



ANA CAROLINA SALGADO DE OLIVEIRA

**STUDY OF THE INTERACTION BETWEEN PECTIN AND
WHEY PROTEIN ISOLATE IN THE DEVELOPMENT OF
EXTRUDED AND THERMOCOMPRESSED PACKAGING**

**LAVRAS – MG
2021**

ANA CAROLINA SALGADO DE OLIVEIRA

**STUDY OF THE INTERACTION BETWEEN PECTIN AND
WHEY PROTEIN ISOLATE IN THE DEVELOPMENT OF EXTRUDED AND
THERMOCOMPRESSED PACKAGING**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, para obtenção do título de Doutor.

Profa. Dra. Soraia Vilela Borges
Orientadora
Prof. Dr. Júlio César Ugucioni
Coorientador

**LAVRAS – MG
2021**

**Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Gestão de Ficha Catalográfica da Biblioteca
Universitária da UFLA, com os dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

Oliveira, Ana Carolina Salgado de.

Study of the interaction between pectin and whey protein isolate
in the development of extruded and thermocompressed packaging /
Ana Carolina Salgado de Oliveira. - 2021.

92 p. : il.

Orientador(a): Soraia Vilela Borges.

Coorientador(a): Julio Cesar Ugucioni.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Lavras, 2021.

Bibliografia.

1. embalagens. 2. extrusão. 3. consumidor. I. Borges, Soraia
Vilela. II. Ugucioni, Julio Cesar. III. Título.

ANA CAROLINA SALGADO DE OLIVEIRA

**STUDY OF THE INTERACTION BETWEEN PECTIN AND
WHEY PROTEIN ISOLATE IN THE DEVELOPMENT OF EXTRUDED AND
THERMOCOMPRESSED PACKAGING**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, para obtenção do título de Doutor.

APROVADA em 12 de julho de 2021

Prof. Dr. Júlio César Ugucioni - UFLA

Profa. Dra. Ana Carla Marques Pinheiro - UFLA

Prof. Dr. Pedro Henrique Campelo Felix - UFAM

Prof. Dr. Mário Guimarães Junior – CEFET-MG



Profa. Dra. Soraia Vilela Borges
Orientadora

**LAVRAS – MG
2021**

Aos meus pais, Geraldo Lúcio e Maria Auxiliadora, e a minha irmã, Isabela, por sempre me apoiarem e me incentivarem. Sem vocês eu nada seria. Amo-os.

Dedico

AGRADECIMENTOS

À Deus, por tudo que Ele me proporciona viver e por sempre cuidar da minha vida melhor do que possa imaginar.

À Nossa Senhora, por interceder por mim e me mostrar que nunca estou sozinha.

À Universidade Federal de Lavras, pela oportunidade concedida para minha formação durante os anos de graduação, mestrado e doutorado.

Ao Departamento de Ciência dos Alimentos da UFLA, em especial ao Laboratório de Embalagens, pelo espaço e infraestrutura para a realização do projeto.

Aos professores Soraia Vilela Borges e Júlio César Ugocioni, por toda orientação e apoio.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG), pela concessão da bolsa de estudos.

Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica e Análise Ultraestrutural (LME) e à Central de Análise e Prospecção Química (CAPQ) ambos localizados na UFLA, pela infraestrutura para a realização de muitas análises.

Aos professores Cassiano Rodrigues de Oliveira e Maria Irene Yoshida pela ajuda em análises.

Aos meus pais, Geraldo Lúcio e Maria Auxiliadora, e a minha irmã, Isabela, por sempre estarem ao meu lado me apoiando e incentivando durante toda minha vida.

A minha família, avós, tios e primos, que compreenderam minhas ausências e sempre torceram por mim.

A Laura e Danielly, pela parceira durante o projeto, principalmente, durante as inúmeras extrusões.

As amigas do Terço das Mulheres, em especial a Jamila, Renata, Raíssa, Maria Angélica, Graça e Allana, por ajudarem a sustentar minha fé durante esses anos.

Aos amigos, Eloá, Michele, Roney, Lara, Antônio, Beatriz, Natália, Camila, Tatyanna e Lucas, que tiveram comigo neste período e fizeram dessa caminhada mais fácil.

As minhas Meninas dos Olhos e aos meus amigos de longa data (GRP, Apogeu), que sempre me acolheram.

Aos professores que tive durante toda minha formação escolar e acadêmica, por todo conhecimento a mim transmitido.

A todos, meu sincero agradecimento!

*“Foi quando sonhei tão alto que não podia
alcançar, vi meus pais criando asas pra me ensinar a voar
Aprenderam a abrir mão da segurança do chão, ajudando
a ascender a chama de um sonhador*

Todo filho é um professor que ensina pra aprender

*Ensinei e aprendi quando segui meu caminho, que mesmo
distante e só eu nunca estive sozinho”*

(Ensina para aprender – Bráulio Bessa)

RESUMO

O consumo mundial de plástico de origem não renováveis e não biodegradáveis vem crescendo muitíssimo, sendo que a sua maioria é descartada de maneira inadequada gerando graves problemas ambientais. Pesquisas estão sendo desenvolvidas com o foco em materiais biodegradáveis. A pectina (Pec) e o Isolado Proteico de Soro de Leite (IPS) são polímeros biodegradáveis, atóxicos, biocompatíveis, baratos e co-produtos da indústria alimentícia. Considerando que a maior parte dos plásticos descartados são originados das embalagens principalmente embalagens de alimentos e bebidas, compreender a percepção do consumidor acerca de embalagens biodegradáveis também é importante. O objetivo desse trabalho foi estudar a termoplastificação com glicerol da pectina por extrusão/termocompressão para filmes com adição de IPS bem como a percepção do consumidor em relação a esses filmes, de modo a permitir a aplicação industrial. Para isso, primeiramente produziu-se e caracterizou-se filmes de Pec termoplastificadas vias *casting* e extrusão/termocompressão para comprovar a eficácia da termoplastificação que permita a aplicação industrial (extrusão/termocompressão). Em seguida, adicionou-se IPS (0, 5, 10, 15 e 20% em peso) aos filmes de Pec extrusados/termocomprimados de modo a verificar o efeito do IPS nas propriedades dos filmes. Para essas duas etapas, o material foi submetido a caracterização morfológica, estrutural, térmica, de barreira ao vapor de água, mecânicas e ópticas. Por fim, esses filmes sofram apresentados aos consumidores de via questionário online para avaliar a percepção, aceitação e intenção de compra dos materiais considerando a aplicação como embalagens de alimentos e bebidas. Pec termoplastificada apresentou permeabilidade ao vapor de água (1,27 - 2,47 g.mm/KPa.h.m²), resistência à tração (3,44 - 8,74 MPa) e resistência à perfuração (43,01 - 230,75 N/mm) de filmes extrusado/termocomprimados que demonstraram que a Pec pode ser plastificada por *casting* ou por extrusão/termocompressão para a produção de filmes. Os filmes de Pec e IPS mostram-se ser homogêneos e sem diferenças estatísticas entre as propriedades mecânicas (4,89 – 6,30 MPa de resistência à tração, 0,39 – 0,44 MPa de módulo de elasticidade) independentemente da concentração de IPS. Os espectros de infravermelho (bandas em 1450, 1540 e 1623 cm⁻¹ indicando presença de melanoidina) e as análises de cor (amostras mais escuras com valores de L* menores que 59,29) apresentam um indicativo de reação de Maillard. Os resultados indicam que a adição de IPS também resulta em material com potencial para aplicações em várias indústrias, uma vez que é possível de processamento utilizando extrusão/termocompressão. O questionário online foi respondido por 556 consumidores e os resultados mostram que a aceitação, intenção de compra e preferência são influenciadas por aspectos visuais e o consumidor prefere filmes mais claros, com cores menos saturadas e mais transparentes, ou seja, os filmes com 0, 5 e 10% de IPS. Para os consumidores filmes claros, brilhantes e transparentes são finos, frágeis e naturais. Uma variedade de possibilidades de aplicações em alimentos e bebidas foram levantadas para os filmes de Pec e IPS. Os resultados evidenciam que a utilização de filmes de Pec e IPS como embalagens de alimentos e bebidas é promissor tanto do ponto de vista físico-químico quanto em relação a aceitação dos consumidores.

Palavras-chave: FTIR. Ângulo de Contato. Reação de Maillard. Ordenação de Preferência. CATA.

ABSTRACT

The world consumption of plastic from non-renewable and non-biodegradable sources has been growing a lot, and most of it is improperly disposed of, generating serious environmental problems. Research is being carried out with a focus on biodegradable materials. Pectin (Pec) and Whey Protein Isolate (IPS) are biodegradable, non-toxic, biocompatible, cheap polymers and co-products from the food industry. Considering that most discarded plastics are used to main food and beverage packaging, understanding the consumer's perception of biodegradable packaging is also important. The objective of this work was to study the thermoplasticization with glycerol of pectin by extrusion/thermocompression for films with the addition of IPS, as well as the consumer's perception regarding these films, in order to allow for an industrial application. For this, firstly, thermoplasticized Pec films were produced and characterized via casting and extrusion/thermocompression to prove the effectiveness of thermoplasticization that allows industrial application (extrusion/thermocompression). Then, IPS (0, 5, 10, 15, and 20% by weight) was added to the extruded/thermocompressed Pec films in order to verify the effect of IPS on the properties of the films. In these two steps, the material was submitted to morphological, structural, thermal, water vapor barrier, mechanical and optical characterizations. Finally, these films are presented to consumers via an online questionnaire to assess the perception, acceptance, and purchase intention of materials considering their application as food and beverage packaging. Thermoplasticized Pec showed permeability to water vapor (1.27 - 2.47 g.mm/KPa.h.m²), tensile strength (3.44 - 8.74 MPa), and puncture resistance (43.01 - 230 .75 N/mm) for extruded/thermocompressed films that demonstrated that Pec can be plasticized by casting or by extrusion/thermocompression for film production. Pec and IPS films proved to be homogeneous and without statistical differences between mechanical properties (4.89 – 6.30 MPa of tensile strength, 0.39 – 0.44 MPa of the elastic modulus) regardless of the concentration of IPS. Infrared spectra (bands at 1450, 1540, and 1623 cm⁻¹ indicating the presence of melanoidin) and color analyzes (darker samples with L* values less than 59.29) show an indication of a Maillard reaction. The results indicate that the addition of IPS also results in a material with potential for applications in several industries since it is possible to process using extrusion/thermocompression. The online questionnaire was answered by 556 consumers and the results show that acceptance, purchase intention, and preference are influenced by visual aspects and the consumer prefers lighter films, with less saturated colors and more transparent, films with 0, 5 and 10% IPS. For consumers clear, glossy and, transparent films are thin, fragile, and natural. A variety of food and beverage application possibilities have been raised for Pec and IPS films. The results show that the use of Pec and IPS films as food and beverage packaging is promising both from a physicochemical point of view and in relation to consumer acceptance.

Keywords: FTIR. Contact Angle. Maillard reaction. Preference Ordering. CATA.

SUMÁRIO

	PRIMEIRA PARTE	10
1	INTRODUÇÃO	10
2	OBJETIVO	12
2.1	Objetivo Geral	12
2.2	Objetivos Específicos	12
3	REFERENCIAL TEÓRICO	13
3.1	Polímeros Biodegradáveis	13
3.2	Pectina	14
3.3	Isolado Proteico de Soro de Leite	15
3.4	Blendas Poliméricas	16
3.5	Blendas de Pectina e Isolado Proteico de Soro de Leite	17
3.6	Extrusão e Moldagem por Termocompressão	18
3.7	Percepção do Consumidor Sobre Embalagens	19
4	CONSIDERAÇÕES FINAIS	21
	REFERÊNCIAS	21
	SEGUNDA PARTE – ARTIGOS	28
	ARTIGO 1 Thermoplasticized pectin by extrusion/thermo-compression for film industrial application	28
	ARTIGO 2 Effect of whey protein isolate addition on thermoplasticized pectin packaging properties	47
	ARTIGO 3 Percepção do consumidor em relação a embalagens biodegradáveis de pectina e isolado proteico de soro de leite	65

PRIMEIRA PARTE

1 INTRODUÇÃO

Os polímeros são macromoléculas oriundas da união de partes menores conhecidas por meros. Os polímeros são utilizados pela população mundial desde os tempos remotos através da seda, algodão e lã. Na segunda metade do século XX, os polímeros ganharam grande mercado, principalmente, os polímeros de origem fóssil e não renovável que passaram a serem usados desde embalagens para alimentos, até como peças da indústria aeronáutica. Assim, com a grande utilização dos polímeros e, muitas vezes, seu descarte inadequado gera problemas ambientais que vêm sendo combatido de diversas maneiras. Uma das formas de se reduzir os impactos ambientais causados pelos polímeros é a utilização de polímeros biodegradáveis oriundos de fontes renováveis, como é caso da pectina e do isolado protéico de soro de leite.

A pectina é um polissacáideo aniônico presente nas paredes celulares de vegetais e frutas. Suas principais fontes comerciais são o bagaço das frutas cítricas (25% da matéria seca) e o bagaço seco da maçã (15-18% da matéria seca), fato que faz da pectina um produto barato e facilmente disponível. Por ser biocompatível e atóxica, a pectina possui diversas aplicações entre as quais se podem citar agente espessante e gelificante. E na produção de filmes e coberturas. As moléculas pectina são constituídas de uma cadeia principal linear de resíduos do ácido D-galacturônico unidos por ligações glicosídicas do tipo α (1,4), cujos grupos carboxílicos podem estar parcialmente esterificados por metoxilas. Conforme o grau de esterificação, a pectina apresenta características diferentes de modo que há dois grandes grupos, alta metoxilação (> 50% dos grupos carboxílicos são esterificados) e baixa metoxilação (< 50% dos grupos carboxílicos são esterificados). Embalagens obtidas a partir de pectina possuem excelente barreira ao oxigênio, a aromas e ao óleo, além de boas propriedades mecânicas, contudo, não são eficazes contra umidade devido à sua natureza hidrofílica, fato que limita sua aplicação.

O isolado protéico de soro de leite (IPS) é um co-produto da fabricação de queijos. Por evitarem o descarte do soro do leite, tanto o IPS quanto as demais utilizações dadas ao soro de leite oriundo da fabricação de queijo (bebidas lácteas, doce de leite, sorvete, entre outras) ajudam minimizar os problemas ambientais causados pelo descarte inadequado no soro de leite em esgotos, rios e mares. O IPS pode ser utilizado na produção de embalagens graças às boas propriedades de barreira ao gás oxigênio e a aromas. Todavia, por apresentarem baixas

propriedades mecânicas, faz-se necessário o uso de plastificantes, a adição de agentes de reforço ou a formação de blendas com outros polímeros.

A extrusão é um dos tipos de processamento para obtenção de filmes e envolve a mistura de um ou mais polímeros que submetidos ao cisalhamento por um período de tempo e temperatura controlados que variam em função da origem dos materiais e que poderá ser transformado em filmes termocompressão, extrusão por sopro, dentre outros. Por ser um processo contínuo, de larga escala e baixo impacto ambiental, a extrusão é o processamento mais usado pela indústria de polímeros. Além disso, ela permite que sejam incorporadas cargas, aditivos e pigmentos e a reciclagem de polímeros. Após esse processo, os polímeros são moldados. Uma das formas de moldagem é por termocompressão na qual o material é fundido através do aumento da pressão e da temperatura. A prensa, equipamento usado neste tipo de moldagem, permite o controle do tempo, pressão e temperatura em que o polímero será submetido. Filmes preparados a partir dessa sequência de processamento (extrusão-termocompressão) apresentam propriedades mecânicas superiores aos filmes preparados por casting.

Blendas de polissacarídeos e proteínas podem resultar em complexos que formarão filmes com propriedades físicas comparáveis com as propriedades de polímeros tradicionais como o polietileno. O complexo pectina e IPS pode ser útil como agentes estruturantes ou como transportador de compostos funcionais em uma variedade de alimentos. Contudo, trabalhos que tratam de filmes de pectina e IPS ainda são raros e não há relatos de filmes extrudados/termocompressados a partir da blenda composta por pectina e IPS.

2 OBJETIVO

2.1 Objetivo Geral

Desenvolver embalagem produzida a partir de blenda de pectina e isolada protéico de leite usando como método de preparo a extrusão seguida de moldagem por termocompressão, caracterizando-a quanto a morfologia, estrutura, degradação térmica, permeabilidade ao vapor de água e propriedades mecânicas.

2.2 Objetivos específicos

- Produzir e caracterizar quanto às propriedades morfológicas, estruturais, térmicas, solubilidade em água, permeabilidade ao vapor de água, mecânicas e ópticas os filmes de pectina termoplastificada via casting e via extrusão/termocompressão;
- Produzir e caracterizar filmes de pectina termoplastificada e isolado protéico de soro de leite produzidos por extrusão/termocompressão e, com isso, entender os efeitos da adição de isolado protéico de leite em pectina termoplastificada;
- Compreender a percepção do consumidor através de questionário online a respeito dos filmes de pectina termoplastificada e isolado protéico de soro de leite produzidos por extrusão/termocompressão.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 Polímeros Biodegradáveis

Entende-se por polímeros uma macromolécula formada pela união de várias unidades de repetição conhecidas por meros (CANEVAROLO JR., 2006). Os polímeros ocorrem naturalmente, são derivados de animais e plantas e são usados naturalmente por muito tempo pela humanidade como, por exemplo, algodão, lã e seda. Após a Segunda Guerra Mundial, a utilização de polímeros sintéticos teve um aumento exponencial. Os materiais produzidos a partir dos polímeros sintéticos podem ter um preço acessível e propriedades superiores aos polímeros naturais (CALLISTER, 2007).

Com o estilo de vida adotado pela população mundial, tem-se uma elevada utilização de materiais plásticos ou polímeros não biodegradáveis, acarretando um volume enorme de resíduos. Com o passar do tempo esses resíduos se acumulam nos lixões e aterros sanitários gerando problemas ambientais. Esforços têm sido feitos para desenvolver alternativas para a diminuição do lixo gerado devido ao uso de polímeros não biodegradáveis. Dentre essas alternativas, há o reaproveitamento e a reciclagem. Somente essas ações não são suficientes, o que leva à necessidade de estudo e desenvolvimento de novos materiais que são conhecidos como polímeros biodegradáveis, polímeros verdes e biopolímeros. (DE CASTRO E SILVA et al., 2019; DEGHANI; HOSSEINI; REGENSTEIN, 2018; DE OLIVEIRA et al., 2019).

Polímeros biodegradáveis são materiais cuja degradação resulta em água, dióxido de carbono e biomassa graças à ação de microrganismos e enzimas, conforme a *American Standard for Testing and Methods* (ASTM-D6400-12, 2012). Tais polímeros podem ser obtidos diretamente de fontes naturais renováveis, tais como a cana-de-açúcar, a celulose e a pectina; podem ser sintetizados por microrganismos, como o polihidroxibutirato; podem ser obtidos de fonte animal, como a quitosana e o isolado protéico de soro de leite; podem ser obtidos do petróleo, como é o caso da policaprolactona ou ainda podem ser sintetizados a partir de monômeros obtidos da biomassa como o poli (ácido lático) (DE CASTRO E SILVA et al., 2019; AVÉROUS; POLLET, 2012; BRITO et al., 2011;). Dentre os polímeros biodegradáveis, os que são obtidos de fontes renováveis são que concentram a maior parte da atenção, uma vez que apresentam balanço positivo de carbono e causam menor impacto ambiental (BRITO et al., 2011; DE CASTRO E SILVA et al., 2019).

Muitos trabalhos estão sendo realizados com o intuito de substituir polímeros não biodegradáveis por polímeros biodegradáveis nas mais diversas aplicações que vão desde sacos

de lixos, embalagens para produtos de higiene até cápsulas de medicamentos. Sendo que a maioria destes estudos foca na processabilidade dos filmes e nas propriedades mecânicas e de barreira a vapores (AZEVEDO et al., 2017a; AZEVEDO et al., 2017b; AZEVEDO et al., 2018; CARVALHO et al., 2018; DE CASTRO E SILVA et al., 2019; DE OLIVEIRA et al., 2019a; DE OLIVEIRA et al., 2019b).

3.2 Pectina

A pectina é um polissacarídeo aniônico que ocorre, principalmente, nas paredes celulares de diversas espécies vegetais terrestres e na casca de alguns frutos. É o segundo componente mais abundante da parede celular de plantas terrestres. Entre as diversas fontes de pectina destacam-se o bagaço das frutas cítricas (25% da matéria seca) e o bagaço seco da maçã (15-18% da matéria seca) que são as principais fontes comerciais e fazem da pectina um produto facilmente disponível e barato (BIERHALZ; SILVA; KIECKBUSCH, 2012; KOCAAGA, et al., 2019; DE OLIVEIRA et al., 2021; DE OLIVEIRA BEGALI et al., 2021).

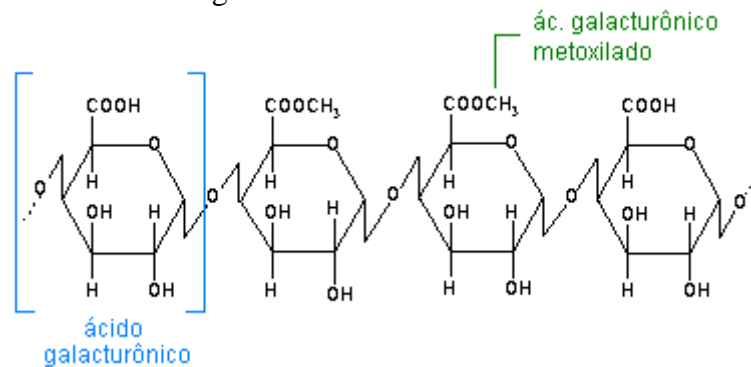
A aplicação mais conhecida desta matéria-prima é como agente espessante e gelificante na produção de diversos alimentos como produtos lácteos, sucos de frutas e, principalmente, geléias. Contudo, características como atoxicidade e biocompatibilidade levam a um crescente uso da pectina em outras áreas como a farmacêutica, biotecnológica e na produção de filmes e coberturas (DE CASTRO E SILVA et al., 2019; SUKSAEREE et al., 2018).

Quimicamente, a pectina apresenta-se como um complexo heterogêneo e sua composição varia com a fonte, com as condições em que a planta esteve exposta e com as condições aplicadas durante sua separação e purificação. Suas moléculas são constituídas de uma cadeia principal linear de resíduos do ácido D-galacturônico unidos por ligações glicosídicas do tipo α (1,4), cujos grupos carboxílicos podem estar parcialmente esterificados por metoxilas, conforme pode ser observado na Figura 1 (ALMASI; AZIZI; AMJADI, 2020; DE CASTRO E SILVA et al., 2019; SUKSAEREE et al., 2018).

O teor de metoxilação ou grau de esterificação é utilizado como critério para a classificação comercial das pectinas e corresponde à porcentagem de unidades de ácidos galacturônicos que são metil esterificados na molécula de pectina. Assim, as pectinas são classificadas como pectinas de alto teor de metoxilação, quando possuem acima de 50% de seus grupos carboxílicos esterificados, e como pectinas de baixo teor de metoxilação, quando 50% ou menos de seus grupos estão esterificados. As propriedades da pectina variam com o grau de

esterificação (ALMASI; AZIZI; AMJADI, 2020; DE CASTRO E SILVA et al., 2019; GEZGIN; LEE; HUANG, 2017).

Figura 1 – Estrutura da Pectina.



Fonte: Souza e Neves (2020).

Embalagens obtidas apenas de pectina possuem excelente barreira ao oxigênio e a aromas, boa barreira de óleo, mas não são eficazes contra umidade devido à sua natureza hidrofílica, fato que limita sua aplicação. Além disso, as embalagens de pectina apresentam boas propriedades mecânicas (resistência à tração) (DE CASTRO E SILVA et al., 2019).

3.3 Isolado Proteico de Soro de Leite

Segundo o MAPA (Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento), entende-se por soro de leite o líquido obtido a partir da coagulação do leite destinado à fabricação de queijos, caseína ou produtos lácteos similares (BRASIL, 2013, p. 6). Dentre os inúmeros nutrientes presentes no soro do leite, destacam-se as proteínas que compreendem cerca de 20% de sua composição, sendo a β -lactoglobulina a principal proteína do soro do leite (CINELLI et al., 2016).

O Isolado Proteico de Soro de Leite (IPS) é obtido o soro de leite oriundo da fabricação de queijos. A cada um quilograma de queijo produzido, obtém-se, em média, nove (9) quilogramas de soro de leite. Este soro por muito tempo foi descartado inadequadamente em esgoto, mares e rios, gerando um enorme problema ambiental (CARVALHO et al., 2020; DE OLIVEIRA et al., 2019b).

Algumas alternativas estão sendo desenvolvidas pela indústria de alimentos para o aproveitamento do soro de leite, reduzindo assim seu descarte. Ocorreu a criação de subprodutos como as bebidas lácteas, o soro de leite em pó, o doce de leite, o sorvete, o isolado proteico de soro de leite (IPS) e o concentrado proteico de soro de leite (CPS). Tanto o isolado

quanto o concentrado de soro de leite são oriundos da concentração do soro de leite através de filtração e diferem entre si pelo teor de lactose e proteínas presentes (CARVALHO et al., 2018; DE OLIVEIRA et al., 2019b).

Embalagens obtidas a partir de IPS possuem boas propriedades de barreira ao gás oxigênio e a aromas, no entanto apresentam baixas propriedades mecânicas. Assim, o uso de plastificantes que aumentam a extensibilidade e reduzem a fragilidade, a adição de agentes de reforço ou a formação de blendas com outros polímeros são estratégias comumente seguidas para melhorar tais características dessas embalagens (AZEVEDO et al., 2015a; AZEVEDO et al., 2015b; AZEVEDO et al., 2018; CARVALHO et al., 2018; CARVALHO et al., 2020; HUNTRAKUL; HARNKARNSUJARIT, 2020).

3.4 Blendas Poliméricas

As blendas poliméricas têm ganhado cada vez mais espaço entre as formas de apresentação dos polímeros. Blendas são sistemas originados a partir da mistura física de dois ou mais polímeros ou copolímeros, nos quais há concentração acima de 2% em massa do segundo componente e cujo objetivo é obter um material com novas propriedades que não encontradas separadamente em um único material (PASSADOR; PESSAN; RODOLFO JR., 2006). As blendas poliméricas estão sendo cada vez mais usados nos setores automobilístico, eletrônico, elétrico, aeronáutico, construção, utensílios domésticos e embalagens (LUNA et al., 2015).

O aumento do interesse pelas blendas se deve ao fato de as blendas apresentarem algumas vantagens importantes. Tecnicamente, as blendas têm a capacidade de combinar as propriedades dos diferentes polímeros que a compõem para se conseguir melhoras nas diversas propriedades como as mecânicas, térmicas e de permeabilidade. Financeiramente é mais barato desenvolver uma blenda do que um novo polímero com a característica desejada. Mercadologicamente, as blendas têm a possibilidade de ajuste na composição em função das especificações de cada cliente. Além disso, as blendas apresentam possibilidade de reciclagem industrial, ajudando nas questões ambientais (FERNANDES et al., 2012).

Os polímeros, que constituem a blenda, são escolhidos de modo a se conservar as vantagens de cada um. O grande diferencial das blendas é a relativa facilidade na obtenção de materiais com as características desejadas, sem elevados investimentos financeiros. Assim, as blendas são uma solução tecnológica versátil e de baixo custo para novos materiais com as mais diferentes especificações (LUNA et al., 2015; SILVA, 2012).

As blendas podem ser obtidas de diferentes maneiras, sendo as usadas neste estudos: casting (solução na qual há a dissolução dos polímeros com posterior aplicação da mesma em uma superfície seguida de evaporação do solvente em temperatura ambiente, em estufa ou ainda sob vácuo) ou mistura mecânica no estado fundido (extrusão, injeção ou misturadores intermitentes). A mistura mecânica é o método mais usado industrialmente por permitir a mistura de grandes quantidades de polímeros e por razões econômicas (LUNA et al., 2015; SILVA, 2012).

3.5 Blendas de Pectina e Isolado Proteico de Soro de Leite

Como dito anteriormente, filmes de pectina têm alta permeabilidade ao vapor de água, excelente barreira ao oxigênio, aromas e óleo, mas possuem boas propriedades mecânicas (CHAKRAVARTULA et al., 2019; DE CASTRO E SILVA et al., 2019). Já os filmes de IPS possuem baixas propriedades mecânicas (resistência à tração e rigidez) e barreiras ao vapor de água e oxigênio elevadas (AZEVEDO et al, 2015a; AZEVEDO et al, 2015b; CARVALHO et al., 2019). Assim, o desenvolvimento de blendas contendo IPS e pectina visa unir as boas propriedades de barreira do IPS com as boas propriedades mecânicas da pectina em um único material.

Blendas com IPS são interessantes, pois as proteínas de soro de leite possuem caráter anfifílico o que permite a interação das mesmas com diferentes moléculas. A desnaturação protéica, oriunda do tratamento térmico necessário para a síntese de filmes de IPS, abre a estrutura globular da proteína e expõe grupos hidrofóbicos e sulfidrílicos que podem interagir com grupos de outras moléculas formando ligações covalentes (SCHMID et al., 2016; SILVA et al., 2016).

