias para aprimorar filmes a base de amido: tratamento com plasma DBD, incorporação de compostos bioativos e adição de reforços naturais.

O tratamento com plasma DBD se mostrou eficiente quando aplicado em amido de milho. Embora a análise de MEV tenha indicado rachaduras superficiais, a integridade geral do amido foi mantida. A frequência de 200 Hz por 20 minutos foi a mais eficaz em alterar os teores de amilose, a solubilidade e a absorção de água. Filmes tratados com plasma a 200 Hz também mostraram reduções notáveis nos percentuais de umidade e solubilidade, de 10% e 15% respectivamente. O ângulo de contato aumentou 7,5% em filmes tratados a 300 Hz.

A incorporação de antocianinas em filmes de amido resultou em boas respostas colorimétricas e em filmes mais homogêneos. O tratamento com plasma a frio causou pequenas reduções na umidade e solubilidade, mas não alterou significativamente o ângulo de contato, o teor de amilose ou os espectros de FTIR.

A adição de carragenana mostrou-se um reforço positivo, tornando os filmes de amido mais coesos e com menor solubilidade. A incorporação de extrato de bagaço de uva, rico em antocianinas, foi o mais indicado para embalagens com sensor de pH, enquanto o extrato de resíduos de acerola teve uma resposta de cor mais fraca. A adição desses extratos também afetou propriedades físicas, como a redução do teor de umidade (de 32,5% para 26,5% com extrato de acerola) e o aumento da hidrofobicidade (ângulo de contato mudando de 52.9° para 74. 8° com extrato de bagaço de uva).

Diante do exposto, a aplicação de plasma a 200 Hz / 20 min se mostrou eficaz para melhorar a estrutura e as propriedades do filme de amido de milho. Entre os extratos, o de uva é o mais indicado para filmes que indicam mudança de pH, devido às antocianinas presentes. Da mesma forma, a carragenana é uma adição positiva, pois confere características superiores ao filme de amido puro, tornando-o mais resistente. Para um filme inteligente, a recomendação seria usar plasma, carragenana e extrato de uva. Em meu parecer final, ambas as tecnologias (plasma e carragenana) são essenciais e a seleção do extrato deve ser estratégica, otimizando o filme para a sua finalidade.

REFERENCIAS

- ABDILLAH, A. A.; CHARLES, A. L. Characterization of a natural biodegradable edible film obtained from arrowroot starch and iota-carrageenan and application in food packaging. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 191, p. 618–626, 2021.
- AGARWAL, S. Major factors affecting the characteristics of starch based biopolymer films. **European Polymer Journal**, [s. l.], v. 160, p. 110788, 2021.
- ALFATAH, T. *et al.* Structural and chemical properties of kappa-carrageenan extracted from macroalgae by deep eutectic solvents and sustainable biopolymer films produced thereof. **Bioresource Technology Reports**, [s. l.], v. 30, p. 102120, 2025.
- ALMEIDA, F. D. L. *et al.* Fructooligosaccharides integrity after atmospheric cold plasma and high-pressure processing of a functional orange juice. **Food Res. Int.**, [s. l.], v. 102, p. 282-290, 2017.
- ALVES FILHO, E. G. *et al.* Evaluation of plasma, high-pressure and ultrasound processing on the stability of fructooligosaccharides. **Int. J. Food Sci. Technol.**, [s. l.], v. 51, p. 2034-2040, 2016.
- AQUINO, A. C. M. de S.; MÓES, R. S.; CASTRO, A. A. Stability of ascorbic acid, carotenoids and anthocyanins in acerola fruits frozen by cryogenic methods. **Braz. J. Food Technol.**, Campinas, v. 14, n. 2, p. 154-163, 2011.
- ASTM. **Standard test method for surface wettability and absorbency of sheeted materials using an automated contact angle tester. D5725-99**. West Conshohocken, PA, ASTM International, 2008.
- ASTM. **Standard test method for water vapor transmission of materials. E96-00**. In: Annual book of ASTM standards. Philadelphia: american society for testing and materials, p. 907-914, 2000.
- AVILA, L. B. *et al.* Carrageenan-based films incorporated with jaboticaba peel extract: an innovative material for active food packaging. **Molecules**, [s. l.], v. 25, p. 5563, 2020.
- AZEREDO, H. M. C. *et al.* Development of pectin films with pomegranate juice and citric acid. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 198, p. 101–106, 2016.
- AZEVÊDO, L. C. de *et al.* Propriedades do amido e suas aplicações em biopolímeros. **Cad. Prospec.**, Salvador, v. 11, p. 351-358, 2018.
- BARIZAO, C. de L. *et al.* Biodegradable films based on commercial κ -carrageenan and cassava starch to achieve low production costs. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 165, p. 582-590, 2020.
- BEZERRA, J. de A. *et al.* Cold plasma as a pre-treatment for processing improvement in food: A review. **Food Research International**, [s. l.], v. 167, p. 112663, 2023.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. **O que é embalagem?** 2024. Disponível em: <https://antigo.mma.gov.br/responsabilidade-socioambiental/producao-e-consumo-sustentavel/consumo-consciente-de-embalagem/o-que-e-embalagem.html> Acesso em: 06 jun. 2024.

