

**ELABORAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE
BIOFILMES OBTIDOS DE DIFERENTES
FONTES DE AMIDO**

WASHINGTON AZEVÊDO DA SILVA

2005

WASHINGTON AZEVÊDO DA SILVA

**ELABORAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOFILMES
OBTIDOS DE DIFERENTES FONTES DE AMIDO**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Ciência dos Alimentos, para a obtenção do título de “Mestre”.

Orientadora
Profa. Dra. Joelma Pereira

LAVRAS
MINAS GERAIS – BRASIL
2005

**Ficha Catalográfica Preparada pela Divisão de Processos Técnicos da
Biblioteca Central da UFLA**

Silva, Washington Azevedo da

Elaboração e caracterização de biofilmes obtidos de diferentes fontes de amido / Washington Azevedo da Silva. – Lavras : UFLA, 2005.
80 p. : il.

Orientador: Joelma Pereira.

Dissertação (Mestrado) – UFLA.

Bibliografia.

1. Filme biodegradável. 2. *Bio-speckle*. 3. Batata. 4. Mandioca. 5. Milho. 6. Embalagem. 7. Ângulo de contato. 8. Microscopia de varredura. I. Universidade Federal de Lavras. II. Título.

CDD-664.2

WASHINGTON AZEVÊDO DA SILVA

**ELABORAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOFILMES
OBTIDOS DE DIFERENTES FONTES DE AMIDO**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Ciência dos Alimentos, para a obtenção do título de “Mestre”.

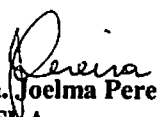
Aprovada em 14 de fevereiro de 2005

Profa. Dra. Fabiana Queiroz Ferrua

UFLA

Prof. Dr. Augusto Ramalho de Moraes

UFLA


Profa. Dra. Joelma Pereira
UFLA
(Orientadora)

**LAVRAS
MINAS GERAIS – BRASIL
2005**

Com carinho:

**Aos meus pais, José e Roza;
Minha noiva, Cristina M. Cardoso;
Dr. Antonio e Profa. Maria Aparecida;
E aos meus irmãos, Beatriz e Helcio.**

DEDICO.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por nos conceder a grande arte de viver.

A Profa. Dra. Joelma Pereira, pela orientação, apoio, colaboração, incentivo, amizade e carinho.

Aos meus pais, José e Roza, pelo carinho, atenção, amor e alegrias.

Ao Pesquisador Carlos Wanderlei Piler de Carvalho – CTAA/EMBRAPA/RJ, pela co-orientação e apoio na realização de análises.

Ao Prof. Augusto Ramalho de Moraes, do Departamento de Ciências Exatas da UFLA, pela orientação nas análises estatísticas.

Ao Prof. Dr. Roberto Alves Braga Júnior e Adilson (iniciação científica), pela orientação e concessão de análises no Laboratório de Óptica e Laser do Departamento de Engenharia da UFLA.

A Profa. Dra. Fabiana Queiroz Ferrua, pela co-orientação e auxílio nas análises no Laboratório de Microestrutura e Engenharia de Alimentos do Departamento de Ciência dos Alimentos da UFLA.

Ao Prof. Dr. Eduardo Valério de Barros Vilas Boas, pela co-orientação, pesquisa e companheirismo no Colegiado da Pós-Graduação do DCA da UFLA.

Ao Prof. Dr. Eduardo Alves do Laboratório de Ultra-Estrutura e Microscopia Eletrônica do Departamento de Fitopatologia da UFLA.

À bolsista de iniciação científica Janyelle Severino Alves, pela amizade, carinho e condução de trabalhos científicos.

A Cristina Maria Cardoso e sua família, pelo amor, carinho, alegria e apoio.

Ao Dr. Antonio e a Profa. Maria Aparecida, pelo carinho, apoio e incentivo.

Aos amigos Daniel, Lucas e Fabrícia, Kelly Menezes, Rita Zanúncio e João, Juliano, Daniela Caetano, Ellem, Anderson, Jaqueline Correa, Danúbia, Kelen e Tânia, pelos momentos de alegria e apoio.

A Beatriz Chagas, em nome do ANP/FINEP/CTPETRO, pelo treinamento e auxílio nas análises no Instituto de Macromoléculas Professora Eloísa Mano do Centro de Tecnologia da UFRJ.

Ao Prof. Fábio Akira Mori, do Departamento de Engenharia Florestal da UFLA, pela realização de análise.

SUMÁRIO

	Página
RESUMO.....	i
ABSTRACT.....	ii
1 INTRODUÇÃO.....	01
2 REFERENCIAL TEÓRICO.....	03
2.1 Biofilmes.....	03
2.1.1 Fontes utilizadas na obtenção dos biofilmes.....	05
2.1.2 Aplicação dos biofilmes.....	07
2.2 Amido.....	09
2.2.1 Gelatinização do amido.....	11
2.2.2 Viscosidade de pasta.....	13
2.2.3 Retrogradação do amido.....	15
2.3 Princípio de elaboração dos biofilmes de amido.....	15
2.4 Propriedades dos biofilmes a base de amido.....	16
2.4.1 Secagem dos biofilmes.....	16
2.4.2 Espessura.....	17
2.4.3 Gramatura.....	18
2.4.4 Teor de água.....	18
2.4.5 Capacidade de absorção e solubilidade do biofilme em água.....	19
2.4.6 Força de punctura e deformação.....	21
2.4.7 Diferença de cor.....	22
2.4.8 Microscopia eletrônica de varredura.....	22
2.4.9 Ângulo de contato.....	23

3 MATERIAL E MÉTODOS	25
3.1 Material.....	25
3.2 Identificação dos tratamentos.....	26
3.3 Elaboração dos biofilmes.....	26
3.4 Viscosidade dos géis.....	26
3.5 Secagem dos biofilmes.....	27
3.6 Caracterização dos biofilmes.....	28
3.6.1 Espessura.....	28
3.6.2 Gramatura.....	28
3.6.3 Teor de água.....	29
3.6.4 Capacidade de absorção de água.....	29
3.6.5 Solubilidade dos biofilmes em água.....	29
3.6.6 Teste de punctura e deformação.....	30
3.6.7 Diferença de cor.....	31
3.6.8 Microscopia eletrônica de varredura.....	32
3.6.9 Ângulo de contato.....	32
3.7 Análise estatística.....	33
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	34
4.1 Viscosidade dos géis.....	34
4.2 Secagem dos biofilmes.....	43
4.2.1 Experimento 1.....	43
4.2.2 Experimento 2.....	46
4.3 Caracterização dos biofilmes.....	49
4.3.1 Espessura.....	49
4.3.2 Gramatura.....	51

4.3.3 Teor de água.....	52
4.3.4 Capacidade de absorção de água.....	54
4.3.5 Solubilidade dos biofilmes em água.....	56
4.3.6 Teste de punctura e deformação.....	58
4.3.7 Diferença de cor.....	61
4.3.8 Microscopia eletrônica de varredura.....	62
4.3.9 Ângulo de contato.....	67
5 CONCLUSÕES.....	70
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	71
ANEXOS.....	78

RESUMO

SILVA, Washington Azevêdo da. **Elaboração e caracterização de biofilmes obtidos de diferentes fontes de amido**, 2005, 80 p. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos) – Universidade Federal de Lavras, MG.*

Filmes biodegradáveis e comestíveis obtidos a partir de amido têm sido estudados intensivamente nos últimos anos. Entre as fontes de amido utilizadas na obtenção de tais produtos, estão: o amido de milho, de batata e de mandioca. O presente trabalho teve por objetivos elaborar e caracterizar filmes obtidos de diferentes fontes de amido em diferentes concentrações. O experimento foi conduzido no Laboratório de Grãos e Cereais do Departamento de Ciência dos Alimentos da Universidade Federal de Lavras, MG. O delineamento foi o inteiramente casualizado (DIC) com três repetições. Para os tratamentos foi seguido o esquema fatorial 3x3, constituído por: filmes de amido de milho (FAM), fécula de batata (FFB) e fécula de mandioca (FFM) nas concentrações de 1%, 2% e 3%. Análise de regressão linear foi utilizada para avaliação dos parâmetros físicos dos filmes. Na elaboração dos biofilmes, as suspensões de amido foram aquecidas a 70°C e os géis obtidos foram resfriados à temperatura ambiente, sendo os biofilmes formados a $\pm 25^{\circ}\text{C}$ e umidade relativa de $\pm 50\%$. Os géis elaborados foram caracterizados quanto à viscosidade em RVA e os biofilmes, analisados quanto a diversos parâmetros. Em geral, os géis na concentração de 3% de amido apresentaram maior viscosidade. A interação tipo e concentração de amido foi significativa para: teor de umidade, capacidade de absorção de água, espessura dos filmes, gramatura, força e deformação de punctura e ângulo de contato. O maior teor de umidade (15%) foi observado para FFM3. Já FAM3 apresentou maior valor médio para força de punctura e deformação. A diferença de cor foi maior para FFM, que se apresentaram mais coloridos. Já os filmes elaborados na concentração de 2% de amido apresentaram mais coloridos que na concentração de 1%. Em geral, os filmes apresentaram-se transparentes e brilhantes. Conclui-se que o tipo e a concentração de amido possuem efeito significativo sobre as propriedades dos filmes.

*Comitê Orientador: Joelma Pereira – UFLA (Orientadora), Carlos Wanderlei Piler de Carvalho – CTAA – EMBRAPA, Fabiana Queiroz Ferrua – UFLA e Eduardo Valério de Barros Vilas Boas – UFLA.

ABSTRACT

SILVA, Washington Azevêdo da. Elaboration and characterization of biofilms obtained of different sources of starch, 2005. 80 p. Dissertation (Master in Food Science) – Federal University of Lavras, Lavras, MG.*

Biodegradable and edible films from starch have been intensively studied in the last years. Among the sources of starch used such products they are: corn starch, potato and cassava. The objectives of this work were the elaboration and the characterization of biofilms from varied starch sources and concentration. The experiment was conducted in the Laboratory of Grains and Cereals of the Department of Food Science at Federal University of Lavras, MG. A completely randomic design with three repetitions was used experiment. The experiment was arranged in a factorial (3x3) combining: corn starch (FAM), potato starch (FFB) and cassava starch (FFM) at concentrations of 1%, 2% and 3%. Analysis of linear regression were used for evaluation of the physical parameters, of the biofilms. For the preparation of the samples, suspensions of starch were warmed to 70 °C and the resulting gels left to cool at room temperature and the formation of the biofilm, at ± 25 °C and relative humidity of $\pm 50\%$. The gels were characterized with relationship to the viscosity in RVA and the biofilms were analyzed. In general, the gels elaborated in the concentration of 3% of starch presented larger values for the viscosity. The interaction of type and concentration of starch was statistically significant for: content water, capacity of water absorption, thickness, weight, force and puncture deformation and contact angle. The highest water content was observed for FFM3. FAM3 presented the highest value for puncture force and deformation. The color difference went larger for FFM or be, more colors. The films at 2% showed more color pigmentation concentration of 1%. In general, all films were transparent, bright and flexible. In conclusion, the type and the concentration of starch had significant effect on the physical properties of the films.

*Guidance Committe: Joelma Pereira – UFLA (Adviser), Carlos Wanderlei Piler de Carvalho – CTAA – EMBRAPA, Fabiana Queiroz Ferrua – UFLA and Eduardo Valério de Barros Vilas Boas – UFLA.

1 INTRODUÇÃO

O amido é um dos principais componentes da maioria dos vegetais. No Brasil, denomina-se amido o produto extraído das partes aéreas dos vegetais e fécula o produto obtido da extração das partes subterrâneas das plantas. Porém, a definição geral de “amido” abrange amidos e féculas.

Quimicamente, o amido é um polímero de elevado peso molecular, constituído por moléculas de glicose unidas entre si por ligações glicosídicas. O grânulo de amido é formado por duas frações moleculares que estão associadas entre si por pontes de hidrogênio denominadas de amilose e amilopectina.

As principais fontes de amido são os cereais, as raízes, os tubérculos e as leguminosas. Dessa forma, o amido se constitui como a base da alimentação de várias nações. Assim, diversas pesquisas ao longo de décadas foram conduzidas na caracterização deste produto quanto às suas características químicas e físicas. Sabe-se que o amido é utilizado nas mais diversas indústrias, destacando-se, principalmente, na indústria de alimentos, de papel e papelão, têxtil e farmacêutica.

Atualmente, preocupações ambientais associadas à poluição ocasionada pela disposição de plásticos sem controle algum enfatizam a busca por materiais que possuam menor impacto ambiental e que sejam de fácil degradação no meio ambiente, como os materiais biodegradáveis. Dentre esses materiais, destaca-se o polímero amido, por ser uma fonte renovável que combina preço, oferta e aplicação. Neste aspecto, uma das possibilidades de uso seria o emprego do amido como matéria-prima no desenvolvimento e fabricação de embalagens biodegradáveis.

Recentemente, pesquisas têm destacado a aplicação do amido de diferentes fontes com resultados satisfatórios para o uso desse polímero na

fabricação de filmes biodegradáveis e comestíveis, ou seja, biofilmes. O princípio de obtenção dos biofilmes baseia-se em duas das principais características tecnológicas do amido: a gelatinização e retrogradação.

Porém, ainda são poucas as informações a respeito das propriedades dos filmes à base de amido.

Logo, o presente trabalho, teve por objetivo geral testar amido de diferentes fontes em diferentes concentrações na elaboração de filmes.

Como objetivo específico, buscou-se caracterizar e avaliar os filmes quanto às propriedades físicas.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Biofilmes

Preocupações ambientais associadas à grande disposição de materiais plásticos têm proporcionado a investigação de alternativas solucionadoras em substituição ao plástico comum, principalmente no tocante à biodegradabilidade destes materiais.

O Brasil produz cerca de 240 mil toneladas de lixo por dia, número inferior ao dos Estados Unidos, porém, bem superior ao de países como a Alemanha e a Suécia. A maior parte do lixo tem como destino os lixões a céu aberto, constituindo um sério problema sanitário (Cereda et al., 2003).

Boa parte do lixo produzido se constitui de plástico comum. Para contornar, solucionar ou minimizar este problema, a adoção de programas de coleta seletiva e reciclagem por meio de campanhas de conscientização da sociedade tem ocorrido. Uma possibilidade seria a produção de materiais biodegradáveis, considerada pelos especialistas como uma forma de reciclagem (Poovarodom & Praditdoug, 2003).

Assim, pesquisas com materiais renováveis e que possuam uma combinação viável de preço, oferta, propriedades adequadas e aplicabilidade têm tido uma atenção especial. Uma alternativa seria a possível utilização de fontes renováveis na obtenção de materiais menos poluidores, com altíssima degradabilidade e menor impacto ambiental.

Entre esses materiais, o amido, por atender a esta exigência, tem sido uma das fontes pesquisadas na obtenção de materiais biodegradáveis como os biofilmes.

Wolff (2003) cita que biofilmes são películas finas, que podem ser confeccionadas a partir de polímeros, como proteínas, polissacarídeos, lipídeos e

derivados, atuam como barreira a elementos externos e, conseqüentemente podem proteger os produtos e aumentar a vida de prateleira. Os biofilmes são elaborados por diferentes processos, como por exemplo, a extrusão, secagem da suspensão de amido (solução tipo *casting*). Os biofilmes são também denominados de filmes biodegradáveis, justamente por sua capacidade de serem decompostos naturalmente por microrganismos, conseqüentemente estes são atóxicos e, comestíveis, apresentando digestibilidade semelhante a do amido.

Além disso, diversos pesquisadores têm utilizado o amido na fabricação de películas em substituição às ceras comerciais utilizadas em frutos para recobrimento das mesmas, visando o prolongamento da vida pós-colheita (Cereda et al., 1992; Silva et al., 1996; Vieites et al., 1997; Henrique & Cereda, 1999; Damasceno et al., 2003; Oliveira & Cereda, 2003).

Dos polímeros naturais, o amido tem sido considerado o mais promissor por causa da combinação atrativa de preço, abundância e propriedades termoplásticas (Bengtsson et al., 2003; Mali et al., 2004).

Segundo Bengtsson et al. (2003), o amido é encontrado na maioria das plantas e é facilmente extraído a baixo custo. Os mesmos autores ressaltam que, com as atuais técnicas e equipamentos industriais, o amido pode ser convertido em uma variedade de produtos poliméricos como extrusados, entre outros.

De acordo com Bastioli (2000) citado por Cereda et al. (2003), 85% a 90% dos filmes biodegradáveis presentes no mercado são oriundos, principalmente, de amido. Entre os materiais de embalagens à base de amido incluem-se os fabricados com amidos nativos ou modificados, isolados ou em conjunto com moléculas naturais ou sintéticas.

De acordo com Mali et al. (2004), o uso do amido na produção de plásticos iniciou-se nos anos 1970 e os primeiros estudos sobre o seu uso em embalagens biodegradáveis de alimentos foram baseados na substituição parcial da matriz polimérica sintética por ele (cerca de 10%). Contudo, as maiores

dificuldades encontradas foram atribuídas a incompatibilidade química do amido com polímeros sintéticos, pois o amido é polar e o polímero sintético é apolar.

Rindlav-Westling et al. (1998) ressaltam que o amido tem sido bem empregado no processo de formação de filmes, obtendo-se materiais com boas propriedades de barreira. Recentemente, diversos estudos com amido de diferentes fontes têm sido conduzidos, resultam numa boa caracterização das propriedades de barreira dos filmes de amido de batata, milho e da fécula de mandioca.

Para McHugh & Krochta (1994), os filmes de amido são excelentes barreiras de oxigênio, devido à forma compacta, estrutura ordenada das ligações de hidrogênio e baixa solubilidade.

Rindlav-Westling et al. (1998) verificaram que os filmes de amido exibem boas propriedades mecânicas e são excelentes barreiras de oxigênio. Por outro lado, a permeabilidade ao vapor d' água tem sido reportada como bem alta, o que é explicado pela natureza hidrofílica do amido. As propriedades atrativas desses filmes são atribuídas, principalmente, à amilose, um poliglucano longo e primariamente linear dentre os que estão presentes no amido, e que ela participa do processo de retrogradação, permitindo a formação de uma matriz amilácea mais homogênea.

