

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE GOIÁS
CÂMPUS CENTRAL – SEDE: ANÁPOLIS
PÓS-GRADUAÇÃO *STRICTO SENSU* EM ENGENHARIA AGRÍCOLA
VIVIANE DE PAULA FARIAS

**CARACTERIZAÇÃO DE FILMES ELABORADOS POR COMPRESSÃO TÉRMICA
À BASE DE MISTURAS DE AMIDOS E PLASTIFICANTES:
BIODEGRADABILIDADE EM FUNÇÃO DO TEMPO E TIPO DE SOLO**

ANÁPOLIS – GO
2022

VIVIANE DE PAULA FARIAS

**CARACTERIZAÇÃO DE FILMES ELABORADOS POR COMPRESSÃO TÉRMICA
À BASE DE MISTURAS DE AMIDOS E PLASTIFICANTES:
BIODEGRADABILIDADE EM FUNÇÃO DO TEMPO E TIPO DE SOLO**

Dissertação apresentada à Universidade Estadual de Goiás - UEG, Câmpus Central – Sede: Anápolis, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Engenharia Agrícola para obtenção do título de mestre em Engenharia de Sistemas Agroindustriais.

Área de concentração CNPq: Processamento e Armazenamento de Produtos Agrícolas

Orientador: Prof. Dr. Diego Palmiro Ramirez Ascheri

ANÁPOLIS – GO
2022

VIVIANE DE PAULA FARIAS

**CARACTERIZAÇÃO DE FILMES ELABORADOS POR COMPRESSÃO TÉRMICA
À BASE DE MISTURAS DE AMIDOS E PLASTIFICANTES:
BIODEGRADABILIDADE EM FUNÇÃO DO TEMPO E TIPO DE SOLO**

Dissertação apresentada à Universidade Estadual de Goiás - UEG, Câmpus Central – Sede: Anápolis, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola – Engenharia de Sistemas Agroindustriais, para obtenção do título de mestre.

Aprovado(a): Anápolis, 28 de março de 2022.

Banca Examinadora

Diego Palmiro Ramirez Ascheri

Prof. Dr. Diego Palmiro Ramirez Ascheri
(Orientador)

Universidade Estadual de Goiás

Cristiane Maria Ascari Morgado

Prof.^a Dra. Cristiane Maria Ascari Morgado
(Avaliador)

Universidade Estadual de Goiás

Rejane Dias Pereira Mota

Prof.^a Dra. Rejane Dias Pereira Mota
(Avaliador)

Instituto Federal de Goiás



TERMO DE AUTORIZAÇÃO PARA PUBLICAÇÃO DE TESES E DISSERTAÇÕES NA BIBLIOTECA DIGITAL (BDTD)

Na qualidade de titular dos direitos de autor, autorizo a Universidade Estadual de Goiás a disponibilizar, gratuitamente, por meio da Biblioteca Digital de Teses e Dissertações (BDTD UEG), regulamentada pela Resolução, **CsA n.1087/2019** sem ressarcimento dos direitos autorais, de acordo com a Lei nº 9610/98, o documento conforme permissões assinaladas abaixo, para fins de leitura, impressão e ou *download*, a título de divulgação da produção científica brasileira, a partir desta data.

Dados do autor (a)

Nome Completo: Viviane de Paula Farias

E-mail: viviane.de.paula.farias@hotmail.com

Dados do trabalho

Título: Caracterização de filmes elaborados por compressão térmica à base de misturas de amidos e plastificantes: biodegradabilidade em função do tempo e tipo de solo.

Tipo

() Tese (X) Dissertação

Curso/Programa de Pós-graduação *Stricto sensu* em Engenharia Agrícola

Concorda com a liberação documento [] SIM [X] NÃO¹

Anápolis 07 04 2022
Local Data

Viviane de Paula Farias
Assinatura do autor (a)

[Assinatura]
Assinatura do orientador (a)

¹ Casos de impedimento:

- Período de embargo é de um ano a partir da data de defesa
- Solicitação de registro de patente;
- Submissão de artigo em revista científica;
- Publicação como capítulo de livro;
- Publicação da Dissertação/Tese em livro.

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da UEG
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

dF224 de Paula Farias, Viviane
c Caracterização de filmes elaborados por compressão
térmica à base de misturas de amidos e plastificantes:
biodegradabilidade em função do tempo e tipo de solo /
Viviane de Paula Farias; orientador Diego Palmiro
Ramirez Ascheri. -- Anápolis, 2022.
180 p.

Dissertação (Mestrado - Programa de Pós-Graduação
Mestrado Acadêmico em Engenharia Agrícola) -- Câmpus
Central - Sede: Anápolis - CET, Universidade Estadual
de Goiás, 2022.

1. Filmes biodegradáveis . 2. Plastificantes. 3.
Misturas de amidos. 4. Amidos nativos do Cerrado. 5.
Biodegradabilidade. I. Palmiro Ramirez Ascheri, Diego,
orient. II. Título.

Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação
Coordenação do Programa de Pós-graduação *Stricto sensu* em Engenharia Agrícola

ATA DE DEFESA DA DISSERTAÇÃO – M.Sc

ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO PARA CONCESSÃO DO GRAU DE MESTRE EM
ENGENHARIA AGRÍCOLA
REALIZADA EM vinte e oito de março de dois mil e vinte e dois
PROGRAMA de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Engenharia Agrícola

CANDIDATO: Viviane de Paula Farias

BANCA EXAMINADORA:

1. Prof. Dr. **Diego Palmiro Ramirez Ascheri** (Orientador/UEG)
2. Profa. Dra. **Cristiane Maria Ascari Morgado** (UEG)
3. Profa. Dra. **Rejane Dias Pereira Mota** (IFG)

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: “Caracterização de filmes elaborados por compressão térmica à base de misturas de amidos e plastificantes: biodegradabilidade em função do tempo e tipo de solo”

LOCAL: No Auditório do Bloco IV, prédio da Pós-Graduação, Campus Central – Sede Anápolis de Ciências Exatas e Tecnológicas da Universidade Estadual de Goiás.

HORÁRIO DE INÍCIO: 14:00 horas, em sessão pública, após exposição de cerca de 40 minutos, o candidato foi arguido oralmente, pelos membros da banca, tendo demonstrado suficiência de conhecimento e capacidade de sistematização no tema de sua Dissertação, sendo aprovado por unanimidade, com correções.

Na forma regulamentar foi lavrada a presente Ata que é assinada pelos membros da banca, e pelo candidato.

Anápolis, 28 de março de 2022.

Orientador: Diego Palmiro Ramirez Ascheri
Cristiane Maria Ascari Morgado
Rejane Dias Pereira Mota

Candidato: Viviane de Paula Farias

Dedico este trabalho primeiramente à DEUS por guiar sempre os meus passos, colocando pessoas iluminadas no meu caminho que contribuem para o meu crescimento e desenvolvimento e por ter me concedido saúde, sabedoria e força para conquistar mais um objetivo na minha vida.

Aos meus pais, Elisângela e Altair, meu irmão, Gustavo Henrique e ao meu namorado Kaio Felipe por todo amor, carinho, incentivo, paciência, compreensão e apoio que sempre demonstraram em todas as fases da minha vida.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente quero agradecer à Universidade Estadual de Goiás por meio do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, pelo suporte e estrutura disponibilizados para a realização desse trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes) pela bolsa de estudos concedida.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Diego P. R. Ascheri pela confiança em mim depositada, permitindo com que eu realizasse este projeto. Por todo o incentivo, oportunidade e apoio técnico e científico, que foram de grande importância para o meu crescimento profissional e intelectual desde a minha graduação. Foram quase seis anos de convívio e muito aprendizado com essa pessoa extraordinária.

As instituições de ensino e pesquisa: Embrapa Agroindústria de Alimentos (RJ), Centro de Análises, Inovação e Tecnologia (UEG) e Universidade Federal de Goiás (UFG) pela colaboração na caracterização dos amidos e nas análises microbiológicas dos solos.

Aos profs. Drs. Ivano, André Campos, Roberta Signini, Roberta Passini, Elton Fialho, Flávia, Olacir, Luciana Rebelo, Eliana, Maria Joselma, Cristiane e José Luís que contribuíram de forma significativa na elaboração deste trabalho. Aos técnicos de laboratório Seu Fernando e Douglas pela ajuda e disposição na execução das análises laboratoriais.

Aos meus colegas de mestrado, que durante esses dois anos foram meus companheiros e sempre estiveram ao meu lado, em especial, Maressa, Laís, Everton, Karina, Eliane, Brenda, Diana, Bruna Mayara, por todo o auxílio nas análises, pelo conhecimento compartilhado e principalmente pela amizade, risadas e conversas, enfim, pelos bons momentos juntos. A Camilla Vieira pelas risadas, o aprendizado obtido no convívio de laboratório e troca de experiências. Aos alunos de graduação em Engenharia Agrícola João e Tamires pelo auxílio na condução dos experimentos.

Não poderia deixar de agradecer a minha base, às pessoas mais importantes da minha vida, a razão por todo meu esforço e trabalho: meus pais! Elisângela e Altair, todo meu amor! Estando sempre presentes em todos os momentos durante a minha vida, não medindo esforços para me ajudar nos momentos mais difíceis e por terem me ensinado os maiores valores da vida. Ao meu irmão Gustavo Henrique, essa criança tão incrível, pelos momentos leves, de descontração e de muito carinho. Sem vocês eu não estaria comemorando este momento.

Ao amor da minha vida Kaio Felipe, meu maior incentivador, por todo companheirismo, incentivo, atenção, cumplicidade e compreensão. Que mesmo longe sempre esteve presente comigo nos momentos que mais precisei.

E a todos que direta ou indiretamente colaboraram na execução deste trabalho e que torceram por mim. Meus sinceros agradecimentos.

O meu muito obrigada de coração!!!

“Tua caminhada ainda não terminou...

A realidade te acolhe dizendo que pela frente o horizonte da vida necessita de tuas palavras e do teu silêncio.

Se amanhã sentires saudades, lembra-te da fantasia e sonha com tua própria vitória.

Não faças do amanhã o sinônimo de nunca,

Nem o ontem te seja o mesmo que nunca mais.

Teus passos ficaram.

Olhes para trás... mas vá em frente, pois há poucos que precisam que chegues para poderem seguir-te”.

(Charles Chaplin)

RESUMO

Os filmes em função de misturas de amidos podem apresentar um grande potencial para formação de produtos biodegradáveis juntamente com a inserção de agentes plastificantes. A biodegradabilidade é um importante fator para determinar o tempo que o filme poderá ser totalmente degradado no meio ambiente. O objetivo deste trabalho foi otimizar a elaboração de filmes biodegradáveis por compressão térmica em função de misturas de amidos e plastificantes e avaliar a biodegradação dos filmes por meio de processamento digital de imagem. Inicialmente se analisaram as características físico-químicas dos amidos (milho, banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato). Previamente se elaboraram filmes de misturas de amido utilizando a água como plastificante, foi utilizado o planejamento em rede simplex {5,2}. As soluções filmogênicas foram preparadas em base às misturas de amido e água, irradiadas em micro-ondas e moldadas por compressão térmica. Dos filmes elaborados se determinou a solubilidade em água, que foi utilizada como parâmetro para selecionar quatro filmes com diferentes valores de solubilidade. Os filmes selecionados se adicionaram agentes plastificantes (glicerol e ácido cítrico). A combinação destas variáveis foi realizada em esquema fatorial triplo 4 x 2 x 2. Os filmes também foram elaborados como no caso anterior. A resposta estudada foi a solubilidade em água, que foi utilizada como parâmetro para selecionar cinco melhores filmes para a avaliação da biodegradabilidade. Além da solubilidade, foram avaliadas as propriedades físico-químicas, óticas e mecânicas. Para o ensaio de biodegradação foi realizado em esquema fatorial triplo 5 x 3 x 7: 5 tipos de filmes, 3 tipos de solos e 7 dias de análise. Foi utilizado os *softwares ImageJ* e o *Octave* para análise e processamento de imagem na avaliação da biodegradabilidade dos filmes. A inserção dos agentes plastificantes (ácido cítrico e glicerol) proporcionou aumento na umidade, solubilidade, força e resistência à tração e reduziu a atividade de água, a permeabilidade ao vapor de água e a elongação dos filmes. O filme TF2 (mistura de fruta-do-lobo com 30% de glicerol e 2% de ácido cítrico) foi o tratamento mais biodegradável, e os filmes TF4 (mistura de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo mais 30% de glicerol e 3% de ácido cítrico) e TF5 (mistura de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo mais 40% de glicerol e 2% de ácido cítrico) à base da mistura de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo foram os tratamentos menos biodegradáveis. Portanto, os filmes à base de misturas dos amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo (TF4 e TF5) apresentou aspectos químicos, físicos e mecânicos que mostram o potencial desses polímeros na utilização de embalagens.

Palavras-chave: Ácido cítrico. Banha-de-galinha. Biodegradação. Fruta-do-lobo. Glicerol. Lírio-do-brejo. Milho. Parreira-do-mato.

ABSTRACT

Films as a function of mixtures of starches can present a great potential for the formation of biodegradable products together with the insertion of plasticizing agents. Biodegradability is an important factor in determining how long the film can be fully degraded in the environment. The objective of this work was to optimize the elaboration of biodegradable films by thermal compression as a function of mixtures of starches and plasticizers and to evaluate the biodegradation of the films by means of digital image processing. Initially, the physicochemical characteristics of the starches (maize, banha-degalinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo and parreira-do-mato) were analyzed. Previously, films of starch mixtures were prepared using water as plasticizer, using the simplex network design {5,2}. The film-forming solutions were prepared based on mixtures of starch and water, irradiated in microwaves and molded by thermal compression. Solubility in water was determined from the produced films, which was used as a parameter to select four films with different solubility values. Plasticizing agents (glycerol and citric acid) were added to the selected films. The combination of these variables was performed in a 4 x 2 x 2 triple factorial scheme. The films were also prepared as in the previous case. The studied response was water solubility, which was used as a parameter to select five best films for the evaluation of biodegradability. In addition to solubility, physicochemical, optical and mechanical properties were evaluated. For the biodegradation test, a 5 x 3 x 7 triple factorial scheme was carried out: 5 types of films, 3 types of soils and 7 days of analysis. *ImageJ* and *Octave software* were used for image analysis and processing to evaluate the biodegradability of the films. The insertion of plasticizing agents (citric acid and glycerol) provided an increase in moisture, solubility, strength and tensile strength and reduced water activity, water vapor permeability and film elongation. The TF2 film (mixture of fruta-do-lobo with 30% glycerol and 2% citric acid) was the most biodegradable treatment, and the TF4 films (mixture of banha-de-galinha and lírio-do-brejo starches more 30% glycerol and 3% citric acid) and TF5 (a mixture of banha-de-galinha and lírio-do-brejo starches with 40% glycerol and 2% citric acid) based on a mixture of lard starches de-chicken and lily-of-the-brejo were the least biodegradable treatments. Therefore, the films based on mixtures of banha-de-galinha and lírio-dobrejo starches (TF4 and TF5) presented chemical, physical and mechanical aspects that show the potential of these polymers in the use of packaging.

Keywords: Citric acid. Banha-de-galinha. Biodegradation. Fruta-do-lobo. Glycerol. Lírio-do-brejo. Maize. Parreira-do-mato.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA 1 – Estrutura da amilose e amilopectina.....	32
FIGURA 2 – Ilustrações esquemáticas de ácido cítrico, glicerol, amido e possível estrutura do sistema reticulado.....	42
FIGURA 3 – Microscopia Eletrônica de Varredura: (A) Corpo de prova disposto no porta-amostras; (B) Microscópio eletrônico de varredura.....	51
FIGURA 4 – Fluxograma do procedimento utilizado para a análise de Espectroscopia de Infravermelho dos amidos.....	52
FIGURA 5 – Fluxograma do procedimento utilizando a irradiação no micro-ondas e moldagem por compressão térmica para a obtenção dos filmes à base de misturas de amidos.....	55
FIGURA 6 – Fluxograma do procedimento utilizando a irradiação no micro-ondas e moldagem por compressão térmica para a obtenção dos filmes biodegradáveis com a adição dos agentes plastificantes (glicerol e ácido cítrico).....	56
FIGURA 7 – Espessura: (A) Micrômetro; (B) Mensuração da espessura do filme biodegradável.....	57
FIGURA 8 – Umidade: (A) Filme pesado em balança analítica; (B) Amostra preparada para secagem em estufa; (C) Estufa com circulação de ar forçada.....	58
FIGURA 9 – Solubilidade: (A) Filme com 4cm ² ; (B) Filme mergulhado no erlenmeyer com água destilada; (C) Banho Dubnoff.....	59
FIGURA 10 – Atividade de água: (A) Medidor Aqualab; (B) Filme com 3,8 cm de diâmetro...	59
FIGURA 11 – Permeabilidade ao vapor de água: (A) Filme cortado em formato circular; (B) Célula de permeação, vista superior; (C) Célula de permeação vista frontal; (D) Células de permeação no interior do dessecador.....	60
FIGURA 12 – Transparência: (A) Espectrofotômetro; (B) Filme inserido no interior da cubeta de quartzo.....	61
FIGURA 13 – Avaliação das propriedades de cor do filme biodegradável.....	62
FIGURA 14 – Testes mecânicos: (A) Texturômetro Brookfield; (B) Filme com dimensões de 2 x 7 cm; (C) Filme inserido nas garras do texturômetro.....	63
FIGURA 15 – Solos com diferentes texturas utilizados no ensaio de biodegradação.....	64
FIGURA 16 – Biodegradação: (A) Filmes colocados em redes de polietileno; (B) Filmes enterrados em diferentes solos.....	65

FIGURA 17 – Microfotografias (ampliação 600X) dos amidos e respectivos histogramas das dimensões dos diâmetros maior e menor: (A-C) milho, (D-F) banha-de-galinha, (G-I) fruta-do-lobo, (J-L) lírio-do-brejo, (M-O) parreira-do-mato.....	70
FIGURA 18 – Espectros na região do infravermelho de amidos: — Milho, — Banha-de-galinha, — Fruta-do-lobo, — Lírio-do-brejo, — Parreira-do-mato.....	72
FIGURA 19 – Perfis de raios-X e picos de raios-X deconvoluídos usando a função Gaussiana de: (A) milho, (B) banha-de-galinha, (C) fruta-do-lobo, (D) lírio-do-brejo, (E) parreira-do-mato.....	74
FIGURA 20 – TGA (—) e DTG (—) curvas dos amidos de milho (A), banha-de-galinha (B), fruta-do-lobo (C), lírio-do-brejo (D) e parreira-do-mato (E).....	76
FIGURA 21 – Curva de viscosidade típica do RVA mostrando os parâmetros comumente avaliados.....	78
FIGURA 22 – Perfis de viscosidade de amidos de milho (A), banha-de-galinha (B), fruta-do-lobo (C), lírio-do-brejo (D) e parreira-do-mato (E).....	79
FIGURA 23 – Gráfico de Correlação entre solubilidade, espessura dos filmes elaborados e teor de amilose dos amidos.....	83
FIGURA 24 – Distribuição residual relacionados aos valores observados e previstos para a solubilidade (%) dos filmes elaborados.....	85
FIGURA 25 – Gráficos de superfície de resposta da solubilidade dos filmes elaborados com misturas de amido de milho, banha-de-galinha e fruta-do-lobo (A), com misturas de amido de milho, fruta-do-lobo e lírio-do-brejo (B) e com misturas de amido de banha-de-galinha, lírio-do-brejo e parreira-do-mato (C).....	85
FIGURA 26 – Aparência visual dos filmes biodegradáveis enterrados no Solo 1 (textura franco argiloso-arenosa), ao longo do tempo de biodegradação.....	115
FIGURA 27 – Aparência visual dos filmes biodegradáveis enterrados no Solo 2 (textura argilosa), ao longo do tempo de biodegradação.....	116
FIGURA 28 – Aparência visual dos filmes biodegradáveis enterrados no Solo 3 (textura argilo-arenosa), ao longo do tempo de biodegradação.....	117
FIGURA 29 – Análise de regressão para a porcentagem de biodegradação dos filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF) e tempo de biodegradação (TB).....	122
FIGURA 30 – Tela de Resultados (A) Imagem Original; (B) Componentes conexos da imagem binária.....	125

FIGURA 31 – Amostragem de solos no município de Gameleira de Goiás: (A) Solo 1; (B) Solo 2; (C) Solo 3.....	161
FIGURA 32 – Determinação da densidade de partículas dos solos realizada pelo método do picnômetro.....	163
FIGURA 33 – Determinação da densidade do solo.....	163
FIGURA 34 – Determinação da granulometria dos solos pelo método da pipeta.....	164
FIGURA 35 – Umidade do solo: (A) Sensor capacitivo de umidade do solo; (B) Calibração do sensor.....	167
FIGURA 36 – Gráfico de correlação entre a Leitura do Sensor e Umidade do Solo.....	167
FIGURA 37 – Gráfico de correlação entre o Volume de água e Umidade do Solo.....	168
FIGURA 38 — Etapas da mensuração da biodegradação dos filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF), tipo de solo (TS) e tempo de biodegradação (TB), utilizando o <i>software ImageJ</i>	169
FIGURA 39 – Gráfico da variação da temperatura e umidade relativa do ar ao longo dos 42 dias de análise.....	179
FIGURA 40 – Gráfico da variação da umidade do solo (%) ao longo das análises de biodegradabilidade dos filmes.....	180

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 – Composições obtidas por meio do planejamento em rede simplex {5,2}, aumentado em relação à concentração de massa de amido em gramas utilizado na produção dos filmes.....	54
TABELA 2 – Tamanho dos grânulos e teor de amilose aparente dos amidos de milho, banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato.....	68
TABELA 3 – Dados de decomposição térmica para os amidos de milho, banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato.....	76
TABELA 4 – Proporções de amidos de milho, banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato e suas misturas estabelecidas por meio de planejamento experimental em rede simplex {5,2}, e valores médios de espessura (Esp) e solubilidade (S) dos filmes elaborados.....	82
TABELA 5 – Análise de variância dos modelos obtidos para as propriedades: solubilidade e testes mecânicos dos filmes biodegradáveis, produzidos a partir de misturas de amidos.....	84
TABELA 6 – Coeficientes do modelo cúbico especial para a propriedade de solubilidade dos filmes biodegradáveis, produzidos a partir de misturas de amidos.....	85
TABELA 7 – Valores médios de umidade (U), atividade de água (Aw), permeabilidade ao vapor de água (PVA), transparência (T) e tonalidade da cor dos filmes elaborados e otimizados.....	87
TABELA 8 – Valores médios de força (F), resistência à tração (RT) e alongação (ELO) dos filmes elaborados e otimizados.....	89
TABELA 9 – Valores médios $\pm$ desvio padrão das propriedades químicas, físicas e óticas dos filmes elaborados à base de diferentes formulações de amidos e plastificantes (glicerol e ácido cítrico).....	90
TABELA 10 – Resumo da análise de variância aplicada às variáveis umidade (U), atividade de água (Aw), espessura (Esp), permeabilidade ao vapor de água (PVA), transparência (T) e tonalidade da cor obtidas dos filmes produzidos com diferentes amidos (A), teores de glicerol (Gli) e ácido cítrico (AC).....	92
TABELA 11 – Variação média da umidade (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.....	93
TABELA 12 – Variação média da umidade (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.....	93

TABELA 13 – Variação média da umidade (%) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.....	94
TABELA 14 – Variação média da atividade de água (A_w) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.....	95
TABELA 15 – Variação média da atividade de água (A_w) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teor de ácido cítrico.....	95
TABELA 16 – Variação média da espessura (mm) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.....	96
TABELA 17 – Variação média da espessura (mm) dos filmes, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.....	97
TABELA 18 – Variação média da espessura (mm) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.....	97
TABELA 19 – Variação média da permeabilidade ao vapor de água ($\times 10^{-6} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.....	98
TABELA 20 – Variação média da permeabilidade ao vapor de água ($\times 10^{-6} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.....	99
TABELA 21 – Variação média da permeabilidade ao vapor de água ($\times 10^{-6} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.....	99
TABELA 22 – Variação média da transparência dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.....	100
TABELA 23 – Variação média da transparência dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.....	101
TABELA 24 – Variação média da transparência dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.....	101
TABELA 25 – Variação média da tonalidade da cor dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.....	102
TABELA 26 – Variação média da tonalidade da cor dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.....	102
TABELA 27 – Variação média da tonalidade da cor dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.....	103
TABELA 28 – Valores médios $\pm$ desvio padrão das propriedades mecânicas dos filmes elaborados à base de diferentes formulações de amidos e plastificantes (glicerol e ácido cítrico).....	103

TABELA 29 – Resumo da análise de variância aplicada às variáveis força (F), resistência à tração (RT) e alongação (ELO) obtidas dos filmes produzidos com diferentes amidos (A), teores de glicerol (Gli) e ácido cítrico (AC).....	104
TABELA 30 – Variação média da força (N) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.....	105
TABELA 31 – Variação média da força (N) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.....	105
TABELA 32 – Variação média da força (N) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.....	106
TABELA 33 – Variação média da resistência à tração (MPa) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.....	106
TABELA 34 – Variação média da resistência à tração (MPa) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.....	107
TABELA 35 – Variação média da resistência à tração (MPa) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.....	108
TABELA 36 – Variação média da alongação (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.....	109
TABELA 37 – Variação média da alongação (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.....	109
TABELA 38 – Variação média da alongação (%) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.....	110
TABELA 39 – Valores médios $\pm$ desvio padrão da solubilidade (%) dos filmes elaborados à base de diferentes formulações de amidos e plastificantes (glicerol e ácido cítrico).....	111
TABELA 40 – Resumo da análise de variância aplicada à variável solubilidade (%) obtidas dos filmes produzidos com diferentes amidos (A), teores de glicerol (Gli) e ácido cítrico (AC).....	112
TABELA 41 – Variação média da solubilidade (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.....	113
TABELA 42 – Variação média da solubilidade (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.....	113
TABELA 43 – Variação média da solubilidade (%) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.....	114

TABELA 44 – Valores experimentais de porcentagem de biodegradação de filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF), tipo de solo (TS) e tempo de biodegradação (TB).....	119
TABELA 45 – Resumo da análise de variância aplicada aos dados experimentais de biodegradação de filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF), tipo de solo (TS) e tempo de biodegradação (TB).....	120
TABELA 46 – Variação média da biodegradação (em porcentagem) dos filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF) e tipo de solo (TS).....	121
TABELA 47 – Equação de regressão, ajuste da reta (R^2), média, para a biodegradação (%) dos filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF), enterrados em solos durante 42 dias.....	124
TABELA 48 – Equação de umidade para cada solo estudado.....	168
TABELA 49 – Equação do volume de água para cada solo estudado.....	168
TABELA 50 – Resultado da análise química dos solos utilizados para o ensaio de biodegradação.....	171
TABELA 51 – Resultado da análise granulométrica e classificação textural dos solos utilizados para o ensaio de biodegradação.....	175
TABELA 52 – Resultado da análise física dos solos utilizados para o ensaio de biodegradação.....	176
TABELA 53 – Resultado da análise microbiológica dos solos utilizados para o ensaio de biodegradação.....	177

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

°C – Graus Celsius

°*hue* – Ângulo hue

% – porcentagem

%S – Grau de Saturação

ρ_w – massa específica da água

η – porosidade total

μm – micrometro

Δm – perda de massa

ΔP – diferença de pressão de vapor

A – Amido

A_{600} – transparência a 600 nm

A_a – área amorfa calculada a partir dos difratogramas.

A_C – soma das áreas dos picos cristalinos

AC – Ácido cítrico

A_d – área de permeação da célula

A_{Final} – área final do filme

A_{Inical} – área inicial do filme

Al – Alumínio

A_T – área da seção transversal do filme

ANOVA – Análise de Variância

AOAC – American Official Analytical Chemistry

ASTM – American Society for Testing and Materials

A_w – Atividade de água

B – Boro

BG – Banha-de-galinha

C – Carbono

Ca – Cálcio

CAITEC – Centro de Análises, Inovação e Tecnologia

cm – centímetro

cP – centiPoise

CPPG – Centro de Pesquisa e Pós-Graduação

CO₂ – Dióxido de Carbono

CTC – Capacidade de troca de cátions

CV – Coeficiente de Variação

Cu – Cobre

D – Dias de análises

D_i – distância inicial de separação entre as garras

DMA – Diâmetro maior

DME – Diâmetro menor

D_p – Densidade de partículas

D_r – distância de separação no momento de ruptura da amostra

DRX – Difração de raio-X

D_s – densidade do solo

DTG – Termogravimetria derivada

e – índice de vazios

ELO – Elongação

EMBRAPA – Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária

Esp – Espessura

F – Força

Fe – Ferro

FL – Fruta-do-lobo

FM – Formulação

F_m – Força máxima no momento de ruptura do filme

FTIR – Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier

g – grama

G.L. – Grau de liberdade

Gli – Glicerol

gm – ganho de massa

gm/te – coeficiente angular (ga/te) entre ganho de massa em função do tempo

h – hora

H +Al – Acidez potencial

H₂O – Água

IAEG – International Association of Engineering Geology

K – Potássio

KBr – Brometo de potássio

kV – Quilovolt
LB – Lírio-do-brejo
mA – miliampere
m – massa do filme
M% – Saturação por Alumínio
MEV – Microscópio eletrônico de varredura
 m_f – massa final do material seco não solubilizado
MI – Milho
min – Minutos
mL – mililitro
mm – milímetros
Mn – Manganês
MO – Matéria Orgânica
MPa – mega pascal
 m_s – massa seca
 m_{ss} – massa de solo seco
%MS – matéria seca dos filmes não solubilizado
 m_t – massa de solo úmido
 m_u – massa úmida
N – Newton
Na – Sódio
NaOH – Hidróxido de sódio
nm – Nanômetros
O – Oxigênio
OH – Hidroxila
P – Fósforo
PBAT – poli(butileno adipato co-tereftalato)
PDI – Processamento digital de imagem
pH – Potencial hidrogeniônico
PM – Parreira-do-mato
PLA – Ácido poliláctico
PVA – Permeabilidade ao vapor de água
QB – Quebra
QM – Quadrado Médio

r – coeficiente de correlação de Pearson

RC – Resíduo carbonizado

rpm – rotações por minuto

RT – Resistência à tração

RVA – Rapid Visco Analyzer

S – Enxofre

S(%) – Solubilidade

S1 – Solo 1

S2 – Solo 2

S3 – Solo 3

t – tonelada

T – Transparência

TAA – Teor de amilose aparente

TB – Tempo de biodegradação

te – tempo

TGA – Análise termogravimétrica

TF – Tipo de filme

TF1 – Filme de amido de fruta-do-lobo

TF2 – Filme de mistura de fruta-do-lobo com 30% de glicerol e 2% de ácido cítrico

TF3 – Filme de mistura de amidos de milho e fruta-do-lobo com 30% de glicerol e 3% de ácido cítrico

TF4 – Filme de mistura de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo com 30% de glicerol e 3% de ácido cítrico

TF5 – Filme de mistura de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo com 40% de glicerol e 2% de ácido cítrico

T_{Final} – Temperatura final

T_{Inicial} – Temperatura inicial

T_p – Temperatura de pasta

T_{Pico} – Temperatura máxima de degradação térmica

TS – Tipo de solo

T_{va} – Taxa de permeabilidade ao vapor de água

W% – umidade gravimétrica

U% – Umidade

UEG – Universidade Estadual de Goiás

UFG – Universidade Federal de Goiás

V% – Saturação por Bases

V_{água} – Volume de água

V_{End} – Viscosidade final

V_{min} – Viscosidade mínima

V_{max} – Viscosidade de pico

v_t – volume total da amostra

X_C – Índice de Cristalinidade

Zn – Zinco

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	27
2	OBJETIVOS	31
2.1	Objetivo Geral	31
2.2	Objetivos Específicos	31
3	REVISÃO DE LITERATURA	32
3.1	Amido	32
3.1.1	Amido de milho	34
3.1.2	Amidos do Cerrado: banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato.	35
3.2	Filmes Biodegradáveis	38
3.3	Delineamento de Misturas	39
3.4	Agentes Plastificantes	40
3.5	Irradiação e Moldagem por compressão térmica	42
3.6	Biodegradabilidade	44
3.6.1	Efeito edáfico	46
3.6.2	Análise e processamento digital de imagem	48
4	MATERIAL E MÉTODOS	50
4.1	Material	50
4.2	Métodos	50
4.2.1	Caracterização dos amidos	50
4.2.1.1	Amilose aparente	50
4.2.1.2	Microscopia eletrônica de varredura	50
4.2.1.3	Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)	51
4.2.1.4	Difração de raio-X (DRX)	52
4.2.1.5	Análise termogravimétrica (TGA) e termogravimetria derivada (DTG)	53
4.2.1.6	Viscosidade e propriedades da pasta	53
4.2.2	Planejamento Experimental	54
4.2.2.1	Otimização da produção de filmes de amidos em função das misturas	54
4.2.2.2	Otimização da produção de filmes em função de agentes plastificantes	56
4.2.3	Determinações analíticas	57
4.2.3.1	Espessura	57
4.2.3.2	Umidade	57
4.2.3.3	Solubilidade em água	58
4.2.3.4	Atividade de água	59
4.2.3.5	Permeabilidade ao vapor de água	60
4.2.3.6	Transparência	61
4.2.3.7	Determinação da cor dos filmes	61
4.2.3.8	Testes mecânicos	62
4.2.4	Biodegradabilidade	63
4.2.4.1	Ensaio de biodegradação	64
4.2.5	Análise Estatística dos Dados	66
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	68
5.1	Caracterização dos amidos	68
5.1.1	Amilose aparente e caracterização morfológica	68
5.1.2	Caracterização estrutural dos grânulos de amido	69
5.1.3	Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)	71
5.1.4	Difração de raios-X	73

5.1.5	Análise termogravimétrica (TGA) e termogravimetria derivada (DTG).....	75
5.1.6	Viscosidade e propriedades da pasta.....	77
5.2	Planejamento de misturas em rede simplex {5,2}	80
5.3	Otimização da elaboração de filmes em função da composição da mistura de amido e da concentração dos plastificantes	90
5.3.1	Umidade	92
5.3.2	Atividade de água	94
5.3.3	Espessura	95
5.3.4	Permeabilidade ao vapor de água	97
5.3.5	Propriedades óticas	100
5.3.6	Propriedades mecânicas	103
5.3.7	Solubilidade em água.....	110
5.4	Biodegradabilidade dos filmes	114
5.4.1	Análise visual da biodegradação dos filmes	114
5.4.2	Biodegradação dos filmes	118
5.4.3	Processamento Digital de Imagens	125
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS	127
	REFERÊNCIAS	129
	APÊNDICE A - Metodologia das análises físicas, químicas e microbiológicas do solo	161
	APÊNDICE B - Calibração do Sensor de umidade do solo	166
	APÊNDICE C - Etapas do processo da medição de área dos filmes realizadas com o software ImageJ	169
	APÊNDICE D - Análise e caracterização química, física e microbiológicas dos solos. ..	171
	APÊNDICE E - Dados ambientais e umidade do solo	179

1 INTRODUÇÃO

Os filmes biodegradáveis elaborados a partir de amidos convencionais são amplamente estudados, como é o caso do amido de milho, batata e mandioca (SILVA, BRINQUES e GURAK, 2020; FRANCO *et al.*, 2020; GÓMEZ-ALDAPA *et al.*, 2021; BOF, LOCASO e GARCÍA, 2021). No entanto, as propriedades desses amidos são limitadas, uma vez que as estruturas moleculares e granulares são definidas por cada fonte botânica (LA FUENTE *et al.*, 2020). Para superar algumas dessas limitações com relação às suas características hidrofílicas e permeabilidade ao vapor de água, pode-se realizar misturas de amidos convencionais com amidos nativos da flora do Cerrado Brasileiro e utilizar técnicas distintas na produção dos filmes com o intuito de melhorar a processabilidade, as propriedades mecânicas e/ou propriedades de barreira (LA FUENTE *et al.*, 2019).

Os amidos de diferentes fontes botânicas possuem diferentes propriedades de formação de filme e as propriedades químicas, físicas e mecânicas dos filmes obtidos a partir deles podem variar amplamente (LUCHESE *et al.*, 2018).

Nesse contexto, amidos extraídos de plantas do Cerrado Brasileiro (amidos nativos), como amido da banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato, (FERNANDES *et al.*, 2019; ASCHERI *et al.*, 2014; ASCHERI *et al.*, 2010, XAVIER *et al.*, 2019; GOMES, ASCHERI e CAMPOS, 2016; RIBEIRO, ASCHERI e ASCHERI, 2017) podem conter ou não propriedades físico-químicas e funcionais (poder de inchamento, gelatinização, viscosidade e propriedades térmicas) passíveis de ser comparadas com os amidos convencionais (milho, batata e mandioca) e proporcionar filmes com diferentes propriedades mecânicas e funcionais.

A contribuição das propriedades físico-químicas (solubilidade, permeabilidade ao vapor de água e espessura) e mecânicas por um único amido é limitada, portanto, é necessário realizar estudos misturando vários tipos de amido, com o intuito de adquirir desempenhos desejáveis para melhorar a textura dos filmes e resistência a várias mudanças físicas (NIU *et al.*, 2021). Misturas mecânicas de dois ou mais amidos (blendas) podem apresentar particularidades e grande potencial formadora de produtos biodegradáveis.

Estas particularidades podem influenciar na formação e nas características dos filmes biodegradáveis em virtude das propriedades funcionais da amilose, razão entre amilose/amilopectina, tamanho dos grânulos, distribuição do tamanho e formato dos grânulos, peso molecular, que contém cada um dos amidos componentes das blendas (DOMENE-LÓPEZ *et al.*, 2019; SCHLEMMER, SALES e RESCK, 2010).

A partir de um delineamento estatístico de misturas, pode-se verificar como as propriedades dos filmes biodegradáveis são afetadas pela variação das proporções dos componentes da mistura de amido, possibilitando a previsão quantitativa das propriedades de qualquer formulação no sistema estudado, realizando somente alguns experimentos. A aplicação da modelagem de misturas, metodologia de superfícies de resposta e otimização matemática e gráfica (GOMES, 2004) conduz à definição de composições (misturas dos amidos) mais adequadas que atendam às propriedades especificadas para a produção de filmes biodegradáveis.

Os filmes em função de misturas de amidos podem aprimorar os aspectos físicos, químicos e mecânicos, a fim de obter um filme com propriedades semelhantes a filmes derivados do petróleo como o polietileno de baixa densidade (LUCHESE *et al.*, 2018). Acredita-se que, com os filmes em função de mistura de amidos nativos do Cerrado e milho, poderão ser produzidos filmes com propriedades tecnológicas diferenciadas, como solubilidade, permeabilidade e flexibilidade e com características desejáveis para o uso industrial (transparentes, resistente e flexível).

A grande desvantagem do amido na confecção de filmes é que o mesmo não é um termoplástico verdadeiro, por isso, há a necessidade da desagregação da estrutura semicristalina dos seus grânulos e a utilização de agentes plastificantes. A presença de agentes plastificantes ajuda a interromper a formação de dupla hélice da amilose com fragmentos da amilopectina e de se ligar entre moléculas de amilose, formando ligações cruzadas entre as cadeias de amilose reduzindo, assim, a interação entre elas, conferindo maior flexibilidade ao filme (CORRADINI *et al.*, 2008).

Os agentes plastificantes mais utilizados são os triálcoois e os ácidos orgânicos. O uso do glicerol tem sido o agente plastificante mais compatível com o amido, pois proporciona filmes com melhores propriedades mecânicas, maior transparência e melhora a viabilidade do material, podendo ser utilizado como embalagens (MARTINS, 2017; MACHADO *et al.*, 2014; VICENTINO *et al.*, 2011; MALI, GROSSMANN e YAMASHITA, 2010; THAKUR *et al.*, 2019; RADI *et al.*, 2017). Isto ocorre porque o glicerol é um triálcool que se liga em três grupos de hidroxilas responsáveis pela solubilidade em água e sua natureza higroscópica, proporcionando interações inter e intramolecular, reduzindo assim a cristalinidade dos grânulos de amido (MARAN *et al.*, 2013; MA, YU e FENG, 2004; BEATRIZ, ARAÚJO e LIMA, 2011; COSTA *et al.*, 2017).

O ácido cítrico pode ser escolhido como um compatibilizante para melhorar as propriedades mecânicas e a resistência ao vapor de água de filmes de amido porque ele tem

uma estrutura multicarboxílica em que pode ocorrer esterificação entre um dos três grupos carboxílicos e os grupos hidroxila do amido. Esse ácido orgânico funciona como agente de ligações cruzadas reforçando as ligações de hidrogênio, melhorando as propriedades acima citadas. Desse modo, o ácido cítrico residual livre pode atuar como um agente plastificante na produção dos filmes de amidos (SHI *et al.*, 2008).

A técnica conhecida como *casting* (espalhamento) vêm sendo a mais utilizada em pesquisas para a produção de filmes biodegradáveis à base de amido, obtendo bons resultados em escala laboratorial. Nesse processo, a amilose e amilopectina se dispersam na solução aquosa e, durante a secagem, se reorganizam, formando uma matriz contínua que dá origem aos filmes. Porém, em escala industrial, este processo apresenta desvantagem como, por exemplo, o elevado tempo de trabalho (muitas vezes acima de 24 h) e custos devido ao grande gasto energético durante a secagem (MALI, GROSSMANN e YAMASHITA, 2010, GOMES, ASCHERI e CAMPOS, 2016; RIBEIRO, ASCHERI e ASCHERI, 2017). A utilização da irradiação por micro-ondas apresenta vantagens como rapidez no processo de gelatinização dos grânulos de amido e redução de custos operacionais. Este processo pode ser realizado em micro-ondas doméstico ou em reatores específicos; ele acelera significativamente as reações químicas devido à absorção seletiva de energia na faixa de micro-ondas por moléculas polares, reduzindo o tempo reacional (SILVA, FERREIRA e SOUZA, 2006).