Misturas de proteínas e polissacarídeos em condições específicas da solução (relação proteína/polissacarídeo, força iônica e pH da solução) e em certa quantidade pode resultar em complexos de proteína-polissacarídeo que formarão filmes com propriedades físicas vantajosas (SILVA et al., 2018).

Atualmente, estudos vêm sendo realizados para entender a interação entre pectina e IPS em filmes e outros sistemas (KRZEMINSK et al., 2014; ZHANG; HSIEH; VARDHANABHUTI, 2014; ZHANG; VARDHANABHUTI, 2014; SYARIFUDDIN, 2018). Soluções de pectina e IPS, em baixo pH, interagem por coacervação complexa, formando grandes partículas de micrômetros em estruturas muito densas. Coacervação complexa consiste na separação de fase associativa, ou seja, com atração entre os polímeros em que os polímeros

de cargas opostas podem reticular através de eletrostática interação e formar uma fase rica em biopolímeros (coacervar) e o outro em solvente (SILVA et al., 2018; WIJAYA et al., 2019). O complexo pectina e IPS pode ser útil como transportador de componentes funcionais ou como agentes estruturantes em uma variedade de alimentos. No entanto, estudos sobre filmes de pectina e IPS ainda são escassos na literatura (SILVA et al., 2018; SYARIFUDDIN et al., 2018) e não há relatos de filmes extrudados/termocompressados usando a mistura desses biopolímeros.

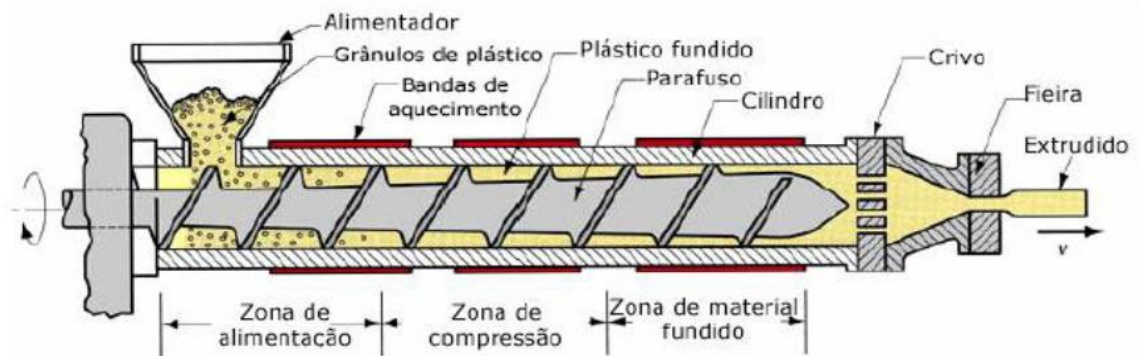
3.6 Extrusão e Moldagem por Termocompressão

A extrusão é um processo contínuo que envolve transporte e mistura de um ou mais polímeros. Graças ao fato de ser um processo contínuo, em larga escala (reduzindo o custo) e de baixo impacto ambiental (não usa e não gera resíduo), a extrusão é o processamento mais utilizado pela indústria de polímeros. Outro fator que aumenta a escolha pela extrusão é o fato de o custo de produção ser relativamente baixo, uma vez que grande número de produtos é produzido por unidade. Além disso, a extrusão permite que sejam incorporadas cargas, aditivos e pigmentos e facilitam a reciclagem de polímeros (ARAÚJO; PAOLI, 2009; AYCOCK; ABOLINS; WHITE, 1986; JEON et al., 2013).

A extrusora (Figura 2), que é o equipamento usado para a extrusão, pode ser de alguns tipos: mono ou dupla-rosca; co- ou contra-corrente; e, interpenetrante ou não interpenetrante. A extrusora do tipo dupla-rosca é a mais indicada para a produção de compósitos e blendas, ou seja, aqueles com mais um componentes, pois o alto cisalhamento gera uma melhor mistura dos componentes (ARAÚJO; PAOLI, 2009). Durante o processo de extrusão, os polímeros são submetidos à elevada temperatura, alta pressão e cisalhamento, com umidade controlada. As temperaturas das zonas de aquecimentos e velocidade de rotação da rosca e da alimentação são previamente estabelecidas e influenciarão nas propriedades físico-químicas do material submetido ao processo de extrusão (ARAÚJO; PAOLI, 2009; KOCH et al., 2018).

Uma extrusora é dividida em três zonas: zona de alimentação (material é inserido no cilindro de extrusão), zona de compressão (composto sofre todo o processo de homogeneização) e zona de controle de vazão ou zona de alta pressão ou cisalhamento (produzida a máxima compactação). Após essa fase, sob as condições de temperatura e pressão desenvolvidas durante as etapas anteriores, o material é expulso através da matriz (MANRICH, 2013).

Figura 2 – Representação esquemática de uma extrusora.



Fonte: adaptado de MANRICH (2013).

Seguido do processo de extrusão, a maioria dos polímeros passam por um processo de moldagem que pode ser de vários tipos como a moldagem por injeção, sopro e termocompressão (KRISHNA; NINDO; MIN, 2012). A termocompressão é um processo no qual o material é fundido através do aumento da pressão e da temperatura. Neste processo se utiliza como aparelho a prensa que tem como parâmetros ajustáveis e controláveis a pressão, temperatura e tempo (NETO, 2013). O material é colocado em um molde que fechado por uma prensa e permanece fechado na prensa pelo tempo determinado (PARKER, 2001). As amostras preparadas por extrusão seguida de termocompressão podem ser usadas para a caracterização estrutural e de demias propriedades dos polímeros (XIANG et al., 2015). Além disso, estudos têm mostrado que filmes preparados por termocompressão têm propriedades mecânicas superiores aos filmes preparados por casting (CUNNINGHAM et al., 2000; GUERRERO et al., 2010; GUERREIRO et al., 2011).

3.7 Percepção do Consumidor Sobre Embalagens

Possivelmente devido ao aumento da poluição aquática e terrestre orinda dos plásticos, os consumidores estão cada vez mais conscientes sobre embalagens para alimentos e bebidas. Os consumidores aumentaram suas expectativas sobre as embalagens, impulsionando que as indústrias desenvolvam alternativas mais sustentáveis para as mesmas. A percepção a cerca de embalagens mudou radicalmente nos últimos anos como resultado, principalmente, do acesso ilimitado do consumidor à informação. Atualmente há uma demanda por embalagens que causem menos desperdícios, sejam incorporadas de materiais reciclados e ainda que possam ser recicladas quando vazias. Em geral, os consumidores estão dispostos a pagar mais caros por

embalagens tradicionais recicláveis, como o vidro e o papel/papelão e estão aceitando as inovações em embalagens a exemplo plásticos feitos de recursos renováveis, plásticos biodegradáveis e filmes comestíveis (BOVENSIEPEN et al., 2018; GONÇALVES; PASSOS; BIEDRZYCKI, 2018; OTTO et al., 2021).

Na maioria das vezes, a escolha por uma embalagem envolve aspectos subjetivos e o consumidor transfere o conteúdo da imagem externa para o seu inconsciente, formando sua percepção, em outras palavras, definindo o seu comportamento. Entende-se por comportamento do consumidor o conjunto de atividades físicas e mentais realizadas por clientes que resultem em decisões e ações de comprar e utilizar serviços e produtos, sendo o consumidor influenciado por aspectos psicológicos, culturais, individuais e sociais (STEFANO; CASAROTTO FILHO, 2012). Assim, a atenção visual é o elemento-chave na tomada de decisão de compra, uma vez que a informação precisa primeiro ser notada para que possa impactar o comportamento do consumidor (SIELICKA-RÓŻYŃSKA; JERZYK; GLUZA, 2021).

Os múltiplos sentidos dos seres humanos (tato, olfato, audição, visão e sabor) são usados para experimentar e explorar o ambiente e são interpretados no cérebro (BISWAS; SZOCS, 2019). A associação entre os estímulos, atributos ou parte da experiência e os sentidos, ou seja, as modalidades sensoriais, é denominada como correspondências intermodais, sendo que a correspondência intermodal mais comum é a associação entre sabores e cores (DE SOUSA; CARVALHO; PEREIRA, 2020; RIBEIRO; CARVALHO; DE SOUSA; COELHO *et al.*, 2021). Assim, é possível construir expectativas (conscientes ou não) a respeito de um alimento, bebida ou embalagem com base nas correspondências intermodais de modo que podem impactar na avaliação e no consumo do produto avaliado. Dessa forma, informações visuais como formas e cores são importantes fontes de informações sobre as expectativas e aceitação sobre alimentos, bebidas e embalagens (PIQUERAS-FISZMAN; SPENCE, 2014; RIBEIRO; CARVALHO; DE SOUSA; COELHO *et al.*, 2021; WAN; WOODS; SEOUL; BUTCHER *et al.*, 2015).

Ao se incorporar correspondências intermodais ao design das embalagens, estas deixaram de possuir apenas as funções iniciais de controlar porções e proteger o produto. Os atributos das embalagens representam um dos mais importantes indicadores sensoriais determinantes do sucesso ou fracasso de um produto no local de venda. Então, a cor e a forma desempenham um papel importante nas embalagens, pois os consumidores identificam os produtos a uma determinada distância e iniciam o processamento dos elementos visuais antes mesmo de tocar nas embalagens, de modo que a sensação desencadeada pela embalagem pode

se estender ao próprio produto (SOUSA; CARVALHO; PEREIRA, 2020; SPENCE, 2016; SPENCE, 2019).

A crescente preocupação ambiental entre os consumidores em relação aos alimentos e bebidas também inclui a preocupação com as embalagens. A maioria dos consumidores considera a embalagem como algo integrado aos alimentos e bebidas, assim a embalagem vazia é considerada um resíduo. Além disso, a preocupação sobre os destinos adequados dados aos resíduos vem influenciando os consumidores que passaram a entender que os resíduos das embalagens de alimentos e bebidas são tão importantes quanto o desperdício dos mesmos e passaram a colocar maior importância no impacto ambiental da embalagem do que no real impacto da produção de alimentos e bebidas (LINDH; OLSSON; WILLIAMS; 2021).

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

É praticamente impossível dissociar o mundo atual da utilização dos polímeros. Então, faz-se necessário o uso consciente desse tipo de material. Tal uso passa pela substituição dos polímeros não biodegradáveis e/ou de fontes fósseis não renováveis para o uso de polímeros biodegradáveis de fontes renováveis, principalmente nos casos em que os polímeros são utilizados para fabricação de materiais a serem utilizados por um curto período como é o caso das embalagens para alimentos e bebidas e produtos de uso único, como os copos e talheres descartáveis.

Em resposta a essa preocupante situação, tanto a academia quanto a indústria têm desenvolvido novas tecnologias aplicadas às embalagens que oferecem benefícios com redução dos impactos negativos, principalmente, com a utilização de polímeros biodegradáveis.

Dessa maneira, o presente trabalho apresenta relevância uma vez que faz uso de polímeros biodegradáveis que são resíduos ou co-produtos da indústria de alimentos (pectina e IPS) para o desenvolvimento de um novo material por meio de processamento aplicável e comum na indústria de materiais (extrusão/termocompressão) que possa ser usado como embalagem na própria indústria de alimentos ou em outro seguimento industrial no qual seja aplicável.

Além disso, o presente trabalho também busca compreender a percepção que os consumidores têm a respeito do material desenvolvido de modo a proporcionar ações mais efetivas para o aumento do uso de materiais biodegradáveis como embalagens de alimentos e bebidas.

REFERÊNCIAS

ALMASI, Hadi; AZIZI, Saeedeh; AMJADI, Sajed. Development and characterization of pectin films activated by nanoemulsion and Pickering emulsion stabilized marjoram (*Origanum majorana* L.) essential oil. **Food Hydrocolloids**, v. 99, p. 105338, 2020.

AMERICAN SOCIETY STANDARD TESTING AND MATERIALS – ASTM. **Standard Specification for Labeling of Plastics Designed to Be Aerobically Composted in Municipal or Industrial Facilities. ASTM D6400-12**. Philadelphia, 2012.

ARAÚJO, Joyce Rodrigues de; PAOLI, Marco-aurelio de. **Compósitos De Polietileno De Alta Densidade Reforçados Com Fibra De Curauá Obtidos Por Extrusão E Injeção**. 2009. 153 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Química, Química Orgânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

AVÉROUS, Luc; POLLET, Eric. Biodegradable Polymers. **Environmental Silicate Nanobiocomposites**, [s.l.], p.13-39, 2012. Springer London. http://dx.doi.org/10.1007/978-1-4471-4108-2_2.

AZEVEDO, Viviane M. et al. Development of whey protein isolate bio-nanocomposites: effect of montmorillonite and citric acid on structural, thermal, morphological and mechanical properties. **Food Hydrocolloids**, v. 48, p. 179-188, 2015.

AZEVEDO, Viviane Machado et al. Whey protein isolate biodegradable films: Influence of the citric acid and montmorillonite clay nanoparticles on the physical properties. **Food hydrocolloids**, v. 43, p. 252-258, 2015.

AZEVEDO, Viviane Machado et al. Effect of replacement of corn starch by whey protein isolate in biodegradable film blends obtained by extrusion. **Carbohydrate Polymers**, [s.l.], v. 157, p.971-980, fev. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.10.046>.

AZEVEDO, Viviane Machado et al. Optical and structural properties of biodegradable whey protein isolate nanocomposite films for active packaging. **International Journal of Food Properties**, [s.l.], p.1-10, 4 ago. 2017. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/10942912.2017.1354883>.

AZEVEDO, Viviane Machado et al. Effect of whey protein isolate films incorporated with montmorillonite and citric acid on the preservation of fresh-cut apples. **Food Research International**, [s.l.], v. 107, p.306-313, maio 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2018.02.050>.

AYCOCK, D.; ABOLINS, V.; WHITE, D. M. Encyclopedia of polymer science and engineering. **John Wiley & Sons, New York**, v. 13, p. 1, 1986.

BIERHALZ, Andréa Cristiane Krause; SILVA, Mariana Altenhofen da; KIECKBUSCH, Theo Guenter. Natamycin release from alginate/pectin films for food packaging applications.

Journal Of Food Engineering, [s.l.], v. 110, n. 1, p.18-25, maio 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.12.016>.

BOVENSIEPEN, Gerd et al. Verpackungen im Fokus: Die Rolle von Circular Economy auf dem Weg zu mehr Nachhaltigkeit. **PriceWaterhouseCoopers GmbH Wirtschaftsprüfungsgesellschaft: Frankfurt am Main, Germany**, 2018.

BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. **Portaria nº 53**, de 10 abril de 2013. Cria o regulamento técnico de identidade e qualidade de soro de leite. Brasília, 2013. Disponível em: <<http://www.terraaviva.com.br/cliq/ minuta.html>>. Acesso em: 19 jan. 2020.

BRITO, Gustavo de Figueiredo et al. Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, Campina Grande, v. 6, n. 2, p.127-139, 2011. ISSN 1809-8797.

CALLISTER, William D. et al. **Materials science and engineering: an introduction**. New York: John wiley & sons, 2007.

CANEVAROLO JR., Sebastião Vicente. **Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. Artliber, 2006.

CARVALHO, Raissa Alvarenga et al. Bio-nanocomposites for food packaging applications: effect of cellulose nanofibers on morphological, mechanical, optical and barrier properties. **Polymer International**, [s.l.], v. 67, n. 4, p.386-392, 22 jan. 2018. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/pi.5518>.

CARVALHO, Raissa Alvarenga et al. Biopolymers of WPI/CNF/TEO in preventing oxidation of ground meat. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 43, n. 12, p. e14269, 2019.

CARVALHO, Raissa Alvarenga et al. WPI and Cellulose Nanofibres Bio-nanocomposites: Effect of Thyme Essential Oil on the Morphological, Mechanical, Barrier and Optical Properties. **Journal of Polymers and the Environment**, [s.l.], v. 28, p.231–241, 2020. Springer. <http://dx.doi.org/10.1007/s10924-019-01598-6>.

CHAKRAVARTULA, Swathi Sirisha Nallan et al. Characterization of Composite Edible Films Based on Pectin/Alginate/Whey Protein Concentrate. **Materials**, v. 12, n. 15, p. 2454, 2019.

CINELLI, Patrizia et al. Recyclability of PET/WPI/PE Multilayer Films by Removal of Whey Protein Isolate-Based Coatings with Enzymatic Detergents. **Materials**, [s.l.], v. 9, n. 6, p.473-480, 14 jun. 2016. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/ma9060473>.

CUNNINGHAM, P. et al. Tensile properties of soy protein isolate films produced by a thermal compaction technique. **Journal of Food Science**, v. 65, n. 4, p. 668-671, 2000.

DE CASTRO E SILVA, Priscila et al. Development of bionanocomposites of pectin and nanoemulsions of carnauba wax and neem oil pectin/carnauba wax/neem oil composites. **Polymer Composites**. 2019

DE OLIVEIRA, Ana Carolina Salgado et al. Chitosan/Polyaniline Conductive Blends for Developing Packaging: Electrical, Morphological, Structural and Thermal Properties. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 27, n. 10, p. 2250-2258, 2019.

DE OLIVEIRA, Ana Carolina Salgado et al. Development of whey protein isolate/polyaniline smart packaging: Morphological, structural, thermal, and electrical properties. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 136, n. 14, p. 47316, 2019.

DE OLIVEIRA, Ana Carolina Salgado et al. Thermoplasticized Pectin by Extrusion/Thermo-Compression for Film Industrial Application. **Journal of Polymers and the Environment**, 2021/01/28 2021.

DE OLIVEIRA BEGALI, Danielly et al. Effect of the incorporation of lignin microparticles on the properties of the thermoplastic starch/pectin blend obtained by extrusion. **International Journal of Biological Macromolecules**, 180, p. 262-271, 2021/06/01/ 2021.

DEHGHANI, Samira; HOSSEINI, Seyed Vali; REGENSTEIN, Joe M.. Edible films and coatings in seafood preservation: A review. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 240, p.505-513, fev. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.07.034>.

DE SOUSA, Maísa M. M.; CARVALHO, Fabiana M.; PEREIRA, Rosemary G. F. A. Do typefaces of packaging labels influence consumers' perception of specialty coffee? A preliminary study. **Journal of Sensory Studies**, 35, n. 5, p. e12599, 2020.

FERNANDES, Laércio L. et al. Estudo do efeito do tipo de polipropileno na fotodegradação da blenda polipropileno/poliestireno de alto impacto. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 22, n. 1, p. 61-68, 2012.

GEZGIN, Zaferali; LEE, T. C.; HUANG, Qingrong. Nanoscale properties of biopolymer multilayers. **Food hydrocolloids**, v. 63, p. 209-218, 2017.

GONÇALVES, Alex Augusto; PASSOS, Marcelo Gonzalez; BIEDRZYCKI, Aline. Percepção do consumidor com relação à embalagem de alimentos: tendências. **Estudos tecnológicos**, v. 4, n. 3, p. 271-283, 2008.

GUERRERO, P. et al. Mechanical and thermal properties of soy protein films processed by casting and compression. **Journal of Food Engineering**, v. 100, n. 1, p. 145-151, 2010.

GUERRERO, P. et al. Functional properties of films based on soy protein isolate and gelatin processed by compression molding. **Journal of Food Engineering**, v. 105, n. 1, p. 65-72, 2011.

HUNTRAKUL, Kedpraveen; HARNKARNSUJARIT, Nathdanai. Effects of plasticizers on water sorption and aging stability of whey protein/carboxy methyl cellulose films. **Journal of Food Engineering**, v. 272, p. 109809, 2020.

JEON, Byungjoo et al. Microcellular foam processing of biodegradable polymers — review. **International Journal of Precision Engineering And Manufacturing**, [s.l.], v. 14, n. 4, p.679-690, abr. 2013. Springer Nature. <http://dx.doi.org/10.1007/s12541-013-0092-0>.

KOCAAGA, Banu et al. Low-methoxyl pectin–zeolite hydrogels controlling drug release promote in vitro wound healing. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 136, n. 24, p. 47640, 2019.

KOCH, L. et al. Improving the emulsifying properties of whey protein isolate-citrus pectin blends by a novel reactive extrusion approach. **Journal of food Engineering**, v. 223, p. 175-188, 2018.

KRISHNA, Murali; NINDO, Caleb I.; MIN, Sea C. Development of fish gelatin edible films using extrusion and compression molding. **Journal of Food Engineering**, v. 108, n. 2, p. 337-344, 2012.

KRZEMINSKI, Alina et al. Environmental response of pectin-stabilized whey protein aggregates. **Food Hydrocolloids**, v. 35, p. 332-340, 2014.

LINDH, Helena; OLSSON, Annika; WILLIAMS, Helen. Consumer perceptions of food packaging: contributing to or counteracting environmentally sustainable development?. **Packaging Technology and Science**, v. 29, n. 1, p. 3-23, 2016.

LUNA, Carlos Bruno Barreto et al. Desenvolvimento de blendas poliméricas visando a tenacificação dos polímeros: uma revisão. **Semina: Ciências Exatas e Tecnológicas**, v. 36, n. 1, p. 67-80, 2015.

MANRICH, Silvio. **Processamento de Termoplásticos: rosca única, extrusão e matrizes, injeção e moldes**. 2 ed. São Paulo: Artliber Editora, 2013, p.109 e p.287.

NAIR, Lakshmi S.; LAURENCIN, Cato T. Biodegradable polymers as biomaterials. **Progress in polymer science**, v. 32, n. 8-9, p. 762-798, 2007.

NETO, Sandra Ferreira de Sousa. **Preparação de Biofilmes a partir de Resíduos da Indústria de Curtumes**. 2013. Tese de Doutorado.

OTTO, Sarah et al. Food packaging and sustainability–Consumer perception vs. correlated scientific facts: A review. **Journal of Cleaner Production**, p. 126733, 2021.

PARKER, Greg. *Encyclopedia of materials: science and technology*. 2001.

PASSADOR, Fábio R.; PESSAN, Luiz A.; RODOLFO, Antonio. Estado de mistura e dispersão da fase borrachosa em blendas PVC/NBR. **Polímeros Ciência e Tecnologia**, v. 16, n. 3, p. 174, 2006.

PIQUERAS-FISZMAN, Betina; SPENCE, Chales. Colour, pleasantness, and consumption behaviour within a meal. **Appetite**, 75, p. 165-172, 2014/04/01/ 2014.

RIBEIRO, Michele Nayara et al. Visual expectation of craft beers in different glass shapes. **Journal of Sensory Studies**, 36, n. 1, p. e12618, 2021.

SCHMID, Markus et al. Effect of Potato Pulp Filler on the Mechanical Properties and Water Vapor Transmission Rate of Thermoplastic WPI/PBS Blends. **Polymer-plastics Technology**

and Engineering, [s.l.], Vol. 55, Iss. 5, p. 510-517, nov .2016.<https://doi.org/10.1080/03602559.2015.1098690>.

SIELICKA-RÓŻYŃSKA, Maria; JERZYK, Ewa; GLUZA, Natalia. Consumer perception of packaging: An eye-tracking study of gluten-free cookies. **International Journal of Consumer Studies**, v. 45, n. 1, p. 14-27, 2021.

SILVA, D. F.; ARAÚJO, E. M.; MELO, T. J. A. Desenvolvimento de blendas de poliamida 6/composto de borracha reciclada (SBR-R). **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 7, n. 2, p. 104-110, 2012.

SILVA, Keila de Souza et al. Synergistic interactions of locust bean gum with whey proteins: Effect on physicochemical and microstructural properties of whey protein-based films. **Food Hydrocolloids**, [s.l.], v. 54, p.179-188, mar. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.09.028>

SILVA, Keila de Souza et al. Physicochemical and microstructural properties of whey protein isolate-based films with addition of pectin. **Food packaging and shelf life**, v. 16, p. 122-128, 2018.

SOUZA, Karina Ap. de Freitas Dias de; NEVES, Valdir Augusto. Experimentos de Bioquímicas: Polissacarídeos. Disponível em: <http://www.fcfar.unesp.br/alimentos/bioquimica/introducao_carboidratos/polissacarideos.htm>. Acesso em: 18 jan. 2020.

SOUSA, Maísa M. M. d.; CARVALHO, Fabiana M.; PEREIRA, Rosemary G. F. A. Colour and shape of design elements of the packaging labels influence consumer expectations and hedonic judgments of specialty coffee. **Food Quality and Preference**, 83, p. 103902, 2020/07/01/ 2020.

SPENCE, Charles. 1 - Multisensory Packaging Design: Color, Shape, Texture, Sound, and Smell. In: BURGESS, P. (Ed.). **Integrating the Packaging and Product Experience in Food and Beverages**: Woodhead Publishing, 2016. p. 1-22.

SPENCE, Charles. Neuroscience-Inspired Design: From Academic Neuromarketing to Commercially Relevant Research. **Organizational Research Methods**, 22, n. 1, p. 275-298, 2019.

STEFANO, Nara Medianeira; CASAROTTO FILHO, Nelson. Percepção dos consumidores: atributos considerados importantes nas embalagens. **Revista Produção Online**, v. 12, n. 3, p. 657-681, 2012.

SUKSAEREE, Jirapornchai et al. Transdermal Delivery of Nicotine Using Pectin Isolated from Durian Fruit-Hulls-Based Polymer Blends as a Matrix Layer. **Journal Of Polymers And The Environment**, [s.l.], v. 26, n. 8, p.3216-3225, 17 fev. 2018. Springer Nature. <http://dx.doi.org/10.1007/s10924-018-1203-x>.

SYARIFUDDIN, Adiansyah et al. Effect of dangke whey/pectin ratio, stearic acid and cheese aroma concentration on characteristic properties of edible films made thereof. In: **IOP Conference Series: Earth and Environmental Science**. IOP Publishing, 2019. p. 012008.

XIANG, Dong et al. Structure, mechanical, and electrical properties of high-density polyethylene/multi-walled carbon nanotube composites processed by compression molding and blown film extrusion. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 132, n. 42, 2015.

ZHANG, Sha; HSIEH, Fu-Hung; VARDHANABHUTI, Bongkosh. Acid-induced gelation properties of heated whey protein–pectin soluble complex (Part I): Effect of initial pH. **Food hydrocolloids**, v. 36, p. 76-84, 2014.

ZHANG, Sha; VARDHANABHUTI, Bongkosh. Acid-induced gelation properties of heated whey protein–pectin soluble complex (Part II): Effect of charge density of pectin. **Food hydrocolloids**, v. 39, p. 95-103, 2014.

WAN, X.; WOODS, A. T.; SEOUL, K.-H.; BUTCHER, N. *et al.* When the shape of the glass influences the flavour associated with a coloured beverage: Evidence from consumers in three countries. **Food Quality and Preference**, 39, p. 109-116, 2015/01/01/ 2015.

WIJAYA, Wahyu et al. Whey protein isolate–low methoxyl pectin nanocomplexes improve physicochemical and stability properties of quercetin in a model fat-free beverage. **Food & function**, v. 10, n. 2, p. 986-996, 2019.

SEGUNDA PARTE – ARTIGOS

ARTIGO 1

**Artigo regidico conforme norma do *Journal of Polymers and the Environment* –
versão publicada**

<https://doi.org/10.1007/s10924-021-02054-0>

THERMOPLASTICIZED PECTIN BY EXTRUSION/THERMO-COMPRESSSION FOR FILM INDUSTRIAL APPLICATION

Abstract

Researches for the development of materials with less environmental impact have been more common. Pectin is a natural polysaccharide, presenting in plants and the peel of some fruits. It is atoxic, biocompatible, not expensive and is available as a byproduct of fruit juice industry. In the literature, pectin is commonly found mixed with other polymers. The objective of this work was to study the thermoplasticization with glycerol of high methoxylation pectin by extrusion/thermo-compression for films with industrial application compared to casting films. Properties of water vapor permeability (1.27 – 2.47 g.mm/KPa.h.m²), tensile strength (3.44 – 8.74 MPa), and puncture resistance (43.01 – 230.75 N/mm) of extrusion/thermo-compression films were evaluated. Color parameters exhibited possibility of samples application in packages that require the consumer to view the product. The results obtained for extruded/thermo-compressed films are similar or superior to those obtained in extruded thermoplasticized starch works. Results showed efficient production of plasticized pectin films with the possibility of industrial application for extrusion/thermo-compression process.

Keywords: casting; mechanical properties; barrier properties; CIELab; X-ray diffraction.

1. Introduction

The lifestyle adopted by the world population has led to high consumption of non-biodegradable polymers of petroleum origin that results in a huge amount of accumulated waste and generates world environmental problems. These aspects have stimulated researches on ecological materials, which promote less impact in nature [1-3]. The ecological materials are obtained from renewable sources and have equal or higher physical-chemical properties than conventional materials. These materials also have biodegradable properties and are economically competitive in comparison to conventional materials [4-6]. The biopolymers

(polysaccharides and proteins) are considered one of the classes of ecological materials, and its commercialization gained world importance in the last years [5]. They are also viable alternatives to reduce the environmental impact of the conventional food packaging [7].