Bengtsson et al. (2003) afirmam que a natureza hidrofílica do amido supõe problemas ao uso prático de materiais à base deste. Porém, isso pode ser contornado pela adição parcial anteriormente ou durante o processamento ou, ainda, pela introdução de polímeros hidrofóbicos substituintes no amido.

2.1.1 Fontes utilizadas na obtenção dos biofilmes

Os materiais biodegradáveis dividem-se em três tipos: 1) os polímeros agrícolas como o amido; 2) os polímeros microbianos obtidos a partir da fermentação dos produtos agrícolas usados como substrato e 3) os monos ou

oligômeros polimerizados por processos químicos convencionais (Cereda et al., 2003).

Martins (2003) cita que os biofilmes podem ser produzidos a partir de polissacarídeos (celulose, carboidratos, gomas, etc.) e proteínas (gelatina, glúten, etc.), cujas cadeias longas são capazes de produzir matrizes contínuas que darão estrutura ao filme.

Há ainda uma quarta classe na qual se enquadram os derivados por síntese, ou seja, àqueles produzidos via indústria petroquímica, como, por exemplo, policaprolactonaes, poliesteresteraminas, polibutileno succinato adipato, entre outros.

O Brasil é um dos países que se destacam mundialmente na produção agrícola de diversas fontes de amido, entre elas arroz, batata, mandioca e milho. Assim, o amido destes vegetais apresenta baixo custo, grande disponibilidade durante o ano todo e fácil armazenamento.

Nigéria, Brasil e Tailândia são os países que dominam a produção mundial de mandioca, que foi, no triênio 1999-2001, de 174 milhões de toneladas. O Brasil é o segundo maior produtor mundial e grande parte dessa produção é destinada à alimentação animal. Nos estados do Centro-Sul do país, destacam-se o Paraná e o Mato Grosso do Sul, os quais são os responsáveis pela maior área cultivada destinada à produção de matéria-prima para a indústria de fécula (Gameiro et al., 2004).

A fécula de mandioca tem sido empregada na elaboração e obtenção de biofilmes. Pouco se sabe das propriedades das películas ou filmes à base de fécula de mandioca, o que reflete os poucos trabalhos que foram conduzidos até o momento na determinação das características físicas, como propriedades mecânicas, ópticas e de barreira à umidade e gases.

Já os amidos de batata e de milho são outras fontes que também têm sido pesquisadas na obtenção de biofilmes (Bengtsson et al., 2003; Thiré et al., 2003; Jansson & Thuvander, 2004).

A produção brasileira de milho na safra de 2003-2004 chegou próximo dos 40 milhões de toneladas, enquanto a de batata está em torno de 2,5 milhões de toneladas por ano. Boa parte da produção de batata e milho é convertida em amido, que é utilizado, principalmente, na indústria alimentícia.

O amido de milho puro ou misturado com sintéticos tem sido pesquisado na fabricação de biofilmes (Ryu et al., 2002; Krogars et al., 2003; Thiré et al., 2003).

Para Bengtsson et al. (2003), o amido de batata tem sido bem empregado no processo de formação dos biofilmes e estes exibem boas propriedades de barreira ao oxigênio. Outros pesquisadores também têm estudado os biofilmes fabricados com amido de batata (Forssell et al., 2002; Karlsson & Eliasson, 2003; Jansson & Thuvander, 2004).

2.1.2 Aplicação dos biofilmes

De acordo com Thiré et al. (2004), os plásticos à base de amido podem ser utilizados para a confecção de itens descartáveis, tais como sacos de lixo, vasos para plantas, cobertura temporária de mudas, talheres, pratos, etc. Além disso, apresentam grande potencial para a aplicação em matrizes de liberação controlada de medicamentos e pesticida.

Pesquisas com a fécula de mandioca na obtenção de películas que envolvem frutas e hortaliças visando aumento na vida pós-colheita vêm sendo realizadas, pois estas películas conferem aos frutos boa aparência quanto ao brilho, transparência, resistência e são atóxicas, ou seja, podem ser ingeridas juntamente com o produto (Oliveira & Cereda, 1999). Além disso, conferem uma proteção parcial contra o ataque de insetos e fungos.

Cereda et al. (1992) utilizaram o amido de milho e de fécula de mandioca em substituição à cera comercial Mobilcer do Móbil Óleo do Brasil, para aplicação como tratamento pós-colheita em mamões. Os resultados mostraram que a utilização da fécula e do amido não ocasionou efeitos nocivos quando comparada ao tratamento com cera, além de serem efetivos na redução de perda de peso dos frutos.

Silva et al. (1996) avaliaram a viabilidade do uso de recobrimento com filmes de amido e fécula gomificados na conservação pós-colheita de banana 'Nanicão'. Os autores observaram que os frutos tratados com a película de amido a 3% apresentaram maior relação polpa/casca ao final de 25 dias de armazenamento em relação à testemunha e frutos recobertos com película a 1% de amido. Para os autores, o envolvimento de frutos de banana em materiais plásticos prolonga a vida pós-colheita, pois permite sensível atraso no amadurecimento dos frutos, promovendo assim menor perda de peso e conservação da aparência original do fruto, devido à baixa permeabilidade a gases. Todas esses atributos estão relacionados à característica pré-colheita dos frutos e das características do armazenamento, principalmente aquelas relacionadas à embalagem.

Oliveira & Cereda (2003) avaliaram o prolongamento da vida pós-colheita de pêssegos revestidos com biofilmes à base de fécula de mandioca a 2% como alternativa à cera comercial. Quanto à perda de massa fresca dos frutos, observaram que não houve efeito de redução pelos frutos tratados.

Henrique & Cereda (1999) avaliaram a utilização de biofilmes na conservação pós-colheita de morango cv. IAC Campinas e chegaram à conclusão de que os biofilmes a 3% de fécula de mandioca prolongaram em até 5 vezes a vida pós-colheita dos frutos. Além, disso, ocorreu diminuição da perda de peso e aumento da textura em relação aos frutos tratados com película a 1%, 2%, 4% e 5% de fécula. Também, o tratamento proporcionou melhor resultado

quanto à retenção de coloração, sem apresentar perda na qualidade visual dos frutos.

2.2 Amido

O amido, sendo um biopolímero renovável, é uma alternativa atrativa ao desenvolvimento de novos produtos, é encontrado na maioria das plantas, sendo facilmente isolado a baixo custo (Bengtsson et al., 2003). Dessa forma, as pesquisas com amido têm se intensificado cada vez mais e baseiam-se, principalmente, nas características físicas, como a gelatinização, a viscosidade e a retrogradação, uma vez que este polímero possui diversas aplicações nos setores industriais.

O amido é a substância de reserva dos vegetais. No Brasil, o amido de raízes e tubérculos recebe a denominação comum de fécula e o amido encontrado nas partes aéreas dos cereais recebe a denominação de amido (Vilela & Ferreira, 1987).

O amido é sintetizado na forma de grânulos nos amiloplastos da célula vegetal e as características morfológicas destes grânulos são únicas e de acordo com a sua origem botânica (Sanguanpong et al., 2003). Os grânulos de amido possuem diferentes formas e tamanhos de acordo com a espécie vegetal. O amido de mandioca possui grânulos com tamanho de 5–36 μm , o de batata de 15–100 μm e o de milho 5–25 μm (Vilela & Ferreira, 1987).

Quimicamente, o amido é sempre igual, independente da sua origem botânica (Cereda, 1996), porém, a forma estrutural do amido é diferente, podendo ser formado de outros polímeros, em diferentes proporções. São vários os tipos de polímeros constituintes do amido, mas predominam a amilose e a amilopectina. Em amido de batata, mandioca e milho os teores de amilose são: 20%, 17% e 24%, respectivamente e os de amilopectina são de 80%, 83% e 76%, respectivamente (Leach, 1965; Ciacco & Cruz, 1982).

A amilose é formada por moléculas de glicose unidas por ligações glicosídicas α - 1,4 que lhe proporcionam a conformação helicoidal linear. A amilopectina é um polímero de maior peso molecular, em que as moléculas de glicose estão unidas por ligações α - 1,4 e α - 1,6, proporcionando uma configuração espacial ramificada (Cereda, 1996).

A amilose e a amilopectina estão associadas entre si por pontes de hidrogênio, formando as áreas cristalinas radialmente orientadas. As pontes de hidrogênio no amido são formadas pelos grupos OH das unidades de glicose. Nestes grupos (-O-H), o oxigênio tende a atrair o par de elétrons que compartilha com o hidrogênio. Conseqüentemente, o átomo de hidrogênio adquire o caráter de próton e tende a partilhar os elétrons livres dos átomos de oxigênio vizinhos, formando as chamadas pontes de hidrogênio (Ciacco & Cruz, 1982).

Nestas áreas cristalinas existem regiões amorfas, nas quais as moléculas não têm orientação particular. As áreas cristalinas mantêm a estrutura do grânulo e participam do comportamento do amido na água. Por esse motivo é que o grânulo de amido cru exhibe uma capacidade limitada de absorção de água, embora seja constituído de polímeros solúveis ou parcialmente solúveis neste líquido (Ciacco & Cruz, 1982).

Thiré et al. (2003) citam que a cristalinidade do grânulo está associada com cadeias lineares de amilopectina e podem apresentar-se de diferentes formas por meio da difração de raio-X, dependendo da fonte de amido. Amido de cereais produzem a forma A-cristalina com dupla hélice densamente contida em única célula. Amido de batata e de certas tuberosas possuem a forma B-cristalina na qual duplas hélices são armazenadas de forma paralela combinadas com água estrutural. Forma C-cristalina é a forma intermediária e ocorre em amidos de certos legumes.

Assim, no amido, quando presente em solução aquosa e esta é aquecida, as pontes de hidrogênio se rompem e o grânulo passa a absorver água e incha, ocorrendo simultânea liberação de amilose para o meio até o rompimento o que contribui para o aumento da viscosidade. É importante observar que, para cada tipo de amido, há uma faixa de temperatura de gelatinização (Ciacco & Cruz, 1982). Segundo Vilela & Ferreira (1987), os amidos de mandioca e batata possuem menores temperaturas de gelatinização, diferentemente dos cereais, devido à existência de ligações internas mais fracas. As ligações internas fracas estão relacionadas à presença de grupos fosfatos esterificados ionizáveis que auxiliam o inchamento pela razão de mútua repulsão elétrica (Leach, 1965).

2.2.1 Gelatinização do amido

O grânulo de amido possui uma capacidade limitada de absorver água fria quando presente em uma suspensão de água e amido, devido à sua estrutura cristalina, formada pela associação entre a amilose e amilopectina por pontes de hidrogênio culminando com as áreas cristalinas radialmente orientadas que mantêm a estrutura do grânulo. Ou seja, eles ditam o comportamento do grânulo de amido quando em contato com a água e, assim, ele consegue absorver, no máximo, até 30% do seu peso em água (Ciacco & Cruz, 1982).

Quando uma suspensão aquosa concentrada de amido é aquecida, os grânulos individualmente gelatinizam e incham livremente até que atinjam virtualmente toda a capacidade de absorver água. Como resultado, os grânulos inchados tornam-se altamente susceptíveis à desintegração mecânica. Com isso, as forças de ligação dos grânulos se tornam mais tênues e, conseqüentemente, uma fragilidade se faz presente no grânulo por aquecimento térmico ou aumento das quebras mecânicas durante o ciclo de cozimento (Leach, 1965). Assim, os grânulos perdem a estrutura cristalina devido ao rompimento das pontes de hidrogênio e, conseqüentemente, ocorre perda da birrefringência, formando uma

solução viscosa ou um gel, dependendo do conteúdo de água presente na solução.

O fenômeno da gelatinização é observado em duas etapas. Na primeira etapa ocorre uma perda da ordem cristalina; na segunda etapa, ocorre um inchamento da parte amorfa original do grânulo (Karapantsios et al., 2000).

Na Tabela 1 são apresentadas diferentes fontes de amido e respectiva faixa de temperatura de gelatinização (Ciacco & Cruz, 1982).

A birrefringência é a propriedade de cristais que, para certos ângulos de incidência de luz, dividem o raio refratado em dois, com diferentes direções e estados de polarização (Ferreira, 1999). O fenômeno da birrefringência é observado nos grânulos de amido quando estes, em solução aquosa, são observados sob luz polarizada com auxílio de microscópio óptico (Ciacco & Cruz, 1982).

A gelatinização também pode ser descrita como uma fusão dos cristais de amido, a qual pode ser demonstrada por análises termodinâmicas. A gelatinização dos grânulos de amido é um importante fenômeno que ocorre em muitos processos de preparo de alimentos, assim como no forneamento de bolos e pães, obtenção de produtos extrusados à base de cereais, produção de sopas, etc. (Karapantsions et al., 2000).

TABELA 1 Fontes de amido e temperatura de gelatinização

Fonte	Temperatura (°C) ¹
Batata	56 – 66
Mandioca	58 – 70
Milho	62 – 72
Trigo	52 – 63
Arroz	61 – 77

¹Fonte: Ciacco & Cruz [1982].

2.2.2 Viscosidade de pasta

A propriedade prática mais importante do amido é a habilidade de inchar e produzir uma pasta viscosa quando aquecido em água, ou seja, um gel. Muitos são os métodos para a determinação da viscosidade do amido (Leach, 1965).

Vilela & Ferreira (1987) citam que as suspensões de amido apresentam viscosidade inicial à temperatura ambiente, com elevação desta ao atingir um pico de valor e, em seguida, a viscosidade decai. Segundo Ciacco & Cruz [1982], o processo ocorre da seguinte maneira: a temperatura em que a viscosidade começa a aumentar é denominada temperatura de pasta, não devendo ser confundida com temperatura de gelatinização. A gelatinização de pasta somente ocorre após um inchamento inicial e, neste estágio, os grânulos perdem toda a birrefringência. À medida que ocorre o aumento da temperatura, a situação se torna dinâmica, ou seja, grânulos estão inchando, outros grânulos se rompem devido à agitação. Assim, a viscosidade atinge um máximo, alcançando equilíbrio entre o aumento da viscosidade e o decréscimo desta, causada pela fragmentação. A fragmentação prevalece e a viscosidade decresce. Com a diminuição da temperatura ocorre um aumento da viscosidade devido à

associação entre os componentes da dispersão (amilose e amilopectina), fenômeno denominado de retrogradação.

O viscoamilógrafo e o *rapid visco analyser* (RVA) são atualmente, os aparelhos mais utilizados para a medição da viscosidade de pastas de amido, pois permitem analisar as mudanças na viscosidade da pasta ou propriedades reológicas durante e após a gelatinização (Chaiwanichsiri et al., 2001).

Com o uso de aparelhos como o RVA é possível acompanhar e traçar essas mudanças que ocorrem durante o aquecimento de uma suspensão contendo amido. Curvas podem ser traçadas para uma melhor interpretação do comportamento da pasta de amido (Chaiwanichsiri et al., 2001).

De acordo com Vilela & Ferreira (1987), os amidos de mandioca e de batata, por serem mais frágeis, iniciam a viscosidade a temperaturas menores e atingem picos mais altos que o amido de milho. Assim, uma interpretação completa das curvas de viscosidade de pasta requer uma compreensão detalhada dos eventos que ocorrem durante a gelatinização do amido.

No estágio inicial de inchamento, as partículas solúveis lixiviáveis (amilose) do grânulo se difundem na fase aquosa circunvizinha, matriz amilácea. Quando os grânulos incham para ocupar suficientemente todo o volume, os solúveis provavelmente retornam aos grânulos altamente inchados e o sistema se torna um gel de quantidade contínua. Os grânulos de amido altamente inchados e os grânulos fragmentados não aderem facilmente um ao outro e o efeito é a formação de uma matriz, sempre pelas ligações associativas (Leach, 1965).

Chaiwanichsiri et al. (2001) utilizaram o RVA para verificar as mudanças na viscosidade de suspensões de amido de batata, de mandioca e milho. Observaram que a viscosidade não diferiu muito até que a temperatura da água atingisse 64°C e que houve um aumento rápido nos valores de viscosidade na faixa de temperatura de gelatinização. A temperatura inicial de pasta foi de

64°C, 89°C e 64,6°C para amido de batata, de milho e de mandioca, respectivamente.

2.2.3 Retrogradação do amido

A retrogradação do amido pode ser definida como um processo em que as moléculas de amido gelatinizado se comprimem, reassociando-se dentro de uma estrutura ordenada restabelecendo a ordem cristalina do grânulo (Karlsson & Eliasson, 2003), tendendo a aumentar a viscosidade do gel (Vilela & Ferreira, 1987).

A retrogradação é outra importante característica tecnológica das pastas de amido. O processo consiste basicamente em transformações que ocorrem durante o resfriamento e armazenamento das pastas/géis de amido que passaram pelo processo de gelatinização, ou seja, primeiramente ocorre uma cristalização das moléculas devido à forte tendência à formação de pontes de hidrogênio, com o rearranjo das moléculas de amilose, ocasionando um aumento da firmeza e opacidade, resistência à hidrólise e baixa solubilidade em água (Leach, 1965).

Thiré et al. (2003) citam que a retrogradação do amido apresenta-se como uma recristalização da amilose e amilopectina durante o armazenamento de: pastas de amido geleificado, filmes de amido e materiais termoplásticos à base deste.

2.3 Princípio de elaboração dos biofilmes a base de amido

Oliveira & Cereda (1999) citam que o amido, quando geleificado, possui a propriedade de formar géis. Esses géis quando desidratados originam películas rígidas e transparentes. Estas películas ou filmes são brilhosas, resistentes e semelhantes às películas de celulose. Além disso, esses filmes são atóxicos, podendo ser ingeridos juntamente com o alimento. A obtenção dos filmes de

amido baseia-se no princípio de gelatinização do amido ou fécula com posterior retrogradação.