CARVALHO, A. P. M. G. *et al.* Dielectric barrier atmospheric cold plasma applied to the modification of Ariá (*Goeppertia allouia*) starch: Effect of plasma generation voltage. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 182, p. 1618-1627, 2021.

CHE HAMZAH, N. H. *et al.* Characterisation and colour response of smart sago starch-based packaging films incorporated with *Brassica oleracea* anthocyanin. **Membranes**, [s. l.], v. 12, p. 913, 2022.

CHEN, Y.; DAI, G.; GAO, Q. Preparation and properties of granular cold-water-soluble porous starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 144, p. 656–662, 2020.

CHENG, M. *et al.* Characterization and release kinetics study of active packaging films based on modified starch and red cabbage anthocyanin extract. **Polymers**, [s. l.], v. 14, p. 1214, 2022.

CHENG, J. *et al.* Applications of biodegradable materials in food packaging: A review. **Alexandria Engineering Journal**, [s. l.], v. 91, p. 70–83, 2024.

CHI, W. *et al.* Simultaneously realizing intelligent color change and high haze of κ -carrageenan film by incorporating black corn seed powder for visually monitoring pork freshness. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 402, p. 134257, 2023.

CHOI, I. *et al.* Intelligent pH indicator film composed of agar/potato starch and anthocyanin extracts from purple sweet potato. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 218, p. 122–128, 2017.

CHUDASAMA, N. A. *et al.* Seaweed polysaccharide based products and materials: an assessment on their production from a sustainability point of view. **Molecules**, [s. l.], v. 26, p. 2608, 2021.

CUI, C. *et al.* Bioactive and intelligent starch-based films: A review. **Trends in Food Science & Technology**, [s. l.], v. 116, p. 854–869, 2021.

DAMDINDORJ, M. *et al.* Stability of anthocyanin extracts from tall currant (*Ribes altiissimum*) fruits. **Mongolian Journal of Agricultural Sciences**, [s. l.], v. 30, n. 2, p. 13-19, 2020.

DEEYAI, P. *et al.* characterization of modified tapioca starch in atmospheric argon plasma under diverse humidity by FTIR spectroscopy. **Chinese Physics Letters**, [s. l.], v. 30, n. 1, p. 018103, 2013.

DENARDIN, C. C.; SILVA, L. P. da. Starch granules structure and its regards with physicochemical properties. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 39, n. 3, p. 945-954, 2009.

DHARINI, M.; JASPIN, S.; MAHENDRAN, R. Cold plasma reactive species: Generation, properties, and interaction with food biomolecules. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 405, p. 134746, 2023.

DMITRENKO, M. *et al.* Bio-composite films from carrageenan/starch reinforced with nanocellulose for active edible food packaging: development and optimization. **J Renew Mater**, [s. l.], v. 13, n. 6, p. 1139-1168, 2025.

DUARTE, P. *et al.* Enhancing consumer purchase intentions for sustainable packaging products: An in-depth analysis of key determinants and strategic insights. **Sustainable Futures**, [s. l.], v. 7, p. 100193, 2024.

DUTTA, D.; SIT, N. Comprehensive review on developments in starch-based films along with active ingredients for sustainable food packaging. **Sustainable Chemistry and Pharmacy**, [s. l.], v. 39, p. 101534, 2024.