A irradiação sobre os grânulos afeta a morfologia e a estrutura do amido, mudando a distribuição da massa molecular e as propriedades reológicas. Estas mudanças dependem da intensidade e do tempo de irradiação e do tipo de amido irradiado (SHEN *et al.*, 2017). A gelatinização do amido usando irradiação e aliada a processos rápidos de formação de filmes podem reduzir drasticamente os custos de produção dos filmes biodegradáveis.

As técnicas de moldagem por compressão térmica com calor juntamente com aquecimento por micro-ondas foram utilizadas por Soykeabkaew, Chuleeporn e Suwantong (2015) para a produção de espumas de amido. Estes dois processos também podem ser utilizados para a produção de filmes de amido. No caso do reator de micro-ondas, pode ser utilizado para minimizar o tempo e quantidade de plastificante em uma quantidade fixa de água de gelatinização do amido como mostrado por Soykeabkaew, Chuleeporn e Suwantong (2015) em espumas de amido.

Os filmes de amidos também podem ser produzidos por meio do aquecimento dos mesmos, previamente gelatinizados, em uma prensa com aquecimento, processo que é denominado de moldagem por compressão térmica. De acordo com Pornsuksomboon *et al.*

(2016), nesse tipo de processo utiliza-se a água como agente de expansão, o que torna o processo rápido e barato.

A grande vantagem de se utilizar filmes biodegradáveis é justamente que este material pode sofrer uma total degradação sem que ocorra o acúmulo de resíduos tóxicos, que prejudique o meio ambiente. O processo de biodegradação consiste em determinar em quanto tempo esse material vai degradar totalmente no meio ambiente, sendo influenciado por fatores climáticos (umidade e temperatura) e o efeito edáfico (estudo do efeito do tipo de solo, ou seja, a capacidade do solo causar a interferência sobre alguma variável) que consiste no conjunto dos atributos físicos, químicos e microbiológicos dos solos (EMADIAN, ONAY e DEMIREL, 2017; FRANCHETTI e MARCONATO, 2006).

Apesar da grande importância a biodegradabilidade, os estudos contidos na literatura são bastante limitados ao ambiente de laboratório, não reproduzindo as condições reais que ocorre no meio ambiente. Portanto, há uma escassez de dados sobre a biodegradabilidade, que se trata de um processo complexo, pois, envolve diversas variáveis que podem acelerar ou retardar esse fenômeno. Nesse cenário, surge a necessidade estudar mais profundamente e detalhadamente esse processo de biodegradação.

A degradação de um filme depende da natureza do mesmo e principalmente das condições ambientais, as quais podem variar desde a exposição a fatores abióticos até a assimilação por um microrganismo vivo (microbiota do solo), que por meio de suas enzimas consomem o filme como fonte de nutrientes para a realização de suas atividades do ciclo biológico (ZANELA *et al.*, 2015; MALI, GROSSMANN e YAMASHITA, 2010). Por esse motivo surge a importância de estudar a interação dos fatores ambientais juntamente com o efeito edáfico, pois, a caracterização química, física e microbiológica do solo demonstrará quais condições são mais favoráveis ou vice-versa para que ocorra a biodegradação.

As metodologias de determinação da variável biodegradabilidade estão ligadas a quantificação de gás carbônico liberado e na perda de massa, que consiste em ensaios minuciosos, que necessitam de muita cautela do pesquisador, além do custo com vidrarias e reagentes (AZEVEDO *et al.*, 2016). Em busca de novas soluções com métodos mais rápido e eficiente o uso da visão computacional, como o processamento digital de imagens pode ser bastante útil no monitoramento da biodegradação.

Nesse contexto, com o intuito de otimizar a resposta da variável biodegradabilidade foi proposta uma metodologia baseada na análise e processamento digital de imagem para visualizar as etapas do processo de biodegradação e quantificar a área biodegradada dos filmes à base de mistura de amidos e plastificantes.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O presente trabalho teve por objetivo otimizar a elaboração de filmes biodegradáveis em função de misturas de amidos e plastificantes, utilizando a irradiação por micro-ondas e a moldagem por compressão térmica na elaboração de pastas filmogênicas e dos filmes, respectivamente, e avaliar a biodegradação natural dos filmes por meio de análise e processamento digital de imagem.

2.2 Objetivos Específicos

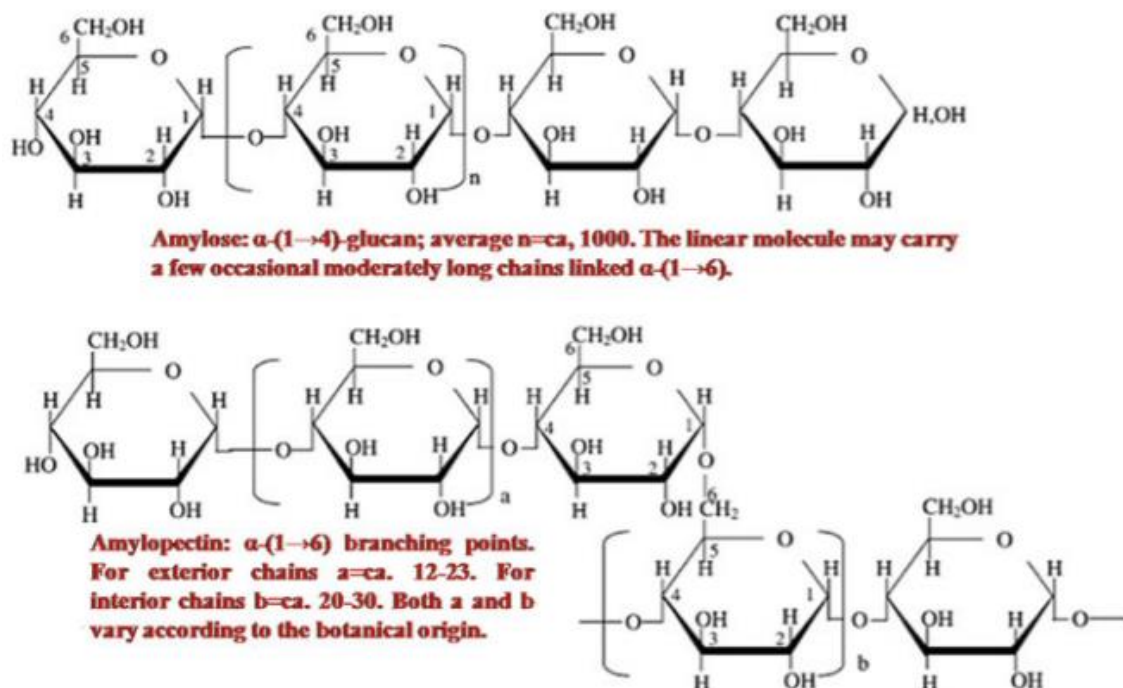
- Caracterizar os amidos quanto a suas propriedades morfológicas (tamanho e forma dos grânulos), químicas (teor de amilose aparente), estruturais (espectroscopia no infravermelho e difração de raio-X), térmicas (análise termogravimétrica e termogravimetria derivada) e de pasta (viscosidade);
- Otimizar a elaboração de filmes em função da concentração de amidos (banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo, parreira-do-mato e milho) em misturas desenvolvidas por meio de planejamento em rede simplex {5,2}, utilizando como agente plastificante a água. As variáveis que definiram suas características foram: propriedades físicas (espessura), químicas (solubilidade em água, umidade, permeabilidade ao vapor de água e atividade de água), mecânicas (força, resistência à tração e alongação) e óticas (transparência e tonalidade da cor)
- Otimizar a elaboração de filmes de misturas de amidos previamente selecionados, e concentrações de glicerol e ácido cítrico utilizados como plastificantes. As variáveis que definiram suas características foram: propriedades físicas (espessura), químicas (solubilidade em água, umidade, permeabilidade ao vapor de água e atividade de água), mecânicas (força, resistência à tração e alongação) e óticas (transparência e tonalidade da cor);
- Estudar a biodegradabilidade dos filmes contendo plastificantes, previamente selecionados, em função do tempo e do tipo de solo, aplicando como ferramentas de análise o *software ImageJ* como uma nova metodologia para o cálculo da área e biodegradação, e *Octave* para a análise qualitativa da biodegradação dos filmes analisados.

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Amido

O amido é um homopolissacarídeo natural, constituído de dois polímeros de glicose: uma linear, a amilose, e outra ramificada, a amilopectina (Figura 1).

FIGURA 1 – Estrutura da amilose e amilopectina.



Fonte: SWAIN, PRUSTY e MOHAPATRA, 2017.

Na amilose, a polimerização da glicose é promovida pela ligação glicosídica $\alpha(1\rightarrow4)$ entre os carbonos C1 e C4 de duas moléculas de α -glicopirranose (estrutura cíclica da glicose) chegando a ter, em média, 1000 unidades de glicose polimerizadas e, ocasionalmente, podem conter ramificações de cadeia curta como ocorre na amilopectina. A amilopectina, além da polimerização da glicose em $\alpha(1\rightarrow4)$ ocorre outra, a ligação glicosídica $\alpha(1\rightarrow6)$ entre os carbonos C1 e C6 de duas moléculas de α -glicopirranose.

Segundo Silva (2011), o mecanismo de formação dos filmes depende da concentração do teor de amilose. A formação dos filmes ocorre pela agregação e empacotamento dos grânulos de amidos intumescidos de uma dispersão. A transição de espiral para hélice e a agregação das duplas hélices também atuam na formação de filmes a partir de soluções diluídas de amido. O teor de amilose mostra efeitos bastantes significativos no momento e na extensão em que as duplas hélices se formam e agregam.

Para Liu e Han (2005), a formação de filmes à base de amido se dá pelas seguintes etapas: formação de helicoides, agregação ou geleificação e reorganização dos agregados, sendo o primeiro estágio dirigido pelo resfriamento e o segundo estágio pela desidratação.

A estrutura da amilopectina (Figura 1), além da ligação $\alpha(1\rightarrow4)$ ocorre outra, a ligação glicosídica $\alpha(1\rightarrow6)$ entre duas moléculas de α -glicopirranose, portanto, essas ligações presentes na amilopectina são favoráveis ao efeito de espessamento e estabilidade de congelamento-descongelamento (SCHIRMER et al., 2013; NIU et al., 2021; ZHOU et al., 2020; HOQUE et al., 2013; TEKLEHAIMANOT, RAY e EMMAMBUX, 2020; WANG et al., 2020).

O amido é utilizado após uma transformação de sua estrutura e da ordem molecular, denominado processo de gelatinização, que pode ser realizada por tratamento hidrotérmico, no qual suspensões aquosas de amido são submetidas a aquecimento a altas temperaturas de acordo com sua fonte botânica (temperaturas acima de 70 °C). O processo hidrotérmico causa efeitos irreversíveis nas propriedades físico-químicas e funcionais do amido, pois as ligações de hidrogênio são formadas entre o amido e o plastificante (SOUZA e MAGALHÃES, 2016; DOMENE-LÓPEZ et al., 2019).

As moléculas de amilose em solução, devido à sua estrutura linear, tendem a se orientar paralelamente, aproximando-se o suficiente para que se formem ligações de hidrogênio entre as hidroxilas de polímeros adjacentes. Como resultado, a afinidade do polímero por água é reduzida, favorecendo a formação de pastas opacas e filmes resistentes (WURZBURG, 1986; COSTA et al., 2017; MALI, GROSSMANN e YAMASHITA, 2010).

A forma e tamanho dos grânulos de amido e a proporção de amilose/amilopectina diferem entre diversas fontes botânicas, entre variedades de uma mesma espécie vegetal e, ainda, entre uma mesma variedade de acordo com o grau de maturação da planta e as condições edafoclimáticas do local do cultivo das fontes amiláceas (GUERRA, 2010; SCHLEMMER, SALES e RESCK, 2010; CABALLERO, FINGLAS e TOLDRÁ, 2015).

A proporção amilose/amilopectina é diferente para vários tipos de amidos e afeta diretamente a formação dos filmes (HERNANDEZ-PEREZ et al., 2021; ZOU et al., 2021). Quanto maior o valor dessa proporção maior é a tendência de formar regiões cristalinas devido às ligações paralelas amilose-amilose resultando filmes quebradiços e rígidos, isto é, filmes com alto teor de amilose apresentam maior resistência à tração e índice de expansão e menor elasticidade e solubilidade (YUN e YOON, 2010), assim como também se tornam mais impermeáveis ao oxigênio e apresentam maior capacidade de absorção de água (CANO et al., 2014).

O amido vem sendo utilizado em diferentes formas, como filmes, micro e nano partículas, hidrogéis, empacotamento de espumas, e assim por diante, em aplicações não alimentícias. O amido não é um termoplástico, pois, possui baixa resistência à água e produtos produzidos de amido têm propriedades relativamente inferiores, comparadas as embalagens comerciais, uma vez que o amido de diferentes fontes tem diferenças consideráveis na estrutura e afetando diretamente as propriedades dos polímeros (SAKKARA *et al.*, 2019).

Devido à sua disponibilidade, biodegradabilidade e biocompatibilidade, biopolímeros à base de amido tornaram-se bons substitutos para os convencionais polímeros, incluindo usos como polímeros em indústria (FARRAG *et al.*, 2018). Portanto, o amido vem sendo amplamente estudado e utilizado como material termoplástico na produção de embalagens, pois, possui as vantagens de ser um material de baixo custo, acessível, versátil e de fácil manipulação, considerado como uma matéria prima bastante promissora, que proporciona filmes flexíveis, transparentes e biodegradáveis (FERNANDES *et al.*, 2019; ROCHA *et al.*, 2020; LEITE, ZANON e MENEGALLI, 2017; BONILLA *et al.*, 2013).

No entanto, os filmes biodegradáveis obtidos com amido apresentam várias desvantagens como a formação de filmes quebradiços, com alta permeabilidade ao vapor de água, são altamente hidrofílicos e têm resistência mecânica pobre especialmente em relação ao alongamento na ruptura (LI *et al.*, 2014). Portanto, necessita de agentes plastificantes para melhorar suas características, tornando os filmes biodegradáveis em materiais incolores, atóxicos e flexíveis, sendo o glicerol e o ácido cítrico uns dos agentes mais utilizados (DOMJÁN, BAJDIK e PINTYE-HÓDI, 2009; SHIRAI *et al.*, 2007; HENRIQUE, CEREDA e SARMENTO, 2008; VICENTINO *et al.*, 2011; SANTOS, 2018).

3.1.1 Amido de milho

A principal fonte botânica para a extração de amido é o milho, representando mais de 80% do mercado global (PARAGINSKI *et al.*, 2014) que é utilizado para diversas aplicações alimentares e não alimentares, como no desenvolvimento de polímeros biodegradáveis (WANG *et al.*, 2017).

A utilização do amido de milho como um dos principais agentes formadores na produção de filmes biodegradáveis se baseia nas propriedades químicas, físicas e funcionais da amilose na formação de géis. A sua utilização tem sido bastante enfatizada na literatura por ser considerada uma matéria-prima vegetal, abundantemente encontrada na natureza, custo

relativamente baixo e ser uma grande fonte de exploração econômica (MATTA JÚNIOR, 2009; LAPA, SILVA e SALES, 2020).

O amido de milho apresenta aproximadamente 73% de amilopectina e 27% de amilose, valores esses que variam com as diferentes fontes botânicas e as condições ambientais do local de cultivo (CORRADINI *et al.*, 2005; ŠÁRKA e DVOŘÁČEK, 2017).

Segundo Flint (1994), o grânulo de amido possui formato poliédrico e arredondado de tamanho médio de 15 μm , cruz de malta bem nítida, hilo central em forma de estrela e não apresenta estrias.

Em um estudo, verificou-se que os filmes à base de amido de milho obtidos pela técnica de *casting* apresentaram menores valores de solubilidade em água e melhores propriedades de resistência à tração do que os filmes à base de amido de mandioca (LUCHESE *et al.*, 2018). No trabalho feito por Malherbi (2015), os filmes confeccionados com gelatina, amido de milho e glicerol, em todas as concentrações e proporções apresentaram boa aparência, fácil manuseio e visivelmente homogêneos, sem presença de partículas insolúveis e zonas quebradiças, demonstrando o grande potencial na utilização do amido de milho na formação de filmes. E no estudo desenvolvido por Teklehaimanot, Ray e Emmambux (2020) os filmes produzidos de milho tiveram baixos valores de resistência à tração e permeabilidade ao vapor de água.

Porém, os filmes obtidos do amido de milho apresentam como desvantagem que absorvem água com muita facilidade e incham, perdendo assim suas propriedades mecânicas e ação de barreira (ARIETA, 2014). Por isso, para melhorar as propriedades dos filmes à base de amido de milho é interessante adicionar agentes plastificantes como o glicerol e o ácido cítrico e realizar a mistura de amidos de fontes amiláceas provenientes do Cerrado.

3.1.2 Amidos do Cerrado: banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato.

Amidos de milho, batata e mandioca que são denominados de amidos convencionais, estão sendo cada vez mais procurados no mercado devido à sua alta demanda para fins alimentícios, farmacêuticos, produtos biodegradáveis e entre outros. Desse modo, a alta competitividade torna essas fontes amiláceas inviáveis para a produção de filmes biodegradáveis (FERNANDES *et al.*, 2019; GOMES, ASCHERI e CAMPOS, 2016).

Novas alternativas vêm sendo pesquisadas visando a extração de amido para serem utilizados na produção de filmes biodegradáveis. O Cerrado brasileiro contém uma enorme biodiversidade de plantas, que possui uma quantidade expressiva de amidos, como é o caso da

fruta-do-lobo (FERNANDES *et al.*, 2019), parreira-do-mato (ASCHERI *et al.*, 2014), lírio-do-brejo (ASCHERI *et al.*, 2010, XAVIER *et al.*, 2019) e banha-de-galinha, (GOMES, ASCHERI e CAMPOS, 2016; RIBEIRO, ASCHERI e ASCHERI, 2017), pois, além da quantidade de amido encontrado, essas fontes amiláceas possui amido de qualidade, com grande potencial na formação de filmes biodegradáveis.

A faixa do diâmetro médio dos grânulos e teor de amilose dos amidos do lírio-do-brejo e da parreira-do-mato se encontra entre 25-38 μm e 26-37% de amilose, respectivamente. Do amido da fruta-do-lobo e banha de galinha está entre 16-18 μm e 27-30% de amilose, respectivamente, bem semelhante do encontrado em amido de milho, entre 5-25 μm e 26-28% de amilose (MOTA, ASCHERI e ASCHERI, 2009; ASCHERI *et al.*, 2010; ASCHERI *et al.*, 2014; RIBEIRO, ASCHERI e ASCHERI, 2017; WEBER, COLLARES-QUEIROZ e CHANG, 2009).

Segundo Fernandes *et al.* (2019) o amido da fruta-do-lobo pode ser obtido a baixo custo e em grandes quantidades principalmente em função da abundância do fruto encontrado no Cerrado brasileiro. Esta planta frutífera pode apresentar diversas vantagens devido a sua fácil localização, baixo custo e principalmente intensa frutificação, pois sua florada corresponde o período do ano inteiro (OLIVEIRA JUNIOR *et al.*, 2003; MARTINS e ASCHERI, 2018).

Na fruta-do-lobo, o amido é o constituinte presente em maior porcentagem sendo que seu teor varia de acordo com seu estágio de maturação (PEREIRA, 2011). A maior proporção de amido no fruto é encontrada no estágio de maturação verde e isso ocorre, pois, durante o amadurecimento do fruto, o amido é hidrolisado em açúcares (OLIVEIRA JUNIOR *et al.*, 2004). Segundo Konishi *et al.* (1991), a degradação do amido é um dos aspectos marcantes durante o processo de amadurecimento, produzindo açúcares redutores e/ou não redutores. No estudo desenvolvido por Corrêa *et al.* (2000), encontraram 9,98% de amido no fruto em estágio de maturação verde e 3,92% no estágio final do amadurecimento.

Segundo Santos (2009) os grânulos de amido de fruta-do-lobo apresentam formato esférico e irregular com diâmetro médio de 18,05 μm . E de acordo com o trabalho feito por Louzada (2018), os filmes produzidos a partir de amido e farinha de fruta-do-lobo produziram filmes mais resistentes, de menor solubilidade em água e flexibilidade satisfatória.

A banha-de-galinha também é conhecida como pacová de macaco, jacarandá-banana, jacarandá-de-sangue e banana-de-papagaio, seus frutos possuem cor amarela e em média seis sementes (MANSANO, LEWIS e TOZZI, 2002; RIBEIRO, ASCHERI e ASCHERI, 2017), que são grandes e ricas em amido.

O trabalho desenvolvido por Barbosa (2011) demonstrou que os grânulos do amido das sementes da banha de galinha apresentaram formato ovalado e achatado de tamanho médio de 27,71 μm .

No trabalho realizado por Gomes, Ascheri e Campos (2016), foi utilizado o amido de banha-de-galinha no desenvolvimento de revestimentos na aplicação na pós-colheita do tomate cereja. A cobertura obtida de banha-de-galinha apresentou proteção aos frutos e conferiu uma melhor aparência.

O lírio-do-brejo é uma macrófita aquática, encontrada em áreas alagadiças como mangues e brejos, considerada uma planta exótica e invasora. O lírio-do-brejo também é denominado como jasmim-do-brejo, são-josé e gengibre-branco (KISSMANN e GROTH, 1991; MACEDO, 1997), e apresenta alto teor de amido contido em seus rizomas (MOURA, 2008).

Segundo o trabalho realizado por Nunes *et al.* (2020), a morfologia do grânulo de amido do lírio-do-brejo, é influenciada pela altitude do local, ou seja, quanto mais se eleva a altitude, o formato dos grânulos do amido vai deixando de ser achatado e tornando-se arredondado. No trabalho desenvolvido por Bento (2018), foi encontrado alto teor de amilose nos rizomas do lírio-do-brejo de aproximadamente 59,1% e cristalinidade de 19,3% e verificado o aumento da solubilidade e do poder de intumescimento com o acréscimo de temperatura.

O amido obtido do lírio-do-brejo possui estrutura cristalina do tipo A, com teor de amilose superior aos teores médios dos amidos convencionais (mandioca, batata e milho). Os grânulos apresentam tamanhos variados (em torno da faixa de 38,2 μm), além de possuir elevada temperatura de empastamento e baixa tendência ao inchamento, e apresentar elevada estabilidade frente ao calor, sob agitação mecânica, e alta tendência à retrogradação (ASCHERI *et al.*, 2009, ASCHERI *et al.*, 2010).

Segundo o trabalho desenvolvido por Batista *et al.* (2014) os filmes produzidos do amido de lírio-do-brejo e glicerol proporcionaram materiais menos solúveis, menos permeáveis e mais resistentes a quebra em comparação aos filmes produzidos de amidos convencionais (milho, batata e mandioca).

De acordo com Ascheri *et al.* (2014) o amido de parreira-do-mato tem aproximadamente 26,6% de amilose e os grânulos apresentam formato elipsoidal com comprimento médio de 60 μm e largura média de 25 μm e possui estrutura cristalina do tipo B. Em relação a viscosidade e as propriedades de pasta os mesmos autores verificaram que as temperaturas de pico de gelatinização inicial e final foram 64,2 e 68,56°C, respectivamente, e

o perfil de viscosidade foi semelhante ao obtido do amido de mandioca, e obteve o pico de viscosidade com valor de 6500 cP, e apresentou menor tendência à retrogradação (600 cP).

Segundo Fernandes *et al.* (2014) filmes obtido de parreira-do-mato com o incremento do plastificante glicerol resultam em filmes biodegradáveis com menor solubilidade e permeabilidade, em relação aos testes mecânicos apresentam menor tensão e maior deformação.

3.2 Filmes Biodegradáveis

A redução dos recursos de petróleo, o uso extensivo do uso em matérias-primas na produção de embalagem, os graves problemas de poluição, o aumento na geração de resíduos sólidos não biodegradáveis, a dificuldade na reciclagem, a preocupação ambiental, a questão da sustentabilidade e a preservação ambiental tornou-se uma preocupação prioritária e mundial, e tem motivado a pesquisa e o desenvolvimento de polímeros renováveis e ecológicos a partir de fontes naturais renováveis que permitam a sua utilização em embalagens (BALAN *et al.*, 2020; ROCHA *et al.*, 2014; MORO *et al.*, 2017; LUBIS *et al.*, 2018; GOMES *et al.*, 2019; OLUWASINA *et al.*, 2019; DOMENE-LÓPEZ *et al.*, 2019; OLIVEIRA *et al.*, 2018).

Filmes biodegradáveis são membranas que possuem a função de inibir ou reduzir a migração da umidade, de gases como o oxigênio e o dióxido de carbono, lipídios, aromas, entre outros, para promover uma barreira semipermeável, os mesmos devem possuir propriedades mecânicas comparáveis aos plásticos de origem petroquímica, ausência de elementos tóxicos ou prejudiciais à saúde e ao meio ambiente (FAKHOURI *et al.*, 2012; ALBUQUERQUE e MALAFAIA, 2018).

Além disso, pode ser adicionado aos filmes biodegradáveis compostos ativos como antimicrobianos, antioxidantes, flavorizantes, vitaminas e aditivos, com o intuito de auxiliar a conservação e a integridade de alimentos, pois previnem a deterioração oxidativa e microbiana (FAKHOURI *et al.*, 2012; MELO, AOUADA e MOURA, 2017; SANTANA *et al.*, 2018; FAKHOURI *et al.*, 2007; ALBUQUERQUE e MALAFAIA, 2018).

Os filmes biodegradáveis derivados principalmente de biopolímeros comestíveis e aditivos de qualidade alimentar devem substituir completamente os materiais sintéticos utilizados como embalagens para a conservação de alimentos (DASH *et al.*, 2019).

As principais matérias primas utilizadas na produção de filmes biodegradáveis são as proteínas (caseína, gelatina, ovoalbumina, zeína, glúten de trigo, proteínas miofibrilares), os lipídios (monoglicerídeos, ceras, própolis e ésteres de ácido graxo) e os polissacarídeos (amido, celulose, quitosana, pectina, alginato, carragena, colágeno), ou a combinação dos mesmos e

aproveitamento de resíduos industriais, permitindo a exploração das características funcionais de cada classe, essas matérias primas possuem cadeias longas são capazes de produzir matrizes contínuas que dão estrutura ao filme biodegradável (FAKHOURI *et al.*, 2007; KANG e SEA, 2010; FARIAS *et al.*, 2012).

A escolha do material a ser utilizado na produção dos filmes biodegradáveis é muito importante, pois deste dependerão as interações entre os componentes do material, que vão interferir diretamente nas propriedades de barreira, mecânicas e na funcionalidade dos filmes (BALDWIN e CARRIEDO, 1994).

Inúmeros trabalhos e pesquisas no mundo inteiro vêm mostrando a aplicabilidade do amido na produção de filmes biodegradáveis, pois, o amido é uma matéria-prima abundante e disponível em vários organismos vegetais e apresenta muitas possibilidades de modificação física, química, enzimática e genética (SHIMAZU, MALI e GROSSMANN, 2007). Os filmes produzidos a partir de amido apresentam características físico-químicas, térmicas e mecânicas apropriadas, uma vez que são isotrópicos, inodoros, não tóxicos, biodegradáveis, sem sabor, incolores e constituem uma boa barreira para a transferência de oxigênio e altamente biodegradáveis, possuindo vantagens incomparáveis sobre outros materiais de embalagens de alimentos (YAN *et al.*, 2012; NIU *et al.*, 2021; LI *et al.*, 2020).

Thakur *et al.* (2019) enfatizaram que as propriedades dos filmes à base de amido podem também ser influenciadas pela adição de agentes plastificantes, co-biopolímeros e condições de armazenamento.

3.3 Delineamento de Misturas

O desenvolvimento de experimentos com o intuito de se realizar misturas para a confecção de produtos que envolvem mais de um componente requer um delineamento estatístico específico denominado de delineamento de misturas. Nestes experimentos, dois ou mais componentes são misturados em diversas proporções e os aspectos dos produtos resultantes são registrados com o intuito de verificar as alterações decorrentes das proporções dos componentes da mistura. Portanto, as respostas ou propriedades dependem, somente, das proporções dos componentes presentes na mistura e não da quantidade absoluta na mistura (CORNELL, 1990; THONSON, 1981; BORSATO *et al.*, 2010). As proporções dos diversos componentes da mistura não são independentes e a soma de todos deve totalizar sempre 100% (BARROS NETO, SCARMINIO e BRUNS, 1995; ZAUBERAS *et al.*, 2004).

Segundo Gomes *et al.* (2005) a abordagem do delineamento de misturas tem como objetivo e vantagem a redução do número de experimentos necessários para determinação de propriedades ótimas do sistema em estudo. No caso da produção de filmes biodegradáveis em função de misturas de amidos visa o ponto ótimo em relação à solubilidade em água dos filmes.

Por meio dos resultados obtidos no delineamento de misturas, pode-se utilizar modelos matemáticos como polinômios simplificados que definem uma superfície de resposta para relacionar a propriedade de interesse às várias proporções utilizadas no experimento. Isso possibilita a previsão quantitativa das propriedades de qualquer formulação no sistema estudado, realizando-se somente alguns experimentos, desse modo otimizando o tempo e o custo (GOMES *et al.*, 2005).

Nesse contexto o delineamento de misturas é uma ferramenta poderosa para se chegar às condições otimizadas de um processo, ao desenvolvimento da formulação de determinados produtos dentro das especificações desejadas ou simplesmente para avaliar os efeitos ou impactos que os fatores possuem nas respostas e/ou propriedades desejadas (RODRIGUES e IEMMA, 2005; FARAONI *et al.*, 2012).

Portanto, o objetivo de realizar misturas de amidos na produção de filmes é de se obter propriedades superiores quando comparadas às propriedades de filmes confeccionados de amido individualmente.

3.4 Agentes Plastificantes

O amido não é um termoplástico em sua forma nativa, no entanto, na presença de um plastificante adequado, temperatura e cisalhamento, os grânulos de amido podem ser convertidos em amido termoplástico, que pode ser processado como termoplásticos convencionais (DERUNGS *et al.*, 2021; GIURI *et al.*, 2018).

Para superar as limitações dos filmes confeccionados exclusivamente com amido (quebradiços, pouco maleáveis, elevada higroscopia e baixa adequação ao processamento industrial), com o intuito de aumentar a sua elasticidade e manuseabilidade dos filmes, se faz necessário a adição de plastificantes, que são agentes de baixa massa molecular, que quando incorporados nos filmes aumentam sua termoplasticidade com a capacidade de posicionar-se entre as moléculas do polímero conferindo maior flexibilidade e resistência aos materiais (MALI *et al.*, 2005; GONTARD, GUILBERT e CUQ, 1993; HAN, 2014; JIMENEZ *et al.*, 2012).

Em quantidades adequadas o plastificante aumenta a mobilidade molecular, o alongamento e a resistência à ruptura do filme biodegradável (MANIGLIA *et al.*, 2019; KARIM *et al.*, 2020). Ao ser adicionado ao polímero, o plastificante atua como solvente que penetra na matriz polimérica modificando seu arranjo molecular. Se o plastificante for compatível com a matriz polimérica, toda a estrutura será desintegrada aos poucos durante a diluição, com as moléculas do plastificante se posicionando entre as macromoléculas, ocasionando a separação entre elas, desse modo aumentando a mobilidade entre as cadeias (RABELO, 2000; CARR, 2007), como é o caso do glicerol e do ácido cítrico.

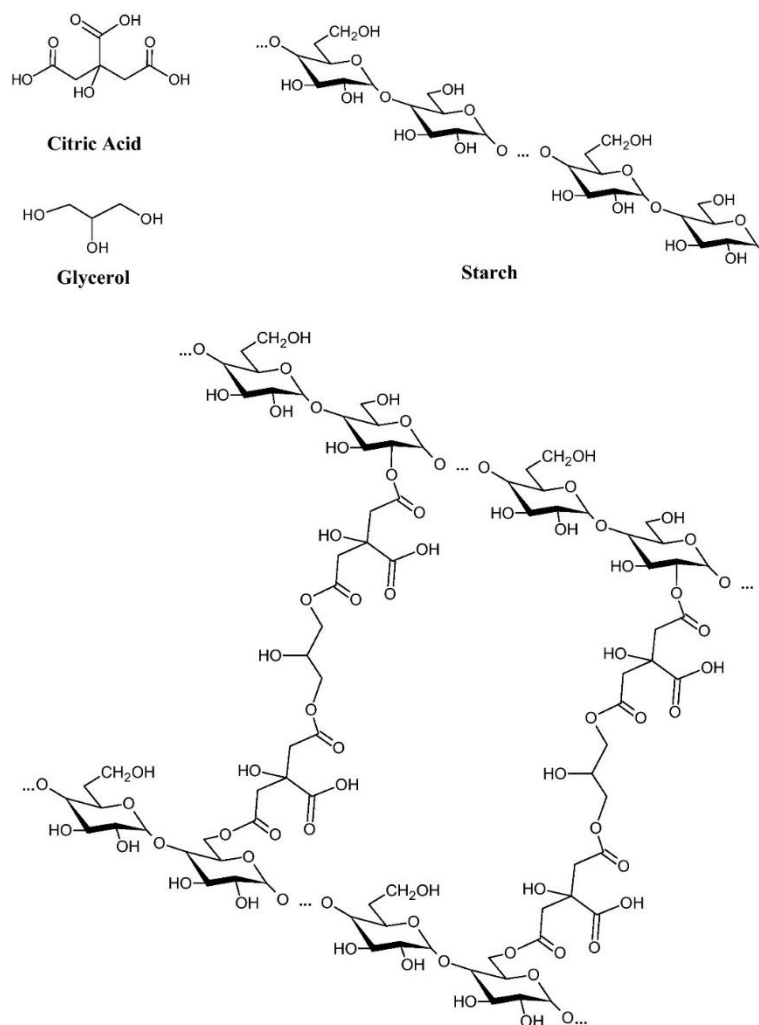
O glicerol é um tri-álcool com três carbonos, tendo como nome sistemático 1,2,3-propanotriol. Consiste em um líquido incolor, com gosto adocicado, inodoro e com alta viscosidade, que pode ser oriundo de fontes naturais ou petroquímicas (co-produto da produção de biodiesel). Por ser uma molécula pequena e de baixa volatilidade, facilmente ganha acesso entre as cadeias constituintes do amido por meio de ligações de hidrogênio, reduzindo as interações intermoleculares, resultando no aumento da mobilidade dessas cadeias, aumentando, assim, a flexibilidade dos filmes (SHIMAZU, MALI e GROSSMANN, 2007; RODRIGUES, 2019; NUNES, NASCIMENTO e SERRA, 2021).

O ácido cítrico é caracterizado por ser uma molécula pequena com a presença de grupos hidrofóbicos e hidrofílicos, é utilizado como compatibilizante em filmes à base de amido, propiciando melhorias nas propriedades mecânicas e na resistência ao vapor de água (GARCIA, 2014).

O ácido cítrico em razão da sua estrutura multicarboxílica com um grupo hidroxila, é considerado um agente multifuncional podendo atuar de diferentes formas dependendo da concentração usada: plastificante interno (monoéster), agente de ligação cruzada (diéster) e agente hidrolítico (GARCIA *et al.*, 2011).

A reação de reticulação aparece como uma abordagem comum para limitar a retrogradação do amido e melhorar seu desempenho para várias aplicações. Na Figura 2, tem-se o esquema do sistema reticulado entre amido, ácido cítrico e glicerol, estudado por Seligra *et al.* (2016). Segundo os autores o esquema, mostra uma estrutura aberta, com uma diminuição nas interações intramoleculares das cadeias de amido e com grupos OH livres, disponíveis para interagir facilmente com os grupos OH da água. Portanto, embora os filmes com ácido cítrico devem ter menos grupos OH do que aqueles sem ácido cítrico devido às interações entre amido, glicerol e ácido cítrico, eles formam uma rede mais aberta, de forma que a difusão das moléculas de água é mais rápida explicando a aceleração do processo de gelatinização dos grânulos de amido.

FIGURA 2 – Ilustrações esquemáticas de ácido cítrico, glicerol, amido e possível estrutura do sistema reticulado.



Fonte: SELIGRA *et al.*, 2016.

3.5 Irradiação e Moldagem por compressão térmica

Os filmes à base de amido podem ser facilmente produzidos por técnicas de *casting*, *tape-casting*, fundição e extrusão, podendo ser processados por termo-compressão ou injeção (MORAES *et al.*, 2013; FOURATI *et al.*, 2020; LÓPEZ *et al.*, 2015; CAGIAO *et al.*, 2004).

Grande parte dos estudos relatam a produção de filmes a partir do amido utilizando a técnica de *casting*, bastante difundida na literatura (FRANCO *et al.*, 2020; MELO, AOUADA e MOURA, 2017; LOPES *et al.*, 2018; SILVA *et al.*, 2019). Esta técnica é baseada na dispersão ou solubilização do agente formador do filme, no caso o amido em um solvente (água, etanol, ácidos orgânicos, acetona, metanol), e acréscimo de aditivos (plastificantes e agentes de liga), obtendo-se uma solução ou dispersão filmogênica, com deposição em um molde adequado. Após o preparo, as soluções filmogênicas devem passar por uma operação de secagem para a

evaporação do solvente em condições controladas para que ocorra a formação dos filmes (MALI, GROSSMANN e YAMASHITA, 2010; MORAES *et al.*, 2015; PELISSARI *et al.*, 2019; ARAÚJO *et al.*, 2012; COLTELLI *et al.*, 2016).

Apesar de ser uma técnica muito utilizada, a mesma apresenta algumas desvantagens como a grande quantidade de solvente utilizado para solubilizar a mistura filmogênica, como por exemplo, a metodologia proposta por Fernandes *et al.* (2019), que em 2 gramas usa-se 100 mL de água destilada, que produz quatro soluções filmogênicas de 25 mL, demonstrando o excesso de água para elaborar filmes biodegradáveis.

Outra questão em relação à técnica de *casting* é a demora e o alto custo durante o processo de secagem das soluções filmogênicas, pois, dependendo da matéria prima usada na confecção dos mesmos, a secagem pode ser acima de 24 horas, tornando um processo lento e caro quando se pensa no custo com a energia elétrica e inviável quando se trata de produção de filmes em escala industrial.

Segundo Sobral (2000) outra desvantagem na técnica de *casting* é em relação ao controle da espessura dos filmes biodegradáveis, devido às dificuldades na precisão e no controle da alíquota adicionada no suporte, portanto, não há o controle da uniformidade dos filmes. E Mali, Grossmann e Yamashita (2010), descreveram a dificuldade de se retirar o filme do suporte utilizado (placa de Petri), sem que cause danos físicos ao material, e Zhai, Yoshii e Kume (2003) relataram a dificuldade de produção de filmes de grandes dimensões pela técnica de *casting*.

Uma forma de se produzir filmes, diminuindo a quantidade de solvente (água) utilizado, acelerar o processo de secagem e principalmente otimizar o tempo e custo na produção de filmes e amenizar as desvantagens descritas acima é utilizar a técnica de irradiação e moldagem por compressão térmica.

A aplicação de micro-ondas no processamento de amidos vem aumentando devido ao fato desta energia ser considerada mais eficiente que a do processo de aquecimento convencional (ALTON, 1998). Além disso, tem-se economia de espaço e a eficiência da energia, uma vez que a maior parte da energia eletromagnética é convertida em calor (MERMELSTEIN, 1997).

O estudo realizado por Lewandowicz, Fornal e Walkowski (1997), mostrou que irradiação no micro-ondas afetou significativamente as propriedades, estrutura e comportamento dos amidos de mandioca e batata, causando a elevação da temperatura de pasta, redução da solubilidade e mudança na estrutura cristalina dos grânulos.

Na literatura encontra-se a utilização da irradiação gama em filmes à base de proteína como descrito no trabalho de Fernandes *et al.* (2015), que usou a irradiação na produção de filmes biodegradáveis a partir de concentrado de leite irradiado, que resultou na formação de filmes com menor coesividade, dando origem a uma rede proteica mais solúvel em água. Estudos mostram que o emprego da irradiação causa o decréscimo da permeabilidade ao vapor de água e proporciona melhorias nas propriedades mecânicas dos filmes biodegradáveis (BRAULT, D'APRANO e LACROIX, 1997; LACROIX *et al.*, 1998; MEZGHENI, D'APRANO e LACROIX, 1998; SOARES, 2012; SABATO *et al.*, 2001).

Diversos trabalhos têm mostrado a produção de filmes biodegradáveis com a utilização da extrusora associada com moldagem por compressão térmica (ORTIZ *et al.*, 2013; RETT, 2010; BONA, 2007; FARIAS, 2016). A moldagem por compressão térmica consiste na aplicação de calor e pressão mecânica na produção de filmes (RETT, 2010).

Na literatura encontra-se que a produção de espumas de amido pode ser elaborada pelas técnicas de moldagem por compressão térmica e aquecimento de micro-ondas (SOYKEABKAEW, CHULEEPORN e SUWANTONG, 2015). A moldagem por compressão térmica de espumas emprega duas placas de aço paralelas onde a massa de amido (amido, água e aditivos) é processada para formar uma estrutura rígida por intumescimento, gelatinização e formação de rede (MACHADO *et al.*, 2018; PORNSUKSOMBOON *et al.*, 2016).

Ainda não se tem relatos na literatura aplicando-se a irradiação no micro-ondas na gelatinização dos grânulos de amido associado a moldagem por compressão térmica na produção de filmes biodegradáveis à base de amido, por isso, a relevância deste trabalho ao estudar essas técnicas.

3.6 Biodegradabilidade

A dificuldade de materiais plásticos serem degradados no meio ambiente se deve ao fato de apresentarem os seguintes aspectos: alta massa molar e serem hidrofóbicos, o que dificulta a ação dos microrganismos e de suas enzimas na superfície do polímero. Por esse motivo, os plásticos de origem petroquímica ocasionam graves problemas ambientais, devido ao longo tempo necessário para sua degradação (MANO, PACHECO e BONELLI, 2010; RAHMANI *et al.*, 2013).

