



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA
CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E SOCIAIS APLICADAS
CAMPUS V – MINISTRO ALCIDES CARNEIRO
CURSO DE BACHARELADO EM CIÊNCIAS BIOLÓGICAS**

CAMILLA AQUINO AZEVEDO DE LUCENA

**PRODUÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS À BASE DE XILANA DE SABUGO
DE MILHO**

**JOÃO PESSOA – PB
2011**

CAMILLA AQUINO AZEVEDO DE LUCENA

PRODUÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS À BASE DE XILANA DE SABUGO
DE MILHO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Bacharelado em Ciências Biológicas da Universidade Estadual da Paraíba, em cumprimento às exigências para obtenção do grau de Bacharel em Ciências Biológicas.

Orientador: Prof. Dr. Elquio Eleamen Oliveira

JOÃO PESSOA – PB

2011

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA SETORIAL CAMPUS V – UEPB

L935p Lucena, Camilla Aquino Azevedo de.
Produção de Filmes Biodegradáveis à base de Xilana de
Sabugo de Milho / Camilla Aquino Azevedo de Lucena. – 2011.
49f. : il. color

Digitado.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Ciências
Biológicas) – Universidade Estadual da Paraíba, Centro de
Ciências Biológicas e Sociais Aplicadas, Curso de Ciências
Biológicas, 2011.

“Orientação: Prof. Dr. Elquio Eleamen Oliveira, Curso de
Ciências Biológicas”.

1. Xilana. 2. Filmes Biodegradáveis. 3. Sabugo de Milho. I.
Titulo.

21. ed. CDD 547.7

CAMILLA AQUINO AZEVEDO DE LUCENA


PRODUÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS À BASE DE XILANA DE SABUGO
DE MILHO

Aprovado em 25 de 11 de 2011

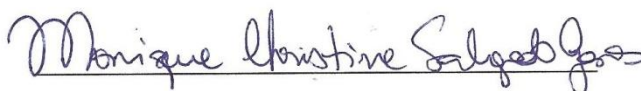
BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Elquio Eleamen Oliveira
Orientador



Prof. Dr. Ricardo Olímpio de Moura
Examinador



Msc. Monique Christine Salgado Gomes
Examinadora

A DEUS, aos meus pais e as minhas
irmãs por todo amor, dedicação e
incentivo.

AGRADECIMENTOS

A DEUS, que ao longo de minha vida sempre esteve ao meu lado, me abençoando, direcionando, fortalecendo e me ajudando a não desistir em meio as tribulações que surgiram.

A Maria Santíssima, que sempre esteve a interceder por mim, com amor de Mãe me acalmou nas dificuldades e se alegrou com as minhas conquistas.

Ao meu orientador e professor Elquio Eleamen Oliveira, por todo apoio, paciência, incentivo, ensinamentos e confiança.

Aos professores do curso de Ciências Biológicas por todos os ensinamentos passados tanto profissionais como para a vida. Principalmente aos professores Ênio Wocyli e José Tavares, por toda dedicação e apoio estatístico. Aos professores Ricardo Olímpio e Francisco Jaime por toda colaboração, apoio e sugestões.

Aos companheiros do Laboratório de Síntese e Vetorização de Moléculas – LSVM, Silvana Cartaxo e Antoniel Augusto, pela partilha de conhecimentos e por toda amizade, apoio e carinho e a todos os demais estagiários do laboratório.

Aos amigos do curso por todo apoio e incentivo. Principalmente Silvana Cartaxo (Sili) por todo companheirismo, apoio, carinho, dedicação, por dividir comigo todos os problemas e sempre me ajudar a superá-los. E aos técnicos dos laboratórios por toda ajuda.

A Casa do Sertão por toda atenção e disponibilização da matéria-prima necessária para extração de xilana.

Ao CNPq e Propeq/UEPB por todo auxílio financeiro para o desenvolvimento da pesquisa.

A minha família, principalmente a minha mãe, Onailza, que desde criança é o meu modelo, que sempre me apoiou, ajudou no que precisei, me incentivou e cuidou de mim. Ao meu Pai, José Carlos, por todo o apoio. As minhas irmãs, Anna Carolina e Mariana, e meus cunhados, Luís Alberto e Gustavo, que também me auxiliaram no decorrer de minha vida. A minha madrinha, Eliane, que me incentivou e ajudou na minha formação e minha tia, Olga Aurélia, por todo apoio. Enfim, a todos meus tios e primos que sempre me apoiaram.

Ao meu namorado, Pedro Henrique, por todo amor, orações, apoio, incentivo e por sempre estar ao meu lado não me deixando desistir. E a minha segunda família, que veio através dele, a Sonia por todo apoio e incentivo, Severina por todo cuidado e Isabela por todo amor.

Aos amigos, sempre presentes e dispostos a ajudar no que foi preciso. Principalmente, Monsenhor Jaelson e Wênia Brito, por todo apoio e conselhos para que eu não desistisse mesmo em meio às dificuldades.

"Aliás, sabemos que todas as coisas concorrem para o bem daqueles que amam a Deus, daqueles que são os eleitos, segundo os seus desígnios" (Romanos 8,28).

RESUMO

A poluição ambiental provocada pela deposição de materiais de embalagens não renováveis no meio ambiente demanda alternativas para seu controle e/ou eliminação. Assim, surgiu o interesse em desenvolver biofilmes com características de embalagens biodegradáveis, não causadores de danos ao meio ambiente e que adicionalmente possam melhorar a qualidade dos produtos alimentícios. Os biofilmes são geralmente produzidos com produtos naturais, como polissacarídeos, proteínas, lipídios e derivados. Entre esses materiais que podem ser utilizados para produção dos filmes, um polissacarídeo merece atenção, a xilana. Esta é a principal hemicelulose presente na maioria das plantas e o segundo polímero mais abundante na natureza sendo responsável por um terço da biomassa renovável disponível na terra. Sendo assim, este trabalho teve por objetivo a produção de filmes biodegradáveis tendo como base este heteropolissacarídeo. Os filmes foram produzidos a partir de diferentes concentrações de xilana e glicerol, e para estudar a influência de um segundo polímero foram produzidos filmes através da combinação de xilana e gelatina. Essas películas foram submetidas a análises macroscópicas, microscópicas, de solubilidade, de biodegradabilidade e de aplicação em frutas. Foram produzidas no total dezoito formulações para formação dos filmes. Todos os filmes produzidos apenas com xilana apresentaram rachaduras, enquanto que nos filmes produzidos através da combinação xilana/gelatina observou-se um melhor aspecto macroscópico. Com o aumento da concentração do polissacarídeo xilana as películas passaram a apresentar variações em suas características macroscópicas, como transparência e brilho. Em relação à solubilidade dos filmes, em água, encontramos uma variação entre 52,52% para a formulação F18 e 100% para a formulação F10. Foi observado que os filmes com maior quantidade de xilana apresentaram uma menor solubilidade em água. A biodegradabilidade total dos filmes ocorreu com 15 (quinze) dias da montagem do experimento. Esse resultado demonstrou que os filmes produzidos com xilana e gelatina apresentaram alta biodegradabilidade. Os filmes formados através da combinação de xilana e gelatina que foram aplicadas às uvas, mantidas em temperatura ambiente, não foram efetivos na contenção da perda de massa no decorrer do período de armazenamento. Na análise de acidez titulável das uvas não foi encontrada diferença estatisticamente significativa entre os diferentes tratamentos e o controle, ou seja, os filmes não foram eficientes em controlar a atividade respiratória das uvas.

PALAVRAS-CHAVE: xilana, gelatina, biofilme.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Teste de solubilidade. a) Filmes cortados em discos; b) Filmes imersos em água destilada; c) Filtração; d) Filmes após secagem em estufa.....	22
Figura 2 - Teste de biodegradabilidade dos filmes: a) Filmes cortados em quadrados e b) Filmes distribuídos nas camadas do solo.....	23
Figura 3 - Aplicação das coberturas nas uvas: a) Imersão das uvas na solução filmogênica e b) Uvas nos pratos de poliestireno.....	24
Figura 4 - Filmes à base de xilana: a) F1, b) F7, c) F2, d) F8, e) F3 e f) F9.....	28
Figura 5 - Filmes produzidos com xilana e gelatina a) F10, b) F16, c) F11, d) F17, e) F12 e f) F18.....	29
Figura 6 - Filmes com xilana (1,5%) e gelatina: a) e b) F10; c) e d) F13; e) e f) F16.	33
Figura 7 - Filmes com xilana (3%) e gelatina: a) e b) F11; c) e d) F14; e) e f) F17. .	34
Figura 8 - Filmes com xilana (6%) e gelatina: a) e b) F12; c) e d) F15; e) e f) F18. .	35
Figura 9 - Filmes com xilana (1,5%): a) e b) F1; c) e d) F4; e) e f) F7.....	35
Figura 10 - Filmes com xilana (3%): a) e b) F2; c) e d) F5; e) e f) F8.....	36
Figura 11 - Filmes com xilana (6%): a) e b) F3; c) e d) F6; e) e f) F9.....	36

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Filmes de Xilana com diferentes concentrações de glicerol.	20
Tabela 2 - Filmes formados a partir da combinação de xilana e gelatina.	21
Tabela 3 - Principais características macroscópicas observadas nas diferentes composições dos filmes produzidos com Xilana e Gelatina.	28
Tabela 4 - Solubilidade em água dos biofilmes compostos de xilana e gelatina.	31
Tabela 5 - Valores de p e F resultantes da análise de variância fatorial a x b para as diferentes concentrações das coberturas e períodos de armazenamento.	37
Tabela 6 - Valores médios de perda de massa (%) de uvas revestidas com coberturas de xilana e gelatina em diferentes concentrações e armazenados em temperatura ambiente.	39
Tabela 7 - Valores médios de acidez titulável (%) das uvas revestidas com filmes de xilana e gelatina em diferentes concentrações de xilana e glicerol armazenados em temperatura ambiente.	41

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	11
2. OBJETIVOS	13
2.1. Objetivo Geral	13
2.2. Objetivos Específicos	13
3. REFERENCIAL TEÓRICO	14
3.1. Xilana.....	14
3.2. Filmes Biodegradáveis	15
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	19
4.1. Materiais	19
4.2. Métodos	19
4.2.1. Filmes à base de Xilana	19
4.2.2. Filmes compostos por Xilana e gelatina.....	20
4.2.3. Avaliação Macroscópica.....	21
4.2.4. Solubilidade em água.....	21
4.2.5. Biodegradabilidade dos filmes	22
4.2.6. Análise em Microscopia Óptica	23
4.2.7. Aplicação em frutas.....	24
4.2.7.1. <i>Perda de massa</i>	25
4.2.7.2. <i>Determinação da acidez titulável</i>	25
4.2.8. Análise Estatística	26
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	27
5.1. Avaliação Macroscópica.....	27
5.2. Solubilidade em água	30
5.3. Biodegradabilidade dos filmes	31
5.4. Microscopia óptica.....	33
5.5. Aplicação em frutas.....	37
5.5.1. <i>Perda de massa</i>	37
5.5.2. <i>Acidez titulável</i>	40
6. CONCLUSÃO.....	42
REFERÊNCIAS.....	43

1. INTRODUÇÃO

A poluição ambiental provocada pela deposição de materiais de embalagens não renováveis no meio ambiente demanda alternativas para seu controle e/ou eliminação (DAVANÇO, 2007). Atualmente, na engenharia de materiais plásticos são utilizados, na maioria dos casos, polímeros sintéticos, dentre estes os à base de petróleo que promovem muitos problemas devido à sua natureza não renovável (SAXENA; RAGAUSKAS, 2009). Assim, surgiu o interesse em desenvolver biofilmes com características de embalagens biodegradáveis, não causadores de danos ao meio ambiente e que adicionalmente possam melhorar a qualidade dos produtos alimentícios (DAVANÇO, 2007).

Biofilme é um filme fino preparado a partir de produtos naturais, que age como barreira a elementos externos e pode proteger o produto embalado de danos físicos e biológicos e aumentar a sua vida útil (HENRIQUE et al., 2008).

Filmes comestíveis além de finos são flexíveis e formam uma matriz contínua, podendo conter aditivos de grau alimentício (MENDIETA-TABOADA et al., 2008). Esses filmes podem agir como uma barreira a elementos externos tais como, umidade, óleo e gases e, conseqüentemente, conferem maior proteção ao produto revestido, aumentando assim seu período de armazenamento (TANADA-PALMU et al., 2005).