Para Cereda et al. (1995), o amido, quando gelatinizado e desidratado, forma películas semelhantes às de celulose em resistência e transparência, ou seja, durante a retrogradação.

Thiré et al. (2003) afirmam que o amido puro pode ser convertido em materiais termoplásticos por métodos convencionais, na presença de plastificantes como a água e o glicerol.

2.4 Propriedades dos biofilmes a base de amido

Os filmes à base de amido possuem propriedades físicas. Para Lawton (1996), os filmes de amido puro apresentam diferentes propriedades quando elaborados com diferentes tipos de amido.

Diversos estudos têm sido conduzidos para a caracterização de filmes à base de amido utilizando diferentes fontes (Ryu et al., 2002; Bengtsson et al., 2003; Thiré et al., 2003; Wilhelm et al., 2003; Jansson & Thuvander, 2004; Larotonda et al., 2004; Mali et al., 2004; Thiré et al., 2004; Tápia-Blácido et al., 2005).

Segundo Sobral (2000), as propriedades dos filmes dependem do biopolímero usado, das condições de fabricação e das condições ambientais que são importantes fatores por causa da natureza higroscópica dos biopolímeros.

2.4.1 Secagem dos biofilmes

O fenômeno *bio-speckle* ou *speckle* dinâmico é o resultado da observação da atividade biológica de um material iluminado pelo laser. O material biológico muda sua constituição ou posição ao longo do tempo e, ao ser iluminado pelo laser, ocorre a formação, em qualquer ponto do espaço, de um padrão de interferência, produzindo o *speckle*. Com uma câmera, os

padrão de interferência, produzindo o *speckle*. Com uma câmera, os pesquisadores capturam este padrão em mudança, que demonstra o nível de atividade biológica do material iluminado (Almeida, 2003).

Segundo Braga Júnior et al. (2001), a técnica do *speckle* dinâmico também conhecido como *bio-speckle laser*, tem um caráter mais automatizado, independente do julgamento humano, além de permitir maior velocidade à mesma. Dessa forma, esta tecnologia tem sido aplicada em muitos materiais para uma melhor compreensão acerca das suas características. Em materiais, como os filmes biodegradáveis e comestíveis, não há relatos de pesquisa utilizando tal tecnologia.

Assim, um importante parâmetro para identificar as características de filme é o seu tempo de secagem. Para monitorar e avaliar a secagem dos biofilmes, testou-se o *speckle* dinâmico que, é capaz de acompanhar a secagem de pintura, a qual é semelhante ao processo de secagem do filme.

2.4.2 Espessura

A espessura é um parâmetro de grande importância quando se trabalha com filmes para embalagem de alimentos ou de qualquer outro produto. Pela espessura, pode-se avaliar a uniformidade dos filmes produzidos, definida como uma grandeza pequena e normalmente é especificada pelo micrômetro, medida em μm ou mm. Compreende-se por espessura do filme a distância medida entre uma face e a outra do filme.

De acordo com Mali et al. (2004), diversas explicações têm sido relatadas para explicar o efeito da espessura nas propriedades mecânicas dos filmes, tais como força de punctura, deformação e resistência, entre outras.

Para Sobral (2000), o controle da espessura de filmes é difícil, sobretudo no processo de produção por meio de solução com posterior secagem. De acordo com Mahmoud & Savello (1992) e Cuq et al. (1996), a espessura não é

considerada em diversos estudos. Sobral (2000) cita que uma forma de controlar a espessura quando se trabalha com soluções é o conhecimento da gramatura da solução na placa de petri. Recentemente, diversos autores têm investigado a influência da espessura sobre as propriedades de biofilmes (Mali et al., 2004; Sobral et al., 2004; Mali et al., 2005).

2.4.3 Gramatura

A gramatura representa o peso em gramas, por metro quadrado, de área de filme, ou seja, a relação $g.m^{-2}$.

A gramatura e espessura são parâmetros bastante estudados e avaliados pelas indústrias de embalagens, principalmente aquelas relacionadas à produção de filmes poliméricos, como os fabricados à base de poliestireno de baixa densidade (Manrich, 2000).

A gramatura é uma das especificações mais importantes de papel e filmes, já que estes são comumente comercializados com base no peso, o que influencia fortemente nos custos. Por isso, sempre que se compara um filme com outro devem ser levadas em consideração as diferenças entre gramaturas de um filme com outro.

2.4.4 Teor de água

Materiais biológicos possuem determinado teor de água em sua estrutura e esta água presente contribui para a atividade biológica destes materiais. O conhecimento do teor de água presente nos alimentos e outros produtos é de fundamental importância, pois é por meio dessa informação que se pode tomar os devidos cuidados para estocagem, armazenamento, etc.

Zhong & Sun (2004) citam que a água é um plastificante primário usado no processamento e manufaturamento do amido e seus derivados, exercendo uma grande influência sobre as propriedades do amido.

Jansson & Thuvander (2004) citam que o teor de água tem efeito sobre as propriedades do amido e que a água é compatível, sendo um efetivo plastificante. Hulleman et al. (1998) e Parker & Ring (2001) citam que, com o aumento do teor de água os amidos apresentam melhoria em propriedades como força de punctura, e que materiais à base de amido com alto teor de água cristalizam mais rápido do que materiais com teor superior de outro plastificante (Van Soest & Knooren, 1997).

Mali et al. (2004), trabalhando com filmes de amido de inhame (*Dioscorea alata*), concluíram que a espessura influenciou a capacidade de absorção de água e o teor de água. Os valores variaram entre 23,63% e 27,72% e a concentração de amido não influenciou o teor de água dos filmes. Os resultados obtidos por Mali et al. (2004) foram semelhantes aos de Chang et al. (2000), que avaliaram filmes à base de fécula de mandioca.

De acordo com Jansson & Thuvander (2004), a solução é preparada e os filmes são formados devido à remoção da água durante a secagem e o efeito da umidade durante a formação do filme sobre as propriedades mecânicas tem sido investigadas. Ainda para esses autores há uma certa relação entre, pois o amido possui uma capacidade hidrofílica natural, ou seja, dependendo da concentração de amido utilizada na elaboração do filme, o resultado seria uma maior interação com a água, devido ao maior número de grupos hidrofílicos presentes no amido.

2.4.5 Capacidade de absorção de água e solubilidade do biofilme em água

A capacidade de absorção de água é definida como a percentagem de água que o filme absorve quando em contato com uma solução pura de água em relação ao seu peso original. Já a solubilidade do filme designa a percentagem de sólidos solúveis em água em relação ao peso original do mesmo (Bengtsson et al., 2003; Mali et al., 2004). Dessa forma, a determinação destes parâmetros está

presente em diversos estudos com filmes à base de amido (Perez-Gago & Krochta, 2001; Tanada-Palmu & Grosso, 2003).

As propriedades de capacidade de absorção de água e solubilidade em água são de extrema importância e estão relacionadas com a aplicação do filme, pois, dependendo da condição na qual o filme é submetido podem ocorrer complicações e a sua finalidade ser prejudicada devido ao não conhecimento correto destas características.

Azeredo et al. (2000) citam que os filmes biodegradáveis têm recebido bastante atenção de pesquisadores nos últimos anos, graças, principalmente, às suas propriedades de barreira e de melhoria da aparência, da integridade estrutural e das propriedades mecânicas do alimento.

A capacidade de absorção de água (CAA) e a solubilidade dos filmes em água têm sido retratadas como alguma das implicações na aplicação prática dos filmes. Thiré et al. (2004) citam que os filmes à base de amido puro apresentam uma séria limitação tecnológica, pois absorvem muita água e incham, perdendo sua funcionalidade, e isso advém de sua característica hidrofílica.

A solubilidade em água é uma importante propriedade de filmes biodegradáveis e comestíveis. Potenciais aplicações requerem insolubilidade em água para garantir a integridade do produto. Em algumas aplicações, a solubilidade pode ser útil, como é o caso de embalagens ativas, ou seja, aquelas que são utilizadas para fornecer ao produto uma substância ou composto que contribua para aumentar a vida de prateleira, melhoria na cor, etc. Tanada-Palmu & Grosso (2003) citam que filmes com alta solubilidade em água podem ser requeridos, por exemplo, para conter porções pré-cozidas, as quais são dissolvidas em água ou em alimentos quentes.

Rooney (1992) define embalagem ativa como aquela que exerce algum outro papel na preservação de alimentos que não o de promover uma barreira inerte a influências externas. Segundo Gontard (1991), uma embalagem ativa é

aquela que, além de proteger, interage com o produto e, em alguns casos, responde realmente a mudanças.

No mais, a solubilidade é usualmente determinada pela disposição do filme em água à temperatura ambiente por 24 horas (Thiré et al., 2004).


Bengtsson et al. (2003), trabalhando com filmes de amido de batata na concentração de 3%, observaram alto valor para a capacidade de absorção de água que foi, em média, de 63%, ou seja, os filmes absorveram tal quantidade em água em relação ao peso original. Neste mesmo trabalho, os autores avaliaram a solubilidade dos filmes em água, ou seja, a dissolução de material solúvel em água e verificaram que a solubilidade foi altíssima.

2.4.6 Força de punctura e deformação

A força de punctura medida em Newtons (N) representa a força necessária para que ocorra o rompimento da superfície do filme, ou seja, é a força necessária para a perfuração do filme.

Mali et al. (2004), trabalhando com filmes à base de amido de inhame (*Dioscorea alata*), observaram que a concentração de amido influenciou a força de punctura, ou seja, a força aumentou com o acréscimo do conteúdo de amido. Segundo os autores, isso ocorre, pois, durante a secagem da solução filmogênica, a água evapora, o que facilita a formação da cadeia de amido e, durante este estágio, a proximidade das cadeias de amido induzidas pela maior concentração de amido facilita a formação de uma matriz contínua, com maior conteúdo de amido por área de filme.

A deformação do filme durante a realização do teste de punctura é outro importante valor para a caracterização desses. De acordo com Sobral et al. (2001), a deformação na perfuração está relacionada ao comprimento inicial do filme utilizado no teste para determinação da força de punctura, ou seja, quando se aplica determinada força sobre a superfície do filme, este pode resistir até



determinado instante, mantendo a sua estrutura por uma elongação até que esta se rompa.

2.4.7 Diferença de cor

Propriedades ópticas, como a cor, são características importantes na elaboração de filmes biodegradáveis. A cor é um atributo de fundamental importância de um produto, principalmente em relação ao seu consumo.

Poucos são os trabalhos com filmes de amido, em que esta característica foi analisada.

Atualmente, o sistema $L^*a^*b^*$ tem sido utilizado para a determinação da cor de vários produtos, como frutas, filmes, entre outros. Neste sistema, L^* varia de preto a branco (0 a 100), a^* varia do verde ao vermelho (-60 a +60) e b^* do azul ao amarelo (-60 a +60) (Roy et al., 1999; Sobral et al., 2000).

2.4.8 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) tem sido uma importantíssima ferramenta utilizada em diversas pesquisas científicas para obtenção de imagens relacionadas às características de inúmeros materiais, tais como grânulos de amido, folhas de vegetais, pólen, etc.

As técnicas microscópicas têm sido bastante utilizadas para a análise das imagens de filmes de amido e de produtos amiláceos, de modo geral (Shandera & Jackson, 2002; Watanabe Sanguanpong et al., 2003; Wilhelm et al., 2003; Larotonda et al., 2004; Thiré et al., 2004).

Bengtsson et al. (2003) utilizaram a microscopia eletrônica de varredura no monitoramento da superfície de filmes à base de amido de batata. Estes autores afirmaram que foi óbvia a estrutura específica nas fotomicrografias dos filmes, que apresentaram superfície muito lisa.

Em estudos anteriores de Rindlav-Westling et al. (2003), os filmes de amido apresentaram superfície rugosa. Aspreza da superfície dos filmes estudados originou-se de uma fase de separação entre a amilose e amilopectina e também do fenômeno da cristalinidade. De acordo com os autores, isto também foi determinado por outros pesquisadores. Já Jayasekara et al. (2004) utilizaram a microscopia eletrônica de varredura para investigar a superfície de filmes de amido de trigo e observaram, pelas fotomicrografias, a presença de trincas e rachaduras na superfície dos filmes.

2.4.9 Ângulo de contato

O ângulo de contato (θ) (também conhecido como ângulo de molhabilidade) entre uma gota de um líquido com uma tensão superficial conhecida e uma superfície sólida, depende da relação entre as forças adesivas que fariam a gota se espalhar sobre a superfície e as forças coesivas do líquido que querem contrair a gota a uma esfera com uma superfície mínima (Bengtsson et al., 2003). Os valores de ângulo de contato para filmes são dependentes da constituição do material utilizado na sua elaboração e das interações que ocorrem quando há dois ou mais constituintes como, por exemplo água e polímero (Bruno et al., 1995; Aburto et al., 1999; Bengtsson et al., 2003). Assim, esses fatores em conjunto culminam com a formação da superfície do filme, que pode ser lisa, ondulada, rugosa, etc.

O ângulo de contato de um filme representa o valor em graus que uma determinada substância líquida forma com a sua superfície, como, por exemplo, o ângulo formado de uma gota de água sobre a superfície de um filme (Bengtsson et al., 2003).

Bengtsson et al. (2003) verificaram que a determinação do ângulo de contato é influenciada por vários parâmetros, como superfície do filme,

penetração do líquido, habilidade no manuseio e preparo das amostras, inchamento e possível reorientação das moléculas na superfície dos filmes.

Thiré et al. (2004) determinaram o ângulo de contato para filmes de amido de milho por 10 minutos em contato com uma gota de água. Inicialmente, os valores ficaram próximos de 40° com o passar dos minutos, este valor decresceu muito, chegando bem próximo de 0°, evidenciando a alta afinidade dos filmes de amido produzidos pela água. Os autores afirmam que a heterogeneidade da superfície (variações na composição química superficial ou rugosidade) acarreta distorção na superfície de contato entre as interfaces sólido-líquido e sólido-vapor.

Jayasekara et al. (2004) citam que o ângulo de contato está correlacionado com a rugosidade da superfície e citam que o aumento do ângulo de contato aumenta com o aumento da rugosidade da superfície.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Material

As fontes de amido utilizadas foram amido de milho, fécula de batata e fécula de mandioca, adquiridas no comércio local do município de Lavras, sul de Minas Gerais.

O experimento para a elaboração dos filmes foi conduzido no Laboratório de Grãos e Cereais do Departamento de Ciência dos Alimentos (DCA) da Universidade Federal de Lavras, MG.

3.2 Identificação dos tratamentos

Para a realização das análises de caracterização dos filmes, estes receberam a seguinte identificação:

FAM1 – filme de amido de milho a 1%;

FAM2 – filme de amido de milho a 2%;

FAM3 – filme de amido de milho a 3%;

FFB1 - filme de fécula de batata a 1%;

FFB2 - filme de fécula de batata a 2%;

FFB3 - filme de fécula de batata a 3%;

FFM1 – filme de fécula de mandioca a 1%;

FFM2 – filme de fécula de mandioca a 2%;

FFM3 – filme de fécula de mandioca a 3%.

Foi utilizado o delineamento inteiramente causalizado (DIC), com três repetições. Os tratamentos foram dispostos em esquema fatorial (3x3), sendo constituídos pelas combinações das fontes de amido: amido de milho, fécula de

batata e de fécula de mandioca, com as concentrações de amido de 1%, 2% e 3%.

3.3 Elaboração dos biofilmes

As soluções padronizadas foram obtidas a partir da adição de 1g, 2g e 3g de amido de milho, fécula de batata e fécula de mandioca, completando-se o volume para 100 mL com água destilada em béquer.

As soluções padronizadas foram agitadas homoganeamente e lentamente aquecidas até 70°C, com o objetivo de obter a gelatinização do amido. Os géis foram mantidos nesta temperatura por cinco minutos. O gel obtido foi resfriado até atingir a temperatura ambiente, o que ocorreu por cerca de duas horas. Após o resfriamento dos géis, alíquotas de 10 mL foram tomadas e colocadas dentro de placas de poliestireno cristal, não autoclavável, com 110 mm de diâmetro e 15 mm de espessura, para secagem a temperatura ambiente de 25°C (\pm 2°C) e umidade relativa de 50% (\pm 5% UR), de modo que toda a superfície interna da placa fosse coberta uniformemente com o gel. Após 24 horas de secagem, os filmes foram retirados facilmente das placas e armazenados em sacos de polietileno de baixa densidade, a 25°C (\pm 2°C) e umidade relativa 50% (\pm 5% UR).

3.4 Viscosidade dos géis

Os géis obtidos das soluções foram caracterizados quanto à viscosidade de pasta, de acordo com a metodologia proposta por Silva et al. (2004). A viscosidade dos géis foi analisada no Analisador Rápido de Viscosidade (Rapid Visco Analyser, RVA, Newport Scientific Pty. Ltd., Warriewood, Austrália).

Inicialmente, a viscosidade dos géis foi determinada à temperatura de 25°C, durante quatro minutos. Após, o gel foi aquecido até a temperatura de 95°C e mantido a esta temperatura por 3 minutos; depois procedeu-se ao

resfriamento até 25°C, por 5 minutos. Após esta etapa, os géis foram mantidos a 25°C por mais 4 minutos, para a determinação da viscosidade final.

3.5 Secagem dos biofilmes

A análise de avaliação da secagem pelo *bio-speckle laser* foi realizada no Laboratório de Laser e Óptica do Departamento de Engenharia (DEG) da Universidade Federal de Lavras (UFLA), Lavras, MG. Foram montados dois experimentos, descritos a seguir.

Experimento 1: para a determinação da secagem dos filmes, assim que os géis alcançaram a temperatura ambiente, alíquotas de 10 mL foram retiradas e colocadas nas placas de poliestireno que foram acondicionadas em sala à temperatura de 25°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) e umidade relativa de 50% ($\pm 5\%$ UR). As placas contendo as amostras foram iluminadas a intervalos regulares de uma hora em aparelho *Bio-Speckle Laser* (Figura 1) para captação das imagens dos filmes e, por meio destas, acompanhar a secagem do material pela determinação do valor do momento de inércia.