FANG, C. *et al.* Cold-water solubility, oil-adsorption and enzymolysis properties of amorphous granular starches. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 117, p. 106669, 2021.

FARIAS, M. G. *et al.* Physicochemical characterization of edible starch films with barbados cherry (*Malpighia emarginata* D.C.). **Quím. Nova**, [s. l.], v. 35, n. 3, p. 546-552, 2012.

FATIMA, S. *et al.* Recent advances in modified starch based biodegradable food packaging: A review. **Heliyon**, [s. l.], v. 10, p. e27453, 2024.

FERREIRA, P. S.; ALMEIDA, E. L. Amido – uma abordagem acerca da composição, estrutura, propriedades, modificação e aplicação. Produção animal e vegetal: inovações e atualidades. **Agron Food Academy**, [s. l.], v. 2, p. 892-906, 2022.

FLORES, A. C.; PUNZALAN, E. R.; AMBAGAN, N. G. Effects of kappa-carrageenan on the physico-chemical properties of thermoplastic starch. **Kimika**, Philippines, v. 26, p. 11-17, 2015.

FONTOURA, D. R. S.; CALIL, R. M.; CALIL, E. M. B. A importância das embalagens para alimentos - aspectos socioeconômicos e ambientais. **Atas de Saúde Ambiental**, São Paulo, v. 4, p. 138-160, 2016.

GALLI, Dirseu. **Extração e caracterização de antocianinas no resíduo de uvas processadas**. 2010. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2010.

GAO, S. *et al.* Rheological, thermal and in vitro digestibility properties on complex of plasma modified *Tartary* buckwheat starches with quercetin. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 110, p. 106209, 2021.

GAO, S. *et al.* High-voltage and short-time dielectric barrier discharge plasma treatment affects structural and digestive properties of *Tartary* buckwheat starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 213, p. 268–278, 2022.

GE, X. *et al.* Dielectric barrier discharge cold plasma combined with cross-linking: An innovative way to modify the multi-scale structure and physicochemical properties of corn starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 215, p. 465–476, 2022.

GHASEMLOU, M.; BARROW, C. J.; ADHIKARI, B. The future of bioplastics in food packaging: An industrial perspective. **Food Packaging and Shelf Life**, [s. l.], v. 43, p. 101279, 2024.

GOIANA, M. L. *et al.* Corn starch based films treated by dielectric barrier discharge plasma. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 183, p. 2009–2016, 2021.

GOIANA, M. L.; FERNANDES, F. A. N. Influence of dielectric barrier discharge plasma treatment on corn starch properties. **Processes**, [s. l.], v. 11, p. 1966-1977, 2023.

GONÇALVES, Ana Paula. **Desafios para redução das embalagens plásticas de alimentos pós-consumo nos rejeitos da coleta seletiva: um estudo de caso em uma cooperativa no município de Assis - SP**. 2022. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2022.

GRANATO, G.; FISCHER, A. R. H.; TRIJP, H. C. M. van. The price of sustainability: How consumers trade-off conventional packaging benefits against sustainability. **Journal of Cleaner Production**, [s. l.], v. 365, p. 132739, 2022.

GUIMARÃES, I. S. S. *et al.* **Corantes naturais para alimentos: antocianinas de cascas de uvas**. EMBRAPA – Boletim de pesquisa, Rio de Janeiro, n. 11, 1984. Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/bitstream/doc/415643/1/CTAADOCUMENTOS11CORANTESNATURAESPARAALIMENTOSANTOCIANINASDECASCASDEUVASFL02164.pdf> Acesso em: 10 jan. 2024.

GUO, Z. *et al.* Dielectric barrier discharge plasma: A green method to change structure of potato starch and improve physicochemical properties of potato starch films. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 370, p. 130992, 2022.

GUPTA, R. K.; GUHA, P.; SRIVASTAV, P. P. Natural polymers in bio-degradable/edible film: A review on environmental concerns, cold plasma technology and nanotechnology application on food packaging - A recent trends. **Food Chemistry Advances**, [s. l.], v. 1, p. 100135, 2022.

GUPTA, R. K.; GUHA, P.; SRIVASTAV, P. P. Physical action of nonthermal cold plasma technology for starch modification. **Food Physics**, [s. l.], v. 1, p. 100011, 2024.