Pectin is a natural anionic polysaccharide that occurs mainly in the cell walls of various terrestrial plant species and in the peel of some fruits such as apple and orange which are its main commercial sources. The best-known application of this raw material is as a thickening or gelling agent in the production of various foods such as dairy products, fruit juices, and mainly jellies. Furthermore, characteristics such as non-toxicity and biocompatibility lead to the growing use of the pectin in other areas as pharmaceuticals, biotechnology and the production of edible films for the covering of food [8-15]. Pectin is not expensive and is available because is a byproduct or the waste of the fruit juice industry [16]. The degree of esterification of pectin with methanol, which is the ratio of esterified galacturonic acid groups in relation to total galacturonic acid, classifies it as low methoxyl pectin (LMP) or high methoxyl pectin (HMP). LMP has less than 50% of its carboxyl groups esterified, while HMP has over 50% more [17-21].

Published papers involving films of pectin with low methoxylation by casting methods with the addition of other polymers (blends) are found in the literature [22-27]. However, few papers using films of pectin with high methoxylation are observed [28,29]. Properties of pure thermoplastic pectin by thermo-compression was found [30]. Fishman et al. [31] and Fishman et al. [32] tried to extrude pectin-glycerol with and without other components and obtained the thermo-mechanical properties. Da Róz et al. [33] extruded a mixture of starch and 10 wt% of pectin.

Plasticizers, like glycerol, acetylated monoglycerides, polyethylene glycol, and sucrose, are often used to improve the mechanical properties of films based on proteins or polysaccharides, such as pectin [34]. The films obtained from several polysaccharides are generally brittle without the addition of plasticizer [35]. Plasticizers reduce the cohesive force between the polymer chains, improving their mobility due to weakening intermolecular forces between polymer chains. Thus, this change in film structure reduces tensile strength, hardness, density, and viscosity and increases the flexibility of the polymer chain, as well as the fracture resistance, besides decreasing the glass transition temperature [36,34,35,37]. In this research, the glycerol was used with this function. Glycerol is a non-volatile polyol with a strong impact on the development of bioeconomy [38]. Its efficiency is related to hydrogen bonds, which expand intermolecular spaces, leading to an increase of permeability and flexibility of films, reducing intermolecular forces along of polymer chain [39].

The objective of this paper was the study of plasticized HMP films to industrial applications. The laboratory (casting) and industrial methods (extrusion/thermo-compression), using pHs 2.00 and 7.00, were compared, based on the physical-chemical properties of the films, in order to prove the plasticization of pectin by the industrial method (extrusion/thermo-compression).

2. Material and Methods

2.1. Material

High Methoxyl Pectin was purchased from Dinâmica Química Contemporânea (São Paulo, Brazil) with 75.7% of degree of esterification. Citric acid and glycerol were purchased from Sigma Aldrich (São Paulo, Brazil) with purities of 99.7% and 99.5%, respectively.

2.2. Plasticized HMP by casting technique

The film preparation initiates with dissolution in the aqueous solution of 7% (w/w) of HMP and 3% (w/w) of glycerol. The solution was submitted to magnetic stirring (750 rpm) at a temperature of 60 °C until the complete solubilization of HMP. After, the temperature was elevated for 85 °C and the same magnetic stirring was maintained for 5 minutes. Finally, 150 mL of solution was poured in Teflon plates with dimensions of 19 x 32 cm and were kept in them during 48 h for total solvent evaporation. Two different pHs were used: pH=2.00 (sample named Cas2), and pH=7.00 (sample named Cas7). The pH adjustment was made in the distilled water with citric acid before the addition of HMP and glycerol.

2.3. Plasticized pectin by extrusion/thermo-compression technique

HMP films by extrusion/thermo-compression were prepared with HMP, glycerol and distilled water at the following weight proportions: 49/30/21 wt %, respectively. These reagents were mixed in an industrial blender model stainless steel cup, high speed, of 1.5 liters, motor power of 800 W and 60 Hz of rotation (from Metalúrgica Skymesen Ltda, Santa Catarina, Brazil). This preparation was extruded using a model SJSJL 20 co-rotating twin-screw extruder (NZ Phill Polymer), with L/D=40, screw diameter (D) = 20 mm equipped with seven heating zones. The temperature profile (from the feeder to the matrix) and screw speed were: 35/50/75/95/100/100/90 °C and 100 rpm, respectively. The pH tested were pH=2.00 (sample named Ext2), and pH=7.00 (sample named Ext7), and the pH adjustment was made in the distilled water before the addition of HMP and glycerol with citric acid. The pellets of extruded

HMP were produced by automatic pelletizer (operating at 120 rpm) with a size of 2 mm. Hydraulic press (Model 370M015, Matoli, Brazil) were used for film production and 15 grams of pellets were pressed at 110 °C at the condition: 1 ton per 3 seconds, 2 ton per 2 minutes, and 3 ton per 1 minute. Films around 15 x 15 cm were obtained and were cooled to room temperature.

2.4. Conditioning and measures of thickness of films

The films of both techniques were conditioned at a controlled temperature of 23 ± 2 °C and relative humidity of $50 \pm 5\%$ during 48 h before tests, according to ASTM [40]. The average thickness of films was obtained in 10 distinct points of samples, using digital micrometer Mitutoyo 0.01 mm (Mitutoyo, Suzano, Brazil).

2.5. Characterizations of Films

Morphological analysis was performed by Scanning Electron Microscopy (SEM) using LEO EVO 40 XVP microscope (Zeiss, Cambridge, UK), with an acceleration voltage of 15 kV and the magnification of the micrographs of 397X for surface and 250X for cross-section. X-Ray Diffraction (XRD) was done in a diffractometer XRD-6000 (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan) with filter Cu ($k\alpha_1$) ($\lambda = 1.5406\text{\AA}$), operating with 30 kV and 30 mA. The samples were analyzed with a scanning rate of $4^\circ.\text{min}^{-1}$, from 4 to 70° at room temperature.

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) analysis was performed by spectrometer Varian 600-IR Series, with GladiATR attachment from PIKE Technologies (U.S.A.) using attenuated total reflection diamond crystal. The spectra were obtained in the range of $4000 - 800\text{ cm}^{-1}$, with 32 scans and a resolution of 4 cm^{-1} . The thermal stability studies of films were done by Thermogravimetric Analysis (TGA) Q500 equipment (TA Instruments, New Castle, DE) at a nitrogen atmosphere with flow rate of $40\text{ mL}.\text{min}^{-1}$, heating ramp from 50 to 600 °C with rate of $10\text{ }^\circ\text{C}.\text{min}^{-1}$.

Water Vapor Permeability (WVP) analysis was performed by the gravimetric method [41]. In this method, samples were cut in discs forms with of radius of 5.25 mm and fixed in Ambar flask of 20 mL filled with 15 mL of silica-gel. The flasks were sealed with paraffin plastic with perforation with a diameter of permeation area of the flask [42]. Sealed flasks were stored in desiccators with a saturated NaCl solution at controlling temperature of (23 ± 1) °C and relative humidity of $(75 \pm 3)\%$. The flasks were weighed at 1-hour intervals in the first 4 hours and in last 4 hours during 24 hours. Water vapor transmission rate (WVPR) was calculated by Equation 1:

$$WVPR = G/t \cdot A \text{ (gram water per m}^2\text{and day)} \quad (1)$$

where G/t is the mass of water per day (in gram) and A is the area of vapor transmission of sample (m^2). WVP was obtained by Equation 2:

$$WVP = \frac{WVPR \cdot e}{\rho_s \cdot (UR_1 - UR_2)} \quad (2)$$

where e is the average thickness of sample (mm), ρ_s is saturation pressure of water vapor at test temperature (3.16 kPa), UR_1 is relative humidity of test camera and UR_2 is relative humidity of sample.

Water Solubility Coefficient (WS) determines the total water solubility in relation to a reference sample, described by Guimarães et al. [42]. The initial procedure of this test was necessary to determine the initial mass of solids of each sample: three films of 6 cm^2 were weighed, transferred to three glass beakers and dried at $70 \text{ }^\circ\text{C}$ for 48 h in an oven with circulation and air exchange. The samples were immersed in 30 mL of distilled water in 125 mL Erlenmeyer flask and placed under the agitation of the speed of 150 rpm in a mechanical shaker at $25 \text{ }^\circ\text{C}$ for 24 h. After the samples were removed from the flasks and dried again at $70 \text{ }^\circ\text{C}$ for a further 48 h. WS is defined as the number of soluble solids in relation to the initial number of dry solids, according to Equation 3:

$$WS = \frac{\text{mass of solubilized solids}}{\text{mass of total solids}} 100\% \quad (3)$$

PT (puncture test), D (deformation), ME (modulus of elasticity), TS (tensile strength) parameters was used to obtain relevant mechanical properties. PT tests were performed by Micro System Texture Analyzer, model TATX2i (England) with 1 kN load cell. The preparation of the films was as follows: the films were cut with 9 cm^2 of the area and fixed in metallic support with a central hole (diameter of 2.1 cm). A spherical probe of 5.0 mm of diameter with a velocity of 0.8 mm/s forces the surface of the film until perforation [43]. PT (N/mm) was calculated dividing values of force on perforation point to avoid the thickness effect [44], and deformation (D, mm) of films were obtained. ASTM [45] was used to determine the strength properties with samples pre-prepared, cut into strips with 10 cm^2 . The measurements were performed with the initial separation of the claws of 50 mm and the velocity

of the claws was 0.8 mm/s. Tensile strength (TS, MPa) and modulus of elasticity (ME, MPa) were measured. For strength properties, the Micro System Texture Analyzer model TATX2i (England) with 1 kN load cell also was used.

Colorimetric parameters were determined with the CIELab system in Konica Minolta Spectrophotometer, model CM-5 (Konica Minolta, Tokyo, Japan) with light source D65. The parameters were obtained with hue angle (h^0) of 10 degrees and the equipment parameters were lightness (L^*) and the relative saturation or chroma (C^*).

The films were produced in triplicate according the Table 1. The statistical analysis of the films was made by Analysis of Variance (ANOVA), using SISVAR Software (version 5.6) [46] with significance level $p < 0.05$ and the results were compared with Tukey's test. Descriptive analyses were used to analyze data from SEM, XRD, FTIR, and TGA. The curves of XRD, FTIR, and TGA were analyzed using the software Origin[®] 9.0.

Table 1 Experimental design of HMP thermoplasticized film with glycerol

Samples	Technique production	pH	Concentration (% w/w)		
			Chitosan	Glycerol	Water
Cas2	casting	2.0	7	3	90
Cas7	casting	7.0	7	3	90
Ext2	extrusion/thermo-compression	2.0	49	30	21
Ext7	extrusion/thermo-compression	7.0	49	30	21

The pH adjustment was made in the distilled water with citric acid.

3. Results and Discussion

3.1. Morphological and Structural Results

Figure 1 presents SEM of surface and cross-section by cryogenic fracture of HMP films. The films were homogeneous and compact without pores and cracks. SEM micrographs revealed casting and extrusion/thermo-compression films at the pH 2.00 and 7.00 were suitable for thermoplastic formation with high interaction between pectin and glycerol. These results are similar of those found by Ochoa-Yepes et al. [47] when studying the influence of process (casting and extrusion/thermo-compression) in lentil protein and starch films. The results were also similar to those found by Azevedo et al. [48] and Mendes et al. [49] when thermoplasticizing starch by extrusion, showing that thermoplastic pectin extrusion-thermocompression was efficient.

The points observed on the surfaces of samples Cas2 and Cas7 could be attributed to the dirt that may have adhered to the surfaces during the handling of the samples. The micrographs for samples Ext2 and Ext7 (Figure 1 c, d, g, h) showed irregularities that can be attributed to extrusion processing [48,49], a defect similar to some defects known to occur during the processing of certain polymers [50]. However, these observations did not affect the homogeneity of the films; therefore, they did not affect thermoplastification with high interaction between pectin and glycerol.

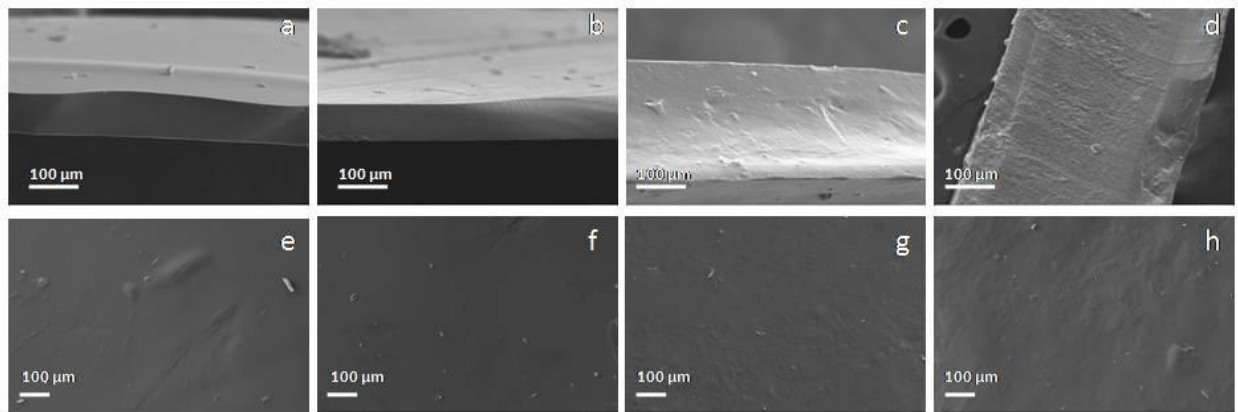


Fig. 1 SEM micrographs of HMP plasticized films at different conditions. Cross-section: a) Cas2; b) Cas7; c) Ext2; d) Ext7. Surface: e) Cas2; f) Cas7; g) Ext2; h) Ext7

3.2. X-ray diffraction (XRD)

XRD of plasticized HMP films in different conditions and pectin powder are shown in Figure 2. The diffractogram of pectin powder showed main peaks at approximately $2\theta = 11.68^\circ$, 12.99° , 19.24° and 24.96° , indicating the regions of crystallinity in the polymer [51]. The XRD for casting samples (Cas2 and Cas7) and the extrusion/thermo-compression samples (Ext2 and Ext7) were predominant amorphous the samples, as were observed in the amorphous halo in the diffractograms (around 20°). Gorrasi [52] characterizing amorphous pectin plasticized with glycerol, also observed the amorphous structure with a broad halo at about 22° .

The good interaction of pectin and glycerol for pH 2 and 7 was also seen by XRD results. The change in XRD patterns of the samples indicated the occurrence of physical and chemical modifications, responsible for the alteration of the three-dimensional lattice associated with pectin plasticization. The change in XRD patterns too was observed in the plasticization of starch [53,48].

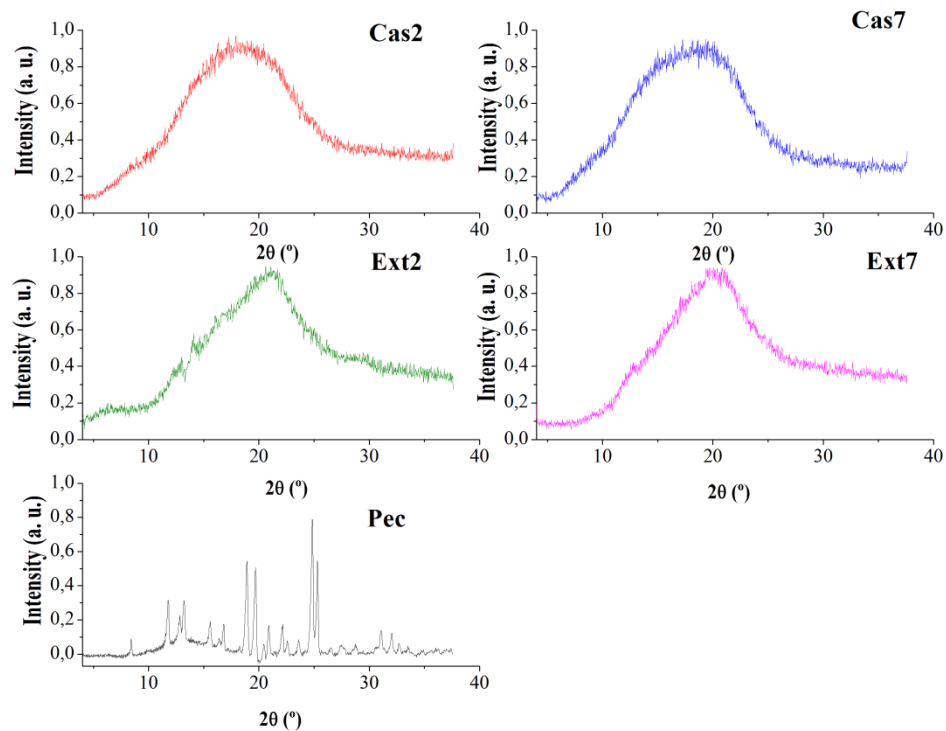


Fig. 2 XDR of pectin and HMP plasticized films at different conditions

3.3. Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)

Figure 3 presents the results of FTIR for pectin powder and HMP plasticized films for different conditions. For powder of pectin (Pec), the peak around 1000 cm^{-1} is attributed to the glycosidic bond. The peak at 1052 cm^{-1} was associated with C-O of a secondary alcohol, while the peak of 1332 cm^{-1} was attributed to the C-H of methyl groups [54]. The band at 1432 cm^{-1} was assigned COO-symmetric stretching and the band at 1585 cm^{-1} to the COO- asymmetric stretching [55,56,54]. The 1670 cm^{-1} band indicated the carboxyl groups [54,56,57], while the 1738 cm^{-1} band was related to esterified carbonyl functional groups [55]. The band at 3295 cm^{-1} corresponds to the hydroxyl group (-OH) [58].

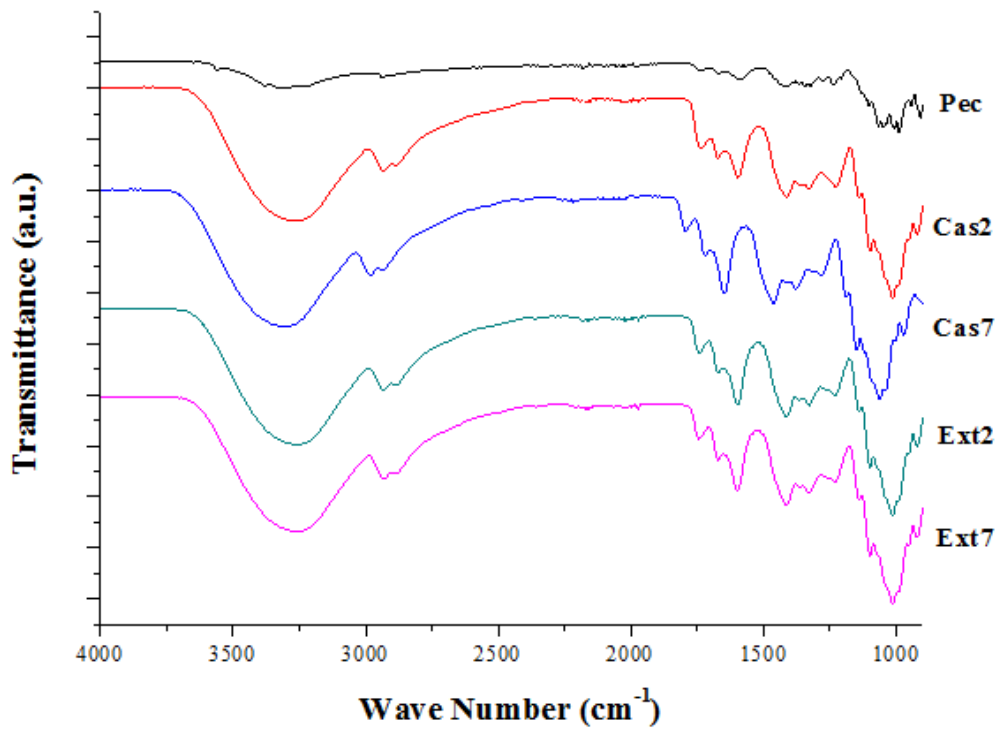


Fig. 3 FTIR spectra of pectin and HMP plasticized films under different conditions

HMP plasticized films at different conditions (Cas2, Cas7, Ext2, and Ext7) were observed same FTIR pattern, indicating the samples had the same chemical structure. Bands at 1019, 1093, and 1132 cm^{-1} correspond to both the glycosidic bonds between the two galacturonic units of pectin, and C-O of a secondary alcohol [59,60]. The significant increase of intensity on band at 1093 cm^{-1} indicated the interaction of glycosidic bonds probably caused by presence of glycerol [54]. The band 1325 cm^{-1} was attributed to -C-H of methyl groups [54] and the band 1425 cm^{-1} was assigned COO- symmetric stretching. The band 1605 cm^{-1} was associated to the COO- asymmetric stretching [54], and 1665 cm^{-1} band indicated the carboxyl groups [57,54,56]. The 1730 cm^{-1} band was related to esterified carbonyl functional groups [55]. The bands 2883 and 2929 cm^{-1} were associated with -C-H stretching of -CH₂ group vibration of glycerol [61]. The broad band in the region of 3270 cm^{-1} corresponds to the hydroxyl group.

The bands 1325, 1425, 1605, 1665, and 1730 cm^{-1} were shifted in relation to Pec sample, showing interaction between glycerol and pectin in the films. This result was effect of plasticization of the film by formation of hydrogen bonds between glycerol and esterified and no-esterified carboxyl groups. The increase of intensity of the bands 1605, 1665, and 1730 cm^{-1} could be attributed to the intermolecular hydrogen bond between pectin and glycerol that generates a polymer network [57,54,62].

3.4. Thermogravimetric analysis (TGA)

The thermogravimetric analysis (TGA) for pectin powder and HMP plasticized films at different conditions can be observed in Figure 4.

Pec samples showed a single degradation step around 230 °C, which is due to the breakdown of glycosidic bonds, leading to pectin depolymerization [63,54,57,64]. All plasticized HMP films showed three degradation steps: I) from 71 to 90 °C was due to water evaporation (reduction of ~ 20% the initial mass) [64]; II) from 170 to 180 °C can be attributed to the cleavage processes of the CC and CO bonds in ring unit (results of the production of H₂O vapor, and CO and CO₂ gases) (reduction of ~ 20% the mass) [65]; and III) at 230 °C which refers to degradation of glycosidic bonds, leading to pectin depolymerization (reduction of ~ 40% the mass) [64,57,63,54]. For all samples, the residual mass at 600 °C was approximately 20%. This result showed the condition of films production did not affect thermal degradation. In addition, the plasticization process occurred for all HMP films independent of production process, confirming the results of previous analyzes. This result leads to Pec properties were preserved independent of the plasticization process.

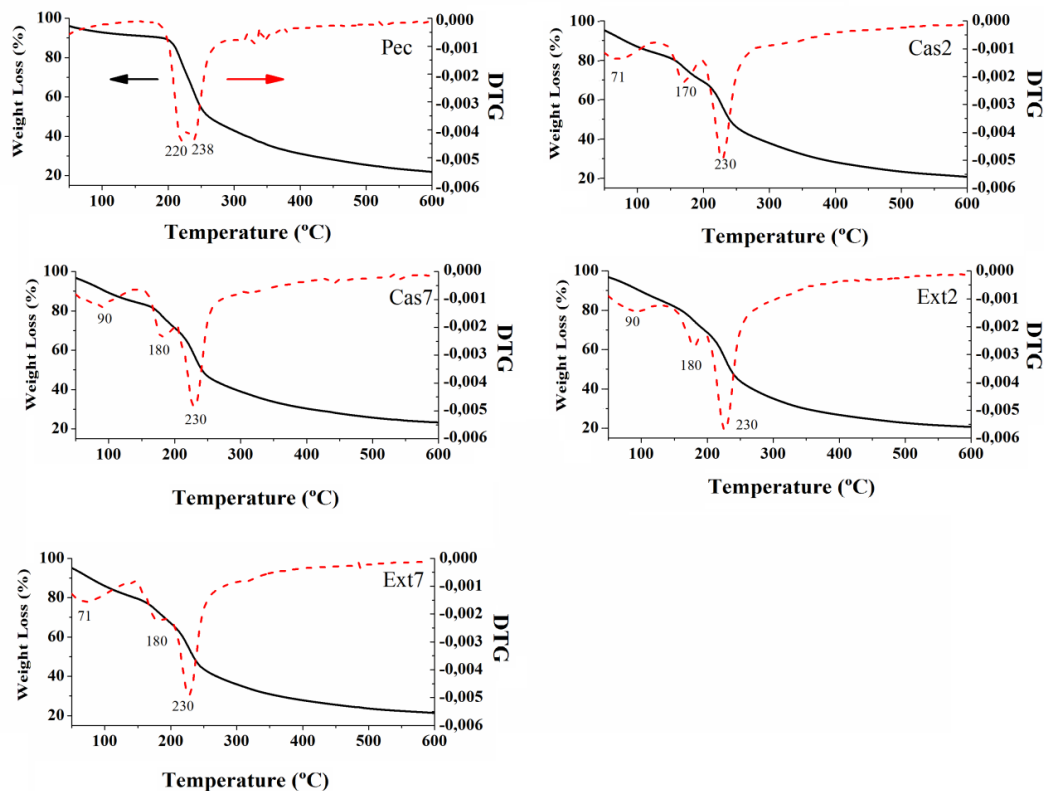


Fig. 4 TGA of pectin and HMP plasticized films under different conditions

3.5. Water Solubility (WS) and Water Vapor Transmission (WVP)

The results of water vapor transmission (WVP) and water solubility (WS) were presented in Table 2. The techniques used processing of the films influence WVP and WS results. The films prepared by extrusion/thermo-compression showed lower WS than the films prepared by casting, because the extrusion/thermo-compression process used lower amount water (21 wt %). The casting methodology used around 90 wt % of water. The fact of presenting a major amount of water molecules leads to interaction between them and -OH groups of the pectin chains [47]. In addition, extrusion/thermo-compression utilized higher temperatures around the temperature of water vaporization. Thus, extrusion/thermo-compression favored a decrease in water availability. However, the difference in WS values and, consequently, in the amount of water available, were not statistically significant ($p < 0.05$) and the values were approximate to those observed by Ochoa-Yepes et al. [47] for starch extruded films (30 – 37%).

For WVP values, it was observed that the Ext2 and Ext7 samples presented higher values than the Cas2 and Cas7 samples values and differed significantly between these two groups. As the WS values did not differ statistically, it can be inferred that the water content after both processes was similar. Thus, the difference in WVP values can be explained by the difference in the amount of plasticizers used in each processing. In casting, 3% (w/w) of glycerol was used and in extrusion/thermo-compression, 30% (w/w) was used. Plasticizer promoted the increase chain spacing in the film structure by reducing the cohesive forces between polymer chains. Plasticizers bind the polymeric chain through hydrogen bonds [36,39,47]. The observed values of WVP for TPP films were higher than those reported by Azevedo et al. [48] ($4.63 \cdot 10^{-12}$.g/m.s.Pa) and Ochoa-Yepes et al. [47] (1.4 and $2.8 \cdot 10^{-10}$.g/m.s.Pa) when studying starch thermoplasticized films.

Table 2 WVP and WS of HMP plasticized films under different conditions

Samples	WS (%)	WVP (g.mm/KPa.h.m ²)
Cas2	40 ± 0.03^a	1.27 ± 0.04^b
Cas7	34 ± 0.01^a	1.47 ± 0.03^b
Ext2	35 ± 0.19^a	2.47 ± 0.37^a
Ext7	29 ± 0.03^a	2.07 ± 0.08^a

Means observed in the column with the same letter do not differ statistically ($p < 0.05$).

3.6. Mechanical analyses

The Table 3 exhibits the results of mechanical analyzes (tensile strength = TS, modulus of elongation = ME; puncture tensile = PT; deformation = D). Pectin may have different molecular arrangements depending on the composition of the film, favoring its mechanical properties [66]. TS, ME, PT, and D values are lower for Ext2 and Ext7 samples than for Cas2 and Cas7 samples.

Table 3 Mechanical Properties of HMP plasticized films under different conditions

Samples	TS (Mpa)	ME (Mpa)	PT (N/mm)	D (mm)
Cas2	8.74 ± 0.17 ^c	0.22 ± 0.01 ^c	230.75 ± 5.31 ^d	5.18 ± 0.40 ^c
Cas7	7.20 ± 0.37 ^b	0.21 ± 0.01 ^c	191.43 ± 4.90 ^c	4.16 ± 0.18 ^b
Ext2	3.44 ± 0.36 ^a	0.08 ± 0.01 ^a	43.01 ± 8.59 ^b	1.71 ± 0.32 ^a
Ext7	3.80 ± 0.12 ^a	0.11 ± 0.01 ^b	93.32 ± 10.06 ^a	1.93 ± 0.16 ^a

Means observed in the column with the same letter do not differ statistically ($p < 0.05$).

TS is defined as the maximum strength that the material submitted in a tensile test. PT is the resistance of the film when subjected to a force perpendicular to the surface. The reduction in TS and PT values is related to the amount of plasticizers used in each processing (3% w/w in casting x 30% w/w in extrusion/thermo-compression). As in WVP analysis, the plasticizer added to the polymer matrix promotes increase chain mobility through the hydrogen bonds between glycerol and polymer [36,57,39]. Ochoa-Yepes et al. [47] also observed lower strength at break values in starch films that were extruded/thermo-compressed, comparing with casting films.