Os biofilmes são geralmente produzidos com biomateriais, como polissacarídeos, proteínas, lipídios e derivados (HENRIQUE et al., 2008). Entre esses materiais que podem ser utilizados para produção dos filmes, um polissacarídeo merece atenção, a xilana. Esta é a principal hemicelulose presente na maioria das plantas e o segundo polímero mais abundante na natureza, é responsável por um terço da biomassa renovável disponível na terra (KAYSERILIOĞLU et al., 2003).

A xilana é um tipo de heteropolissacarídeo que pode ser extraído de diversos produtos agrícolas, incluindo a palha de trigo, sabugo e espiga de milho, sorgo e cana-de-açúcar, cascas da produção de amido, entre outros (EBRINGEROVÁ; HEINZE, 2000; YANG et al., 2005a). De acordo com Yang et al. (2005a) o conteúdo

de xilana do sabugo de milho pode chegar até 40g/100g, o maior entre todos os subprodutos agrícolas.

Do ponto de vista estrutural, a xilana de todas as plantas superiores possuem como cadeia principal unidades de xilopiranoses unidas por ligações β -(1 \rightarrow 4) (HABIBI; VIGNON, 2005). A maioria das D-xilanas tem outros açúcares nas cadeias laterais, tais como ácido 4-O-metil-D-glicurônico, ácido O-acetil-L-arabinose, L-arabinose e ácido D-glicurônico (GARCIA et al., 2000). A quantidade destes açúcares e o tipo de ligação glicosídica entre eles e a cadeia principal podem variar muito com a fonte botânica (GARCIA et al., 2000).

Há um crescente interesse na aplicação do potencial dos polímeros de xilana tanto na área alimentícia como na não alimentícia (KAYSERILIOĞLU et al., 2003). Resultados promissores foram obtidos no campo da fabricação de papel, panificação e aditivos alimentares (EBRINGEROVÁ; HEINZE, 2000). Em relação à produção de filmes biodegradáveis já existem estudos com este polissacarídeo, dentre eles temos Kayserilioğlu et al. (2003), com a conclusão que este polímero poderia ser usado como um aditivo na produção de filmes biodegradáveis de glúten de trigo.

Por isso, neste trabalho a xilana foi utilizada na produção de filmes biodegradáveis, visando aumentar a vida útil dos alimentos perecíveis, a fim de promover um menor desperdício de alimentos, como também, a diminuição dos impactos causados por produtos plásticos não-renováveis no meio ambiente, possibilitando assim uma alternativa sustentável.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

- Produzir filmes biodegradáveis, tendo como base a xilana extraída de sabugo de milho, no Estado da Paraíba;

2.2. Objetivos Específicos

- Analisar a morfologia dos filmes, quanto aos aspectos macroscópicos e microscópicos;
- Estudar a influência da concentração de xilana;
- Utilizar um segundo polímero, a gelatina, e estudar sua influência nos filmes de xilana;
- Avaliar a biodegradabilidade e solubilidade dos filmes;
- Aplicar a solução filmogênica em frutas e analisar a perda de massa e a acidez titulável destas.

3. REFERENCIAL TEÓRICO

3.1. Xilana

A parede celular dos vegetais pode ser considerada um composto polimérico constituído, basicamente, por celulose, pectina, lignina e um grupo de polissacarídeos denominados hemiceluloses, que se caracterizam pela insolubilidade em água e solubilidade em soluções alcalinas (SILVA et al., 1998). As hemiceluloses são polissacarídeos que representam um dos componentes da parede celular vegetal e estão intimamente associadas à celulose, definindo as propriedades estruturais na parede celular além de desempenhar funções na regulação do crescimento e desenvolvimento das plantas (FERREIRA et al., 2009).

A xilana constitui o principal componente do grupo das hemiceluloses: um complexo de carboidratos poliméricos, incluindo xilana, xiloglicana, glicomanana, galactoglicomanana e arabinogalactana (KAČURÁKOVÁ et al., 2000; SHALLOM; SHOHAM, 2003). Este polímero é constituído de unidades D-xilopiranosose na cadeia principal unidas através de ligações glicosídicas β -(1→4) (GARCIA et al., 2000; HABIBI; VIGNON, 2005).

A xilana é conhecida por ocorrer em diversas variedades estruturais em plantas terrestres e até mesmo em tecidos vegetais diferentes em uma mesma planta (HABIBI; VIGNON, 2005). Com base nos resultados publicados até o momento pode-se deduzir que a diversidade estrutural destas está relacionada à sua funcionalidade em plantas que pode explicar a distribuição de certas estruturas da xilana no reino vegetal (JOSELEAU et al., 1992 apud HABIBI; VIGNON, 2005).

A xilana é um tipo de heteropolissacarídeo que pode ser extraído de diversos produtos agrícolas, incluindo a palha de trigo, sabugo e espiga de milho, sorgo e cana-de-açúcar, cascas de produção de amido, entre outros (EBRINGEROVÁ; HEINZE, 2000; YANG et al., 2005a). O componente de xilana no sabugo de milho representa mais de 60% dos polissacarídeos da parede celular, compreendendo duas espécies estruturais β -(1→4)-D-xilopiranas que diferem nos tipos e proporção de glicosil na cadeia lateral (EBRINGEROVÁ et al., 1997).

Na literatura, temos diversas aplicabilidades para esta hemicelulose. Em produtos alimentícios, sabe-se que a xilana presente na farinha de trigo apresenta grande importância no cozimento e maciez das massas, devido à capacidade que possuem de reter água (JELACA; HLYNKA, 1976; JELACA; HLYNKA, 1972 apud SILVA et al., 1998). Também pode ser aplicada na produção de filmes, que podem ser utilizados na indústria alimentícia, biossíntese de enxertos, suturas e produção de curativos (KAYSERILIOĞLU et al., 2003).

Ebringerová et al. (1995) relataram que a xilana tem significativa atividade imunológica *in vitro* comparável com o imunomodulador comercial o Zymosan. Garcia et al. (2001) produziram micro e nanopartículas a partir de xilanas extraídas do sabugo de milho para o carregamento e liberação de fármacos. Silva et al. (2007) sintetizaram e caracterizaram micropartículas de xilana revestidas com magnetita para proteção desta última da ação do suco gástrico. Nagashima Jr et al. (2008) estudaram a influência da composição da fase externa lipofílica na preparação e caracterização de microcápsulas de xilana para formação de sistemas de liberação de fármacos.

3.2. Filmes Biodegradáveis

Atualmente, a poluição causada pelo descarte de plásticos produzidos a partir de polímeros sintéticos no meio ambiente é preocupante. Pois, o tempo necessário para biodegradação de um polímero como o polietileno está estimado em 200 anos (SOARES, 2007). Como a degradação destes plásticos exige muito tempo, grande parte deles acaba por gerar sobrecarga nos aterros (XU et al., 2005).

Desta forma, a utilização da biomassa vegetal como fonte de insumos (principalmente orgânicos) para a indústria química é uma alternativa para a substituição das matérias primas não renováveis atualmente utilizadas (FERNANDES, 2005). As embalagens biodegradáveis preparadas a partir de materiais renováveis podem contribuir para a gestão do ciclo de carbono de forma sustentável (MIKKONEN et al, 2010).

Uma alternativa para diminuição dos impactos ambientais causados por plásticos produzidos a partir de polímeros não-renováveis é o biofilme. Este é um filme fino preparado a partir de produtos naturais, que age como barreira a elementos externos e, conseqüentemente, pode proteger o produto embalado de danos físicos e biológicos e aumentar a sua vida útil (HENRIQUE et al., 2008).

Os filmes comestíveis produzidos a partir de produtos renováveis da agricultura não só são degradados rapidamente após a sua eliminação, mas também podem estender a vida útil dos alimentos, melhorando assim a qualidade destes (XU et al., 2005).

Um procedimento bastante difundido para formação dos filmes é a técnica de “*casting*” que consiste na solubilização de uma macromolécula em um solvente, a aplicação desta solução filmogênica sobre um suporte e posterior evaporação do solvente (MORAES, 2009). As formulações são constituídas de pelo menos um agente formador de filme (macromoléculas), solventes (água, etanol, água/etanol, entre outros) e plastificantes (glicerol, sorbitol, etc.) (BERTAN, 2003 apud RIGO, 2006).

Os plastificantes geralmente reduzem as temperaturas de transição vítrea e de fusão, além disso, afetam as propriedades mecânicas e físicas, sem alterar a natureza química das macromoléculas (VASQUES, 2007). São substâncias com alto ponto de fusão e baixa volatilidade, que atuam promovendo um enfraquecimento das forças intermoleculares entre as cadeias do polímero, permitindo que as mesmas aumentem sua mobilidade (MORAES, 2009).

Os agentes formadores de biofilmes (macromoléculas) podem ser classificados em três categorias: polissacarídeos, lipídeos e proteínas (RIGO, 2006). De acordo com Davanço (2007), as coberturas e biofilmes feitos de polissacarídeos apresentam boa barreira a gases (O_2 e CO_2), mas não a água, provavelmente relacionada à alta polaridade deste tipo de filme. Já as coberturas e biofilmes produzidos a partir de proteínas são boas barreiras ao O_2 e CO_2 em ambientes com baixa umidade relativa, mas não em alta umidade devido à susceptibilidade do filme em absorver umidade e se dissolver (DAVANÇO 2007).

A gelatina que pode ser utilizada na produção de filmes é uma proteína de origem animal, solúvel em água e obtida do colágeno por hidrólise ácida ou básica, amplamente utilizada na indústria alimentícia e farmacêutica devido as suas propriedades funcionais (LEMOS 2006; POPPE, 1987 apud LEMOS, 2006). As

gelatinas são boas formadoras de filmes e muitas vezes são utilizadas em formulações de coberturas para frutas e vegetais frescos (LEMOS, 2006).

Os filmes biodegradáveis estão sendo amplamente estudados para o revestimento de alimentos, como, por exemplo, frutas e hortaliças. Pois, estes alimentos in natura são altamente perecíveis e vários são os problemas relacionados a sua conservação, que vêm desde o momento que são colhidos, onde se dá início a uma série de processos que influenciam na qualidade do produto e nas suas consequentes perdas até o consumidor (LEMOS, 2006).

Os filmes têm despertado bastante interesse em função de suas possibilidades de controlar a migração do vapor d'água; a permeabilidade ao oxigênio, dióxido de carbono e migração lipídica de um sistema alimentício (LEMOS, 2006).

Existem diversos estudos nessa área da produção de filmes. Fakhouri et al. (2007) desenvolveram filmes compostos elaborados a partir de gelatina e diferentes tipos de amido nativo (arroz, batata, sorgo e trigo), para conservação de uvas, utilizando como plastificante o sorbitol, e sua caracterização em relação à espessura, cor, solubilidade em água, propriedades de barreira (permeabilidade ao vapor de água) e propriedades mecânicas (resistência mecânica e alongação).

Soares et al. (2007) produziram filmes incorporados com nanocompostos e lactato de sódio, avaliando suas propriedades mecânicas, transferência de vapor de água e sua eficiência antimicrobiana quando em contato com carne bovina fresca. Moraes (2009) investigou a influência da incorporação de nanoargila hidrofílica e de fibras de celulose nas propriedades de filmes de amido e glicerol com intuito de melhorar as propriedades destes. O desenvolvimento de filmes plásticos hidrofóbicos de hemiceluloses (heteroxilana) do farelo de amido foi estudada por Fredon et al. (2002).

Thiré et al. (2004) produziram filmes de amido de milho plastificados com água e glicerol para a obtenção de um plástico de amido com sensibilidade reduzida à água por intermédio da tecnologia de recobrimento por plasma de 1-butenol e 1,3-butadieno. Kayserilioğlu et al. (2003) incorporou xilana no glúten de trigo para a produção de filmes compostos por glúten de trigo/xilana. Relatando os efeitos da adição de xilana, proporção glúten de trigo/xilana, variáveis do processo, pH da solução do filme formado e condições de secagem, propriedades mecânicas, solubilidade e as taxas de transferência de vapor de água.