Foi observado que, inicialmente, as leituras apresentaram valores discrepantes para o momento de inércia e, após as 20 horas de secagem, é que as leituras tornaram-se mais homogêneas, demonstrando que o processo de secagem estava se estabilizando. Assim, foi montado um outro experimento para a determinação do momento de inércia, para verificar se tal fato correspondia aos dados obtidos no primeiro experimento.

Experimento 2: após 20 horas de acondicionamento em sala à temperatura de 25°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) e umidade relativa de 50% ($\pm 5\%$ UR), as placas contendo as amostras foram iluminadas a intervalos regulares de duas horas em aparelho *Bio-Speckle Laser* (Figura 1) para captação das imagens dos filmes e por meio destas, acompanhar a secagem do material pela determinação do momento de inércia.

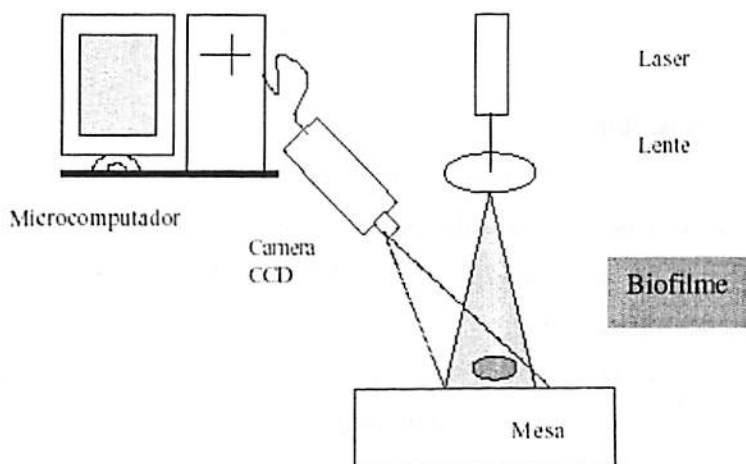


FIGURA 1 Esquema do aparelho *Bio-Speckle Laser* (Braga Júnior et al., 2001).

3.6 Caracterização dos biofilmes

3.6.1 Espessura

As medidas de espessura foram realizadas com um paquímetro manual Somet, Tchecoslováquia, em três amostras de cada filme. A média dessas leituras constituiu o valor da repetição.

3.6.2 Gramatura

A gramatura foi obtida medindo-se o peso de amostras de filmes com 60 mm de diâmetro em balança analítica. A área obtida das amostras de filmes foi transformada em m^2 , obtendo-se assim, a gramatura em $g.m^{-2}$.

3.6.3 Teor de água

O teor de água dos filmes foi determinado gravimetricamente pela secagem em estufa com circulação de ar a 105°C até peso constante (AOAC, 1990).

3.6.4 Capacidade de absorção de água

A absorção de água pelos filmes foi determinada conforme a metodologia proposta por Ryu et al. (2002), com algumas modificações.

Amostras dos filmes foram pesadas e imersas em placas de petri contendo 50 mL de água destilada e deixadas em repouso por trinta minutos, a 25°C

Após esse intervalo, as películas foram retiradas com auxílio de uma pinça e cuidadosamente secas em papel toalha, para a retirada do excesso de água. Após esta etapa, os filmes foram pesados com auxílio de uma placa de petri em balança analítica para a determinação da porcentagem de água absorvida, que foi calculada pela diferença entre o peso final da amostra e o peso inicial, dividido pelo peso inicial multiplicado por 100.

O teor de absorção de água (%) foi obtido após a média aritmética dos dados de três repetições para cada amostra.

3.6.5 Solubilidade dos biofilmes em água

A solubilidade dos filmes em água foi realizada de acordo com a metodologia proposta por Roy et al. (1999) com algumas modificações.

Como os filmes de amido se desintegram muito facilmente, eles foram colocados em contato com 50 mL de água destilada e deixados em repouso por 30 minutos, também a 25°C.

Retirou-se uma alíquota de 10 mL da solução com água destilada, que foi pesada e colocada em estufa a 105°C, por 24 horas. Após a secagem, as

placas foram pesadas para verificar a existência ou não de resíduos sólidos nas mesmas.

3.6.6 Teste de punctura e deformação

O teste de punctura foi realizado para determinar a força de punctura (N) e a deformação na punctura (%), utilizando-se um analisador de textura TA.TX2i Stable Micro Systems, (Goldaming, England) no Laboratório de Microestrutura Alimentar do DCA da UFLA. Amostras com 60 mm de diâmetro foram fixadas com fita adesiva em uma célula de perfuração com diâmetro de 20 mm. Uma probe cilíndrica de 6 mm de diâmetro foi movida perpendicularmente, a uma distância de 30 mm em direção à superfície do filme, a uma velocidade de pré-teste de 1 mm/s e velocidade de teste de 1 mm/s até o rompimento da superfície do filme. A velocidade de retorno da probe foi de 5 mm/s, quando o teste foi paralisado automaticamente. Foram realizados três testes para cada tratamento. O valor da força de punctura (N) foi determinado a partir das curvas de força (N) x deslocamento (mm) da probe, obtidas com o uso do Software Texture Expert Versão 1.22, 1999. A deformação na perfuração foi calculada considerando-se que a tensão estava distribuída por toda a superfície do filme, conforme o esquema apresentado na Figura 2.

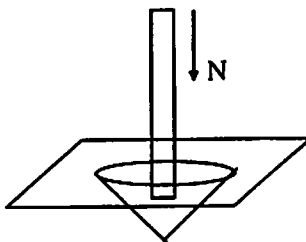


FIGURA 2 Esquema do teste de punctura e deformação

O cálculo da deformação (%) foi obtido de acordo com a equação (1), proposta por Gontard et al. (1993), citados por Sobral et al. (2004):

$$\Delta l/l_0 = 100[(D^2+l_0^2)^{0.5}-l_0]/l_0 \quad (1)$$

em que:

$\Delta l/l_0$ = porcentagem da deformação na punctura por perfuração

l_f = comprimento final do filme

l_0 = igual ao comprimento inicial do filme, ou seja, igual ao raio da célula de perfuração (10 mm)

D = deslocamento (mm) da probe na perfuração.

3.6.7 Diferença de cor

A cor dos filmes foi determinada de acordo com a metodologia proposta por Gennadios et al. (1996), também utilizada por Sobral et al. (2004). Os valores de L^* , a^* e b^* foram determinados com aparelho colorímetro Minolta modelo CR 400, trabalhando com D_{65} (luz do dia) e usando-se os padrões CIE Lab: em que L^* varia de 0 (preto) a 100 (branco), a^* varia do verde (-) ao vermelho (+), b^* varia de azul (-) ao amarelo (+).

Os filmes foram colocados sobre uma superfície branca (papel) e realizaram-se às leituras. Três leituras foram realizadas em cada amostra de filme e utilizadas três repetições. A diferença de cor (ΔE^*) foi obtida por meio da equação 2:

$$\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{0.5} \quad (2)$$

em que:

ΔE^* = valor para a diferença de cor;

$L^* = 92,40$ padrão branco; 92,40
 $a^* = 0,3162$ padrão branco; 0,3162
 $b^* = 0,3326$ padrão branco; 0,3326

ΔL^* = diferença entre o padrão branco e leitura da amostra;

Δa^* = diferença entre o padrão branco e leitura da amostra;

Δb^* = diferença entre o padrão branco e leitura da amostra.

3.6.8 Microscopia eletrônica de varredura

A análise foi realizada no Laboratório de Ultra-Estrutura e Microscopia Eletrônica do Departamento de Fitopatologia da Universidade Federal de Lavras. A obtenção das fotomicrografias dos filmes foi realizada de acordo com a metodologia proposta por Bengtsson et al. (2003), em que pequenas amostras dos filmes (~ 2 mm) foram acondicionadas em “stubs” e banhadas com ouro, processo denominado de metalização, fixadas no aparelho e realizadas as fotomicrografias.

3.6.9 Ângulo de contato

A análise foi realizada no Laboratório do Instituto de Macromoléculas Professora Eloísa Mano do Centro de Tecnologia da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), RJ.

As medidas de ângulo de contato foram obtidas empregando-se o goniômetro Ramé-Hart, modelo NRL, operado em ar e à temperatura ambiente. Os ângulos de contato do lado direito e esquerdo da gota foram calculados automaticamente por meio de software RHI 2001 Imaging Software, instalado em um computador acoplado ao equipamento. Foram realizadas medidas de ângulo do lado direito e esquerdo de três gotas.

Amostras de 30 mm de comprimento e 5 mm de largura foram fixadas em uma lâmina de vidro por meio de fita adesiva dupla face. As lâminas foram

colocadas na base do aparelho. Uma gota de água de 0,1µL foi colocada sobre a superfície da amostra com auxílio de uma seringa e a imagem da gota foi captada por uma câmera digital a intervalo de 0,5 s.

Os valores do ângulo de contato representam a média dos ângulos das três repetições que foram obtidos por somatória e divisão do ângulo direito e esquerdo de cada gota com a superfície do filme.

3.7 Análise estatística

Os resultados da caracterização das propriedades dos amidos e biofilmes foram submetidos à análise de variância, de acordo com o esquema fatorial 3x3 (3 tipos de amido e 3 concentrações) em três repetições. Foi utilizado programa SISVAR Versão 4.3 (Ferreira, 2003). A análise de regressão foi utilizada para avaliação dos parâmetros em função da concentração de amido e o teste de Tukey (5%) para comparação dos diferentes tipos de amido.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Viscosidade dos géis

A Tabela 2 apresenta os valores médios dos parâmetros da viscosidade para o gel de amido de milho nas concentrações de 1%, 2% e 3% de amido.

TABELA 2 Parâmetros para viscosidade para gel de amido de milho, nas concentrações de 1%, 2% e 3%.

Parâmetros da viscosidade	Amido de milho		
	1%	2%	3%
Viscosidade inicial (cP)	12,0	13,5	12,0
Viscosidade a 4 minutos (cP)	11,0	12,5	9,0
Viscosidade a 95°C inicial (cP)	12,0	15,0	24,5
Viscosidade a 95°C final (cP)	11,0	16,0	35,5
Viscosidade máxima a 95°C (cP)	15,0	18,5	36,5
Viscosidade final a 25°C (cP) ciclo de resfriamento	9,0	14,5	31,5

A Figura 3 apresenta os gráficos com as curvas de viscosidade obtidas por RVA para gel de amido de milho a 1% (a), a 2% (b) e a 3% (c).

Pelos gráficos da Figura 3, verifica-se que à temperatura de 25°C do início do teste, os géis apresentaram viscosidade inicial com valores bem próximos, tendo o valor para o gel de amido de milho a 3% sido menor, contrário ao esperado. Esta menor viscosidade pode ser um indicativo da gelatinização incompleta dos grânulos de amido. Aumentando a temperatura, houve uma pequena diminuição na viscosidade. Quando a temperatura atingiu 95°C, o aumento da viscosidade foi mais pronunciado no gel a 3% de amido em relação a 1% e 2%. Isso pode ser explicado pela temperatura de fabricação dos géis, que foi de 70°C. Provavelmente, a essa temperatura, nem todos os grânulos de amido gelatinizaram e, quando o gel foi aquecido a uma temperatura superior, os grânulos restantes gelatinizaram, contribuindo para o aumento da viscosidade. Com a manutenção da temperatura de 95°C não houve mudança nos valores de viscosidade para os géis analisados. Essa informação é importante quanto à formação de uma matriz amilácea mais contínua e coesa.

No início do processo de resfriamento, a viscosidade praticamente não se alterou, mantendo-se constante para os géis de 1% e 2% de amido, observando-se uma pequena diminuição para gel com 3% de amido.

Quando a temperatura retornou a 25°C, no final do ciclo de resfriamento, comparando-se com a viscosidade inicial verificou-se não ter havido aumento para gel de 1% e 2% de amido, diferindo da viscosidade do gel a 3% de amido de milho. Este apresentou um pequeno aumento, provavelmente devido ao fenômeno da retrogradação, ou seja, o rearranjo das moléculas com a formação de novas ligações de hidrogênio, apresentando valor final de viscosidade superior à viscosidade inicial do gel, indicando que a temperatura de 70°C utilizada na elaboração dos géis não foi suficiente para a gelatinização completa do amido a 3%.

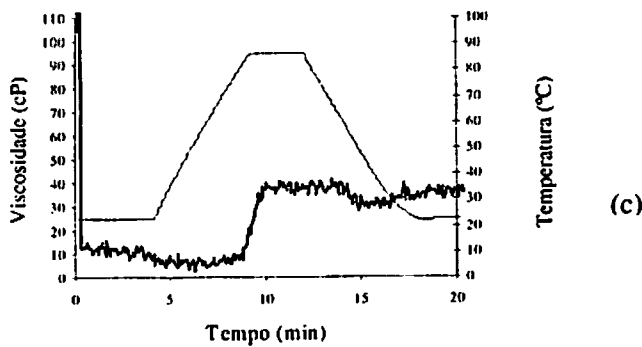
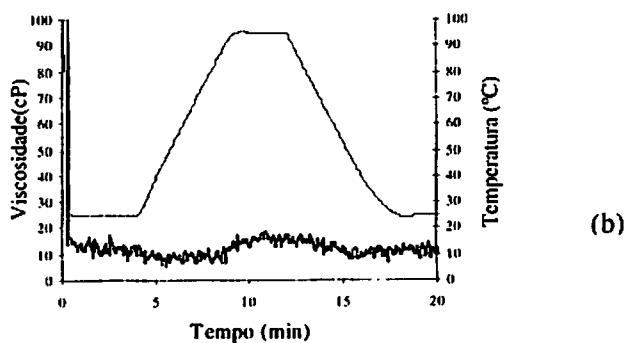
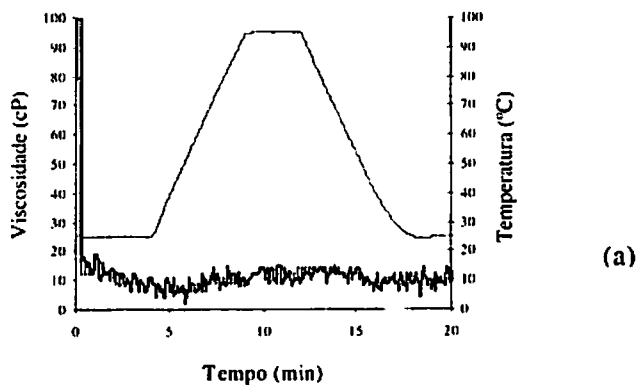


FIGURA 3 Representação gráfica das curvas de viscosidade (cP)(—) e da temperatura (°C)(- - -), em função do tempo (min), para gel de amido de milho a 1% (a), a 2% (b) e 3% (c).

Na Tabela 3 são apresentados os valores médios dos parâmetros de viscosidade dos géis de fécula de batata, nas concentrações de 1%, 2% e 3%.

TABELA 3 Parâmetros da viscosidade dos géis de fécula de batata para as concentrações de 1%, 2% e 3%.

Parâmetros da viscosidade	Fécula de batata		
	1%	2%	3%
Viscosidade inicial (cP)	93,5	626,0	863,0
Viscosidade a 4 minutos (cP)	87,5	600,0	870,3
Viscosidade a 95°C inicial (cP)	53,5	280,0	431,3
Viscosidade a 95°C final (cP)	84,0	288,0	390,0
Viscosidade a 95°C máxima (cP)	86,5	289,5	431,3
Viscosidade mínima a 95°C (cP)	54,0	276,0	386,5
Viscosidade final a 25°C (cP) ciclo de resfriamento	231,0	539,0	744,0
Set-back (cP)	177,0	263,0	357,5

Já a Figura 4 apresenta as curvas de viscosidade para os géis de fécula de batata a 1% (a), a 2% (b) e a 3% (c).

Observa-se, que inicialmente, à temperatura de 25°C, o gel de fécula de batata a 1% apresentou menor viscosidade em relação aos géis com 2% e 3% de fécula de batata. Com o aumento da temperatura no ciclo de aquecimento a 25°C para 95°C, houve uma redução na viscosidade observada em todos os géis. Quando a temperatura atingiu 95 °C, o gel a 3% de fécula de batata apresentou maior viscosidade em relação ao gel com 1% e 2% e a 2% maior que a 1%.

Mantendo-se esta temperatura, observa-se que os géis a 1% e 2% de fécula de batata apresentaram pequeno aumento na viscosidade, não ocorrendo o mesmo para o gel a 3% de fécula de batata, que apresentou uma pequena diminuição na viscosidade. Essa diminuição pode ser explicada pelo alinhamento das moléculas de amilose.

Com a diminuição da temperatura no ciclo de resfriamento, observa-se que todas as amostras analisadas apresentaram um aumento na viscosidade. Quando a temperatura atingiu 25°C, no final do teste, o gel a 3% de fécula de batata apresentou o maior valor para viscosidade em relação aos géis com 2% e 1% de fécula de batata. Esse aumento na viscosidade pode ser explicado pelo comportamento das pastas de amido que, a baixas temperaturas, apresentam a retrogradação, ou seja, um rearranjo das moléculas. Esta tendência à retrogradação, também denominada de “set-back”, pode ser determinada pela diferença entre as viscosidades mínima a 95°C e final (Ciacco & Cruz, 1982).

É importante observar que a temperatura de 70°C utilizada na obtenção dos géis provavelmente ocasionou gelatinização completa dos grânulos de fécula de batata e, conseqüentemente não houve aumento na viscosidade quando os géis foram aquecidos até 95°C (Figura 4).