The modulus of elongation (ME) expressed the measure of films stiffness. The higher results of ME for Cas2 and Cas7 samples than Ext2 and Ext7 samples corroborated the previous results (TS and PT). The lower amount of glycerol led to the films stiffer. The deformation result (D) was related to the stretching of the films at a puncture moment. The Ext2 and Ext7 samples presented lower values of D than Cas2 and Cas7. This result can be explained for the lower amount of glycerol in Cas2 and Cas7 samples which led to the films stiffer. Therefore, both processing film methods were efficient for pectin plasticization.

Azevedo et al. [48] and Mendes et al. [49] obtained lower TS values (3.85 and 2.1 MPa) and higher ME values (143.71 and 39.0 MPa) for extruded thermoplasticized starch films. These results showed that TPP films presented mechanical properties equal to and superior to starch films.

3.7. Colorimetric parameters

The colorimetric parameters were expressed in Table 3. The colorimetric parameters obtained were lightness (L^*), chroma (C^*), and hue angle (h^0). The lightness (L^*) indicates the degree of color clarity, in other words, if the studied color is light or dark. For the CIELAB system used to measure this parameter, the lightness scale ranges from 0 (pure black) to 100 (pure white) [67]. The samples showed low values of L^* , lower light transmission.

Table 3 Colorimetric parameters of HMP plasticized films under different conditions

Samples	L^*	C^*	h^0
Cas2	26.15 ± 0.97^a	0.63 ± 0.07^a	213.55 ± 4.75^b
Cas7	26.07 ± 0.09^a	1.72 ± 0.05^a	250.54 ± 1.98^c
Ext2	30.19 ± 0.31^b	6.53 ± 1.38^b	93.46 ± 2.86^a
Ext7	26.64 ± 1.29^a	4.81 ± 0.96^b	96.81 ± 2.54^a

Means observed in the column with the same letter do not differ statistically ($p < 0.05$).

Saturation index (C^*) or color intensity is the parameter that distinguishes weak and strong colors. Therefore, low saturation values indicate the object is pale or grayish, while higher saturation values indicate saturated color objects [67]. The parameters C^* observed for samples Cas2 and Cas7 differed statistically from samples Ext2 and Ext7. However, all samples result of C^* values indicated the films presented low intensity of the color (pale films). Azevedo et al. [48] observed higher C^* values (3.48) for extruded starch films when compared with the results for TPP films. The h^0 is attributed to the color tone responsible for estimating the position of the sample in the color solid [48]. Samples Cas2 and Cas7 showed bluish color located in color solid and Ext2 and Ext7 samples, yellowish color. The color parameters exhibited the possibility of samples application in packages that require the consumer to visualize the product, values of hue angles (h^0) and saturation index (C^*) [67].

Figure 5 show the films after the processes (casting or extrusion/thermo-compression). It was possible to observe a difference in color between treatments, with the Ext2 and Ext7 samples being darker. In addition, the colorimetric parameters reinforced the results obtained in Figure 5, showing that the differences in color occurred depending on the type of sample processing. Casting processing used temperatures up to 85 °C and extrusion-thermocompression processing used temperatures up to 110 °C. This difference in temperatures is directly related to the caramelization reaction. Caramelization reaction is characterized by non-enzymatic browning due to the presence of reducing sugars at high temperatures [68].

Setianingsih et al. [69] observed that the temperature variation between 85 and 100 °C caused changes in the intensity of the caramelization reaction; however, the temperature variation did not influence the functional groups of the carbon surface, not generating differences in the spectra of FTIR. The results of Setianingsih et al. [69] were similar to those observed in this study.

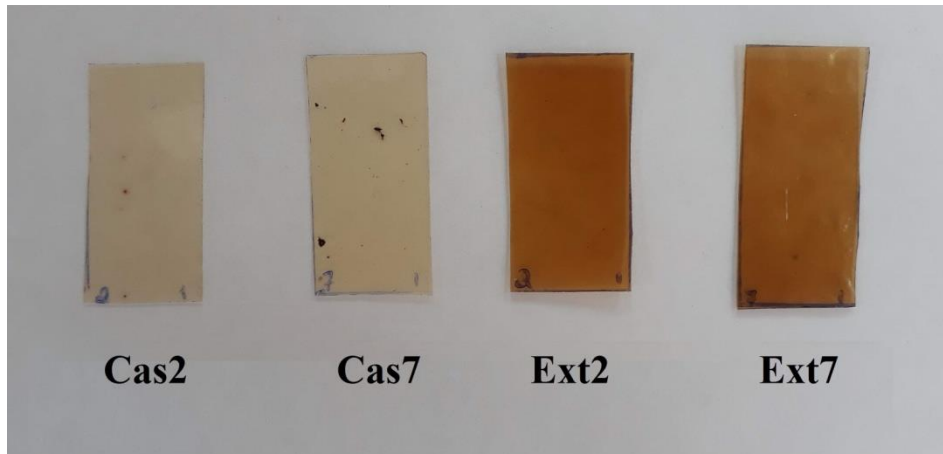


Fig. 5 Picture of HMP plasticized films at different conditions (casting or extrusion/thermo-compression, pH 2.00 or 7.00)

4. Conclusions

In this paper, the efficient plasticization of HMP by two processing techniques (casting and extrusion/thermo-compression) and pHs (2.00 and 7.00) for film production was performed. The films showed homogeneous (SEM) surface and little shifts on the bands of FTIR spectra in relation to pectin. The addition of glycerol did not change the thermal stability (TGA) and water solubility (WS) of the films. The films processing techniques were responsible for the amorphization of the films, instead, pectin was crystalline. The amount of glycerol corroborated the results of WVP and mechanical analysis (TS, ME, PT, and D). The extrusion/thermo-compression films showed greater color saturation and yellowish and the casting films, less color saturation and bluish.

Pectin can be plasticized either by casting or by extrusion/thermo-compression, with different pHs (2.00 and 7.00), for film productions. The results obtained for extruded/thermo-compressed films are similar or superior to those obtained in extruded thermoplasticized starch works with presented mechanical and barrier properties relevant for industrial applications, such as the packaging industry.

Acknowledgements

The authors are grateful to Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) (Project: CAG-APQ-02464-16), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), and Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) for their financial support. Authors would like to thank Laboratory of Electron Microscopy and Analysis of Ultrastructural (<http://prp.ufla.br/labs/microscopiaeletronica/>), of Federal University of Lavras (UFLA) and Finep, Fapemig, CNPq e Capes for supplying equipment and technical support for experiments involving electron microscopy. Authors would like to thank Central of Analysis and Chemical Prospecting of UFLA and Finep, Fapemig, CNPq e Capes for supplying equipment and technical support for experiments involving FTIR analyze.

References

1. Dehghani S, Hosseini SV, Regenstein JM (2018) Edible films and coatings in seafood preservation: A review. *Food Chemistry* 240:505-513. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.07.034>
2. Nair LS, Laurencin CT (2007) Biodegradable polymers as biomaterials. *Progress in Polymer Science* 32 (8):762-798. doi:<https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2007.05.017>
3. de Oliveira ACS, Ugucioni JC, da Rocha RA, Santos TA, Borges SV (2019) Chitosan/Polyaniline Conductive Blends for Developing Packaging: Electrical, Morphological, Structural and Thermal Properties. *Journal of Polymers and the Environment* 27 (10):2250-2258. doi:10.1007/s10924-019-01519-7
4. Haq MA, Hasnain A, Azam M (2014) Characterization of edible gum cordia film: Effects of plasticizers. *LWT - Food Science and Technology* 55 (1):163-169. doi:<https://doi.org/10.1016/j.lwt.2013.09.027>
5. Tavassoli-Kafrani E, Shekarchizadeh H, Masoudpour-Behabadi M (2016) Development of edible films and coatings from alginates and carrageenans. *Carbohydrate Polymers* 137:360-374. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.10.074>
6. Noreen A, Nazli Z-i-H, Akram J, Rasul I, Mansha A, Yaqoob N, Iqbal R, Tabasum S, Zuber M, Zia KM (2017) Pectins functionalized biomaterials; a new viable approach for biomedical applications: A review. *International Journal of Biological Macromolecules* 101:254-272. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.03.029>
7. Kadzińska J, Janowicz M, Kalisz S, Bryś J, Lenart A (2019) An overview of fruit and vegetable edible packaging materials. *Packaging Technology and Science* 32 (10):483-495. doi:10.1002/pts.2440
8. Dobrucka R (2016) Antimicrobial packaging with natural compounds-a review. *LogForum* 12
9. Seixas F, Turbiani F, Salomão P, Souza R, Gimenes M (2013) Biofilms composed of alginate and pectin: effect of concentration of crosslinker and plasticizer agents. *Chemical Engineering Transactions* 32

10. Suksaeree J, Karnsopa P, Wannaphruek N, Prasomkij J, Panrat K, Pichayakorn W (2018) Transdermal Delivery of Nicotine Using Pectin Isolated from Durian Fruit-Hulls-Based Polymer Blends as a Matrix Layer. *Journal of Polymers and the Environment* 26 (8):3216-3225. doi:10.1007/s10924-018-1203-x
11. Mendes JF, Norcino LB, Manrich A, Pinheiro ACM, Oliveira JE, Mattoso LHC Development, physical-chemical properties, and photodegradation of pectin film reinforced with malt bagasse fibers by continuous casting. *Journal of Applied Polymer Science* n/a (n/a):49178. doi:10.1002/app.49178
12. Khorshidi S, Karkhaneh A, Bonakdar S, Omidian M (2020) High-strength functionalized pectin/fibroin hydrogel with tunable properties: A structure–property relationship study. *Journal of Applied Polymer Science* 137 (28):48859. doi:10.1002/app.48859
13. Akinalan Balik B, Argin S (2020) Role of rheology on the formation of Nanofibers from pectin and polyethylene oxide blends. *Journal of Applied Polymer Science* 137 (3):48294. doi:10.1002/app.48294
14. Gurram R, Souza Filho PF, Taherzadeh MJ, Zamani A (2018) A Solvent-Free Approach for Production of Films from Pectin and Fungal Biomass. *Journal of Polymers and the Environment* 26 (11):4282-4292. doi:10.1007/s10924-018-1300-x
15. Mendes JF, Norcino LB, Manrich A, Pinheiro ACM, Oliveira JE, Mattoso LHC (2020) Characterization of Pectin Films Integrated with Cocoa Butter by Continuous Casting: Physical, Thermal and Barrier Properties. *Journal of Polymers and the Environment*. doi:10.1007/s10924-020-01829-1
16. Kocaaga B, Kurkcuglu O, Tatlier M, Batirel S, Guner FS (2019) Low-methoxyl pectin–zeolite hydrogels controlling drug release promote in vitro wound healing. *Journal of Applied Polymer Science* 136 (24):47640. doi:10.1002/app.47640
17. Gezgin Z, Lee TC, Huang Q (2017) Nanoscale properties of biopolymer multilayers. *Food Hydrocolloids* 63:209-218. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.08.040>
18. Valdés A, Burgos N, Jiménez A, Garrigós MC (2015) Natural pectin polysaccharides as edible coatings. *Coatings* 5 (4):865-886
19. Amado LR, Silva KdS, Mauro MA (2020) Effects of interactions between soy protein isolate and pectin on properties of soy protein-based films. *Journal of Applied Polymer Science* 137 (21):48732. doi:10.1002/app.48732
20. Prachayawarakorn J, Poomkaew S (2020) Property Improvement of Biodegradable High-Methoxy Pectin Film by Different Contents of Dialdehyde Starch. *Journal of Polymers and the Environment* 28 (8):2227-2235. doi:10.1007/s10924-020-01767-y
21. Bera H, Kumar S (2020) Core–Shell Structured Low-Methoxyl Pectin-Fenugreek Galactomannan Carboxymethyl Ether-Nanosilica Based Gastroretentive Composites as Glimipride-Carriers. *Journal of Polymers and the Environment* 28 (5):1534-1547. doi:10.1007/s10924-020-01708-9
22. Kaczmarek H, Da,browska A, Vuković-Kwiatkowska I (2011) Accelerated weathering of pectin/poly(vinyl alcohol) blends studied by spectroscopic methods. *Journal of Applied Polymer Science* 122 (3):1936-1945. doi:10.1002/app.34298
23. Lei Y, Wu H, Jiao C, Jiang Y, Liu R, Xiao D, Lu J, Zhang Z, Shen G, Li S (2019) Investigation of the structural and physical properties, antioxidant and antimicrobial activity of pectin-konjac glucomannan composite edible films incorporated with tea polyphenol. *Food Hydrocolloids* 94:128-135. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.03.011>
24. Otoni CG, Moura MRd, Aouada FA, Camilloto GP, Cruz RS, Lorevice MV, Soares NdFF, Mattoso LHC (2014) Antimicrobial and physical-mechanical properties of pectin/papaya puree/cinnamaldehyde nanoemulsion edible composite films. *Food Hydrocolloids* 41:188-194. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.04.013>

25. Shankar S, Tanomrod N, Rawdkuen S, Rhim J-W (2016) Preparation of pectin/silver nanoparticles composite films with UV-light barrier and properties. *International Journal of Biological Macromolecules* 92:842-849. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.07.107>
26. Meneguín AB, Ferreira Cury BS, dos Santos AM, Franco DF, Barud HS, da Silva Filho EC (2017) Resistant starch/pectin free-standing films reinforced with nanocellulose intended for colonic methotrexate release. *Carbohydrate Polymers* 157:1013-1023. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.10.062>
27. Chaiwarit T, Ruksiriwanich W, Jantanasakulwong K, Jantrawut P (2018) Use of orange oil loaded pectin films as antibacterial material for food packaging. *Polymers* 10 (10):1144
28. Ezati P, Rhim J-W (2020) pH-responsive pectin-based multifunctional films incorporated with curcumin and sulfur nanoparticles. *Carbohydrate Polymers* 230:115638. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115638>
29. Moreira FKV, Marconcini JM, Mattoso LHC (2012) Analysis of the influence of composition and processing parameters on the mechanical properties of biodegradable starch/pectin blends. *Polymer Bulletin* 69 (5):561-577. doi:10.1007/s00289-012-0750-x
30. Gouveia TIA, Biernacki K, Castro MCR, Gonçalves MP, Souza HKS (2019) A new approach to develop biodegradable films based on thermoplastic pectin. *Food Hydrocolloids* 97:105175. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105175>
31. Fishman ML, Coffin DR, Konstance RP, Onwulata CI (2000) Extrusion of pectin/starch blends plasticized with glycerol. *Carbohydrate Polymers* 41 (4):317-325. doi:[https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(99\)00117-4](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(99)00117-4)
32. Fishman ML, Coffin DR, Onwulata CI, Konstance RP (2004) Extrusion of pectin and glycerol with various combinations of orange albedo and starch. *Carbohydrate Polymers* 57 (4):401-413. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2004.05.014>
33. Da Róz AL, Veiga-Santos P, Ferreira AM, Antunes TCR, Leite FdL, Yamaji FM, Carvalho AJFd (2016) Water susceptibility and mechanical properties of thermoplastic starch–pectin blends reactively extruded with edible citric acid. *Materials Research* 19 (1):138-142
34. Avena-Bustillos RdJ, Du W-X, Espitia PJP, McHugh TH, Soares NdFF (2014) Edible films from pectin: Physical-mechanical and antimicrobial properties-A review. *Food Hydrocolloids*
35. Cazón P, Velázquez G, Ramírez JA, Vázquez M (2017) Polysaccharide-based films and coatings for food packaging: A review. *Food Hydrocolloids* 68:136-148. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.09.009>
36. Azevedo, Dias MV, Borges SV, Costa ALR, Silva EK, Medeiros ÉAA, Nilda de Fátima FS (2015) Development of whey protein isolate bio-nanocomposites: effect of montmorillonite and citric acid on structural, thermal, morphological and mechanical properties. *Food Hydrocolloids* 48:179-188. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.02.014>
37. Vieira M, da Silva M, dos Santos LO, Beppu MM (2011) Natural-based lasticers and biopolymer films: A review. *European Polymer Journal* 47 (3):254-263. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2010.12.011>
38. Cativa NM, Mansilla AY, Arenas GF, Hoppe CE, dell'Erba IE (2019) The use of glycerol as reactive solvent in the one-pot synthesis of antibacterial hybrid organic–inorganic coatings with photothermal activity. *Colloid and Polymer Science* 297 (5):749-761. doi:10.1007/s00396-019-04490-w
39. Ma Y, Xin L, Tan H, Fan M, Li J, Jia Y, Ling Z, Chen Y, Hu X (2017) Chitosan membrane dressings toughened by glycerol to load antibacterial drugs for wound healing. *Materials Science and Engineering: C* 81:522-531. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.msec.2017.08.052>
40. ASTM AS (2000) D618, Standard Practice for Conditioning Plastics for Testing, ASTM International, West Coshoshocken, PA. DOI 10.1520/D0618-00, www.astm.org,

41. ASTM A (2000) Standard test method for water vapor transmission of materials. E 96-00. Annual book of ASTM standards Philadelphia, Pa: ASTM Intl p:307-314
42. Guimarães M, Botaro VR, Novack KM, Teixeira FG, Tonoli GHD (2015) High moisture strength of cassava starch/polyvinyl alcohol-compatible blends for the packaging and agricultural sectors. *Journal of Polymer Research* 22 (10):192. doi:<http://dx.doi.org/10.1007/s10965-015-0834-z>
43. ASTM Standard Test Method for Slow Rate Penetration Resistance of Flexible Barrier Films and Laminates. In, 1990. American Society for Testing and Materials,
44. Park S-i, Zhao Y (2004) Incorporation of a high concentration of mineral or vitamin into chitosan-based films. *Journal of agricultural and food chemistry* 52 (7):1933-1939
45. ASTM (2002) Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting. vol 14. ASTM International (EUA),
46. Ferreira DF (2014) Sisvar: a Guide for its Bootstrap procedures in multiple comparisons. *Ciência e agrotecnologia* 38 (2):109-112. doi:10.1590/S1413-70542014000200001
47. Ochoa-Yepes O, Di Gioglio L, Goyanes S, Mauri A, Famá L (2019) Influence of process (extrusion/thermo-compression, casting) and lentil protein content on physicochemical properties of starch films. *Carbohydrate Polymers* 208:221-231. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.12.030>
48. Azevedo, Borges SV, Marconcini JM, Yoshida MI, Neto ARS, Pereira TC, Pereira CFG (2017) Effect of replacement of corn starch by whey protein isolate in biodegradable film blends obtained by extrusion. *Carbohydrate Polymers* 157:971-980. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.10.046>
49. Mendes, Paschoalin RT, Carmona VB, Sena Neto AR, Marques ACP, Marconcini JM, Mattoso LHC, Medeiros ES, Oliveira JE (2016) Biodegradable polymer blends based on corn starch and thermoplastic chitosan processed by extrusion. *Carbohydrate Polymers* 137:452-458. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.10.093>
50. Tadmor Z, Gogos CG (2013) Principles of polymer processing. John Wiley & Sons,
51. Mishra RK, Datt M, Banthia AK (2008) Synthesis and Characterization of Pectin/PVP Hydrogel Membranes for Drug Delivery System. *AAPS PharmSciTech* 9 (2):395-403. doi:10.1208/s12249-008-9048-6
52. Gorrasi G (2015) Dispersion of halloysite loaded with natural antimicrobials into pectins: Characterization and controlled release analysis. *Carbohydrate Polymers* 127:47-53. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.03.050>
53. Sinha Ray S, Bousmina M (2005) Biodegradable polymers and their layered silicate nanocomposites: In greening the 21st century materials world. *Progress in Materials Science* 50 (8):962-1079. doi:<https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2005.05.002>
54. Nsom MV, Etape EP, Tendo JF, Namond BV, Chongwain PT, Yufanyi MD, William N (2019) A Green and Facile Approach for Synthesis of Starch-Pectin Magnetite Nanoparticles and Application by Removal of Methylene Blue from Textile Effluent. *Journal of Nanomaterials* 2019
55. Gnanasambandam R, Proctor A (2000) Determination of pectin degree of esterification by diffuse reflectance Fourier transform infrared spectroscopy. *Food Chemistry* 68 (3):327-332. doi:[https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(99\)00191-0](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(99)00191-0)
56. Singthong J, Cui SW, Ningsanond S, Douglas Goff H (2004) Structural characterization, degree of esterification and some gelling properties of Krueo Ma Noy (Cissampelos pareira) pectin. *Carbohydrate Polymers* 58 (4):391-400. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2004.07.018>
57. e Silva PdC, Pereira LAS, Lago AMT, Valquíria M, de Rezende ÉM, Carvalho GR, Oliveira JE, Marconcini JM (2019) Physical-Mechanical and Antifungal Properties of Pectin Nanocomposites/Neem Oil Nanoemulsion for Seed Coating. *Food Biophysics*:1-11

58. Sucheta, Rai SK, Chaturvedi K, Yadav SK (2019) Evaluation of structural integrity and functionality of commercial pectin based edible films incorporated with corn flour, beetroot, orange peel, muesli and rice flour. *Food Hydrocolloids* 91:127-135. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.01.022>
59. Carvalho RA, de Oliveira ACS, Santos TA, Dias MV, Yoshida MI, Borges SV (2019) WPI and Cellulose Nanofibres Bio-nanocomposites: Effect of Thyme Essential Oil on the Morphological, Mechanical, Barrier and Optical Properties. *Journal of Polymers and the Environment*:1-11
60. Wathoni N, Yuan Shan C, Yi Shan W, Rostinawati T, Indradi RB, Pratiwi R, Muchtaridi M (2019) Characterization and antioxidant activity of pectin from Indonesian mangosteen (*Garcinia mangostana* L.) rind. *Heliyon* 5 (8):e02299. doi:<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02299>
61. López-Díaz A, Ríos-Corripio M, Ramírez-Corona N, López-Malo A, Palou E (2017) Effect of Short Wave Ultraviolet Radiation on Selected Properties of Edible Films Formulated with Pomegranate Juice and Chitosan. *Revista Mexicana de Ingeniería Química* 17 (1):63-73
62. Lorevice MV, Otoni CG, Moura MRd, Mattoso LHC (2016) Chitosan nanoparticles on the improvement of thermal, barrier, and mechanical properties of high- and low-methyl pectin films. *Food Hydrocolloids* 52:732-740. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.08.003>
63. Gautam M, Santhiya D (2019) Pectin/PEG food grade hydrogel blend for the targeted oral co-delivery of nutrients. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 577:637-644. doi:<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.06.027>
64. Alipour A, Lakouraj MM, Ojani R, Roudbari MN, Chaichi MJ, Nemati A (2019) Electrochemical and chemiluminescence properties of polyaniline/pectin hybrid nanocomposites based on graphene and CdS nanoparticles. *Polymer Testing* 76:490-498
65. Hafezi Moghaddam R, Haji Shabani AM, Dadfarnia S (2019) Synthesis of new hydrogels based on pectin by electron beam irradiation with and without surface modification for methylene blue removal. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 7 (1):102919. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.102919>
66. Bonnaillie LM, Zhang H, Akkurt S, Yam KL, Tomasula PM (2014) Casein Films: The Effects of Formulation, Environmental Conditions and the Addition of Citric Pectin on the Structure and Mechanical Properties. *Polymers* 6 (7):2018-2036
67. Ramos E, Gomide L (2017) *Avaliação da Qualidade de Carnes: Fundamentos e Metodologias* (ed.). Viçosa: Editora UFV
68. Ajandouz EH, Tchiakpe LS, Ore FD, Benajiba A, Puigserver A (2001) Effects of pH on Caramelization and Maillard Reaction Kinetics in Fructose-Lysine Model Systems. *Journal of Food Science* 66 (7):926-931. doi:10.1111/j.1365-2621.2001.tb08213.x
69. Setianingsih T, Kartini I, Arryanto Y (2014) The effect of caramelization and carbonization temperatures toward structural properties of mesoporous carbon from fructose with zinc borosilicate activator. *Indonesian Journal of Chemistry* 14 (3):253-261

ARTIGO 2

**Artigo redigido conforme norma da revista *Packaging Technology and Sciences* -
versão preliminar**

EFFECT OF WHEY PROTEIN ISOLATE ADDITION ON THERMOPLASTICIZED PECTIN PACKAGING PROPERTIES

ABSTRACT: Pectin is a natural polysaccharide from plants and the peel of some fruits and is available as a byproduct from the fruit juice industry. Whey Protein Isolate (WPI) is available as a byproduct of cheese production. Both the pectina and WPI are biodegradable polymers, atoxic, biocompatible, not expensive. The aim of this paper was the study the effect of the WPI addition (0, 5, 10, 15, and 20 wt %) on thermoplasticized extruded/thermo-compressed pectin film (TPP). The films were compact and homogenous and did not present statistical differences in mechanical properties, independent of WPI concentration. Furthermore, infrared spectra of the samples with WPI presented an indicative of Maillard reaction by the presence of characteristic of melanoidin, which was also observed in colorimetric results. Thermogravimetric results indicated the samples were thermal stable with the increase of WPI amount. Moreover, the barrier properties and contact angles suggested the films presented major barrier properties and hydrophilic surfaces for samples with WPI. Finally, the addition of WPI in TPP resulted in a potential material for applications in several industries.

Keywords: biopolymer thermoplasticized; extrusion; industrial application.

1. INTRODUCTION

Pectin (Pec) is a polysaccharide of plant origin with a presence of galacturonic acid in the structure. It is water-soluble, biocompatible, biodegradable, non-toxic, and has a linear structure. Its main commercial sources are peel and pulp of citrus fruits and apples, due to the fact that it is a byproduct of the production of juices and jams ¹⁻⁵. Gezgin, Lee and Huang ⁶ reported that pectin has several properties according to the degree of methyl esterification, being classified as low methyl esterification pectin or high methyl esterification pectin (HDM). The various properties provide various applications as gelling, thickener and stabilizer in the food and pharmaceutical industries ^{1, 3, 7, 8}. Pec films have high water vapor permeability, excellent

oxygen barrier, aroma preservation, oil barrier, but are not effective against moisture due to their hydrophilic nature ^{2, 3, 9}.

Whey protein isolate (WPI) is obtained from cheese making. Each kilogram of cheese generates on average 9 kg of whey. This waste volume has been improperly disposed of for many years and has generated enormous environmental problems. Currently, the food industry has developed alternatives to minimize whey disposal, including use in food products such as dairy drinks, ice cream, and WPI production ¹⁰⁻¹⁴. WPI films stand out for their advantages, such as a high oxygen barrier and a good film-forming capability. They have good antimicrobial and antioxidant release properties associated with the use of active WPI packaging films. In addition, WPI films have no odor and taste, fundamental characteristics for food applications. However, the mechanical properties (tensile strength and stiffness) and the water vapor barrier of the WPI are reduced in relation to other biopolymers ^{11, 15, 16}.

To develop new packaging polymeric materials with improved or selective properties, a mixture of two or more polymers has been used extensively. These new materials can be designed to achieve synergistic effects of pure components reflecting better film properties ². Recently, studies have been done to understand the interaction between Pec and WPI in films and other systems ^{4, 17, 18}. Solutions of Pec and WPI interact by complex coacervation, forming large multi-micrometer particles in very dense structures. Pec and WPI complex can be useful as a carrier of functional components or as structuring agents in a variety of foods. However, studies on Pec films and WPI are still scarce in the literature ^{4, 19} and there are no reports of extruded/thermo-compressed films using the mixture of these biopolymers.

Therefore, the aim of this paper was the effect of the addition of WPI on thermoplasticized extruded/thermo-compressed pectin (TPP) packaging. These packagings were characterized by morphological, structural, thermal, barrier, mechanical, and colorimetric properties.

2. MATERIAL AND METHODS

2.1. Material

Pectin (Pec) was from Dinâmica Química Contemporânea (Indaiatuba, São Paulo, Brazil) and it has 75,7% of esterification. Stearic acid was from Êxodo Científica (São Paulo, São Paulo, Brazil) with 95% of purity. Glycerol with the purity of 99,5% and Citric acid with the purity of 99,7% were from Sigma Aldrich (São Paulo, São Paulo, Brazil). Whey Protein Isolate (WPI) was purchased from Hilmar Ingredients (Turlock, USA) with 90% of protein.

2.2. Extrusion/thermo-compression packaging

The extrusion/thermo-compression films were prepared according to de Oliveira, Ferreira, de Oliveira Begali, Ugucioni, de Sena Neto, Yoshida and Borges²⁰ with some modifications. The mixture of polymers (49 wt %), glycerol (30 wt %), and distilled water (21 wt %) were used to prepare the extruded material. The concentration of Pec and WPI was expressed in Table 1. The citric acid (1.5 wt%) was used to protect the extruded material from oxidation, and the stearic acid (1.0 wt%), to prevent material agglomeration. The reagents were mixed using the industrial blender model stainless steel cup, high speed, 1.5 liters, motor power of 800 W, and 60 Hz of rotation (Metalúrgica Skymesen Ltda, Santa Catarina, Brazil). This mixture was extruded using a model SJSJL 20 co-rotating twin-screw extruder (NZ Phill Polymer), with L/D=40, screw diameter (D) = 20 mm equipped with seven heating zones. The condition of extrusion was established based on previous works²⁰⁻²²: temperature profile (from the feeder to the matrix) was 35/50/75/95/100/100/90 °C, and screw speed was 100 rpm. The extruded material was pelleted using an automatic pelletizer (operating at 120 rpm) that produced 2-mm pellets. The films were produced with 10 g of pellets, which were pressed at 110 °C by a hydraulic press (Model 370M015, Matoli, Brazil). The pressing procedures were: 5 times of 5 ton/3 second, and 2 times of 5 ton/3 minutes. Films around 15 cm in diameter were obtained and cooled at room temperature.