De acordo com Kayserilioğlu et al. (2003), a adição de xilana em filmes de glúten pode resultar em filmes com propriedades diferentes e úteis, dependendo das possíveis interações e numerosas ligações com glúten, uma vez que é um polímero heterogêneo contendo muitos grupos substituintes diferentes (KAYSERILIOĞLU et al., 2003). A presença de xilana não prejudica a formação de filme de qualidade ou a taxa de transmissão de vapor de água, embora as propriedades mecânicas e solubilidade dependam da quantidade de xilana incorporada aos filmes de glúten de trigo (SAXENA; RAGAUSKAS, 2009).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Materiais

- Xilana extraída no Laboratório de Síntese e vetorização de Moléculas – LSVM, UEPB, Brasil;
- Gelatina;
- Glicerol;
- Água destilada;
- Agitador Magnético, modelo IKA C-MAG HS 4;
- Balança Analítica, modelo KN300/3;
- Microscópio óptico, modelo CX31, OLYMPUS.

4.2. Métodos

4.2.1. Filmes à base de Xilana

Os filmes foram produzidos a partir de suspensões contendo 1,5%, 3% e 6% de Xilana (Tabela 1) em relação a 20 mL do solvente (água destilada) que foram agitadas por 5 minutos sob aquecimento (40° à 50°C). Posteriormente, foi adicionado glicerol na concentração de 5%, 10% ou 15% em relação à massa de xilana. Esta suspensão foi mantida com a mesma temperatura sob agitação constante por 2 minutos e em seguida foi adicionada a placa para secagem em estufa (40°C por 24 horas). Os filmes foram acondicionados em dessecadores até o momento dos experimentos.

Tabela 1 – Filmes de Xilana com diferentes concentrações de glicerol.

Formulação	Concentração de Xilana	Concentração de Glicerol
F1	1,5%	5%
F2	3%	5%
F3	6%	5%
F4	1,5%	10%
F5	3%	10%
F6	6%	10%
F7	1,5%	15%
F8	3%	15%
F9	6%	15%

4.2.2. Filmes compostos por Xilana e gelatina

Para estudar a influência da utilização de um segundo polímero foi produzido filmes com xilana e gelatina. Estes foram formados a partir da solução de gelatina, a esta foi adicionada a suspensão de xilana descrita anteriormente (Tabela 2). Essa solução de gelatina foi formada a partir de 1g desta proteína solubilizada em 10 mL de água destilada sob agitação constante por 15 minutos e temperatura entre 40° e 50°C. Após este período, foi adicionado o plastificante (glicerol) 5%, 10% ou 15% em relação à massa da gelatina (agitação constante por 2 min.). Posteriormente, 10 mL da suspensão de xilana foram adicionados e agitou-se por mais 5 min., mantendo sempre o aquecimento. Por fim, a solução filmogênica foi adicionada a placa para secagem em estufa (40°C por 24 horas). Os filmes foram acondicionados em dessecadores até o momento dos experimentos.

Tabela 2 – Filmes formados a partir da combinação de xilana e gelatina.

Formulação	Concentração de Xilana	Concentração de Glicerol
F10	1,5%	5%
F11	3%	5%
F12	6%	5%
F13	1,5%	10%
F14	3%	10%
F15	6%	10%
F16	1,5%	15%
F17	3%	15%
F18	6%	15%

4.2.3. Avaliação Macroscópica

Os filmes formados foram retirados das placas e avaliados quanto às suas características morfológicas: ausência de bolha de ar, presença de rachaduras e homogeneidade (GABAS e CAVALCANTI, 2003).

4.2.4. Solubilidade em água

A solubilidade dos filmes em água (Figura 1) foi determinada em triplicata. Os filmes foram cortados em discos de 15 mm de diâmetro. Foi determinada a porcentagem inicial de matéria seca dos filmes em estufa ($\approx 100^\circ\text{C}$ por 24 horas). Após a primeira pesagem, as amostras foram imersas em béqueres contendo 50 mL de água destilada, e agitadas por 24 horas em temperatura ambiente. Após este período, as amostras foram filtradas e secas ($\approx 100^\circ\text{C}$ por 24 horas) para determinar a massa da matéria seca que não se dissolveu em água. Esse teste foi realizado baseado na metodologia de Fakhouri et al. (2007) e Yamashita et al. (2005).

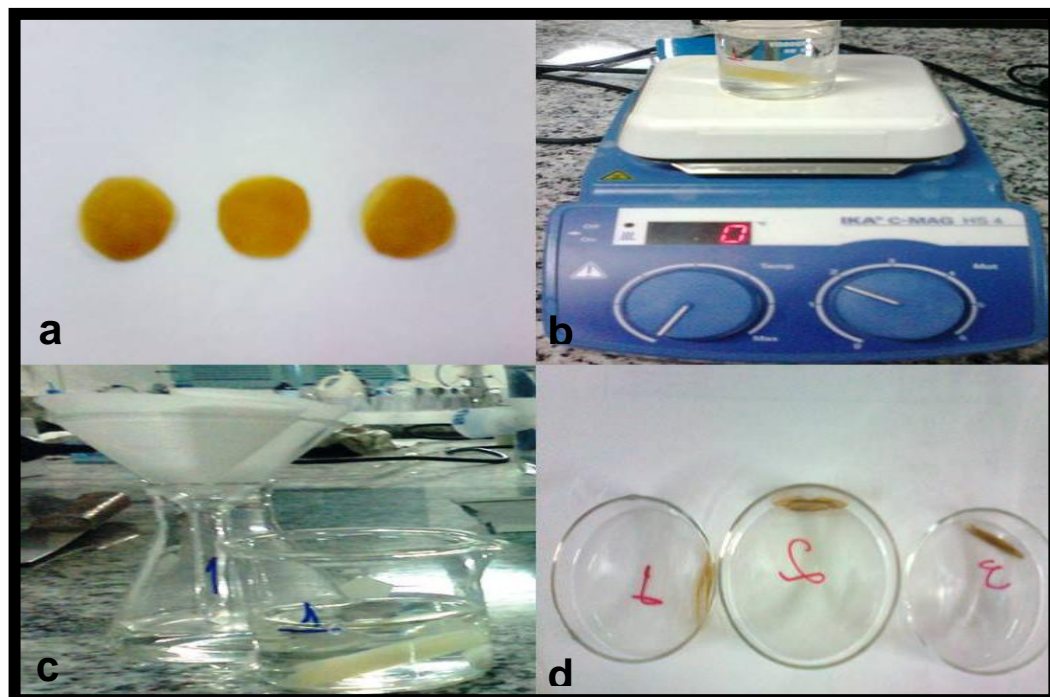


Figura 1 – Teste de solubilidade. a) Filmes cortados em discos; b) Filmes imersos em água destilada; c) Filtração; d) Filmes após secagem em estufa.

4.2.5. Biodegradabilidade dos filmes

O teste de biodegradabilidade (Figura 2) foi realizado baseado na metodologia de Oliveira (2007). A duração deste processo foi de 45 dias, onde os filmes foram cortados em quadrados ($15 \times 15 \text{ mm}^2$) e pesados em uma balança analítica. Posteriormente, os filmes foram colocados em uma mistura de solo e esterco bovino (1:1) preparado em um recipiente plástico medindo 64 mm de comprimento, 330 mm de largura e 85 mm de profundidade. O solo foi pulverizado com água sempre que preciso para manutenção da umidade.

Os filmes foram distribuídos nas camadas de solo, de modo que ficassem igualmente em contato com a mistura. A cada 15 dias deveriam ser retirados um grupo de filmes, que deveriam ser lavados e secos em estufa (50°C por 2 h), para posterior pesagem em uma balança analítica. A taxa de biodegradabilidade seria medida de acordo com a equação 1. Esse teste foi realizado em triplicata.

$$VP(\%) = (P_i - P_f / P_i) * 100 \quad (1)$$

onde:

VP= Variação de peso

P_i= Peso inicial (g)

P_f= Peso final (g)

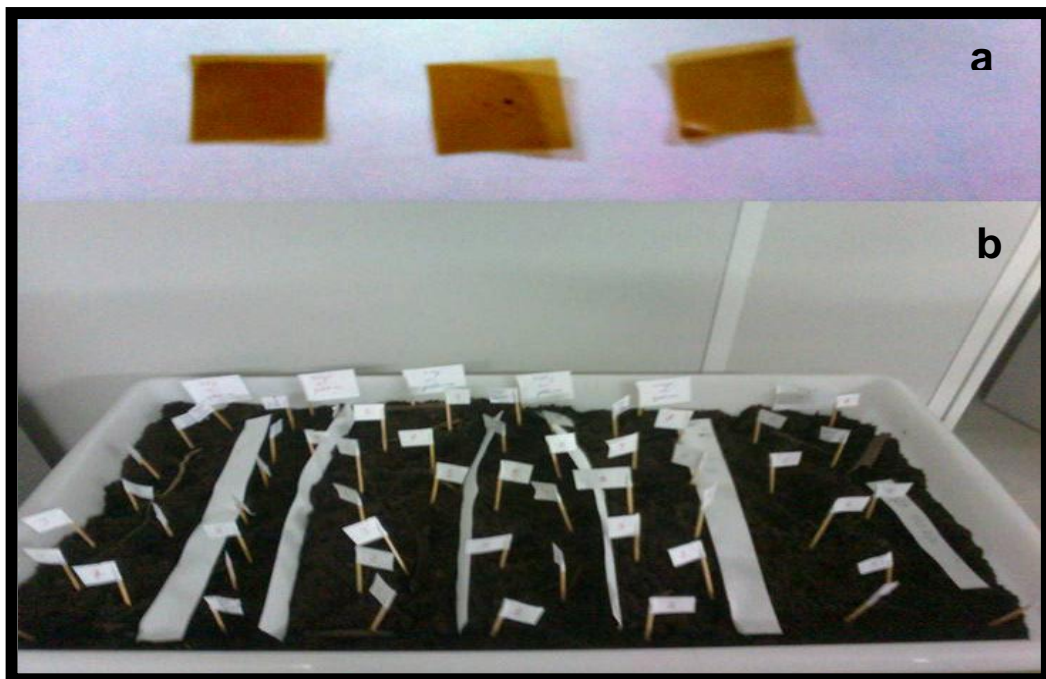


Figura 2 – Teste de biodegradabilidade dos filmes. a) Filmes cortados em quadrados e b) Filmes distribuídos nas camadas do solo.

4.2.6. Análise em Microscopia Óptica

As análises em microscopia óptica foram realizadas de acordo com o método descrito por Rigo (2006), onde os filmes foram montados em lâminas de vidro e observados em um microscópio óptico. Com um aumento de 400 vezes.

4.2.7. Aplicação em frutas

As uvas foram imersas durante 30 minutos em uma solução de água e hipoclorito (0,01%). Após este período, as frutas foram retiradas da solução e mantidas sob temperatura ambiente até secagem completa. As frutas secas e higienizadas foram divididas em grupos, sendo cada grupo imerso, durante um minuto, em uma solução filmogênica diferente (Figura 3). As uvas permaneceram sob temperatura ambiente, por 12 horas, até a secagem completa da película. Para o tratamento controle, as frutas foram preparadas da mesma maneira, mas ao invés da imersão na solução filmogênica, foram imersas em água destilada por 1 minuto (FAKHOURI et al., 2007).



Figura 3 – Aplicação das coberturas nas uvas. a) Imersão das uvas na solução filmogênica e b) Uvas nos pratos de poliestireno.

4.2.7.1. Perda de massa

Com o auxílio de uma balança analítica foram determinadas as perdas de massa, conforme descrito por Lemos (2006). As uvas foram pesadas no dia da montagem do experimento e a cada quatro dias (até o fim de período de armazenamento 20 dias) um grupo (três uvas) submetido a cada tratamento (diferentes soluções filmogênicas) foi lavado com água para remoção da película, seco e posteriormente pesado. Os resultados foram expressos em porcentagem considerando-se a diferença entre a massa inicial e a massa obtida a cada intervalo de tempo. A perda de massa foi calculada por meio da equação 2.

$$\% \text{ PM} = ((\text{MI} - \text{MF}) / \text{MI}) * 100 \quad (2)$$

onde:

%PM= porcentagem de perda de massa parcial acumulada

MI= Massa inicial da amostra em g

MF= Massa final da amostra em g.

4.2.7.2. Determinação da acidez titulável

As amostras para realização dos testes de acidez titulável foram feitas seguindo a metodologia modificada de Lemos (2006), as análises foram realizadas com as uvas recém adquiridas e repetidas a cada quatro dias, até o fim do período de armazenamento (20 dias). Nos dias de análise as uvas foram lavadas para remoção da película e secas.