O termo material biodegradável é usado para descrever aqueles materiais que podem ser degradados pela ação enzimática de organismos vivos, como por exemplo, bactérias, leveduras, fungos e os produtos finais do processo de degradação, podem ser os seguintes

elementos: CO₂, H₂O e biomassa em condições aeróbias e hidrocarbonetos, metano e biomassa sob condições anaeróbias (JARAMILLO *et al.*, 2016). Durante o processo de biodegradação, os polímeros são quebrados em cadeias curtas e/ou oligômeros, tem sua estrutura modificada, seguido por assimilação e mineralização microbiana (LV *et al.*, 2018).

O teste de biodegradação avalia a tendência dos componentes do polímero se degradar pela ação dos microrganismos (NOURADDINI, ESMAILI e MOHTARAMI, 2018). A avaliação da biodegradabilidade de polímeros inclui três fases: desintegração, biodegradação e ecotoxicidade. A capacidade de biodegradação dos polímeros pode ser afetada pela presença de ativos como a adição de agentes plastificantes ou interações provenientes das misturas de materiais. Isto deve ser analisado para garantir que os materiais recém-criados cumpram com os requisitos de serem biodegradáveis sem causar nenhum impacto ambiental (TAMPAU, GONZÁLEZ-MARTÍNEZ e CHIRALT, 2020).

Em vários estudos presentes na literatura, foi demonstrado que polímeros à base de amido possui tempo de biodegradação menor do que outros materiais poliméricos, como PLA (ácido polilático) e PBAT poli(butileno adipato co-tereftalato) (KARIM *et al.*, 2020; SHARMA, MAJUMDAR e BUTOLA, 2021; SELIGRA *et al.*, 2016; ZHANG *et al.*, 2021). Polímeros a base de amido possuem a característica de serem mais biodegradáveis, devido ao fato de que alguns microrganismos presentes no solo utilizam o amido como fonte de nutrientes para a realização de suas funções vitais e secretam enzimas que consomem o polímero (RODRIGUES *et al.*, 2015). Segundo Seliagra *et al.* (2016) filmes à base de amido são utilizados como fonte de energia para o crescimento microbiano. Uma grande vantagem é que além da ação enzimática dos microrganismos, os polímeros também podem se degradar por processos não enzimáticos, como a fotólise e hidrólise (MARTINS FRANCHETTI e MARC, 2006).

Uma das vantagens de um polímero com um rápido tempo de biodegradação é pensando em aterros sanitários, pois o volume de resíduos a ser compactado também seria reduzido. Uma diminuição no tempo de degradação, mesmo de poucos dias, representa uma redução significativa de volume de resíduos sólidos gerados, portanto, diminuindo o efeito danoso ao meio ambiente gerado pelo descarte de resíduos de origem petroquímica (JARAMILLO *et al.*, 2016).

Existem várias metodologias para avaliar a biodegradação de materiais poliméricos em condições aeróbias e anaeróbias (SILVA *et al.*, 2020). As metodologias geralmente utilizadas são respirômetro de Bartha, análise visual, perda de massa, alterações nas propriedades mecânicas, espectroscopia de infravermelho, análise termogravimétrica,

quantificação de CO₂ (SILVA *et al.*, 2020; LUCHESE *et al.*, 2018; KATERINOPOULOU *et al.*, 2019; WEERAPOPASIT e PRACHAYAWARAKORN, 2019; MAJEED *et al.*, 2017; TAMPAU, GONZÁLEZ-MARTÍNEZ e CHIRALT, 2020).

Ao avaliar a biodegradabilidade de polímeros, deve-se levar em consideração a constituição e o comportamento físico, químico e mecânico do material em estudo e principalmente o meio que será inserido o polímero, ou seja, as condições ambientais e as características inerentes ao solo que este material será depositado (BRITO *et al.*, 2011).

A *American Society for Testing and Materials* (ASTM) desenvolveu uma metodologia padronizada para determinar a biodegradação de materiais plásticos com base no consumo de oxigênio e/ou na evolução de CO₂ (ASTM D5988, 2012). Este método aeróbio de enterramento do solo é comumente utilizado para estudar a biodegradação de materiais poliméricos devido à sua simplicidade e semelhança com as condições reais de campo (TAI *et al.*, 2019; BADIA *et al.*, 2017; OPREA, 2015; ZAFAR, HOULDEN e ROBSON, 2013). A desvantagem do método é que o mesmo utiliza solo simulado, e, portanto, não simula as condições naturais do ambiente, tornando o ensaio de biodegradabilidade limitado ao ambiente de laboratório, não levando em consideração o efeito edáfico sobre a biodegradabilidade dos filmes.

3.6.1 Efeito edáfico

O solo é a camada superficial da crosta terrestre, formada por materiais inorgânicos e resíduos orgânicos em diferentes fases de decomposição, caracterizando a fase sólida do solo, além da água e ar, formando assim um sistema trifásico (EMBRAPA, 2018).

As partículas da fase sólida variam muito em tamanho, cor, quantidade, organização, composição química, granulometria, textura, estrutura, porosidade, permeabilidade, fertilidade, consistência e entre outras características (MOREIRA *et al.*, 2013, MENDONÇA, 2006). Essa diversidade de aspectos que os solos podem ter está interligado diretamente com o material de origem, ou seja, a rocha mãe, que sofreu intemperismo físico e/ou químico. Os agentes do intemperismo que atuam em conjunto são os grandes responsáveis pela formação dos diferentes tipos de solos.

Os solos são misturas bastante complexas, não deve-se dar ênfase somente na parte mineral do solo, pois, como citado anteriormente, na sua constituição entra a parte orgânica, a fase líquida e a gasosa, e também não menos importante a fauna edáfica, ou seja, os organismos vivos, que são os responsáveis por diversos processos biológicos e enzimáticos que ocorrem no solo. Portanto, a variabilidade e heterogeneidade dos solos, que provoca a alteração de algo ou

a interferência em algum processo é denominado de efeito edáfico, ou seja, em outras palavras é a capacidade do solo causar efeito em algum produto de estudo, levando em consideração os atributos físicos, químicos e microbiológicos do solo.

Quando se trata em estudar a biodegradabilidade de filmes à base de amido é importante estudar as características do ambiente em que esse material será descartado. Portanto, é relevante conhecer e avaliar os atributos físicos, químicos e microbiológicos dos solos, já que o filme entrará em contato direto com o solo e sofrerá transformações mais lentas ou aceleradas, isto dependerá justamente da composição do solo. Nesse contexto se torna imprescindível conhecer quais elementos contidos no solo são mais favoráveis e/ou limitantes ao processo de biodegradação natural dos filmes.

Os nutrientes presentes no solo como o cálcio, alumínio, fósforo, etc., podem interferir no processo de biodegradação dos filmes, acelerando ou retardando este processo, uma vez que os nutrientes no solo, fazem parte dos chamados cofatores do ciclo biológico dos microrganismos que possuem enzimas adequadas que tem como objetivo o rompimento das ligações químicas da cadeia principal do polímero, o que modificam a estrutura química do filme biodegradável, ocorrendo assim o enfraquecimento do polímero e ocorrendo a biodegradação. As condições edafoclimáticas podem resultar em uma diversidade de microrganismos, com reflexo sobre a velocidade de degradação dos resíduos e na ciclagem dos nutrientes (TIEMANN *et al.*, 2015).

A atividade microbiológica possui extrema importância no desenvolvimento da biodegradação, pois existem muitas enzimas encontradas no solo, e estas, por sua vez, podem ser ativas em processos bióticos e abióticos. As enzimas são produzidas por microrganismos, presentes nos solos e nas raízes das plantas. Fungos são importantes produtores de enzimas oxidativas, como Mn-peroxidase e lignina peroxidase que podem contribuir para a degradação de materiais sintéticos e biopolímeros. As enzimas do solo são encontradas em células em proliferação ou latentes, restos celulares, argilas e coloides húmicos (RODRIGUES *et al.*, 2015).

Nesse contexto, é fundamental realizar a caracterização dos solos e conhecer todos seus atributos (MAJEED *et al.*, 2017), que podem vir a interferir no processo de biodegradação dos filmes à base de amido. Por esta razão se torna necessário investigar os aspectos do solo (granulometria, teor de matéria orgânica, pH e porosidade) para verificar qual a ligação desses fatores na biodegradabilidade, pois, estudos de forma geral, apontam somente a interferência da ação de microrganismos, no entanto, a composição físico-química do solo e as condições

ambientais, também afetam significativamente na biodegradabilidade dos polímeros (FRANCHETTI e MARCONATO, 2006).

3.6.2 Análise e processamento digital de imagem

A análise e processamento digital de imagem (PDI) envolve uma enorme gama de processos, na qual as entradas e saídas são imagens e engloba processos de extração de atributos e reconhecimento de objetos individuais (SILVA, 2017). As imagens digitais podem ser analisadas para diversos fins em distintas áreas, e ao aplicar as técnicas do PDI, podem-se realizar coletas específicas de registros e extrair vários dados (PINHO *et al.*, 2017), que resultam em informações que facilitem as tomadas de decisões.

Nesse sentido, faz-se necessário a inserção tecnológica e direcionada para a avaliação da biodegradabilidade, no qual se possam usar ferramentas que auxiliem na tomada de decisão quanto as condições que são mais favoráveis ao fenômeno da biodegradabilidade e também verificar quais materiais são mais susceptíveis a este processo.

Na literatura não se encontra estudos demonstrando o uso da ferramenta PDI na avaliação da biodegradabilidade de filmes de amidos, por isso a importância da utilização do PDI que consiste em uma ferramenta sofisticada com o objetivo de monitorar a biodegradação, otimizando tempo e custo tornando-se um procedimento mais ágil, visto que as metodologias destinadas a mensuração da biodegradabilidade consistem em métodos minuciosos e ultrapassados tecnologicamente.

O *ImageJ* é um software de domínio público, que constitui um instrumento eficiente nas etapas de tratamento e processamento de imagens. O *software ImageJ* apresenta diversas funções, como o cálculo de áreas e pixels, medição de ângulos e distâncias e também possibilita a exibição, edição, análise e processamento, além da facilidade em salvar e imprimir imagens de 8 bits, 16 bits e 32 bits, bem como realizar leitura em vários formatos de imagens: TIFF, GIF, JPEG, dentre outros (SCHNEIDER, RASBAND e ELICEIRI, 2012; FERREIRA *et al.*, 2020).

O grande êxito do uso da análise de imagem vem corroborando que o *ImageJ* se torne uma ferramenta a ser inserida no cenário da pesquisa científica (SCHNEIDER, RASBAND e ELICEIRI, 2012; DIAS, 2008; SILVEIRA *et al.*, 2018; DIAS *et al.*, 2010), devido a sua praticidade e versatilidade, principalmente no monitoramento de biodegradação, por meio da medição da área degradada dos filmes à base de amidos.

O *Octave* é um software livre, que utiliza linguagem de programação científica, sintaxe orientada à matemática com ferramentas integradas de plotagem e visualização, possui compatibilidade com muitos scripts do *software Matlab*®, possuindo um grande número de funções semelhantes (JESUS *et al.*, 2020).

O *software Octave* é especialista em cálculos computacionais, em especial álgebra linear, integração de funções, manipulação polinomial e integração (OCTAVE, 2009). O software possui uma facilidade para a manipulação de matrizes o que potencializa seu uso em aplicações que realizem processamento digital de imagens (LIMA, 2009).

Os comandos do *Octave* relacionado com processamento digital de imagens são incorporados em bibliotecas como a denominada de “image” (EATON *et al.*, 2015). Por meio desses comandos pode-se realizar diversas técnicas de PDI como: histogramas, equalização, aplicação de filtros, exibição de canais de cores, binarização, componentes conexos, segmentação e entre outros.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Os experimentos foram conduzidos nos Laboratórios de Pesquisa do curso de Química, Química 2, Engenharia Agrícola, Espectroscopia de Mössbauer, Centro de Análises, Inovação e Tecnologia da UEG, Pós-colheita, Solo, Água e Saneamento e Química Funcional e Polímeros Naturais, situados no Campus Central – Sede: Anápolis – CET, Laboratório de Propriedades Físicas e Extrusão de Alimentos localizado na Embrapa Tecnologia de Alimentos - Rio de Janeiro e Laboratório de Biologia do solo da Escola de Agronomia, situado na Universidade Federal de Goiás (UFG).

4.1 Material

O amido comercial de milho (*Z. mays*, MI) da marca Maizena® foi adquirido no mercado local da cidade de Anápolis. Os amidos nativos: banha-de-galinha (*S. burchelli*), fruta-do-lobo (*S. lycocarpum*), lírio-do-brejo (*H. coronarium*) e parreira-do-mato (*C. simsiana*) foram extraídos de plantas do Cerrado de acordo com a metodologia descrita por Ascheri *et al.* (2010) e Gomes, Ascheri e Campos (2016). Os frutos: banha-de-galinha (BG) e fruta-do-lobo (FL), os rizomas do lírio-do-brejo (LB) e as raízes da parreira-do-mato (PM) foram colhidos no perímetro rural do Município de Gameleira de Goiás (latitude 16° 27' 48" Sul, longitude 48° 38' 43" Oeste e altitude de 1,022 m). O amido da FL foi extraído dos frutos imaturos (coloração verde da casca), o amido de BG foi extraído por meio das sementes das frutas maduras.

4.2 Métodos

4.2.1 Caracterização dos amidos

4.2.1.1 Amilose aparente

A amilose aparente de todos os amidos foi estimada pelo método descrito por Rincón e Padilla (2004), em triplicata.

4.2.1.2 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada no Centro de Análises, Inovação e Tecnologia da UEG. O microscópio eletrônico de varredura (MEV) de bancada modelo TM

3000PLUS (Hitachi, Tokyo, Japan) foi utilizado para a análise microscópica dos amidos. As amostras previamente secas em estufa com recirculação de ar forçada (Marconi MA035, Piracicaba, Brasil) a 105 °C foram fixadas em uma fita adesiva de dupla-face de carbono no corpo de prova, dispostos no porta-amostras (Figura 3A) e conduzidos no interior da cabine sob pressão negativa do MEV (Figura 3B). O feixe de elétrons foi gerado por uma lâmpada de carbono com filamento de tungstênio, com tensão de aceleração de 15 kV e ampliação de 2000x.

FIGURA 3 – Microscopia Eletrônica de Varredura: (A) Corpo de prova disposto no porta-amostras; (B) Microscópio eletrônico de varredura.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

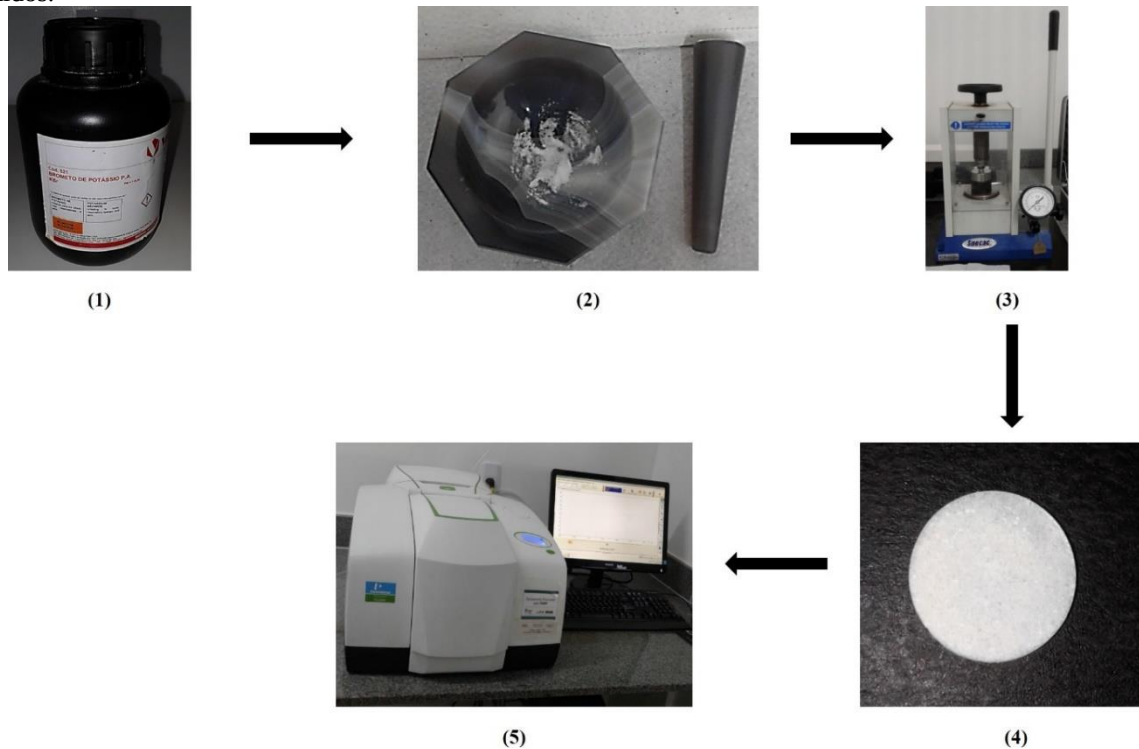
A distribuição do tamanho dos grânulos foi determinada usando uma análise de imagem Leica LAS EZ (Wetzlar, Alemanha) registrada diretamente no microscópio Leica DM E (Wetzlar, Alemanha) localizado no Laboratório de Propriedades Físicas e Extrusão de Alimentos localizado na Embrapa Tecnologia de Alimentos - Rio de Janeiro. Amostras de amido foram suspensas em água destilada para fornecer uma imagem mais nítida dos grânulos e analisadas pelo *software Leica Application Suite LAS EZ v. 2.0.0* (Wetzlar, Alemanha). Para cada amostra, cerca de 100 grânulos de amido foram observados e medidos usando o *Software ImageJ*. Para os grânulos de amido de formas irregulares, as dimensões mais longas dos grânulos foram tomadas como diâmetros.

4.1.2.3 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A análise de espectroscopia de infravermelho foi realizada no Centro de Análises, Inovação e Tecnologia da UEG. A técnica de KBr foi utilizada na caracterização da composição química dos amidos. Os espectros foram obtidos com a utilização de um espectrômetro FTIR MID Perkin Elmer, na faixa espectral de 400 a 4000 cm^{-1} com resolução de 4 cm^{-1} , com 16 varreduras. Os espectros dos amidos foram obtidos com pastilhas de KBr, que foram preparadas

por meio da homogeneização de 100 mg de KBr e 1 mg da amostra, com auxílio do pistilo. A pastilha foi obtida por meio de prensagem obtida por meio de compressão a 5 toneladas por 5 minutos (Figura 4). Antes de iniciar a leitura das amostras foi necessário realizar o Blackground com a pastilha contendo 100 mg de KBr.

FIGURA 4 – Fluxograma do procedimento utilizado para a análise de Espectroscopia de Infravermelho dos amidos.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

4.1.2.4 Difração de raio-X (DRX)

As análises de DRX das amostras de amidos foram realizadas no Laboratório de Propriedades Físicas e Extrusão de Alimentos localizado na Embrapa Tecnologia de Alimentos - Rio de Janeiro. A análise de DRX das amostras foi realizada em difratômetro Bruker (AXS D8 Advance), com radiação Cu-K α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), a 25° C. A faixa de varredura de difração foi definida em ângulos $5 < 2\theta < 60^\circ$ com uma taxa de varredura de 5° min^{-1} . A tensão de operação e a corrente foram de 20 kV e 40 mA, respectivamente.

Os difratogramas foram calculados pelo método de deconvolução (RAMBO e FERREIRA, 2015). Picos individuais de área foram encontrados pela função Gaussiana e o índice de cristalinidade foi calculado usando a Equação (1):

$$X_c (\%) = 100 \times \frac{A_c}{(A_c + A_a)} \quad (1)$$

Em que:

X_C = índice de cristalinidade (%);

A_C = soma das áreas dos picos cristalinos; e

A_a = área amorfa calculada a partir dos difratogramas.

Um pico largo em cerca de $21,5^\circ$ foi atribuído à contribuição amorfa.

4.1.2.5 Análise termogravimétrica (TGA) e termogravimetria derivada (DTG)

A análise de TGA e DTG foram realizadas no Laboratório de Propriedades Físicas e Extrusão de Alimentos localizado na Embrapa Tecnologia de Alimentos - Rio de Janeiro. Os termogramas de todas as amostras foram obtidos com o auxílio de um analisador termogravimétrico PerkinElmer (Pyris 1 TGA). Entre 5 e 7 mg de cada amostra foram colocados em um porta-amostras de platina e submetidos ao aquecimento a $10^\circ\text{C por min}^{-1}$ em atmosfera de nitrogênio com fluxo de 20 mL min^{-1} até 700°C .

4.1.2.6 Viscosidade e propriedades da pasta

A propriedades da pasta e viscosidade dos amidos foram determinadas no Laboratório de Propriedades Físicas e Extrusão de Alimentos localizado na Embrapa Tecnologia de Alimentos - Rio de Janeiro. O Rapid Visco Analyzer (RVA 4, Newport Scientific PTY, Warriewood, Austrália) foi utilizado para medir a viscosidade aparente das amostras seguindo o método padrão descrito no manual do equipamento. Uma amostra de amido (10% p/p, base de peso seco) foi submetida ao seguinte programador de aquecimento e resfriamento: equilibrada a 50°C por 1 min, aquecida a 12°C/min a 95°C , mantida a 95°C por 2,7 min, resfriado na mesma taxa a 50°C , e mantido a 50°C por 2 min. As leituras de viscosidade da pasta foram: temperatura de pasta (T_p), viscosidade de pico ($V_{\max}$, viscosidade máxima durante o aquecimento), viscosidade mínima ($V_{\min}$), viscosidade final (V_{End}), quebra (QB, a diferença entre a viscosidade de pico e a viscosidade mínima) e o índice de retrogradação (diferença entre a viscosidade final e a viscosidade mínima). Os perfis de viscosidade foram avaliados em triplicata e os valores médios dos parâmetros de viscosidade avaliados foram relatados.

4.2.2 Planejamento Experimental

4.2.2.1 Otimização da produção de filmes de amidos em função das misturas

As composições dos filmes em função das amostras de amido foram formuladas empregando a metodologia de modelagem de misturas do planejamento experimental proposto por Cornell (1990).

Para definir as composições foi utilizado um planejamento em rede simplex {5,2}: cinco amostras de amido e aplicação de modelos matemáticos até o segundo grau, respectivamente, aumentado com pontos interiores e centroide. As combinações dos amidos encontram-se na Tabela 1.

A maximização das condições dos processos de irradiação por micro-ondas convencional para a produção das pastas filmogênicas e a moldagem por compressão térmica das mesmas foram previamente estudadas em Farias *et al.* (2019). O melhor tempo foi de 10 s à máxima potência de irradiação (100%). As melhores condições de moldagem por compressão térmica foram estabelecidas aplicando uma força de 1,5 t a 120 °C por 2 min.

TABELA 1 – Composições obtidas por meio do planejamento em rede simplex {5,2}, aumentado em relação à concentração de massa de amido em gramas utilizado na produção dos filmes.

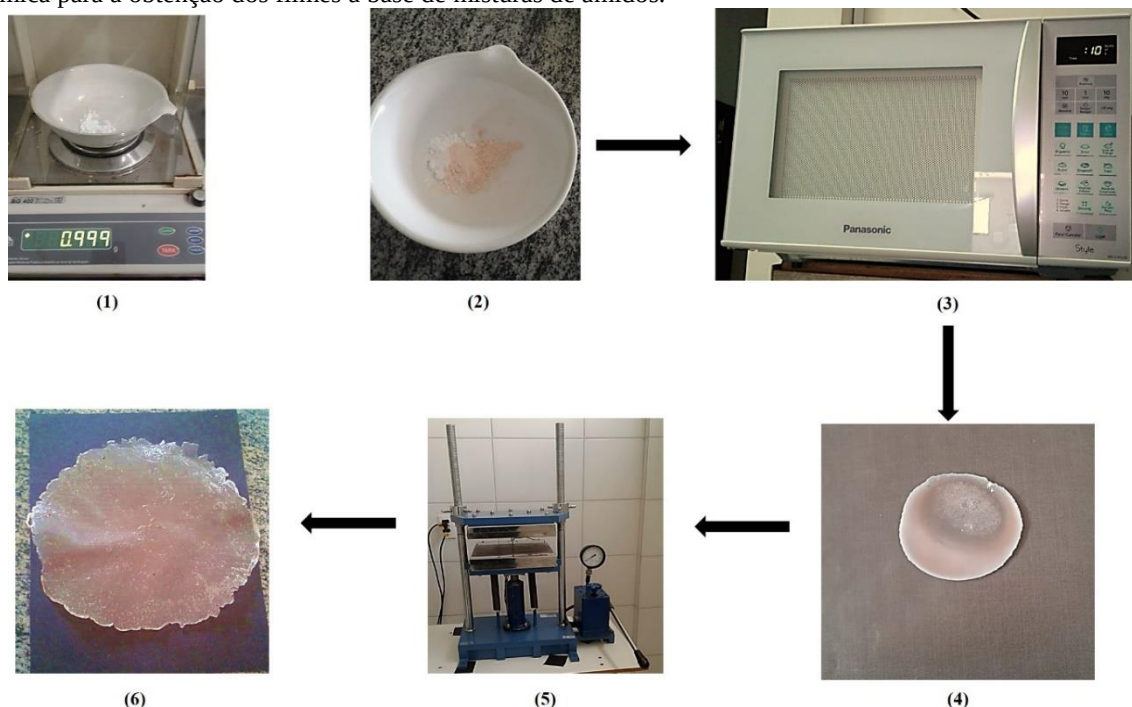
Experimento	Amidos				
	MI	BG	FL	LB	PM
1	100%	0	0	0	0
2	0	100%	0	0	0
3	0	0	100%	0	0
4	0	0	0	100%	0
5	0	0	0	0	100%
6	50%	50%	0	0	0
7	50%	0	50%	0	0
8	50%	0	0	50%	0
9	50%	0	0	0	50%
10	0	50%	50%	0	0
11	0	50%	0	50%	0
12	0	50%	0	0	50%
13	0	0	50%	50%	0
14	0	0	50%	0	50%
15	0	0	0	50%	50%
16	60%	10%	10%	10%	10%
17	10%	60%	10%	10%	10%
18	10%	10%	60%	10%	10%
19	10%	10%	10%	60%	10%
20	10%	10%	10%	10%	60%
21	20%	20%	20%	20%	20%

MI = Milho, BG = Banha-de-galinha, FL = Fruta-do-lobo, LB = Lírio-do-brejo, PM = Parreira-do-mato.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A Figura 5 mostra o procedimento da elaboração das pastas filmogênicas: 1 – Aproximadamente 2,0 g da mistura de amidos (Tabela 1) contidos em uma cápsula de porcelana foram pesados em balança analítica. 2 – A mistura de amido foi adicionado 2,0 mL de água destilada (a água foi utilizada como plastificante), sob agitação com ajuda de um bastão de vidro até a formação de uma pasta. 3 – A pasta foi irradiada em micro-ondas por 10 segundos à potência máxima, obtendo-se ao final da irradiação, a pasta filmogênica, na qual ocorreu uma pré-gelatinização dos grânulos de amidos. 4 – Aproximadamente 2,0g de pasta filmogênica (que não ficou completamente homogênea) foram acondicionados entre duas folhas de Teflon de dimensões de 20 cm de comprimento, 15 cm de largura e 0,08 mm de espessura. 5 – A moldagem por compressão térmica da pasta filmogênica foi realizada em uma prensa hidráulica provida de termopares para o controle do aquecimento das chapas da prensa, nas condições tempo, temperatura e força de 2 minutos, 120 °C e 1,5 toneladas, respectivamente. 6 – Após a moldagem por compressão térmica, as folhas de teflon contendo a pasta filmogênica foram resfriadas até temperatura ambiente para a retirada dos filmes obtidos. Os filmes foram armazenados em envelopes de papel manteiga e acondicionados em dessecador com solução de nitrato de magnésio, para posterior caracterização.

FIGURA 5 – Fluxograma do procedimento utilizando a irradiação no micro-ondas e moldagem por compressão térmica para a obtenção dos filmes à base de misturas de amidos.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

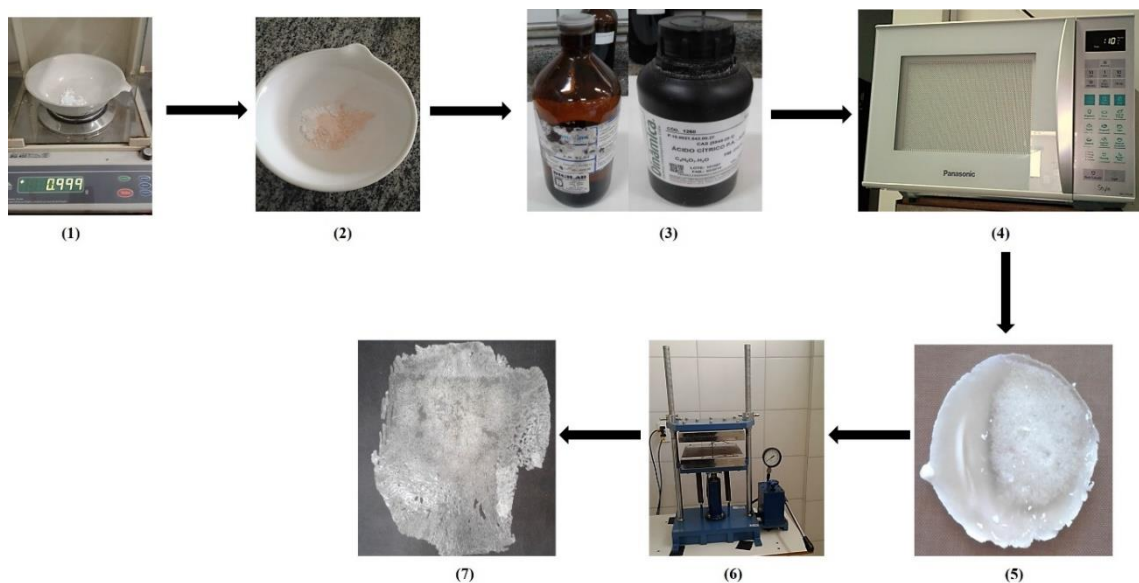
A variável de resposta solubilidade (%) foi escolhida para selecionar os filmes de misturas de amidos com valores máximos, intermediários e mínimos, por meio das médias

obtidas nos experimentos. Dessa forma também foi escolhido o melhor filme de amido sem mistura. A mistura de amidos dos filmes selecionados (F1 = valor máximo, F2 = valor médio e F3 = valor mínimo) foram utilizados para a elaborar pastas filmogênicas adicionados de agentes plastificantes (glicerol e ácido cítrico), juntamente com o filme de amido sem mistura.

4.2.2.2 Otimização da produção de filmes em função de agentes plastificantes

A otimização foi realizada em delineamento inteiramente casualizado em esquema fatorial triplo 4 x 2 x 2, sendo o primeiro fator denominado de Filmes com seus níveis F1, F2, F3 e F4. Sendo F1: filme obtido por misturas que se obteve os maiores valores de solubilidade, F2: idem ao F1, porém com valores intermediários e, F3: idem ao F1 e F2, contudo com menores valores de solubilidade, F4: filme biodegradável de amido sem mistura. Foi utilizado duas concentrações de glicerol (Gli): 30 e 40% em base à massa de amido, e duas concentrações de ácido cítrico (AC): 2 e 3% em base à massa de amido. Os tratamentos foram aplicados com três repetições e as pastas filmogênicas foram produzidas como descrito no item 4.2.1.1, porém, com adição dos agentes plastificantes (Figura 6).

FIGURA 6 – Fluxograma do procedimento utilizando a irradiação no micro-ondas e moldagem por compressão térmica para a obtenção dos filmes biodegradáveis com a adição dos agentes plastificantes (glicerol e ácido cítrico).



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Os novos filmes foram selecionados em base da variável de resposta solubilidade em água como foi descrito no item 4.2.2.1, utilizando por meios dos valores médios de solubilidade obtidos. Foram selecionados os filmes do melhor amido sem mistura: TF1 (sem plastificante)

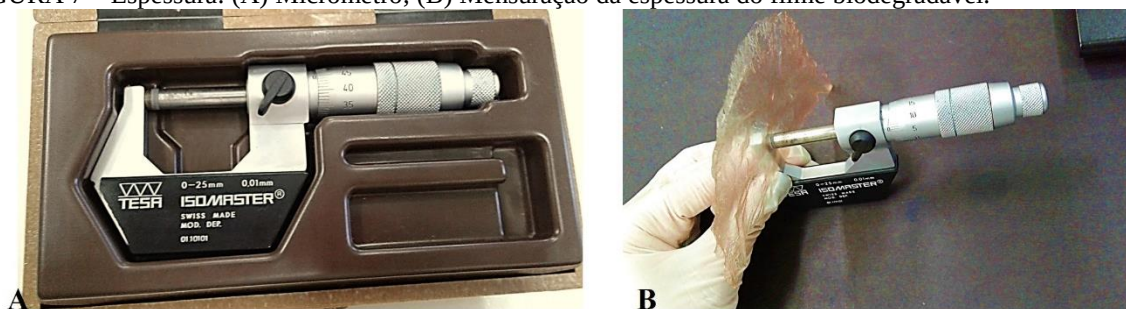
e TF2 (com plastificante), e os três melhores filmes à base de misturas de amidos (TF3, TF4, TF5) que foram submetidos a avaliação da biodegradação natural.

4.2.3 Determinações analíticas

4.2.3.1 Espessura

A espessura (Esp, mm) dos filmes foi medida com um micrômetro manual externo (ISOMASTER[®], Tesa, Swiss) com precisão de 0,01 mm (Figura 7A). A espessura do filme foi considerada aquela como sendo a média de 10 medidas realizadas em diferentes pontos do filme (Figura 7B).

FIGURA 7 – Espessura: (A) Micrômetro; (B) Mensuração da espessura do filme biodegradável.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

4.2.3.2 Umidade

O teor de umidade (U%, em porcentagem) determinado de acordo com a metodologia da *American Official Analytical Chemistry* (AOAC, 2016), com algumas adaptações. Os filmes foram recortados nas dimensões de 2 cm de lado, com área ($A = 4 \text{ cm}^2$), secos em estufa com recirculação de ar forçada a $100^\circ\text{C}/24 \text{ h}$ e acondicionados em dessecadores contendo sílica-gel azul por 24 horas. Após o resfriamento, a massa seca (m_s , em gramas) dos filmes foi medida em balança analítica. Desses filmes se mediu, em triplicata, a massa úmida (antes de secar, m_u , em gramas) (Figura 8A) e depois da secagem, m_s , (Figuras 8B e 8C). A umidade foi calculada por meio da Equação (2):

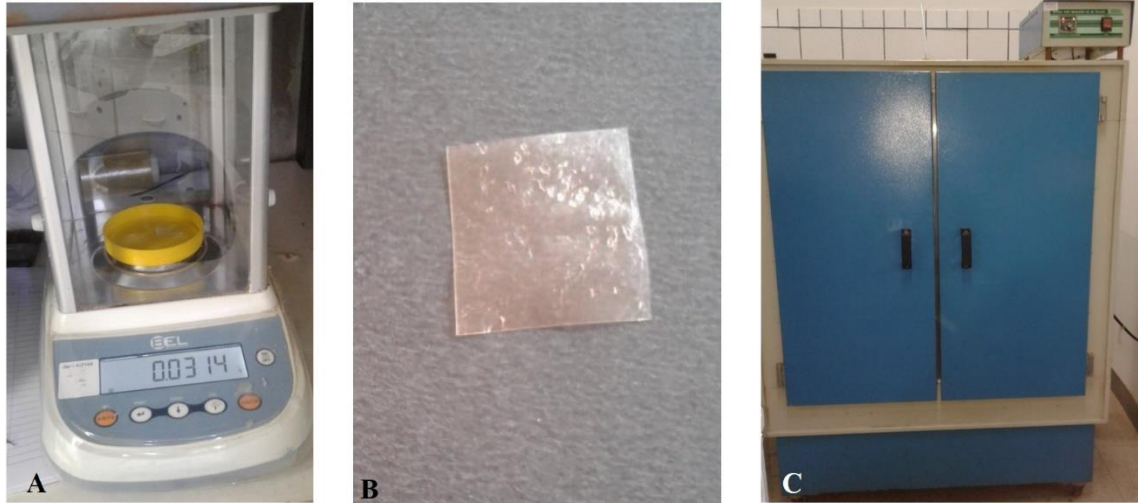
$$\%U = \frac{m_u - m_s}{m_u} \times 100 \quad (2)$$

Em que:

m_u = massa úmida do filme (g); e

m_s = massa seca do filme (g).

FIGURA 8 – Umidade: (A) Filme pesado em balança analítica; (B) Amostra preparada para secagem em estufa; (C) Estufa com circulação de ar forçada.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

4.2.3.3 Solubilidade em água

A solubilidade em água dos filmes foi determinada em triplicata, segundo Gontard *et al.* (1994), com algumas modificações. Se aproveitaram as amostras de filmes com massa m_s obtidas no item 4.2.3.2 (Figura 9A). Por separado, os filmes foram mergulhados em 50 mL de água destilada contidos em erlenmeyers de 250 mL de volume (Figura 9B) e agitados em Banho Dubnoff (modelo NT232) a 2 rpm/ 24 h, a 25 °C (Figura 9C). Após agitação, os filmes foram retirados do interior dos erlenmeyers e levados a secagem a 100 °C até massa constante. Os filmes foram deixados em dessecador para resfriamento, seguido de determinação de suas massas (m_f , em gramas). A matéria seca (%MS) dos filmes não solubilizado foi calculado segundo a Equação (3):

$$\%MS = \frac{m_s - m_f}{m_s} \times 100 \quad (3)$$

Em que:

m_s = massa seca do filme (g); e

m_f = massa final do material seco não solubilizado (g).

FIGURA 9 – Solubilidade: (A) Filme com 4cm²; (B) Filme mergulhado no erlenmeyer com água destilada; (C) Banho Dubnoff.

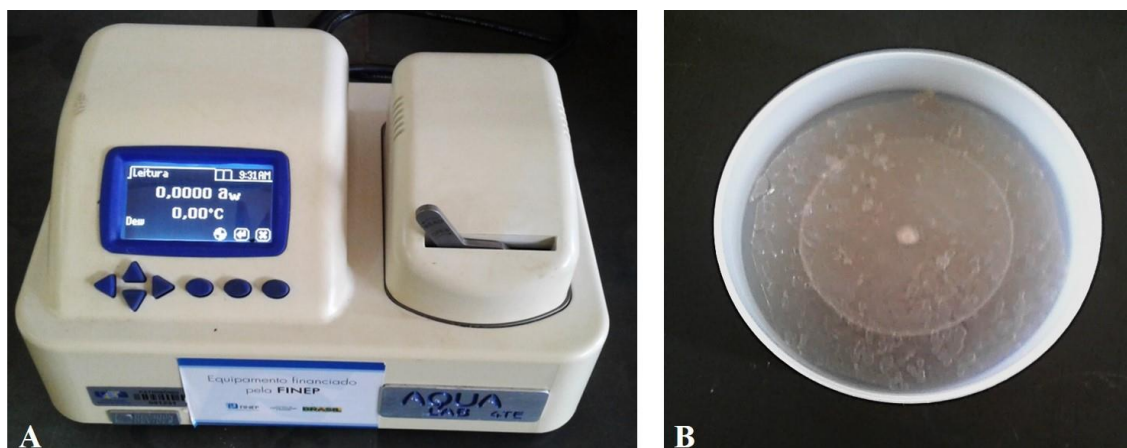


Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

4.2.3.4 Atividade de água

O analisador Aqualab (Aqualab 4TE, Decagon Devices) foi utilizado para determinar a atividade de água (A_w) dos filmes selecionados à temperatura de 25 °C (Figura 10A). Para a calibração do equipamento foi utilizada a solução saturada de cloreto de lítio de 13,41 M (A_w 0,250 ± 0,003) e água destilada (A_w 1,000 ± 0,003). Foram utilizadas amostras com diâmetro de 3,8 cm (Figura 10B). O ensaio foi realizado em triplicata.

FIGURA 10 – Atividade de água: (A) Medidor Aqualab; (B) Filme com 3,8 cm de diâmetro.

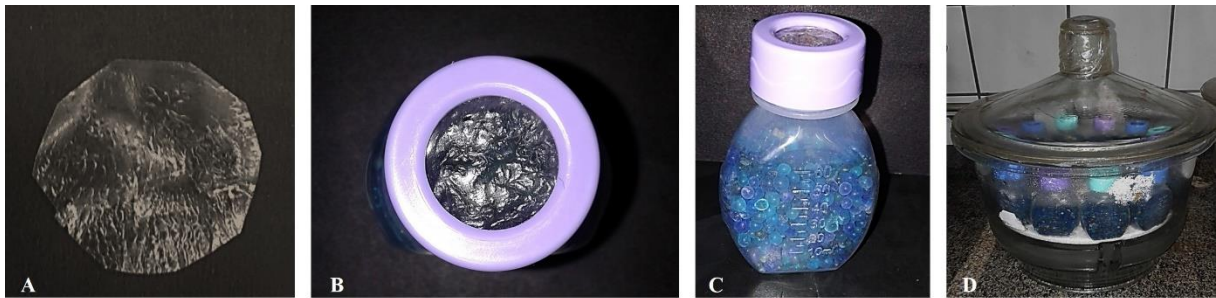


Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

4.2.3.5 Permeabilidade ao vapor de água

A permeabilidade ao vapor de água (Pva, em $\text{gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$) foi determinada pelo método dessecante com base na norma E96-95 da *American Society for Testing and Materials* (ASTM, 1995). Os filmes em triplicata foram recortados em forma de disco com 2,7 cm de diâmetro (Figura 11A), suas áreas A_d calculadas em m^2 e suas massas medidas em balança analítica, depois colocadas em células de permeação de 60 mL de volume (Figuras 11B e 11C), contendo 40 g de sílica-gel no seu interior previamente seca a 105°C , gerando um ambiente com 0% de umidade relativa. Estas células foram condicionadas em dessecadores contendo água destilada a uma temperatura constante de 25°C durante 96 h consecutivas (Figura 11D). A quantidade de água transferida pelos filmes foi determinada por meio de pesagens periódicas das células (de hora em hora desde 0 a 4 h, logo de 24 em 24 horas até 96 h).