Table 1 – Identification of thermoplasticized TPP/WPI films.

Samples	Pec (wt %)*	WPI (wt %)*
TPP ₁₀₀ WPI ₀	100	0
TPP ₉₅ WPI ₅	95	5
TPP ₉₀ WPI ₁₀	90	10
TPP ₈₅ WPI ₁₅	85	15
TPP ₈₀ WPI ₂₀	80	20

* values based on total polymers mass.

Extruded WPI (without Pec) were discarded from our studies because did not form extruded material, and it was impossible to support the thermo-compression process.

2.3. Conditioning Films and Characterizations

Before the characterizations, the films were conditioned under controlled temperature and relative humidity of 23 ± 2 °C and $50 \pm 5\%$, respectively²³.

Scanning electron microscopy (SEM) was used for the morphological analysis. SEM was made through the LEO EVO 40 XVP microscope (Zeiss, Cambridge, UK), with an acceleration voltage of 20 kV and magnification of 200X for surface and 250X for cross-section.

The Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) was chosen for the structure analysis. FTIR analysis was performed in a spectrometer Varian 600-IR Series, with GladiATR attachment obtained from PIKE Technologies (U.S.A.) using attenuated total reflection diamond crystal. FTIR spectra were recorded in the range of 4000 - 400 cm^{-1} , with 32 scans and a resolution of 4 cm^{-1} .

Thermogravimetric analysis (TGA) was chosen to study the thermal stability of films. TGA was performed in TGA Q500 equipment (TA Instruments, New Castle, DE). The measurements were obtained from a heating ramp from 40 to 500 $^{\circ}\text{C}$, and a heating rate of 10 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, under a nitrogen atmosphere at a flow rate of 40 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$.

The average thickness of films was obtained in 10 distinct points of samples, using digital micrometer Mitutoyo 0.01 mm (Mitutoyo, Suzano, Brazil). Water vapor permeability (WVP) was obtained by the gravimetric method ²⁴. Samples are cut like discs (radius of 5.25 mm) and fixed in an Ambar dish (20 mL of capacity) filled with 15 mL of silica-gel. Dishes were sealed with paraffin plastic, and the cap had a perforation in the upper portion with a diameter of permeation area of the dish ²⁵. Sealed dishes are storage in desiccators with a saturated NaCl solution (23 \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ of temperature, and 75 \pm 3% of relative humidity). After, dishes are weighed at 12-hour intervals for 04 days. Water vapor transmission (WVT) is obtained by Equation 1:

$$WVT = G/t \cdot A(\text{g water}/\text{m}^2\text{day}) \quad (1)$$

where G/t is the mass of water per day (g) and A is the area of vapor transmission of the sample (m^2).

Water vapor permeability (WVP) is obtained by Equation 2:

$$WVP = \frac{WVT \cdot e}{S \cdot (R_1 - R_2)} \quad (2)$$

where e is the average thickness of the sample (mm), S is saturation pressure of water vapor at test temperature (3.16 kPa), R_1 is the relative humidity of the test camera and R_2 is the relative humidity of the sample.

The contact angle measurements and the surface properties of films were done. The surface hydrophobicity (wettability) of films was evaluated from contact angle measurements. Both were measurements using a goniometer (Krüss GmbH, Hamburg, Germany) coupled to a

computer and digital camera and calculated with the Krüss Advance 1.4.1.2 software using the OWRK method²⁶.

The mechanical analyses were obtained by tensile strength test properties. Strength properties were performed by Micro System Texture Analyzer model TATX2i (England) with 1 kN load cell. Strength properties were determined according to ASTM-D882²⁷ with samples cut in strips with 10 cm². The measurements were performed with the initial separation of the claws of 50 mm and the test velocity of 0.8 mm/s. Tensile strength (TS, MPa), elongation at break (E) and modulus of elasticity (ME, MPa) were measured.

Colorimetric parameters using CIE Lab system were determined by Konica Minolta Spectrophotometer model CM-5 (Konica Minolta, Tokyo, Japan) with D65 light source, 10 ° observer angle. This analysis obtained the parameters lightness (L*), the relative saturation or chroma (C*), a* (greenness to redness), and b* (blueness to yellowness)²⁸.

The statistical analysis of the films was made by Analysis of Variance (ANOVA), using SISVAR Software (version 5.6)²⁹ with a significance level $p < 0.05$, and the results were compared with Tukey's test. In this case, the three samples in triplicates were used for each film. Descriptive analyses were used to analyze data from SEM, FTIR and TGA. The curves of FTIR and TGA were analyzed using the software Origin® 9.0.

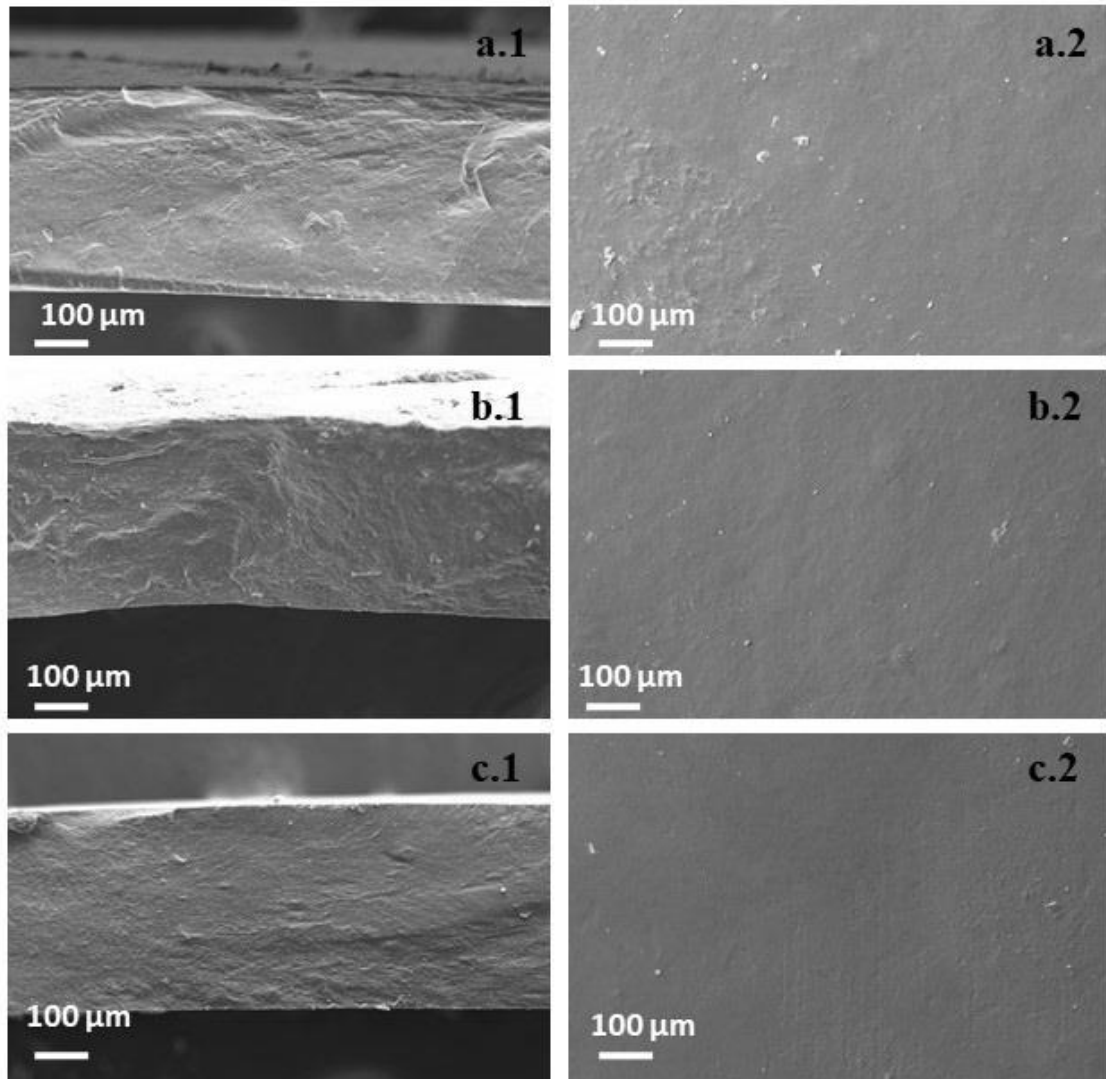
3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Morphological and Structural Results

Figure 1 presents the SEM of the surface and cross-section of cryogenic fracture for thermoplasticized TPP/WPI films. The films showed homogeneous and compact without pores and cracks, indicating a good interaction between the components. However, micrographs showed irregular cross-sections that can be attributed to extrusion processing^{30,31}. This result was different from the result found by Silva, Fonseca, Amado and Mauro¹⁹ when studying the properties of added Pec as additive in WPI films prepared by casting. In that paper, specific areas with an accumulation of matter were observed, which was attributed to the agglomeration of Pec molecules indicating phase separation. Chakravartula, Soccio, Lotti, Balestra, Dalla Rosa and Siracusa² also observed non-uniform surfaces with aggregate formations that can be attributed to the composition, miscibility, and arrangement of polysaccharide-protein matrices that were probably formed during the drying of the films produced by casting. In starch and WPI films produced by extrusion/thermo-compression in the study by Azevedo, Borges, Marconcini, Yoshida, Neto, Pereira and Pereira³⁰ also noted clumps, rough surfaces, and

cracks. Thus, TPP/WPI films by extrusion/thermo-compression showed through SEM a good interaction between the components, indicating the efficiency in plasticization by the extrusion/thermo-compression process for the Pec and WPI mix.

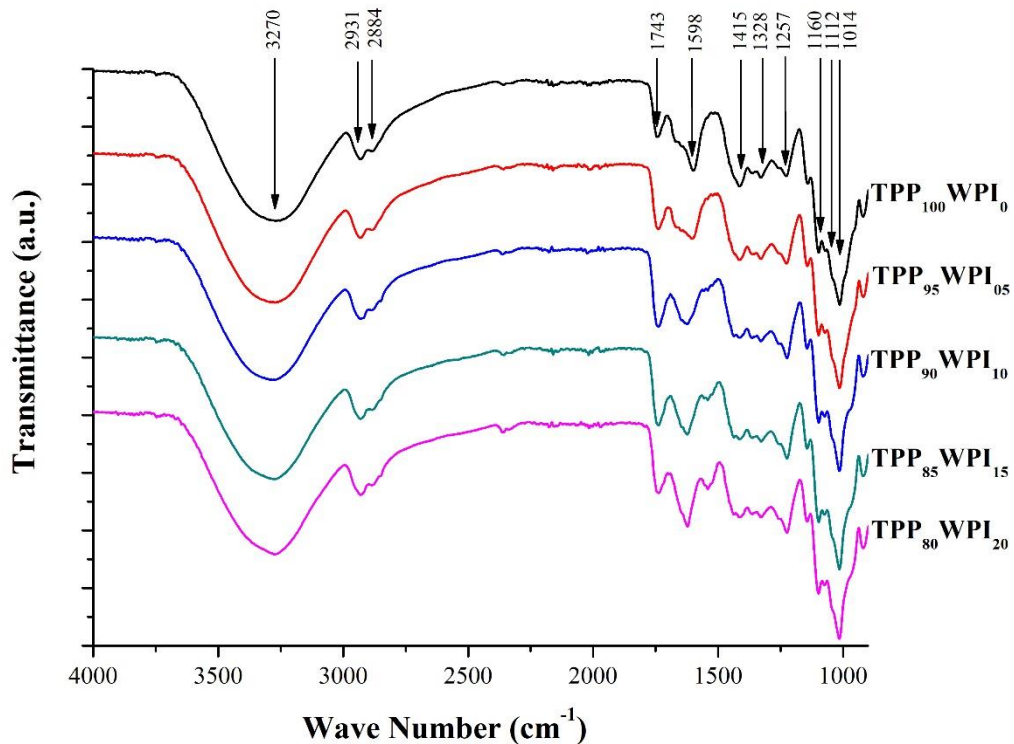
Figure 1 – SEM micrographs of thermoplasticized TPP/WPI films. Cross-section: a.1- TPP₁₀₀WPI₀; b.1- TPP₉₅WPI₅; c.1- TPP₈₀WPI₀₂₀. Surface: a.2- TPP₁₀₀WPI₀; b.2- TPP₉₅WPI₅; c.2- TPP₈₀WPI₀₂₀.



The FTIR spectra of the samples are seen in Figure 2. The spectrum for the sample TPP₁₀₀WPI₀ (black curve) presented characteristic bands of Pec and glycerol. The bands around 1014, 1112 and 1160 cm⁻¹ were attributed to C-O of secondary alcohol and the glycosidic bonds between the two galacturonic units of Pec^{10, 32}. The band around 1257, 1328 and 1415 cm⁻¹ were related to C=O stretching, -CH of the methyl groups and COO- symmetric stretching of carboxyl groups respectively^{3, 33-35}. The bands around 1598 and 1743 cm⁻¹ were associated with

COO- asymmetric stretching of carboxyl groups and esterified carbonyl group, indicating the esterification of the Pec^{3, 33, 34}. Moreover, the bands at 2884 and 2931 cm^{-1} were attributed to C-H stretching of $-\text{CH}_2$ group vibration of glycerol, and the band around 3270 cm^{-1} were related to the hydroxyl group^{10, 20, 36, 37}.

Figure 2 – FTIR spectra of TPP/WPI extruded films.



Samples TPP₉₅WPI₅, TPP₉₀WPI₁₀, TPP₈₅WPI₁₅, and TPP₈₀WPI₂₀ presented a similar spectrum of sample TPP₁₀₀WPI₀, some bands presented a shift in wavenumber corresponding to the presence of WPI and the formation of products of Maillard reaction (formation of melanoidins). The presence of WPI was observed by the shift of the bands from 1112 to 1097 cm^{-1} and from 1160 to 1143 cm^{-1} , which were attributed to C-C and C-O bonds of WPI¹⁰. Furthermore, a shift around 1598 to 1623 cm^{-1} was also observed and this band represented C=O and N-C of amide I of WPI¹⁰. Moreover, the peaks related to both Pec or WPI were found 1328, 1415 and 3270 cm^{-1} (for WPI: N-H and N-C bond of tertiary amide, N-H of secondary amide, and OH groups, respectively)¹⁰. The bands attributed to glycerol (2884 and 2931 cm^{-1}) were also observed without shift for these spectra.

The indicative of Maillard reaction was found by the presence of the melanoidins which their bands were around 1450, 1540 and 1623 cm^{-1} in spectra. The Maillard reaction is a non-

enzymatic and crosslinking reaction that can occur spontaneously between reducing sugar and an amino group of the protein under controlled dry-heating conditions. The main products of this reaction are substances of high molecular weight named melanoidins, which have complex structures and are not defined by a single chemical structure³⁸⁻⁴¹. The bands 1450 and 1540 cm^{-1} were associated with the melanoidins presence⁴². In addition, the band around 1623 cm^{-1} , which was previously related to functionary groups of Pec and WPI, was also attributed to melanoidins because represents a stretching and deformation of the double bond of carbonyl (C=O), C=C, or C=N groups^{40,41}.

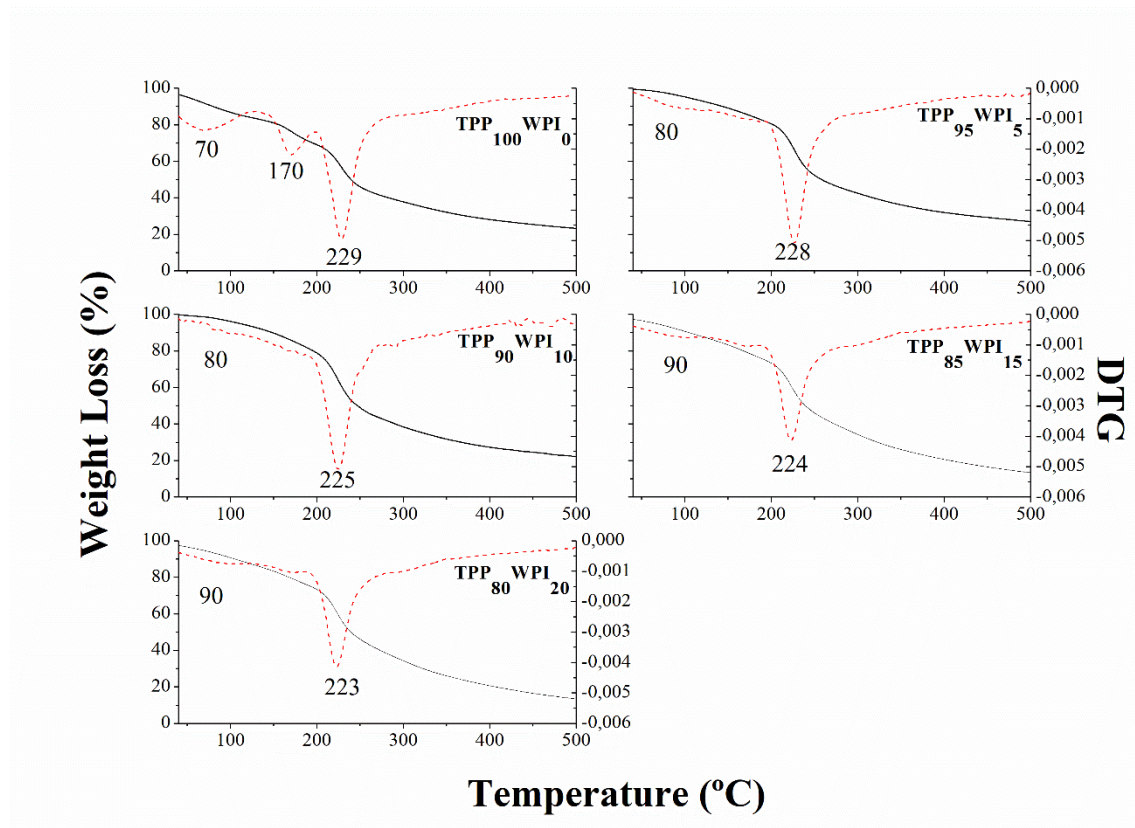
3.2 Thermogravimetric analysis (TGA)

Figure 3 presents the TGA results for thermoplasticized TPP/WPI films. TPP₁₀₀WPI₀ films showed three degradation steps. The first step at 71 °C was due to volatile evaporation⁴³. The second step was at 170 °C and it may be attributed to the break of the C-C and C-O bonds in the ring unit, resulting in the production of H₂O vapor, and CO and CO₂ gases⁴⁴. The last degradation step at 229 °C refers to glycosidic bonds, leading to pectin depolymerization^{3,35,43,45}.

The TGA results of the films TPP₉₅WPI₅, TPP₉₀WPI₁₀, TPP₈₅WPI₁₅, and TPP₈₀WPI₂₀ were observed in two steps. The first subtle step was around 80 °C for TPP₉₅WPI₅ and TPP₉₀WPI₁₀ and 90 °C for TPP₈₅WPI₁₅ and TPP₈₀WPI₂₀, representing volatiles evaporation^{11,12,43}. The second step was varied from 228 °C (TPP₉₅WPI₅) to 223 °C (TPP₈₀WPI₂₀) refer to degradation of glycosidic bonds of Pec^{3,35,43,45}, and to the protein degradation/denaturation of the WPI^{10,12}.

The degradation step around 170 °C was subtle for samples with WPI, suggesting Maillard reaction occurred between -CO of Pec (reducing sugar) and amino groups of the proteins of WPI, generating melanoidins³⁹. These reaction products agreed that chemical structure was found in FTIR results. The mass residues at 500 °C were 23, 26, 23, 14 and 13% with WPI concentration increase. This reduction was supported for the reaction between Pec and WPI⁴⁶. In conclusion, the results of TGA for samples suggest the films were thermal stable independent of WPI addition.

Figure 3 – Weight Loss and DTG graphs of TPP/WPI extruded/thermo-compressed films.



3.3 Thickness, Water Vapor Permeability (WVP), Contact Angle and Wettability

The thicknesses of the samples were presented in Table 2. According to this table, the addition of WPI promoted a reduction in the thickness values and could be explained due to the crosslinking effect resulting from the Maillard reaction ⁴⁷.

Table 2 – Thickness, WVP, Contact Angle and Wettability of TPP/WPI extruded films.

Samples	Thickness (μm)	WVP ($\text{g}\cdot\text{mm}/\text{kPa}\cdot\text{h}\cdot\text{m}^2$)	Contact Angle ($^\circ$)	Wettability ($^\circ\cdot\text{s}^{-1}$)
TPP ₁₀₀ WPI ₀	0.435 ± 0.008 ^a	0.016 ± 0.001 ^c	40.02 ± 0.13 ^a	0.31 ± 0.04 ^c
TPP ₉₅ WPI ₅	0.394 ± 0.027 ^{ab}	0.014 ± 0.001 ^b	57.9 ± 9.12 ^a	0.19 ± 0.08 ^b
TPP ₉₀ WPI ₁₀	0.381 ± 0.046 ^b	0.013 ± 0.001 ^b	52.53 ± 1.88 ^a	0.15 ± 0.02 ^b
TPP ₈₅ WPI ₁₅	0.376 ± 0.035 ^b	0.012 ± 0.001 ^b	49.05 ± 2.15 ^a	0.13 ± 0.05 ^{ba}
TPP ₈₀ WPI ₂₀	0.371 ± 0.010 ^b	0.010 ± 0.002 ^a	43.62 ± 4.75 ^a	0.09 ± 0.02 ^a

Means observed in the column with the same letter do not differ statistically ($p < 0.05$)

WVP predicts the rate of water vapor transmission per unit area through the film of known thickness, induced by a pressure gradient between two environments, the relative humidity, and the specific temperature. These properties imply the moisture barrier properties

of the materials ³. The incorporation of different concentrations of WPI to the pectin matrix promoted a significant reduction ($p \leq 0.05$) of WVP in the films (Table 2). The reduction in WVP values with the addition of WPI could suggest the smaller amount of free hydroxyl and galacturonic acid groups in the Pec. These groups would be responsible for water absorption because form hydrogen bond with it ². In addition, the reduction in WVP values of the films with WPI also can be explained by the cross-linking effect observed in these films due to the Maillard reaction ^{48, 49}. According to Kchaou, Benbettaieb, Jridi, Abdelhedi, Karbowiak, Brachais, Léonard, Debeaufort and Nasri ⁴⁹ paper, although the cross-linking effect with the small variation in the thickness was lower because WPI concentration, the diffusion of moisture throughout the samples was hampered, and this effect also observed in this paper.

Table 2 also showed the results of contact angle and wettability analysis. The term wettability is defined as the macroscopic manifestation of the molecular interaction between solids and liquids in direct contact at the interface between them. The cohesive forces of the liquid tend to form a spherical drop, the adhesive forces between the solid and the liquid tend to spread the liquid over the solid, so the contact angle is determined by the competition between these two forces ⁵⁰. It has been commonly established that the contact angle increases with increasing surface hydrophobicity, and angles around 90° indicated a hydrophobic character ⁵¹.

The results indicated that the samples formed angles of less than 90°, which reflects the hydrophilic character of surfaces of all samples. This effect was due to the presence of polar functional groups on the surface that make water molecules interacting more easily with sample molecules ^{2, 52}. In addition, Younis and Zhao ⁵² studied the films of high methoxylation pectin produced by casting and obtained a lower contact angle (31.69°) than this paper. These compared results indicated that the technique (extrusion/thermo-compression processing) and the addition of WPI were crucial for reducing pectin hydrophilicity.

Wettability is a measure of the spread of the liquid droplet in the material measured the difference between the contact angle during a period. The samples with 100, 95, 90 and 85% of TPP showed values that differed statistically ($p < 0.05$) from the sample with 80%. The increase of WPI led to a decrease in Wettability values because the water molecules did not interact as quickly with the film surface due to the decrease in chemical affinity ⁵³. In addition, these results reinforced the WVP results, the wettability of the film surface facilitated moisture adsorption and, therefore, water vapor permeability decreasing ⁴⁹. Samples with lower wettability values also showed lower WVP values.

In conclusion, the WPI addition, even if a small concentration, promoted a decrease of WVP that indicated the films were lower permeable to water. Instead of this, their surface

presented hydrophilic character with lower Wettability, which indicated the surfaces have good interaction with water, however, the rate of spread of it decreases with the increase of WPI concentration.

3.4 Mechanical Properties

Mechanical properties are considered important parameters in evaluating the strength and flexibility of films. Table 3 showed the results for tensile strength (TS), Modulus of Elasticity (ME), and Elongation (E). Tensile strength (TS) is defined as the ability of a film to resist fracture when submitted to tensile stress, reflecting the capacity in maintaining its structural integrity. The modulus of elasticity (ME) or Young's modulus shows the capability of a film to undergo extension upon tension or shortening upon compression. The elongation (E) is the maximum stretchability of a film under tensile stress prior to breakage ⁵².

Table 3 –Tensile Strength (TS), Modulus of Elasticity (ME), and Elongation (E) of TPP/WPI extruded films.

Samples	TS (MPa)	ME (MPa)	E (%)
TPP ₁₀₀ WPI ₀	4.89 ± 0.87 ^a	0.40 ± 0.01 ^a	282.93 ± 7.51 ^a
TPP ₉₅ WPI ₅	6.30 ± 0.63 ^a	0.44 ± 0.15 ^a	276.85 ± 4.07 ^a
TPP ₉₀ WPI ₁₀	6.07 ± 0.19 ^a	0.42 ± 0.03 ^a	282.93 ± 7.51 ^a
TPP ₈₅ WPI ₁₅	5.76 ± 1.01 ^a	0.41 ± 0.15 ^a	284.37 ± 14.91 ^a
TPP ₈₀ WPI ₂₀	4.88 ± 1.22 ^a	0.39 ± 0.15 ^a	282.96 ± 8.86 ^a

Means observed in the column with the same letter do not differ statistically ($p < 0.05$).

All samples for tensile tests showed results that did not differ statistically from each other ($p < 0.05$). This fact demonstrates that the addition of WPI and, consequently, the Maillard reaction was not able to affect the mechanical properties of the extruded/thermally compressed Pec films. This could be explained by the addition of WPI small concentration.

Films with WPI showed higher or equal values for the mechanical parameters. These values could be explained by the increase in intermolecular interactions provided by the thermo-compression process ²² and cross-linking effect promoted by the Maillard reaction ^{47, 49}.

With the increase in WPI concentration, a decrease in TS, ME and E values was observed. Azevedo, Borges, Marconcini, Yoshida, Neto, Pereira and Pereira ³⁰, when studied starch films with the addition of WPI obtained by extrusion, also observed a progressive decrease in the values of mechanical parameters with the increase in the concentration of WPI. The authors attributed the high rigidity to the reduction of the plasticization of the film during

the extrusion process at high temperatures, probably due to the evaporation of water and glycerol.

Therefore, the films presented a numeric variation of E, however, did not differ statistically from themselves. This result implies the presence of WPI was not significant to modify this mechanical property. Furthermore, TS and ME results presented a numeric increase for TPP₉₅WPI₅, however again the results were not statistically different. The mechanical results for films of WPI were close to the sample without WPI, showing Pec and glycerol were responsible to maintain this property, and the Maillard reaction was not sufficient to make the film more rigid.

3.5 Optical Properties

The optical properties were analyzed by Colorimetric Parameters. Figure 4 presented the pictures of the films after the processes extrusion/thermo-compression and Table 4 showed the results of Colorimetric Parameters (L* - lightness, C* - relative saturation or chroma, a* - greenness to redness, and b* - blueness to yellowness).

Figure 4 - Pictures of Pectin plasticized films added by WPI.

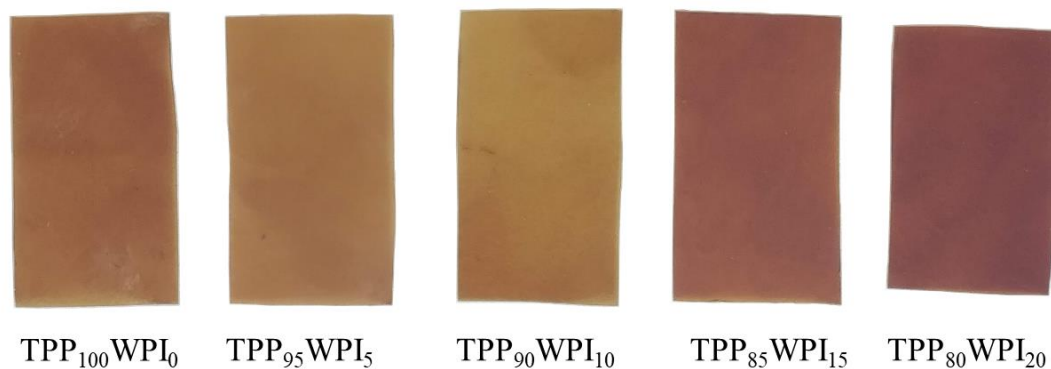


Table 4 – Optical Properties (L*, C*, a*, b*) of extruded/thermo-compressed films of Pec added WPI.