Essas frutas secas foram trituradas em um liquidificador e filtradas em peneira. Adicionou-se a erlenmeyers 2mL do filtrado do sumo das uvas, 10mL de água descarbonada e 5 gotas da solução indicadora (fenoftaleína). Foi utilizado NaOH 0,1 N para a titulação desse filtrado e os resultados foram expressos em % de ácido tartárico por 100g de fruto.

4.2.8. Análise Estatística

Os testes de variância (ANOVA) entre as propriedades dos filmes foram realizadas utilizando o programa estatístico (BioEstat 5.0). As diferenças estatísticas entre as médias foram detectadas através do teste de Tuckey ($p \leq 0,05$).

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Avaliação Macroscópica

Com o aumento da concentração do polissacarídeo xilana os filmes passaram a apresentar variações em suas características macroscópicas, como transparência (menos transparentes) e brilho (menos brilhosos). Esse fato pode ser observado tanto nos filmes produzidos apenas com xilana, como também nos formados através da adição do segundo polímero (gelatina).

Essa característica foi também observada por Gabas e Cavalcanti (2003), que produziram filmes com o polissacarídeo Goma Arábica (GA) e o derivado acrílico o Eudragit RS30D[®], e a medida que aumentou a concentração do carboidrato os filmes apresentaram variações em sua transparência.

Bunhak et al. (2007) produziram filmes através da combinação do carboidrato sulfato de condroitina com polímero sintético Surelease[®]. E também observaram essa característica relatada anteriormente, pois os filmes produzidos apresentaram características de transparência e flexibilidade que foram reduzidas proporcionalmente com o aumento da concentração do polissacarídeo sulfato de condroitina.

Os resultados das análises macroscópicas dos filmes à base de xilana mostraram a presença de rachaduras em todas as formulações (Figura 4). Em relação à presença de bolhas de ar não foi constatada a presença delas em nenhuma das formulações. A homogeneidade pode ser observada em todos os filmes produzidos com xilana.

As propriedades de filmes formados com xilana pura também foram estudadas por Gabrielii et al. (2000), e os resultados foram semelhantes aos encontrados neste trabalho.

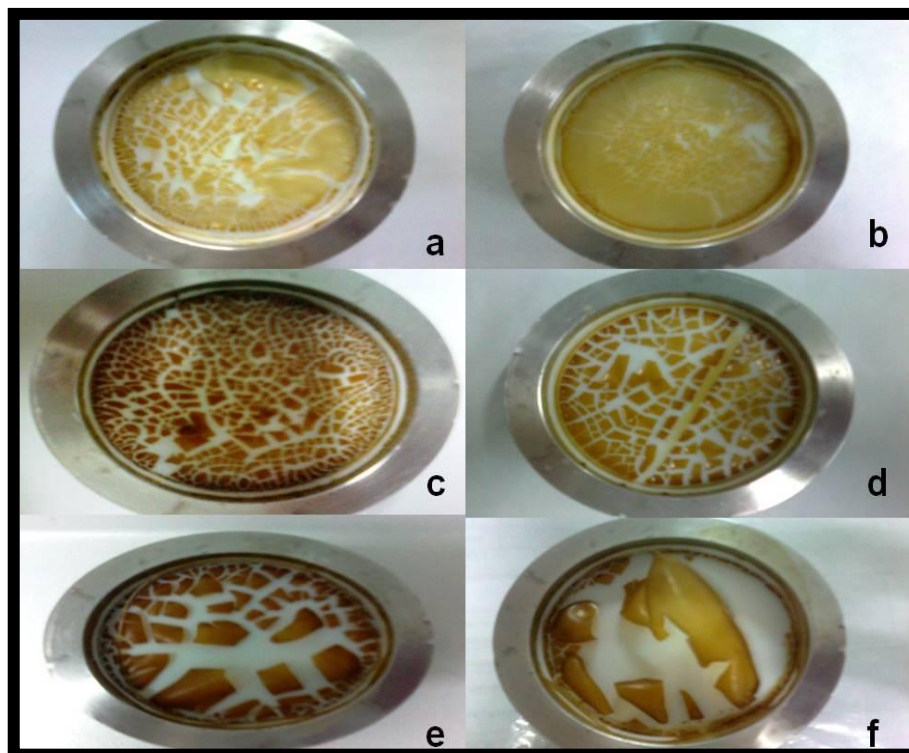


Figura 4 - Filmes à base de xilana. a) F1, b) F7, c) F2, d) F8, e) F3 e f) F9.

Os filmes formados através da combinação da xilana com o segundo polímero, a gelatina, apresentaram características macroscópicas diferentes em relação aos filmes produzidos apenas com xilana (Tabela 3; Figura 5). A maior parte dos filmes não apresentou rachaduras.

Tabela 3 - Principais características macroscópicas observadas nas diferentes composições dos filmes produzidos com Xilana e Gelatina.

Formulações	Rachaduras	Bolhas de ar	Homogeneidade
F10	Ausente	Ausente	Presente
F11	Presente	Presente	Ausente
F12	Presente	Presente	Presente
F13	Ausente	Ausente	Presente
F14	Presente	Presente	Ausente
F15	Presente	Presente	Presente
F16	Ausente	Ausente	Presente
F17	Ausente	Presente	Ausente
F18	Presente	Presente	Presente

Os filmes contendo 1,5% de xilana (F10, F13 e F16) não apresentaram rachaduras em nenhuma das formulações. As bolhas de ar quando presentes não foram em grande quantidade. Todas as formulações com 3% de xilana (F11, F14 e F17) foram considerados heterogêneos, pois sua superfície apresentou-se com rugosidades proporcionando uma não uniformidade no filme.

A alta solubilidade das proteínas como a gelatina nas soluções filmogênicas tem sido atribuída como motivo para boa formação de biofilmes (GENNADIOS, 1993). De acordo com Kayserilioğlu et al. (2003) a xilana tem estruturas ramificadas e contém diferentes açúcares e substituintes dependendo da fonte agrícola, ligados a cadeia principal de xilose. Esta estrutura heterogênea poderia ser eficaz para estabilizar a formação de estruturas complexas durante a formação dos filmes. Este polissacarídeo extraído do sabugo de milho promove filmes mais elásticos e menos rígidos, quando comparados a os outros filmes produzidos com xilana extraída de outras fontes (KAYSERILIOĞLU et al., 2003).

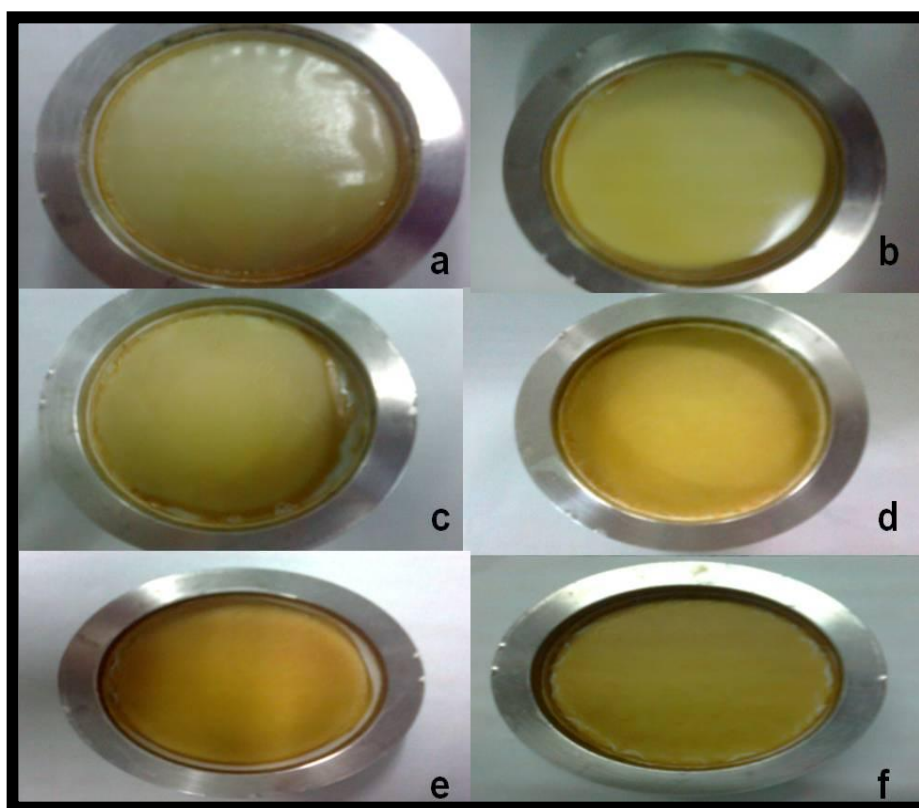


Figura 5 - Filmes produzidos com xilana e gelatina a) F10, b) F16, c) F11, d) F17, e) F12 e f) F18.

5.2. Solubilidade em água

Os filmes escolhidos para realização do teste de solubilidade em água foram selecionados de acordo com as suas características macroscópicas. Cinco formulações foram escolhidas, todas formadas pela combinação de xilana e gelatina.

A solubilidade em água dos filmes variou entre 52,52% para F18 e 100% para a formulação F10, através da análise de variância verificou-se diferença significativa ($p=0,0004$; $F=17,0874$) entre alguns dos filmes submetidos ao teste de solubilidade (Tabela 4).

Esses valores foram mais altos dos que foram encontrados por Fakhouri et al. (2007), que avaliou a solubilidade de filmes compostos por amidos nativos e gelatina, onde a solubilidade em água dos biofilmes variou de 24,38% para gelatina/amido de trigo a 30,20% para gelatina/amido de arroz. Os filmes com xilana apresentam uma solubilidade mais alta que os filmes de amido, possivelmente devido à estrutura heterogênea e a cadeia longa da xilana, que faz com que o processo de cristalização seja mais lento, e assim torna os grupos hidrolisáveis mais acessíveis.

A solubilidade dos filmes é uma propriedade importante para a aplicação de uma película, as possibilidades de aplicações desses filmes podem exigir insolubilidade em água para aumentar a integridade do produto (KAYSERILIOĞLU et al., 2003). No entanto, em alguns casos, como revestimento de alimentos, a solubilidade em água dos filmes antes do consumo do produto, pode ser uma característica benéfica (PEREZ-GAGO; KROCHTA, 2000 apud KAYSERILIOĞLU et al., 2003).

No estudo realizado por Kayserilioğlu et al. (2003), os filmes não perderam a sua integridade em solução aquosa, no final de 24 horas. Isto pode confirmar que a combinação glúten de trigo/xilana foi adequada para a produção de filmes, devido à formação de rede polimérica proteína-polissacarídeo estável. A xilana não afeta de maneira negativa a qualidade dos filmes ou taxa de transmissão de vapor de água, porém as propriedades mecânicas e a solubilidade são dependentes da quantidade de xilana incorporada ao glúten de trigo (SAXENA et al., 2011). Esse fato corrobora os resultados encontrados neste trabalho, onde foi constatado que a solubilidade foi

afetada pela concentração de xilana, onde os filmes produzidos com uma maior quantidade deste heteropolissacarídeo mostraram uma menor solubilidade em água.

Tabela 4 - Solubilidade em água dos biofilmes compostos de xilana e gelatina.

Formulações	Solubilidade em água (%)
F10	100 ± 0 ^a
F16	97,37 ± 1,58 ^a
F14	90,39 ± 12,93 ^a
F17	60,60 ± 10,93 ^b
F18	52,52 ± 12,47 ^b

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem ao nível de $p \leq 0,05$.

5.3. Biodegradabilidade dos filmes

Com base nas características morfológicas foram escolhidas cinco formulações (F10, F16, F14, F17 e F18) dentre as dezoito produzidas para a realização do teste de biodegradabilidade. Todos os espécimes testados tinham a mesma forma e tamanho para evitar os efeitos da forma do filme sobre sua biodegradabilidade (YANG et al., 2005b).

A biodegradabilidade das amostras foi estudada através da avaliação da perda de massa dos filmes ao longo do tempo (GUOHUA et al., 2006). A cada 15 (quinze) dias um grupo de filmes deveria ser retirado, lavado, seco e pesado para o cálculo da taxa de biodegradabilidade. Com 15 (quinze) dias da montagem do experimento, não foram encontradas nenhuma das amostras dos filmes submetidas a este teste. Esse resultado demonstrou que os filmes produzidos com xilana e gelatina apresentaram alta biodegradabilidade.