HAMID, K. H. A. *et al.* Development and characterization of semi-refined carrageenan (SRC) films from *Eucheuma cottonii* incorporated with glycerol and α -tocopherol for active food packaging application. **IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.**, Kuala Lumpur, v. 458, p. 012022, 2018.

HEIDEMANN, H. M. *et al.* Cold plasma treatment to improve the adhesion of cassava starch films onto PCL and PLA surface. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [s. l.], v. 580, p. 123739, 2020.

HERNANDEZ-PEREZ, P. *et al.* Rheological performance of film-forming solutions made from plasma-modified starches with different amylose/amylopectin content. **Carbohydr Polym**, [s. l.], v. 255, p. 117349, 2021.

HOQUE, M. *et al.* Effect of cold plasma treatment on the packaging properties of biopolymer-based films: a review. **Appl. Sci.**, [s. l.], v. 12, p. 1346-1378, 2022.

HOU, Y. *et al.* Effects of treatment of dielectric barrier discharge cold plasma (DBD-CP) on mechanical, barrier and functional characteristics of casein-based films. **International Journal of Food Science & Technology**, [s. l.], v. 57, p. 705-718, 2021.

HU, J. *et al.* Dissolution of starch in urea/NaOH aqueous solutions. **J. Appl. Polym. Sci**, [s. l.], v. 133, p. 43390, 2016.

JIANG, H. *et al.* Development of biodegradable active films based on longan seed starch incorporated with banana flower bract anthocyanin extracts and applications in food freshness indication. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 251, p. 126372, 2023.

KARTHIK, C. *et al.* Cold plasma technology based eco-friendly food packaging biomaterials. **Polymers**, [s. l.], v. 16, n. 230, 2024.

KATO, C. G. *et al.* Anthocyanins in grapes (*Vitis vinífera* L.) grown in conventional systems. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, Ponta Grossa, v. 6, n. 2, p. 809-821, 2012.

KAUR, S. *et al.* Cold plasma technology: Reshaping food preservation and safety. **Food Control**, [s. l.], v. 163, p. 110537, 2024.

KHOJA, A. H.; TAHIR, M.; AMIN, N. A. S. Recent developments in non-thermal catalytic DBD plasma reactor for dry reforming of methane. **Energy Conversion and Management**, [s. l.], v. 183, p. 529–560, 2019.

KIZIL, R.; IRUDAYARAJ, J.; SEETHARAMAN, K. Characterization of irradiated starches by using FT-Raman and FTIR-Spectroscopy. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 50, p. 3912-3918, 2002.

KOLA, V.; CARVALHO, I. S. Plant extracts as additives in biodegradable films and coatings in active food packaging. **Food Bioscience**, [s. l.], v. 54, p. 102860, 2023.

KORD, H. K.; PAZIRANDEH, A. Comparison of different packaging materials and solutions on a cost basis for Volvo logistic corporation. **Institutionen Ingenjorshogskolan**, [s. l.], 2008.

LANDIM, A. P. M. *et al.* Sustentabilidade quanto às embalagens de alimentos no Brasil. **Polímeros**, [s. l.], v. 26, p. 82-92, 2016.

LAROQUE, D. A. *et al.* Cold plasma in food processing: Design, mechanisms, and application. **Journal of Food Engineering**, [s. l.], v. 312, p. 110748, 2022.

LI, N. *et al.* Development of pH-indicative and antimicrobial films based on polyvinyl alcohol/starch incorporated with ethyl lauroyl arginate and mulberry anthocyanin for active packaging. **Coatings**, [s. l.], v. 12, n. 10, p. 1392-1409, 2022.

LIMA, A. C. de S. *et al.* Flowability of spray-dried sapodilla pulp powder. **J. Food Process. Eng.**, [s. l.], v. 45, n. 9, p. e14092, 2022.

LIMA, V. L. A. G. de. *et al.* Avaliação do teor de antocianinas em polpa de acerola congelada proveniente de frutos de 12 diferentes aceroleiras (*Malpighia emarginata* D.C.) **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, [s. l.], v. 23, n. 1, p. 101-103, 2003.