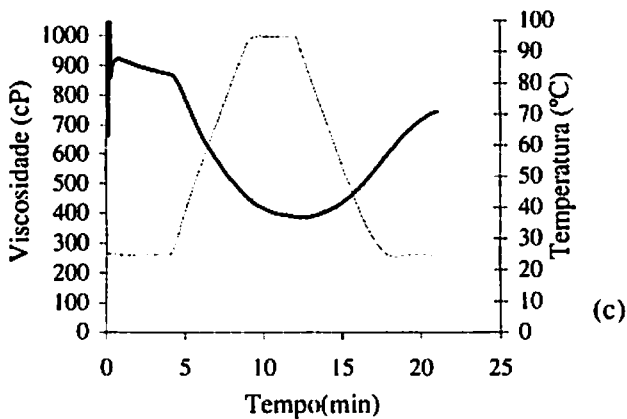
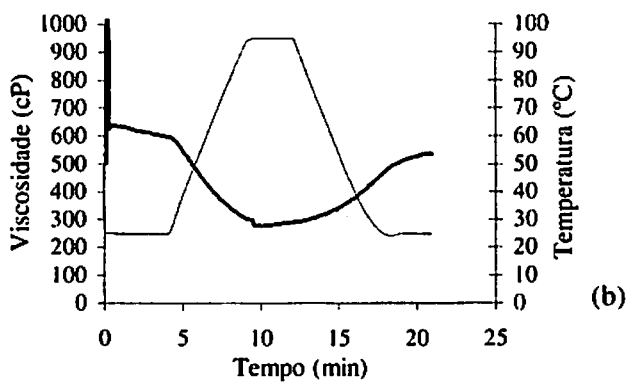
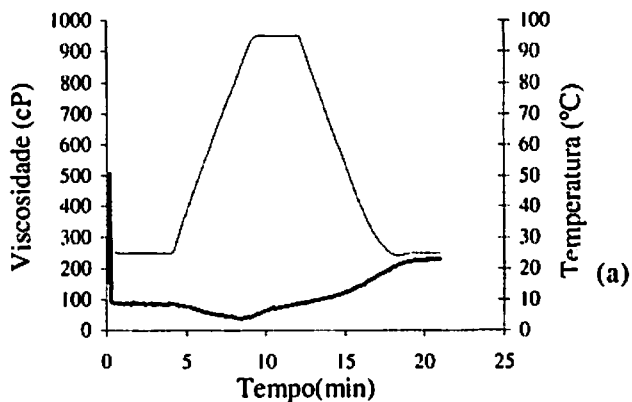


FIGURA 4 Representação gráfica das curvas de viscosidade (cP)(—) e da temperatura (°C)(---), em função do tempo (min), para gel de fécula de batata a 1% (a), a 2% (b) e 3% (c).

A Tabela 4 apresenta os valores médios dos parâmetros da viscosidade para o gel de fécula de mandioca nas concentrações de 1%, 2% e 3%.

TABELA 4 Parâmetros da viscosidade para gel de fécula de mandioca, nas concentrações de 1%, 2% e 3%.

Parâmetros da viscosidade	Fécula de mandioca		
	1%	2%	3%
Viscosidade inicial (cP)	13,0	164,0	293,5
Viscosidade a 4 minutos (cP)	9,0	101,0	265,0
Viscosidade a 95°C inicial (cP)	8,0	53,0	111,5
Viscosidade a 95°C final (cP)	9,0	56,5	111,0
Viscosidade mínima a 95°C	6,0	54,5	109,0
Viscosidade final a 25°C (cP) ciclo de resfriamento	6,0	117,0	282,0
Set-back (cP)	0	52,5	173,0

Na Figura 5 encontram-se os gráficos com as curvas de viscosidade para os géis obtidos com fécula de mandioca a 1% (a), a 2% (b) e a 3% (c).

Pode-se observar que, à temperatura de 25°C, a viscosidade inicial foi maior para o gel a 3% de fécula de mandioca em relação aos demais. Com o aumento da temperatura até 95°C ocorreu uma queda abrupta na viscosidade para os géis com 2% e, principalmente com 3% de fécula, não ocorrendo o mesmo com a viscosidade do gel a 1% de fécula de mandioca que praticamente manteve-se constante. Mantendo a temperatura de 95°C, houve um pequeno aumento na viscosidade para todos os géis. No ciclo de resfriamento, houve aumento da viscosidade para os géis com 2% e 3% de fécula de mandioca. Para o gel com 3% de fécula de mandioca, esse aumento ocorreu de forma abrupta. No entanto, pode-se observar que a diferença entre a viscosidade mínima obtida a 95°C e a viscosidade final, ou seja, o “set-back”, foi superior para o gel a 3%, porém não tão pronunciado para o gel de 2%. Esse fato pode ser explicado pelo processo de retrogradação, ou seja, o aumento da cristalização devido ao rearranjo das moléculas de amilose.

Diante destes resultados, a temperatura de 70°C parece ter sido suficiente para gelatinizar os amidos de mandioca e de batata, o que não ocorreu para o amido de milho na concentração de 3%. Foi observado também que quanto maior a concentração de amido, maior aumento da viscosidade durante o resfriamento e, conseqüentemente, maior retrogradação das moléculas.

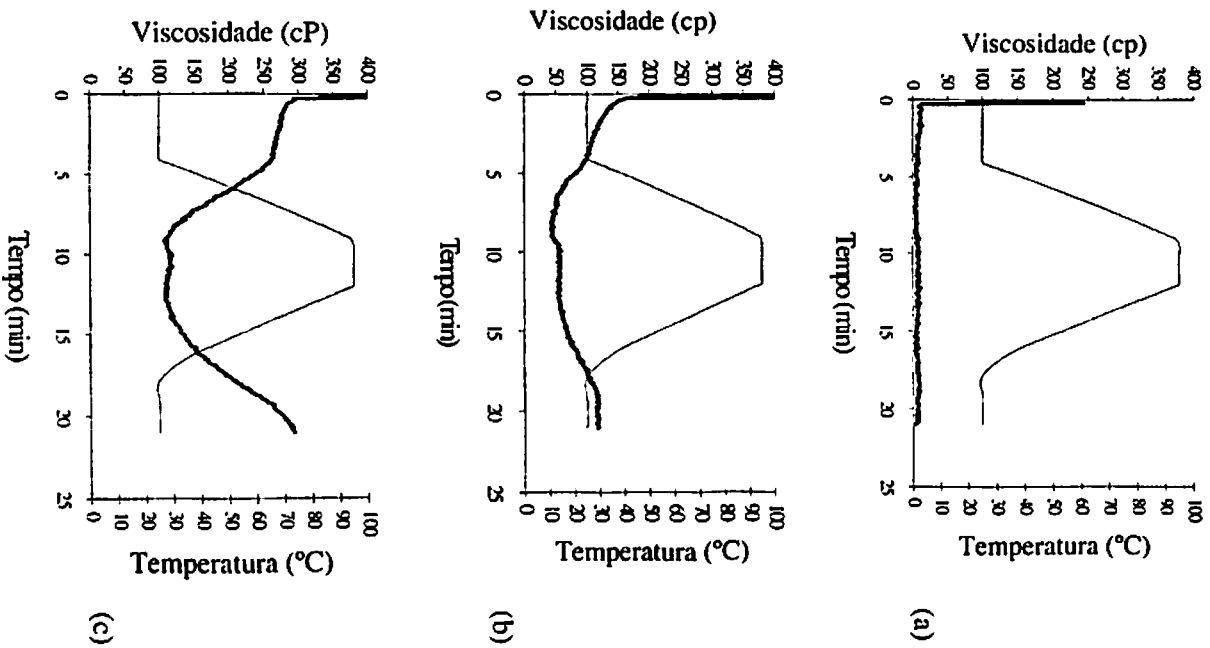


FIGURA 5 Representação gráfica das curvas de viscosidade (cp)(—) e da temperatura (°C)(---), em função do tempo (min), para gel de fécula de mandioca a 1% (a), 2% (b) e 3% (c).

4.2 Secagem dos biofilmes

4.2.1 Experimento 1

O gráfico da Figura 6 representa os valores do momento de inércia para os filmes de amido de milho, nas concentrações de 1%, 2% e 3%. Observa-se que os valores do momento de inércia para FAM2 são bem discrepantes em relação a FAM1 e FAM3. Isso demonstra o que alguns pesquisadores afirmam: os filmes à base de amido são difíceis de serem analisados, pois, por tratarem-se de material biológico, apresentam-se bastante inconstantes e os fatores ambientais, como temperatura e umidade relativa, influenciam bastante nas suas propriedades. Outra explicação para tal observação seria a evaporação da água no início do processo de secagem das soluções na formação dos filmes, ou seja, característica do próprio material.

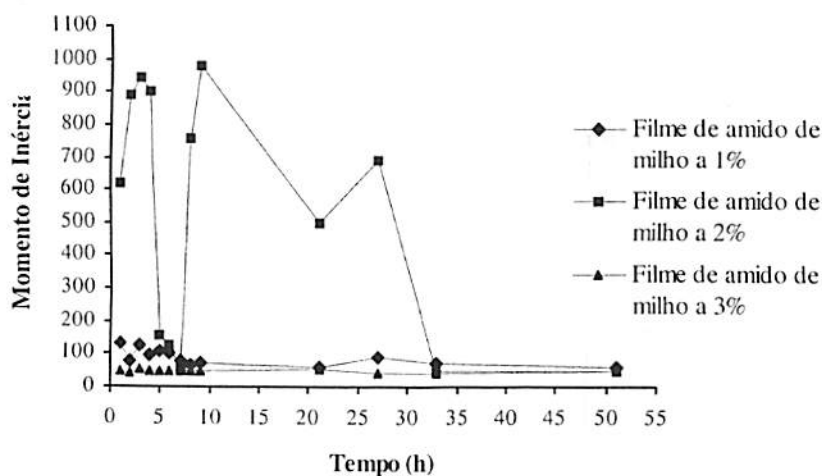


FIGURA 6 Representação gráfica dos valores do momento de inércia (MI) para filmes de amido de milho (FAM), para as concentrações de 1%, 2% e 3%, em função do tempo (h) de secagem.

Já a Figura 7 apresenta o gráfico com os valores do momento de inércia para filmes de fécula de batata a 1%, a 2% e a 3%. Observa-se que FFB2 e FFB3 apresentaram valores para o momento de inércia bem próximos e regulares ao longo do tempo de secagem. Os valores para o momento de inércia de FFB1 foram discrepantes, com picos de leitura bem elevados e outros baixos e maior estabilidade após as vinte horas de secagem.

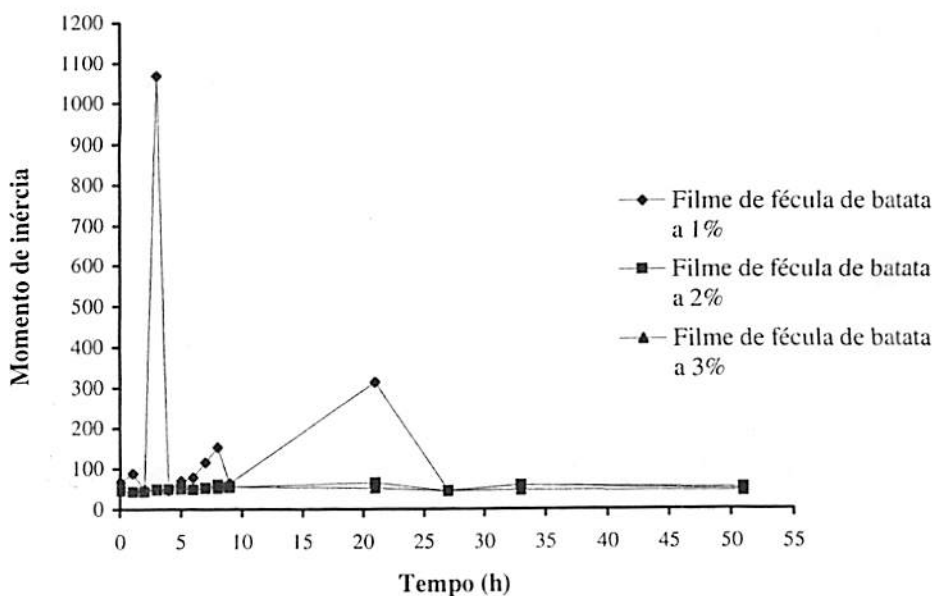


FIGURA 7 Representação gráfica dos valores do momento de inércia (MI), para filmes de fécula de batata nas concentrações de 1%, 2% e 3%, em função do tempo (h) de secagem.

O gráfico da Figura 8 representa os valores para o momento de inércia durante a secagem das soluções na elaboração dos filmes à base de fécula de mandioca, nas concentrações de 1%, 2% e 3%. Pela mesma figura, pode-se observar que o processo de secagem foi mais estável para FFM3, diferindo de FFM1 e FFM2 que apresentaram processo de secagem mais instável, ou seja, com valores do momento de inércia bem discrepantes nas vinte primeiras horas de análise. Essa oscilação nos valores do momento de inércia após as 20 horas de secagem provavelmente está relacionada à oscilação na umidade relativa do ar.

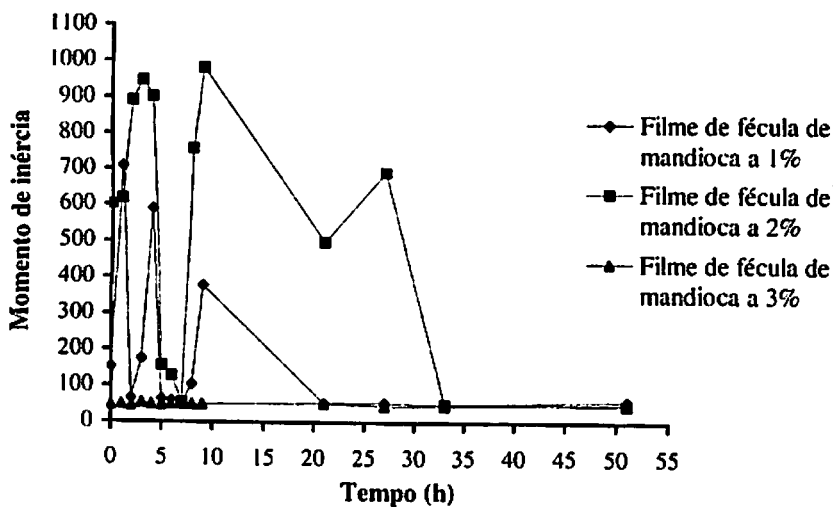


FIGURA 8 Representação gráfica dos valores do momento de inércia (MI), para filmes de fécula de mandioca para as concentrações de 1%, 2% e 3%, em função do tempo (h) de secagem.

4.2.2 Experimento 2

O gráfico da Figura 9 representa os valores para o momento de inércia dos filmes de amido de milho nas concentrações de 1%, 2% e 3%. Os valores médios para o momento de inércia (MI) de FAM1, FAM2 e FAM3 foram 25,86, 24,52 e 20,72, respectivamente, no intervalo de tempo analisado (Figura 9). Observa-se que os valores para o momento de inércia mantiveram-se constantes apenas para FAM1, diferentemente de FAM2 e FAM3.

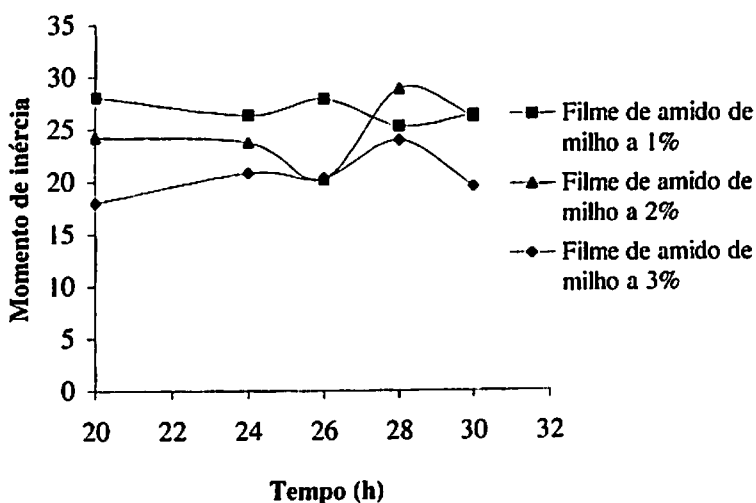


FIGURA 9 Representação gráfica dos valores do momento de inércia (MI), para filmes de amido de milho para as concentrações de 1%, 2% e 3%, em função do tempo (h) de secagem.

Para FAM2, o momento de inércia manteve-se constante até as 24 horas. Em seguida, decaiu bruscamente, próximo às 26 horas, apresentando um aumento pronunciado até às 28 horas; a partir daí diminuiu, ficando próximo de 27. Já FAM3 apresentou, inicialmente, elevação para o momento de inércia até às 24 horas, ocorrendo uma diminuição mínima do MI e aumento até às 28 horas, apresentando nova diminuição para o momento de inércia ao final.

A Figura 10 apresenta o gráfico com os valores para o momento de inércia dos filmes de fécula de batata nas concentrações de 1%, 2% e 3%.

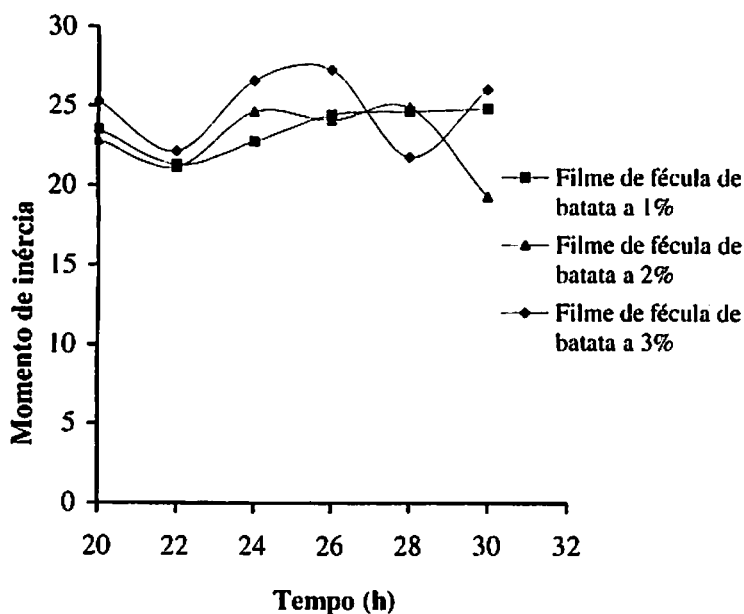


FIGURA 10 Representação gráfica dos valores do momento de inércia (MI), para filmes de fécula de batata para as concentrações de 1%, 2% e 3%, em função do tempo (h) de secagem.