Samples	L*	C*	a*	b*
TPP ₁₀₀ WPI ₀	66.46 ± 0.31 ^b	34.03 ± 2.59 ^a	5.75 ± 0.34 ^a	33.54 ± 3.40 ^a
TPP ₉₅ WPI ₅	56.78 ± 0.09 ^a	41.83 ± 3.37 ^b	11.60 ± 0.41 ^b	40.19 ± 4.11 ^b
TPP ₉₀ WPI ₁₀	59.29 ± 0.32 ^a	43.59 ± 2.46 ^b	11.06 ± 1.26 ^b	42.16 ± 2.65 ^b
TPP ₈₅ WPI ₁₅	54.17 ± 1.29 ^a	52.88 ± 1.31 ^b	16.58 ± 1.37 ^b	50.21 ± 3.27 ^b
TPP ₈₀ WPI ₂₀	54.09 ± 0.97 ^a	45.49 ± 1.93 ^b	14.21 ± 2.59 ^b	43.21 ± 5.87 ^b

Means observed in the column with the same letter do not differ statistically ($p < 0.05$)

The luminosity (L^*), which ranges from zero (black) to 100 (white) ²⁸, presented a significant difference ($p < 0.05$) in only the TPP₁₀₀WPI₀ sample. Thus, the addition of WPI decreased L^* , indicating the films with WPI presented intermediary luminosity, films were neither black nor white. Comparing to WPI films and TPP₁₀₀WPI₀, L^* was lower for blend films, indicating Maillard reaction was responsible to make them darker. Chroma (C^*) is a measure of color saturation ²⁸. An increase in C^* values was observed in the relation to TPP₁₀₀WPI₀ that differed statistically ($p < 0.05$) from the other samples, characterizing blend films with higher color saturation. For a^* and b^* parameters: positive a^* values indicate red, a* negative green, b^* positive indicate yellow and b^* negative blue ²⁸. Positive values of a^* and b^* indicated samples were reddish and yellowish.

Only the TPP₁₀₀WPI₀ sample showed a statistical difference ($p < 0.05$) from the other samples for optical properties (L^* , C^* , a^* , and b^*). This fact could result from Maillard reactions, due to a presence of reducing sugar and an amino group of the protein under controlled dry-heating conditions ⁵⁴.

4. CONCLUSION

In this paper, was possible to study the influence of the addition of WPI on thermoplasticized extruded/thermo-compressed pectin (TPP) packaging. The morphologic analysis resulted in homogeneous and compact films without pores and cracks for all samples. The addition of a small concentration of WPI promoted a decrease of WVP, maintained the hydrophilic character of the surface, and was not able to affect the mechanical properties.

The FTIR spectra showed the presence of the melanoidins due to the Maillard reaction. This reaction also suppressed the step degradation around 170 °C for films with WPI, resulting in them more thermal stable. In addition, the Maillard reaction could be observed in the color results that presented statistical differences for samples with WPI.

Therefore, the WPI addition on thermoplasticized pectin packaging by extruded/thermo-compressed (TPP) showed a potential for industrial application of the material in several areas, added the fact that material was the biodegradable and renewable origin.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors are grateful to Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), and Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) for their financial support. Authors would like to thank Central of Analysis and Chemical Prospecting of UFLA and Finep, Fapemig, CNPq e Capes for supplying equipment and technical support for experiments involving FTIR analyze. Authors would like to thank Laboratory of Electron Microscopy and Analysis of Ultrastructural (<http://prp.ufla.br/labs/microscopiaeletronica/>), of Federal University of Lavras (UFLA) and Finep, Fapemig, CNPq e Capes for supplying equipment and technical support for experiments involving electron microscopy.

REFERENCES

1. Assadpour E, Jafari S-M, Maghsoudlou Y. Evaluation of folic acid release from spray dried powder particles of pectin-whey protein nano-capsules. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2017/02/01/ 2017;95:238-247. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.11.023>
2. Chakravartula SSN, Soccio M, Lotti N, Balestra F, Dalla Rosa M, Siracusa V. Characterization of Composite Edible Films Based on Pectin/Alginate/Whey Protein Concentrate. *Materials*. 2019;12(15):2454.
3. de Castro e Silva P, de Oliveira AC, Pereira LA, et al. Development of bionanocomposites of pectin and nanoemulsions of carnauba wax and neem oil pectin/carnauba wax/neem oil composites. *Polymer Composites*. 2020;41(3):858-870.
4. Syarifuddin A, Manggala R, Dirpan A, Laga A. Effect of dangke whey/pectin ratio, stearic acid and cheese aroma concentration on characteristic properties of edible films made thereof. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. 2019/04/09 2019;247:012008. doi:10.1088/1755-1315/247/1/012008
5. Kadzińska J, Janowicz M, Kalisz S, Bryś J, Lenart A. An overview of fruit and vegetable edible packaging materials. *Packaging Technology and Science*. 2019;32(10):483-495. doi:<https://doi.org/10.1002/pts.2440>
6. Gezgin Z, Lee TC, Huang Q. Nanoscale properties of biopolymer multilayers. *Food Hydrocolloids*. 2017/02/01/ 2017;63:209-218. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.08.040>
7. de Oliveira Begali D, Ferreira LF, de Oliveira ACS, et al. Effect of the incorporation of lignin microparticles on the properties of the thermoplastic starch/pectin blend obtained by extrusion. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2021/06/01/ 2021;180:262-271. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.03.076>

8. Lin D, Zheng Y, Wang X, et al. Study on physicochemical properties, antioxidant and antimicrobial activity of okara soluble dietary fiber/sodium carboxymethyl cellulose/thyme essential oil active edible composite films incorporated with pectin. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2020/12/15/ 2020;165:1241-1249. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.10.005>
9. Younis HGR, Abdellatif HRS, Ye F, Zhao G. Tuning the physicochemical properties of apple pectin films by incorporating chitosan/pectin fiber. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2020/09/15/ 2020;159:213-221. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.05.060>
10. Carvalho RA, de Oliveira ACS, Santos TA, Dias MV, Yoshida MI, Borges SV. WPI and Cellulose Nanofibres Bio-nanocomposites: Effect of Thyme Essential Oil on the Morphological, Mechanical, Barrier and Optical Properties. *Journal of Polymers and the Environment*. 2020/01/01 2020;28(1):231-241. doi:[10.1007/s10924-019-01598-6](https://doi.org/10.1007/s10924-019-01598-6)
11. Carvalho RA, Santos TA, de Oliveira ACS, et al. Biopolymers of WPI/CNF/TEO in preventing oxidation of ground meat. *Journal of Food Processing and Preservation*. 2019;43(12):e14269. doi:[10.1111/jfpp.14269](https://doi.org/10.1111/jfpp.14269)
12. de Oliveira ACS, Ugucioni JC, da Rocha RA, Borges SV. Development of whey protein isolate/polyaniline smart packaging: Morphological, structural, thermal, and electrical properties. *Journal of Applied Polymer Science*. 2019/04/10 2019;136(14):47316. doi:[10.1002/app.47316](https://doi.org/10.1002/app.47316)
13. Ribeiro-Santos R, de Melo NR, Andrade M, et al. Whey protein active films incorporated with a blend of essential oils: Characterization and effectiveness. *Packaging Technology and Science*. 2018;31(1):27-40. doi:<https://doi.org/10.1002/pts.2352>
14. Murrieta-Martínez CL, Soto-Valdez H, Pacheco-Aguilar R, Torres-Arreola W, Rodríguez-Felix F, Márquez Ríos E. Edible protein films: Sources and behavior. *Packaging Technology and Science*. 2018;31(3):113-122. doi:<https://doi.org/10.1002/pts.2360>
15. Azevedo VM, Dias MV, Borges SV, et al. Development of whey protein isolate bio-nanocomposites: Effect of montmorillonite and citric acid on structural, thermal, morphological and mechanical properties. *Food Hydrocolloids*. 2015/06/01/ 2015;48:179-188. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.02.014>
16. Azevedo VM, Silva EK, Gonçalves Pereira CF, da Costa JMG, Borges SV. Whey protein isolate biodegradable films: Influence of the citric acid and montmorillonite clay nanoparticles on the physical properties. *Food Hydrocolloids*. 2015/01/01/ 2015;43:252-258. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.05.027>
17. Krzeminski A, Prell KA, Weiss J, Hinrichs J. Environmental response of pectin-stabilized whey protein aggregates. *Food Hydrocolloids*. 2014/03/01/ 2014;35:332-340. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.06.014>
18. Zhang S, Hsieh F-H, Vardhanabhuti B. Acid-induced gelation properties of heated whey protein-pectin soluble complex (Part I): Effect of initial pH. *Food Hydrocolloids*. 2014/05/01/ 2014;36:76-84. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.07.029>
19. Silva KS, Fonseca TMR, Amado LR, Mauro MA. Physicochemical and microstructural properties of whey protein isolate-based films with addition of pectin. *Food Packaging and Shelf Life*. 2018/06/01/ 2018;16:122-128. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodpack.2018.03.005>

20. de Oliveira ACS, Ferreira LF, de Oliveira Begali D, et al. Thermoplasticized Pectin by Extrusion/Thermo-Compression for Film Industrial Application. *Journal of Polymers and the Environment*. 2021/01/28 2021;doi:10.1007/s10924-021-02054-0
21. Fishman ML, Coffin DR, Konstance RP, Onwulata CI. Extrusion of pectin/starch blends plasticized with glycerol. *Carbohydrate Polymers*. 2000/04/01/ 2000;41(4):317-325. doi:https://doi.org/10.1016/S0144-8617(99)00117-4
22. Fishman ML, Coffin DR, Onwulata CI, Konstance RP. Extrusion of pectin and glycerol with various combinations of orange albedo and starch. *Carbohydrate Polymers*. 2004/09/22/ 2004;57(4):401-413. doi:https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2004.05.014
23. ASTM-D618. *D618, Standard Practice for Conditioning Plastics for Testing*, ASTM International, West Coshohocken, PA. 2000.
24. ASTM-E96/E96M. E96/E96M-16 Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials West Conshohocken. PA; 2016.
25. Guimarães M, Botaro VR, Novack KM, Teixeira FG, Tonoli GHD. Starch/PVA-based nanocomposites reinforced with bamboo nanofibrils. *Industrial Crops and Products*. 2015/08/01/ 2015;70:72-83. doi:https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.03.014
26. Zhu Y-q, Yu C-x, Li Y, et al. Research on the changes in wettability of rice (*Oryza sativa*.) leaf surfaces at different development stages using the OWRK method. *Pest Management Science*. 2014;70(3):462-469. doi:https://doi.org/10.1002/ps.3594
27. ASTM-D882. Standard test methods for tensile, properties of thin plastic sheeting. 2002;
28. Ramos E, Gomide L. Avaliação da qualidade de carne: fundamentos e metodologias (599 p.). Editora UFV, Viçosa, Minas Gerais, BR. 2017;
29. Ferreira DF. Sisvar: a Guide for its Bootstrap procedures in multiple comparisons. *Ciência e agrotecnologia*. 2014;38(2):109-112.
30. Azevedo VM, Borges SV, Marconcini JM, et al. Effect of replacement of corn starch by whey protein isolate in biodegradable film blends obtained by extrusion. *Carbohydrate Polymers*. 2017/02/10/ 2017;157:971-980. doi:https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.10.046
31. Mendes JF, Paschoalin RT, Carmona VB, et al. Biodegradable polymer blends based on corn starch and thermoplastic chitosan processed by extrusion. *Carbohydrate Polymers*. 2016/02/10/ 2016;137:452-458. doi:https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.10.093
32. Wathoni N, Yuan Shan C, Yi Shan W, et al. Characterization and antioxidant activity of pectin from Indonesian mangosteen (*Garcinia mangostana* L.) rind. *Heliyon*. 2019/08/01/ 2019;5(8):e02299. doi:https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02299
33. Gnanasambandam R, Proctor A. Determination of pectin degree of esterification by diffuse reflectance Fourier transform infrared spectroscopy. *Food Chemistry*. 2000/02/15/ 2000;68(3):327-332. doi:https://doi.org/10.1016/S0308-8146(99)00191-0
34. Singthong J, Cui SW, Ningsanond S, Douglas Goff H. Structural characterization, degree of esterification and some gelling properties of Krueo Ma Noy (*Cissampelos pareira*) pectin. *Carbohydrate Polymers*. 2004/12/07/ 2004;58(4):391-400. doi:https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2004.07.018
35. Nsom MV, Etape EP, Tendo JF, et al. A Green and Facile Approach for Synthesis of Starch-Pectin Magnetite Nanoparticles and Application by Removal of Methylene Blue from

Textile Effluent. *Journal of Nanomaterials*. 2019/08/19 2019;2019:4576135. doi:10.1155/2019/4576135

36. Calvino-Casilda V, Mul G, Fernández JF, Rubio-Marcos F, Bañares MA. Monitoring the catalytic synthesis of glycerol carbonate by real-time attenuated total reflection FTIR spectroscopy. *Applied Catalysis A: General*. 2011/12/15/ 2011;409-410:106-112. doi:https://doi.org/10.1016/j.apcata.2011.09.036

37. López-Díaz A, Ríos-Corripio M, Ramírez-Corona N, López-Malo A, Palou E. EFFECT OF SHORT WAVE ULTRAVIOLET RADIATION ON SELECTED PROPERTIES OF EDIBLE FILMS FORMULATED WITH POMEGRANATE JUICE AND CHITOSAN. *Revista Mexicana De Ingeniería Química*. 2017;17(1):63-73.

38. Leceta I, Guerrero P, de la Caba K. Functional properties of chitosan-based films. *Carbohydrate Polymers*. 2013/03/01/ 2013;93(1):339-346. doi:https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.04.031

39. Ma X, Chen W, Yan T, et al. Comparison of citrus pectin and apple pectin in conjugation with soy protein isolate (SPI) under controlled dry-heating conditions. *Food Chemistry*. 2020/03/30/ 2020;309:125501. doi:https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125501

40. Mohsin GF, Schmitt F-J, Kanzler C, Dirk Epping J, Flemig S, Hornemann A. Structural characterization of melanoidin formed from d-glucose and l-alanine at different temperatures applying FTIR, NMR, EPR, and MALDI-ToF-MS. *Food Chemistry*. 2018/04/15/ 2018;245:761-767. doi:https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.11.115

41. Mohsin GF, Schmitt F-J, Kanzler C, Epping JD, Buhrke D, Hornemann A. Melanoidin formed from fructosylalanine contains more alanine than melanoidin formed from d-glucose with L-alanine. *Food Chemistry*. 2020/02/01/ 2020;305:125459. doi:https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125459

42. Zareie Z, Tabatabaei Yazdi F, Mortazavi SA. Development and characterization of antioxidant and antimicrobial edible films based on chitosan and gamma-aminobutyric acid-rich fermented soy protein. *Carbohydrate Polymers*. 2020/09/15/ 2020;244:116491. doi:https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116491

43. Alipour A, Lakouraj MM, Ojani R, Roudbari MN, Chaichi MJ, Nemati A. Electrochemical and chemiluminescence properties of polyaniline/pectin hybrid nanocomposites based on graphene and CdS nanoparticles. *Polymer Testing*. 2019/07/01/ 2019;76:490-498. doi:https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2019.04.013

44. Hafezi Moghaddam R, Haji Shabani AM, Dadfarnia S. Synthesis of new hydrogels based on pectin by electron beam irradiation with and without surface modification for methylene blue removal. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 2019/02/01/ 2019;7(1):102919. doi:https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.102919

45. Gautam M, Santhiya D. Pectin/PEG food grade hydrogel blend for the targeted oral co-delivery of nutrients. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2019/09/20/ 2019;577:637-644. doi:https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.06.027

46. Zaleska H, Ring SG, Tomasik P. Apple pectin complexes with whey protein isolate. *Food Hydrocolloids*. 2000/07/01/ 2000;14(4):377-382. doi:https://doi.org/10.1016/S0268-005X(00)00014-X

47. Leceta I, Peñalba M, Arana P, Guerrero P, de la Caba K. Ageing of chitosan films: Effect of storage time on structure and optical, barrier and mechanical properties. *European*

- Polymer Journal*. 2015/05/01/ 2015;66:170-179.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2015.02.015>
48. Hazaveh P, Mohammadi Nafchi A, Abbaspour H. The effects of sugars on moisture sorption isotherm and functional properties of cold water fish gelatin films. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2015/08/01/ 2015;79:370-376.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2015.05.008>
49. Kchaou H, Benbettaieb N, Jridi M, et al. Enhancement of structural, functional and antioxidant properties of fish gelatin films using Maillard reactions. *Food Hydrocolloids*. 2018/10/01/ 2018;83:326-339. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.05.011>
50. Berg J. *Wettability*. vol 49. CRC Press; 1993.
51. Jridi M, Abdelhedi O, Salem A, Kechaou H, Nasri M, Menchari Y. Physicochemical, antioxidant and antibacterial properties of fish gelatin-based edible films enriched with orange peel pectin: Wrapping application. *Food Hydrocolloids*. 2020/06/01/ 2020;103:105688.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.105688>
52. Younis HGR, Zhao G. Physicochemical properties of the edible films from the blends of high methoxyl apple pectin and chitosan. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2019/06/15/ 2019;131:1057-1066.
doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.03.096>
53. Cavdaroglu E, Farris S, Yemenicioğlu A. Development of pectin–eugenol emulsion coatings for inhibition of *Listeria* on webbed-rind melons: a comparative study with fig and citrus pectins. <https://doi.org/10.1111/ijfs.14458>. *International Journal of Food Science & Technology*. 2020/04/01 2020;55(4):1448-1457. doi:<https://doi.org/10.1111/ijfs.14458>
54. Gouveia TIA, Biernacki K, Castro MCR, Gonçalves MP, Souza HKS. A new approach to develop biodegradable films based on thermoplastic pectin. *Food Hydrocolloids*. 2019/12/01/ 2019;97:105175. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105175>

ARTIGO 3

PERCEPÇÃO DO CONSUMIDOR EM RELAÇÃO A EMBALAGENS BIODEGRADÁVEIS DE PECTINA E ISOLADO PROTEICO DE SORO DE LEITE

RESUMO

O consumo mundial de plástico de origem não renováveis e biodegradáveis vem crescente muitíssimo, sendo que a sua maioria é descartada de maneira inadequada gerando problemas ambientais gravíssimos. Assim, pesquisas estão sendo desenvolvidas com o foco em materiais biodegradáveis. Considerando que a maior parte dos plásticos descartados são originados das embalagens principalmente embalagens de alimentos e bebidas, compreender a percepção do consumidor acerca de embalagens biodegradáveis é muito importante. Desse modo, o objetivo desse trabalho foi estudar a percepção do consumidor em relação a filmes de embalagens biodegradáveis de pectina (Pec) e isolado proteico de soro de leite (IPS) produzidos por extrusão/termocompressão. Um questionário online com 556 participantes foi conduzido para avaliar as respostas dos consumidores. Os resultados mostraram que a aceitação, intenção de compra e preferência são influenciadas por aspectos visuais e o consumidor prefere filmes mais claros, com cores menos saturadas e mais transparentes. Contudo a informação da biodegradabilidade é predominante aos aspectos visuais interferindo positivamente na intenção de compra. Os consumidores estabeleceram correlações entre cor e transparência dos filmes com espessura e resistência, mas essas correlações não se mostraram verdadeiras em relação as análises de espessura, mecânica, e transparência realizadas nos filmes. Além disso, os consumidores apontaram uma variedade de aplicações para os filmes de Pec e IPS. Os resultados evidenciaram que a utilização de filmes de Pec e IPS como embalagens de alimentos e bebidas é promissora.

Palavras-chave: CATA. Ordenação de Preferência. Consciência Ambiental. Aplicação.

1 INTRODUÇÃO

Estima-se que o consumo mundial de plástico seja de mais de 700 milhões de toneladas por ano e podendo chegar no ano de 2021 a um bilhão de toneladas. Dessa quantidade, entre 70 e 95% se juntarão a milhões de toneladas já presentes nos mares, lagos, ar, rios, lençóis freáticos, lavouras, aterros sanitários e cidades. Os materiais de embalagem são responsáveis pela maior parte do montante de plástico descartado. Isso se deve ao fato, os materiais usados para embalagens serem plásticos não biodegradáveis e de origem não-renovável, além de serem descartados de maneira inadequada. Assim, há um esgotamento dos materiais fósseis com aumento substancial do uso de plásticos à base de petróleo, fato que vêm aumentando às preocupações ambientais (DE CASTRO E SILVA; DE OLIVEIRA; PEREIRA; VALQUÍRIA *et al.*, 2020; DE OLIVEIRA; FERREIRA; DE OLIVEIRA BEGALI; UGUCIONI *et al.*, 2021; FONSECA-GARCÍA; JIMÉNEZ-REGALADO; AGUIRRE-LOREDO, 2021; RAI; MEHROTRA; PRIYA; GNANSOUNOU *et al.*, 2021).

Esses aspectos estimularam pesquisas com foco no desenvolvimento de materiais plásticos a partir de polímeros ecologicamente corretos ou “amigos do meio ambiente”. É possível observar importantes esforços que apresentam filmes biodegradáveis derivados de fontes renováveis como uma alternativa interessante aos plásticos convencionais, sendo os biopolímeros, incluindo proteínas e polissacarídeos, os principais recursos naturais empregados no desenvolvimento de filmes biodegradáveis (DE CASTRO E SILVA; DE OLIVEIRA; PEREIRA; VALQUÍRIA *et al.*, 2020; DE OLIVEIRA; UGUCIONI; DA ROCHA; BORGES, 2019; LEITE; MOREIRA; MATTOSO; BRAS, 2021). O desenvolvimento de materiais plásticos biodegradáveis e de fontes renováveis, além de se mostrarem uma alternativa viável na substituição dos tradicionais, estão conduzindo ao surgimento de acordos e convênios governamentais que objetivam na redução do impacto ambiental causado pelas embalagens tradicionais (DE CASTRO E SILVA; DE OLIVEIRA; PEREIRA; VALQUÍRIA *et al.*, 2020; KADZIŃSKA; JANOWICZ; KALISZ; BRYŚ *et al.*, 2019; RAI; MEHROTRA; PRIYA; GNANSOUNOU *et al.*, 2021).

Os múltiplos sentidos dos seres humanos (tato, olfato, audição, visão e sabor) são usados para experimentar e explorar o ambiente e são interpretados no cérebro (BISWAS; SZOCS, 2019). A associação entre os estímulos, atributos ou parte da experiência e os sentidos, ou seja, as modalidades sensoriais, é denominada como correspondências intermodais (DE SOUSA; CARVALHO; PEREIRA, 2020; RIBEIRO; CARVALHO; DE SOUSA; COELHO *et al.*, 2021). Ao se incorporar correspondências intermodais às embalagens, estas deixaram de

possuir apenas as funções iniciais de conter porções e proteger o produto. Os consumidores identificam os produtos a uma determinada distância e iniciam o processamento dos elementos visuais antes mesmo de tocar nas embalagens, de modo que a sensação desencadeada pela embalagem pode se estender ao próprio produto (SOUSA; CARVALHO; PEREIRA, 2020; SPENCE, 2016; SPENCE, 2019).

A percepção que os consumidores têm sobre alimentos, bebidas e embalagens veem mudando ao longo do tempo, principalmente, devido ao acesso ilimitado às informações. É perceptível que hoje os consumidores estão mais atentos às várias questões ambientais decorrentes do comportamento de consumo da sociedade. Em relação às embalagens, a população está exigindo as que causem menos resíduos, incorporem materiais reciclados ou sejam recicláveis quando vazias. Além disso, os consumidores estão dispostos a comprar alimentos e bebidas embalados em materiais ambientalmente corretos e a reduzir o consumo de embalagens (BOVENSIEPEN; FINK; SCHNÜCK; RUMPF *et al.*, 2018; OTTO; STRENGER; MAIER-NÖTH; SCHMID, 2021).

A crescente preocupação ambiental entre os consumidores em relação aos alimentos e bebidas também inclui a preocupação com as embalagens. A maioria dos consumidores considera a embalagem como algo integrado aos alimentos e bebidas, assim a embalagem vazia é considerada um resíduo. Além disso, a preocupação sobre os destinos adequados dados aos resíduos vem influenciando os consumidores que passaram a entender que os resíduos das embalagens de alimentos e bebidas são tão importantes quanto o desperdício dos mesmos e passaram a colocar maior importância no impacto ambiental da embalagem do que no real impacto da produção de alimentos e bebidas (LINDH; OLSSON; WILLIAMS, 2016).

Vários estudos foram desenvolvidos com objetivo de estudar os aspectos que podem influenciar as escolhas dos consumidores por determinadas características de embalagens em detrimento de outras, mas raramente abordam as percepções dos consumidores sobre as questões ambientais relacionadas às essas por mais que haja um crescente interesse nesse aspecto (DE SOUSA; CARVALHO; PEREIRA, 2020; LINDH; OLSSON; WILLIAMS, 2016; NORDIN; SELKE, 2010; OTTO; STRENGER; MAIER-NÖTH; SCHMID, 2021; RAI; MEHROTRA; PRIYA; GNANSOUNOU *et al.*, 2021; ROKKA; UUSITALO, 2008; SIELICKA-RÓŻYŃSKA; JERZYK; GLUZA, 2021; SOUSA; CARVALHO; PEREIRA, 2020; VERMA; SHAKYA; KUMAR; MADHAVI *et al.*, 2021; YOUNG, 2008).

Uma das formas de avaliação da percepção do consumidor é por foto associada a questionários online ou não. Questionários online são vantajosos, pois a coleta dos dados ocorre em curtos períodos de tempo, há um custo reduzido para a coleta dos dados que podem ser

realizadas em um computador, smartphone ou tablet, além de possibilitar o armazenamento remoto e a rápida visualização dos dados. Contudo, os questionários online são limitados pelo pouco controle sobre os procedimentos de testes, as baixas taxas de respostas e a conectividade às redes de Internet (BALL, 2019; COLLA; KEAST; HARTLEY; LIEM, 2021; NAYAK; NARAYAN, 2019).

Nesse sentido, o objetivo desse trabalho foi estudar percepção do consumidor em relação a filmes de embalagens biodegradáveis de pectina (Pec) e isolado proteico de soro de leite (IPS) produzidos por extrusão/termocompressão utilizando questionários online. Este estudo avaliou fotos de cinco filmes que diferenciavam entre si quanto a proporção de Pec e IPS.

2 MATERIAL AND MÉTODOS

Este estudo (CAAE: 40665320.4.0000.5148) foi revisado e aprovado pelo Comitê de Ética da Universidade Federal de Lavras.

2.1 Material

Pec foi proveniente da Dinâmica Química Contemporânea (Indaiatuba, São Paulo, Brasil) e tem 75,7% de esterificação. IPS foi adquirido da Hilmar Ingredients (Turlock, EUA) com 90% de proteína. O ácido esteárico foi comprado da Êxodo Científica (São Paulo, São Paulo, Brasil) com 95% de pureza. O glicerol com pureza de 99,5% e o ácido cítrico com pureza de 99,7% foram comprados da Sigma Aldrich (São Paulo, São Paulo, Brasil).

2.2 Produção dos Filmes

Os filmes de extrusão/termocompressão foram preparados segundo DE OLIVEIRA; FERREIRA; DE OLIVEIRA BEGALI; UGUCIONI *et al.* (2021) com modificações. A mistura usada para preparar o material extrudado foi: 49% em peso de polímeros, 30 % em peso de glicerol e 21% em peso de água destilada. A concentração de Pec e IPS foi expressa na Tabela 1. O ácido cítrico (1,5% em peso) e o ácido esteárico (1% em peso) foram usados para proteger da oxidação e evitar a aglomeração do material. Os reagentes foram misturados em liquidificador industrial modelo copo de aço inoxidável, alta velocidade, 1,5 litros, potência do motor de 800 W e 60 Hz de rotação (Metalúrgica Skymesen Ltda, Santa Catarina, Brasil). Esta

mistura foi extrusada usando uma extrusora dupla-rosca co-rotativa modelo SJSL 20 (NZ Phill Polymer), com $L/D = 40$, e diâmetro do parafuso (D) = 20 mm equipada com sete zonas de aquecimento. O perfil de temperatura (do alimentador à matriz) foi de 35/50/75/95/100/100/90 °C e a velocidade da rosca foi de 100 rpm. O material extrusado foi peletizado (pelotas de 2 mm) usando um peletizador automático (operando a 120 rpm). Os filmes foram produzidos por prensa hidráulica (Modelo 370M015, Matoli, Brasil) na qual foram submetidos 10 g de pellets a temperatura de 110 °C por 5 vezes de 5 ton/3 segundos e 2 vezes de 5 ton/3 minutos. Filmes com cerca de 15 cm de diâmetro foram obtidos e resfriados à temperatura ambiente.