FIGURA 11 – Permeabilidade ao vapor de água: (A) Filme cortado em formato circular; (B) Célula de permeação, vista superior; (C) Célula de permeação vista frontal; (D) Células de permeação no interior do dessecador.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A taxa de permeabilidade ao vapor de água (Tva) foi calculada usando-se a Equação (4):

$$Tva = \frac{gm}{teA_d} \quad (4)$$

Em que:

gm/te = ganho de massa (gm) foi graficado em função do tempo (te), e então foram determinados o coeficiente angular (gm/te); e

A_d = área de permeação da célula (m^2).

Posteriormente, a permeabilidade ao vapor de água (PVA) foi calculada de acordo com a Equação (5):

$$PVA = Tva \frac{Esp}{\Delta P} \quad (5)$$

Em que:

Esp = espessura média dos filmes (m); e

ΔP = diferença de pressão de vapor do ambiente contendo sílica em gel (0 Pa, a 25 °C) e com água pura (3170 Pa, a 25 °C).

4.2.3.6 Transparência

A transparência dos filmes foi determinada com o auxílio de um espectrofotômetro (modelo UV-2000A, Visível Instrutherm) (Figura 12A). Os filmes foram dimensionados em forma retangular, com dimensões de 4,5 x 1 cm e inseridos ao interior da cubeta do espectrofotômetro (Figura 12B).

FIGURA 12 – Transparência: (A) Espectrofotômetro; (B) Filme inserido no interior da cubeta de quartzo.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A cubeta vazia foi usada como padrão. O comprimento de onda utilizado foi de 600 nm e a leitura da absorbância do filme foi realizada em triplicata e a transparência foi calculada de acordo com a metodologia de Han e Floros (1997), como mostrado na Equação (6):

$$\text{Transparência} = \frac{A_{600}}{\text{Esp}} \quad (6)$$

Em que:

A_{600} = transparência a 600 nm; e

Esp = espessura do filme (mm).

4.2.3.7 Determinação da cor dos filmes

Para a determinação da cor dos filmes foi utilizado o colorímetro Konica Minolta, modelo CR-400, previamente calibrado. Foram utilizados o sistema de leitura CIELAB, no qual a^* varia do verde (-) ao vermelho (+) e b^* varia do azul (-) ao amarelo (+). Foram realizadas

três leituras subsequentes para cada amostra, os parâmetros a^* e b^* dos filmes foram determinados sobrepondo-se os filmes sobre um padrão branco, conforme a metodologia proposta por Soares (2012) (Figura 13).

FIGURA 13 – Avaliação das propriedades de cor do filme biodegradável.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

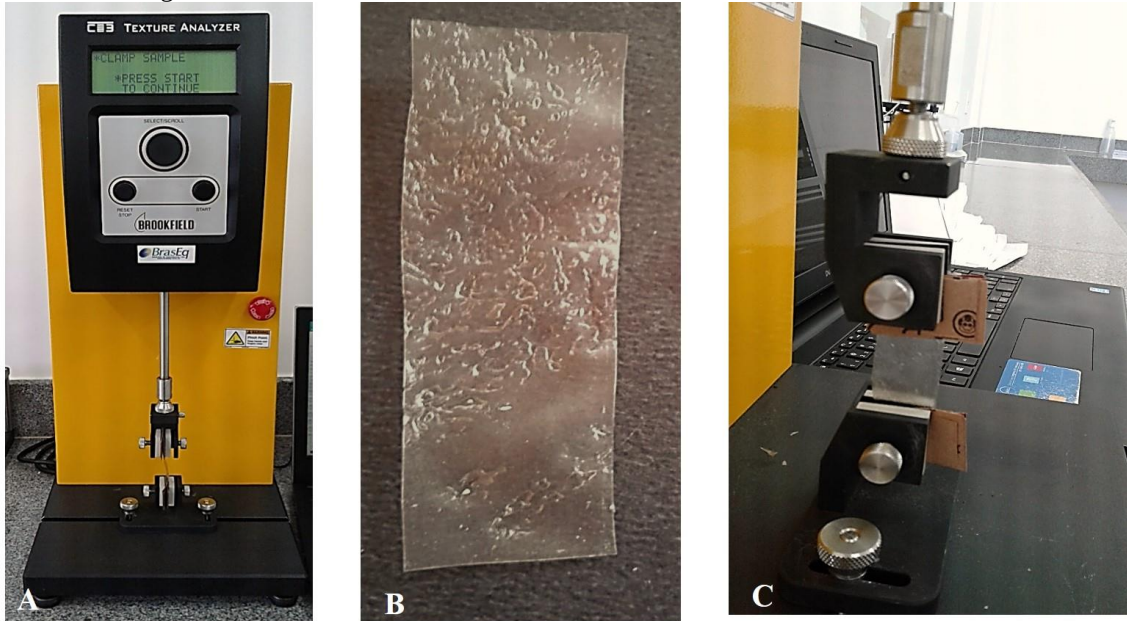
Foi calculado a tonalidade da cor ($^{\circ}hue$), em radianos (Equação 7):

$$^{\circ}hue = \tan^{-1} \frac{b^*}{a^*} \quad (7)$$

4.2.3.8 Testes mecânicos

Para a determinação do comportamento mecânico: força (F, N), alongação na ruptura (ELO, %) e resistência à tração (RT, MPa), os filmes foram submetidos a análises de tração em triplicata, utilizando um texturômetro Brookfield – texture analyser CT3 50K (Figura 14A), seguindo o método padrão ASTM D-882-91 (ASTM, 2002). O filme utilizado teve as seguintes dimensões: 2 cm de largura e 7 cm de comprimento, distância das garras de 40 mm e velocidade da probe de 1 mm/s (Figuras 14B e 14C). A RT foi calculada de acordo com a Equação (8) e a ELO de acordo com a Equação (9).

FIGURA 14 – Testes mecânicos: (A) Texturômetro Brookfield; (B) Filme com dimensões de 2 x 7 cm; (C) Filme inserido nas garras do texturômetro.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

$$RT = \frac{F_m}{Esp \times A_T} \quad (8)$$

Em que:

F_m = força máxima no momento de ruptura do filme (N); e

Esp = espessura do filme (mm);

A_T = área da seção transversal do filme (m²).

$$ELO = \frac{D_r}{D_i} \times 100 \quad (9)$$

Em que:

D_r = distância de separação no momento de ruptura da amostra (mm); e

D_i = distância inicial de separação entre as garras (40 mm).

4.2.4 Biodegradabilidade

A biodegradabilidade dos filmes foi realizada em diferentes solos (Figura 15) de acordo com a metodologia descrita por Farias (2019), com algumas modificações. O delineamento do experimento foi inteiramente casualizado em arranjo fatorial triplo 3 x 5 x 7, com quatro repetições, sendo o primeiro fator o tipo de solo [TS: S1 (Franco-argilo-arenoso), S2 (Argila) e S3 (Argilo-arenoso)]. O segundo fator foi o tipo de filme selecionado no item 4.2.2.2 (TF: F1, F2, F3, F4 e F5) e o terceiro fator foi tempo de biodegradação (TB: 0, 7, 14,

21, 28, 35 e 42 dias). A variável resposta analisada em função aos fatores aplicados foi a porcentagem de biodegradação (%Bio). Os solos foram caracterizados por meio de análises físicas, químicas e microbiológicas (APÊNDICE A).

FIGURA 15 – Solos com diferentes texturas utilizados no ensaio de biodegradação.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

4.2.4.1 Ensaio de biodegradação

O sistema de biodegradação constituiu-se de potes descartáveis transparentes de polipropileno atóxico, com capacidade volumétrica de 250 mL. Em cada pote adicionou 160 g de solo previamente seco em estufa a 105 °C/ 24 h (Figura 16A). A medida da altura entre fundo do pote e a superfície do solo variou segundo a densidade do solo utilizado, entre 4 a 5 cm. Recortes de redes plásticas de polietileno de 7,5 x 3,5 cm foram utilizados como suporte dos filmes com a finalidade de facilitar a retirada dos mesmos do sistema durante o tempo de biodegradação. Os filmes foram cortados em dimensões de 2,5 cm de lado e colocados no interior das redes (Figura 16B) e, estes (rede mais filme), foram colocados nos potes e cobertos com o solo até 2 cm de profundidade.

Os ensaios de biodegradação foram realizados a temperatura ambiente, porém, sem deixar de monitorar a temperatura e a umidade relativa do ar registrada em termo-higrômetro, assim como também a umidade dos solos utilizados (APÊNDICE E). A umidade do solo foi mantida na faixa de 30 a 45%. Para isso, diariamente pelas manhãs, a umidade era monitorada usando um sensor capacitivo de umidade do solo v1.2 controlado por arduino uno. Adicionava-se 56, 53 e 40 mL de água para os solos S1 a S3, respectivamente, calculadas segundo uma prévia calibração do sensor capacitivo registrada por meio e regressão linear (APÊNDICE B). Após 20 minutos da adição da água nos solos, a umidade era novamente medida até alcançar valores acima referidos.

FIGURA 16 – Biodegradação: (A) Filmes colocados em redes de polietileno; (B) Filmes enterrados em diferentes solos.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A área degradada dos filmes foi monitorada mediante fotografias. Os filmes foram fotografados a cada 7 dias desde o início até 42 dias de experimentação. Para isso, a cada dia de análise as redes de proteção contendo os filmes eram desenterradas do solo contido nos potes do sistema de biodegradação. Isolava-se os filmes e removia-se o excesso de solo grudado neles com a ajuda de um pincel, passando-o duas vezes sobre os filmes. Feito isso, os filmes eram colocados na superfície de uma folha branca de papel cartão de 48 x 66 cm contendo uma fita métrica que serviu como referência de escala em centímetros para calibração do *Software ImageJ 1.8.0* (APÊNDICE C). As fotografias foram tomadas com o auxílio de um celular *Samsung Galaxy A52* com câmera de 12 MP. A altura entre o foco da câmara fotográfica e o filme foi previamente padronizada em distância de 18 cm. Utilizou-se um selfie ring light para celular para auxiliar a iluminação dos filmes. Foram tiradas fotos com tamanho de 2084 x 4624 pixels.

No tempo zero da experimentação, as fotografias dos filmes foram tomadas em papelão preto para melhor visualização dos filmes transparentes. Para cada tempo de biodegradação foi calculada a porcentagem de biodegradação por meio da Equação (10):

$$\%Bio = \frac{A_{Inical} - A_t}{A_{Inical}} \times 100 \quad (10)$$

Em que:

A_{Inical} = área do filme, em cm^2 , calculada no primeiro dia da experimentação, e

A_t = área no tempo t do filme, em cm^2 , para cada tempo de análise.

No *Octave (GNU Octave 6.4.0)* a biodegradação foi avaliada qualitativamente, por meio de um algoritmo utilizando a Linguagem C, que de acordo com a coloração dos pixels da imagem demonstrou o avanço do processo de biodegradação, ou seja, o pixel preto indicou o

filme intacto, pixel cinza o filme estava em pleno processo de deterioração e o pixel branco se referiu a parte do filme que foi totalmente biodegradado.

Primeiro passo no processamento de imagem foi à extração dos canais RGB da imagem, esse processo teve o intuito de separar o filme biodegradável e o fundo, no caso o papel cartão branco. Foi utilizado o canal G (*green*), para a realização do processo de segmentação.

O processo de segmentação utilizado nas imagens foi o de limiarização, também denominado de binarização. O objetivo desta etapa é separar as regiões a serem analisadas, no caso pretendeu-se estudar o filme biodegradável. Para essa etapa foi utilizado um histograma para quantificar a quantidade de pixels nos níveis de cinza da imagem e após análise do histograma foi realizado a limiarização, que consiste, em quantificar os níveis de cinza dos objetos que compõem a imagem (SILVA, 2017) e determinar um ponto limite que separa os objetos de interesse dos de não interesse.

A limiarização é o método mais simples de segmentação de imagens e que consiste na identificação, em uma imagem, de um limiar de intensidade em que o objeto melhor se distinga do fundo. Na etapa final foram calculados os componentes conexos da imagem binária, o qual foi possível identificar as etapas da biodegradabilidade.

4.2.5 Análise Estatística dos Dados

Os dados obtidos das variáveis analisadas foram submetidos à análise de variância (ANOVA). Na representação do ajuste dos valores de resposta de solubilidade obtido na otimização da produção de filmes de amido em função das misturas utilizou os modelos linear, quadrático e cúbico especial conforme Cornell (1990). Foi aplicado nos dados de otimização dos filmes por meio da variável de resposta solubilidade, com o intuito de selecionar os filmes para a adição de agentes plastificantes e para o ensaio de biodegradação.

Na caracterização dos amidos foi calculado o coeficiente de correlação de Pearson (r) entre os seguintes parâmetros: teor de amilose aparente, índice de cristalinidade, estabilidade térmica, diâmetro dos grânulos, propriedades de pasta e viscosidade.

Quando significativas as Anovas aplicadas aos dados de determinações analíticas dos filmes em função dos agentes plastificantes e biodegradação dos filmes, os resultados foram submetidos a teste de comparação de médias Tukey a 5% de probabilidade, e análise de regressão.

As análises estatísticas foram realizadas no *software Sisvar 5.8* (FERREIRA, 2018). As superfícies de resposta das interações significativas entre os tratamentos foram desenhadas usando o *software Statistica 10.0*.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização dos amidos

5.1.1 Amilose aparente e caracterização morfológica

Os teores de amilose aparente descritas na Tabela 2 variaram de 27,36 a 34,70%. O teor de amilose aparente do milho (27,50%) foi superior de aqueles encontrados por Bustillos-Rodríguez *et al.* (2019) em amidos de milho roxo (22,40%), milho branco (21,90%) e milho híbrido (21,50%), porém foi semelhante aos teores de amilose aparente (24,74-30,32%) encontrados em amidos de diferentes cultivares de milho por Mir *et al.* (2017). O amido de fruta-do-lobo apresentou teor de amilose aparente de 27,45%, resultado que vem corroborar com os estudos realizados por Ascheri, Pereira e Bastos (2014), Clerici *et al.* (2011) e Pascoal *et al.* (2013) que relataram teores de amilose aparente de amido deste fruto de 28,79, 25,0 e 34,66%, respectivamente. Os teores de amilose aparente dos amidos de lírio-do-brejo e da parreira-do-mato foram de 34,70% e 27,36%, respectivamente, similares dos encontrados por Ascheri *et al.* (2010) e Xavier *et al.* (2019) para teor de amilose aparente de amido lírio-do-brejo de 37,20 e 33,25%, respectivamente, e por Ascheri *et al.* (2014) para parreira-do-mato de 26,2%.

TABELA 2 – Tamanho dos grânulos e teor de amilose aparente dos amidos de milho, banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato.

Amido	TAA (%)	DMA (µm)	DME(µm)	X _C (%)
Milho	27,50 ± 0,61 ^c	12,26 ± 4,38 ^c	9,71 ± 3,42 ^c	23,9
Banha-de-galinha	29,45 ± 0,56 ^b	11,17 ± 2,49 ^d	7,79 ± 2,39 ^d	37,0
Fruta-do-lobo	27,45 ± 0,44 ^c	12,54 ± 2,49 ^c	7,81 ± 2,54 ^d	32,5
Lírio-do-brejo	34,70 ± 1,24 ^a	31,23 ± 8,52 ^a	16,72 ± 4,75 ^a	24,9
Parreira-do-mato	27,36 ± 0,68 ^c	27,23 ± 9,21 ^b	15,19 ± 4,79 ^b	30,1
Análise de Variância				
Fonte de variação	G.L.	QM _{TAA}	QM _{DMA}	QM _{DME}
Amido	4	23,88*	88302,76*	33437,39*

G.L. = grau de liberdade, QM = quadrado médio, TAA = Teor de amilose aparente, DMA = Diâmetro maior, DME = Diâmetro menor, X_C = índice de cristalinidade. *Significativo ao nível de 5% de probabilidade ($p \leq 0,05$) pelo teste de F.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A comparação do teor de amilose aparente dessas amostras pode ser considerada muito importante, uma vez que amidos de diferentes fontes botânicas podem afetar as propriedades físico-químicas e funcionais (HUAXI *et al.*, 2011) e as propriedades mecânicas dos filmes de amido (LOURDIN, VALLE e COLONNA, 1995; YUN e YOON, 2010; MOLAVI *et al.*, 2015).

O resumo da ANOVA da Tabela 2 revelou diferenças significativas entre o teor de amilose aparente das amostras de amido. O amido de lírio-do-brejo apresentou o maior teor de amilose aparente (34,70%) seguido pelo amido de banha-de-galinha (29,45%). Os menores valores de teor de amilose aparente foram observados nos amidos parreira-do-mato (27,36%), fruta-do-lobo (27,45%) e milho (27,50%), porém, estes teores de amilose aparente não diferiram estatisticamente entre si.

Yun e Yoon (2010) referiram que o aumento do teor de amilose em filmes elaborados com mistura de amido/PVA e aditivos produzem filmes com maior resistência à tração e índice de expansão, porém, com menor elongação e se tornam menos solúveis. Os resultados destes autores levam a inferir que os amidos de lírio-do-brejo e de banha-de-galinha e suas misturas poderão ter maiores vantagens que os demais amidos estudados quando comparados suas propriedades mecânicas.

5.1.2 Caracterização estrutural dos grânulos de amido

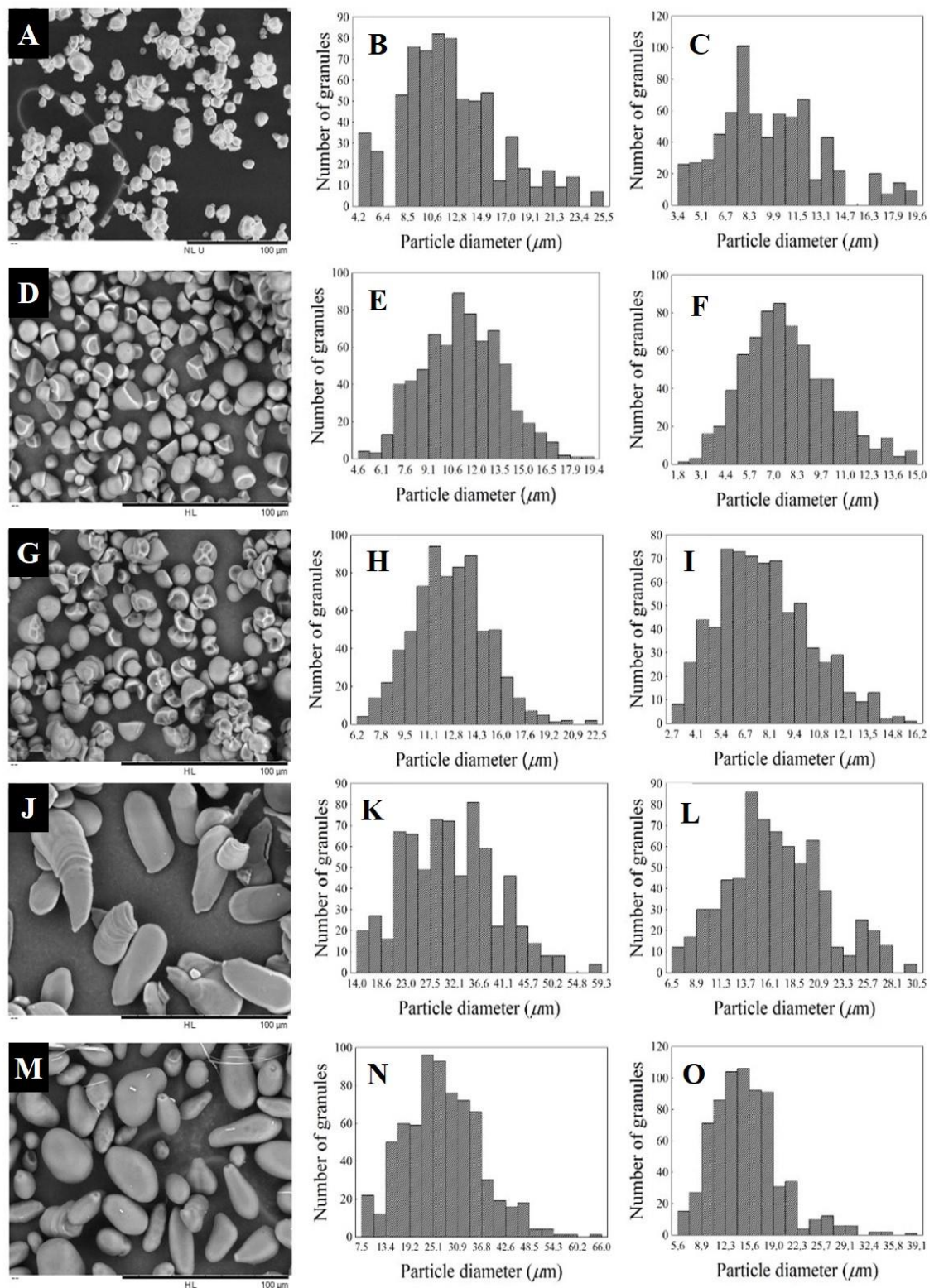
O tamanho de partícula e a morfologia do amido desempenham um papel importante na produção de filmes biodegradáveis. O tamanho de partícula do amido determina quais amidos podem ser incorporados aos compósitos (ELLIS *et al.*, 1999). Essas características são fornecidas na Figura 17 e na Tabela 2.

Em geral, os grânulos apresentaram superfícies lisas, sem orifícios e/ou rachaduras, indicando que o método de extração utilizado produziu grânulos de amido intactos.

Os grânulos de amido de milho (Figura 17A-C) apresentaram formas poligonais com faces ligeiramente dentadas com diâmetros médios maior e menor de 12,26 e 9,71 μm (Tabela 2), respectivamente. Estes resultados estão de acordo com os observados por Fuentes *et al.* (2019) em amido de milho com diâmetros de partícula entre 2-30 μm . Os grânulos de amido de banha-de-galinha (Figura 17D-F) apresentaram forma elipsoidal truncada e irregular com base plana ou circular em forma de cunha. O diâmetro menor variou de 1,76 a 14,92 μm (média de 7,79 μm) enquanto o diâmetro maior variou de 4,64 a 19,42 μm (média de 11,17 μm) (Tabela 2).

A forma dos grânulos do amido de fruta-do-lobo (Figura 17G-I) foi semelhante à de banha-de-galinha, ou seja, elipsoide truncado, mas com uma base côncava, triédrica ou tetraédrica. Mais de 89% dos grânulos apresentaram diâmetro maior entre 8-14 μm e diâmetro menor entre 4-12 μm , com diâmetro médio de 12,54 e 7,81 μm (Tabela 2).

FIGURA 17 – Microfotografias (ampliação 600X) dos amidos e respectivos histogramas das dimensões dos diâmetros maior e menor: (A-C) milho, (D-F) banha-de-galinha, (G-I) fruta-do-lobo, (J-L) lírio-do-brejo, (M-O) parreira-do-mato.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Os grânulos do amido de lírio-do-brejo (Figura 17J-L) apresentaram forma elipsoidal assimétrica (mostra um afunilamento em um dos extremos do elipsoide) e, às vezes formas

curvadas, triangulares irregulares e achatados. Os diâmetros maior e menor, com média de 16,72 e 31,23 μm (Tabela 2), respectivamente, foram menores que os relatados por Ascheri *et al.* (2010) que foram registrados como sendo de 21,77 e 49,52 μm , respectivamente. É importante lembrar que a utilização de diferentes instrumentos de medidas interfere no registro dos valores medidos. Ascheri *et al.* (2010) utilizaram um microscópio óptico e analisador de partículas alcançando uma distribuição de tamanho de partícula entre 0,2 a 70,4 μm , com média de 38,2 μm , enquanto que no presente estudo foi utilizado um analisador de imagem que registrou uma distribuição de tamanho de partícula entre 14,0 a 59,3 μm para diâmetro maior e de 6,5 e 30,5 μm para diâmetro menor.

De acordo com Ascheri *et al.* (2014), a forma dos grânulos do amido de parreira-do-mato (Figura 17M-O) são elipsoidais irregulares de superfície lisa. No entanto, as dimensões dos grânulos dessa raiz foram discrepantes. No presente estudo, a distribuição de diâmetros maiores e menores dos grânulos ficou entre 10 e 80 μm e 10 e 35 μm , com média de 27,23 e 15,19 μm , respectivamente, enquanto que Ascheri *et al.* (2014) registraram valores de 60 e 25 μm para diâmetros maior e menor, respectivamente. As diferenças podem ser devido a fatores edáficos, idade da planta, etc., que influenciam no desenvolvimento dos grânulos de amido.

A análise de variância da Tabela 2 mostra que não houve diferenças significativas entre os diâmetros maiores dos grânulos de amido de milho e fruta-do-lobo e dos diâmetros menores dos grânulos de amido de banha-de-galinha e fruta-do-lobo. Grânulos de amido com diâmetros maiores foram detectados em amidos de lírio-do-brejo e parreira-do-mato, enquanto os amidos de milho, banha-de-galinha e fruta-do-lobo, apresentaram grânulos com diâmetros menores.

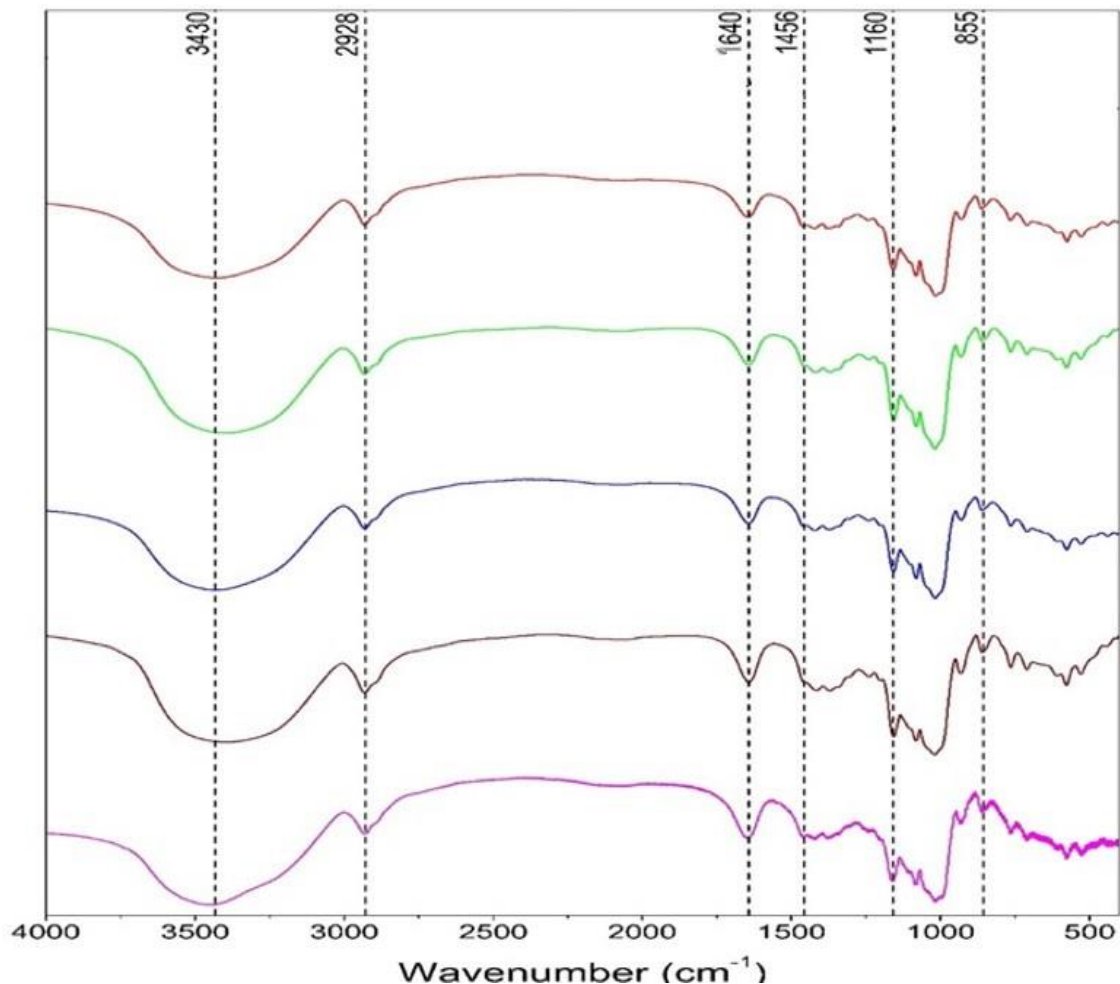
Sabe-se que o tamanho dos grânulos de amido influencia nas propriedades mecânicas dos filmes à base de amido. Amidos com tamanho de grânulos muito grandes como o amido de batata podem gerar filmes mais elásticos (GÓMEZ-ALDAPA *et al.*, 2020). Em base a esta afirmação e pelos resultados de tamanho dos grânulos dos amidos estudados pode-se inferir que filmes elaborados a partir de amidos de lírio-do-brejo e de parreira-do-mato podem apresentar maior elongação que os demais filmes elaborados, ou talvez não, uma vez que outros fatores podem também influenciar nas características dos filmes de amido.

5.1.3 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

Os principais grupos funcionais identificados pelo espectro infravermelho (Figura 18) mostraram, evidentemente, a estrutura química dos amidos estudados no presente estudo.

A banda larga entre 3200 e 3600 cm^{-1} foi atribuída pelos trechos vibracionais do alongamento de O–H, que formam a estrutura principal do amido. A banda em 2928 cm^{-1} foi atribuída à vibração de alongamento do metil C–H. A banda em 1160 cm^{-1} foi atribuída às ligações glicosídicas α -1,4 C–O–C. As bandas em 1456, 1248, 855 cm^{-1} foram relacionadas à vibração dos grupos CH_2 . A faixa de 1640 cm^{-1} tem sido frequentemente atribuída a vibrações em tesoura de OH provenientes da água de hidratação. Bandas em 1157, 1108, 1082 e 928 cm^{-1} estão relacionadas ao alongamento C–O e C–C. Essas observações também foram feitas por Iurkevicz, Marques e Lima (2017) em amido de mandioca, Amaral *et al.* (2016) e Basilio-Cortés *et al.* (2019) em amido de milho e Ascheri *et al.* (2014) em amido de parreira-do-mato.

FIGURA 18 – Espectros na região do infravermelho de amidos: — Milho, — Banha-de-galinha, — Fruta-do-lobo, — Lírio-do-brejo, — Parreira-do-mato.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

5.1.4 Difração de raios-X

A análise por técnica de difração de raios-X permite diferenciar os três tipos de cristalinidade para os grânulos de amido, os quais dependem de suas respectivas formas e estruturas cristalinas, denominadas A, B e C (LIMA *et al.*, 2012). Estes padrões de cristalinidade dependem, em parte, do comprimento das cadeias de amilopectina, da densidade de empacotamento dentro dos grânulos, bem como da presença de água (SAJILATA, SINGHAL e KULKARNI, 2006). Considerando que o amido do tipo C compreende uma mistura de espectros de amidos do tipo A e B e que este tipo de amido apresenta um sinal a 5,5° (tipo B) e um duplete a 17,1° e 18,1° (tipo A) (MUTUNGI *et al.*, 2012).

De acordo com os padrões de difração de raios-X, o amido do tipo A exibiu picos fortes de difração entre 15° e 23° com pico de duplete próximo a 17° e 18°; enquanto o amido do tipo B exibiu um pico forte de difração a 17° e outros picos fracos de difração próximos a 15°, 20° e 24°, e um pico característico em torno de 5,6° (CHEETHAM e TAO, 1998).

Para os amidos de milho e banha-de-galinha, os picos de difração situados entre 15,1-15,2°, 17,1-17,3°, 18,0-18,3° e 23,0-23,1° (Figura 19A e 19B, respectivamente) indicaram que suas estruturas químicas são semelhantes ao tipo A. Esses resultados estão de acordo com os valores relatados na literatura como Domene-López *et al.* (2019) e Silva-Guzmán *et al.* (2018) para amido de milho e Ribeiro, Ascheri e Ascheri (2017) para banha-de-galinha respectivamente.

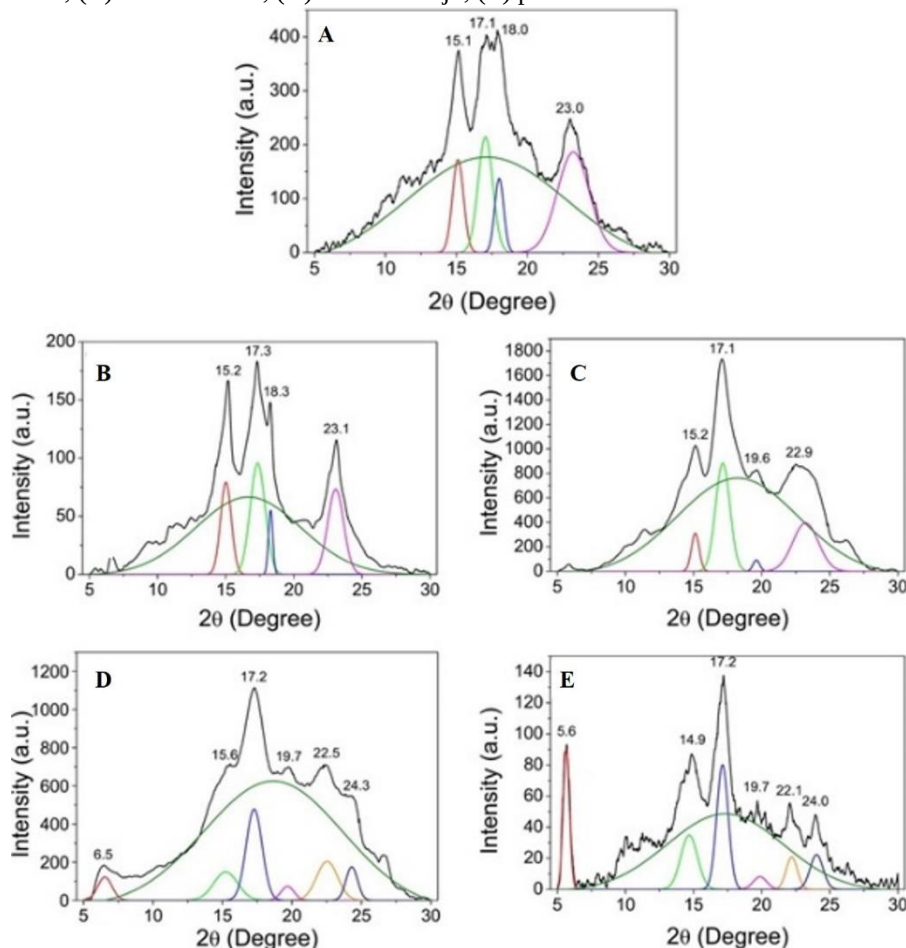
Os padrões de difração de raios-X dos amidos de lírio-do-brejo e parreira-do-mato (Figura 19D e 19E, respectivamente) foram típicos do tipo B. Para o amido de parreira-do-mato, os picos de difração apareceram próximos de 19,7°, 22,1° e 24,0° e estão de acordo Ascheri *et al.* (2014) que relataram o comportamento cristalino do amido de parreira-do-mato.

Os padrões de difração de raios-X do lírio-do-brejo não mostraram o pico a 5,6°, porém, em substituição, um pico fraco aparece a 6,5°. Outros picos foram observados em 17,3°, 22,5° e 24,3°. Esses resultados foram semelhantes aos obtidos por Huang *et al.* (2015) e Jamir e Seshagirirao (2017) que relataram difratogramas para amido extraído de espécies de Zingiberaceae.

Embora os padrões de difração de raios-X do amido de fruta-do-lobo não exibissem pico de difração próximo a 5°, o comportamento cristalino de fruta-do-lobo, foi semelhante ao amido do tipo C, devido ao pico forte de difração a 15,1°, 17,0°, 19,6°, 24,4° e um pico largo entre 22° e 24° (Figura 19C). Esses resultados estão de acordo com os encontrados por Di-

Medeiros *et al.* (2014) e Pascoal *et al.* (2013) quando analisaram a cristalinidade dos grânulos de amidos da fruta-do-lobo.

FIGURA 19 – Perfis de raios-X e picos de raios-X deconvoluídos usando a função Gaussiana de: (A) milho, (B) banha-de-galinha, (C) fruta-do-lobo, (D) lírio-do-brejo, (E) parreira-do-mato.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

O índice de cristalinidade (Tabela 2, pg.68) calculado pela Equação 1 foram 23,9, 37,0, 32,5, 24,9 e 30,1% para milho, banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato, respectivamente. O resultado de índice de cristalinidade para o amido de milho foi encontrado entre 14,3% e 33,0% que vem a corroborar com os resultados obtidos por Silva-Guzmán *et al.* (2018), Silveira *et al.* (2019), Luchese, Spada e Tessaro (2017) e López, Zaritzky e García, (2010).

O índice de cristalinidade do amido de fruta-do-lobo (32,5%) foi menor que aquele de 38,0% encontrado por Pascoal *et al.* (2013). O valor de índice de cristalinidade do amido da parreira-do-mato corrobora com o estudo realizado por Ascheri, Pereira e Bastos (2014), que encontrou um valor de 41,2% para esse tipo de amido. O valor do índice de cristalinidade do amido de lírio-do-brejo, foi semelhante ao 24,3% encontrado no amido de *Curcuma longa* L. por Huang *et al.* (2015).

Wang *et al.* (2011) correlacionaram o grau de cristalinidade do amido com o teor de amilose. Estes autores observaram que amidos com maior teor de amilose apresentaram menor índice de cristalinidade. Porém, no presente estudo não foi possível verificar essa correlação com o índice de cristalinidade e com o teor de amilose aparente, isto é, o r calculado foi de -0,262 ($p = 0,616$). Esse fato indicou que amidos de diferentes origens botânicas apresentaram grânulos com estrutura molecular diferente e nem sempre o valor do índice de cristalinidade se correlaciona com o teor de amilose.

5.1.5 Análise termogravimétrica (TGA) e termogravimetria derivada (DTG)

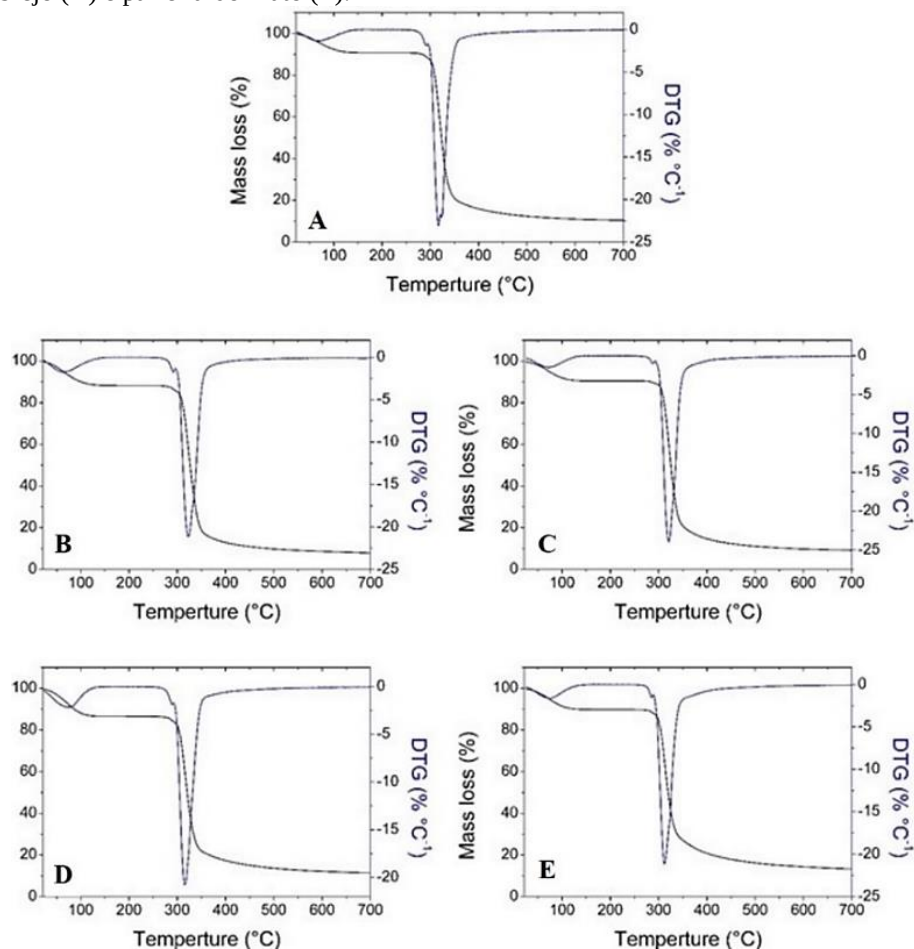
As curvas TGA / DTG (Figura 20) mostraram perfis semelhantes para o comportamento de decomposição térmica dos amidos analisados. A Tabela 3 mostra seus dados de decomposição térmica. Essas curvas também foram semelhantes aos resultados obtidos por Mano, Koniarova e Reis (2003), Bakrudeen, Sudarvizhi e Reddy (2016), Velásquez-Herrera, Lucas-Aguirre e Quintero-Castaño (2017), Lemos *et al.* (2018), Zhang e Zhang (2019) e Liu *et al.* (2019).

Os resultados das curvas termogravimétricas mostraram que a degradação dos amidos ocorreu em duas etapas de perda de massa e uma etapa de estabilidade, comportamento típico para amidos.

Os termogramas TGA mostraram uma perda de massa inicial abaixo da temperatura de 111 °C com pico endotérmico entre 63 °C e 75 °C. Essa queda inicial deve-se à dessorção da água (MANO, KONIAROVA e REIS, 2003). Os amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo perderam mais quantidade de água entre 12% e 14% do que os amidos de milho, frutadoblo e parreira-do-mato que apresentaram uma perda de massa inicial entre 9% e 10%.