Os valores médios do momento de inércia para FFB1, FFB2 e FFB3 foram de 23,57, 22,81 e 24,82, respectivamente (Figura 10).

Jansson & Thuvander (2004), trabalhando com filmes de amido de batata, relataram que o tempo de secagem variou de acordo com a espessura dos filmes, tendo os filmes de espessura de 0,02 mm alcançando estabilidade a partir das 27 horas de secagem, valor este próximo aos obtidos no presente experimento. No entanto, vale lembrar que os dados foram obtidos até as 30 horas de secagem, quando os filmes já se apresentavam secos e destacando-se facilmente das placas.

O gráfico da Figura 11 representa o momento de inércia dos filmes de fécula de mandioca, nas concentrações de 1%, 2% e 3%.

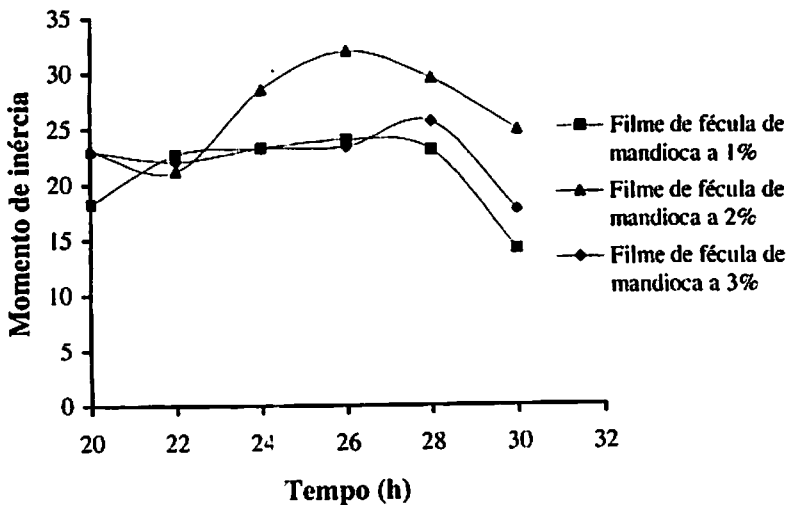


FIGURA 11 Representação gráfica dos valores do momento de inércia (MI), para filmes de fécula de mandioca para as concentrações de 1%, 2% e 3% de amido, ao longo do tempo (h) de secagem.

Observa-se, na Figura 11, que FFM2 apresentou maiores valores para momento de inércia em relação a FFM1 e FFM3 durante a realização da análise; houve um aumento brusco no MI após as 22 horas, atingindo pico máximo por volta das 26 horas, decrescendo lentamente ao final.

Já FFM1 e FFM3 apresentaram comportamento inicial diferente. O momento de inércia de FFM1 aumentou até às 22 horas, mantendo-se constante até às 28 horas, quando apresentou leve aumento com posterior diminuição ao final, chegando a valor próximo de 15. Ao contrário de FFM1, inicialmente, o momento de inércia para FFM3 manteve-se praticamente constante ao longo do tempo, até às 26 horas; a partir daí, aumentou levemente e diminuiu ao final.

4.3 Caracterização dos biofilmes

4.3.1 Espessura

A espessura de biofilmes é uma importante característica física, pois esta pode influenciar diretamente a aplicação do material. A análise estatística revelou que houve interação entre os tratamentos, ou seja, o teste foi significativo (Tabela 1A do Anexo A). A Figura 12 apresenta o gráfico com as equações de regressão para a espessura. Para filmes de amido de milho não houve interação para as concentrações de amido, sendo os valores descritos pela média. Em geral, pode-se observar que houve uma tendência de aumento da espessura, de acordo com a concentração de amido utilizada na fabricação dos filmes. O FFM3 apresentou a maior média para espessura.

Para se obter filmes com maiores espessuras tem-se a de opção adicionar uma maior massa à solução ou uma maior concentração da solução deve ser adotada.

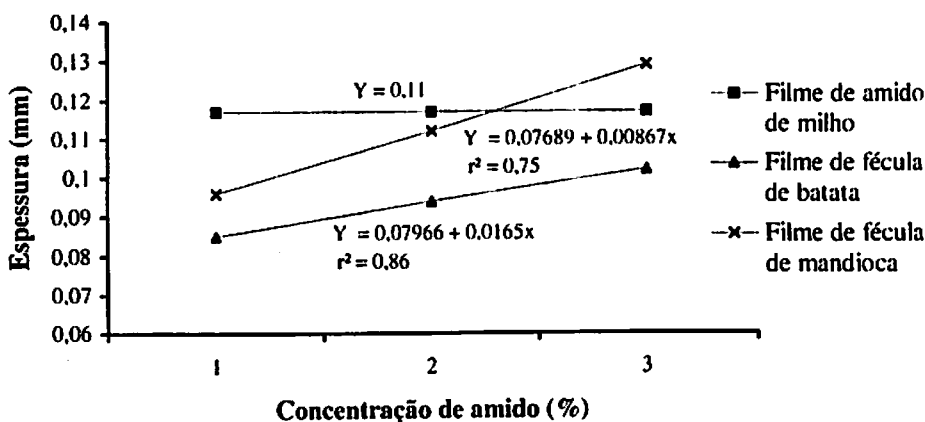


FIGURA 12 Representação gráfica e equações de regressão para a espessura (mm) dos filmes de amido de milho (FAM), fécula de batata (FFB) e fécula de mandioca (FFM), em função das concentrações de amido (%).

Jansson & Thuvander (2004) trabalharam com filmes de amido de batata. Para isso, utilizaram uma solução à base de amido de 18%, ou seja, uma solução bastante concentrada, e obtiveram filmes com uma espessura de 0,03 mm, 1 mm, e 2,6 mm. Para isso, colocaram quantidades diferentes em placas de petri de mesmo diâmetro para secagem, para avaliar a influência da espessura sobre as propriedades mecânicas dos filmes. Chegaram a conclusão de que as propriedades mecânicas, como deformação, foram afetadas mais significativamente pela espessura de 2 mm. Os mesmos autores afirmam que a espessura depende muito, também, do processo de secagem, mais precisamente da temperatura de secagem, pois, neste mesmo trabalho, avaliaram a formação dos filmes em diferentes temperaturas de secagem e verificaram que os filmes produzidos à temperatura de 23°C possuíam uma orientação molecular. Diante do exposto, verifica-se que a espessura de filmes depende de vários fatores,

inclusive do processo de obtenção do filme. São necessários maiores estudos acerca de tal propriedade.

4.3.2 Gramatura

A gramatura é uma informação de extrema importância para as indústrias de papel e filmes plásticos. É por meio deste dado que as empresas obtêm informações acerca da produção, tais como, matéria-prima e quantidade de filme produzida (Roto Flexo & Conversão, ?).

A análise estatística mostrou que houve interação entre os tratamentos e que foi altamente significativa (Tabela 1A do Anexo A). Os resultados da análise de regressão e o gráfico com as equações de regressão para gramatura são apresentados na Figura 13.

Em virtude dos filmes serem elaborados com diferentes concentrações de amido, houve um aumento da gramatura dos filmes de acordo com o aumento das concentrações de amido. Para filmes de amido de milho, observou-se taxa de aumento de 19,3 para cada unidade que se aumenta na concentração de amido, enquanto que FFB e FFM apresentaram taxas menores, próximas a 13 g.m^{-2} .

As maiores médias para gramatura foram verificadas para os filmes de amido de milho, na concentração de 3%. Ou seja, quanto maior a quantidade de amido utilizada nas soluções filmogênicas, maior o peso do filme por área, em metros quadrados. FAM3 apresentou um valor médio para gramatura de aproximadamente 70. Para se ter uma idéia deste valor, folhas de papel sulfite apresentam valor médio para gramatura de 75 g/m^{-2} .

Para filmes de amido de milho e fécula de batata não houve efeito significativo das concentrações de amido sobre o teor de água, sendo apresentado no gráfico o valor médio. Os resultados sugerem que o aumento na concentração de amido resulta em mais grupos hidrofílicos susceptíveis à interação com a água, pois há mais amido para absorver água. Os valores obtidos para o teor de água no presente trabalho foram inferiores aos obtidos por Mali et al., (2004) que analisaram o teor de água para filmes elaborados com amido de inhame, os quais variaram de 23,63% a 27,72%, em função da concentração de amido, ou seja, houve influência do teor de amido na propriedade analisada. É importante ressaltar que os filmes foram armazenados a 20°C e sob umidade relativa de 64%.

4.3.4 Capacidade de absorção de água

A análise de variância mostrou que houve efeito significativo das fontes de amido, concentrações e interação fontes de amido x concentração (Tabela 1A do Anexo A) para a capacidade de absorção de água (CAA) dos filmes. Para filmes de amido de milho, não houve efeito significativo da concentração de amido sobre o teor de umidade, sendo o valor descrito pela média (Figura 15).

Observa-se, pela Figura 15, que os filmes de fécula de mandioca que, segundo a literatura, possuem menor teor de amilose, apresentaram maior capacidade de absorção de água, seguidos por FFB e FAM. Houve decréscimo significativo na CAA, em função das concentrações de amido, sendo que, para FFM, ocorreu decréscimo médio de 199,6% para cada 1% que se aumentou na concentração de amido.

É importante ressaltar que, a capacidade de absorção de água dos filmes apresentou valores altíssimos, entre 600% e 1.400%. Uma possível explicação para tais dados é que, a 70°C, a temperatura de elaboração dos filmes, os grânulos de amido não se gelatinizaram por completo e podem manter a

Em geral, não houve aumento linear do teor de água com aumento da concentração de amido, fato observado apenas para filmes de fécula de mandioca, ou seja, o filme fabricado com fécula de mandioca proporcionou incremento médio de 4,04% para cada 1% que se aumenta na concentração de amido.

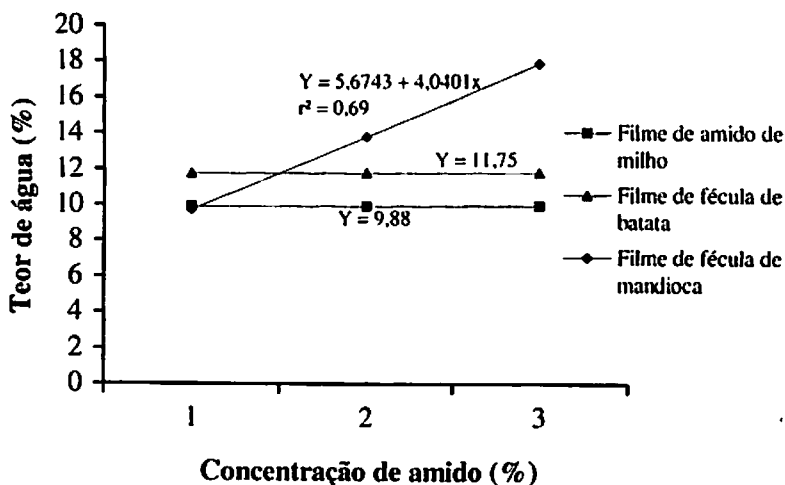


FIGURA 14 Representação gráfica e equações de regressão para o teor de água (b.s), em função da concentração de amido para filmes de amido de milho (FAM), filmes de fécula de batata (FFB) e filmes de fécula de mandioca (FFM).

Para filmes de amido de milho e fécula de batata não houve efeito significativo das concentrações de amido sobre o teor de água, sendo apresentado no gráfico o valor médio. Os resultados sugerem que o aumento na concentração de amido resulta em mais grupos hidrofílicos susceptíveis à interação com a água, pois há mais amido para absorver água. Os valores obtidos para o teor de água no presente trabalho foram inferiores aos obtidos por Mali et al., (2004) que analisaram o teor de água para filmes elaborados com amido de inhame, os quais variaram de 23,63% a 27,72%, em função da concentração de amido, ou seja, houve influência do teor de amido na propriedade analisada. É importante ressaltar que os filmes foram armazenados a 20°C e sob umidade relativa de 64%.

4.3.4 Capacidade de absorção de água

A análise de variância mostrou que houve efeito significativo das fontes de amido, concentrações e interação fontes de amido x concentração (Tabela 1A do Anexo A) para a capacidade de absorção de água (CAA) dos filmes. Para filmes de amido de milho, não houve efeito significativo da concentração de amido sobre o teor de umidade, sendo o valor descrito pela média (Figura 15).

Observa-se, pela Figura 15, que os filmes de fécula de mandioca que, segundo a literatura, possuem menor teor de amilose, apresentaram maior capacidade de absorção de água, seguidos por FFB e FAM. Houve decréscimo significativo na CAA, em função das concentrações de amido, sendo que, para FFM, ocorreu decréscimo médio de 199,6% para cada 1% que se aumentou na concentração de amido.

É importante ressaltar que, a capacidade de absorção de água dos filmes apresentou valores altíssimos, entre 600% e 1.400%. Uma possível explicação para tais dados é que, a 70°C, a temperatura de elaboração dos filmes, os grânulos de amido não se gelatinizaram por completo e podem manter a

integridade, capazes de continuar a absorção de água. Talvez para evitar isto é que Pérez-Gago & Krochta (2001) sugerem que uma temperatura superior a 100°C seja empregada na elaboração de filmes à base de amido de milho.

Vila (2004), trabalhando com filmes à base de fécula de mandioca no recobrimento de goiabas Pedro Sato, visando uma maior vida pós-colheita dos frutos, observou que os filmes nas concentrações de 3% e 4%, com o passar dos dias de armazenamento, apresentaram-se inchados e com rachaduras, destacando-se facilmente dos frutos, perdendo a sua funcionalidade. Ou seja, os filmes absorveram água durante o experimento, devido à umidade utilizada. Quanto às rachaduras, estas estariam relacionadas ao fenômeno da retrogradação que ocorre quando amido gelatinizado é submetido a temperaturas baixas. No caso, a temperatura utilizada no experimento foi de 10°C, ou seja, ocorre uma maior cristalização das moléculas e, com isso, há expulsão da água presente no material, tornando-o mais quebradiço, com presença de rachaduras.

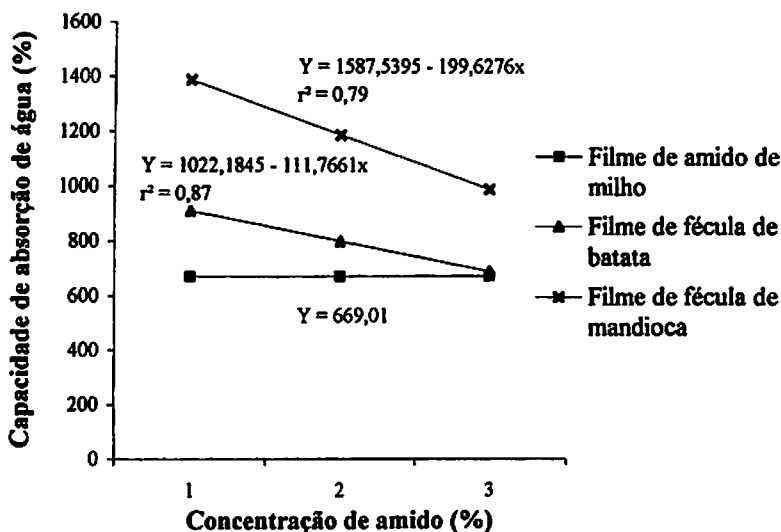


FIGURA 15 Representação gráfica e equações de regressão para a capacidade de absorção de água (%) para os filmes de amido de milho (FAM), fécula de batata (FFB) e fécula de mandioca (FFM), em função da concentração de amido (%).

4.3.5 Solubilidade dos biofilmes em água

A solubilidade em água (%) tem sido bastante estudada por pesquisadores para a caracterização de filmes à base de polímeros naturais, como o amido (Bengtsson et al., 2003; Thiré et al., 2004). Esta é uma característica que pode condicionar o uso ou não do filme em determinado meio.

Os filmes analisados no presente trabalho apresentaram pouca solubilidade em água, em contraste com a absorção de água que apresentou valores mais elevados. A análise estatística mostrou que houve efeito significativo somente para fontes de amido (Tabela 1A do Anexo A). Os valores médios para a solubilidade dos filmes em água (Tabela 5) indicam que foram

Tápia-Blácido et al. (2005) trabalharam com filmes de farinha de amaranto na concentração de 4%. Para a solubilidade em água os valores ficaram em torno de 42,25%. Resultado bem superior aos do presente trabalho. Vale lembrar que na farinha de amaranto há outros componentes além do amido, como proteínas, lipídios, etc.

TABELA 5 Valores de solubilidade dos biofilmes em água, em função das fontes de amido.

Fontes de amido	Solubilidade em água (%) ¹
FAM	0,02 a,b
FFB	0,01 a
FFM	0,03 b

¹Médias seguidas de mesma letra, na coluna, não diferiram entre si pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade.

4.3.6 Teste de punctura e deformação

A força de punctura e a deformação foram influenciadas pelas diferentes fontes de amido, pela concentração de amido e pela interação tipo x concentração (Tabela 2A do Anexo A).

A Figura 16 apresenta o gráfico comparativo das equações de regressão para a força de punctura dos FAM, FFB e FFM em função da concentração de amido.