Tabela 1 – Identificação dos filmes de Pec/IPS termoplastificados.

Samples	Pec (m/m %)*	IPS (m/m %)*
Pec ₁₀₀ IPS ₀	100	0
Pec ₉₅ IPS ₅	95	5
Pec ₉₀ IPS ₁₀	90	10
Pec ₈₅ IPS ₁₅	85	15
Pec ₈₀ IPS ₂₀	80	20

Legenda: * valores baseados na massa total de polímeros.

Fonte: Da autora (2021).

2.3 Caracterização dos Filmes

Os filmes foram condicionados sob temperatura (23 ± 2 °C) e umidade relativa ($50 \pm 5\%$) controladas por 48 horas antes das caracterizações (ASTM-D618, 2000).

A espessura média dos filmes foi obtida em 10 pontos distintos de amostras, utilizando micrômetro digital Mitutoyo 0,01 mm (Mitutoyo, Suzano, Brasil).

A análise mecânica foi obtida por meio de ensaio de propriedade de resistência à tração que foi realizada com auxílio de Micro System Texture Analyzer modelo TATX2i (Inglaterra) com célula de carga de 1 kN. A análise foi realizada de acordo com ASTM-D882 (2002) com amostras cortadas em tiras de 10 cm². As medidas foram realizadas com a separação inicial das garras de 50 mm e a velocidade de teste de 0,8 mm/s. Foram medidos a resistência à tração (TS, MPa), alongamento na ruptura (E) e módulo de elasticidade (ME, MPa).

Os parâmetros colorimétricos usando o sistema CIE Lab foram determinados pelo Espectrofotômetro Konica Minolta modelo CM-5 (Konica Minolta, Tóquio, Japão) com fonte de luz D65, ângulo de observação de 10 °. Essa análise obteve os parâmetros luminosidade

(L*), saturação relativa ou croma (C*), a* (verde para vermelho) e b* (azul para amarelo) (RAMOS; GOMIDE, 2017).

A diferença total de cor (ΔE) dos filmes foi determinada pela Equação 1 (RAMOS; GOMIDE, 2017):

$$\Delta E = \sqrt{(L1 - L2)^2 + (a1 - a2)^2 + (b1 - b2)^2} \quad (1)$$

onde L1 é o valor inicial de L, a1 é o valor inicial de a *, b1 é o valor inicial de b *, L2 é o valor de L medido, a2 é o valor de a * medido e b2 é o b * valor medido. Os valores L1, a1 e b1 são valores fixos e correspondem a amostra Pec₁₀₀IPS₀.

A transparência dos filmes foi medida por meio do espectrofotômetro Bel SPECTRO S-2000 (Monza, Itália) a 600nm (ASTM, 2003). Os filmes (peças de 3 x 1,5 cm) foram fixados para permitir que a viga do equipamento passasse pelos corpos de prova sem nenhum obstáculo. A transparência (T) foi calculada de acordo com a Equação 2:

$$T = (\text{Log} \% T) / \delta \quad (2)$$

onde: %T é porcentagem de transmitância e δ é a espessura do filme (mm).

2.4 Participantes

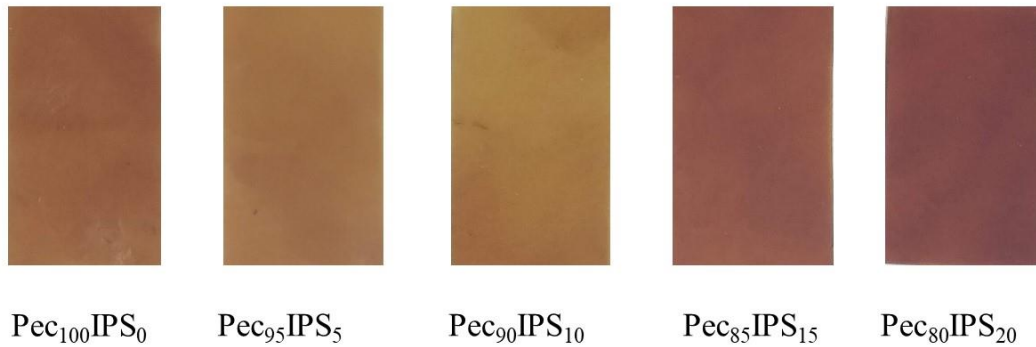
Quinhentos e cinquenta e seis consumidores participaram do estudo. Nenhum conhecimento específico de embalagens biodegradáveis era necessário. Todos os participantes se declararam ter 18 anos ou mais na época da pesquisa, sendo que eram 154 homens e 402 mulheres. Além disso, todos os participantes consentiram em participar desta pesquisa antes responder ao questionário online voluntariamente. Os participantes também foram informados de que poderiam sair do questionário online a qualquer momento.

2.5. Fotografias

Os cinco filmes de Pec e IPS obtidos por extrusão/termocompressão foram fotografados usando câmera digital de 4 megapixels em um gabinete branco sob luz branca artificial. Os filmes foram cortados em peças de 3 x 1,5 cm. A câmera e os filmes foram posicionados a 19,5

cm de cada um outro e as fotografias foram obtidas utilizando uma magnificação de 4.0X. As fotografias obtidas não foram submetidas a tratamento digital, visando manter as cores das fotos tão próximas quanto possível daquelas dos filmes reais. A Figura 1 mostra as fotografias utilizadas neste estudo.

Figura 1 – Fotografias dos filmes de Pec e IPS termoplastificados.



Fonte: Da autora (2021).

2.6 Questionário Online

Os participantes foram convidados a responder a um questionário online realizado no Google Docs, que teve um tempo médio de resposta de 10 min. Após aceitarem participar da pesquisa, os participantes foram orientados a adequar o brilho do monitor ou aparelho em 80% de modo a padronizar e minimizar as possíveis divergências existentes entre os diversos monitores e aparelhos.

A Tabela 2 mostrou as questões do questionário. O questionário foi dividido em sessões sendo que na primeira sessão continha perguntas sobre idade e escolaridade dos participantes, além de perguntas sobre o hábito de consumo de embalagens, conceito e consumo de embalagens biodegradáveis, e sobre o grau de importância embalagens biodegradáveis, cor, aparência e resistência das embalagens.

Na segunda sessão, os participantes foram apresentados de forma monádica às cinco fotografias dos filmes de Pec e IPS produzidos por extrusão/termocompressão. As fotografias não estavam identificadas de modo a não influenciar nas respostas. As primeiras perguntas dessa sessão foram a respeito da aceitação e intenção de compra. Em seguida, os consumidores foram convidados a correlacionar as amostras com atributos previamente selecionados. Após isso, era informado aos participantes sobre a origem e biodegradabilidade dos materiais usados

para a produção dos filmes e, novamente, os participantes eram convidados a responderem sobre a intenção de compra.

A terceira e última seção incluiu perguntas sobre a preferência dos participantes e sobre quais alimentos ou bebidas poderiam ser embalados com os filmes apresentados.

Destaca-se que todos os participantes avaliaram todos filmes e não foram fornecidas informações sobre as proporções dos materiais (Pec e IPS) de cada filme, uma vez que isso poderia influenciar na análise das fotografias apresentadas.

Tabela 2 – Resumo das questões apresentadas aos participantes da pesquisa sobre filmes biodegradáveis de Pec e IPS.

Conteúdo das Questões		
Parte 1	Parte 2**	Parte 3***
Sexo, Idade e Escolaridade	Na fotografia a seguir, está um filme utilizado na confecção de embalagens para alimentos. Por favor, com relação a essa fotografia, avalie o quanto você gostou ou desgostou do material. Marque a posição na escala que melhor reflita seu julgamento.	Por favor, avalie as amostras abaixo quanto a preferência dos filmes para embalagens. Agora, ordene as cinco amostras de acordo com sua preferência, sendo a 1ª preferida a que você mais gostou e a 5ª preferida a que você menos gostou.
Com qual frequência você consome alimentos que estavam embalados em embalagens plásticas?		
Você sabe o que é uma embalagem biodegradável?		
O que você entende por embalagens biodegradáveis?*	Ainda considerando a fotografia acima, por favor, assinale todas as palavras ou expressões que se aplicam para a amostra da fotografia em avaliação.	Quais alimentos você sugeriria para serem embalados com os filmes apresentas na figura acima?
No momento da compra, você observa se a embalagem é biodegradável?		
Embalagens biodegradáveis são aquelas que sofrem transformações na natureza em um prazo máximo de 90 dias. No momento da compra, o fato da embalagem ser biodegradável influenciaria na sua escolha em comparação com a embalagem tradicional?	Considerando a fotografia acima, por favor, assinale qual seria sua intenção em adquirir um produto embalado com esse material.	
Justifique a sua resposta anterior.*	O filme utilizado na produção de embalagens que foi apresentado na fotografia acima é produzido a partir de pectina e isolado proteico de soro de leite que são materiais biodegradáveis e de fontes renováveis, logo, geram menor impacto ambiental. Considerando a fotografia apresentada e as informações fornecidas, por favor, assinale qual seria a sua atitude quanto a compra de um produto	
Para você, qual a importância de uma embalagem biodegradável?		
Para você, qual a importância da cor da embalagem no momento da compra?		
Para você, qual a importância da resistência da embalagem no momento da compra?		

Para você, qual a importância da aparência da embalagem no momento da compra?	usando esse material de embalagem.
---	------------------------------------

Legenda: *Perguntas cujas as respostas não eram pré-definidas. Todas as demais perguntas eram fechadas e com respostas pré-definidas. **Cada pergunta foi repetida para todos os filmes avaliados. ***Todos os filmes foram apresentados aleatoriamente em uma única fotografia.

Fonte: Da autora (2021).

2.7 Análise dos Dados

A análise estatística referente a caracterização dos filmes foi feita por Análise de Variância (ANOVA), utilizando o Software SISVAR (versão 5.6) (FERREIRA, 2014) com nível de significância $p < 0,05$ e os resultados foram comparados com o teste de Tukey. Três amostras em três repetições foram utilizadas para cada filme.

Para os questionários, inicialmente foi realizada uma análise descritiva e exploratória dos dados para extrair informações sobre os hábitos de consumo dos participantes. Em seguida, foi realizada teste de Tukey ($p < 0,05$) para a análise de grau de importância de quesitos no momento da compra de um produto, aceitação e intenção de compra. Para a comparação das intenções de compra sem fornecer e fornecendo a informação sobre a biodegradabilidade do material, foi realizada Teste de T também considerando $p < 0,05$ como nível de significância. No grau de importância foi utilizada uma escala de 07 pontos que variavam de extremo esquerdo “sem importância” ao extremo direito “muito importante”. Na aceitação também foi utilizada uma escala de 07 pontos que variavam do extremo esquerdo “desgostei extremamente” ao extremo direito “gostei extremamente”. Por sua vez, na intenção de compra foi utilizada uma escala de 05 pontos que iam de “certamente não compraria” no extremo esquerdo para “certamente compraria” no extremo direito.

Em seguida, uma análise de correspondência (Check-All-That-Apply, CATA) foi realizada verificar a associação entre os filmes e os descritores. Nesta análise, os consumidores são convidados a escolher todos os atributos possíveis a partir de uma lista apresentada. Os atributos utilizados foram levantados em um grupo de foco composto por consumidores de embalagens tradicionais, ou seja, não-biodegradáveis e por consumidores de embalagens biodegradáveis. Os integrantes do grupo de foco tiveram acesso apenas as fotos que compõem o questionário. Sendo que foram listados os seguintes atributos: marrom claro, marrom escuro, escuro, amadeirado, natural, não processado, liso, rugoso, brilhante, transparente, opaco, amarelado, fino, grosso, resistente, frágil e ainda havia a opção “outros” na qual os consumidores poderiam relatar outros atributos que fossem observados.

Um agrupamento hierárquico também foi realizado utilizando os mesmos dados que foram usados para o CATA, ou seja, foram utilizados os dados sem tratá-los.

Na ordenação da preferência, os consumidores foram convidados a ordenar os filmes de acordo com a ordem de preferência sendo as amostras ordenadas da mais preferida para a menos preferida. As amostras foram identificadas com números aleatórios de 03 dígitos e foram apresentadas de maneira aleatória, ou seja, não estava em ordem crescente ou decrescente de concentração de IPS. Dos 556 consumidores que responderam ao questionário online, apenas 434 responderam a ordenação da preferência. Para as respostas obtidas foram dadas notas de acordo com a ordem de preferência, a amostra mais preferida recebeu nota 05 e a menos preferida nota 01. Assim, considerando o número total de consumidores que responderam à pergunta sobre ordenação de preferência e as notas possíveis para cada amostra, a maior soma de notas possíveis para uma amostra era 2170 e a menor nota possível era de 434. Além disso, as amostras também foram submetidas ao teste de Friedman ($p < 0,05$), que é uma análise de variância bidirecional não paramétrica, que pode ser usada para comparar várias amostras relacionadas, em que se utiliza as fileiras dos dados ao invés de seus valores brutos para o cálculo da estatística de teste (THEODORSSON-NORHEIM, 1987).

E, por último, os consumidores foram convidados a sugerir possíveis alimentos e bebidas que poderiam ser embalados utilizando os filmes apresentados ao longo do questionário. Para isso, foi apresentada uma lista de alimentos e bebidas que foi elaborada utilizando o mesmo grupo de foco da análise CATA e nesta lista também havia a opção “outros” na qual os consumidores poderiam adicionar qualquer alimento ou bebida não citado na lista. Além disso, os consumidores podiam marcar quantos itens da lista julgassem necessário.

A análise dos dados do questionário foi conduzida usando a linguagem de programação R versão 3.5.2.

3 RESULTADOS

3.1 Caracterização dos Filmes

De acordo com esta Tabela 3, a adição de IPS promoveu uma redução nos valores de espessura que pode ser explicada pelo efeito de reticulação resultante da reação de Maillard (LECETA; PEÑALBA; ARANA; GUERRERO *et al.*, 2015). Ainda considerando a Tabela 3, os resultados dos parâmetros Resistência a Tração (RT), Módulo de Elasticidade (ME), e Alongamento na Ruptura (ALR) da análise mecânica que não diferiram significativamente

entre os filmes. Esses resultados demonstram que a adição de IPS e, conseqüentemente, a reação de Maillard não foi capaz de afetar negativamente as propriedades mecânicas. Os filmes com IPS, apresentaram valores maiores ou iguais para os parâmetros mecânicos dos filmes sem IPS (Pec₁₀₀IPS₀). Tais valores observados podem ser explicados pelo aumento das interações intermoleculares proporcionadas pelo processo de termocompressão e pelo efeito de reticulação promovido pela reação de Maillard (FISHMAN; COFFIN; ONWULATA; KONSTANCE, 2004; KCHAOU; BENBETTAÏEB; JRIDI; ABDELHEDI *et al.*, 2018; LECETA; PEÑALBA; ARANA; GUERRERO *et al.*, 2015).

Tabela 3 – Espessura, Resistência à Tração (RT), Módulo de Elasticidade (ME) e Alongamento na Ruptura (ALR) de filmes de Pec/ IPS extrusados/termocompressados.

Amostras	Espessura (µm)	RT (MPa)	ME (MPa)	ALR (%)
Pec ₁₀₀ IPS ₀	0,435 ± 0,008 ^a	4,89 ± 0,87 ^a	0,40 ± 0,01 ^a	282,93 ± 7,51 ^a
Pec ₉₅ IPS ₀	0,394 ± 0,027 ^{ab}	6,30 ± 0,63 ^a	0,44 ± 0,15 ^a	276,85 ± 4,07 ^a
Pec ₉₀ IPS ₁₀	0,381 ± 0,046 ^b	6,07 ± 0,39 ^a	0,42 ± 0,03 ^a	281,37 ± 5,52 ^a
Pec ₈₅ IPS ₁₅	0,376 ± 0,035 ^b	5,76 ± 1,01 ^a	0,41 ± 0,15 ^a	284,37 ± 14,91 ^a
Pec ₈₀ IPS ₂₀	0,371 ± 0,010 ^b	4,88 ± 1,22 ^a	0,39 ± 0,15 ^a	282,96 ± 8,86 ^a

Legenda: Médias observadas na coluna com a mesma letra não diferem estatisticamente (p <0,05).

Fonte: Da autora (2021).

A Tabela 4 apresentou os valores dos parâmetros ópticos e transparência dos filmes de Pec e IPS extrusados/termocompressados. Os valores de L* (luminosidade) indicaram filmes com luminosidade intermediária, os filmes não eram pretos e nem brancos. Os valores de C* (Croma) caracterizaram filmes com alta saturação de cor. Já os valores positivos de a* e b* indicaram amostras avermelhadas e amareladas (RAMOS; GOMIDE, 2017). Apenas o filme Pec₁₀₀IPS₀ apresentou diferença estatística (p <0,05) das outras amostras para propriedades ópticas (L*, C*, a* e b*). Este fato pode ser decorrente de reações de Maillard, que são consequência da presença de um grupo amino da proteína oriunda do IPS e o açúcar redutor do polissacarídeo (Pec) em condições controladas de aquecimento a seco (GOUVEIA; BIERNACKI; CASTRO; GONÇALVES *et al.*, 2019).

Segundo RAMOS e GOMIDE (2017), valores de ΔE acima de 5 são facilmente detectáveis ao olho humano, e valores entre 3,0 e 5,0 mostram percepção "muito fácil". Assim, os resultados de ΔE mostraram que a diferença de cor entre os filmes é perceptível.

Os valores de Transparência (T) foram relativamente baixos, mas existe a possibilidade de visualização do produto embalado pelo material desenvolvido. Assim, como nos demais parâmetros colorimétricos, foi possível observar que a transparência é influenciada pela

presença de IPS e, conseqüentemente, pela reação de Maillard, que é uma reação de escurecimento não enzimática.

Tabela 4 – Propriedades Ópticas (L^* , C^* , a^* , b^* , ΔE) e Transparência (T) de filmes de Pec extrusados/termocompressados com adição de IPS.

Amostras	L^*	C^*	a^*	b^*	ΔE	T (%)
Pec ₁₀₀ IPS ₀	66,46 ± 0,31 ^b	34,03 ± 2,59 ^a	5,75 ± 0,34 ^a	33,54 ± 3,40 ^a	-	4,14 ± 0,14 ^{bc}
Pec ₉₅ IPS ₅	56,78 ± 0,09 ^a	41,83 ± 3,37 ^b	11,60 ± 0,41 ^b	40,19 ± 4,11 ^b	4,71 ± 0,82 ^a	4,29 ± 0,12 ^c
Pec ₉₀ IPS ₁₀	59,29 ± 0,32 ^a	43,59 ± 2,46 ^b	11,06 ± 1,26 ^b	42,16 ± 2,65 ^b	4,59 ± 0,64 ^a	4,40 ± 0,29 ^c
Pec ₈₅ IPS ₁₅	54,17 ± 1,29 ^a	52,88 ± 1,31 ^b	16,58 ± 1,37 ^b	50,21 ± 3,27 ^b	6,31 ± 0,78 ^c	3,70 ± 0,14 ^a
Pec ₈₀ IPS ₂₀	54,09 ± 0,97 ^a	45,49 ± 1,93 ^b	14,21 ± 2,59 ^b	43,21 ± 5,87 ^b	5,52 ± 0,91 ^b	3,95 ± 0,14 ^{ab}

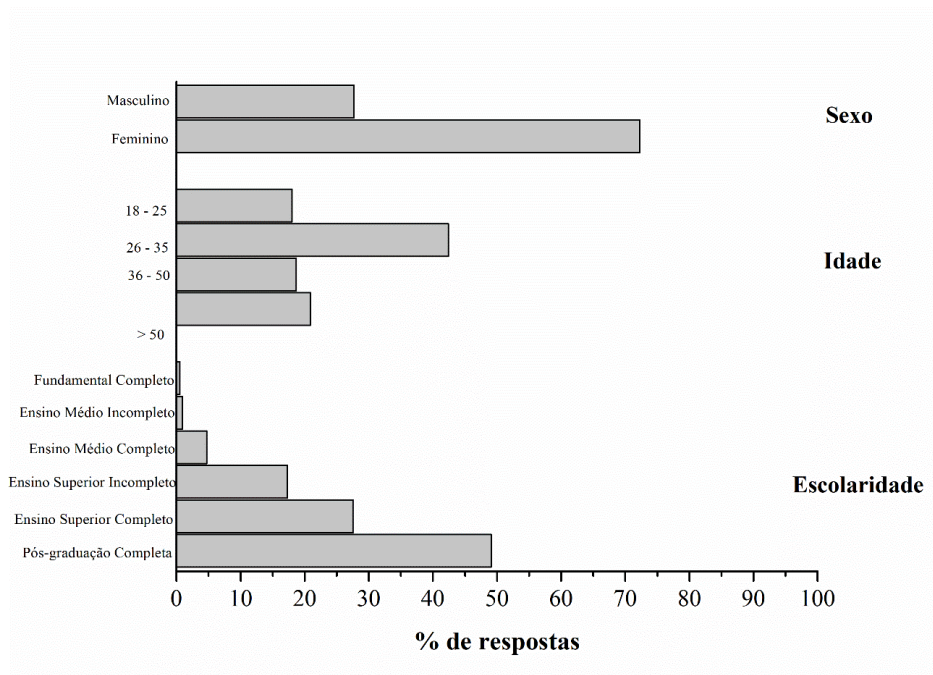
Legenda: Médias observadas na coluna com a mesma letra não diferem estatisticamente ($p < 0,05$).

Fonte: Da autora (2021).

3.2. Análise Social e Hábitos de Consumo

As características sociais dos participantes e suas frequências estão descritas na Figura 2. A maior parte das pessoas que responderam ao questionário são do sexo feminino (72,3%), possuem entre 26 e 50 anos (61,1%), além de pós-graduação completa (49,1%).

Figura 2 – Características sociais dos consumidores.



Fonte: Da autora (2021).

A Tabela 5 apresenta o perfil dos participantes em relação ao hábito de consumo de embalagens biodegradáveis. Nesta tabela, foi possível observar que 60,5% dos participantes consomem embalagens plásticas ao menos uma vez ao dia. Essa elevada frequência é confirmada pelos elevados valores de consumo mundial anual de plásticos que são, em grande parte, utilizados como material de embalagens (DE CASTRO E SILVA; DE OLIVEIRA; PEREIRA; VALQUÍRIA *et al.*, 2020; DE OLIVEIRA; FERREIRA; DE OLIVEIRA BEGALI; UGUCIONI *et al.*, 2021; FONSECA-GARCÍA; JIMÉNEZ-REGALADO; AGUIRE-LOREDO, 2021; RAI; MEHROTRA; PRIYA; GNANSOUNOU *et al.*, 2021).

Quase a totalidade (94,2%) dos consumidores afirmaram conhecer o que é embalagem biodegradável. Quando perguntados o que os consumidores entendem por “embalagem biodegradável” foi possível confirmar que os consumidores conhecem o conceito de embalagens biodegradáveis, pois muitos relataram que esta são aquelas que se decompõem rapidamente e de forma natural, e, ainda, que são embalagens que se decompõem sem causar danos à natureza ou poluir. Esses resultados podem ser explicados pelo acesso ilimitado à informação que a população adquiriu com a popularização da internet (OTTO; STRENGER; MAIER-NÖTH; SCHMID, 2021), logo ocorreu acesso a conceitos de biodegradabilidade e embalagens biodegradáveis. Além disso, a maioria dos consumidores que responderam ao questionário online possuem ensino superior e pós-graduação, logo espera-se possuam maior acesso a informação e sejam capazes de compreender diversos conceitos como o de embalagens biodegradáveis.

Tabela 5 – Hábito de consumo de embalagens biodegradáveis.

Hábito de Consumo de Embalagens Biodegradáveis	% de respostas
Frequência de consumo de embalagens plásticas	
> de 1 vez ao dia	39,6
1 vez ao dia	20,9
3 a 4 vezes por semana	16,9
1 a 2 vezes por semana	14,2
Quinzenalmente	3,1
Mensalmente	3,1
Raramente	3,6
Conhece o que é uma embalagem biodegradável	
Sim	94,2
Não	5,8
Na compra, observa se a embalagem é biodegradável	
Sim	22,7
Não	77,3

Embalagem biodegradável influencia na compra de um produto

Sim	71,9
Não	28,3

Fonte: Da autora (2021).

Ao analisar o comportamento do consumidor no momento da compra, foi possível observar que apenas 22,7% dos consumidores observam se a embalagem do alimento ou bebida é biodegradável. Em contrapartida, 71,9% dos consumidores responderam que saber que a embalagem é biodegradável influencia positivamente na escolha do produto que seja embalado por ela. Ao serem questionados os motivos de tal influência, os consumidores relataram que têm conhecimento dos benefícios ambientais gerados pelo consumo de embalagens biodegradáveis em comparação às embalagens tracionais não-biodegradáveis. Contudo o elevado preço gerado pelo uso das embalagens biodegradáveis e a falta da informação clara sobre a biodegradabilidade do material da embalagem foram relatados como fatores limitantes no momento da escolha.

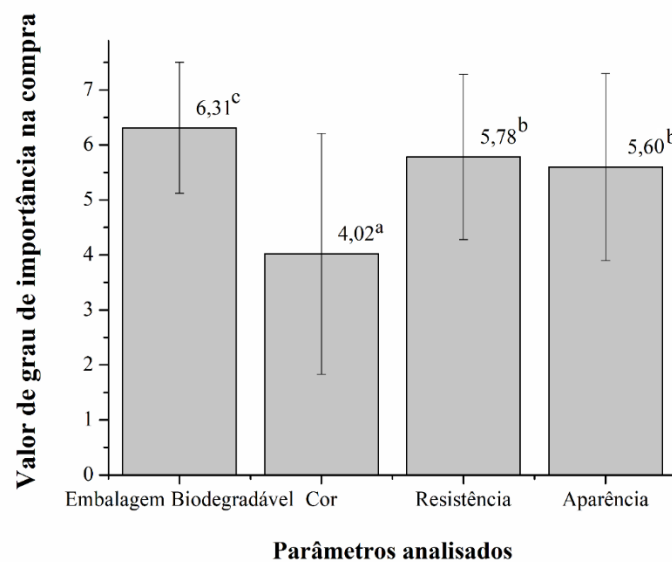
Esse comportamento está relacionado ao fato do impacto das embalagens plásticas não-biodegradáveis no meio ambiente está ganhando cada vez mais reconhecimento por parte dos consumidores (PRENDERGAST; PITT, 1996). Outro ponto importante é que os consumidores associam as embalagens plásticas muito mais a problemas ambientais do que embalagens de outros materiais, como as celulósicas e as de vidro (RHEIN; SCHMID, 2020). RHEIN e SCHMID (2020) ao estudarem a conscientização dos consumidores sobre às embalagens plásticas concluíram que termo “consciência ambiental” não pode automaticamente ser equiparado à “preocupação ambiental”. Isto também foi observado por LOIOLA; DE SOUZA e HOFFMANN (2021) e CRONIN; SMITH; GLEIM; RAMIREZ *et al.* (2011) ao demonstrarem que, embora os indivíduos percebam a gravidade das questões ambientais, as suas atitudes não são traduzidas em compras conscientes.

Então, os consumidores terem respondido que a embalagem “ser biodegradável” influenciaria em sua compra, não necessariamente, conduziria à compra dos produtos que utilizem esse tipo de embalagem. Isso é porque a consciência dos consumidores não se limita à consciência ambiental, e tem que ser entendida de forma diferenciada e ampla. Além disso, soluções políticas e empresariais para incentivarem o consumo de plásticos biodegradáveis, muitas vezes, colocam o foco em medidas de conscientização. Contudo, tais medidas devem ser específicas e individualizadas para os diferentes grupos sociais e também devem envolver os consumidores nas criações dessas medidas de modo a encorajar e capacitar os consumidores

a assumir a responsabilidade por seu comportamento em relação ao consumo de plásticos (RHEIN; SCHMID, 2020).

A Figura 3 apresentou o grau de importância que os consumidores relataram para a cor, a resistência, a aparência e o fato de a embalagem ser biodegradável no momento da compra de um produto. Nessa análise, os consumidores foram convidados a marcarem o grau de importância desses quesitos em uma escala de 07 pontos sendo o extremo esquerdo ancorado com o termo “sem importância” e o extremo direito com o termo “muitíssimo importante”.

Figura 3 – Grau de importância de quesitos no momento da compra de um produto.



Legenda: Médias observadas com a mesma letra não diferem estatisticamente ($p < 0,05$).

Fonte: Da autora (2021).