Em seguida, houve uma etapa de estabilidade, aproximadamente entre 200 °C a 280 °C. Um segundo pico endotérmico é mostrado entre 303 °C e 323 °C, o que correspondeu a uma perda de massa de 71-82% devido ao processo de gelatinização e decomposição completa dos grânulos de amido, ou seja, a despolimerização das cadeias do amido (BAKRUDEEN, SUDARVIZHI e REDDY, 2016; ZHANG e ZHANG, 2019; LIU *et al.*, 2019). O pico de fusão de todos os amidos foi obtido em temperatura curta (aproximadamente 20 °C), indicando rápida desidratação e decomposição do grupo hidroxila cíclico da glicose no início do segundo estágio formando moléculas de água (PINEDA-GÓMEZ *et al.*, 2011). No final desta etapa, as ligações C-C-H, C-O, C-C e a cadeia principal foram quebradas em produtos gasosos como H₂O, CO, CO₂ e alguns compostos como CH₄ e C₂H₄ como mencionado por Liu *et al.* (2010).

FIGURA 20 – TGA (—) e DTG (—) curvas dos amidos de milho (A), banha-de-galinha (B), fruta-do-lobo (C), lírio-do-brejo (D) e parreira-do-mato (E).



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

TABELA 3 – Dados de decomposição térmica para os amidos de milho, banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato.

Amido	Estágio	T _{Inicial} (°C)	T _{Final} (°C)	T _{Pico} (°C)	Δm (%)	RC (%)
Milho	I	35,8	110,0	68,1	9,2	10,5
	II	303,4	342,1	317,2	80,3	
Banha-de-galinha	I	34,7	105,1	63,9	11,9	7,8
	II	305,7	350,3	323,3	80,3	
Fruta-do-lobo	I	37,8	107,5	71,0	9,3	9,3
	II	306,5	346,4	321,1	81,4	
Lírio-do-brejo	I	37,2	103,7	74,1	13,3	11,3
	II	302,1	341,3	315,8	75,4	
Parreira-do-mato	I	40,0	109,9	74,7	10,0	13,3
	II	299,3	340,8	311,8	76,5	

T_{Inicial} = Temperatura inicial, T_{Final} = Temperatura final, T_{Pico} = Temperatura máxima de degradação térmica para cada estágio, Δm = perda de massa de cada etapa e RC = resíduo carbonizado obtido no processo final.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

As estabilidades térmicas dos cinco amidos foram diferentes, sendo de parreira-do-mato a menos estável ($T_{\text{Pico}} = 311,8 \text{ }^{\circ}\text{C}$) do que lírio-do-brejo e milho que apresentaram estabilidade térmica intermediária ($T_{\text{Pico}} = 315,8$ e $317,2 \text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente), e banha-de-galinha e fruta-do-lobo com valores inferiores de estabilidade térmica de $323,3$ e $321,1 \text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente.

Porém, os valores de estabilidade térmica não se correlacionaram com índice de cristalinidade ($r = 0,147$, $p = 0,780$). Esperava-se a diminuição dos valores de estabilidade térmica com o aumento dos valores de cristalinidade dos grânulos de amidos. Esse fato pode ter ocorrido devido, principalmente, às diferenças na estrutura interna dos amidos, pois os maiores valores de diâmetro dos grânulos se correlacionaram negativamente com os valores de estabilidade térmica ($r = -0,870$, $p = 0,024$). A não correlação entre estabilidade térmica e índice de cristalinidade também foi observada para Lemos *et al.* (2018) em amidos de mandioca, banana, milho e batata.

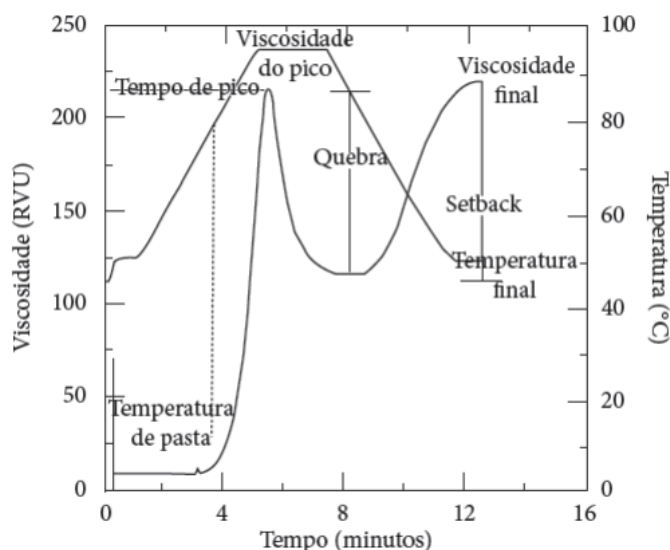
5.1.6 Viscosidade e propriedades da pasta

O perfil de empastamento de amido obtidos por meio do RVA inclui a viscosidade de pico, tempo para atingir este pico, quebra, viscosidade final, temperatura de pasta e índice de retrogradação (Setback) que consiste na diferença entre a viscosidade final e a viscosidade mínima (THOMAS e ATWELL, 1999) (Figura 21). A retrogradação ocorre após a gelatinização do amido, as moléculas do amido vão perdendo energia e as ligações de hidrogênio tornam-se mais fortes, assim, as cadeias de amilose, devido a sua linearidade começam a reassociar-se num estado mais ordenado. Essa reassociação culmina com a formação de simples e duplas hélices, resultando no enredamento ou na formação de zonas de junção entre as moléculas, formando áreas cristalinas (DENARDIM e SILVA, 2009).

Os perfis de viscosidade dos amidos (Figura 22) mostraram três grupos de amido com diferentes temperaturas de pasta (T_p). Os amidos de fruta-do-lobo e parreira-do-mato apresentaram menores valores ($70,7$ e $68,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente, com média de amilose de $27,4\%$), enquanto que os amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo apresentaram os maiores valores ($77,8$ e $76,6 \text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente, com média de amilose $32,1\%$). Valores intermediários foram apresentados pelo amido de milho ($74,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$, com média de amilose de $28,6\%$). Esta propriedade de pasta está relacionada com o conteúdo de amilose cuja temperatura de empastamento é superior a $100 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (JANE *et al.*, 1999), o que acaba retardando o

intumescimento do amido com alto conteúdo de amilose e, conseqüentemente, acaba aumentando a temperatura de pasta dos seus grânulos (JUHÁSZ e SALGÓ, 2008; SINGH *et al.*, 2008; CHUNG *et al.*, 2014). Mesma tendência ($r = 0,616$, $p \leq 0,192$), porém não-significativa, foi observada no presente estudo.

FIGURA 21 – Curva de viscosidade típica do RVA mostrando os parâmetros comumente avaliados.

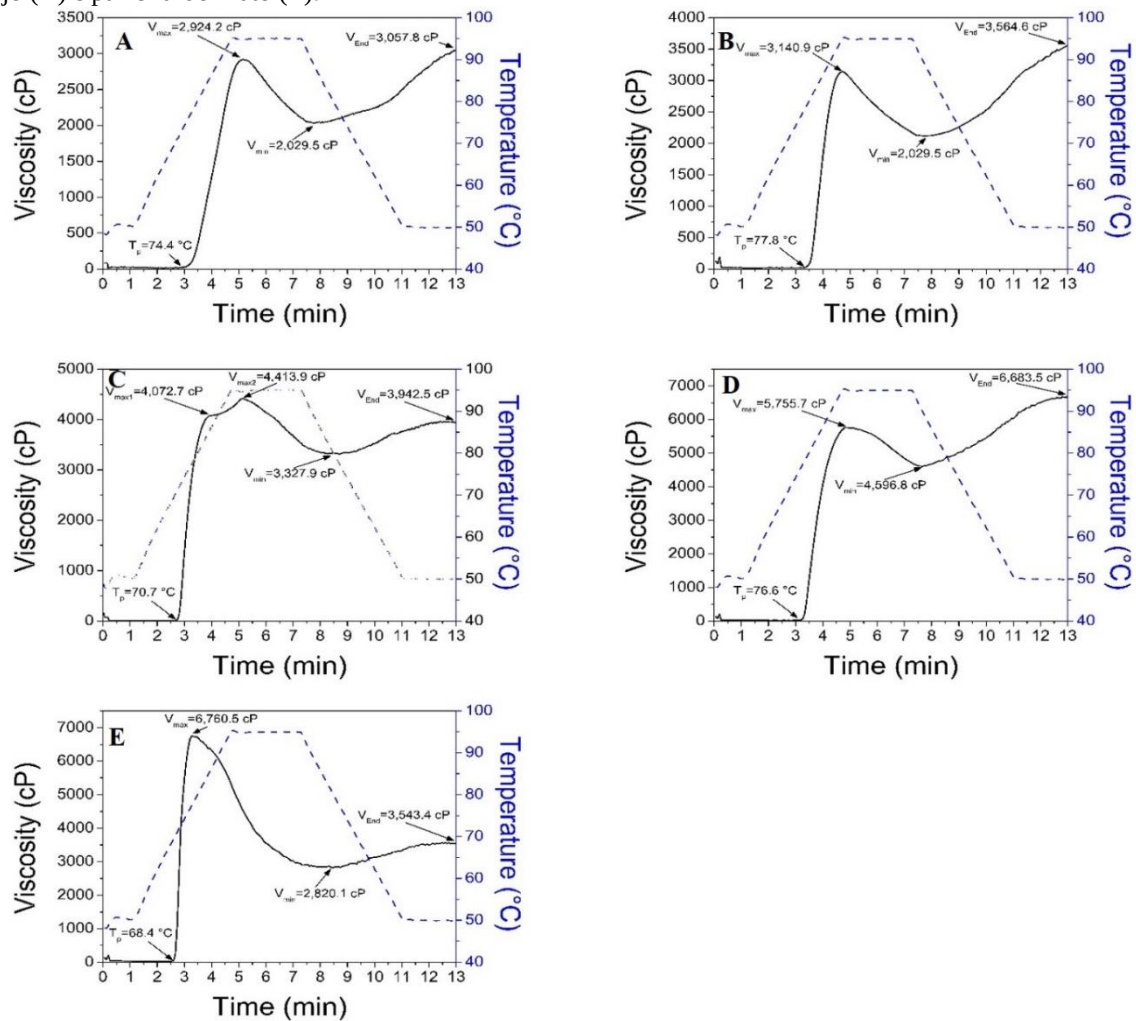


Fonte: NEWPORT SCIENTIFIC (1998).

Os amidos de milho, banha-de-galinha e parreira-do-mato apresentaram viscosidade de pico (V_{max}) mais definidos que dos amidos de fruta-do-lobo e lírio-do-brejo (Figura 22), indicando que estes últimos amidos apresentaram considerável quantidade de grânulos com baixa capacidade de intumescimento formando viscosidade de picos mais achatados.

No presente estudo esperava-se correlação negativa entre a viscosidade de pico e a amilose como mostrado por Santos *et al.* (2016) em viscosidade de pasta de diferentes cultivares de batata. A amilose é a responsável pela inibição do intumescimento dos grânulos de amido, logo, quanto maior o conteúdo em amilose menor o pico de viscosidade. A correlação entre estes parâmetros do presente estudo foi muito baixa ($r = 0,169$, $p < 0,749$). No entanto, foi observado que a viscosidade de pico apresentou forte correlação positiva com o tamanho dos grânulos ($r = 0,871$, $p < 0,024$), inferindo que grânulos pequenos de amido são mais resistentes ao intumescimento como foi mostrado por Hossen *et al.* (2011), Waterschoot, Gomand e Delcour (2016) e Zhou *et al.* (2016) que estudaram o efeito do tamanho dos grânulos nas propriedades de pasta de amidos de diferentes fontes botânicas.

FIGURA 22 – Perfis de viscosidade de amidos de milho (A), banha-de-galinha (B), fruta-do-lobo (C), lírio-do-brejo (D) e parreira-do-mato (E).



T_p = temperatura de pasta, V_{max} = viscosidade de pico, V_{min} = viscosidade mínima, V_{End} = viscosidade final.
Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

O amido de parreira-do-mato apresentou o maior valor de viscosidade de pico (6760,5 cP, respectivamente, para um tamanho médio dos grânulos de 31,9 μm), seguidos pelos amidos fruta-do-lobo, lírio-do-brejo, banha-de-galinha e milho com viscosidade de pico de 4413,9, 5755,7, 3140,9 e 2924,2 cP, respectivamente, para tamanhos médio dos grânulos de 21,9 e 11,7 μm , respectivamente.

A diferença entre os valores de viscosidade de pico e viscosidade mínima (V_{min}) (Figura 22) resulta no valor de quebra de viscosidade (QB) das pastas dos amidos estudados. Estes é um parâmetro que visa a tendência do amido a resistir à força de cisalhamento durante o aquecimento (ZHOU *et al.*, 2016). No presente estudo tem-se observado que a quebra de viscosidade apresentou uma forte correlação com a viscosidade de pico ($r = 0,59$, $p \leq 0,002$), indicando que os amidos que exibem alta viscosidade de pico provavelmente têm altos valores de degradação, levando a formação de géis fracos (TSAKAMA *et al.*, 2010). Esses géis são

mais propensos a se desintegrar sob cisalhamento e calor (SINGH, MCCARTHY e SINGH, 2006). Essa relação significativa pode ser usada para prever a resistência de um amido específico à desintegração ao ser submetido ao calor e ao cisalhamento (TSAKAMA *et al.*, 2010).

A Figura 22 mostra que o amido de parreira-do-mato apresentou o maior valor de quebra de viscosidade (3940,4 cP, respectivamente), enquanto que o amido de milho apresentou o menor valor de quebra de viscosidade correspondente a 894,7cp). Já, os amidos de lírio-do-brejo, banha-de-galinha e fruta-do-lobo apresentaram valores intermediários entre 1086 e 1116 cP. Estas respostas indicaram que entre os amidos nativos estudados de parreira-do-mato e fruta-do-lobo possuíam, respectivamente, a menor e a maior capacidade de resistir ao cisalhamento durante o aquecimento.

A amilose é uma das principais responsáveis pela retrogradação e viscosidade final (V_{End}) dos amidos, isto é, durante o resfriamento da pasta de amido, as moléculas de amilose lixiviadas rapidamente se agregam e formam zonas cristalinas (BELLO-PÉREZ *et al.*, 2010, WANG *et al.*, 2015; MARTÍNEZ *et al.*, 2019). No presente estudo, o teor de amilose dos amidos correlacionou positivamente com os valores de retrogradação ($r = 0,694$, $p \leq 0,126$) e viscosidade final ($r = 0,937$, $p \leq 0,006$). Maiores valores de retrogradação foram observados em amidos de lírio-do-brejo (2086,7 cP), banha-de-galinha (1535,1 cP) e milho (1028,3 cP). Valores baixos desta propriedade de pasta foram obtidos pelos amidos de parreira-do-mato (723,3 cP) e fruta-do-lobo (614,6 cP).

5.2 Planejamento de misturas em rede simplex {5,2}

Os valores experimentais da espessura e da solubilidade dos filmes elaborados com as misturas dos amidos estudados em proporções estabelecidas por meio de planejamento experimental em rede simplex {5,2} se encontram descritas na Tabela 4.

A hidrofiliabilidade é uma propriedade que deriva da característica polar do grupo hidroxilas ($-\text{OH}$) de amido, é um dos principais inconvenientes dos filmes biodegradáveis à base de amido (HENNING *et al.*, 2021). Segundo estes autores, devido a sua natureza linear, à amilose apresenta maior concentração de $-\text{OH}$ o que lhe torna mais solúvel do que a amilopectina, por esse motivo, a amilose fornece maior impacto sobre a solubilidade dos filmes biodegradáveis.

Na Tabela 4 estão descritos os resultados das medidas de espessura e solubilidade dos filmes elaborados com as misturas dos amidos estudados em proporções estabelecidas por meio

de planejamento experimental em rede simplex {5,2}, utilizando como plastificante a água. Os filmes elaborados à base de 100% de amido apresentaram diferentes valores de solubilidade, com maiores valores (na sequência ascendente) para filmes de amido de parreira-do-mato (9,67%), milho (10,01%), e fruta-do-lobo (14,14%), e com menores valores desta propriedade hidrofílica para lírio-do-brejo (3,30%) e banha-de-galinha (3,84%).

Entretanto, no presente estudo, se observou que os valores de solubilidade (Tabela 4) dos filmes elaborados à base de 100% de amido (na sequência ascendente de valores de solubilidade: lírio-do-brejo, banha-de-galinha, parreira-do-mato, milho e fruta-do-lobo com 3,30, 3,84, 9,67, 10,01 e 14,14%, respectivamente) e teor de amilose aparente (Tabela 2, pg.68) não correlacionam entre si ($r = -0,767$, $p = 0,129$), e a tendência entre estas variáveis foi negativa (Figura 23), indicando que amidos com altos teores de amilose aparente formaram filmes biodegradáveis com baixa solubilidade, isto é, os filmes formados são menos hidrofílicos.

Este fato provavelmente se deve à natureza própria dos amidos de diferentes fontes botânicas anteriormente discutido. São vários fatores que influenciam as propriedades funcionais do amido, além da amilose, entre eles estão tamanho e forma dos grânulos, o arranjo estrutural dos componentes do amido, comprimentos das cadeias da amilose e amilopectina, cristalinidade, etc. (GÓMEZ-ALDAPA *et al.*, 2020; LUCHESE, SPADA e TESSARO, 2017; MUÑOZ *et al.*, 2015; MONTERO *et al.*, 2017). Entretanto, no presente estudo, a variabilidade da solubilidade dos filmes estudados se deve, principalmente, à espessura do mesmo.

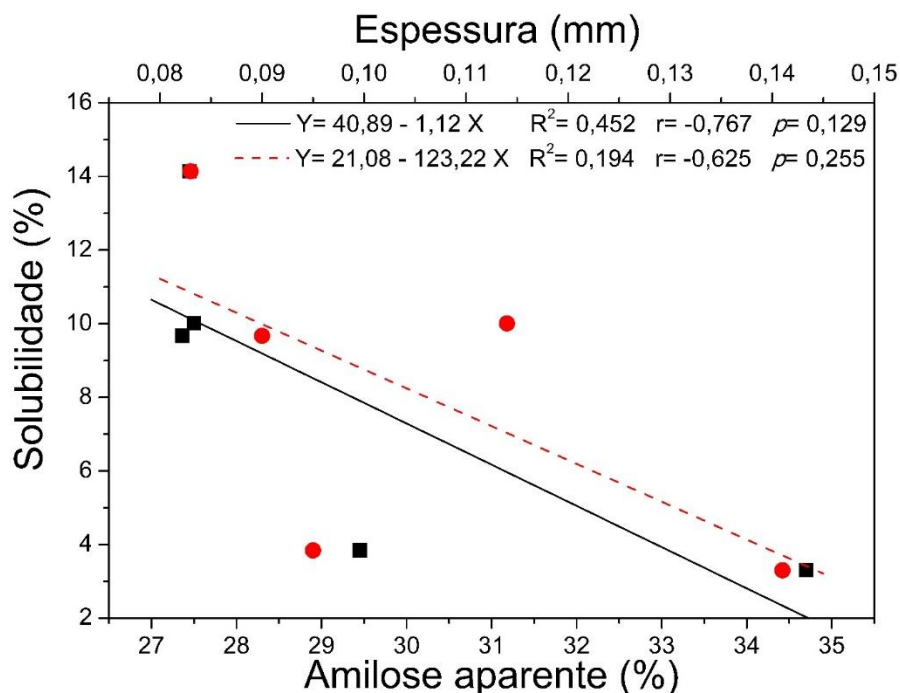
Pela Tabela 4 observou-se que as espessuras dos filmes biodegradáveis variaram de 0,05 a 0,18 mm. Pela norma ASTM D6988-8, filmes são definidos como tendo espessura $\leq 0,25$ mm, portanto, os filmes elaborados no presente estudo são classificados como tal. Os filmes com maior espessura foram elaborados com 50% BG e 50% LB (0,18 mm) e 100% LB (0,14 mm). Segundo Wang *et al.* (2017), o aumento da espessura deve-se principalmente à maior quantidade de massa que, com um maior número de grânulos, dá uma maior área de superfície, melhorando a interação com o plastificante. Além, disso a irradiação no micro-ondas utilizada na produção dos filmes biodegradáveis pode ter ocasionado modificações na estrutura interna dos grânulos de amidos, proporcionado o incremento da espessura dos filmes.

TABELA 4 – Proporções de amidos de milho, banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato e suas misturas estabelecidas por meio de planejamento experimental em rede simplex {5,2}, e valores médios de espessura (Esp) e solubilidade (S) dos filmes elaborados.

Tratamentos	Esp (mm)	S (%)
100% Milho (MI)	0,11±0,02	10,01±0,84
100% Banha-de-galinha (BG)	0,10±0,02	3,84±0,61
100% Fruta-do-lobo (FL)	0,08±0,02	14,14±0,94
100% Lírio-do-brejo (LB)	0,14±0,03	3,30±0,07
100% Parreira-do-mato (PM)	0,09±0,03	9,67±1,16
50% MI e 50% BG	0,06±0,03	7,35±1,07
50% MI e 50% FL	0,07±0,04	7,94±0,20
50% MI e 50% LB	0,13±0,03	9,56±0,58
50% MI e 50% PM	0,12±0,05	9,45±0,19
50% BG e 50% FL	0,13±0,03	5,78±0,10
50% BG e 50% LB	0,18±0,03	2,87±0,12
50% BG e 50% PM	0,14±0,03	3,41±0,34
50% FL e 50% LB	0,09±0,01	2,88±0,15
50% FL e 50% PM	0,09±0,02	6,76±0,21
50% LB e 50% PM	0,08±0,00	2,90±0,05
60% MI e 10% dos demais amidos	0,05±0,02	3,32±0,13
60% BG e 10% dos demais amidos	0,07±0,01	9,49±0,25
60% FL e 10% dos demais amidos	0,09±0,02	4,20±0,14
60% LB e 10% dos demais amidos	0,07±0,02	3,05±0,05
60% PM e 10% dos demais amidos	0,07±0,03	6,17±0,02
20% de cada amido	0,09±0,04	5,53±0,15

MI = Milho, BG = Banha-de-galinha, FL = Fruta-do-lobo, LB = Lírio-do-brejo, PM = Parreira-do-mato.
 Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

FIGURA 23 – Gráfico de Correlação entre solubilidade, espessura dos filmes elaborados e teor de amilose dos amidos.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Ao correlacionar a solubilidade dos filmes com sua espessura (na sequência ascendente de valores de espessura: lírio-do-brejo, milho, banha-de-galinha, parreira-do-mato, e fruta-do-lobo com 0,14, 0,11, 0,10, 0,09 e 0,08 mm, respectivamente, Tabela 4), tem-se observado correlação negativa ($r = -0,625$ e $p = 0,255$, Figura 23), indicando que os filmes de amido com maior espessura são menos hidrofílicos, por isso se solubilizam pouco, fato que vem corroborar com o trabalho feito por Sanches *et al.* (2021), em filmes à base de amido e farinha de casca de jabuticaba observando que o aumento da espessura reduziu a solubilidade dos filmes biodegradáveis com o incremento da farinha de casca de jabuticaba.

Silva *et al.* (2019) também observaram esse fato ao produzir filmes à base de amido de mandioca, gelatina e quitosana. Estes autores verificaram que os filmes aumentaram de espessura e se tornando menos solúveis com o incremento na quantidade de amido e gelatina na solução filmogênica.

Entre os filmes elaborados à base de 100% de amido, o maior valor de solubilidade foi observado em filme de amido de fruta-do-lobo (14,14%). No entanto, esse valor de solubilidade referencial diminuiu quando os amidos foram misturados nas proporções selecionadas de acordo com o planejamento simplex. Os maiores valores de solubilidade foram alcançados por filmes elaborados com misturas de 50% MI e 50% PM e 50% MI e 50% LB, com 9,45 e 9,56% de solubilidade, respectivamente (Tabela 4).

Os menores valores de solubilidade foram observados em misturas de 50% FL e 50% LB e 50% BG e 50% LB, com 2,88 e 2,87% de solubilidade, respectivamente (Tabela 4). Já, o filme elaborado com a mistura de 60% BG e 10% de cada um dos demais amidos utilizados alcançou o maior valor de solubilidade (9,49%) que os filmes elaborados com seus similares. Estas observações indicaram que as misturas de amidos produzem filmes com diferentes comportamentos hidrofílicos e que há necessidade de trabalhos futuros para saber qual é a causa principal desse fenômeno, uma vez que as propriedades inerentes dos grânulos de amido não correlacionam com a variação da solubilidade dos filmes em função das concentrações das misturas e investigar se o método de elaboração dos filmes (irradiação no micro-ondas e moldagem por compressão térmica) possui alguma influência nos resultados obtidos.

Na Tabela 5 estão descritos os resultados da análise de variância do parâmetro solubilidade dos filmes elaborados com amidos em proporções estabelecidos por meio de planejamento experimental em rede simplex {5,2}, utilizando como plastificante a água. O modelo cúbico especial se ajustou adequadamente aos resultados experimentais. O teste F para a variável resposta solubilidade foi significativo ao nível de 5% de probabilidade ($p < 0,05$) e os coeficientes de correlação (R) e de determinação ajustado (R_{aj}^2) foram maiores que os demais modelos utilizados, encontrando-se estes valores de 0,98 e 0,97, respectivamente.

TABELA 5 – Análise de variância dos modelos obtidos para as propriedades: solubilidade e testes mecânicos dos filmes biodegradáveis, produzidos a partir de misturas de amidos.

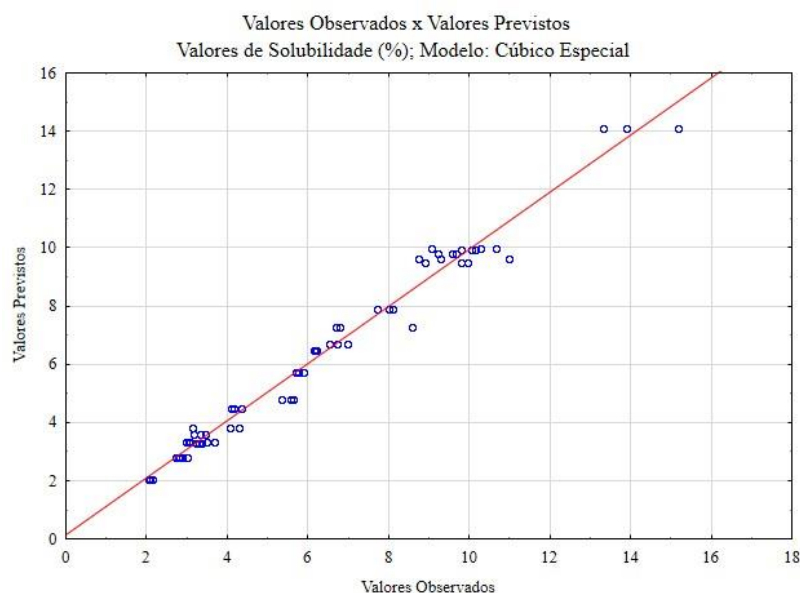
Modelo	Solubilidade (%)							
	G.L.	QM	G.L. (erro)	QM (erro)	F	P	R ²	R ² _{aj}
Linear	4	64,88	58	6,79	9,56*	0,000005	0,40	0,36
Quadrático	10	22,05	48	3,61	6,11*	0,000006	0,73	0,66
Cúbico Especial	5	31,95	43	0,31	102,48*	0,000000	0,98	0,97
Total Ajustado	62	10,54	--	--	--	--	--	--

*Significativo e n.s. não significativo ao nível de 5% de probabilidade ($p \leq 0,05$) pelo teste de F.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Figura 24 é mostrado a distribuição residual relacionados aos valores observados e ao previstos da variável solubilidade (%). Ao analisar a Figura 24 compreendeu-se que os dados experimentais se distribuíram de forma aleatória, porém, próximos da normalidade, configurando assim a presença de vício experimental ou erro de calibração.

FIGURA 24 – Distribuição residual relacionados aos valores observados e previstos para a solubilidade (%) dos filmes elaborados.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Tabela 6 se encontram os coeficientes do modelo escolhido, neste caso o modelo cúbico especial para a solubilidade dos filmes estudados. As variáveis milho, banha-de-galinha, fruta-do-lobo, lírio-do-brejo e parreira-do-mato foram representadas por X_1 a X_5 , respectivamente.

TABELA 6 – Coeficientes do modelo cúbico especial para a propriedade de solubilidade dos filmes biodegradáveis, produzidos a partir de misturas de amidos.

Fator	S(%)	Teste t	p
X_1	9,98*	30,97	0,000000
X_2	3,81*	11,83	0,000000
X_3	14,11*	43,78	0,000000
X_4	3,27*	10,15	0,000000
X_5	9,64*	29,93	0,000000
X_1X_2	1,59 n.s.	1,01	0,318887
X_1X_3	-16,65*	-10,54	0,000000
X_1X_4	11,50*	7,28	0,000000
X_1X_5	0,52 n.s.	0,33	0,745799
X_2X_3	-12,94*	-8,20	0,000000
X_2X_4	-2,92 n.s.	-1,85	0,071195
X_2X_5	-13,51*	-8,56	0,000000
X_3X_4	-23,48*	-14,87	0,000000
X_3X_5	-20,72*	-13,12	0,000000
X_4X_5	-17,67*	-11,19	0,000000
$X_1X_2X_3$	-182,39*	-2,39	0,021532
$X_1X_2X_4$	258,96 n.s.	3,39	0,001520
$X_1X_2X_5$	204,74 n.s.	3,09	0,003482
$X_1X_3X_4$	-1163,71*	-18,19	0,000000
$X_2X_3X_4$	933,36 n.s.	14,59	0,000000

*Significativo e n.s. não significativo ao nível de 5% de probabilidade ($p \leq 0,05$) pelo teste de t.

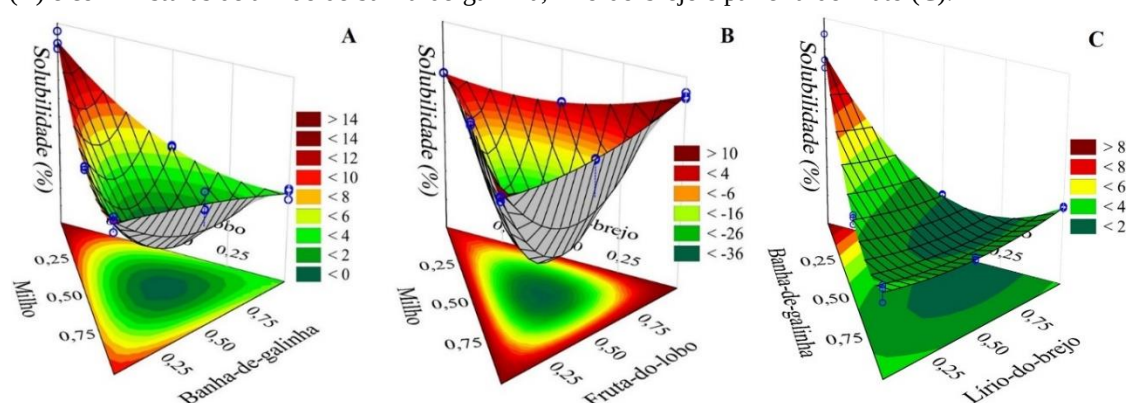
Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Os coeficientes significativos foram selecionados pelo teste t (Tabela 6). O modelo cúbico especial foi utilizado para desenhar os gráficos de metodologia de superfície de resposta da Figuras 25 para a solubilidade em água, em função das misturas dos amidos estudados.

Analisando a significância para a variável resposta solubilidade nota-se na Tabela 6 que houve interação entre as variáveis: X_1 , X_2 e X_3 (misturas de amidos de milho, banha-de-galinha e fruta-do-lobo) e X_1 , X_3 e X_4 (misturas de amidos de milho, fruta-do-lobo e lírio-dobrejo). As variações da solubilidade em função destas interações podem ser observadas na Figura 25A, 25B, juntamente com a interação entre as variáveis X_2 , X_4 e X_5 (misturas de amidos de banha-de-galinha, lírio-do-brejo e parreira-do-mato), na Figura 25C, respectivamente.

A intensidade da cor vermelha na Figura 25 indicou maiores valores de solubilidade e foram alcançados em filmes que foram elaborados com 100% de amido de fruta-do-lobo e com 100% de amido de milho (Figura 25A), porém com maior intensidade para os valores de solubilidade para os filmes produzido com 100% de amido de fruta-do-lobo (Figura 25A), alcançando um valor máximo de 14,14% (Tabela 4, pg.81). E a cor amarela na Figura 25A-B, indicou os valores intermediários de solubilidade, mostrando que a tendência se deslocou para as misturas de amidos de milho e fruta-do-lobo, que alcançou um valor de 7,94% (Tabela 4, pg.81). Para a Figura 25B, verificou-se que as proporções iguais de amido de milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), resultaram em maiores solubilidades dos filmes elaborados. Na Tabela 4 (pg.81), essa mistura resultou em filmes com o valor de 9,56% de solubilidade.

FIGURA 25 – Gráficos de superfície de resposta da solubilidade dos filmes elaborados com misturas de amido de milho, banha-de-galinha e fruta-do-lobo (A), com misturas de amido de milho, fruta-do-lobo e lírio-do-brejo (B) e com misturas de amido de banha-de-galinha, lírio-do-brejo e parreira-do-mato (C).



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Já a intensidade de cor verde indicou menores valores de solubilidade e foram alcançados por filmes elaborados por misturas de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo uma vez que a tendência dessa cor verde se deslocou para essas duas variáveis independentes (Figura 25C) e, pela Tabela 4, se pode verificar que a combinação em proporções iguais destas variáveis formou filmes com valor de solubilidade de 2,87%.

Portanto, pelos dados obtidos na Tabela 4 (pg.82) e os gráficos de metodologia de superfície de resposta para a variável de resposta solubilidade, os filmes escolhidos para adição de agentes plastificantes (glicerol e ácido cítrico), foram: 100% FL (maior valor de solubilidade do filme sem mistura de amidos), 50% MI e 50% LB (valor máximo), 50% MI e 50% FL (valor intermediário) e 50% BG e 50% LB (valor mínimo).

Os resultados experimentais das propriedades físico-químicas e óticas dos filmes selecionados podem ser vistos na Tabela 7.

TABELA 7 – Valores médios de umidade (U), atividade de água (Aw), permeabilidade ao vapor de água (PVA), transparência (T) e $^{\circ}hue$ dos filmes elaborados e otimizados.

Média	Tratamentos			
	100%FL	50%MI e 50%FL	50%MI e 50%LB	50%BG e 50%LB
U (%)	12,01±0,20 ^b	12,73±0,54 ^b	13,14±0,59 ^b	14,70±0,67 ^a
Aw	0,56±0,03 ^a	0,54±0,00 ^a	0,55±0,01 ^a	0,53±0,00 ^a
PVA ($\times 10^{-7} \text{gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$)	4,63±0,43 ^b	1,87±0,50 ^c	4,77±0,54 ^{ab}	7,62±0,27 ^a
T	1,71±0,09 ^a	5,57±0,17 ^a	1,46±0,10 ^{ab}	1,42±0,06 ^b
$^{\circ}hue$	69,02±10,66 ^{ab}	55,51±6,65 ^b	74,96±2,59 ^a	76,22±1,26 ^a

MI = milho, BG = banha-de-galinha, FL = fruta-do-lobo e LB = lírio-do-brejo.

Médias seguidas pela mesma letra na linha não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Ao estudar as propriedades de filmes à base de amido deve-se levar em consideração seus aspectos ligados ao seu caráter hidrofílico, por isso, é importante estudar o teor de umidade, atividade de água e permeabilidade ao vapor de água dos filmes elaborados.

A importância de manter o controle de umidade adequado dos filmes de amido está no fato de que seu conteúdo pode garantir flexibilidade adequada (resistência à tração e alongação), além de influenciar a solubilidade e a permeabilidade ao vapor de água devido à hidrofiliabilidade dos grupos hidroxila (HORNUNG *et al.*, 2018; SHAH *et al.*, 2016). Os filmes obtidos no presente estudo apresentaram teor de umidade entre 12 e 15% (Tabela 7), com maior teor de umidade para a mistura 50%BG e 50%LB (14,70%) que diferiu estatisticamente dos outros tratamentos aplicados.

A atividade de água dos filmes à base de amido e água como agente plastificante variou de 0,53 (50% BG e 50% LB) a 0,56 (100% FL), não houve diferenças significativas entre os tratamentos. Segundo López-Córdoba (2021), produtos com alta atividade de água ($A_w > 0,60$) e teor de umidade são muito suscetíveis à deterioração e contaminação microbiana, portanto, os filmes elaborados estão fora dessa faixa de risco de deterioração.

A permeabilidade ao vapor de água é uma propriedade muito importante dos filmes biodegradáveis, pois está relacionada com o nível de umidade dos produtos alimentícios,

evitando a perda ou ganho de umidade (RAJAPAKSHA e SHIMIZU, 2021; HORNUNG *et al.*, 2018; CRIZEL *et al.*, 2016). A permeabilidade ao vapor de água dos filmes estudados variou $1,8 \times 10^{-7} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$ para a mistura de 50% MI e 50% FL a $7,62 \times 10^{-7} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$ para a mistura de 50% BG e 50% LB. O tratamento 50% MI e 50% FL apresentou o menor valor de permeabilidade ao vapor de água ($1,87 \times 10^{-7} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$) e diferenciou estatisticamente dos outros tratamentos.

As propriedades óticas são parâmetros de primordial importância para os filmes, uma vez que são destinados principalmente para embalagens de alimentos (CRIZEL *et al.*, 2016; HORNUNG *et al.*, 2018). A transparência dos filmes é um parâmetro essencial, pois, afeta a qualidade e proteção dos alimentos, além de ter grande influência na aceitabilidade do cliente, visando a aparência e atratividade (MAJZOBI *et al.*, 2015; RAJAPAKSHA e SHIMIZU, 2021). A transparência dos filmes variou de 1,42 para a mistura de 50% BG e 50% LB a 5,57 para a mistura de 50% MI e 50% FL. O tratamento 50% BG e 50% LB diferiu estatisticamente dos tratamentos 100% FL e 50% MI e 50% FL.

A tonalidade da cor dos filmes variou de 55,51 (50% MI e 50% FL) a 76,22 (50% BG e 50% LB), o tratamento 50% MI e 50% FL apresentou diferenças significativas entre os tratamentos 50% MI e 50% LB e 50% BG e 50% LB. Segundo a interpretação de Pathare, Opara e Al-Said (2013) graficamente todos os filmes apresentaram tonalidades avermelhada ($^{\circ}\text{hue} < 90^{\circ}$).

As propriedades mecânicas, incluindo força, resistência à tração e alongação, estão entre os parâmetros mais importantes dos filmes destinados principalmente para embalagem de alimentos e são influenciados pelo tipo de matéria-prima para a produção do filme e pelo ambiente no qual este filme será utilizado para embalagem (ABEDINIA *et al.*, 2020; BABAPOUR, JALALI e NAFCHI, 2021). Estas propriedades são fundamentais para determinar a capacidade do material de resistir as forças externas e manter sua integridade sem quebrar, além, de suprir informações sobre as condições ideais de aplicação e manuseio dos produtos embalados (GÓMEZ-ALDAPA *et al.*, 2020; WOGGUN, SIRIVONGPAISAL e WITTAYA, 2014).

Na Tabela 8 estão os parâmetros mecânicos (força, resistência à tração e alongação) dos filmes elaborados com as misturas dos utilizando como plastificante a água.

TABELA 8 – Valores médios de força (F), resistência à tração (RT) e alongação (ELO) dos filmes elaborados e otimizados.

Média	Tratamentos			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
F(N)	3,30±0,29 ^a	3,36±0,23 ^a	1,92±0,06 ^b	1,56±0,10 ^b
RT (MPa)	2,39±0,04 ^a	2,23±0,25 ^a	0,50±0,04 ^b	0,67±0,14 ^b
Elo (%)	2,75±0,43 ^c	3,67±0,14 ^{ab}	4,27±0,25 ^a	3,50±0,25 ^{bc}

MI = milho, BG = banha-de-galinha, FL = fruta-do-lobo e LB = lírio-do-brejo.

Médias seguidas pela mesma letra na linha não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Em relação a força dos filmes elaborados verificou-se na Tabela 8, que os valores variaram de 1,56 a 3,30 N. O tratamento 100% FL (3,30 N) diferiu estatisticamente dos tratamentos 50% MI e 50% LB (1,92 N) e 50% BG e 50% LB (1,56 N), porém, não diferenciou estatisticamente do tratamento 50% MI e 50% FL (3,36 N).

A resistência à tração dos filmes variou na faixa de 0,50 a 2,39 MPa, o tratamento 100% de FL obteve o maior valor (2,39 MPa), seguido pelo tratamento 50% MI e 50% FL (2,23 MPa), que não diferiram estatisticamente entre si. Já os menores valores de resistência à tração foram provenientes dos tratamentos 50% BG e 50% LB (0,67 MPa) e 50% MI e 50% LB (0,50), que também não houve diferenças significativas.

A alongação dos filmes biodegradáveis variou de 2,75 (100% FL) a 4,27% (50% MI e 50% LB). O maior valor de alongação encontrado foi de 4,27% para o tratamento 50% MI e 50% LB, que diferiu estatisticamente dos tratamentos 100% FL (2,75%) e 50% BG e 50% LB (3,50%), porém, não houve diferenças significativas entre o tratamento 50% MI e 50% FL (3,67%).

Pelos valores obtidos das propriedades mecânicas dos filmes elaborados com amido e água como agente plastificante (Tabela 8), verificou-se que os valores de força, resistência à tração e alongação são baixos, sendo um ponto crítico, quando se trata da utilização de filmes para embalagens. Esse fato se deve que o amido apresenta comportamento hidrofílico muito marcante, o que torna suas propriedades mecânicas inferiores às de outros materiais formadores de filme, pois, são quebradiços, o que afeta e limita seu processamento e aplicação (JHA *et al.*, 2020; MENDES *et al.*, 2016). Plastificantes como glicerol e o ácido cítrico têm sido usados para superar a fragilidade dos filmes à base de amido.