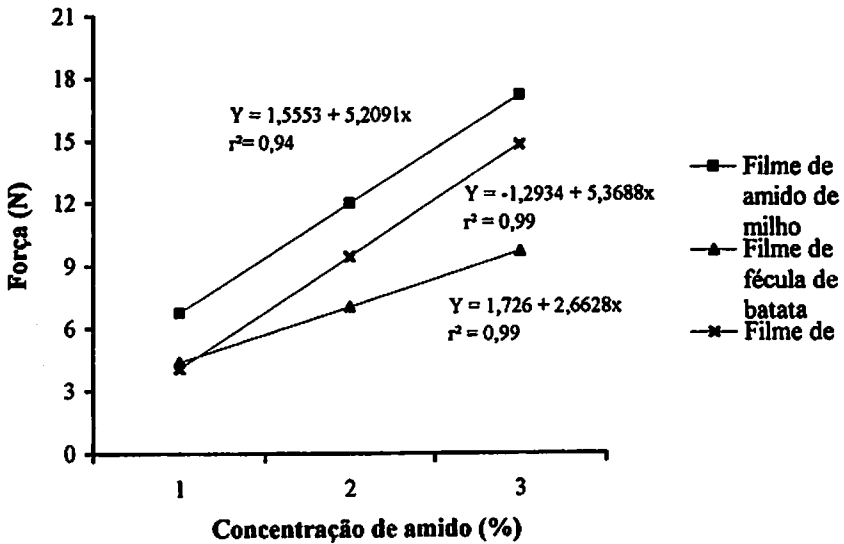


FIGURA 16 Representação gráfica e equações de regressão para força de punctura (N) dos filmes de amido de milho (FAM), fécula de batata (FFB) e fécula de mandioca (FFM), em função das concentrações de amido (%).

Porém, os dados do presente trabalho indicam o contrário ou seja, os biofilmes que apresentaram maior força de punctura apresentaram também maior deformação. Talvez o fato dos biofilmes de amido de milho ter apresentado menor teor de umidade, seriam mais resistentes, ou seja, menor teor de água maior cristalização da superfície conseqüentemente maior resistência.

4.3.7 Diferença de cor

Em geral, os filmes obtidos com amido de milho, fécula de batata e fécula de mandioca nas concentrações 1%, 2% e 3% apresentaram-se transparentes, flexíveis e brilhosos.

Verificou-se efeito significativo das fontes de amido sobre a diferença de cor dos filmes e não significativo para concentração e interação entre concentração e tipo de amido (Tabela 2A do Anexo A).

A Tabela 6 apresenta as médias para a diferença de cor em função das diferentes fontes de amido, na qual pode ser verificado que os filmes de fécula de mandioca apresentaram maior coloração que os filmes de amido de milho (FAM) e filmes de fécula de batata (FFB), independente da concentração utilizada.

TABELA 6 Quadro de médias¹ para a diferença de cor de biofilmes de amido de milho (FAM), fécula de batata (FFB) e fécula de mandioca (FFM).

Fontes de amido	Diferença de cor (ΔE^*)
FAM	3,05 a
FFB	3,18 a
FFM	3,35 b

¹ Médias seguidas de mesma letra na coluna não diferiram entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

Na Figura 19 estão apresentadas as fotomicrografias dos filmes de fécula de batata, nas concentrações de 1% (a), 2% (b) e 3% (c).

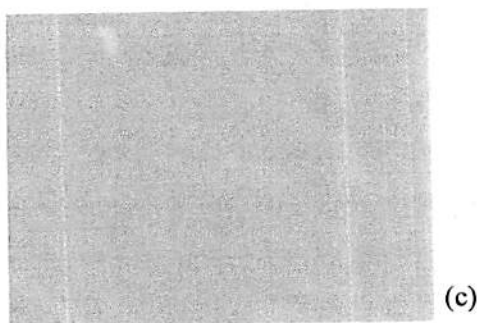
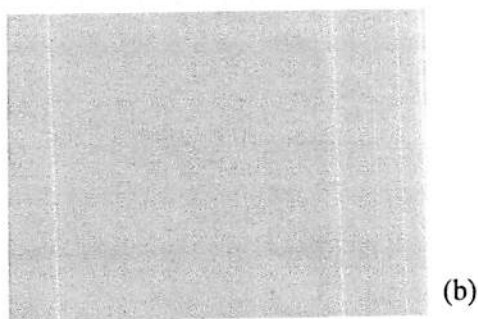
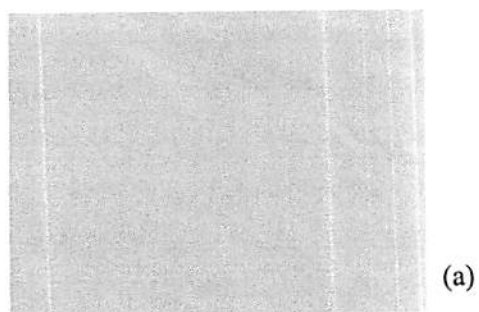


FIGURA 19 Fotomicrografia dos filmes de fécula de batata nas concentrações de 1% (a), 2% (b) e 3% (c).

Porém, os dados do presente trabalho indicam o contrário ou seja, os biofilmes que apresentaram maior força de punctura apresentaram também maior deformação. Talvez o fato dos biofilmes de amido de milho ter apresentado menor teor de umidade, seriam mais resistentes, ou seja, menor teor de água maior cristalização da superfície conseqüentemente maior resistência.

4.3.7 Diferença de cor

Em geral, os filmes obtidos com amido de milho, fécula de batata e fécula de mandioca nas concentrações 1%, 2% e 3% apresentaram-se transparentes, flexíveis e brilhosos.

Verificou-se efeito significativo das fontes de amido sobre a diferença de cor dos filmes e não significativo para concentração e interação entre concentração e tipo de amido (Tabela 2A do Anexo A).

A Tabela 6 apresenta as médias para a diferença de cor em função das diferentes fontes de amido, na qual pode ser verificado que os filmes de fécula de mandioca apresentaram maior coloração que os filmes de amido de milho (FAM) e filmes de fécula de batata (FFB), independente da concentração utilizada.

TABELA 6 Quadro de médias¹ para a diferença de cor de biofilmes de amido de milho (FAM), fécula de batata (FFB) e fécula de mandioca (FFM).

Fontes de amido	Diferença de cor (ΔE^*)
FAM	3,05 a
FFB	3,18 a
FFM	3,35 b

¹ Médias seguidas de mesma letra na coluna não diferiram entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

4.3.8 Microscopia eletrônica de varredura

Na Figura 18 encontram-se as fotomicrografias dos filmes de amido de milho (FAM), nas concentrações de 1% (a), 2% (b) e 3% (c), respectivamente.

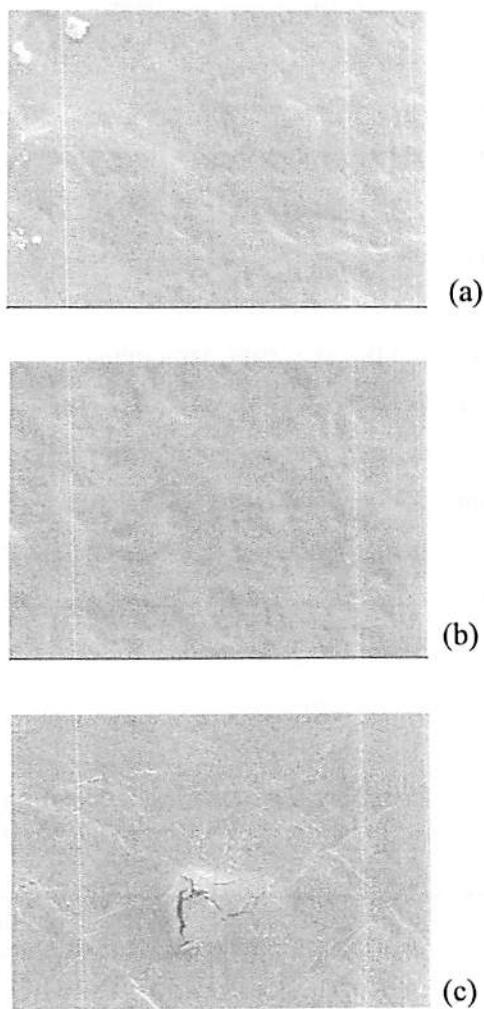


FIGURA 18 Fotomicrografia dos filmes de amido de milho nas concentrações de 1% (a), 2% (b) e 3% (c).

Na Figura 18(c) é fácil visualizar que a superfície do filme apresenta trincas ou rachaduras. Provavelmente, as rachaduras devem-se a um maior grau de cristalização da matriz amilácea ocasionada durante a secagem do material e ainda relacionada à temperatura de elaboração dos géis, que foi de 70°C. Esta temperatura, provavelmente não foi suficiente para a gelatinização completa dos grânulos de amido como já discutido nos gráficos de viscosidade (Figura 3). A presença de trincas pode comprometer as propriedades de barreira do material. Thiré et al. (2003) utilizaram a microscopia de força atômica e a microscopia de luz para investigar a superfície morfológica de filmes de amido de milho submetidos a diferentes tempos de gelatinização. Com a microscopia de luz, constatou-se que a superfície dos filmes com tempo de gelatinização de 5 minutos consistia de uma matriz irregular de aspecto disperso com variadas formas e tamanhos. De acordo com os autores, as condições de preparo da solução filmogênica, ou seja, o aquecimento a 95°C por 5 minutos não foi suficiente para promover uma completa ruptura dos grânulos de amido. O filme analisado apresentou partículas resultantes da dissolução parcial dos grânulos de amido e que lembram os grânulos originais, recebendo a denominação de imagem ou fantasma.

As Figuras 18(a), 18(b) e 18(c) apresentam uma matriz contínua, variando o relevo da superfície de acordo com a concentração de amido de milho, diferindo dos dados apresentados por Thiré et al. (2003). Em geral, a superfície dos filmes apresentou uma rugosidade, mais ressaltada nos filmes de concentração a 3% de amido de milho. A presença de rugosidade na superfície de filmes de amido pode estar relacionada com uma fase de separação da amilose e amilopectina e, ainda, da cristalinidade, também relacionada com as condições ambientais às quais as soluções foram submetidas para a secagem, o que pode ter ocorrido para os FAM3.

Na Figura 19 estão apresentadas as fotomicrografias dos filmes de fécula de batata, nas concentrações de 1% (a), 2% (b) e 3% (c).

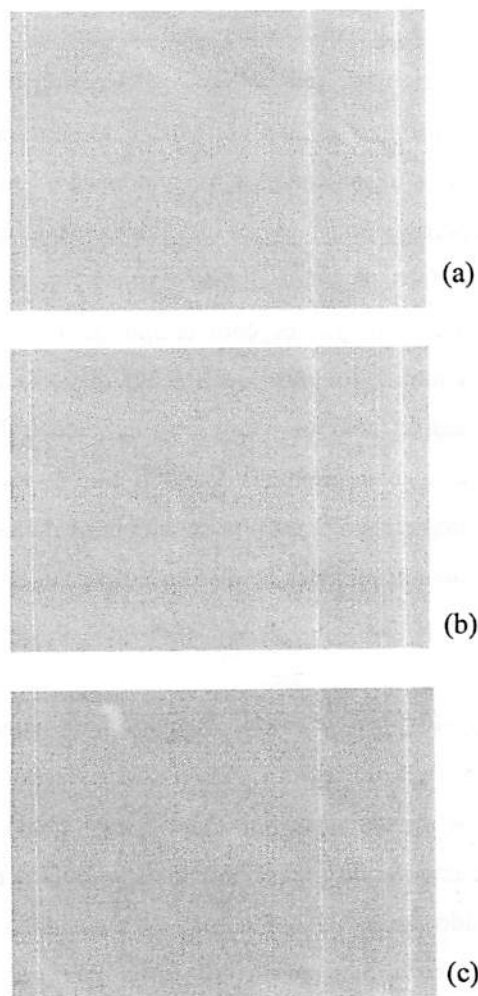



FIGURA 19 Fotomicrografia dos filmes de fécula de batata nas concentrações de 1% (a), 2% (b) e 3% (c).



Bengtsson et al. (2003) utilizaram a microscopia eletrônica de varredura no monitoramento da superfície de filmes de amido de batata. Pelas fotomicrografias dos filmes observaram uma superfície bastante homogênea e lisa. Pelas Figuras 19(a), 19(b) e 19(c), nota-se que os filmes à base de fécula de batata não apresentaram superfície rugosa, apenas levemente ondulada. Esses resultados coincidem com os resultados de Bengtsson et al. (2003), observados em filmes de amido de batata.

As fotomicrografias dos filmes de fécula de batata apresentaram filmes com estrutura específica, ou seja, homogênea e superfície levemente lisa, sem rugosidade e trincas.

A Figura 20 apresenta as fotomicrografias dos filmes de fécula de mandioca nas concentrações de 1% (a), 2% (b) e 3% (c).

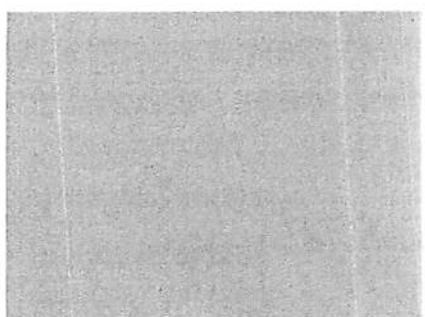
Nas Figuras 20(a), 20(b) e 20(c) nota-se que não ocorreu formação de trincas ou falhas na superfície dos filmes. Os filmes apresentaram superfície bastante homogênea e lisa. O que se pode observar é que FFM1 apresentou a superfície aparentemente menos compacta que FFM2 e FFM3.

Observa-se, pelas fotomicrografias de FAM, FFB e FFM, que estes últimos apresentam uma superfície muito mais lisa e homogênea, quando comparados a FAM e FFB. Isso se deve, principalmente, à temperatura de elaboração dos géis, que foi suficiente para a completa gelatinização da fécula de mandioca, contribuindo para a formação de uma superfície mais homogênea dos filmes. Diante dos resultados, pode-se observar que existe diferença quanto à superfície dos filmes estudados.

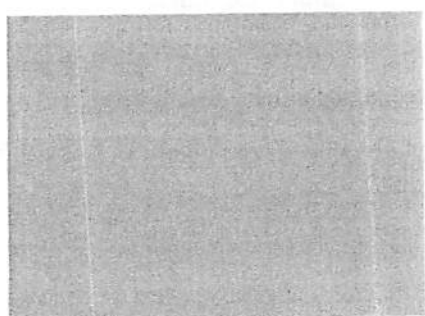
A técnica de microscopia eletrônica de varredura poderia ser recomendada para análise das características morfológicas dos filmes à base de amido.



(a)



(b)



(c)

FIGURA 20 Fotomicrografia dos filmes de fécula de mandioca, nas concentrações de 1% (a), 2% (b) e 3% (c).

4.3.9 Ângulo de contato

As medidas de ângulo de contato foram realizadas com intervalos de tempo de 0,5s, por causa da absorção imediata da gota de água pela superfície dos filmes observada em pré-teste.

A análise de regressão foi significativa para o ângulo de contato (Tabela 2A do Anexo A). No gráfico da Figura 21 observa-se o comportamento das médias estimadas para o ângulo de contato e as equações de regressão para FAM, FFB e FFM, nas concentrações de 1%, 2% e 3%.

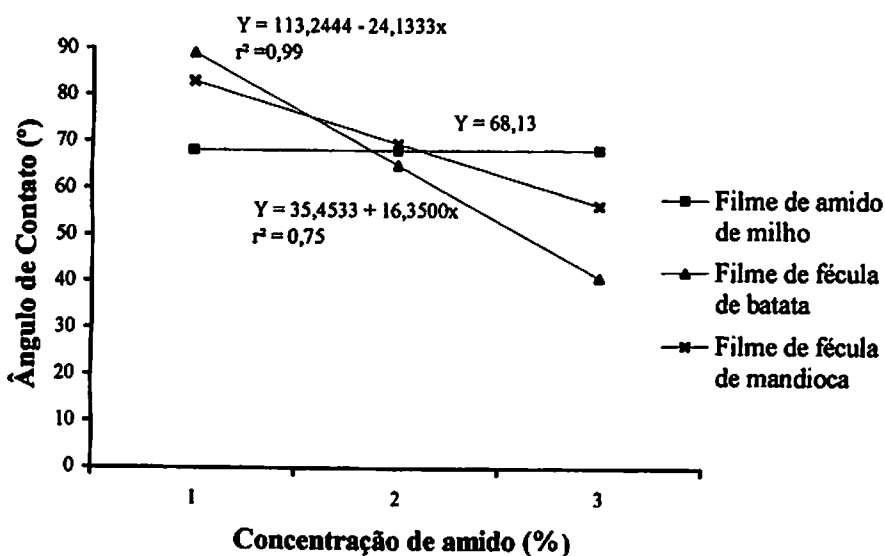


FIGURA 21 Representação gráfica e equações de regressão para o ângulo de contato (°) dos filmes de amido de milho (FAM), filmes de fécula de batata (FFB) e filmes de fécula de mandioca (FFM), em função da concentração de amido (%).

Para filmes de amido de milho não houve efeito significativo da concentração de amido sobre o ângulo de contato, sendo o valor descrito pela média (Figura 21).

Observa-se, na Figura 21, que o ângulo de contato para filmes de fécula de batata e filmes de fécula de mandioca diminuiu com o aumento da concentração de amido. O ângulo de contato para FFB3 foi de, aproximadamente, 41°.

De acordo com Mali et al. (2004), uma maior concentração de amido proporciona uma matriz amilácea com maior número de grupos hidrofílicos, ou seja, haveria maior interação desses grupos com a água. Logo, observa-se que o ângulo de contato da água com a superfície dos filmes diminuiu, o que poderia estar relacionado à absorção da gota de água pela superfície do filme, conseqüentemente menor ângulo de contato.

Para Thiré et al. (2004), os plásticos de amido apresentam a característica de hidrofílicidade, o que proporciona uma limitação tecnológica. Os filmes absorvem água facilmente e se incham, o que pode resultar em perda nas suas propriedades mecânicas, entre outras (Rindlav-Westling et al., 1998; Hulleman et al., 1999; Thiré et al., 2004).