O processo de biodegradação de filmes é complexo, depende das condições do meio, dos tipos de microorganismos e da estrutura do polímero propriamente dito (OLIVEIRA, 2007). A presença de ligações hidrolisáveis ou oxidáveis na cadeia, uma configuração correta, um balanço entre hidrofobicidade e hidrofiliicidade e certa flexibilidade conformacional são fatores que contribuem para a biodegradação

(FRANCHETTI; MARCONATO, 2006; JAYASEKARA et al., 2005 apud OLIVEIRA, 2007).

Esse processo consiste na modificação física ou química de um material pela ação de microorganismos (principalmente fungos e bactérias), influenciada pelo calor, umidade, radiação e nutrientes (OLIVEIRA, 2007). Várias espécies de bactérias e fungos produzem o conjunto completo de enzimas necessárias que lhes permitam utilizar xilana como fonte de carbono (UFFEN, 1997).

Homopolímeros com cadeia curta geralmente cristalizam mais facilmente, o que torna os grupos hidrolisáveis menos acessíveis às enzimas (OLIVEIRA, 2007). A xilana é um polímero formado por unidades de D-xilopiranosose unidas por ligações glicosídicas β -(1 \rightarrow 4) em sua cadeia principal, mas a maioria das D-xilanas tem outros açúcares em suas cadeias laterais, tais como o ácido 4-O-metil-D-glicurônico, O-acetil-L-arabinose, L-arabinose e ácido D-glicurônico (GARCIA et al., 2000), essas ramificações podem favorecer a sua degradabilidade.

Guohua et al. (2006) avaliaram a biodegradabilidade de filmes produzidos a partir da combinação amido de milho metilado (MCS)/poli(álcool vinílico) (PVA), dos filmes formados apenas com amido e dos filmes constituídos somente de PVA. O filme de amido foi degradado rapidamente nos 15 (quinze) dias iniciais, e degradação completa foi obtida após 60 dias. Para o filme MCS / PVA, uma rápida degradação ocorreu nos 45 dias iniciais, seguida de uma degradação lenta até o final do experimento, discordando dos resultados encontrados neste trabalho onde os filmes apresentaram uma degradação completa em apenas 15 (quinze) dias.

Oliveira (2007) analisou a biodegradabilidade na água e no solo de filmes produzidos com polietileno incorporados com amido de grão de bico. Os filmes apresentaram uma taxa de degradação no solo de 3% enquanto na água foi de apenas 2,5%. Esse resultado foi mais baixo que o encontrado neste trabalho devido a baixa biodegradabilidade do polietileno.

5.4. Microscopia óptica

Na Figura 6 estão os filmes constituídos através das formulações F10, F13 e F16. Na Figura 7 estão presentes F11, F14 e F17. Na Figura 8 representados os biofilmes F13, F15 e F18.

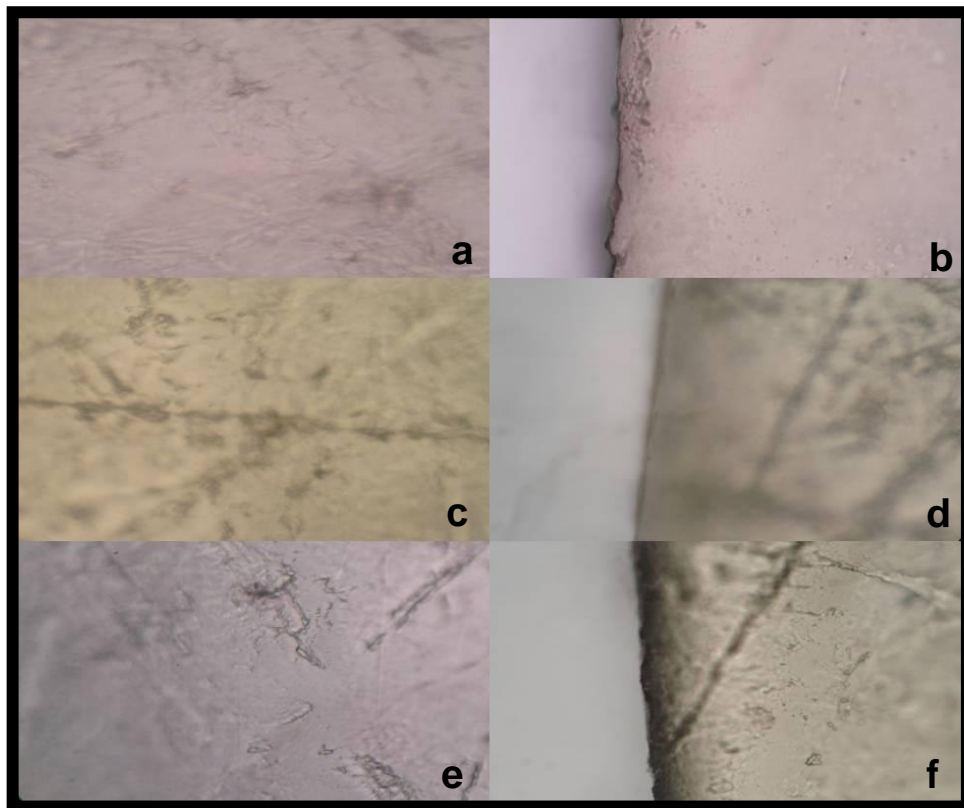


Figura 6 - Filmes com xilana (1,5%) e gelatina. a) e b) F10; c) e d) F13; e) e f) F16.

Dentre os filmes produzidos com xilana e gelatina os com 1,5% deste carboidrato apresentaram microestrutura semelhante independente da concentração do plastificante. Os filmes das formulações F14 e F17 se mostraram mais homogêneos dentre os filmes produzidos com 3% de xilana e gelatina. Os com 6% de xilana apresentaram maior rugosidade quando observados em sua microestrutura.

Nas Figuras 9, 10 e 11 estão os filmes produzidos com 1,5%, 3% e 6% de xilana, respectivamente, nas três diferentes concentrações de glicerol. Nos filmes com 1,5% de xilana, à medida que aumentou a concentração de glicerol os filmes apresentaram mais homogêneos. Dos filmes com 3% de xilana, os com 5% de glicerol (F2) foram os mais homogêneos. E entre os filmes com 6% de xilana, os formados a partir das formulações F6 e F9 se apresentaram mais homogêneos.

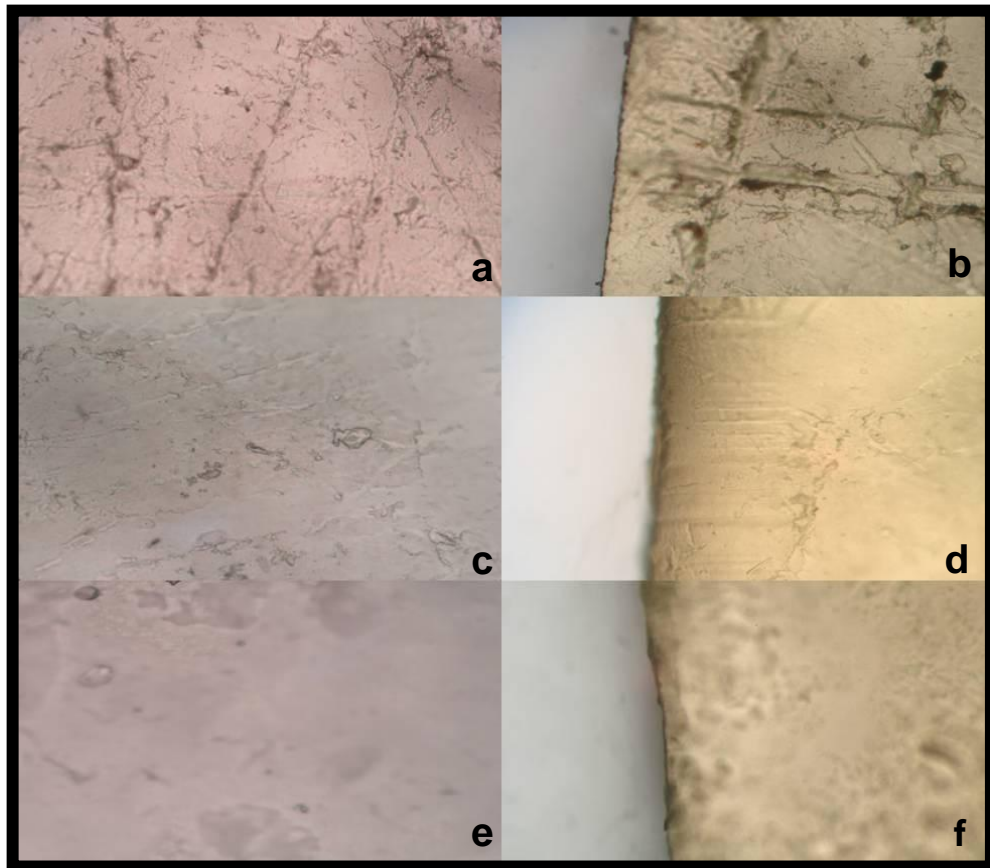


Figura 7 - Filmes com xilana (3%) e gelatina. a) e b) F11; c) e d) F14; e) e f) F17.

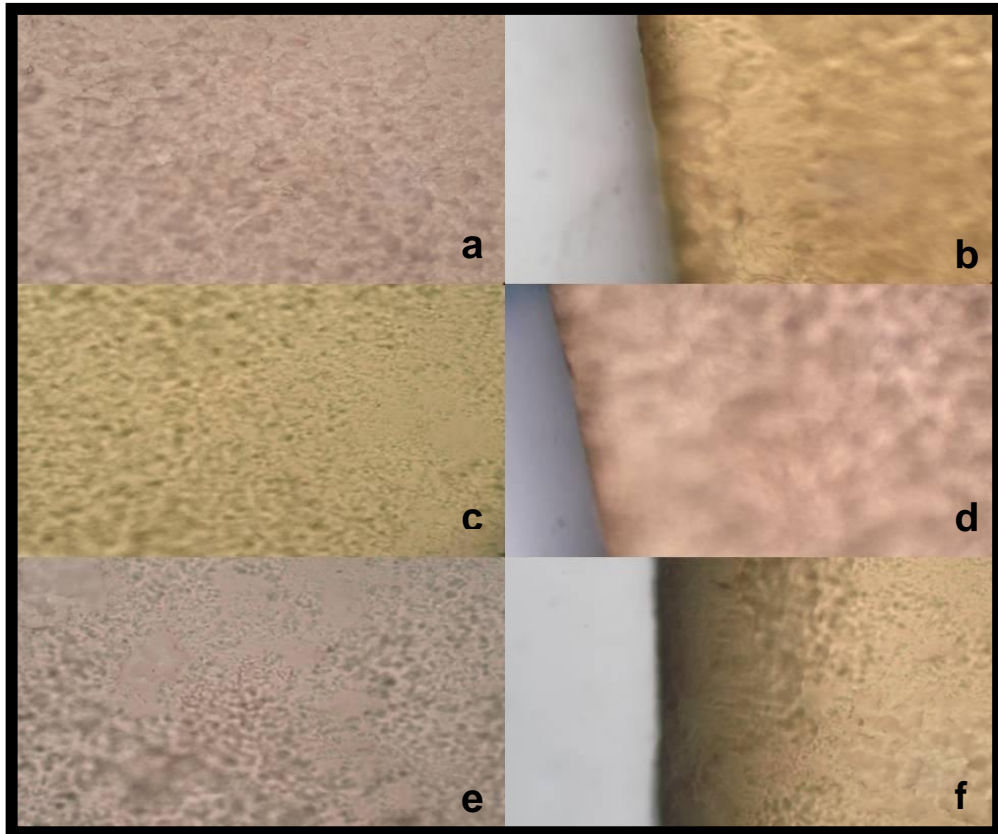


Figura 8 - Filmes com xilana (6%) e gelatina. a) e b) F12; c) e d) F15; e) e f) F18.