LIU, H. *et al.* Cold plasma effects on the nutrients and microbiological quality of sprouts. **Food Research International**, [s. l.], v. 159, p. 111655, 2022.

LIU, Y. *et al.* Development of ultrasound treated polyvinyl alcohol/tea polyphenol composite films and their physicochemical properties. **Ultrason Sonochem**, [s. l.], v. 51, p. 386–394, 2019.

LOPES, T. J. *et al.* Anthocyanins: a brief review of structural characteristics and stability. **R. Bras. Agrociência**, Pelotas, v. 13, n. 3, p. 291-297, 2007.

MA, Q.; WANG, L. Preparation of a visual pH-sensing film based on tara gum incorporating cellulose and extracts from grape skins. **Sensors and Actuators B: Chemical**, [s. l.], v. 235, p. 401–407, 2016.

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

MADIVOLI, E. S. *et al.* Evaluation of the food barrier and mechanical properties of carrageenan-starch composite films. **Food Sci. Nutr.**, [s. l.], v. 13, n. 1, p. e4664, 2025.

MARENCO-OROZCO, G. A.; ROSA, M. F.; FERNANDES, F. A. N. Effects of multiple-step cold plasma processing on banana (*Musa sapientum*) starch-based films. **Packag Technol Sci.**, [s. l.], v. 35, p. 589-601, 2022.

MATCHE, R. S.; ANUP, G. J.; MRUDULA, G. Development of biodegradable films from marine ingredients incorporated with natural antimicrobial agents for food packaging. **J. Packag. Technol. Res.**, [s. l.], v. 4, p. 45–55, 2020.

MAVELIL-SAM, R. *et al.* Recent developments and formulations for hydrophobic modification of carrageenan bionanocomposites. **Polymers**, [s. l.], v. 15, n. 7, p. 1650, 2023.

MEI, L. X. *et al.* Characterization of pH sensitive sago starch films enriched with anthocyanin-rich torch ginger extract. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 164, p. 4603-4612, 2020.

MENEGHETTI, B. B. *et al.* Incorporação do resíduo do processamento de uva em filmes comestíveis e biodegradáveis. In: XXIX CONGRESSO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UNICAMP, 2021, Campinas. **Anais eletrônicos...**, Galoá, 2021. Disponível em:

<https://proceedings.science/unicamp-pibic/pibic-2021/trabalhos/incorporacao-do-residuo-do-processamento-de-uva-em-filmes-comestiveis-e-biodegra?lang=pt-br> Acesso em: 30 Out. 2023.

NASRI, A. H. *et al.* A kinetic study on carrot juice treated by dielectric barrier discharge (DBD) cold plasma during storage. **LWT**, [s. l.], v. 190, p. 115563, 2023.

OH, Y. A.; ROH, S. H.; MIN, S. C. Cold plasma treatments for improvement of the applicability of defatted soybean meal-based edible film in food packaging. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 58, p. 150-159, 2016.

OKEYRE, A. Y.; RAJENDRAN, S.; ANNOR, G. A. Cold plasma technologies: Their effect on starch properties and industrial scale-up for starch modification. **Current Research in Food Science**, [s. l.], v. 5, p. 451–463, 2022.

OLIVEIRA, A.V. da S. *et al.* Nanocomposite films from mango kernel or corn starch with starch nanocrystals. **Starch - Stärke**, [s. l.], v. 70, p. 1800028, 2018.

PAIVA, C. L.; UGAYA, C. M. L. Environmental impacts assessment in packaging and its contribution to reducing food waste. **Cleaner and Circular Bioeconomy**, [s. l.], v. 8, p. 100083, 2024.

PANKAJ, S. K. *et al.* Dielectric barrier discharge atmospheric air plasma treatment of high amylose corn starch films. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], v. 63, n. 2, p. 1076-1082, 2015.

PELICIOI, Jaine. **Produção de filmes indicadores contendo antocianinas da casca da batata-doce (*Ipomoea batatas* L.)**. 2019. Monografia (Bacharel em Engenharia de Alimentos) – Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2019.

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**, [s. l.], v. 142, p. 580–585, 2013.

PORTO, E. *et al.* Ozone and plasma processing effect on green coconut water. **Food Research International**, [s. l.], v. 131, p. 109000, 2020.