O glicerol tem sido frequentemente utilizado como plastificante para filmes de amido devido à sua compatibilidade com a amilose, pois promove melhorias nas propriedades mecânicas ao interferir no empacotamento da amilose, diminuindo assim as forças intermoleculares entre as moléculas de amido (NORDIN *et al.*, 2020).

O ácido cítrico (AC) é um ácido carboxílico trifuncional e tem sido utilizado na produção de amido reticulado. Estudos demonstram que o ácido cítrico possui um efeito positivo na plastificação e nas propriedades de processamento de fusão do amido e que proporciona melhorias nos aspectos mecânicos dos filmes à base de amido (ZHOU *et al.*, 2016; QIN *et al.*, 2019).

Por isso, as formulações dos filmes selecionados por meio do planejamento de misturas foram utilizadas para a elaboração de filmes à base dessas misturas de amido adicionados de plastificantes: glicerol e ácido cítrico, pois acredita-se que estes agentes plastificantes possam melhorar as propriedades mecânicas, com o intuito de se obter propriedades semelhantes aos polímeros de origem petroquímica.

5.3 Otimização da elaboração de filmes em função da composição da mistura de amido e da concentração dos plastificantes

Na Tabela 9 se mostram os resultados das médias e desvio padrão das propriedades químicas, físicas e óticas dos filmes elaborados com as formulações de amido anteriormente selecionados, adicionados de agentes plastificante glicerol e ácido cítrico.

TABELA 9 – Valores médios $\pm$ desvio padrão das propriedades químicas, físicas e óticas dos filmes elaborados à base de diferentes formulações de amidos e plastificantes (glicerol e ácido cítrico).

Amido	Gli (%)	AC (%)	U (%)	Aw	Esp (mm)	PVA	T	$^{\circ}$ hue
FL	30	2	16,56 $\pm$ 7,25	0,36 $\pm$ 0,02	0,19 $\pm$ 0,05	1,47 $\pm$ 0,37	1,21 $\pm$ 0,62	58,79 $\pm$ 20,10
MI-FL	30	2	11,04 $\pm$ 5,32	0,33 $\pm$ 0,00	0,17 $\pm$ 0,02	1,12 $\pm$ 0,20	1,12 $\pm$ 0,24	53,23 $\pm$ 11,61
MI-LB	30	2	15,10 $\pm$ 3,55	0,32 $\pm$ 0,00	0,20 $\pm$ 0,04	1,54 $\pm$ 0,06	2,39 $\pm$ 0,27	67,78 $\pm$ 1,00
BG-LB	30	2	14,56 $\pm$ 3,28	0,33 $\pm$ 0,01	0,25 $\pm$ 0,02	1,61 $\pm$ 0,07	1,95 $\pm$ 0,52	70,86 $\pm$ 12,95
FL	30	3	13,41 $\pm$ 1,89	0,34 $\pm$ 0,02	0,11 $\pm$ 0,04	0,82 $\pm$ 0,30	1,72 $\pm$ 0,53	53,79 $\pm$ 9,14
MI-FL	30	3	14,44 $\pm$ 4,16	0,32 $\pm$ 0,01	0,15 $\pm$ 0,03	1,04 $\pm$ 0,28	2,44 $\pm$ 1,10	44,39 $\pm$ 4,54
MI-LB	30	3	17,14 $\pm$ 2,98	0,32 $\pm$ 0,02	0,25 $\pm$ 0,02	1,72 $\pm$ 0,11	2,76 $\pm$ 1,37	42,04 $\pm$ 16,08
BG-LB	30	3	11,19 $\pm$ 1,07	0,33 $\pm$ 0,01	0,17 $\pm$ 0,03	1,53 $\pm$ 0,38	1,88 $\pm$ 0,95	57,32 $\pm$ 11,66
FL	40	2	14,52 $\pm$ 1,38	0,35 $\pm$ 0,01	0,12 $\pm$ 0,05	0,93 $\pm$ 0,30	3,14 $\pm$ 1,65	64,10 $\pm$ 3,94
MI-FL	40	2	17,85 $\pm$ 3,94	0,32 $\pm$ 0,02	0,09 $\pm$ 0,02	0,64 $\pm$ 0,23	3,45 $\pm$ 1,44	50,62 $\pm$ 4,33
MI-LB	40	2	19,80 $\pm$ 2,32	0,33 $\pm$ 0,00	0,29 $\pm$ 0,02	1,95 $\pm$ 0,38	1,58 $\pm$ 0,34	42,05 $\pm$ 12,14
BG-LB	40	2	22,94 $\pm$ 2,88	0,32 $\pm$ 0,01	0,22 $\pm$ 0,03	1,87 $\pm$ 0,19	1,51 $\pm$ 0,82	59,59 $\pm$ 14,48
FL	40	3	17,82 $\pm$ 4,91	0,33 $\pm$ 0,01	0,10 $\pm$ 0,06	1,02 $\pm$ 0,10	3,02 $\pm$ 1,60	63,42 $\pm$ 13,08
MI-FL	40	3	17,45 $\pm$ 3,14	0,32 $\pm$ 0,00	0,18 $\pm$ 0,04	1,23 $\pm$ 0,25	2,03 $\pm$ 0,10	54,75 $\pm$ 10,20
MI-LB	40	3	19,81 $\pm$ 3,82	0,34 $\pm$ 0,01	0,30 $\pm$ 0,05	2,20 $\pm$ 0,16	2,32 $\pm$ 0,15	42,18 $\pm$ 27,70
BG-LB	40	3	16,37 $\pm$ 2,10	0,32 $\pm$ 0,01	0,19 $\pm$ 0,02	1,56 $\pm$ 0,20	2,60 $\pm$ 0,76	67,58 $\pm$ 4,43

Gli = glicerol; AC = ácido cítrico, U = umidade; Aw = atividade de água; Esp = espessura; PVA = permeabilidade ao vapor de água; T = transparência, e $^{\circ}$ hue = tonalidade da cor. MI = Milho, BG = Banha-de-galinha, FL = Fruta-do-lobo e LB = Lírio-do-brejo.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Em relação a umidade teve a variação de 11,04 a 22,94%, a atividade de água dos filmes em função dos agentes plastificantes variou de 0,33 a 0,36 e a permeabilidade ao vapor

de água dos filmes variou de 0,82 a $2,20 \times 10^{-7} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$. Quando se trata do uso de filmes biodegradáveis como embalagens para produtos secos, o ideal seria: baixa umidade, atividade de água e permeabilidade ao vapor de água, com o intuito de evitar o ganho de umidade, crescimento microbiano e perda das características do produto armazenado. Neste caso correlacionando as três variáveis, as formulações que apresentaram essas características foram: FL + MI + 30% Gli + 2% AC, BG + LB + 30% Gli + 3% AC. Já para alimentos frescos é interessante que o filme já possua uma alta permeabilidade ao vapor de água, no caso as seguintes formulações são as mais recomendadas: MI + LB + 40% Gli + 3% AC ($2,20 \times 10^{-6} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$) e MI + LB + 40% Gli + 2% AC ($1,95 \times 10^{-6} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$).

A espessura dos filmes variou de 0,10 a 0,30 mm. A grande relevância da espessura está relacionada a uniformidade dos filmes, que pode ser observada pelo desvio padrão das amostras que variou de 0,02 a 0,06, indicando que todos os filmes eram homogêneos. De acordo com a ASTM filmes são classificados com espessura menor que 0,25 mm. Pelos dados obtidos na Tabela 9 verificou-se que os tratamentos MI + LB + 40% Gli + 3% AC e MI + LB + 40% Gli + 2% AC apresentaram os valores de espessura de 0,30 e 0,29 mm, respectivamente, indicando que estão fora da faixa de classificação como filmes.

Em relação as propriedades óticas dos filmes verificaram-se que a transparência dos filmes variou de 1,12 a 3,45 e a tonalidade da cor dos filmes variou de 42,04 a 70,86, indicando que os filmes obtidos eram opacos e com coloração avermelhada.

Comparando os filmes com agentes plastificantes e os filmes elaborados no experimento anterior utilizando a água como plastificante, verificou-se que a adição do ácido cítrico e glicerol aumentou a umidade e reduziu a atividade de água e permeabilidade ao vapor de água, este fato está relacionado a presença do ácido cítrico, pois ele possui uma multifuncionalidade, ou seja, pode funcionar como agente de reticulação ou de plastificação.

Por meio da análise de variância contida na Tabela 10 observou-se que houve interação tripla dos fatores amido x glicerol x ácido cítrico nas variáveis: umidade, transparência e tonalidade da cor.

TABELA 10 – Resumo da análise de variância aplicada às variáveis umidade (U), atividade de água (Aw), espessura (Esp), permeabilidade ao vapor de água (PVA), transparência (T) e tonalidade da cor ($^{\circ}$ hue) obtidas dos filmes produzidos com diferentes amidos (A), teores de glicerol (Gli) e ácido cítrico (AC).

Fator	G.L.	U	Aw	Esp	PVA	T	$^{\circ}$ hue
A	3	48,03*	13,35*	31,80*	35,52*	1,91 ^{n.s.}	520,29*
Gli	1	545,63*	0,87 ^{n.s.}	0,03 ^{n.s.}	0,93 ^{n.s.}	14,03*	35,42*
AC	1	2,88 ^{n.s.}	5,16*	1,09 ^{n.s.}	0,001 ^{n.s.}	3,73 ^{n.s.}	85,02*
A x Gli	3	15,45*	4,97*	4,58*	4,16*	15,75*	534,69*
A x AC	3	22,97*	4,20*	5,62*	3,84*	4,71*	171,41*
Gli x AC	1	3,95*	0,45 ^{n.s.}	4,36*	4,80*	16,34*	38,92*
A x Gli x AC	3	23,57*	0,64 ^{n.s.}	1,87 ^{n.s.}	2,77 ^{n.s.}	15,15*	77,90*
Resíduo	32	--	--	--	--	--	--
Total	47	--	--	--	--	--	--
CV (%)		5,98	3,26	19,38	17,64	21,49	2,67
Média		16,09	0,33	0,18	1,39	2,26	51,97

G.L.= grau de liberdade; F = teste F, CV = coeficiente de variação.

*= significância estatística a nível de 5% de probabilidade; ^{n.s.} = não significativo.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

5.3.1 Umidade

A água atua como agente plastificante em filmes biodegradáveis, desse modo, a umidade é um fator importante que depende das condições de armazenamento, como umidade relativa do ar e temperatura, entre outras (HALAL *et al.*, 2016).

A variação média da umidade (Tabela 11), verificou-se que com o aumento da concentração de glicerol, ocorreu o aumento na porcentagem de umidade dos filmes biodegradáveis em todos os tratamentos. Este comportamento foi observado no estudo de Ortega-Toro *et al.* (2017), que analisando a umidade de filmes à base de amido antifúngico, glicerol e Aloe vera, verificaram que a umidade diminuía ligeiramente quando a proporção de Aloe vera aumentava e o teor de glicerol diminuía. A natureza hidrofílica do glicerol permitiu que mais moléculas de água sejam absorvidas pela estrutura polimérica dos filmes (ENGEL, AMBROSI e TESSARO, 2019). Em relação ao amido, observou-se que a mistura com 50% MI e 50% LB, apresentou as maiores umidades tanto para a concentração de 30% (16,57%) e para 40% (21,23%).

O trabalho desenvolvido por Luchese, Spada e Tessaro (2017), na produção de filmes com diferentes quantidades de amido de milho e mandioca e glicerol obteve a umidade variando de 12,20 a 33,00%, dados que se assemelham com os obtidos no presente estudo.

TABELA 11 – Variação média da umidade (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.

Glicerol	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
30%	12,38 ^{bB}	10,14 ^{cB}	16,57 ^{aB}	12,29 ^{bB}
40%	17,32 ^{cA}	19,51 ^{bA}	21,23 ^{aA}	19,26 ^{bA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Quanto à variação da umidade em relação ao tipo de amido x concentração de ácido cítrico (Tabela 12), observou-se que a mistura de amido com 50% MI e 50% LB foi responsável pelos maiores valores de umidade encontrada nos filmes biodegradáveis. O incremento do ácido cítrico nos tratamentos 100% FL e 50% MI e 50% FL, fez com que as umidades dos filmes fossem diminuídas, o que também foi observado por Seligra *et al.* (2016), ao estudarem filmes à base de amido-glicerol e ácido cítrico como agente de reticulação. Esse fato se deve por conta da diminuição de OH livres, pois suplementou a ligação de hidrogênio intermolecular, transformando os filmes mais resistente à água. Ortega-Toro *et al.* (2015), afirmaram que a redução da umidade, com a adição de ácido cítrico, indica que ocorre a esterificação dos grupos hidroxilas do amido durante a moldagem por compressão térmica do filme biodegradável, que ocorre em alta temperatura. No trabalho desenvolvido por Niponsak *et al.* (2016), na produção de filmes colorimétricos a partir de amido e adição de polímeros naturais (quitosana, ácido cítrico, carboximetilcelulose e fibra kraft), obtiveram valores de umidade variando de 6,30 a 9,51 %, intervalos inferiores ao encontrado neste estudo.

TABELA 12 – Variação média da umidade (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.

Ácido cítrico	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
2%	13,18 ^{cB}	13,92 ^{cB}	19,19 ^{aA}	17,13 ^{bA}
3%	16,53 ^{bA}	15,74 ^{bA}	18,61 ^{aA}	14,43 ^{cB}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A interação entre os aditivos incorporados e o tipo de agente plastificante utilizado pode influenciar no acréscimo ou no decréscimo da umidade dos filmes biodegradáveis à base de amido (MALI *et al.*, 2004).

Na Tabela 13 estão os resultados da variação média da umidade em relação aos teores de ácido cítrico e glicerol. Na concentração de 30% não houve diferenças significativas entre os tratamentos. Na concentração de 40% de glicerol, ocorreu um aumento na umidade, quando a quantidade de ácido cítrico foi maior.

TABELA 13 – Variação média da umidade (%) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.

Ácido cítrico	Glicerol	
	30%	40%
2%	12,88 ^{bA}	18,82 ^{aB}
3%	12,80 ^{bA}	19,84 ^{aA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada concentração de ácido cítrico; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

E em relação ao ácido cítrico para ambas concentrações, os menores valores de umidade foram encontrados na menor concentração de glicerol, no caso, 30%. Segundo Priyadarshi *et al.* (2018), o polímero interage com água, devido à presença de hidroxila livre. A maioria do grupo OH é imediatamente consumida à medida que participam da ligação covalente com ácido cítrico, e, portanto, não estão disponíveis posteriormente para interagir com as moléculas de água, reduzindo assim a umidade dos filmes biodegradáveis.

5.3.2 Atividade de água

A atividade de água (A_w) nos fornece dados importantes sobre a umidade dos filmes biodegradáveis, sendo que quanto mais baixa a atividade de água, impede as reações bioquímicas e reduz o crescimento microbiano (SILVEIRA *et al.*, 2016).

Em relação a atividade de água na interação dupla, amido x concentração de glicerol (Tabela 14), observou-se que a concentração de glicerol influenciou somente nos tratamentos com 50% MI e 50% LB e 50% BG e 50% LB. Analisando o fator amido, verificou-se que o filme com 100% FL obteve os maiores valores de A_w . No trabalho desenvolvido por Dantas *et al.* (2015), na produção de filmes biodegradáveis à base de amido de mandioca, glicerol e polpas de frutas tropicais pela técnica de *casting* obteve a variação de A_w entre 0,66 a 0,70, valores bem superiores ao encontrado neste estudo. Farias (2016) não encontrou diferenças

significativas ao avaliar A_w , para filmes produzidos pela técnica de *casting* e por extrusão juntamente com moldagem por compressão térmica.

TABELA 14 – Variação média da atividade de água (A_w) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.

Glicerol	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
30%	0,35 ^{aA}	0,32 ^{bcA}	0,32 ^{cB}	0,33 ^{bA}
40%	0,34 ^{aA}	0,32 ^{bA}	0,33 ^{abA}	0,32 ^{bB}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Para os valores médios em relação ao amido x concentração de ácido cítrico (Tabela 15), a concentração de ácido cítrico influenciou somente no tratamento com 100% FL, sendo o resultado mais expressivo, a concentração de 2%. O filme com 100% FL apresentou as maiores médias de A_w . Arenas, (2012) obteve a variação de atividade de água de 0,750 a 0,753 para filmes à base de amido de mandioca produzidos por *casting*, incorporados com ácido cítrico e antocianina, valores acima dos observados no presente estudo.

TABELA 15 – Variação média da atividade de água (A_w) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.

Ácido cítrico	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
2%	0,36 ^{aA}	0,33 ^{bA}	0,32 ^{bA}	0,33 ^{bA}
3%	0,34 ^{aB}	0,32 ^{bA}	0,33 ^{abA}	0,33 ^{abA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

5.3.3 Espessura

A espessura é um parâmetro que influencia as propriedades dos filmes, sendo fundamental para identificar se o filme é homogêneo, além de ter relação direta com as propriedades mecânicas e permeabilidade ao vapor de água (DAI *et al.*, 2015; FERNANDES *et al.*, 2019).

A espessura dos filmes variou de 0,11 a 0,29 mm (Tabela 16). O teor de glicerol apresentou diferença estatística somente no tratamento com 50% MI e 50% LB, sendo que o incremento de glicerol aumentou a espessura dos filmes. De acordo com Machado *et al.* (2014),

o agente plastificante ingressa na estrutura do amido, criando-se uma estrutura mais estável e espessa. Em relação ao amido, os maiores valores de espessura foram encontrados nos filmes com 50% MI e 50% LB e os menores valores de espessura nos filmes com 100% FL. Domene-López *et al.* (2019), ao produzir filmes biodegradáveis à base de amido (milho, batata, trigo e arroz) e glicerol, utilizando a técnica de fundição, obtiveram valores de espessura entre 0,183 a 0,222 mm, intervalos semelhantes ao encontrado neste estudo.

TABELA 16 – Variação média da espessura (mm) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.

Glicerol	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
30%	0,15 ^{cA}	0,16 ^{bcA}	0,23 ^{aB}	0,20 ^{abA}
40%	0,11 ^{cA}	0,14 ^{cA}	0,29 ^{aA}	0,20 ^{bA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Quanto à variação média da espessura em relação a interação dupla dos parâmetros amido x teor de ácido cítrico (Tabela 17), observou-se que o incremento do ácido cítrico, resultou na diminuição da espessura dos filmes elaborados de amido com 100% FL e 50% BG e 50% LB. Este comportamento também foi observado no trabalho de Pornsuksomboon *et al.* (2016), quando a proporção de amido modificado com ácido cítrico na elaboração de espumas de amido houve uma redução da espessura, e que o aumento da espessura está relacionada com a viscosidade do polímero, ou seja, a baixa viscosidade pode reduzir a capacidade de formação de gel do amido. Para a concentração de 2% os tratamentos, 100% FL, 50% MI e 50% FL, diferiu estatisticamente dos tratamentos com 50% MI e 50% LB e 50% BG e 50% LB. E na concentração de 3% os tratamentos com 50% MI e 50% FL e 50% BG e 50% LB não diferiu estatisticamente em relação a variável espessura.

Ortega-Toro *et al.* (2015) obtiveram espessuras variando de 0,149 a 0,293 mm para filmes à base de amido-policaprolactona, glicerol e ácido cítrico, bem semelhantes aos obtidos neste presente experimento.

TABELA 17 – Variação média da espessura (mm) dos filmes, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.

Ácido cítrico	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
2%	0,16 ^{bA}	0,13 ^{bA}	0,24 ^{aA}	0,23 ^{aA}
3%	0,10 ^{cB}	0,17 ^{bA}	0,27 ^{aA}	0,18 ^{bB}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A variação média da espessura em relação a interação dupla dos parâmetros teor de ácido cítrico x teor de glicerol (Tabela 18), observou-se que o incremento do ácido cítrico só influenciou no tratamento de 30%, no qual o aumento do ácido cítrico diminui a espessura dos filmes biodegradáveis.

Foi observado que a espessura possui uma relação com as propriedades mecânicas dos filmes: força e resistência à tração, ou seja, quanto mais espesso era o filme, suas propriedades mecânicas eram menores, verificando uma redução da resistência dos filmes biodegradáveis.

TABELA 18 – Variação média da espessura (mm) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.

Ácido cítrico	Glicerol	
	30%	40%
2%	0,20 ^{aA}	0,18 ^{aA}
3%	0,17 ^{aB}	0,19 ^{aA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada concentração de ácido cítrico; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

5.3.4 Permeabilidade ao vapor de água

A permeabilidade ao vapor de água é importante para escolher quais tipos de alimentos os filmes podem ser aplicados, já que o mesmo afeta a vida útil do produto, por exemplo, alimentos frescos necessitam de filmes com alta permeabilidade, e já alimentos desidratados requerem filmes com baixa permeabilidade ao vapor de água (LUCHESE *et al.*, 2018; PAGNO *et al.*, 2015; MANSOUR *et al.*, 2020).

Nos resultados obtidos da interação dupla amido x teor de glicerol sobre a variável permeabilidade ao vapor de água (Tabela 19), verificou-se que a concentração de glicerol

influenciou apenas o tratamento com 50% MI e 50% LB, ou seja, o aumento da concentração de glicerol aumentou a permeabilidade ao vapor de água dos filmes. Fernandes *et al.* (2019) obtiveram a mesma conclusão ao estudar filmes de fruta-do-lobo e Mansour *et al.* (2020), ao produzir filmes à base de amido, glicerol e argila. O glicerol reduz as ligações intermoleculares da cadeia dos polímeros, aumentando polaridade do filme. A diminuição na ligação molecular, ocasiona um maior espaço na cadeia e maior mobilidade das cadeias poliméricas (MARAN *et al.*, 2013; MILLER *et al.*, 2020).

Os outros tratamentos não foram influenciados pela concentração de glicerol devido ao efeito do ácido cítrico, que foi mais relevante, pois, o ácido cítrico forma uma rede mais densa, e evita que o amido se expande, portanto, reduz a transmissão de vapor de água através do filme (REDDY e YANG, 2010), devido a isso reduz as interações do glicerol diminuindo assim o seu efeito. Os valores mais expressivos de permeabilidade de vapor de água foram nos tratamentos com 50% MI e 50% LB e 50% BG e 50% LB em ambas concentrações de glicerol e o restante dos outros tratamentos já tiveram o comportamento inverso.

Muller, Yamashita e Laurindo (2008) em seu estudo encontraram permeabilidade de vapor de água em filmes de amido de mandioca e glicerol elaborados pela técnica de *casting* variando de $1,59 \times 10^{-7}$ a $10,4 \times 10^{-7} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$, valores inferiores ao encontrado neste estudo, e Tong, Xiao e Li (2013) ao trabalhar com filmes de mistura de pululano-alginato-carboximetilcelulose sob efeitos de diferentes agentes plastificantes (glicerol, xilitol, sorbitol e frutose), obtiveram permeabilidade ao vapor de água variando de $1,40 \times 10^{-6}$ a $5,0 \times 10^{-6} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$, valores próximos ao encontrado neste estudo.

TABELA 19 – Variação média da permeabilidade ao vapor de água ($\times 10^{-6} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.

Glicerol	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
30%	1,15 ^{bA}	1,08 ^{bA}	1,63 ^{aB}	1,57 ^{aA}
40%	0,97 ^{bA}	0,93 ^{bA}	2,07 ^{aA}	1,71 ^{aA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A permeabilidade ao vapor de água dos filmes em relação ao tipo de amido x teor de ácido cítrico (Tabela 20) variou de 0,92 a $1,96 \times 10^{-6} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$. A concentração de ácido cítrico afetou apenas o tratamento com 100% FL, o incremento de ácido cítrico diminuiu a

permeabilidade ao vapor de água, corroborando com o estudo desenvolvido por por Ghanbarzadeh, Almasi e Entezami (2011), que foi observado a influência do ácido cítrico nos filmes produzidos de amido de milho, a alta concentração do ácido cítrico, obteve a redução da propriedade ao vapor de água, devido a substituição de grupos OH hidrofílicos com grupos ésteres hidrofóbicos. As maiores permeabilidades ao vapor de água foram encontradas nos filmes elaborados da mistura com 50% MI e 50% LB.

TABELA 20 – Variação média da permeabilidade ao vapor de água ($\times 10^{-6} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.

Ácido cítrico	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
2%	1,20 ^{bA}	0,88 ^{bA}	1,75 ^{aA}	1,74 ^{aA}
3%	0,92 ^{cB}	1,13 ^{cA}	1,96 ^{aA}	1,55 ^{bA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A permeabilidade ao vapor de água dos filmes em relação ao teor de ácido cítrico x teor de glicerol (Tabela 21) variou de 1,28 a $1,50 \times 10^{-6} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$. O incremento de glicerol influenciou apenas o tratamento com 3% de ácido cítrico, no qual foi observado o aumento da permeabilidade dos filmes com o aumento da concentração de 40% de glicerol.

TABELA 21 – Variação média da permeabilidade ao vapor de água ($\times 10^{-6} \text{ gm}^{-1}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.

Ácido cítrico	Glicerol	
	30%	40%
2%	1,43 ^{aA}	1,35 ^{aA}
3%	1,28 ^{bA}	1,50 ^{aA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada concentração de ácido cítrico; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Assim como foi observado que a espessura do filme afeta as propriedades mecânicas, o mesmo acontece com a permeabilidade ao vapor de água, maiores espessuras geraram maiores permeabilidades ao vapor de água, e o inverso, também é verdadeiro. Segundo Bertuzzi, Armada e Gottifredi, (2007), este parâmetro é bastante influenciado por diversos fatores como: temperatura, quantidade de agente plastificante e espessura.

5.3.5 Propriedades óticas

A transparência é uma importante característica para os filmes biodegradáveis, visando o uso como embalagens é importante possuir um alto grau de transparência, devido a aceitabilidade e melhor apresentação visual do produto final (DOMENE-LÓPEZ *et al.*, 2019; ZHONG *et al.*, 2017).

Em relação a transparência dos filmes em relação ao tipo de amido x concentração de glicerol (Tabela 22), verificou-se que o aumento do teor de glicerol nos tratamentos com 100% FL, 50% MI e 50% FL, aumentou a transparência dos filmes biodegradáveis. Conforme Rocha *et al.* (2014), a transparência dos filmes pode ser influenciada pela proporção de glicerol e pelo pH da solução. No teor de 30% somente o filme com a mistura de amido com 50% MI e 50% LB diferenciou estatisticamente dos demais tratamentos, e no teor de 40% os tratamentos com 100% FL e 50% MI e 50% FL apresentaram as maiores médias.

O trabalho desenvolvido por Silva, Brinques e Gurak (2020), ao produzir filmes biodegradáveis com amido de milho, farinha de subproduto de broto e glicerol, obtiveram dados de transparência variando de 1,83 a 2,50, valores análogos obtidos neste estudo.

TABELA 22 – Variação média da transparência dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.

Glicerol	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
30%	1,39 ^{bB}	1,78 ^{bB}	2,91 ^{aA}	1,91 ^{bA}
40%	2,85 ^{abA}	3,07 ^{aA}	1,95 ^{cB}	2,21 ^{bcA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Os filmes tiveram a variação de 1,73 a 2,87 de transparência em relação ao amido x teor de ácido cítrico (Tabela 23). Com o aumento do teor de ácido cítrico, verificou-se que os filmes obtidos de misturas de amidos com 50% MI e 50% LB e 50% BG e 50% LB tiveram um aumento significativo de transparência. De acordo com Lopes *et al.* (2020) e Jiménez *et al.* (2013), a microestrutura dos filmes afeta suas propriedades óticas, portanto, o ácido cítrico influenciou na organização da matriz polimérica, acentuando a transparência dos filmes.

No trabalho feito por Pereira *et al.* (2017), o ácido cítrico não influenciou significativamente na transparência dos filmes de hemicelulose de palha de trigo adicionadas

com nano cristais de celulose e ácido cítrico, como foi observado nos tratamentos 100% FL e 50% MI e 50% FL.

TABELA 23 – Variação média da transparência dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.

Ácido cítrico	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
2%	2,16 ^{abA}	2,61 ^{aA}	1,98 ^{abB}	1,73 ^{bB}
3%	2,07 ^{bA}	2,23 ^{abA}	2,87 ^{aA}	2,40 ^{abA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A transparência dos filmes em relação as concentrações de ácido cítrico e glicerol (Tabela 24), variou de 1,58 a 2,67. No teor de 2% de ácido cítrico, a transparência dos filmes foi aumentada com o incremento de glicerol, e para o tratamento seguinte de 3%, não houve diferenças significativas.

Para o tratamento de 30% de glicerol, constatou-se, que o incremento de ácido cítrico melhorou a transparência dos filmes. Este comportamento foi observado no trabalho desenvolvido por Priyadarshi *et al.* (2018), ao estudar filmes de quitosana incorporado com ácido cítrico e glicerol, teve um aumento na transparência de 81% com a inserção do ácido cítrico na matriz polimérica. E no tratamento de 40% de glicerol não foram observadas diferenças significativas.

TABELA 24 – Variação média da transparência dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.

Ácido cítrico	Glicerol	
	30%	40%
2%	1,58 ^{bB}	2,67 ^{aA}
3%	2,42 ^{aA}	2,37 ^{aA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A variação média da tonalidade da cor dos filmes em relação ao amido e teor de glicerol estão contidas na Tabela 25. Os dados obtidos variaram de 49,22 a 66,57, mostrando que os filmes obtiveram tonalidades, variando para cor avermelhada. O aumento do teor de glicerol, aumentou a tonalidade da cor dos filmes produzidos de amido com 100% FL, 50% MI e 50% FL e 50% BG e 50% LB. Na concentração de 30% todos os tratamentos diferiram

estatisticamente entre si. E para a concentração de 40% as maiores médias foram obtidas para os tratamentos com 100% FL e 50% BG e 50% LB.

TABELA 25 – Variação média da tonalidade da cor dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.

Glicerol	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
30%	47,28 ^{cB}	44,50 ^{dB}	53,24 ^{bA}	58,09 ^{aB}
40%	66,57 ^{aA}	51,55 ^{bA}	49,22 ^{cB}	65,31 ^{aA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Os valores médios da tonalidade da cor em relação ao amido e teor de ácido cítrico (Tabela 26), variaram de 33,24 a 63,28. A diminuição da concentração de ácido cítrico aumentou a tonalidade da cor para os tratamentos com 50% MI e 50% FL, 50% MI e 50% LB e 50% BG e 50% LB. Os filmes de amidos com 100% FL e 50% BG e 50% LB obtiveram as maiores médias de tonalidade da cor.

TABELA 26 – Variação média da tonalidade da cor dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.

Ácido cítrico	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
2%	52,14 ^{bB}	50,61 ^{bcA}	49,23 ^{cA}	63,28 ^{aA}
3%	61,71 ^{aA}	45,44 ^{bB}	43,24 ^{cB}	60,12 ^{aB}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Os valores médios da tonalidade da cor em relação as concentrações de ácido cítrico e glicerol (Tabela 27), variou de 47,68 a 53,87, com tonalidades mais avermelhadas. Por meio da Tabela 27, percebe-se que o decréscimo do ácido cítrico aumentou a tonalidade da cor dos filmes biodegradáveis.

Em relação ao ácido cítrico, no tratamento de 2% não foi observado diferenças significativas, e para o tratamento de 3%, a tonalidade da cor aumentou na concentração de 40% de glicerol.

TABELA 27 – Variação média da tonalidade da cor dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.

Ácido cítrico	Glicerol	
	30%	40%
2%	53,87 ^{aA}	53,76 ^{aA}
3%	47,68 ^{bB}	52,56 ^{aB}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

5.3.6 Propriedades mecânicas

Na Tabela 28 se mostram os resultados das médias $\pm$ desvio padrão das propriedades mecânicas dos filmes elaborados com as formulações de amido anteriormente selecionados, adicionados de agentes plastificantes (glicerol e ácido cítrico).

TABELA 28 – Valores médios $\pm$ desvio padrão das propriedades mecânicas dos filmes elaborados à base de diferentes formulações de amidos e plastificantes (glicerol e ácido cítrico).

Amido	Gli (%)	AC (%)	F (N)	RT (MPa)	ELO (%)
FL	30	2	7,61 $\pm$ 0,05	2,42 $\pm$ 0,11	1,79 $\pm$ 0,07
MI-FL	30	2	4,58 $\pm$ 0,27	1,77 $\pm$ 0,09	1,63 $\pm$ 0,13
MI-LB	30	2	3,56 $\pm$ 0,08	1,13 $\pm$ 0,04	0,88 $\pm$ 0,13
BG-LB	30	2	4,91 $\pm$ 0,13	1,54 $\pm$ 0,06	1,58 $\pm$ 0,14
FL	30	3	8,63 $\pm$ 0,04	4,80 $\pm$ 0,17	1,00 $\pm$ 0,00
MI-FL	30	3	6,58 $\pm$ 0,20	3,94 $\pm$ 0,02	1,00 $\pm$ 0,00
MI-LB	30	3	3,59 $\pm$ 0,09	0,95 $\pm$ 0,03	1,53 $\pm$ 0,09
BG-LB	30	3	7,50 $\pm$ 0,09	3,58 $\pm$ 0,14	3,46 $\pm$ 0,07
FL	40	2	8,44 $\pm$ 0,17	5,35 $\pm$ 0,02	1,56 $\pm$ 0,06
MI-FL	40	2	3,05 $\pm$ 0,09	2,59 $\pm$ 0,01	0,79 $\pm$ 0,26
MI-LB	40	2	1,13 $\pm$ 0,01	0,28 $\pm$ 0,01	1,46 $\pm$ 0,07
BG-LB	40	2	9,79 $\pm$ 0,04	3,71 $\pm$ 0,12	2,67 $\pm$ 0,26
FL	40	3	2,66 $\pm$ 0,16	1,40 $\pm$ 0,11	1,14 $\pm$ 0,10
MI-FL	40	3	3,95 $\pm$ 0,02	1,45 $\pm$ 0,07	1,13 $\pm$ 0,13
MI-LB	40	3	1,60 $\pm$ 0,03	0,45 $\pm$ 0,04	1,00 $\pm$ 0,00
BG-LB	40	3	7,28 $\pm$ 0,07	2,57 $\pm$ 0,08	1,42 $\pm$ 0,14

Gli = glicerol; AC = ácido cítrico, F = força, RT = resistência à tração, ELO = alongação, MI = Milho, BG = Banha-de-galinha, FL = Fruta-do-lobo e LB = Lírio-do-brejo.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

O conhecimento das propriedades mecânicas dos polímeros é fundamental para determinar a resistência do material para um futuro uso como embalagem e apresentar a segurança dos alimentos em situações extremas, como por exemplo o transporte, manuseio e armazenamento (CRUZ-TIRADO *et al.*, 2019; LUCHESE *et al.*, 2018).

A força dos filmes variou de 1,13 a 9,79 N, a resistência à tração variou de 0,45 a 5,35 MPa e a elongação variou de 0,79 a 3,46%. Observou-se que as adições de agentes plastificantes proporcionaram melhorias nas propriedades mecânicas dos filmes, principalmente em relação à força e a resistência à tração quando comparadas as características dos filmes quando a água foi utilizada como plastificante.

A Tabela 29 mostra a análise de variância das propriedades mecânicas dos filmes elaborados: força (N), resistência à tração (MPa) e elongação (%). Todas as variáveis foram significativas ao teste de F ($p \leq 0,05$) e observou-se que houve interação tripla dos fatores amido x glicerol x ácido cítrico em todas as propriedades mecânicas.

TABELA 29 – Resumo da análise de variância aplicada às variáveis força (F), resistência à tração (RT) e elongação (ELO) obtidas dos filmes produzidos com diferentes amidos (A), teores de glicerol (Gli) e ácido cítrico (AC).

Fator	G.L.	F	RT	ELO
A	3	4220,17*	2409,87*	205,17*
Gli	1	1071,51*	144,32 *	32,92*
AC	1	20,63*	3,36 ^{n.s.}	5,44*
A x Gli	3	1118,53*	170,08*	10,77*
A x AC	3	534,53*	153,06*	28,30*
Gli x AC	1	2054,58*	4110,16*	96,41*
A x Gli x AC	3	591,87*	789,66*	152,27*
Resíduo	32	--	--	--
Total	47	--	--	--
CV (%)		2,26	3,55	8,52
Média		5,3	2,37	1,5

G.L.= grau de liberdade; F = teste F; CV = coeficiente de variação.

*= significância estatística a nível de 5% de probabilidade; ^{n.s.} = não significativo.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Tabela 30 encontram-se os resultados dos valores médios da força (N), em relação ao amido x teor de glicerol. Verificou-se que houve diferença significativa para todos os amidos e para as concentrações de glicerol. Para a concentração de 30%, os filmes de amido com 100% FL (8,12 N) apresentaram a maior força e concentração de 40% os filmes com mistura de amidos 50% BG e 50% LB teve o valor mais expressivo (8,54 N). E para as ambas concentrações de glicerol o filme obtido de amido com 50% MI e 50% LB teve a menor força (3,57 e 1,37 N respectivamente). Observou-se que a menor concentração de glicerol resultou em filmes com maior força nos tratamentos com 100% FL, 50% MI e 50% FL, 50% MI e 50% LB. A força é um parâmetro para mensurar o esforço necessário, para se romper o filme biodegradável. A redução da força com o aumento do teor de glicerol, é explicado que o agente

plastificante diminui a força entre as ligações químicas provenientes da amilose e amilopectina (THOMAZINE, CARVALHO e SOBRAL, 2005; GOMES, 2014).

No estudo de Reis (2011) obteve valores de 1,29 a 11,03 N para força dos filmes biodegradáveis produzidos com amido de inhame e glicerol, valores semelhantes aos obtidos neste estudo.

TABELA 30 – Variação média da força (N) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.

Glicerol	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
30%	8,12 ^{aA}	5,58 ^{cA}	3,57 ^{dA}	6,21 ^{bB}
40%	5,55 ^{bB}	3,50 ^{cB}	1,37 ^{dB}	8,54 ^{aA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A Tabela 31 mostra os resultados da variação média da força (N) dos filmes em relação ao tipo de amido x teor de ácido cítrico. A análise estatística mostrou que houve diferença significativa em relação ao tipo de amido para as duas concentrações de ácido cítrico. Para os tratamentos 50% MI e 50% FL e 50% MI e 50% LB, a maior concentração de ácido cítrico, acarretou no aumento da força dos filmes biodegradáveis. Esse aumento, deve-se que o ácido cítrico funciona como agente de reticulação agindo no aumento do peso molecular do amido, e fornecendo melhorias nas ligações químicas entre as moléculas, aumentando a resistência dos filmes biodegradáveis (SILVIANA, BRANDON e SILAWANDA, 2018). Para o tratamento 50% BG e 50% LB não houve diferença significativa para o teor de ácido cítrico.

TABELA 31 – Variação média da força (N) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.

Ácido cítrico	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
2%	8,02 ^{aA}	3,82 ^{cB}	2,35 ^{dB}	7,35 ^{bA}
3%	5,65 ^{bB}	5,27 ^{cA}	2,59 ^{dA}	7,39 ^{aA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Tabela 32 tem-se a interação entre os teores de ácido cítrico e glicerol na variação da força (N), observou-se que todos os tratamentos e para ambos os fatores houve diferença significativa. Observou-se que os maiores valores de força foram as interações entre 3% de

ácido cítrico com 30% de glicerol e 2% de ácido cítrico com 40% de glicerol. De acordo com Rangel-Marrón *et al.* (2019) em uma concentração maior de glicerol forças intermoleculares fracas estão presentes durante a formação do gel insolúvel, o que resulta na diminuição da força e resistência à tração dos filmes.

TABELA 32 – Variação média da força (N) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.

Ácido cítrico	Glicerol	
	30%	40%
2%	5,16 ^{bB}	5,60 ^{aA}
3%	6,58 ^{aA}	3,87 ^{bB}

Letras minúsculas na linha comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada concentração de ácido cítrico; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Tabela 33 estão os resultados obtidos da resistência à tração (MPa) em relação ao tipo de amido x concentração de glicerol. Tanto para o parâmetro tipo de amido e concentração de glicerol houve diferença significativa entre os tratamentos estudados. Os filmes de amido com 100% FL foi o que apresentou os maiores valores de resistência à tração, enquanto a mistura de amidos 50% MI e 50%LB apresentou os menores valores para as ambas concentrações de glicerol. A RT dos filmes foi aumentada nos tratamentos 100% FL, 50% MI e 50% FL, 50% MI e 50% LB, com a diminuição da concentração de glicerol. Este fenômeno foi observado por Fernandes *et al.* (2019), ao trabalhar na produção de filmes biodegradáveis do amido de fruta-do-lobo com distintas quantidades de glicerol. A diminuição da resistência dos filmes é justificada pela capacidade do agente plastificante reduzir as interações entre a cadeias poliméricas devido à formação de ligações de hidrogênio com o glicerol, permitindo uma maior mobilidade das cadeias poliméricas, e desse modo, aumentando a flexibilidade dos filmes biodegradáveis (SHEN *et al.*, 2010; FERNANDES *et al.*, 2019; LUBIS *et al.*, 2018; BERTUZZI, GOTTIFREDI e ARMADA, 2012).

TABELA 33 – Variação média da resistência à tração (MPa) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.

Glicerol	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
30%	3,61 ^{aA}	2,86 ^{bA}	1,04 ^{dA}	2,56 ^{cB}
40%	3,38 ^{aB}	2,02 ^{cB}	0,36 ^{dB}	3,14 ^{bA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Segundo Ajiya *et al.* (2017), a inclusão do glicerol na formulação do filme biodegradável aumenta a ductilidade, manuseabilidade e elasticidade dos polímeros, contudo altas concentrações podem provocar efeitos negativos na resistência dos filmes.

Os valores encontrados neste trabalho são semelhantes aos obtidos por Lubis *et al.* (2018) ao trabalhar com produção de filmes de amido de semente de abacate reforçado com celulose e glicerol, no qual encontraram uma variação de resistência à tração de 0,42 a 2,74 MPa.