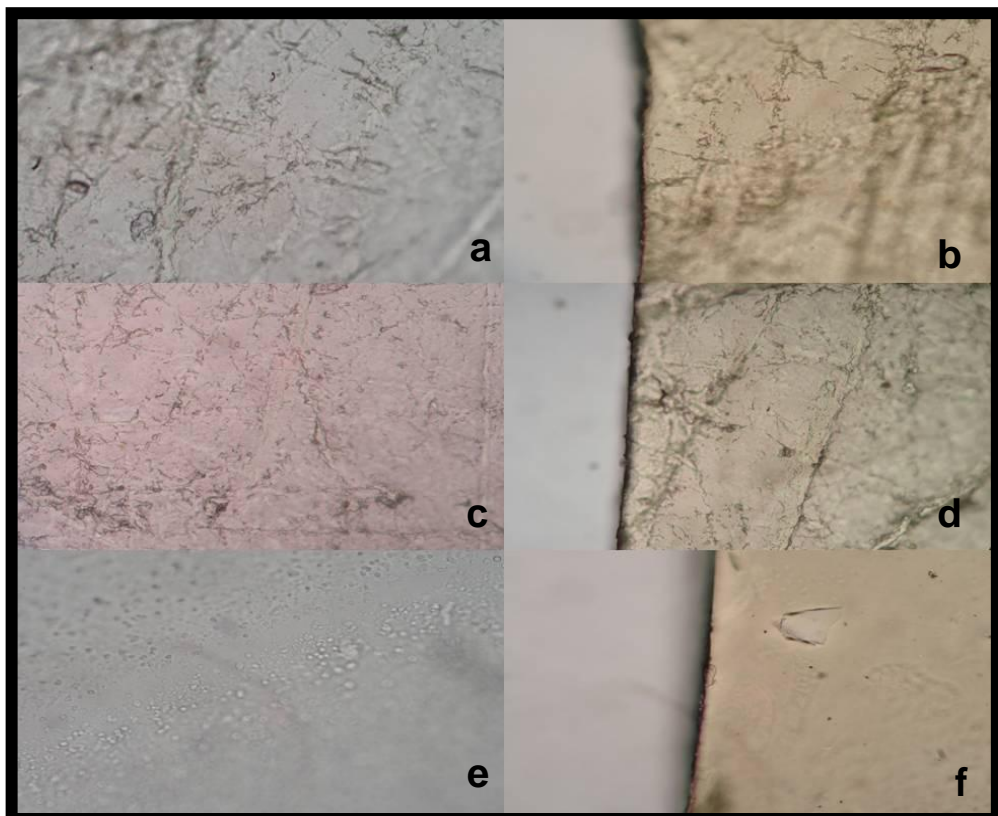


Figura 9 - Filmes com xilana (1,5%). a) e b) F1; c) e d) F4; e) e f) F7.

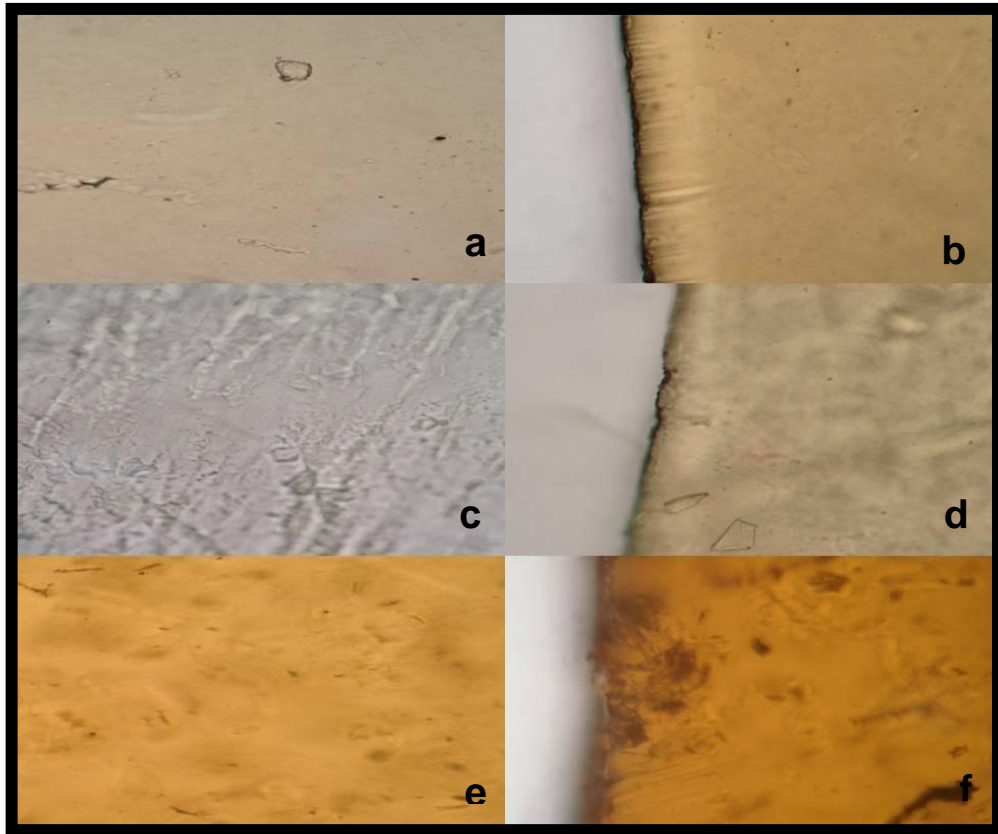


Figura 10 - Filmes com xilana (3%). a) e b) F2; c) e d) F5; e) e f) F8.

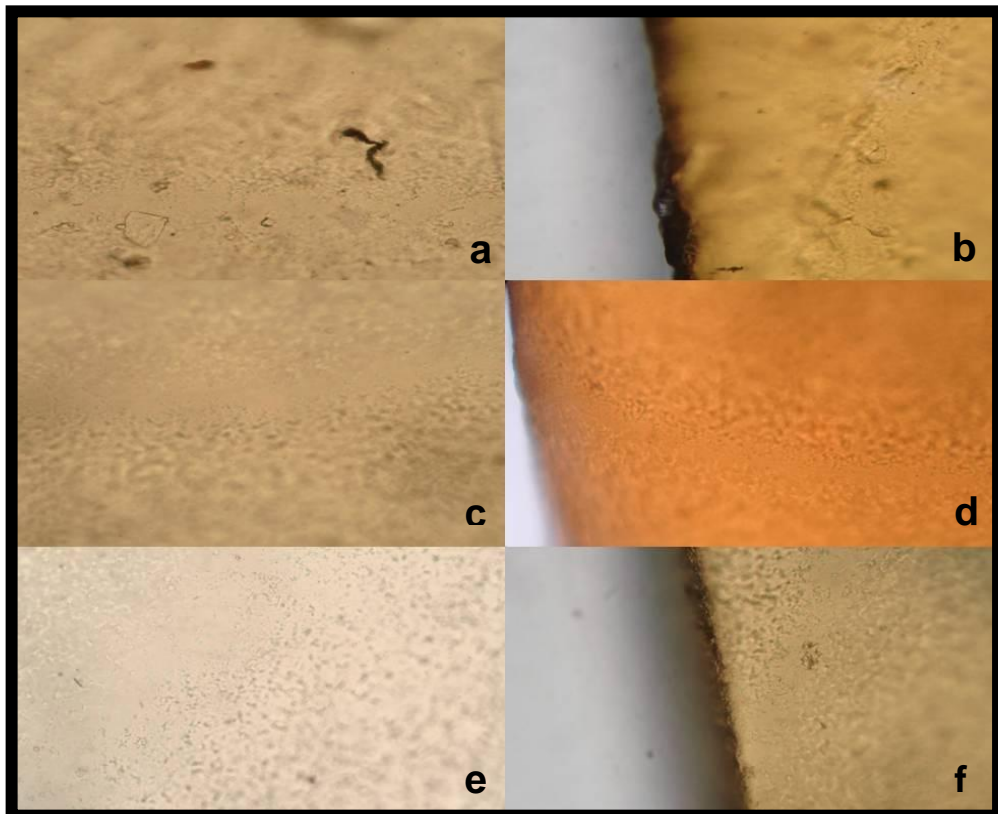


Figura 11 - Filmes com xilana (6%). a) e b) F3; c) e d) F6; e) e f) F9.

5.5. Aplicação em frutas

5.5.1. Perda de massa

As uvas receberam tratamento com diferentes soluções filmogênicas compostas por xilana e gelatina, utilizando as mesmas formulações avaliadas pelos testes de solubilidade e biodegradabilidade. A finalidade da aplicação em frutas é avaliar a eficiência dos diferentes filmes como barreira à perda de água e, conseqüentemente, reduzir a perda de massa das frutas durante o armazenamento em temperatura ambiente.

A perda de massa ocorre principalmente com a perda de água, ou seja, quanto maior a perda de massa, maior a passagem de vapor d'água (VICENTINO et al., 2011). Esse fator pode levar principalmente ao murchamento das uvas, sendo assim, a perda de água de produtos armazenados não só resulta em perda de massa, mas também de qualidade (LEMOS et al., 2007). Uma diminuição na perda de massa pode promover um possível aumento da vida de prateleira das frutas (VICENTINO et al., 2011).

A análise de variância fatorial a x b mostrou que, houve efeito significativo para o período de armazenamento sobre a perda de massa (Tabela 5). Porém, entre as diferentes concentrações para formação das coberturas (tratamentos) e interação entre os tratamentos e o período de armazenamento não houve efeito significativo sobre este parâmetro estudado. Esse resultado confirmou o encontrado por Lemos (2006), que avaliou a perda de massa de pimentões 'Magali R' revestidos com coberturas de gelatina.

Tabela 5 - Valores de p e F resultantes da análise de variância fatorial a x b para as diferentes concentrações das coberturas e períodos de armazenamento.

	p	F
Concentrações das coberturas (tratamentos)	0,0936	1,9820
Períodos de armazenamento	<0,0001	211,7297
Interação entre os tratamentos e os períodos de armazenamento	0,2761	1,2125

Ocorreu aumento na porcentagem de perda de massa com o decorrer do armazenamento em todos os tratamentos. Apesar de não haver diferença significativa entre a eficiência dos diferentes filmes em conter a perda de massa, a aplicação da cobertura F17 e F18 promoveram uma menor da perda de massa em relação ao controle (Gráfico 1). Aos 20 dias de armazenamento as uvas revestidas com F18 e F17 apresentaram perda de massa igual a 25,64% e 25,92%, respectivamente; enquanto que, o controle apresentou 26,88% (Tabela 6). Esse fato pode ter ocorrido devido à solubilidade desses filmes, pois de acordo com os testes de solubilidade, essas duas formulações foram as mais resistentes à ação da água em relação as outras formulações estudadas (Tabela 4).

Confirmando, assim, o resultado encontrado por Lemos (2006) em relação à utilização de filmes de gelatina para proteção dos pimentões, pois não foi observada diferença significativa em relação ao controle. Mas, neste mesmo trabalho Lemos (2006) observou que coberturas produzidas a partir de fécula de mandioca, na concentração de 3%, mostraram-se efetivas na contenção da perda de massa aos 20 dias de armazenamento com perda de massa de 27,73%; enquanto que o controle apresentou 32,42%.

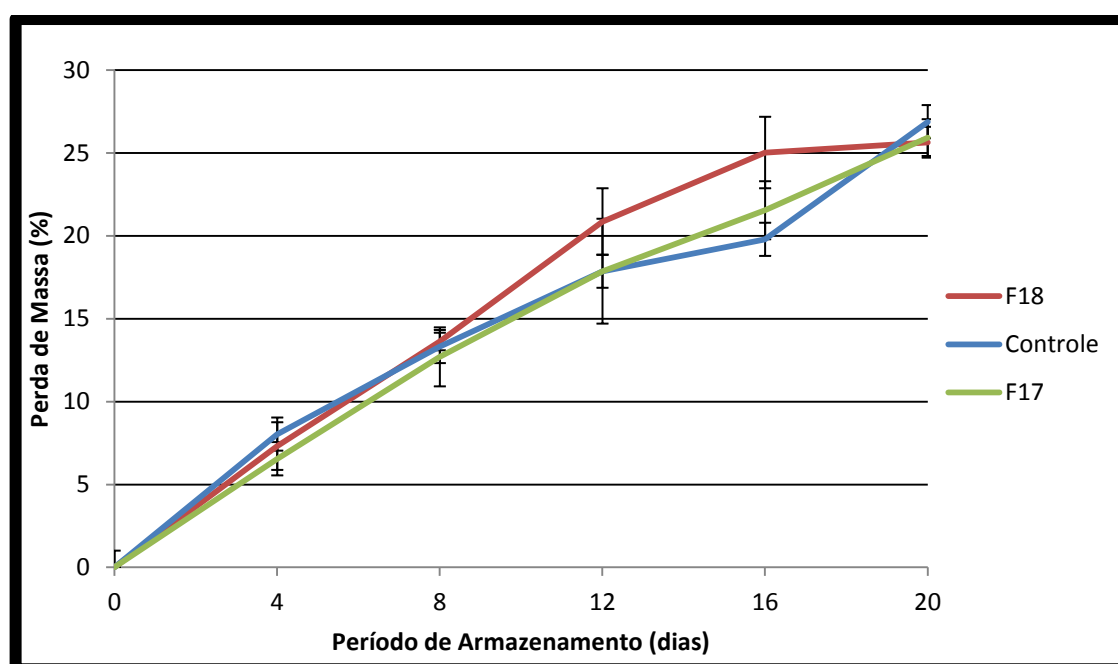


Gráfico 1 - Valores médios de perda de massa ao longo do período de armazenamento em temperatura ambiente da das uvas revestidas com F17, F18 e do controle.