Bialopiotrowicz (2003) analisou o ângulo de contato para diferentes líquidos (água, glicerol, formamida, etileno glicol, diiodometano e polimetila metacrilato) em filmes à base de amido de milho e fécula de batata, em diferentes concentrações (2%, 4%, 6%, 8%, 10% e 12%) e observou que, para os filmes de amido de milho, o ângulo de contato diminuiu linearmente com o aumento da concentração de amido, contrariamente aos resultados obtidos neste trabalho. Já para os filmes à base de fécula de batata, os valores para o ângulo de contato foram maiores em relação ao ângulo de contato dos filmes de amido de milho, mas também decresceram linearmente com o aumento da concentração de fécula. De acordo com os resultados, o ângulo de contato da água com a

superfície do filme de amido de milho foi, em média, de 54° e, para os filmes de fécula de batata, foi, em média, de 53°. Diante dos resultados, o autor realizou vários outros testes estatísticos para verificar uma melhor performance da relação ângulo de contato e conteúdo de amido, chegando à conclusão de que há uma correlação linear entre o ângulo de contato e a concentração de amido.

É interessante ressaltar que a análise é mais precisa nos minutos iniciais, porque a absorção da gota não está intensificada.

5 CONCLUSÕES

Diante dos resultados, pôde-se concluir que:

- ✓ as propriedades dos filmes analisadas foram afetadas pela fonte e concentração de amido;
- ✓ a viscosidade foi maior para os géis elaborados na concentração de 3% de amido e menor para 1%;
- ✓ a técnica do *bio-speckle laser* foi satisfatória no acompanhamento da secagem dos biofilmes;
- ✓ para cada fonte, o aumento do teor de água nos níveis experimentais levou a um aumento da força de punctura e na deformação na ruptura.
- ✓ os teores de água, capacidade de absorção e solubilidade em água foram maiores para filmes de fécula de mandioca;
- ✓ gramatura e espessura foram maiores para filmes de amido de milho. Filmes elaborados na concentração de 2% apresentam tendência a serem mais coloridos que a 1%. Filmes elaborados com fécula de mandioca apresentam-se mais coloridos;
- ✓ filmes de amido de milho apresentam maior força de punctura e deformação e menores teores de umidade;
- ✓ nas condições empregadas para medição da força de ruptura e deformação na ruptura, verificou-se um aumento da deformação com aumento da força de ruptura para todos os materiais testados;
- ✓ quanto às imagens dos filmes, os de fécula de mandioca apresentaram a superfície topográfica mais homogênea em relação aos de fécula de batata e de amido de milho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABURTO, J. et al. Properties of octanoated starch and its blends with polyethylene. *Carbohydrate Polymers*, v.34, n.1-2, p.101-112, 1999.

ALMEIDA, K. Laser: Mineiros estudam novas aplicações. *Revista Minas Faz Ciência*, Belo Horizonte, v. 1, n.16, p. 17-19, set./nov. 2003.

ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS.
Official methods of the association of the agriculture chemists. 15 ed.
Washington, D.C., v. 2, 1990.

AZEREDO, H.M.C.; FARIA, J.A.F.; AZEREDO, A.M.C. Embalagens ativas para alimentos. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, v. 20, n. 3, p. 337-341, set./dec. 2000.

BENGTSSON, M.; KOCH, K.; GATENHOLM, P. Surface octanoylation of high-amylose potato starch films. *Carbohydrate Polymers*, v.54, p.1-11, 2003.
Disponível em: <<http://www.elsevier.com/carbpol>>. Acesso em: 06 jan. 2004.

BIALOPIOTROWICZ, T. Wettability of starch gel films. *Food Hydrocolloids*, v.17, p.141-147, 2003.

BRAGA JÚNIOR, R. A. et al. Potencial do *bio-speckle laser* para avaliação da viabilidade de sementes. *Ciência e Agrotecnologia*, Lavras, v.25, n.3, p.645-649, maio/jun. 2001.

BRUNO, F. F. et al. Enzymatic modification of insoluble amylose in organic solvents. *Macromolecules*, v.28, n.26, p.8881-8883, 1995.

CEREDA, M.P.; BERTOLINI, A.; EVANGELISTA, R.M. Uso de amido em substituição às cêras na elaboração de películas na conservação pós-colheita de frutas e hortaliças. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE MANDIOCA, 7., 1992, Recife. *Anais...* Recife: ed.?, 1992. p.07.

CEREDA, M.P. Amidos modificados. *Boletim SBCTA*, v.30, n.1, p.28-30, jan./jun. 1996.

CEREDA, M.P.; CASTRO, T.M.R. de.; HENRIQUE, C.M. Embalagens de materiais biodegradáveis. In: WORKSHOP SOBRE TECNOLOGIAS EM AGROINDÚSTRIAS DE TUBEROSAS TROPICAIS, 1., 2003, Botucatu. *Anais...* Botucatu: CERAT/UNESP, 2003.124p.

CHAIWANICHSIRI, S. et al. Measurement of electrical conductivity, differential scanning calorimetry and viscosity of starch and flour suspensions during gelatinisation process. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, v.81, p.1586-1591, Oct. 2001. Disponível em: <<http://www.elsevier.com/locate/jsfa>>. Acesso em: 20 jan. 2004.

CHANG, Y.P.; CHEACH, P.B.; SEOW, C.C.J. Plasticizing-antiplasticizing effects of water on physical properties of tapioca starch films in the glassy state. *Food Science*, v.65, p.445-451, 2000.

CIACCO, C.F.; CRUZ, R. **Fabricação do amido e sua utilização**. São Paulo. Secretaria da Indústria, Comércio, Ciência e Tecnologia, [1982]. 152p.

CUQ, B. et al. Functional properties of myofibrillar protein-based biopackaging as affected by film thickness. *Journal of Food Science*, Chicago, v.61, n.3, p.580-584, 1996.

DAMASCENO, S. et al. Efeito da aplicação de película de fécula de mandioca na conservação pós-colheita de tomate. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, v.23, n.3, p.377-380, Sept./Dez. 2003.

FERREIRA, A.B.H. **Dicionário Aurélio eletrônico: século XXI**. Versão 3.0. Nova Fronteira, 1999.

FERREIRA, D. F. **Sisvar versão 4.3**. Lavras: DEX-UFLA: Lavras, 1999 - 2003.

FORSSEL, P. et al. Oxygen permeability of amylose and amylopectin films. *Carbohydrate Polymers*, v.47, p.125-129, 2002. Disponível em: <<http://www.elsevier.com/locate/carbpol>>. Acesso em: 06 jan. 2004.

GAMEIRO, A.H. et al. A. Introdução. In: ALVES, R.A.; VEDOVOTO, G.L. **A indústria do amido**. Brasília: EMBRAPA- Secretaria de Gestão e Estratégia, 2003. 201p. (Documentos/Informação Tecnológica).

GENNADIOS, A.; et al. Mechanical and barrier properties of egg albumen films. *Journal of Food Science*, v. 61, p. 585-589, 1996.

GONTARD, N. **Films et enrobages comestibles: étude et amélioration des propriétés filmogène du gluten.** 1991, 174p. Doutorado – Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Montpellier.

HENRIQUE, C.M.; CEREDA, M.P. Utilização de biofilmes na conservação pós-colheita de morango (*Fragaria ananassa* Duch) cv IAC CAMPINAS. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.19, n.2, p.231-233, maio/ago. 1999.

HULLEMAN, S.; JANSSEN, F.; FEIL, I. The role of water during plastification of native starches. **Polymer**, v. 39, p. 2043-2048, 1998.

JANSSON, A.; THUVANDER, F. Influence of thickness on the mechanical properties for starch films. **Carbohydrate polymers**, v.56, p.499-503, 2004.

JAYASEKARA, R. et al. Preparation, surface modification and characterisation of solution cast starch PVA blended films. **Polymer Testing**, v.23, p.17-27, 2004.

KARAPANTSIOS, T.D.; SAKONIDOU, E.P.; RAPHAELIDES, S.N. Electrical conductance study of fluid motion and heat transport during starch gelatinization. **Journal of Food Science**, v.65, n.1, p.145-150, 2000.

KARLSSON, M.; ELIASSON, A.C. Gelatinisation and retrogradation of potato (*Solanum tuberosum*) starch in situ as assessed by differential scanning calorimetry (DSC). **Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie**, Lund, v.36, p.735-741, 2003.

KROGARS, K. et al. Enhanced stability of rubbery amylose-rich maize starch films plasticized with a combination of sorbitol and glycerol. **International Journal of Pharmaceutics**, v.251, p.205-208, 2003. Disponível em: <<http://www.elsevier.com/locate/ijpharm>>. Acesso em: 20 maio. 2004.

LAROTONDA, F.D.S. et al. Biodegradable films made from raw and acetylated cassava starch. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v.47, n.3, p.477-484, jul. 2004.

LAWTON, L.W. Effect of starch type on the properties of starch containing films. **Carbohydrate Polymers**, v.29, p.203-208, 1996.

LEACH, H.W. Gelatinization of starch. In: WHISTLER, R.L.; PASCHALL, E.F. **Starch: chemistry and technology**. New York: Academic, 1965. v.1, p.289-307.

LUYTEN, H.; VLIET, T. V. Fracture properties of starch gels and their rate dependency. **Journal of Texture Studies**, Connecticut, v.26, p.281-298, 1995.

MAHMOUD, R.; SAVELLO, P.A. Mechanical properties of water vapor transferability through whey protein films. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v.75, n.4, p.942-946, 1992.

MALI, S. et al. Mechanical and thermal properties of yam starch films. **Food Hydrocolloids**, v.19, p.157-164, 2005. Disponível em: <http://www.elsevier.com/locate/foodhyd>. Acesso em: 04 jan. 2005.

MALI, S. et al. Barrier, mechanical and optical properties of plasticized yam starch films. **Carbohydrate Polymers**, v.56, p.129-135, 2004. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com>>. Acesso em: 20 maio 2004.

MANRICH, S. Estudos em reciclagem de resíduos plásticos urbanos para aplicações substitutivas de papel para escrita e impressão. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.10, n.3, p.170-178, 2000.

MARTINS, J. Amigo da prensa. **Ciência Hoje**, Rio de Janeiro, v.33, n.196, p.42-43, ago. 2003.

McHUGH, T. H.; KROCHTA, J.M. Sorbitol vs glycerol plasticized whey protein edible films: integrated oxygen permeability and tensile property evaluation. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.42, n.4, p.841-845, 1994.

OLIVEIRA, M.A.; CEREDA, M.P. Efeito da película de mandioca na conservação de goiabas. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.2, n.1-2, p.97-102, maio 1999.

OLIVEIRA, M.A.; CEREDA, M.P. Pós-colheita de pêssegos (*Prunus pérsica* L. Bastsch) revestidos com filmes a base de amido como alternativa à cera comercial. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.23, p.28-33, dez. 2003. Suplemento.

PEREZ-GAGO, M.B.; KROCHTA, J.M. Denaturation time and temperature effects on solubility, tensile properties, and oxygen permeability of whey protein edible films. **Journal of Food Science**, v.66, n.5, p.705-710, 2001.

POOVARODOM, N.; PRADITDOUNG, S. **The development of biodegradable packages from Cassava starch**. Thailand: Department of Packaging Technology/Faculty of Agro-Industry, Kasetsart University, 2003.

RINDLAV-WESTLING, A. et al. Structure, mechanical and barrier properties of amylose and amilopectin films. **Carbohydrate Polymers**, v.36, p.217-224, 1998.

RINDLAV-WESTLING, A.; GATENHOLM, P. Surface composition and morphology of starch, amylose and amilopectin films. **Biomacromolecules**, v.41, p.166-172, 2003.

A RELAÇÃO entre: gramatura, espessura e densidade dos substratos. **RotoFlexo & Conversão**, n. 17, p.3-8, [200-?].

ROONEY, M. Reactive packaging materials for food preservation. In: JAPAN-AUSTRALIA WORKSHOP ON FOOD, 1., 1992. **Proceedings...** 1992. p.78-82.

ROY, S. et al. Physical and molecular properties of wheat glúten films cast from heated film-forming solutions. **Journal of Food Science**, v.64, n.1, p.57-60, 1999.

RYU, S. Y. et al. Preparation and physical properties of zein-coated high-amylose corn starch film. **Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie**, Lund, v.35, p.680-686, 2002.

SANGUANPONG, V. et al. Hydration and physicochemical properties of small-particle cassava starch. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, London, v.83, 123-132, 2003.

SHANDERA, D.L.; JACKSON, D.S. Corn kernel structural integrity: analysis using solvent and heat treatments. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v.79, n.2, p.308-316, nov. 2002.

- SILVA, A.P.; EVANGELISTA, R.M.; VIEITES, R.L. Uso de películas de amido e de saco de polietileno na conservação pós-colheita de bananas armazenadas sob refrigeração. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Cruz das Almas, v.18, n.1, p.31-42, abr. 1996.
- SILVA, M.C. et al. Processamento de amido de milho em câmara de mistura. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.24, n.2, p.303-310, abr./jun. 2004.
- SOBRAL, P.J. do. A. Influência da espessura de biofilmes feitos à base de proteínas miofibrilares sobre suas propriedades funcionais. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v.35, n.6, p.1251-1259, jan. 2000.
- SOBRAL, P. J. do. A. et al. Propriedades de filmes comestíveis produzidos com diferentes concentrações de plastificantes e de proteínas do músculo de tilápia-do-nilo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v.39, n.3, p.255-262, mar. 2004.
- SOBRAL, P.J. do. A. et al. Mechanical, water vapor barrier and thermal properties of gelatin based edible films. **Food Hydrocolloids**, v.15, p.423-432, 2001. Disponível em: elsevier.com/locate/foodhyd>. Acesso em: 20 jan. 2004.
- TANADA-PALMU, P.S.; GROSSO, C.R.F. Development and characterization of edible films based on glúten from semi-hard and soft brazilian wheat flours (Development of films based gluten from wheat flours). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.23, n.2, p.264-269, maio/ago. 2003.
- TAPIA-BLÁCIDO, D.; SOBRAL, P.J.; MENEGALLI, F.C. Development and characterization of biofilms based on amaranth flour (*Amaranthus caudatus*). **Journal of Food Engineering**, v.67, p.215-223, 2005. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com>>. Acesso em: 21 dez. 2004.
- THIRÉ, R.M.S. M.; SIMÃO, R.A.; ANDRADE, C.T. High resolution imaging of the microstructure of maize starch films. **Carbohydrate Polymers**, v.54, p.149-158, 2003. Disponível em: <http://www.elsevier.com/locate/carbpol>>. Acesso em: 20 jan. 2004.
- THIRÉ, R.M.S.M. et al. Redução da hidrofobicidade 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.

VAN SOEST, J. J. G.; KNOOREN, N. Influence of glycerol and water content of the structure and properties of extruded starch plastic sheets during aging. **Journal of Applied Polymers Science**, v. 64, p. 1411-1422, 1997.

VIEITES, R.L.; DAIUTO, A.R.; SILVA, A.P. Efeito da utilização de cera, películas de amido e fécula em condições de refrigeração, na conservação do tomate (*Lycopersicon esculentum* Mill). **Cultura Agronômica**, Ilha Solteira, v.6, n.1, p.93-110, 1997.

VILA, M. T. R. **Qualidade pós-colheita de goiabas 'Pedro Sato' armazenadas sob refrigeração e atmosfera modificada por biofilme de fécula de mandioca**. 2004. 66p. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos)-Universidade Federal de Lavras, Lavras.

VILELA, E.R.; FERREIRA, M.E. Tecnologia de produção e utilização do amido de mandioca. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v.13, n.145, p.69-73, jan. 1987.

WILHELM, H.-M. et al. Starch films reinforced with mineral clay. **Carbohydrate Polymers**, v. 52, p. 101-110, 2003.

WOLFF, M.T. Os avanços na proteção da biotecnologia no Brasil. Disponível em: http://www.ids.org.br/files/20030930_mtw.ppt. Acesso em: 20 jan. 2004.

ZHONG, Z.; SUN, Z.X. Thermal characterization and phase behavior of cornstarch studied by differential scanning calorimetry. **Journal of Food Engineering**, p.03-07, 2004.

ANEXOS

ANEXO A

Página

TABELA 1A	Quadrados médios da ANAVA e respectivos níveis de significância para teor de água, capacidade de absorção de água, solubilidade em água, ângulo de contato e gramatura para biofilmes, em função do tipo e da concentração de amido.....	79
TABELA 2A	Quadrados médios da ANAVA e respectivos níveis de significância para espessura, força de punctura, deformação e diferença de cor para biofilmes em função do tipo e da concentração de amido.....	80

TABELA 1A Quadrados médios da ANAVA e respectivos níveis de significância para espessura, gramatura, teor de água, capacidade de absorção de água e solubilidade em água para biofilmes, em função do tipo e da concentração de amido.

Fontes de variação	GL	Quadrados médios				
		Espessura	Gramatura	Teor de água	Capacidade de absorção de água	Solubilidade em água
Tipo	2	0,0016*	672,1525*	20,9878*	655647,5823*	0,0006*
Concentração	2	0,0008*	2110,9971*	38,2444*	145868,1011*	0,0003ns
Tipox concentração	4	0,0003*	40,1713*	22,8514	41468,3395*	0,0005ns
Resíduo	18	1×10^{-5}	3,7000	1,0888	8092,3560	8×10^{-5}
CV (%)		3,53	5,29	9,98	1,01	0,0235

* significativo, a 5% de probabilidade, pelo teste de F.

ns não significativo, a 5% de probabilidade, pelo teste de F.

TABELA 2A Quadrados médios da ANAVA e respectivos níveis de significância para força de punctura, deformação, diferença de cor e ângulo de contato para biofilmes, em função do tipo e da concentração de amido.

Fontes de variação	GL	Quadrados médios			
		Força de punctura	Deformação	Diferença de cor	Ângulo de contato
Tipo	2	54,5227*	4×10^{-5} *	0,1896*	51,2344*
Concentração	2	177,4043*	$3,2 \times 10^{-4}$ *	0,0712ns	497,8711
Tipo x concentração	4	8,4254*	4×10^{-6} *	0,0088ns	1876,6338
Resíduo	18	0,1704	1×10^{-5}	0,0176	0,4677
CV (%)		4,35	4,99	4,16	1,01

* significativo, a 5% de probabilidade, pelo teste de F.

ns não significativo, a 5% de probabilidade, pelo teste de F.