Na Tabela 34 estão os resultados obtidos da resistência à tração (MPa) em relação ao tipo de amido x concentração de ácido cítrico. Na concentração de 2% de ácido cítrico houve diferença significativa entre todos os tipos de amidos, enquanto na concentração de 3% não foi observada diferença entre os tratamentos com 100% FL e 50% BG e 50% LB. Em relação a concentração ácido cítrico, os tratamentos 50% MI e 50% FL e 50% BG e 50% LB, com o incremento do ácido cítrico houve um aumento na RT, esse comportamento também foi observado no estudo de Olivato *et al.* (2012), pois ácidos orgânicos multifuncionais possuem a capacidade de interagir com as hidroxilas presentes na estrutura molecular do amido e introduzindo novos grupos, como carboxílicos e ésteres à sua estrutura química. No tratamento com 100% FL o comportamento já foi inverso ao observado nas misturas com 50% MI e 50% FL e 50% BG e 50% LB e por fim, o tratamento 50% MI e 50% LB não foi influenciado pelo teor de ácido cítrico.

TABELA 34 – Variação média da resistência à tração (MPa) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.

Ácido cítrico	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
2%	3,88 ^{aA}	2,18 ^{bB}	0,71 ^{dA}	2,62 ^{cB}
3%	3,09 ^{aB}	2,69 ^{bA}	0,70 ^{cA}	3,07 ^{aA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Tabela 35 estão os resultados obtidos da resistência à tração (MPa) em relação ao teor de ácido cítrico x teor de glicerol. Para o tratamento de 30% de glicerol, o acréscimo de ácido cítrico aumentou a resistência à tração dos filmes, e no de 40% o comportamento foi inverso. Analisando em relação a concentração de ácido cítrico, constatou-se que no tratamento de 2%, houve um aumento significativo na resistência à tração dos filmes, diferentemente do que ocorreu no tratamento com 3% de ácido cítrico. Segundo Rangel-Marrón *et al.* (2019), para

o aumento da resistência dos filmes seriam necessários o aumento da concentração de amido e a diminuição das concentrações de glicerol e ácido cítrico, pois, os agentes plastificantes atuam no aumento da elongação e consequentemente na diminuição da resistência do polímero.

TABELA 35 – Variação média da resistência à tração (MPa) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.

Ácido cítrico	Glicerol	
	30%	40%
2%	1,72 ^{bB}	2,98 ^{Aa}
3%	3,32 ^{aA}	1,47 ^{Bb}

Letras minúsculas na linha comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada concentração de ácido cítrico; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A elongação do material juntamente com o parâmetro resistência à tração, visam a avaliação das propriedades mecânicas dos filmes biodegradáveis, por exemplo, um polímero com uma combinação alta resistência à tração e alta elongação são indicativos de alta tenacidade enquanto os materiais com alta resistência à tração e baixa elongação tendem a ser frágil (TONG, XIAO e LI, 2013).

A Tabela 36 mostra os resultados dos valores médios de elongação dos filmes em relação ao amido x teor de glicerol. Para a concentração de 30% de glicerol, houve diferença significativa somente para o tratamento 50% BG e 50% LB, que apresentou o valor mais expressivo. Na concentração de 40% de glicerol não foi encontrado diferença significativa entre os tratamentos 100% FL, 50% MI e 50% LB, e o tratamento 50% BG e 50% LB, como na concentração de 30% teve o maior valor de % elongação. Em relação, ao fator teor de glicerol, verificou-se que nos tratamentos 100% FL e 50% MI e 50% LB, não foram encontradas diferenças na estatística, enquanto nos tratamentos 50% MI e 50% FL e 50% BG e 50% LB foram produzidos filmes biodegradáveis com maiores elongações quando as formulações possuíam menor concentração de glicerol.

No experimento realizado por Rodrigues (2019), na produção de filmes biodegradáveis de amido de e mandioca, inhame, amêndoa de manga e semente de jaca com glicerol, produzidos pela técnica de *casting*, o autor teve a elongação variando de 5,01 a 26,79, valores superiores ao encontrado neste estudo.

TABELA 36 – Variação média da elongação (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.

Glicerol	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
30%	1,39 ^{Ba}	1,31 ^{bA}	1,20 ^{bA}	2,52 ^{aA}
40%	1,35 ^{Ba}	0,96 ^{cB}	1,23 ^{bA}	2,04 ^{aB}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Tabela 37 estão os resultados da elongação (%) em relação ao tipo de amido x teor de ácido cítrico. Observou-se que os maiores valores de elongação foram obtidos para os filmes de misturas de amidos com 50% BG e 50% LB, sendo que na concentração de 3% este tratamento foi o único que apresentou diferença estatística. Segundo Ortega-Toro *et al.* (2015), o ácido cítrico aumentou a elongação deste tratamento, provavelmente por meio do papel das cadeias da mistura dos amidos na matriz polimérica. Para o parâmetro teor de ácido cítrico não foram evidenciadas diferenças estatísticas nos tratamentos 50% MI e 50% FL e 50% MI e 50% LB.

TABELA 37 – Variação média da elongação (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.

Ácido cítrico	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
2%	1,67 ^{bA}	1,21 ^{Ca}	1,16 ^{cA}	2,12 ^{aB}
3%	1,07 ^{bB}	1,06 ^{Ba}	1,26 ^{bA}	2,43 ^{aA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A elongação (%) dos filmes biodegradáveis em relação as concentrações de ácido cítrico e glicerol (Tabela 38), variaram de 1,17 a 1,75%. No tratamento de 30%, observou-se que o maior teor de ácido cítrico resultou na maior elongação, e no tratamento de 40% obteve-se um modo inverso. Ao analisar em relação ao ácido cítrico, o tratamento de 2%, a maior elongação foi obtida por meio do teor de 40% de glicerol, e o tratamento de 3% a maior elongação foi decorrente do teor de 30% de glicerol. Essas variações também foram observadas no trabalho desenvolvido por Das *et al.* (2020), ao trabalhar com filmes compostos por álcool polivinílico, amido, glicerol e ácido cítrico. Segundo os autores este comportamento é associado pelo efeito plastificante do glicerol e ácido cítrico.

De acordo com Su *et al.* (2010), as moléculas de glicerol de tamanho pequeno penetram na cadeia do polímero levando ao enfraquecimento das interações inter-cadeias, causando efeito de plastificação, resultando em aumento da elongação e diminuição da resistência à tração dos filmes biodegradáveis.

TABELA 38 – Variação média da elongação (%) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.

Ácido cítrico	Glicerol	
	30%	40%
2%	1,47 ^{Bb}	1,62 ^{aA}
3%	1,75 ^{Aa}	1,17 ^{bB}

Letras minúsculas na linha comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada concentração de ácido cítrico; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Em relação as propriedades mecânicas, verificou-se que os amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo possuíam os melhores valores médios, demonstrando que teve uma maior compatibilidade dos agentes plastificantes na formação da matriz polimérica, e outro fator observado foi que os dois amidos (BG e LB), possuíam os maiores teores de amilose comparado com os outros amidos, corroborando com Forssell, Lahtinen e Myllarinen (2002) e López e Garcia (2012), que a amilose proporciona filmes biodegradáveis com melhores propriedades mecânicas, devido a sua estrutura linear e por ter ligações mais estáveis, a amilose tem o potencial de formar filmes mais fortes.

5.3.7 Solubilidade em água

Na Tabela 39 estão descritos os resultados das medidas de solubilidade em água dos filmes elaborados com as misturas dos amidos otimizados em função dos agentes plastificantes: glicerol e ácido cítrico, estabelecidos por meio do planejamento experimental fatorial 4 x 2 x 2.

Pelos dados na Tabela 39 os maiores valores de solubilidade foram obtidos para os seguintes tratamentos: 50% MI e 50% FL com 30% de glicerol e 3% de ácido cítrico (77,39%), 100% FL com 30% de glicerol e 2% de ácido cítrico (76,20%), 50% BG e 50% LB com 30% de glicerol e 3% de ácido cítrico (66,94%), 100% FL com 40% de glicerol, e 2% de ácido cítrico (65,28%), 100% FL com 40% de glicerol e 3% de ácido cítrico (61,46%) e 50% BG e 50% LB com 40% de glicerol e 2% de ácido cítrico (58,15%). Portanto, de acordo com os valores médios para a variável de resposta solubilidade, foram escolhidos os filmes que obtiveram as maiores médias para o ensaio de biodegradabilidade. Foram escolhidos o maior valor do filme sem

mistura no caso a formulação: 100% FL + 30% glicerol + 2% ácido cítrico, e preconizou os tratamentos com misturas de amidos, então foram selecionados os seguintes tratamentos: 50% MI e 50% FL + 30% glicerol + 3% ácido cítrico, 50% BG e 50% LB + 30% glicerol + 3% ácido cítrico e 50% BG e 50% LB + 40% glicerol + 2% ácido cítrico.

TABELA 39 – Valores médios $\pm$ desvio padrão da solubilidade (%) dos filmes elaborados à base de diferentes formulações de amidos e plastificantes (glicerol e ácido cítrico).

Amido	Gli (%)	AC (%)	Solubilidade (%)
FL	30	2	76,20 $\pm$ 1,33
MI-FL	30	2	30,97 $\pm$ 1,39
MI-LB	30	2	45,95 $\pm$ 0,70
BG-LB	30	2	44,48 $\pm$ 1,00
FL	30	3	35,72 $\pm$ 1,94
MI-FL	30	3	77,39 $\pm$ 1,76
MI-LB	30	3	52,16 $\pm$ 1,67
BG-LB	30	3	66,94 $\pm$ 1,63
FL	40	2	65,28 $\pm$ 1,74
MI-FL	40	2	37,20 $\pm$ 1,76
MI-LB	40	2	50,01 $\pm$ 0,49
BG-LB	40	2	58,15 $\pm$ 1,51
FL	40	3	61,46 $\pm$ 1,03
MI-FL	40	3	49,82 $\pm$ 1,30
MI-LB	40	3	55,78 $\pm$ 1,24
BG-LB	40	3	42,21 $\pm$ 1,04

Gli = glicerol; AC = ácido cítrico, MI = Milho, BG = Banha-de-galinha, FL = Fruta-do-lobo e LB = Lírio-do-brejo.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na análise de variância contida na Tabela 40, referente ao parâmetro solubilidade em água dos filmes biodegradáveis que foi utilizado para escolher os melhores filmes biodegradáveis para o ensaio de biodegradação. Observou-se a ocorrência da interação tripla entre os fatores amido, glicerol e ácido cítrico ($p \leq 0,05$). A interação dos fatores indicou que as solubilidades em água dos filmes biodegradáveis produzidos foram afetadas recorrentes da ação simultânea de ambos os fatores estudados.

TABELA 40 – Resumo da análise de variância aplicada à variável solubilidade (%) obtidas dos filmes produzidos com diferentes amidos (A), teores de glicerol (Gli) e ácido cítrico (AC).

Solubilidade (%)					
Fator	G.L.	SQ	QM	F	p
A	3	789,06	263,02	133,49*	0,0000
Gli	1	18,32	18,32	9,29*	0,0046
AC	1	207,29	207,29	105,21*	0,0000
A x Gli	3	624,01	208,00	105,57*	0,0000
A x AC	3	4019,08	1339,69	679,92*	0,0000
Gli x AC	1	242,51	242,51	123,08*	0,0000
A x Gli x AC	3	2728,38	909,46	461,57*	0,0000
Resíduo	32	63,05	1,97	--	--
Total	47	8691,69	--	--	--
CV (%)			2,64		
Média			53,10		

G.L.= grau de liberdade; SQ = soma dos quadrados médios; QM = quadrado médio; F = teste F; p = valor de p; CV = coeficiente de variação.

*= significância estatística a nível de 5% de probabilidade; n.s. = não significativo.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Tabela 41 encontram-se os resultados dos valores médios da solubilidade dos filmes biodegradáveis, em função do tipo de amido x teor de glicerol. Verificou-se que em relação aos amidos utilizados na produção dos filmes, todos os tratamentos apresentaram diferença significativa entre si para a variável solubilidade, somente na concentração de 40%, sendo que os filmes com 100% FL apresentou a maior valor de solubilidade (63,37 %) e os filmes com 50% MI e 50% FL apresentaram os menores valores de solubilidade (43,54%). Já para a concentração de 30%, somente o tratamento 50% MI e 50% LB (49,05%) apresentou diferenças significativas em relação aos demais tratamentos.

Observou-se que para os filmes produzidos a partir dos amidos de 100% FL e 50% MI e 50% FL, com o incremento do agente plastificante glicerol houve um aumento na porcentagem de solubilidade em água dos filmes. Segundo Matta Junior *et al.* (2011), esse fato deve se à alta afinidade do glicerol com a água, ou seja, o caráter hidrofílico do agente plastificante resulta no aumento da mobilidade da macromolécula, facilitando o acesso de água no filme e consequentemente aumentando sua solubilidade.

A alta solubilidade encontrada nos filmes biodegradáveis pode ser benéfica, quando se tratam de produtos que necessitam de embalagens com maior solubilidade, como no caso de produtos semi-prontos que podem ser colocados diretamente em contato com água durante processos de cozimentos, ou seja, quando os filmes serão consumidos simultaneamente com o alimento (FERNANDES *et al.*, 2019; FAKHOURI *et al.*, 2007; LUCHESE *et al.*, 2018; LOPES *et al.*, 2018).

TABELA 41 – Variação média da solubilidade (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de glicerol.

Glicerol	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
30%	55,96 ^{aB}	54,18 ^{aA}	49,05 ^{bB}	55,71 ^{aA}
40%	63,37 ^{aA}	43,54 ^{dB}	52,89 ^{bA}	50,18 ^{cB}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Tabela 42 estão os resultados obtidos dos valores médios da solubilidade em relação ao tipo de amido x teor de ácido cítrico. Em relação ao tipo de amido houve diferença significativa entre todos os tratamentos para a concentração de 2% de ácido cítrico, na qual, a maior solubilidade obtida foi o filme com 100% FL (70,74%) e a menor a mistura de amido com 50% MI e 50% FL (34,08%), e para a formulação de 3% de ácido cítrico a solubilidade mais expressiva foi com o filme produzido com amido com 50% MI e 50% FL (63,61%) e menos expressiva com 100% FL (48,59%). Foi observado que com incremento na concentração de ácido cítrico nos tratamentos 100% FL e 50% MI e 50% LB houve uma diminuição da porcentagem de solubilidade dos filmes biodegradáveis. De acordo com Seligra *et al.* (2016), o ácido cítrico diminui os grupos hidroxila (OH) livres, tornando os filmes biodegradáveis mais resistentes a água. Os resultados obtidos neste estudo foi o oposto do obtido por Ortega-Toro *et al.* (2015), que obteve aumento na solubilidade dos filmes à base de amido-policaprolactona e glicerol, produzidos por extrusora e moldagem por compressão térmica, quando teve o aumento da quantidade de ácido cítrico.

TABELA 42 – Variação média da solubilidade (%) dos filmes biodegradáveis, em função dos diferentes amidos e teores de ácido cítrico.

Ácido cítrico	Amido			
	100% FL	50% MI e 50% FL	50% MI e 50% LB	50% BG e 50% LB
2%	70,74 ^{aA}	34,08 ^{dB}	47,98 ^{cA}	51,31 ^{bB}
3%	48,59 ^{cB}	63,61 ^{aA}	53,97 ^{bB}	54,58 ^{bA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias do tipo de amido para cada concentração de ácido cítrico; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada tipo de amido; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey. Amido de fruta-do-lobo (100% FL), milho e fruta-do-lobo (50% MI e 50% FL), milho e lírio-do-brejo (50% MI e 50% LB), banha-de-galinha e lírio-do-brejo (50% BG e 50% LB).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Os valores de solubilidade dos filmes biodegradáveis encontrado neste estudo assemelham-se com os resultados obtidos por Nazrin *et al.* (2021), ao desenvolver materiais termoplásticos a partir da mistura de amido de palma, bionanocompósitos, glicerol, sorbitol e

com poli (ácido láctico) (PLA), no qual a solubilidade variou de 0,57 a 96,34%. E também corroborou com os filmes produzidos por Fialho (2019), que utilizou amido de mandioca com hidrolisados de celulose bacteriana e ácido cítrico e obteve a solubilidade variando de 31,09 a 88,60%.

Na Tabela 43 estão os resultados obtidos dos valores médios da solubilidade em relação ao teor de ácido cítrico x teor de glicerol. Observou-se que os maiores valores de solubilidade encontradas em relação ao ácido cítrico foi na concentração de 2% para 40% de glicerol (52,66) e 3% para a concentração de 30% (58,05%). Verificou-se que na concentração de 40% de glicerol a solubilidade dos filmes não são influenciadas pela variação do teor de ácido cítrico.

TABELA 43 – Variação média da solubilidade (%) dos filmes biodegradáveis à base de amido, em função dos diferentes teores de ácido cítrico e glicerol.

Ácido cítrico	Glicerol	
	30%	40%
2%	49,40 ^{bB}	52,66 ^{aA}
3%	58,05 ^{aA}	52,32 ^{bA}

Letras minúsculas na linha comparam as médias da concentração de ácido cítrico para cada concentração de glicerol; Letras maiúsculas na coluna comparam as médias da concentração de glicerol para cada concentração de ácido cítrico; Médias seguidas pela mesma letra, minúscula na linha e maiúscula na coluna, não diferem significativamente entre si, a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

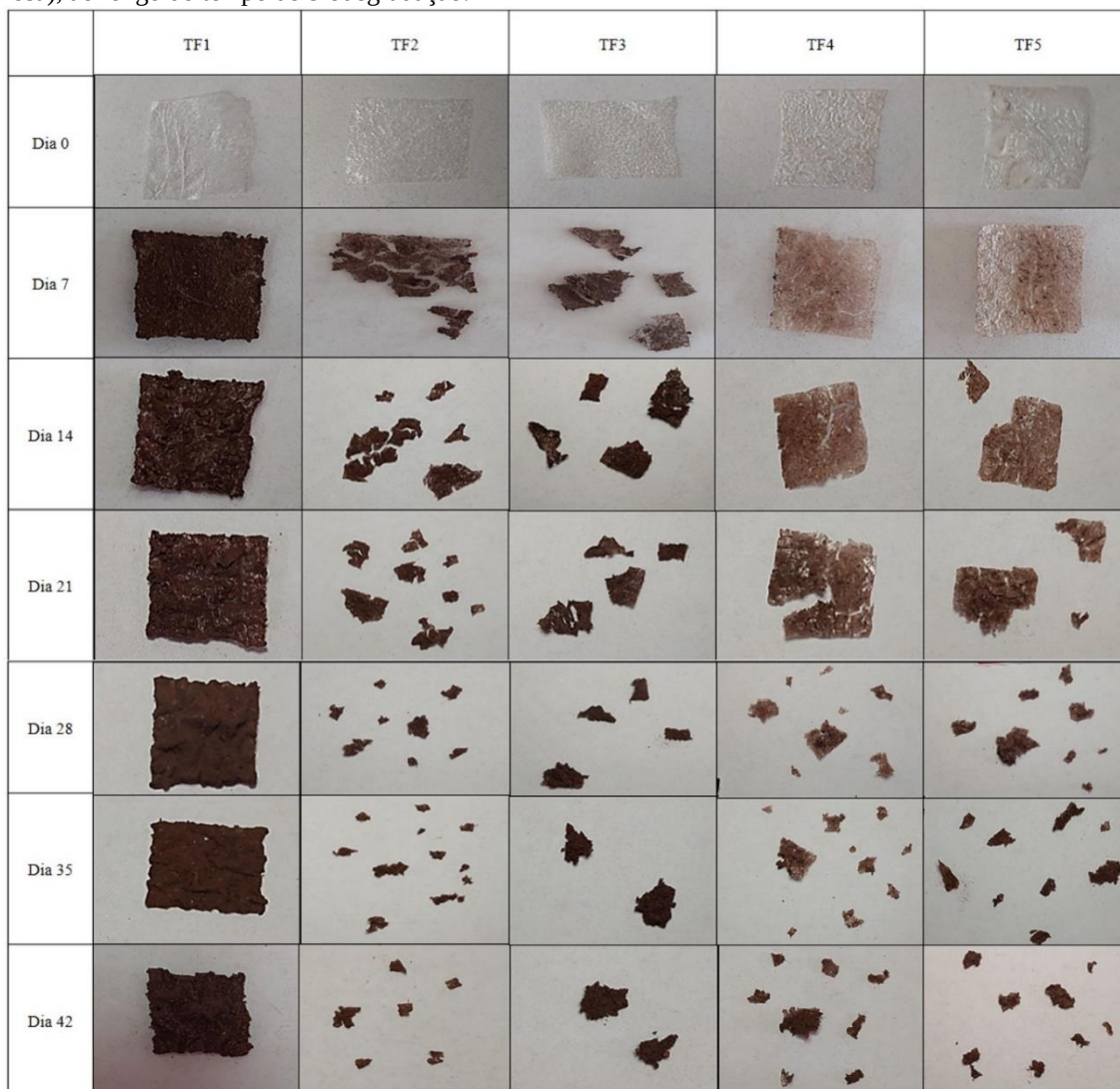
Segundo Das, Uppaluri e Das (2019) o ácido cítrico residual no filme polimérico facilita o efeito plastificante que consequentemente aumenta a solubilidade dos filmes, porém a diminuição da solubilidade por meio do acréscimo do ácido cítrico é explicada pelo efeito da reticulação, pois, esse efeito minimiza a interação entre as cadeias poliméricas e as moléculas de solvente e reduz seu transporte para a matriz polimérica.

5.4 Biodegradabilidade dos filmes

5.4.1 Análise visual da biodegradação dos filmes

Nas Figuras 26, 27, 28, observou-se o processo de biodegradação dos filmes em função do tipo de filme (TF), tipo de solo (TS) e tempo de biodegradação (TB). Inicialmente os filmes eram transparentes e sem nenhuma presença de ruptura. Observou-se que no 7º dia, todos os tratamentos tiveram alterações na tonalidade, integridade, alterações em seu formato inicial, indicando o início da degradação dos filmes, como visto no estudo desenvolvido por Luchese *et al.* (2018), ao avaliar a biodegradabilidade de filmes de diferentes fontes amiláceas.

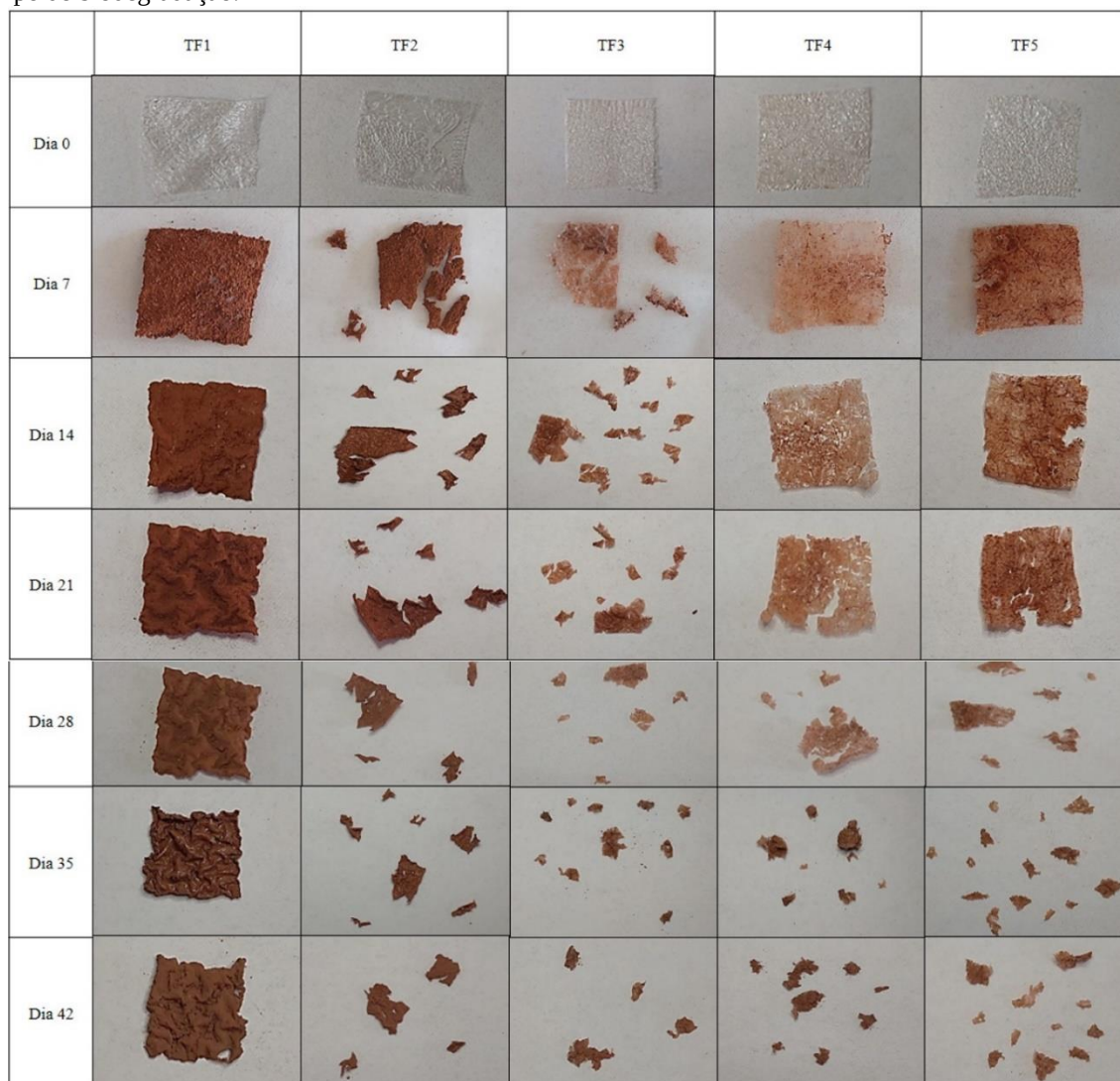
FIGURA 26 – Aparência visual dos filmes biodegradáveis enterrados no Solo 1 (textura franco argiloso-arenosa), ao longo do tempo de biodegradação.



TF1 = amido de fruta-do-lobo (FL); TF2 = mistura de FL com 30% de glicerol (Gli) e 2% de ácido cítrico (AC); TF3 = mistura de amidos de milho (MI) e FL mais 30% de Gli e 3% de AC; TF4 = mistura de amidos de banha-de-galinha (BG) e lírio-do-brejo (LB) mais 30% de Gli e 3% de AC; TF5 = mistura de amidos de BG e LB mais 40% de Gli e 2% de AC.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

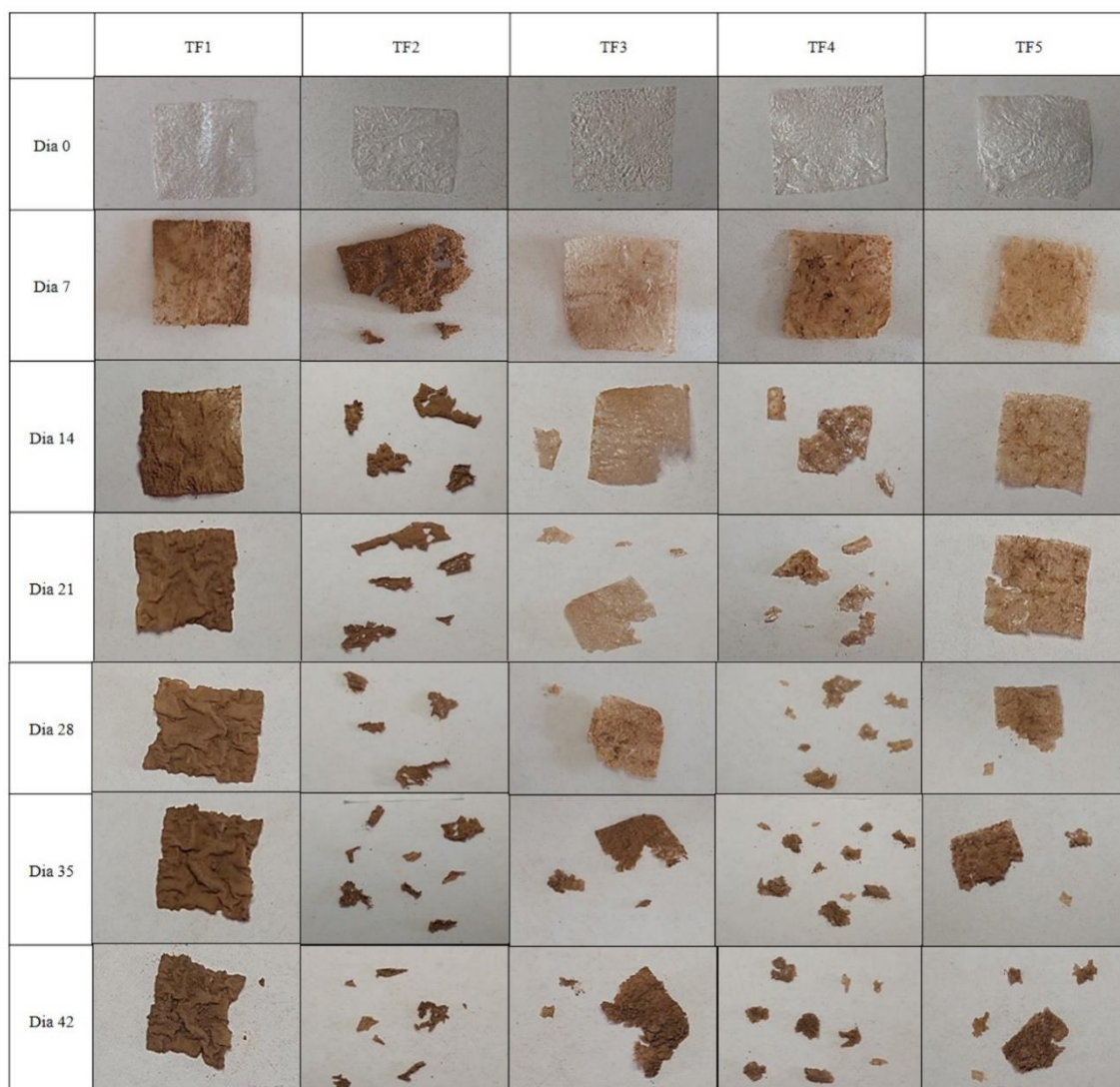
FIGURA 27 – Aparência visual dos filmes biodegradáveis enterrados no Solo 2 (textura argilosa), ao longo do tempo de biodegradação.



TF1 = amido de fruta-do-lobo (FL); TF2 = mistura de FL com 30% de glicerol (Gli) e 2% de ácido cítrico (AC); TF3 = mistura de amidos de milho (MI) e FL mais 30% de Gli e 3% de AC; TF4 = mistura de amidos de banha-de-galinha (BG) e lírio-do-brejo (LB) mais 30% de Gli e 3% de AC; TF5 = mistura de amidos de BG e LB mais 40% de Gli e 2% de AC.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

FIGURA 28 – Aparência visual dos filmes biodegradáveis enterrados no Solo 3 (textura argilo-arenosa), ao longo do tempo de biodegradação.



TF1 = amido de fruta-do-lobo (FL); TF2 = mistura de FL com 30% de glicerol (Gli) e 2% de ácido cítrico (AC); TF3 = mistura de amidos de milho (MI) e FL mais 30% de Gli e 3% de AC; TF4 = mistura de amidos de banha-de-galinha (BG) e lírio-do-brejo (LB) mais 30% de Gli e 3% de AC; TF5 = mistura de amidos de BG e LB mais 40% de Gli e 2% de AC.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

De acordo com Azahari, Othman e Ismail (2012), todo o filme em contato com o solo é degradado rapidamente nos primeiros sete dias, isso se deve ao processo de biodegradação que passou por duas etapas principais: uma etapa de biodegradabilidade ativa e um período de cura. Na primeira fase, a temperatura sobe e permanece elevada, desde que tenha oxigênio prontamente disponível, o que resulta em elevada atividade microbiana. Na fase posterior, a temperatura diminuiu, contudo, o filme continua a degradar em um ritmo mais lento.

Todas as formulações contendo agentes plastificantes tiveram mudanças expressivas no decorrer dos dias. Verificou-se que no 28º dia todos os tratamentos com agentes plastificantes estavam fragmentados em diversos pedaços, enquanto todos os tratamentos

produzidos sem adição de glicerol e ácido cítrico permaneceram inteiros durante os 42 dias de análises, mostrando que a adição de agentes plastificantes sobre o filme elaborado por moldagem por compressão térmica à base de amido torna o mais suscetível a fragmentação. Os tratamentos sem agentes plastificantes tiveram um comportamento distinto no seu processo de degradação, pela análise visual, percebe-se que ao longo dos dias os filmes apresentaram um intenso enrugamento em sua superfície, apresentando deformações e zonas ásperas, reduzindo a homogeneidade dos filmes.

A diferença das etapas de biodegradação dos filmes com e sem agente plastificante pode ser explicado pelo caráter hidrofílico dos agentes plastificantes que ocasionam o aumento do espaço livre entre as cadeias proporcionando a entrada da água, promovendo a instabilidade dimensional dos filmes e como consequência aumentando as reações entre a estrutura do filme e os compostos químicos presentes no solo, tornando os filmes mais suscetíveis a ações microbiológicas por meio de enzimas e microrganismos, acelerando assim o processo de biodegradação (MATTA JÚNIOR *et al.*, 2011; PIÑEROS-HERNANDEZ *et al.*, 2017).

Nas imagens também foi possível visualizar a influência dos diferentes solos no processo de biodegradação dos filmes. O Solo 1 apresentou as maiores taxas de biodegradação comparadas com os outros solos, evidenciando que o solo é um ambiente complexo, no qual a multiplicidade de seus atributos físicos, químicos e biológicos que resultam no funcionamento deste ambiente, leva em conta também as suas variações, em função do tempo e espaço (LOPES, 2012). Portanto, o efeito edáfico é um fator essencial ao estudar o processo de biodegradabilidade, pois influencia significativamente as etapas de biodegradação.

5.4.2 Biodegradação dos filmes

A Tabela 44 mostra os dados experimentais de biodegradação dos filmes em função do tipo de filme, solo e tempo de biodegradação. Indiferentemente do tipo de solo, na Tabela 44 notou-se grande variabilidade entre os valores de biodegradação de cada tipo de filme em função do tempo de biodegradação, com maiores valores para os filmes TF2 e TF3, com exceção do TF2 em S2 que foi menor (25,9%) que o TF4 obtido no mesmo tipo de solo no tempo de 7 dias que apresentou %Bio = 27,2%.

TABELA 44 – Valores experimentais de porcentagem de biodegradação de filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF), tipo de solo (TS) e tempo de biodegradação (TB).

TF	TS	TB (dias)						
		0	7	14	21	28	35	42
TF1	S1	0,0±0,0	26,2±7,3	47,4±6,4	51,5±5,5	54,5±4,7	58,9±4,3	61,4±5,9
TF2	S1	0,0±0,0	43,4±15,3	61,0±17,8	70,1±17,0	75,3±14,6	86,6±11,9	92,9±6,6
TF3	S1	0,0±0,0	41,4±14,5	56,0±8,7	65,8±8,8	76,1±8,9	86,4±6,9	90,7±9,1
TF4	S1	0,0±0,0	24,3±5,2	41,8±5,0	46,7±5,2	53,0±5,9	57,0±7,9	70,5±3,9
TF5	S1	0,0±0,0	22,4±7,2	41,3±5,7	49,0±4,3	50,4±3,8	57,2±8,6	68,2±7,3
TF1	S2	0,0±0,0	13,8±5,8	42,4±3,9	49,3±3,4	54,5±3,5	56,5±3,4	57,8±2,6
TF2	S2	0,0±0,0	25,9±6,0	51,9±3,3	63,0±3,2	67,6±6,1	74,4±12,1	86,2±10,5
TF3	S2	0,0±0,0	32,5±7,7	52,8±5,9	61,1±2,5	67,1±1,9	82,9±7,8	89,3±5,1
TF4	S2	0,0±0,0	27,2±11,2	45,9±6,2	51,1±9,7	54,9±8,4	61,6±8,5	72,5±4,4
TF5	S2	0,0±0,0	22,4±5,0	42,8±4,0	46,1±2,2	54,5±2,6	59,2±6,4	65,6±7,0
TF1	S3	0,0±0,0	15,3±6,1	41,3±5,6	52,3±3,7	55,2±3,6	60,1±3,0	61,3±3,3
TF2	S3	0,0±0,0	36,9±17,1	54,8±12,5	61,0±14,0	67,4±13,4	76,8±15,3	88,7±2,3
TF3	S3	0,0±0,0	26,4±5,3	44,7±5,1	51,5±5,5	57,4±8,5	63,8±11,8	73,7±10,5
TF4	S3	0,0±0,0	16,6±5,2	36,3±1,9	43,9±5,0	49,7±3,3	55,6±6,1	61,7±3,0
TF5	S3	0,0±0,0	15,1±4,8	33,8±3,9	42,7±5,9	53,4±5,0	58,3±5,3	68,9±15,8

TF1 = amido de fruta-do-lobo (FL); TF2 = mistura de FL com 30% de glicerol (Gli) e 2% de ácido cítrico (AC); TF3 = mistura de amidos de milho (MI) e FL mais 30% de Gli e 3% de AC; TF4 = mistura de amidos de banha-de-galinha (BG) e lírio-do-brejo (LB) mais 30% de Gli e 3% de AC; TF5 = mistura de amidos de BG e LB mais 40% de Gli e 2% de AC. S1, S2 e S3 = solos Franco-argilo-arenoso, Argiloso e e Argilo-arenoso, respectivamente. Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Ao comparar os dados experimentais obtidos pela combinação do tipo de filme e tipo de solo, observou-se que também ocorre grande variabilidade dos valores de biodegradação em cada um dos tempos analisados, com maiores valores de %Bio para o TF2 do S1. Estas observações indicaram que houve uma interação entre as variáveis independentes TF x TS e TF x TB, que foi comprovada por meio da análise de variância (Tabela 45) aplicada aos dados experimentais de biodegradação a nível de 5% de significância.

TABELA 45 – Resumo da análise de variância aplicada aos dados experimentais de biodegradação de filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF), tipo de solo (TS) e tempo de biodegradação (TB).

Fator	G.L.	QM	Teste F
TF	4	4968,94	91,35*
TS	2	1188,02	21,84*
TB	6	39503,95	726,24*
TF x TS	8	338,32	6,22*
TF x TB	24	220,93	4,06*
TS x TB	12	52,25	0,96 ^{n.s.}
TF x TS x TB	48	33,06	0,61 ^{n.s.}
Resíduo	315	54,39	-

G.L.= grau de liberdade; QM = quadrado médio; F = teste F.

*= significância estatística a nível de 5% de probabilidade; ^{n.s.} = não significativo.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Tabela 46 observou-se os valores da biodegradação dos filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme e tipo de solo. Fixando a variável tipo de amido, notou-se que o fator tipo de solo não influenciou estatisticamente a biodegradabilidade dos filmes elaborados com amido de fruta-do-lobo e água (TF1) e com misturas de amido (banha-de-galinha e lírio-do-brejo) e plastificante (40% de glicerol e 2% de ácido cítrico), TF5, apresentando valores médios de %Bio igual a 40,94 e 40,53%, respectivamente.

O solo S1 do tipo Franco argiloso-arenosa teve maior influência no processo de biodegradação (Tabela 46), com maiores valores de %Bio para TF2 (61,42%) seguido de TF3 (59,48%) e com menores valores, na sequência, para TF1, TF4 e TF5 que não diferiram estatisticamente entre si, apresentando valor médio de %Bio = 41,98%. Esse mesmo comportamento se repete nos solos S2 e S3, porém, não necessariamente na mesma ordem anterior, com maiores e menores valores de biodegradação para TF2 e TF3 e TF1, TF4 e TF5, respectivamente.

Dessa forma, observou-se o grande impacto que o efeito edáfico tem no processo de biodegradação de filmes à base de amido. Segundo Vieira (2010), um mesmo polímero pode sofrer degradação total em um ambiente e degradação nula em outro. Portanto, a biodegradação do polímero depende muito do meio em que ele está inserido, pois, quando se tratam de solos, eles possuem uma ampla diversidade em relação a sua constituição, gênese, morfologia, aspectos físicos, químicos e microbiológicos que afetam diretamente todos os processos da biodegradabilidade.

TABELA 46 – Variação média da biodegradação (em porcentagem) dos filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF) e tipo de solo (TS).

TF	TS		
	S1	S2	S3
TF1	42,85 ^{aB}	39,19 ^{aC}	40,78 ^{aBC}
TF2	61,42 ^{aA}	52,72 ^{bA}	55,08 ^{bA}
TF3	59,48 ^{aA}	55,10 ^{aA}	45,33 ^{bB}
TF4	41,90 ^{abB}	44,74 ^{aB}	37,68 ^{bC}
TF5	41,21 ^{aB}	41,51 ^{aBC}	38,88 ^{aC}

TF1 = amido de fruta-do-lobo (FL); TF2 = mistura de FL com 30% de glicerol (Gli) e 2% de ácido cítrico (AC); TF3 = mistura de amidos de milho (MI) e FL mais 30% de Gli e 3% de AC; TF4 = mistura de amidos de banha-de-galinha (BG) e lírio-do-brejo (LB) mais 30% de Gli e 3% de AC; TF5 = mistura de amidos de BG e LB mais 40% de Gli e 2% de AC. S1, S2 e S3 = solos Franco-argilo-arenoso, Argiloso e e Argilo-arenoso, respectivamente. Médias seguidas por letras minúsculas iguais, nas linhas, e por letras maiúsculas iguais, nas colunas, não diferem entre si pelo teste Tukey ($p \leq 0,05$).

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

O motivo pelo qual os filmes se degradam mais rapidamente no solo S1 é devido a suas características física, química e microbiológica vistos no APÊNDICE D. O solo com textura Franco argiloso-arenosa (S1) obteve os maiores valores de cálcio, acidez potencial, capacidade de troca catiônica, saturação por bases, teores de sódio, enxofre, manganês, zinco, matéria orgânica, densidade de partícula, densidade do solo, umidade na capacidade de campo, carbono da biomassa microbiana, nitrogênio da biomassa microbiana, respiração basal, carbono orgânico e quociente metabólico, e menores valores de pH, fósforo, ferro e quociente microbiano que os solos S2 e S3.