Tabela 6 - Valores médios de perda de massa (%) de uvas revestidas com coberturas de xilana e gelatina em diferentes concentrações e armazenados em temperatura ambiente.

Período de Armazenamento (dias)	Controle	F10	F16	F14	F17	F18
4	8,03 ^a	8,09 ^a	6,70 ^a	7,18 ^a	6,54 ^a	7,31 ^a
8	13,31 ^a	12,78 ^a	13,79 ^a	12,70 ^a	12,69 ^a	13,62 ^a
12	17,86 ^a	18,81 ^a	20,05 ^a	18,91 ^a	17,86 ^a	20,85 ^a
16	19,78 ^a	22,55 ^a	25,00 ^a	23,68 ^a	21,54 ^a	25,02 ^a
20	26,88 ^a	29,68 ^a	27,72 ^a	31,98 ^a	25,92 ^a	25,64 ^a

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem ao nível de $p \leq 0,05$.

Outros trabalhos confirmam os resultados encontrados nas análises de perda de massa, entre eles temos o de Jacometti et al. (2003), no qual foi constatado que não houve diferença entre as taxas de perda de massa do controle e dos frutos revestidos com gelatina (G) e gelatina+sorbitol (GS); logo, os revestimentos não serviram de barreira à perda de água.

Fakhouri et al. (2007) analisaram a perda de massa de uvas Crimson que receberam coberturas constituídas por gelatina e amido de diferentes fontes e submetidas a refrigeração. As uvas cobertas com gelatina e amido de arroz aos 22 dias obtiveram perda de massa igual a 7,81%; enquanto que, o controle atingiu 13,24%. Demonstrando, assim, eficiência na contenção da perda de massa e discordando dos resultados encontrados neste trabalho. Vicentino et al. (2011) mostraram que uvas recobertas com coberturas de amido de mandioca acetilado (AC), sob refrigeração (5°C), perderam uma menor quantidade de massa (7,46%) quando comparados ao tratamento controle (14,10%). Esses dois trabalhos citados obtiveram uma menor perda de massa, porém os frutos avaliados foram submetidos à refrigeração, que retarda a perda de massa.

Os filmes formados através da combinação de xilana combinada e gelatina aplicados às uvas, em temperatura ambiente, não foram efetivos na contenção da perda de massa no decorrer do período de armazenamento. Isso pode ser explicado, pois, de acordo com Davanço (2007), as coberturas e biofilmes feitos de polissacarídeos apresentam boa barreira a gases (O_2 e CO_2), mas não a água, provavelmente relacionada à alta polaridade deste tipo de filme. Já as coberturas e biofilmes produzidos a partir de proteínas são boas barreiras ao O_2 e CO_2 em

ambientes com baixa umidade relativa, mas não em alta umidade devido à susceptibilidade do filme em absorver umidade e se dissolver (DAVANÇO 2007).

E como a perda de massa se dá através da transpiração e respiração, os filmes não foram eficientes em conter esse primeiro fator. Pois, tantos filmes formados por xilana que é um polissacarídeo, como por gelatina que é uma proteína, não são eficientes em reter a água. Estes filmes podem ser eficientes em conter o segundo fator, a respiração, pois são boas barreiras contra os gases, neste caso o CO₂, que é produzido através da respiração, evitando assim a redução da massa através da perda de átomos de carbono.

5.5.2. Acidez titulável

A acidez de um fruto é dada pela presença dos ácidos orgânicos, que servem de substratos para respiração, e encontram-se dissolvidos nos vacúolos das células tanto na forma livre, como combinada com sais, ésteres, glicosídeos (LEMOS, 2006). A acidez da uva na maturação é devida essencialmente aos ácidos tartárico, málico e cítrico, podendo ser encontrados em todas as partes da videira (BLOUIN; GUIMBERTEAU, 2000 apud RIZZON; SGANZERLA, 2007). Os ácidos orgânicos em frutos não contribuem somente para acidez, como também para o aroma característico, porque alguns componentes são voláteis (LEMOS, 2006).

A tendência é haver uma diminuição no teor dos ácidos orgânicos, devido à sua oxidação no ciclo dos ácidos tricarboxilílicos, em decorrência do processo respiratório ou da sua conversão em açúcares, pois nesta fase ocorre maior demanda energética pelo aumento do metabolismo (LEMOS, 2006).

A determinação da acidez titulável foi realizada com as mesmas uvas utilizadas na avaliação de perda de massa. A análise de variância mostrou que não houve diferença significativa entre os tratamentos e o controle sobre a acidez titulável das uvas ($F=0.5197$; $p=0.7612$).

Confirmando o resultado encontrado por Lemos (2006) que analisou a acidez titulável de pimentões revestidos com biofilme de fécula de mandioca em diferentes concentrações e diferentes períodos de armazenamento em temperatura ambiente.

Esse resultado também foi obtido por Vicentino et al. (2011) que determinaram a acidez titulável de uvas revestidas com filmes de amido acetilado e não encontrou diferenças significativas entre este tratamento e o controle.

A Tabela 7 mostra as médias obtidas para cada tratamento durante o período de armazenamento. Foi constatada uma oscilação nos valores médios de acidez titulável no decorrer do período de avaliação, esse resultado também foi encontrado por Lemos (2006), que observou que os pimentões não apresentaram uma regularidade na variação do teor de acidez titulável, oscilando durante o período de armazenamento.

Esse fato é coerente com o trabalho desenvolvido por Vila (2004) apud Lemos (2006), que verificou em goiabas, aumento no teor da acidez seguido de decréscimo. A acidez das uvas pode apresentar grandes variações em função das condições de cultivo e do tipo de uva (BOTELHO et al., 2003).

Os filmes nas concentrações estudadas não foram efetivos no controle da atividade respiratória, pois o índice de acidez titulável, sugere o consumo de ácidos orgânicos no processo respiratório por meio de sua oxidação no ciclo de Krebs (CHITARRA; CHITARRA, 1990 apud LEMOS, 2006).

Tabela 7 - Valores médios de acidez titulável (%) das uvas revestidas com filmes de xilana e gelatina em diferentes concentrações de xilana e glicerol armazenados em temperatura ambiente.

Tratamentos	Período de Armazenamento (dias)					
	0	4	8	12	16	20
Controle	0,688 ^a	0,888 ^a	0,763 ^a	0,838 ^a	0,788 ^a	0,838 ^a
F10	0,688 ^a	1,025 ^a	0,913 ^a	0,700 ^a	0,788 ^a	0,919 ^a
F16	0,688 ^a	0,713 ^a	0,975 ^a	0,813 ^a	0,950 ^a	0,800 ^a
F14	0,688 ^a	0,725 ^a	0,769 ^a	0,775 ^a	0,800 ^a	0,875 ^a
F17	0,688 ^a	0,875 ^a	0,863 ^a	0,700 ^a	0,675 ^a	0,788 ^a
F18	0,688 ^a	0,750 ^a	0,800 ^a	0,938 ^a	0,813 ^a	0,863 ^a

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem ao nível de $p \leq 0,05$.

6. CONCLUSÃO

Foram produzidas dezoito formulações para formação dos filmes. Todos os filmes produzidos apenas com xilana apresentam rachaduras, enquanto que, os filmes produzidos através da combinação xilana/gelatina mostraram um aspecto macroscópico melhor. Com o aumento da concentração do polissacarídeo xilana, as películas passaram a apresentar variações em sua transparência (menos transparentes) e em seu brilho (menos brilhosos).

Em relação à solubilidade dos filmes em água encontramos uma variação entre 52,52% para formulação F18 e 100% para a formulação F10. Foi constatado que os filmes com maior quantidade de xilana apresentaram uma menor solubilidade.

A biodegradabilidade total dos filmes ocorreu com 15 (quinze) dias da montagem do experimento. Esse resultado demonstrou que os filmes produzidos com xilana e gelatina apresentaram alta biodegradabilidade.

Os filmes formados por xilana combinada com a gelatina, que foram aplicados às uvas mantidas em temperatura ambiente, não foram efetivos na contenção da perda de massa no decorrer do período de armazenamento.

Na análise de acidez titulável das uvas não foi encontrada diferença estatística significativa entre os diferentes tratamentos e o controle, ou seja, os filmes não foram eficientes em controlar a atividade respiratória das uvas.

Deve-se investir em novos estudos para produção de filmes apenas com xilana, pois, eles se mostraram bastante homogêneos e resistentes, porém as formulações aqui descritas não evitaram a presença de rachaduras nestes filmes. Os filmes com gelatina e xilana mostraram uma melhor qualidade e diferenças de solubilidade o que proporciona a aplicação destes filmes em diversas áreas.

REFERÊNCIAS

- BERTAN, L. C. Desenvolvimento e caracterização de filmes simples e compostos a base de gelatina, ácidos graxos e breu branco. 2003. 148 f. Dissertação (Mestrado em Alimentos e Nutrição) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2003. In: RIGO, L. N. **Desenvolvimento e Caracterização de Filmes Comestíveis**. 2006. 130 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, ERECHIM, 2006.
- BLOUIN, J.; GUIMBERTEAU, G. Maturation et maturité des raisins. Bordeaux: Éditions Féret, 2000. In: RIZZON, L. A.; SGANZERLA, V. M. A. Ácidos tártarico e malico no mosto de uva em Bento Gonçalves – RS. **Ciência Rural**, v. 37, n. 3, p. 911-914, 2007.
- BUNHAK, E. J.; MENDES, E. S.; PEREIRA, N. C.; CAVALCANTI, O. A. Influência do Sulfato de Condroitina na Formação de Filmes Isolados de Etilcelulose. Avaliação das Características de Hidratação e Permeabilidade. **Latin American Journal of Pharmacy**, v. 26, n. 1, p. 89-95, 2007.
- CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. Pós-colheita de Frutos e hortaliças: fisiologia e manuseio. Lavras: ESAL/FAEPE, 1990. In: LEMOS, O. L. **Utilização de biofilmes comestíveis na conservação pós-colheita do pimentão 'Magali R'**. 2006, 115f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Vitória da Conquista, 2006.
- DAVANÇO, T.; TANADA-PALMU, P.; GROSSO, C. Filmes compostos de gelatina, triacetina, ácido esteárico ou caprótico: efeito do pH e da adição de surfactantes sobre a funcionalidade dos filmes. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n. 2, p. 408-416, abr./jun. 2007.
- EBRINGEROVA, A.; HEINZE, T. Xylan and xylan derivatives—biopolymers with valuable. 1. Naturally occurring xylan structures, isolation procedures and properties. **Macromolecular Rapid Communications**, v. 2, p. 542–556, 2000.
- EBRINGEROVÁ, A.; HROMÁDKOVÁ, Z.; HŘÍBALOVÁ, V. Structure and mitogenic activities of corn cob heteroxylan. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 17, n. 6, p. 327-331, 1995.

EBRINGEROVÁ, A.; HROMÁDKOVÁ, Z.; HŘÍBALOVÁ, V.; MASON, T. J. Effect of ultrasound on the immunogenic corn cob xylan. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 4, p. 311-315, 1997.

FAKHOURI, F. M.; FONTES, L. C. B.; GONÇALVES, P. V. M.; MILANEZ, C. R.; STEEL, C. J.; COLLARES-QUEIROZ, P. Filmes e coberturas comestíveis compostas à base de amidos nativos e gelatina na conservação e aceitação sensorial de uvas Crimson. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n. 2, p. 369-375, 2007.