PRASETYANINGRUM, A. *et al.* Effect of concentration of kappa-carrageenan on the physico-chemical properties of rice starch film. **Food Research**, [s. l.], v. 8, p. 54–58, 2024.

QIN, Y. *et al.* Preparation and characterization of active and intelligent packaging films based on cassava starch and anthocyanins from *Lycium ruthenicum* Murr. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 134, p. 80–90, 2019.

RAMADAS, B. K.; RHIM, J. W.; ROY, S. Recent progress of carrageenan-based composite films in active and intelligent food packaging applications. **Polymers**, [s. l.], v. 16, 2024.

RAMLI, N. A. *et al.* Mechanical and thermal evaluation of carrageenan/hydroxypropyl methyl cellulose biocomposite incorporated with modified starch corroborated by molecular interaction recognition. **ACS Appl. Polym. Mater.**, [s. l.], v. 5, p. 182–192, 2023.

RIBEIRO, H. L. *et al.* Stabilizing effect of montmorillonite on acerola juice anthocyanins. **Food chemistry**, [s. l.], v. 245, p. 966-973, 2018.

ROCHA, Geisa Oliveira. **Obtenção e caracterização de filmes biodegradáveis a partir de misturas de amido de mandioca e extrato protéico de soja**. 2009. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Instituto de Tecnologia, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 2009.

ROMANI, V. P. *et al.* Cold plasma and carnauba wax as strategies to produce improved bi-layer films for sustainable food packaging. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 108, p. 106087, 2020.

ROY, S.; RHIM, J. W. Starch/agar-based functional films integrated with enoki mushroom-mediated silver nanoparticles for active packaging applications. **Food Bioscience**, [s. l.], v. 49, p. 101867, 2022.

SAEIDY, S. *et al.* Optimization of Asafoetida gum extraction and assessments of emulsion stability. **Bioresour. Technol. Reports**, [s. l.], v. 6, p. 103–112, 2019.

SANI, I. K. *et al.* Cold plasma technology: Applications in improving edible films and food packaging. **Food Packaging and Shelf Life**, [s. l.], v. 37, p. 101087, 2023.

SANTOS, C. *et al.* Production and characterization of κ -carrageenan films incorporating cymbopogon winterianus essential oil as new food packaging materials. **Foods**, [s. l.], v. 12, p. 2169, 2023.

SHEIKHI, Z. *et al.* Physicochemical characterization of argon plasma-treated starch film. **J. Agr. Sci. Tech**, [s. l.], v. 22, n. 4, p. 999-1008, 2020.

SHEN, H. *et al.* Dielectric barrier discharge plasma improved the fine structure, physico chemical properties and digestibility of α -amylase enzymatic wheat starch. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, [s. l.], v. 78, p. 102991, 2022.

SILVA, S. M. F. *et al.* Films from cashew byproducts: cashew gum and bacterial cellulose from cashew apple juice. **J Food Sci Technol.**, [s. l.], v. 58, n. 5, p. 1979-1986, 2021.

SILVEIRA C. A. *et al.* Tratamento de resíduo sólido urbano e industrial por meio da tecnologia de plasma térmico: uma abordagem logística. **Caderno Científico Ceciesa – Gestão**, [s. l.], v. 3, n. 1, p. 93-104, 2017.

SMITH, J. B.; ADAMS, I.; JI, H. F. Mechanism of ampicillin degradation by non-thermal plasma treatment with FE-DBD. **Plasma** 2018, [s. l.], v. 1, p. 1–11, 2017.

SRIPHONCHAI, W.; PRACHAYAWARAKORN, J. Natural wound dressing films prepared from acetylated starch/ κ -carrageenan blend incorporated with mandelic acid. **J. Met. Mater. Miner.**, [s. l.], v. 34, n. 2, p. 1984-1994, 2024.