Os resultados mostrados na Figura 3 mostram que o quesito cor é o que apresentou o menor valor de média, logo é o que possuiria o menor grau de importância na embalagem no momento da compra. A resistência e a aparência apresentaram estatisticamente iguais no grau de importância. O fato de uma embalagem ser biodegradável possuiu o maior valor médio de importância, chegando próximo ao valor máximo de 7. Esse resultado confirma o fato de que 71,9% dos consumidores afirmarem que uma embalagem biodegradável influencia na compra em relação a uma embalagem tradicional (Tabela 5). Além disso, pode ser confirmado pelo aumento das campanhas de difusão de conceitos relacionados às questões ambientais e à crescente preocupação gerada pelo aumento do consumo de embalagens feitas a partir de polímeros não-biodegradáveis e de origem fóssil. Essas campanhas e preocupação ambiental têm gerado um aumento dos interesses pela comunidade científica nas pesquisas por novos materiais “amigos do meio ambiente” e têm levado a acordos governamentais que visam reduzir

o impacto ambiental causado pelas embalagens tradicionais (DE CASTRO E SILVA; DE OLIVEIRA; PEREIRA; VALQUÍRIA *et al.*, 2020; DE OLIVEIRA; FERREIRA; DE OLIVEIRA BEGALI; UGUCIONI *et al.*, 2021; FONSECA-GARCÍA; JIMÉNEZ-REGALADO; AGUIRRE-LOREDO, 2021; RAI; MEHROTRA; PRIYA; GNANSOUNOU *et al.*, 2021).

3.3 Aceitação e Intenção de Compras

A Tabela 6 apresentou os resultados de aceitação e intenção de compra para os filmes de Pec e IPS em diferentes concentrações. Os resultados de aceitação mostraram que esta variou com a concentração de IPS, sendo que as amostras com IPS apresentaram os maiores valores de aceitação. Esse resultado pode se relacionar com os valores dos parâmetros ópticos (L^* , C^* , a^* e b^*) e transparência (T). A presença de IPS e, conseqüentemente, a ocorrência da reação de Maillard, que é uma reação de escurecimento não-enzimático, influenciaram significativamente nos valores de ópticos e de transparência dos filmes. Assim, a aceitação pode estar relacionada com a cor e transparência observadas nas amostras, mostrando que os consumidores preferem embalagens mais claras, com cores menos saturadas e mais transparentes.

Tabela 6 – Resultados para aceitação e intenção de compra dos filmes de Pec e IPS.

Filmes	Aceitação	Intenção de compra sem a informação de que os filmes eram biodegradáveis*	Intenção de compra com a informação de que os filmes eram biodegradáveis*	Soma de ordenação de preferência**
Pec ₁₀₀ IPS ₀	4,50 ± 1,49 ^{bc}	3,39 ± 1,04 ^{aA}	4,18 ± 0,94 ^{aB}	1307 ^{ab}
Pec ₉₅ IPS ₅	4,63 ± 1,48 ^{bc}	3,57 ± 1,08 ^{aA}	4,48 ± 0,76 ^{aB}	1429 ^a
Pec ₉₀ IPS ₁₀	4,71 ± 1,49 ^c	3,56 ± 1,02 ^{bA}	4,28 ± 0,88 ^{aB}	1418 ^a
Pec ₈₅ IPS ₁₅	4,09 ± 1,46 ^a	3,40 ± 1,02 ^{bA}	4,25 ± 0,91 ^{aB}	1263 ^b
Pec ₈₀ IPS ₂₀	4,40 ± 1,43 ^b	3,47 ± 1,07 ^{abA}	4,31 ± 0,91 ^{aB}	1091 ^c

Legenda: * Médias observadas na coluna com a mesma letra minúscula não diferem estatisticamente ($p < 0,05$) segundo o teste de Tukey. Médias observadas na mesma linha com a mesma letra maiúscula não diferem estatisticamente ($p < 0,05$) segundo o teste de T. **Linhas com a mesma letra não diferem estatisticamente ($p < 0,05$) de acordo com o teste de Friedman.

Fonte: Da autora (2021).

A intenção de compra sem o consumidor saber que aquela embalagem era biodegradável mostrou que há diferença estatística nas médias. Assim, pode-se observar que os atributos visuais percebidos pela visão são importantes. Fato confirmado através dos resultados de

aceitação que apresentaram o mesmo comportamento, ou seja, filmes com maiores valores de aceitação também tiveram maiores valores numéricos de intenção de compra e vice-versa.

Analisando os valores de intenção de compra quando era fornecida a informação de que os filmes foram feitos com materiais biodegradáveis e eram biodegradáveis foi possível observar que os valores de média aumentaram em relação à intenção de compra sem saber sobre a biodegradabilidade do material e que os valores foram próximos ao valor máximo permitido (05). Além disso, os valores de média não diferiram significativamente entre os filmes, evidenciando que a biodegradabilidade é um fator predominante aos aspectos visuais. Esse resultado é corroborado pelo elevado valor de grau de importância observado para as embalagens biodegradáveis e reforçam que os consumidores são atentos às questões ambientais advindas do uso de embalagens biodegradáveis ou não.

A Tabela 6 também apresentou o resultado do Teste de T que mostrou que todas as amostras diferenciaram estatisticamente na intenção de compra quando era fornecido ao consumidor a informação de que o filme era biodegradável. Isto corrobora os resultados e discussão a cerca da biodegradabilidade é um fator preponderante aos aspectos visuais. A informação fornecida pela embalagem é um fator extrínseco que influencia o comportamento do consumidor (CARRILLO; VARELA; FISZMAN, 2012) e pode ser uma oportunidade para estimular o consumo de embalagens biodegradáveis. Este fato vai ao encontro do que foi relato pelos consumidores que a ausência clara de informações sobre a biodegradabilidade do material de embalagem dificulta o processo de escolha do mesmo em detrimento às embalagens tradicionais não-biodegradáveis (Tabela 5). Além disso, os valores de média para intenção de compra fornecendo a informação sobre a biodegradabilidade dos filmes são importantes, pois polímeros biodegradáveis agregam valor às indústrias, fato que impulsiona o desenvolvimento sustentável e, conseqüentemente, fortalece a economia verde (RAI; MEHROTRA; PRIYA; GNANSOUNOU *et al.*, 2021).

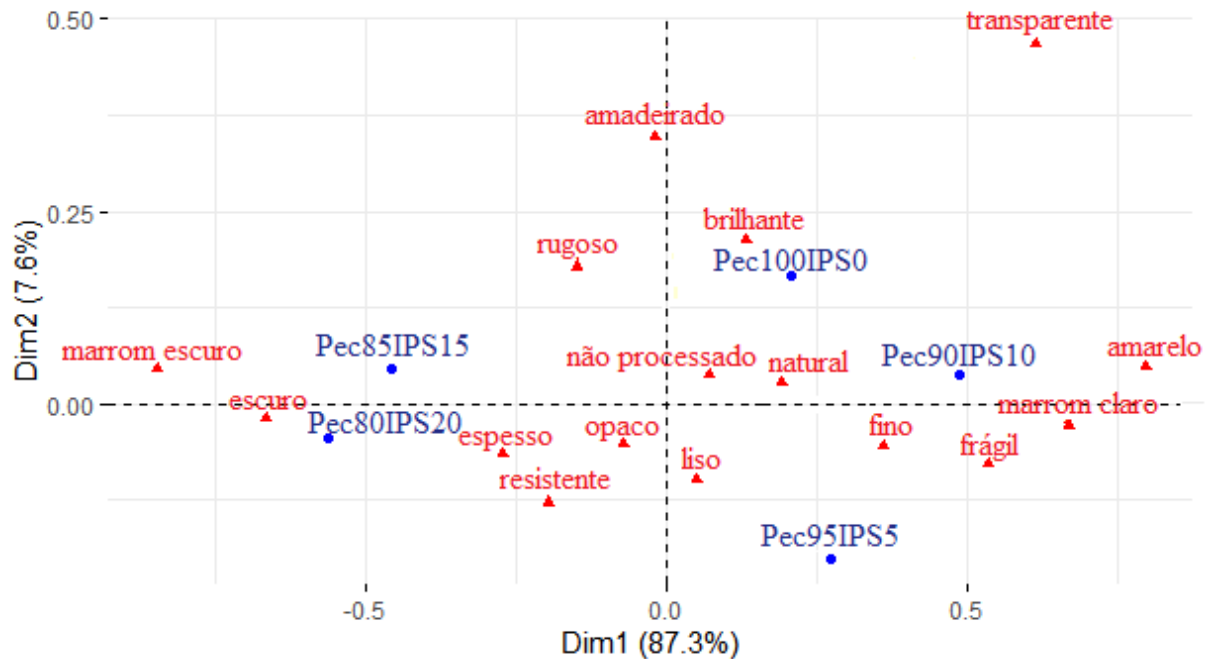
3.4 CATA

A metodologia de Check-All-That-Apply (CATA) é uma análise descritiva quantitativa que vem sendo utilizada para obter informações sobre a percepção dos consumidores sobre as características sensoriais de um produto, contudo não se restringe apenas às características sensoriais, podendo ser aplicada ao uso do produto ou a situações que se encaixem ao produto analisado. Assim, a metodologia CATA estabelece correlações entre os atributos listados e os

produtos analisados que podem ser usados como dados para maximizar a aceitação dos produtos (ALCANTARA; FREITAS-SÁ, 2018).

A Figura 4 apresentou as correspondências estabelecidas pelos consumidores com os filmes. Nesta figura, observa-se que a primeira e segunda dimensões responderam por 94,9% da variância dos dados, com 87,3% e 7,6% respectivamente. Foi possível observar que os filmes Pec₁₀₀IPS₀, Pec₉₅IPS₅ e Pec₉₀IPS₁₀ foram classificados como não processado, natural, marrom claro, amarelado, liso, brilhante, fino e frágil. Enquanto que os filmes Pec₈₅IPS₁₅ e Pec₈₀IPS₂₀ foram classificados como marrom escuro, escuro, amadeirado, rugoso, opaco, resistente e espesso. Dessa maneira, é possível estabelecer correlações realizadas pelos consumidores entre coloração mais escura e opacidade com materiais resistentes e espessos. Em contra partida, também é possível observar que ocorreu uma correlação entre coloração clara, amarela e brilhante com materiais finos, frágeis, naturais e não processados. Essas correlações não foram confirmadas pelas análises de espessura, mecânica, e transparência realizadas nos filmes. Por exemplo, os filmes com 0, 5 e 10% de IPS foram classificados como finos e frágeis o que não pode ser confirmado através da espessura, da resistência à tração e do módulo de elasticidade (Tabela 3), uma vez que essas amostras apresentaram valores de espessura, resistência à tração e módulo de elasticidade estatisticamente iguais às outras amostras. Além disso, em número absolutos, essas amostras não apresentaram os menores valores de espessura e, quanto as propriedades mecânicas, essas amostras apresentaram os maiores valores de resistência à tração e os maiores valores de módulo de elongação, logo são menos frágeis que as demais. Outro exemplo é nas amostras com 15 e 20% de IPS que foram classificadas como espessas e resistentes. Ao se analisar os valores de espessura, resistência à tração e módulo de elasticidade, observou-se que essas amostras não apresentaram diferença estatística das demais. Em adição, ao se analisar os valores absolutos, mostrou-se que essas amostras apresentaram os menores valores de espessura, evidenciando que não são as mais espessas e apresentaram os menores valores de resistência à tração e módulo de elasticidade, mostrando suas fragilidades.

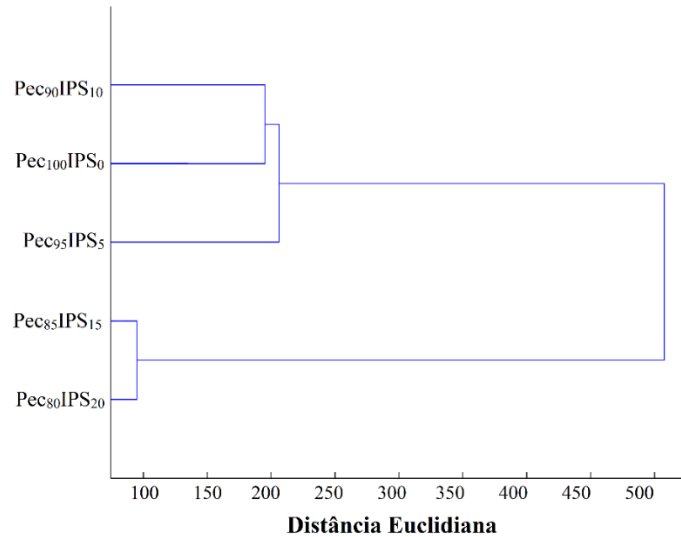
Figura 4 – Resultados de CATA para as amostras de filmes de Pec e IPS em diferentes concentrações.



Fonte: Da autora (2021).

A Figura 5 apresentou o agrupamento hierárquico obtido a partir dos dados brutos utilizados na análise CATA para os filmes de Pec e diferentes concentrações de IPS. Observa-se que as amostras podem ser agrupadas em dois grupos, sendo um grupo as amostras com 0, 5 e 10% de IPS e em outro as amostras com 15 e 20% de IPS. Ao se analisar o agrupamento hierárquico, as correspondências estabelecidas pelos consumidores apresentados no CATA (Figura 5) e as análises de caracterização das amostras (Tabelas 3 e 4), ficou evidente que esses dois grupos se diferem quanto aos descritores relativos a coloração e transparência, sendo o grupo com menores concentrações de IPS o grupo caracterizado por amostras amareladas, marrom claras e naturais e o grupo de amostras com maiores concentrações de IPS caracterizado por marrom escuro, escuro e opaco.

Figura 5 – Agrupamento hierárquico obtido a partir dos dados de CATA para as amostras de filmes de Pec e IPS em diferentes concentrações.



Fonte: Da autora (2021).

Apesar de os valores de L^* , C^* , a^* e b^* não apresentarem diferença estatística significativa entre as amostras com IPS, os valores de ΔE mostraram que Pec85IPS15 e Pec80IPS20 foram estatisticamente diferentes das demais com valores maiores que 5, ou seja, com diferença de cor de “muito fácil” percepção (RAMOS; GOMIDE, 2017). Além disso, essas amostras apresentaram os menores valores de transparência, logo os maiores valores de opacidade. Assim, apesar do IPS provocar reação de Maillard, que é uma reação de escurecimento não-enzimático, não foi possível observar diferenças estatísticas entre os parâmetros colorimétricos, mas foi possível observar uma diferença total de cor e na transparência que foram percebidas pelos consumidores.

3.5 Ordenação da Preferência

Os resultados da soma obtidos na ordenação de preferência e do teste de Friedman foram apresentados na Tabela 6, que mostrou que as amostras Pec100IPS0, Pec95IPS5 e Pec90IPS10 foram as mais e igualmente preferidas pelos consumidores e, em contrapartida, as amostras Pec85IPS15 e Pec80IPS20 foram as menos e igualmente preferidas.

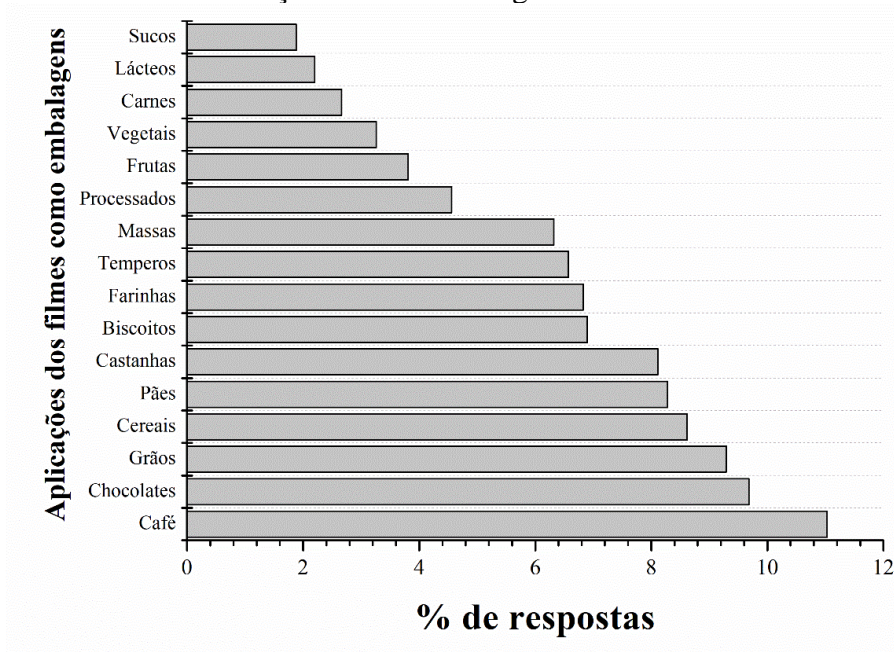
Comparando os resultados de ordenação de preferência com aceitação, foi possível observar que as amostras mais preferidas foram também as que apresentaram os maiores valores de aceitação. Correlacionando esses valores com os resultados obtidos no CATA (Figura 4), no

agrupamento hierárquico (Figura 5) e as análises de caracterização dos filmes (Tabelas 3 e 4), observou-se que as amostras com maior aceitação e preferência são aquelas que apresentaram colorações mais claras, cores menos saturadas e mais transparentes. Logo a preferência e a aceitação dos filmes estavam diretamente relacionadas com a cor e a transparência das amostras, e remeteram a materiais finos, frágeis, naturais e não processados, embora as análises dos filmes mostrassem que essas correspondências entre coloração e transparência com espessura, resistência/fragilidade e processamento não foram verdadeiras.

3.6 Aplicação dos filmes

A partir da Figura 6 foi possível observar que aproximadamente 55% das respostas citam aplicações em cafés, chocolates, grãos, cereais, pães e castanhas, sendo que 20% correspondem a cafés e chocolates. Apesar disso, devido ao padrão de respostas observados, foi possível compreender que os consumidores aceitam os filmes biodegradáveis como embalagem de uma ampla gama de alimentos e bebidas. Isso é importante, pois incentiva a aplicação de embalagens biodegradáveis como embalagens de alimentos e bebidas, o que são fundamentais no desenvolvimento sustentável e no fortalecimento da economia verde (RAI; MEHROTRA; PRIYA; GNANSOUNOU *et al.*, 2021).

Figura 6 – Respostas de possíveis aplicações dos filmes de Pec e IPS em diferentes concentrações como embalagens de alimentos e bebidas.



Fonte: Da autora (2021).

4. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste estudo apontaram que, apesar de os consumidores considerarem que a embalagem biodegradável influencia positivamente na compra de um produto, a grande maioria dos consumidores não observam a biodegradabilidade da embalagem durante a compra.

A impressão visual influenciou a aceitação, intenção de compra e preferência dos filmes biodegradáveis, mostrando que os consumidores preferiram os filmes com 0, 5 e 10 % de IPS que eram mais claros, com cores menos saturadas e mais transparentes. A intenção de compra quando o consumidor era informado sobre a biodegradabilidade do material da embalagem foi maior, evidenciando que a biodegradabilidade é um fator mais importante do que aspectos visuais e a informação sobre ela influencia no comportamento do consumidor.

Além disso, foi possível observar que os consumidores estabeleceram correspondências entre coloração e transparência com espessura e resistência dos filmes. Os filmes com 0, 5 e 10 % de IPS, que eram mais claros, com cores menos saturadas e mais transparentes, foram caracterizados pelos consumidores como mais finos, frágeis, naturais, não processados, e menos resistentes. Já os filmes com 15 e 20% de IPS, que eram escuros, marrom escuros e opacos, foram classificados como resistentes e espessos.

Os consumidores afirmaram que os filmes de Pec e IPS podem ser aplicados a uma ampla variedade de alimentos e bebidas, com destaque para cafés, chocolate, grãos, cereais, pães e castanhas. Os resultados evidenciam a promissora aplicação de embalagens biodegradáveis, em especial de Pec e IPS produzidas por extrusão/termocompressão. A aplicação desses filmes como embalagens de alimentos e bebidas seria muito favorável ao desenvolvimento sustentável e fortalecendo da economia verde.

REFERÊNCIAS

- ALCANTARA, M. d.; FREITAS-SÁ, D. D. G. C. Metodologias sensoriais descritivas mais rápidas e versáteis—uma atualidade na ciência sensorial. **Brazilian Journal of Food Technology**, 21, 2018.
- ASTM-D618. **D618, Standard Practice for Conditioning Plastics for Testing**, ASTM International, West Coshoshocken, PA. DOI 10.1520/D0618-00, www. astm. org. 2000.
- ASTM-D882. Standard test methods for tensile, properties of thin plastic sheeting. 2002.
- ASTM, D. 1746: Standard Test Method of Transparency of Plastic Sheeting. **American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA**, 2003.
- BALL, H. L. Conducting Online Surveys. **Journal of Human Lactation**, 35, n. 3, p. 413-417, 2019.
- BISWAS, D.; SZOCS, C. The Smell of Healthy Choices: Cross-Modal Sensory Compensation Effects of Ambient Scent on Food Purchases. **Journal of Marketing Research**, 56, n. 1, p. 123-141, 2019.
- BOVENSIEPEN, G.; FINK, H.; SCHNÜCK, P.; RUMPPF, S. *et al.* Verpackungen im Fokus: Die Rolle von Circular Economy auf dem Weg zu mehr Nachhaltigkeit. **PriceWaterhouseCoopers GmbH Wirtschaftsprüfungsgesellschaft: Frankfurt am Main, Germany**, 2018.
- CARRILLO, E.; VARELA, P.; FISZMAN, S. Effects of food package information and sensory characteristics on the perception of healthiness and the acceptability of enriched biscuits. **Food Research International**, 48, n. 1, p. 209-216, 2012/08/01/ 2012.
- COLLA, K.; KEAST, R.; HARTLEY, I.; LIEM, D. G. Using an online photo based questionnaire to predict tasted liking and amount sampled of familiar and unfamiliar foods by female nutrition students. **Journal of Sensory Studies**, 36, n. 1, p. e12614, 2021.
- CRONIN, J. J.; SMITH, J. S.; GLEIM, M. R.; RAMIREZ, E. *et al.* Green marketing strategies: an examination of stakeholders and the opportunities they present. **Journal of the Academy of Marketing Science**, 39, n. 1, p. 158-174, 2011/02/01 2011.
- DE CASTRO E SILVA, P.; DE OLIVEIRA, A. C.; PEREIRA, L. A.; VALQUÍRIA, M. *et al.* Development of bionanocomposites of pectin and nanoemulsions of carnauba wax and neem oil pectin/carnauba wax/neem oil composites. **Polymer Composites**, 41, n. 3, p. 858-870, 2020.
- DE OLIVEIRA, A. C. S.; FERREIRA, L. F.; DE OLIVEIRA BEGALI, D.; UGUCIONI, J. C. *et al.* Thermoplasticized Pectin by Extrusion/Thermo-Compression for Film Industrial Application. **Journal of Polymers and the Environment**, 2021/01/28 2021.
- DE OLIVEIRA, A. C. S.; UGUCIONI, J. C.; DA ROCHA, R. A.; BORGES, S. V. Development of whey protein isolate/polyaniline smart packaging: Morphological, structural,

thermal, and electrical properties. **Journal of Applied Polymer Science**, 136, n. 14, p. 47316, 2019/04/10 2019.

DE SOUSA, M. M. M.; CARVALHO, F. M.; PEREIRA, R. G. F. A. Do typefaces of packaging labels influence consumers' perception of specialty coffee? A preliminary study. **Journal of Sensory Studies**, 35, n. 5, p. e12599, 2020.

FERREIRA, D. F. Sisvar: a Guide for its Bootstrap procedures in multiple comparisons. **Ciência e agrotecnologia**, 38, n. 2, p. 109-112, 2014.

FISHMAN, M. L.; COFFIN, D. R.; ONWULATA, C. I.; KONSTANCE, R. P. Extrusion of pectin and glycerol with various combinations of orange albedo and starch. **Carbohydrate Polymers**, 57, n. 4, p. 401-413, 2004/09/22/ 2004.

FONSECA-GARCÍA, A.; JIMÉNEZ-REGALADO, E. J.; AGUIRRE-LOREDO, R. Y. Preparation of a novel biodegradable packaging film based on corn starch-chitosan and poloxamers. **Carbohydrate Polymers**, 251, p. 117009, 2021/01/01/ 2021.

GOUVEIA, T. I. A.; BIERNACKI, K.; CASTRO, M. C. R.; GONÇALVES, M. P. *et al.* A new approach to develop biodegradable films based on thermoplastic pectin. **Food Hydrocolloids**, 97, p. 105175, 2019/12/01/ 2019.

KADZIŃSKA, J.; JANOWICZ, M.; KALISZ, S.; BRYŚ, J. *et al.* An overview of fruit and vegetable edible packaging materials. **Packaging Technology and Science**, 32, n. 10, p. 483-495, 2019.

KCHAOU, H.; BENBETTAÏEB, N.; JRIDI, M.; ABDELHEDI, O. *et al.* Enhancement of structural, functional and antioxidant properties of fish gelatin films using Maillard reactions. **Food Hydrocolloids**, 83, p. 326-339, 2018/10/01/ 2018.

LECETA, I.; PEÑALBA, M.; ARANA, P.; GUERRERO, P. *et al.* Ageing of chitosan films: Effect of storage time on structure and optical, barrier and mechanical properties. **European Polymer Journal**, 66, p. 170-179, 2015/05/01/ 2015.

LEITE, L. S. F.; MOREIRA, F. K. V.; MATTOSO, L. H. C.; BRAS, J. Electrostatic interactions regulate the physical properties of gelatin-cellulose nanocrystals nanocomposite films intended for biodegradable packaging. **Food Hydrocolloids**, 113, p. 106424, 2021/04/01/ 2021.

LINDH, H.; OLSSON, A.; WILLIAMS, H. Consumer Perceptions of Food Packaging: Contributing to or Counteracting Environmentally Sustainable Development? **Packaging Technology and Science**, 29, n. 1, p. 3-23, 2016.

LOIOLA, N. V.; DE SOUZA, M. J. B.; HOFFMANN, E. M. COMPORTAMENTO DE COMPRAS SUSTENTÁVEIS E CONSCIÊNCIA SOCIAL DOS CONSUMIDORES. **Revista PRETEXTO**, p. 53-70, 2021.

NAYAK, M.; NARAYAN, K. Strengths and weakness of online surveys. **IOSR Journal of Humanities and Social Science**, 24, n. 5, p. 31-38, 2019.

NORDIN, N.; SELKE, S. Social aspect of sustainable packaging. **Packaging Technology and Science**, 23, n. 6, p. 317-326, 2010.

OTTO, S.; STRENGER, M.; MAIER-NÖTH, A.; SCHMID, M. Food packaging and sustainability – Consumer perception vs. correlated scientific facts: A review. **Journal of Cleaner Production**, 298, p. 126733, 2021/05/20/ 2021.

PRENDERGAST, G.; PITT, L. Packaging, marketing, logistics and the environment: are there trade-offs? **International Journal of Physical Distribution & Logistics Management**, 26, n. 6, p. 60-72, 1996.

RAI, P.; MEHROTRA, S.; PRIYA, S.; GNANSOUNOU, E. *et al.* Recent advances in the sustainable design and applications of biodegradable polymers. **Bioresource Technology**, 325, p. 124739, 2021/04/01/ 2021.

RAMOS, E.; GOMIDE, L. Avaliação da qualidade de carne: fundamentos e metodologias (599 p.). **Editora UFV, Viçosa, Minas Gerais, BR**, 2017.

RHEIN, S.; SCHMID, M. Consumers' awareness of plastic packaging: More than just environmental concerns. **Resources, Conservation and Recycling**, 162, p. 105063, 2020/11/01/ 2020.

RIBEIRO, M. N.; CARVALHO, I. A.; DE SOUSA, M. M. M.; COELHO, L. M. *et al.* Visual expectation of craft beers in different glass shapes. **Journal of Sensory Studies**, 36, n. 1, p. e12618, 2021.

ROKKA, J.; UUSITALO, L. Preference for green packaging in consumer product choices – Do consumers care? **International Journal of Consumer Studies**, 32, n. 5, p. 516-525, 2008.

SIELICKA-RÓŻYŃSKA, M.; JERZYK, E.; GLUZA, N. Consumer perception of packaging: An eye-tracking study of gluten-free cookies. **International Journal of Consumer Studies**, 45, n. 1, p. 14-27, 2021.

SOUSA, M. M. M. d.; CARVALHO, F. M.; PEREIRA, R. G. F. A. Colour and shape of design elements of the packaging labels influence consumer expectations and hedonic judgments of specialty coffee. **Food Quality and Preference**, 83, p. 103902, 2020/07/01/ 2020.

SPENCE, C. 1 - Multisensory Packaging Design: Color, Shape, Texture, Sound, and Smell. *In*: BURGESS, P. (Ed.). **Integrating the Packaging and Product Experience in Food and Beverages**: Woodhead Publishing, 2016. p. 1-22.

SPENCE, C. Neuroscience-Inspired Design: From Academic Neuromarketing to Commercially Relevant Research. **Organizational Research Methods**, 22, n. 1, p. 275-298, 2019.

THEODORSSON-NORHEIM, E. Friedman and Quade tests: BASIC computer program to perform nonparametric two-way analysis of variance and multiple comparisons on ranks of several related samples. **Computers in Biology and Medicine**, 17, n. 2, p. 85-99, 1987/01/01/ 1987.

VERMA, M. K.; SHAKYA, S.; KUMAR, P.; MADHAVI, J. *et al.* Trends in packaging material for food products: historical background, current scenario, and future prospects. **Journal of Food Science and Technology**, 2021/01/16 2021.

YOUNG, S. Packaging and the environment: the shoppers' perspective. **Brand Packaging**, 12, n. 1, p. 24-30, 2008.