FERNANDES, D. M. **Estudo da estabilidade térmica de blendas de poli(álcool vinílico)/lignina modificada**. 2005, 151f. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal de Maringá, Maringá, 2005.

FERREIRA, V. F.; ROCHA, D. R.; SILVA, F. C. Potencialidades e oportunidades na química da sacarose e outros açúcares. **Química Nova**, v. 32, n. 3, p. 623-638, 2009.

FRANCHETTI, S. M. M.; MARCONATO, J. C. Polímeros biodegradáveis – Uma solução parcial para diminuir a quantidade dos resíduos plásticos. **Química Nova**, v. 29, n. 4, p. 811-816, 2006.

FREDON, E.; GRANET, R.; ZERROUKI, R.; KRAUSZ, P.; SAULNIER, L.; THIBAUT, J. F.; ROSIER, J.; PETIT, C. Hydrophobic films from maize bran hemicelluloses, **Carbohydrate Polymers**, v. 49, p.1-12, 2002.

GABAS, V. G. S.; CAVALCANTI, O. A. Influência da adição da goma arábica em filmes isolados de polímero acrílico. Estudo das propriedades de intumescimento e de permeabilidade. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 39, n. 4, p. 441-448, out./dez. 2003.

GABRIELI, I.; GATENHOLM, P.; GLASSER, W.G.; JAIN, R.K.; KENNE, L. Separation, characterization and hydrogel-forming of hemicelluloses from aspen wood. **Carbohydrate Polymers**, v. 43, p. 367–374, 2000.

GARCIA, R. B.; GANTER, J. L. M. S.; CARVALHO, R. R. Solution properties of D-xylan from corn cobs. **European Polymer Journal**, v. 36, p. 783-787, 2000.

GARCIA, R. B.; NAGASHIMA JR, T.; PRAXEDES, A. K. C.; RAFFIN, F. N.; TÚLIO F. A. L. MOURA, T.F.A.L.; EGITO, E. S. T. Preparation of micro and nanoparticles from corn cobs xylan. **Polymer Bulletin**, v. 46, p. 371–379, 2001.

GENNADIOS, A.; WELLER, C. L.; TESTIN, R. F. Modification of physical and barrier properties of edible wheat gluten-based films. **Cereal Chemistry**, v. 70, p. 426–429, 1993.

GUOHUA, Z.; YA, L.; CUILAN, F.; MIN, Z.; CAIQIONG, Z.; ZONGDAO, C. Water resistance, mechanical properties and biodegradability of methylated-cornstarch/poly(vinyl alcohol) blend film. **Polymer Degradation and Stability**, v.91, p. 703-711, 2006.

HABIBI, Y.; VIGNON, M. R. Isolation and characterization of xylans from seed pericarp of *Argania spinosa* fruit. **Carbohydrate Research**, v. 340, p. 1431-436, 2005.

HENRIQUE, C. M.; CEREDA, M. P.; SARMENTO, S. B. S. Características físicas de filmes biodegradáveis produzidos a partir de amidos modificados. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, p. 231-240, 2008.

JACOMETTI, G. A.; MENEGHEL, R. F. A.; YAMASHITA, F. Aplicação de revestimentos comestíveis em pêssego (*Prunus persica*). **Ciência e Tecnologia de alimentos**, v. 23, n. 1, p. 95-100, 2003.

JAYASEKARA, R.; HARDING, I.; BOWATER, I.; LONERGAN, G. Biodegradability of a Select Range of Polymers and Polymer Blends and Standard Methods for Assessment of Biodegradation. *Journal of Polymers and the Environment*, v. 13, n. 3, p. 231-251, 2005. In: OLIVEIRA, T. M. **Desenvolvimento e Avaliação de filme biodegradável de polietileno incorporado de amido de grão-de-bico (*Cicer arietinum* L.)**. 2007, 108 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2007.

JELACA, S. L.; HLYNKA, I. *Cereal Chemistry*, v. 48, p. 211-222, 1971. In: SILVA, S. S., CARVALHO, R. R., FONSECA, J. L. C.; GARCIA, R. B. Extração e caracterização de xilanas de sabugos de milho. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, p. 25-33, abr./jun. 1998.

JELACA, S. L.; HLYNKA, I. *Cereal Chemistry*, v.49, p. 489-495, 1972. In: SILVA, S. S., CARVALHO, R. R., FONSECA, J. L. C.; GARCIA, R. B. Extração e caracterização de xilanas de sabugos de milho. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, p. 25-33, abr./jun. 1998.

JOSELEAU, J. P.; COMTAT, J.; RUEL, K. Prog. Biotechnol, v. 7, p. 7-15, 1992. In: HABIBI, Y.; VIGNON, M. R. Isolation and characterization of xylans from seed pericarp of *Argania spinosa* fruit. **Carbohydrate Research**, v. 340, p. 1431-436, 2005.

KACURAKOVÁ, M.; CAPEKA, P.; SASINKOVÁ, V.; WELLNERB, N.; A. EBRINGEROVÁ, A. FT-IR study of plant cell wall model compounds: pectic polysaccharides and hemicelluloses. **Carbohydrate Polymers**, v.43, p. 195-203, 2000.

KAYSERILIOĞLU, B. Ş., BAKIR, U., YILMAZ, L.; AKKAŞ, N. Use of xylan, an agricultural by-product, in wheat gluten based biodegradable films: mechanical, solubility and water vapor transfer rate properties. **Bioresource Technology**, v. 87, p. 239-246, 2003.

LEMOS, O. L. **Utilização de biofilmes comestíveis na conservação pós-colheita do pimentão 'Magali R'**. 2006, 115f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Vitória da Conquista, 2006.

LEMOS, O. L.; REBOUÇAS, T. N. H.; SÃO JOSÉ, A. R.; VILA, M. T. R.; SILVA, K. S. Utilização de biofilme comestível na conservação de pimentão 'Magali R' em duas condições de armazenamento. **Bragantia**, v. 66, n. 4, p. 693-699, 2007.

MENDIENTA-TABOATA, O.; CARVALHO, R. A.; SOBRAL, P. J. A. Análise dinâmico-mecânica: Aplicações em filmes comestíveis. **Química Nova**, v. 31, n. 2, p. 384-393, 2008.

MIKKONEN, K. S.; HEIKKILÄ, M. I.; HELÉN, H.; HYVÖNEN, L.; TENKANEN, M. Spruce galactoglucomannan films show promising barrier properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 79, p. 1107–1112, 2010.

MORAES, J. O. **Propriedades de filmes de amido incorporados de nanoargilas e fibras de celulose**. 2009, 55f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2009.

NAGASHIMA JR., T.; OLIVEIRA, E. E.; SILVA, A. E.; MARCELINO, H. R.; GOMES, M. C. S.; AGUIAR, L. M.; ARAÚJO, I. B.; SOARES, L. A. L.; OLIVEIRA, A. G.; EGITO, E. S. T. Influence of the Lipophilic External Phase Composition on the Preparation and Characterization of Xylan Microcapsules—A Technical Note. **American Association of Pharmaceutical Scientists**, v. 9, n. 3, p. 814-817, 2008.

OLIVEIRA, T. M. **Desenvolvimento e Avaliação de filme biodegradável de polietileno incorporado de amido de grão-de-bico (*Cicer arietinum L.*)**. 2007, 108 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2007.

POPPE, J. Gelatin. Thickening and Gelling Agents for Food, New York, Ed. Alan Imeson, Blackie Academia & Professional, Ch. 7, p. 144-168, 1987. In: LEMOS, O. L. **Utilização de biofilmes comestíveis na conservação pós-colheita do pimentão ‘Magali R’**. 2006, 115f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Vitória da Conquista, 2006.

PEREZ-GAGO, M.B.; KROCHTA, J.M. Drying temperature effect on water vapor permeability and mechanical properties of whey protein–lipid emulsion films. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 48, p. 2687– 2692, 2000. In: KAYSERILIOĞLU, B. Ş., BAKIR, U., YILMAZ, L.; AKKAŞ, N. Use of xylan, an agricultural by-product, in wheat gluten based biodegradable films: mechanical, solubility and water vapor transfer rate properties. **Bioresource Technology**, v. 87, p. 239-246, 2003.

RIGO, L. N. **Desenvolvimento e Caracterização de Filmes Comestíveis**. 2006. 130 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, ERECHIM, 2006.

SAXENA, A.; RAGAUSKAS, A. J. Water transmission barrier properties of biodegradable films based on cellulosic whiskers and xylan. **Carbohydrate Polymers**, v. 78, p. 357–360, 2009.

SAXENA, A.; ELDERB, T. J.; RAGAUSKAS, A. J. Moisture barrier properties of xylan composite films. **Carbohydrate Polymers**, v. 84, p. 1371–1377, 2011.

SHALLOM, D; SHOHAM, Y. Microbial hemicellulases. **Current Opinion in Microbiology**, v. 6, p. 219–228, 2003.

SILVA, S. S.; CARVALHO, R. R.; FONSECA, J. L. C.; GARCIA, R. B. Extração e caracterização de xilanas de sabugos de milho. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, p. 25-33, abr./jun. 1998.

SILVA, A. K. A.; SILVA, E. L.; OLIVEIRA, E. E.; NAGASHIMA JR., T.; SOARES, L. A. L.; MEDEIROS, A. C.; ARAÚJO, J. H.; ARAÚJO, I. B.; CARRIÇO, A. S.; EGITO, E. S. T. Synthesis and characterization of xylan-coated magnetite microparticles. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 334, p. 42–47, 2007.

SOARES, N. F. F.; BOLAÑOS, D. G.; DELGADO, J. D.; REINA, J. J.; ESPITIA, P. J. P.; SÁ SILVA, C. A.; MELO, N. R. Desenvolvimento e Avaliação de Filmes de Base Celulósica incorporados com nanocompostos e lactato de sódio para conservação de carne bovina fresca. In: 3º WORKSHOP DE REDE DE NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO, 2007, Londrina. **Anais...** Londrina: Embrapa Soja, out. 2007.

TANADA-PALMU, P. S.; PROENÇA, P. S. P.; TRANI, P. E.; PASSOS, F. A.; GROSSO, C. R. F. Recobrimento de sementes de brócolos e salsa com coberturas e filmes biodegradáveis. *Bragantia*, Campinas, v. 64, n. 2, p. 291-297, 2005.

THIRÉ, R. M. S. M.; SIMÃO, R. A.; ARAÚJO, P. J. G.; ACHETE, C. A.; ANDRADE, C. T. Redução da Hidrofilicidade de Filmes Biodegradáveis à Base de Amido por meio de Polimerização por Plasma. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 14, n. 1, p. 57-62, 2004.

UFFEN R. L. Xylan degradation, a glimpse at microbial diversity. **Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology**, v. 19, p. 1–6, 1997.

VASQUES, C. T. **Preparação e caracterização de filmes poliméricos a base de amido de milho e polipirrol para aplicação como biomaterial**. 2007. 140f. Tese (Doutorado em Química) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

VICENTINO, S. L.; FLORIANO, P. A.; DRAGUNSKI, D. C. Filmes de amidos de mandioca modificados para recobrimento e conservação de uvas. **Química Nova**, v. 34, n. 8, p. 1309-1315, 2011.

VILA, M. T. R. Qualidade pós-colheita de goiaba 'Pedro Sato' armazenados sob refrigeração e atmosfera modificada por biofilme de fécula de mandioca. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Lavras, Lavras – MG, 2004. 66f. In: LEMOS, O. L. **Utilização de biofilmes comestíveis na conservação pós-colheita do pimentão 'Magali R'**. 2006, 115f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Vitória da Conquista, 2006.

YAMASHITA, F.; NAKAGAWA, A.; VEIGA, G. F.; MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E. Filmes Biodegradáveis para Aplicação em Frutas e Hortaliças Minimamente Processadas. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.8, n.4, p. 335-343, 2005.

YANG, R.; XU, S.; WANG, Z.; YANG, W. Aqueous extraction of corncob xylan and production of xylooligosacharides. **LWT**, v. 38, p. 677-682, 2005a.

YANG, H. S.; YOON, J. S.; KIM, M. N. Dependence of biodegradability of plastics in compost on the shape of specimens. **Polymer Degradation and Stability**, v. 87, p. 131-135, 2005b.

XU, Y. X.; KIM, K. M.; HANNA, M. A.; NAG, D. Chitosan–starch composite film: preparation and characterization. **Industrial Crops and Products**, v. 21, p. 185–192, 2005.