- SRUTHI, N. U. *et al.* Impacts of cold plasma treatment on physicochemical, functional, bioactive, textural, and sensory attributes of food: A comprehensive review. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 368, p. 130809, 2022.
- SUN, X. *et al.* Modification of multi-scale structure, physicochemical properties, and digestibility of rice starch via microwave and cold plasma treatments. **LWT**, [s. l.], v. 153, p. 112483, 2022.
- THAKUR, R. *et al.* Effect of starch physiology, gelatinization, and retrogradation on the attributes of rice starch- κ -carrageenan film. **Starch-Starke**, [s. l.], v. 70, p. 1700099, 2018.
- THAKUR, R. *et al.* Starch-based films: major factors affecting their properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 132, p. 1079–1089, 2019.
- THIRUMDAS, R. *et al.* Functional and rheological properties of cold plasma treated rice starch. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 157, p. 1723-1731, 2017.
- UCAR, Y. *et al.* Application of cold plasma technology in the food industry and its combination with other emerging technologies. **Trends in Food Science & Technology**, [s. l.], v. 114, p. 355-371, 2021.
- WAN YAHAYA, W. A. *et al.* Exploring the potential of seaweed derivatives for the development of biodegradable plastics: A comparative study. **Polymers**, [s. l.], v. 15, p. 2884, 2023.
- WANG, J. *et al.* Physicochemical properties of c-type starch from root tuber of *Apios fortunei* in comparison with maize, potato, and pea starches. **Molecules**, [s. l.], v. 23, p. 2132, 2018.
- WANG, C. *et al.* Biodegradable active packaging material containing grape seed ethanol extract and corn starch/ κ -carrageenan composite film. **Polymers**, [s. l.], v. 14, n. 22, p. 4857, 2022.
- WARREN, F. J. *et al.* Infrared spectroscopy as a tool to characterise starch ordered structure—A joint FTIR–ATR, NMR, XRD and DSC study. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 139, p. 35-42, 2016.
- WEI, Q. *et al.* Fungicidal efficiency of DBD cold plasma against *Aspergillus niger* on dried jujube. **Food Microbiology**, [s. l.], v. 121, p. 104523, 2024.
- WONG, L.W. *et al.* Preparation of antimicrobial active packaging film by capacitively coupled plasma treatment. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], v. 117, p. 108612, 2020.
- WU, Y.; GAO, Y.; LI, C. Preparation and characterization of smart indicator films based on gellan gum/modified black rice anthocyanin/curcumin for improving the stability of natural anthocyanins. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 253, p. 127436, 2023.

WU, X. *et al.* Improved packing performance and structure-stability of casein edible films by dielectric barrier discharges (DBD) cold plasma. **Food Packaging and Shelf Life**, [s. l.], v. 24, p. 100471, 2020.

XIAO, Z. *et al.* Performance comparison of anthocyanin-based smart indicator films. **Food Packag. Shelf Life**, [s. l.], v. 40, p. 101187, 2023.

XU, M. *et al.* Recent advances in anthocyanin-based films and its application in sustainable intelligent food packaging: A review. **Food Control**, [s. l.], v. 162, p. 110431, 2024.

YAN, S. *et al.* Improved solubility of banana starch by dielectric barrier discharge plasma treatment. **International Journal of Food Science & Technology**, [s. l.], v. 55, n. 2, p. 641-648, 2019.

YAP, X. Y. *et al.* Synergistic effects of starch and carrageenan from *Kappaphycus alvarezii* in composite film formation: physicochemical and degradable properties. **Int. J. Biol. Macromol.**, [s. l.], v. 278, n. 4, p. 135205, 2024.

YI, F. *et al.* Preparation, characterization and application of pH-responsive smart film based on chitosan/zein and red radish anthocyanin. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 253, p. 127037, 2023.

ZHANG, X.; LU, S.; CHEN, X. A visual pH sensing film using natural dyes from *Bauhinia blakeana* Dunn. **Sensors and Actuators, B: Chemical**, [s. l.], v. 198, p. 268-273, 2014.

ZHAO, L. *et al.* Anthocyanin-based pH-sensitive smart packaging films for monitoring food freshness. **Journal of Agriculture and Food Research**, [s. l.], v. 9, p. 100340, 2022.

ZHAO, J. *et al.* Contrastive study on organic contaminated soils remediated using dielectric barrier discharge (DBD) plasma. **Separation and Purification Technology**, [s. l.], v. 306, p. 122576, 2023.

ZHU, Q. *et al.* Hierarchical structural modification of starch via non-thermal plasma: A state-of-the-art review. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 311, p. 120747, 2023.

ZHU, F. Plasma modification of starch. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 232, p. 476-486, 2017.