De acordo com Lv *et al.* (2018) a degradação de materiais poliméricos se inicia com a hidrólise induzida pela difusão da água nos materiais, seguido pelo ataque de microrganismos e o rompimento da cadeia do polímero. Desse modo a umidade e a atividade da microbiota do solo e a composição do polímero desempenham um papel fundamental durante o processo de degradação dos filmes (JARAMILLO *et al.*, 2016; KIM *et al.*, 2018; LEON-BEJARANO *et al.*, 2020).

Ao avaliar a biodegradabilidade de um polímero à base de polietileno de baixa densidade e amido da mandioca em dois tipos de solos (natural e compostagem), Nguyen *et al.* (2016) obtiveram maiores percentuais de biodegradação no solo de compostagem, concluindo que esse tipo de solo apresentou parâmetros de temperatura, umidade, pH e os nutrientes que produzem um enorme impacto na degradação dos filmes, especialmente pela quantidade de microrganismos presentes que são responsáveis pelo enfraquecimento da cadeia polimérica, promovendo a biodegradação.

Por esses motivos e baseadas nas informações do APÊNDICE D, o solo S1 é um substrato rico em nutrientes, facilmente consumidos pelos microrganismos presente, capazes de converter parte dos compostos de carbono em dióxido de carbono (AZAHARI, OTHMAN e ISMAIL, 2012), proliferando-se o suficiente para realizar mais rapidamente o processo de biodegradação dos filmes que os solos S2 e S3.

Em relação as formulações dos filmes biodegradáveis em contato com o Solo 1 e 2, verificou-se que as maiores taxas foram observadas nos filmes TF2 e TF3, (61,42, 59,48, 52,72 e 55,10% respectivamente). Para o Solo 3, o filme TF2 apresentou a maior taxa de biodegradação (55,08%).

Segundo os autores Rodrigues *et al.* (2015) e Sessini *et al.* (2016), a presença de amilopectina com cadeias hidroxiladas ramificadas favorece a hidratação, difusão de água e, por último, crescimento microbiano, tornando os filmes à base de amido um material altamente biodegradável. Torres *et al.* (2011) relataram que o amido é mais biodegradável que outros materiais como a celulose por exemplo, devido às ligações α -glicosídicas que são mais facilmente quebradas. Isso corrobora com os resultados obtidos, pois os amidos com menores teores de amilose (milho e fruta-do-lobo: 25,50 e 29,45 respectivamente), apresentaram as maiores taxas de biodegradação.

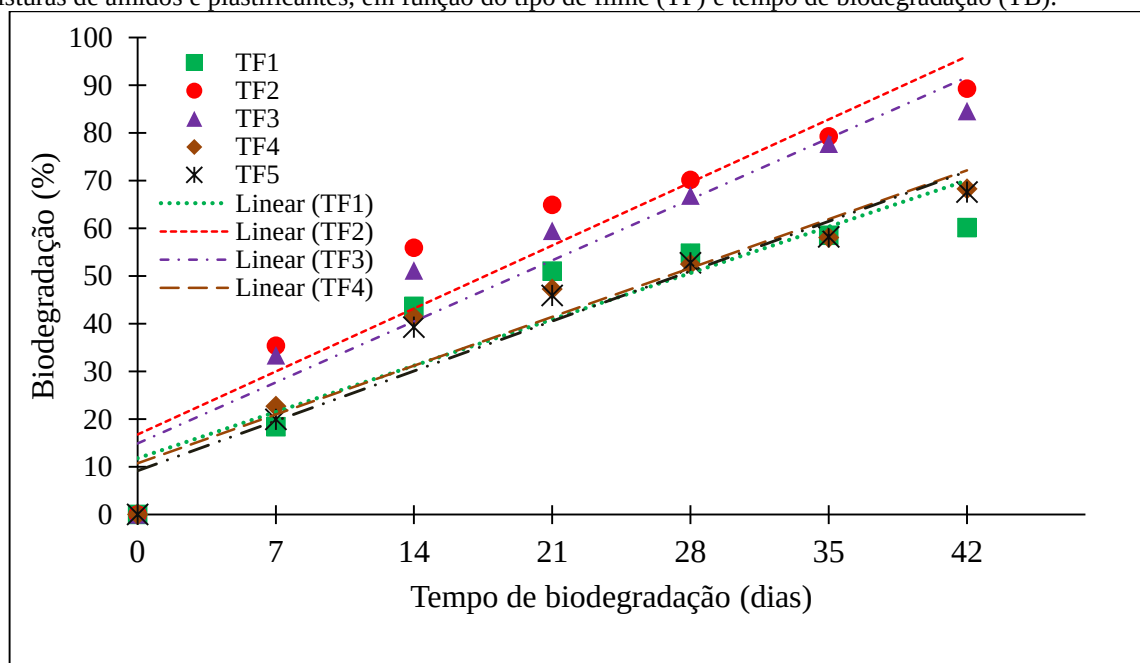
Palma-Rodríguez *et al.* (2016), afirmaram que a biodegradação do amido está relacionada com a quantidade de regiões amorfas, pois, essas regiões estão associadas a captação de água, tornando o amido mais suscetível a degradação, e Engel, Ambrosi e Tessaro (2019), citaram que a degradação dos filmes se inicia justamente na região amorfa, portanto, o amido com alto grau de cristalinidade possui um tempo maior de degradação, e o tamanho do grânulo do amido desempenha um importante papel no processo de deterioração dos filmes. Este comportamento foi observado no presente estudo, pois os filmes elaborados com a mistura de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo (TF4 e TF5) apresentaram um tempo maior de degradação, e isso pode ser justificado pelo alto índice de cristalinidade obtido do amido de banha-de-galinha ($X_c = 37,0\%$), combinado com o tamanho do grânulo do amido do lírio-do-brejo (média de 16,72 e 31,23 μm), caracterizado por ser o maior em comparação aos outros amidos aqui estudados.

De acordo com Sessini *et al.* (2016), os agentes plastificantes são capazes de aumentar a mobilidade do polímero, permitindo assim, que a água se infiltre por meio da matriz polimérica, ocorrendo uma hidrólise precoce, acelerando o processo de biodegradação, como ocorreu nos filmes TF2 e TF3. Por outro lado, os filmes com a mistura de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo (TF4 e TF5) tiveram uma biodegradação menor comparada aos outros

tratamentos. Segundo os mesmos autores, isso pode ser justificado, devido a melhor interação entre o amido e os agentes plastificantes, que resultou em um polímero mais homogêneo, o que torna um obstáculo para a entrada de água no interior do polímero, resultando em reações mais lentas no rearranjo das moléculas.

Na Figura 29, observou-se a biodegradação dos filmes em função do tipo de filme e tempo de biodegradação. Para Colussi *et al.* (2017), o intervalo de tempo que ocorre a biodegradação é uma das variáveis mais importantes ao se estudar a biodegradabilidade, pois, pensando no impacto ambiental, o intervalo de tempo apropriado deve ser na ordem de semanas ou meses.

FIGURA 29 – Análise de regressão para a porcentagem de biodegradação dos filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF) e tempo de biodegradação (TB).



TF1 = amido de fruta-do-lobo (FL); TF2 = mistura de FL com 30% de glicerol (Gli) e 2% de ácido cítrico (AC); TF3 = mistura de amidos de milho (MI) e FL mais 30% de Gli e 3% de AC; TF4 = mistura de amidos de banha-de-galinha (BG) e lírio-do-brejo (LB) mais 30% de Gli e 3% de AC; TF5 = mistura de amidos de BG e LB mais 40% de Gli e 2% de AC.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Observou-se que todas as formulações tiveram comportamento linear. O filme biodegradável TF2 teve a maior área degradada em todos os dias de análise, seguido pelo filme TF3. Para o filme de TF1 (amido de fruta-do-lobo, sem adição de agentes plastificantes), observou-se que teve uma taxa de biodegradação intermediária, enquanto que os filmes TF4 e TF5 (misturas de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo) foram os tratamentos que menos biodegradaram.

Os dois filmes biodegradáveis contendo a mistura de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo (TF4 e TF5), tiveram comportamento semelhantes ao longo tempo de

biodegradação, verificando que o amido é o componente que mais influencia na biodegradabilidade dos filmes, nestes tratamentos. Porém, em comparação os filmes com a presença do amido de fruta-do-lobo, observou-se que com adição dos agentes plastificantes, os filmes ficaram mais sensíveis à biodegradação natural.

Correlacionando a biodegradação com os parâmetros físico-químicos dos filmes analisados no experimento anterior, observou-se que os filmes TF2, apresentaram os maiores valores de solubilidade, atividade de água e menores valores de espessura, transparência e resistência à tração, enquanto que os filmes com a mistura de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo (TF4 e TF5), obtiveram os maiores resultados em força, resistência à tração, alongação, espessura, permeabilidade ao vapor de água e menores valores em solubilidade e atividade de água.

Isso demonstra que o processo de biodegradação está intimamente ligado as propriedades dos materiais, que influencia significativamente no tempo de deterioração dos filmes. No trabalho desenvolvido por Leon-Bejarano *et al.* (2020), ao estudar a biodegradabilidade de filmes de amidos modificados com extrato de nozes, observaram que quanto maior a solubilidade do filme, maior será sua degradação pela microbiota do solo.

Na Tabela 47 tem-se a análise de regressão aplicada aos tratamentos. Verificou-se que todos os modelos são lineares, e o melhor ajuste (R^2) foi obtido para o filme TF5 (93,01%).

TABELA 47 – Equação de regressão, ajuste da reta (R^2), média, para a biodegradação (%) dos filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF), enterrados em solos durante 42 dias.

TF	Equação de Regressão	R^2	Média
TF1	$1,39x + 11,82$	83,43%	40,94±21,25
TF2	$1,89x + 16,80$	88,99%	56,41±27,99
TF3	$1,83x + 14,94$	90,90%	53,31±26,83
TF4	$1,46x + 10,73$	91,13%	41,44±21,45
TF5	$1,49x + 9,17$	93,01%	40,53±21,68

* Significativo pelo teste de F ($p \leq 0,05$). Média ± desvio padrão.

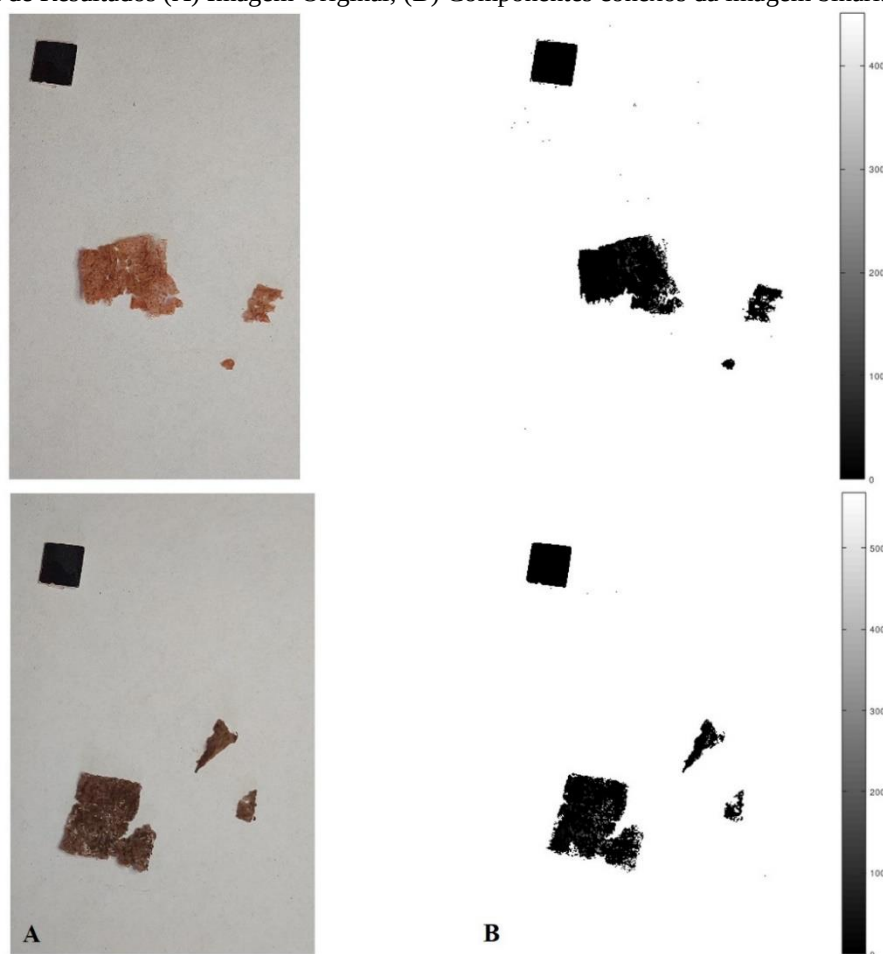
TF1 = amido de fruta-do-lobo (FL); TF2 = mistura de FL com 30% de glicerol (Gli) e 2% de ácido cítrico (AC); TF3 = mistura de amidos de milho (MI) e FL mais 30% de Gli e 3% de AC; TF4 = mistura de amidos de banha-de-galinha (BG) e lírio-do-brejo (LB) mais 30% de Gli e 3% de AC; TF5 = mistura de amidos de BG e LB mais 40% de Gli e 2% de AC.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

5.4.3 Processamento Digital de Imagens

Na Figura 30 estão os resultados obtidos pelo processamento digital de imagem utilizando o software *Octave*. Por meio do algoritmo desenvolvido, utilizando as técnicas de: extração dos canais RGB, limiarização, histograma e aplicação dos componentes conexos, foi possível visualizar e avaliar qualitativamente as etapas do processo de biodegradação dos filmes.

FIGURA 30 – Tela de Resultados (A) Imagem Original; (B) Componentes conexos da imagem binária.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Pela aplicação dos componentes conexos foi possível identificar as etapas da biodegradabilidade, na qual se observou que a coloração preta se refere ao filme ainda intacto, pois ocorre uma mudança na cor causada pela aderência do solo nos filmes e deixando-os mais opacos, tornando as amostras mais suscetíveis ao ataque de microrganismos.

Os pixels de coloração cinza referiram-se ao filme que estava no processo de deterioração, na qual se caracteriza pela fragmentação e o enrugamento que ocorre pelo fato de ocorrer uma absorção inicial de água por parte das amostras. Esse enrugamento altera a forma,

o aspecto original e a estrutura física do filme, que posteriormente afetará as propriedades mecânicas dos filmes diminuindo a sua resistência e elasticidade proporcionando a fragmentação do mesmo, acelerando a biodegradação.

E por fim os pixels brancos referiram-se à parte do filme que já foi totalmente biodegradada pelos processos de fragmentação, ataque de microrganismos e pelas reações ocasionadas entre os filmes juntamente com a influência dos atributos físicos, químicos e microbiológicos dos solos. Portanto, o algoritmo desenvolvido se mostrou eficaz na avaliação qualitativa do processo de degradação dos filmes biodegradáveis.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

De acordo com os resultados obtidos no presente estudo, conclui-se que:

O estudo da caracterização dos amidos mostrou que amidos de diferentes fontes botânicas apresentaram distintas propriedades físicas, químicas e funcionais, fato que afeta as características dos filmes biodegradáveis.

Por meio do planejamento de misturas, os filmes elaborados apresentaram características distintas, e por meio dos gráficos de metodologias de superfície de resposta da variável solubilidade facilitou a seleção de filmes cujas características puderam ser melhoradas utilizando agentes plastificantes (glicerol e ácido cítrico).

A utilização dos agentes plastificantes melhorou as propriedades dos filmes biodegradáveis tornando-os mais manuseáveis. Em comparação aos filmes produzidos utilizando a água como plastificante, a inserção dos agentes plastificantes (ácido cítrico e glicerol) proporcionou aumento na umidade, solubilidade, força e resistência à tração e reduziu a atividade de água, a permeabilidade ao vapor de água e a elongação dos filmes biodegradáveis.

No geral, o aumento do teor de glicerol resultou em filmes com maiores umidades, transparência, tonalidade da cor, e por outro lado obteve filmes biodegradáveis com menores valores de força e resistência a tração. O incremento do ácido cítrico proporcionou menores valores de tonalidade da cor, aumentou a umidade, força, resistência à tração e transparência dos filmes.

Na biodegradação dos filmes, verificou-se que o efeito edáfico, influencia o tempo de biodegradação de materiais poliméricos, por isso a importância de se levar em consideração o ambiente que o material será descartado. Os filmes TF2 (mistura de FL com 30% de glicerol e 2% de ácido cítrico) foi o tratamento mais biodegradável, no qual os filmes apresentaram os maiores valores de solubilidade, atividade de água e menores valores de espessura, transparência e resistência à tração e os filmes TF4 (mistura de amidos de BG e LB com 30% de glicerol e 3% de ácido cítrico) e TF5 (mistura de amidos de BG e LB com 40% de glicerol e 2% de ácido cítrico) à base da mistura de amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo foram os tratamentos menos biodegradáveis, devido ao alto índice de cristalinidade do amido de banha-de-galinha, o maior teor de amilose e tamanho do grânulo do amido de lírio-do-brejo e os filmes obtiveram os maiores resultados em força, resistência à tração, elongação, espessura, permeabilidade ao vapor de água e menores valores em solubilidade e atividade de água. Verificou-se que os agentes plastificantes inseridos na matriz polimérica dos filmes contribuíram na aceleração da biodegradação.

Portanto, os filmes à base de misturas dos amidos de banha-de-galinha e lírio-do-brejo (TF4 e TF5) apresentou aspectos químicos, físicos e mecânicos que mostram o potencial desses polímeros na utilização de embalagens.

A utilização das ferramentas de análise e processamento digital de imagens (*Software ImageJ* e *Octave*), se mostrou bastante eficaz ao avaliar a biodegradabilidade comparadas à outras metodologias encontradas na literatura.

REFERÊNCIAS

- ABEDINIA, A.; NAFCHI, A. M.; SHARIFI, M.; GHALAMBOR, P.; OLADZADABBASABADI, N.; ARIFFIN, F.; HUDA, N. Poultry gelatin: Characteristics, developments, challenges, and future outlooks as a sustainable alternative for mammalian gelatin. **Trends in Food Science and Technology**, v. 104, p. 14-26, 2020.
- ALBUQUERQUE, P. B. S.; MALAFAIA, C. B. Perspectives on the production, structural characteristics and potential applications of bioplastics derived from polyhydroxyalkanoates. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 107, n. 6, p. 615-625, 2018.
- ALTON, W. J. **Microwave pasteurization of liquids**. Dearborn: **Society of Manufacturing Engineers Paper**, 1998. No. EM98-211.
- AMARAL, L. J. D.; DIAS, F. T. G.; ZORZI, J. E.; CRUZ, R. C. D. Obtenção de amidos termoplásticos para a extrusão de pós cerâmicos. **Polímeros**, São Carlos, v. 26, (número especial), p. 60-67, 2016.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM D5988-12. **Standard Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials in Soil in Annual Book Of ASTM**. United States ASTM International, p. 6, 2012.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM D-882-91. **Standard Terminology of Environmental Labeling of Packaging Materials and Packages**, Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials, 2002.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM D6988 - 08: **Standard guide for determination of thickness of plastic film test specimens**. West Conshohocken, 2008.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. **Standard test method for water vapor transmission of material - E96-95**, Annual book of ASTM, Philadelphia, PA: American Society for Testing and Materials. 1995.
- ARAÚJO, Y. L. F. M.; SOUZA, C. O.; DRUZIAN, J. I.; PADILHA, F. F.; ORELLANA, S. C. Uso de filme biodegradável de amido à base de própolis vermelha para a conservação de folhas de alface (*Lactuca sativa*). **Scientia Plena**, Aracajú, v. 8, n. 12, p. 1-8, 2012.
- ARENAS, A. M. Z. **Filme biodegradável à base de fécula de mandioca como potencial indicador de pH**. 2012. 131p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.
- ARIETA, P. F. **Caracterização de produtos comerciais à base de amido de milho**. 2014. 47p. Monografia (Graduação em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2014.
- ASCHERI, D. P. R.; MOURA, W. DE S.; ASCHERI, J. L. R.; FREITAS JUNIOR, E. A., Propriedades termodinâmicas de adsorção de água do amido de rizomas do lírio-do-brejo

(*Hedychium coronarium*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 29, n. 2, p. 454-462, 2009.

ASCHERI, D. P. R.; MORAIS, C. C.; ASQUIERI, E. R.; CARVALHO, C. W. P.; ASCHERI, J. L. R. Caracterização do amido extraído das raízes da *Cissussimsiana* Roem. & Schult. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 35, n. 2, p. 787-800, 2014.

ASCHERI, D. P. R.; MOURA, W. S.; ASCHERI, J. L. R.; CARVALHO, C. W. P. Caracterização física e físico-química dos rizomas e do amido do lírio-do-brejo (*Hedychium coronarium*). **Pesquisa Agropecuária Tropical**, Goiânia, v. 4, n. 2, p. 159-166, 2010.

ASCHERI, D. P. R.; PEREIRA, L. D.; BASTOS, S. M. C. Chemical, morphological, rheological and thermal properties of *Solanum lycocarpum* phosphorylated starches. **Revista Ceres**, Viçosa, v. 61, n. 4, p. 458-466, 2014.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS INTERNATIONAL - AOAC. **Official methods of analysis Chemists**. 20. ed. Washington, 2016.

AJIYA, D. A.; JIKAN, S. S.; TALIP, B. H. A.; BADARULZAMAN, N. A.; MATIAS-PERALTA, H. M.; DERAWI, D.; YAHAYA, S. The Influence of Glycerol on Mechanical, Thermal and Morphological Properties of Thermoplastic Tapioca Starch Film. **Journal of Science and Technology**, Kuala Lumpur, v. 9, n. 4, p. 24-29, 2017.

AZAHARI, N. A.; OTHMAN, N.; ISMAIL, H. Effect of Attapulgite Clay on Biodegradability and Tensile Properties of Polyvinyl Alcohol/Corn Starch Blend Film. **International Journal of Polymeric Materials**, Londres, v. 61, p. 1065-1078, 2012.

AZEVEDO, J. B.; CARVALHO, L. H.; CANEDO, E. L.; BARBOSA, J. D. V.; SILVA, M. W. S.; Avaliação da Biodegradação em Compósitos com Fibras Naturais através de Perda de Massa e Produção de CO₂. **Revista Virtual de Química**, Niterói, v. 8, n. 4, p. 1115-1129, 2016.

BABAPOUR, H.; JALALI, H.; NAFCHI, A. M. The synergistic effects of zinc oxide nanoparticles and fennel essential oil on physicochemical, mechanical, and antibacterial properties of potato starch films. **Food Science e Nutrition**, v. 9, n. 7, p. 3893-3905, 2021.

BADIA, J. D.; STROMBERG, E.; KITTIKORN, T.; EK, M.; KARLSSON, S.; RIBES-GREUS, A. Relevant factors for the eco-design of polylactide/sisal biocomposites to control biodegradation in soil in an end-of-life scenario. **Polymer Degradation and Stability**, Amsterdam, v. 143, p. 9-19, 2017.

BAKRUDEEN, H. B.; SUDARVIZHI, C.; REDDY, B. S. R. Starch nanocrystals based hydrogel: Construction, characterizations and transdermal application. **Materials Science and Engineering C**, Amsterdam, v. 68, p. 880-889, 2016.

BALAN, G. C.; YAMASHITA, F.; SAKANAKA, L. S.; SHIRAI, M. A. Elaboração e caracterização de filmes extrusados a partir de blendas de poli (adipato-co-tereftalato de butileno) e farinha de trigo com diferentes *Falling number*. **Brazilian Journal of Development**, Curitiba, v. 6, n. 6, p. 41426-41438, 2020.

BALDWIN, E. A.; CARRIEDO, M. O. **Edible coatings and films to improve food quality**. Lancaster (USA): Technomic Publishing Co, 1994.

BALOTA, E. L. Alterações microbiológicas em solos cultivados sob plantio direto. In: PEIXOTO, R. T. dos G.; AHRENS, D. C.; SAMAHA, M. J. (Ed.). **Plantio direto: o caminho para uma agricultura sustentável**. Ponta Grossa: Iapar; PRP/PG, 1997. p. 53-65.

BARBOSA, L. S. **Caracterização dos frutos e sementes da *Swartzia burchelli*, extração e caracterização do amido e sua aplicação na cobertura de morangos**. 2011. 102p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 2011.

BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Planejamento e otimização de experimentos**. Campinas: UNICAMP, 1995. 303p.

BASILIO-CORTÉS, U. A.; GONZÁLEZ-CRUZ, L.; VELAZQUEZ, G.; TENIENTE-MARTÍNEZ, G.; GÓMEZ-ALDAPA, C. A.; CASTRO-ROSAS, J.; BERNARDINO-NICANOR, A. Effect of dual modification on the spectroscopic, calorimetric, viscosimetric and morphological characteristics of corn starch. **Polymers**, Basileia, v. 11, n. 2, p. 1-14, 2019.

BATISTA, M. P.; FERNANDES, A. S.; ASCHERI, D. P. R.; SOUSA, Y. S. Filmes biodegradáveis de amido de lírio-do-brejo, milho, batata e mandioca: comparação da solubilidade, permeabilidade e testes mecânicos. In: Congresso Brasileiro de Química, 54., **Anais...**, Natal, 2014.

BEATRIZ, A.; ARAÚJO, Y. J. K.; LIMA, D. P. Glicerol: um breve histórico e aplicação em sínteses estéreis seletivas. **Química Nova**, São Paulo, v. 34, n. 2, p. 306-319, 2011.

BELLO-PÉREZ, L. A.; SÁNCHEZ-RIVERA, M. M.; NÚÑEZ-SANTIAGO, C.; RODRÍGUEZ-AMBRIZ, S. L.; ROMÁN- GUTIERREZ, A. D. Effect of the pearled in the isolation and the morphological, physicochemical and rheological characteristics of barley starch. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 81, n. 1, p. 63-69, 2010.

BENTO, J. A. C. **Caracterização e aplicação de farinhas e féculas de lírio-do-brejo (*Hedychium coronarium* Koen), algodãozinho-do-campo (*Cochlospermum regium*) E batata-de-teiú (*Jatropha elliptica* (Pohl) Muell Arg.)**. 2018. 206p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2018.

BERTONI, J.; LOMBARDI NETO, F. **Conservação do solo**. 8. ed. São Paulo: Ícone, 2012. 355 p.

BERTUZZI, M. A.; ARMADA, M.; GOTTIFREDI, J.C. Physicochemical characterization of starch based films. **Journal of Food Engineering**, Amsterdam, v. 82, n. 1, p. 17-25, 2007.

BERTUZZI, M. A.; GOTTIFREDI, J. C.; ARMADA, M. Mechanical properties of a high amylose content corn starch based film, gelatinized at low temperature. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 15, n. 3, p. 219-227, 2012.

BOF, M. J.; LOCASO, D. E.; GARCÍA, M. A. Corn Starch-Chitosan Proportion Affects Biodegradable Film Performance for Food Packaging Purposes. **Starch-Starke**, Nova Jersey, v. 73, p. 1-12, 2021.

BONA, J. C. **Preparação e caracterização de filmes biodegradáveis a partir de blendas de amido com polietileno**. 2007. 99p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal da Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

BONILLA, J.; TALÓN, E.; ATARÉS, L.; VARGAS, M.; CHIRALT, A. Effect of the incorporation of antioxidants on physicochemical and antioxidant properties of wheat starch–chitosan films. **Journal of Food Engineering**, Amsterdam, v. 118, n. 3, p. 271-278, 2013.

BORSATO, D.; GUEDES, C. L. B.; MOREIRA, I.; PINTO, J. P.; DIAS, G. H.; SPACINO, K. R. Otimização das condições de obtenção de biodiesel de óleo de soja utilizando o delineamento experimental de mistura. **Semina: Ciências Exatas e Tecnológicas**, Londrina, v. 31, n. 1, p. 3-13, 2010.

BRADY, N. C.; WEIL, R. R. **Elementos da natureza e propriedades dos solos**. 3. ed. Porto Alegre: Bookman, 2013. 790p.

BRAULT, D.; D'APRANO, G.; LACROIX, M. Formation of free-standing sterilized edible films from irradiated caseinates. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 45, n. 8, p. 2964-2969, 1997.

BRITO, G. F.; AGRAWAL, P.; ARAÚJO, E. M.; MÉLO, T. J. A. Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, Campina Grande, v. 6, n. 2, p. 127-139, 2011.

BUSTILLOS-RODRÍGUEZ, J. C.; TIRADO-GALLEGOS, J. M.; ORDÓÑEZ-GARCIA, M.; ZAMUDIO-FLORES, P. B.; ORNELAS-PAZ, J. J.; ACOSTA-MUÑIZ, C. H.; GALLEGOS-MORALES, G.; PÁRAMO-CALDERÓN, D. E.; RIOS-VELASCO, C. Physicochemical, thermal and rheological properties of three native corn starches. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 39, n. 1, p. 149-157, 2019.

CABALLERO, B.; FINGLAS, P.; TOLDRÁ, F. (Ed.). **Encyclopedia of food and health**. Academic Press, 773p., 2015.

CAGIAO, M. E.; RUEDA, D. R.; BAYER, R. K.; CALEJJA, F. J. B. Structural Changes of Injection Molded Starch During Heat Treatment in Water Atmosphere: Simultaneous Wide and Small-Angle X-ray Scattering Study. **Journal of Applied Polymer Science**, Nova Jersey, v. 93, p. 301-309, 2004.

CAMPOS, M. C. C.; SOARES, M. D. R.; SANTOS, L. A. C.; OLIVEIRA, I. A.; AQUINO, R. E.; BERGAMIN, A. C. Variabilidade espacial dos atributos físicos em um Argissolo vermelho sob floresta. **Comunicata Scientiae**, Bom Jesus, v. 4, n. 2, p. 168-178, 2013.

CANO, A.; JIMÉNEZ, A.; CHÁFER, M.; GÓNZALEZ, C.; CHIRALT, A. Effect of amylose: amylopectin ratio and rice bran addition on starch films properties. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 111, n. 3, p. 543-555, 2014.

CARR, L. G. **Desenvolvimento de Embalagem Biodegradável tipo Espuma á partir de Fécula de Mandioca**, 2007. 93p. Tese (Doutorado em Engenharia) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007.

CARVALHO JUNIOR, W.; CALDERANO FILHO, B.; CHAGAS, C. S.; BHERING, S. B.; PEREIRA, N. R.; PINHEIRO, H. S. K. Regressão linear múltipla e modelo Random Forest para estimar a densidade do solo em áreas montanhosas. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 51, n. 9, p. 1428-1437, 2016.

CENTENO, L. N.; GUEVARA, M. D. F.; CECCONELLO, S. T.; SOUSA, R. O. D.; TIMM, L. C. Textura do solo: conceitos e aplicações em solos arenosos. **Revista Brasileira de Engenharia e Sustentabilidade**, Pelotas, v. 4, n. 1, p. 31-37, 2017.

CHEETHAM, N. W. H.; TAO, L. Variation in crystalline type with amylose content in maize starch granules: An X-ray powder diffraction study. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 36, n. 4, p. 277-284, 1998.

CHUNG, H. J.; LI, X. Q.; KALINGA, D.; LIM, S. T.; YADA, R.; LIU, Q. Physicochemical properties of dry matter and isolated starch from potatoes grown in different locations in Canada. **Food research international**, Amsterdam, v. 57, p. 89-94, 2014.

CLERICI, M. T. P. S.; KALLMANN, C.; GASPI, F. O. G.; MORGANO, M. A.; MARTINEZ-BUSTOS, F.; CHANG, Y. K. Physical, chemical and technological characteristics of Solanum lycocarpum A. St. - HILL (Solanaceae) fruit flour and starch. **Food Research International**, Amsterdam, v. 44, p. 2143-2150, 2011.

COGO, F. D.; JUNIOR, C. F. A.; ZINN, Y. L.; JUNIOR, M. S. D.; ALCÂNTARA, E. N.; GUIMARÃES, P. T. G. Estoques de carbono orgânico do solo em cafezais sob diferentes sistemas de controle de plantas invasoras. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 34, n. 3, p. 1089-1098, 2013.

COLTELLI, M. B.; WILD, F.; BUGNICOURT, E.; CINELLI, P.; LINDNER, M.; SCHMID, M.; WECKEL, V.; MULLER, K; RODRIGUEZ, P.; STAEBLER, A.; RODRÍGUEZ-TURIENZO, L.; LAZZERI, A. State of the art in the development and properties of protein-based films and coatings and their applicability to cellulose based products: An extensive review. **Coatings**, Basel, v. 6, n. 1, p. 1-59, 2016.

COLUSSI, R.; PINTO, V. Z.; HALAL, S. L. M. E.; BIDUSKI, B.; PRIETTO, L.; CASTILHOS, D. D.; ZAVARESE, E. da R.; DIAS, A. R. G. Acetylated rice starches films with different levels of amylose: Mechanical, water vapor barrier, thermal, and biodegradability properties. **Food Chemistry**, Amsterdam, v. 221, n. 15, p. 1614-1620, 2017.

CORNELL, J. A. **Experiments with mixtures: designs, models, and the analysis of mixtures data**. 2 Ed., Wiley, New York, 1990.

CORRADINI, E.; AGNELLI, J. A. M.; MORAIS, L. C.; MATTOSO, L. H. C. Estudo das Propriedades de compósitos biodegradáveis de amido/ glúten de milho/ glicerol reforçados com fibras de sisal. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v. 18, n. 4, p. 353-358, 2008.

CORRADINI, E.; LOTTI, C.; MEDEIROS, E. S. de; CARVALHO, A. J. F.; CURVELO, A. A. S.; MATTOSO, L. H. C. Estudo comparativo de amidos termoplásticos derivados do milho com diferentes teores de amilose. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v. 15, p. 268-273, 2005.

CORRÊA, A. D.; ABREU, C. M. P. de.; SANTOS, C. D.; RIBEIRO, L. J. Determinação de alguns constituintes químicos de interesse nutricional do fruto-de-lobo (*Solanum lycocarpum* St.Hil.). **Ciências e Agrotecnologia**, Lavras, v. 24, n. 1, p. 130-135, 2000.

COSTA, D. M. A.; SANTOS, A. F.; SILVA, E. D.; SILVA, I. A. Desenvolvimento e caracterização de filmes à base de amido de feijão Macáçar (*Vigna unguiculata* (L.) Wap). **Holos**, Natal, v. 7, n. 3, p. 2-16, 2017.

COUTO, R. R.; COMIN, J. J.; SOARES, C. R. F. S.; BELLÍ FILHO, P.; BENEDET, L.; MORAES, M. P.; BRUNETTO, G.; BEBER, C. L. Microbiological and chemical attributes of a Hapludalf soil with swine manure fertilization. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 48, n. 7, p. 774-782, 2013.

CRIZEL, T. M.; COSTA, T. M. H.; RIOS, A. O.; FLÔRES, S. H. Valorization of food-grade industrial waste in the obtaining active biodegradable films for packaging. **Industrial Crops and Products**, Amsterdam, v. 87, p. 218-228, 2016.

CRUZ-TIRADO, J. P.; VEJARANO, R.; TAPIA-BLÁCIDO, D. R.; ANGELATS-SILVA, L. M.; SICHE, R. The addition of sugarcane bagasse and asparagus peel enhances the properties of sweet potato starch foams. **Packaging Technology Science**, Nova Jersey, v. 32, n. 2, p. 1-11, 2019.

DAI, L.; QIU, C.; XIONG, L.; SUN, Q. Characterisation of corn starch-based films reinforced with taro starch nanoparticles. **Food chemistry**, Amsterdam, v. 174, n. 1, p. 82-88, 2015.

DAS, A.; BHATTACHARYYA, S.; UPPALURI, R.; DAS, C. Optimality of poly-vinyl alcohol/starch/glycerol/citric acid in wound dressing applicable composite films. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 155, p. 260-272, 2020.

DAS, A.; UPPALURI, R.; DAS, C. Feasibility of poly-vinyl alcohol/starch/glycerol/citric acid composite films for wound dressing applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 131, p. 998-1007, 2019.

DASH, K. K.; ALI, N. A.; DAS, D.; MOHANTA, D. Thorough evaluation of sweet potato starch and lemon-waste pectin based-edible films with nano-titania inclusions for food packaging applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 139, p. 449-458, 2019.

DANTAS, E. A.; COSTA, S. S.; CRUZ, L. S.; BRAMONT, W. B.; COSTA, A. S.; PADILHA, F. F.; DRUZIAN, J. I.; MACHADO, A. S. Caracterização e avaliação das propriedades antioxidantes de filmes biodegradáveis incorporados com polpas de frutas tropicais, **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 45, n. 1, p. 142-148, 2015.

DENARDIM, C. C.; SILVA, L. P. Estrutura dos grânulos de amido e sua relação com propriedades físico-químicas. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 39, n. 3, p. 945-954, 2009.

DERUNGS, I.; RICO, M.; LÓPEZ, J.; BARRAL, L.; MONTERO, B.; BOUZA, R. Influence of the hydrophilicity of montmorillonite on structure and properties of thermoplastic wheat starch/montmorillonite bionanocomposites. **Polymers Advanced Technologies**, Nova Jersey, v. 32, n. 11, p. 1-11, 2021.

DIAS, F. C. **Uso do software ImageJ para análise quantitativa de imagens de microestruturas de materiais**. 2008. 148p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – INPE, São José dos Campos, 2008.

DIAS, G. M.; LINO, A. C. L.; SANCHES, J.; LIMA, F. A. B.; NASCIMENTO, T. S. N. Uso de Imagens Digitais na Classificação de Flores de Corte. **Revista Brasileira de Horticultura Ornamental**, Campinas, v. 16, n. 2, p. 123-126, 2010.

DI-MEDEIROS, M. C. B.; PASCOAL, A. M.; BATISTA, K. A.; BASSINELLO, P. Z.; LIÃO, L. M.; LELES, M. I. G.; FERNANDES, K. F. Rheological and biochemical properties of Solanum lycocarpum starch. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 104, p. 66-72, 2014.

DOMENE-LÓPEZ, D.; GARCÍA-QUESADA, J. C.; MARTIN-GULLON, I.; MONTALBÁN, M. G. Influence of Starch Composition and Molecular Weight on Physicochemical Properties of Biodegradable Films. **Polymers**, Amsterdam, v. 11, n. 1084, p. 1-17, 2019.

DOMJÁN, A.; BAJDIK, J.; PINTYE-HÓDI, K. Understanding of the plasticizing effects of glycerol and PEG 400 on chitosan films using solid-state NMR Spectroscopy. **Macromolecules**, Washington, v. 42, n. 13, p. 4667-4673, 2009.

EATON, J. W.; BATEMAN, D.; HAUBERG, S.; WEHBRING, R. **GNU Octave – Edition 4 for Octave version 4.0.0 – Free Your Numbers**, March, 966p, 2015.

EGUCHI, E. S.; SILVA, E. L.; OLIVEIRA, M. S. Variabilidade especial da textura e da densidade de partículas em um solo aluvial no município de Lavras, MG. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, n. 6, v. 2, p. 242-246, 2002.

ELLIS, R. P.; COCHRANE, M. P.; DALE, M. F. B.; DUFFUS, C. M.; LYNN, A.; MORRISON, I. M.; PRENTICE, R. D. M.; SWANSTON, J. S.; TILLER, S. A. Starch production and industrial use. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Nova Jersey, v. 77, n. 3, p. 289-311, 1999.

EMADIAN, S. M.; ONAY, T. T.; DEMIREL, B. Biodegradation of bioplastics in natural environments. **Waste Management**, Amsterdam, v. 59, n. 1, p. 526-536, 2017.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA-EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Sistema brasileiro de classificação dos solos**. 5.ed. Brasília: EMBRAPA, 590p. 2018.

ENGEL, J. B.; AMBROSI, A.; TESSARO, I. C. Development of Biodegradable Starch-Based Foams Incorporated with Grape Stalks for Food Packaging. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 225, p. 1-10, 2019.

FACCI, L. D. **Variáveis microbiológicas como indicadoras da qualidade do solo sob diferentes usos**. 2008. 95p. Dissertação (Mestrado em Agricultura Tropical e Subtropical) – Instituto Agrônomo, Campinas, 2008.

FAGERIA, N. K.; STONE, L. F. **Qualidade do solo e meio ambiente**. 21.ed. Santo Antônio de Goiás: Embrapa Arroz e Feijão, 2006. 35p.

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

FAKHOURI, F. M.; MARTELLI, S. M.; BERTAN, L. C.; YAMASHITA, F.; MEI, L. H. I.; QUEIROZ, F. P. C. Edible films made from blend of manioc starch and gelatin - Influence of different types of plasticizer and different levels of macromolecules on their properties. **LWT**, Amsterdam, v. 49, n. 1, p. 149-154, 2012.

FARAONI, A. S.; RAMOS, A. M.; GUEDES, D. B.; OLIVEIRA, A. N.; LIMA, T. H. S. F.; SOUSA, P. H. M. Desenvolvimento de um suco misto de manga, goiaba e acerola utilizando delineamento de misturas. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 42, n. 5, p. 911-917, 2012.

FARIAS, M. G. **Elaboração e caracterização de filmes de amido e polpa de acerola por casting, extrusão termoplástica e termoprensagem**. 2016. 170p. Tese (Doutorado em Ciência de Alimentos) – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 2016.

FARIAS, M. G.; FAKHOURI, F.M.; CARVALHO, C.W.P. de; ASCHERI, J.L.R. Caracterização físico-química de filmes comestíveis de amido adicionado de acerola (*Malpighia emarginata* D.C.). **Química Nova**, São Paulo, v. 35, n. 3, p. 546-552, 2012.

FARIAS, V. de. P. **Análise de imagem como ferramenta de medida do efeito edáfico sobre a biodegradabilidade de filmes de amidos**. 2019. 58p. Monografia (Graduação em Engenharia Agrícola) - Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 2019.

FARIAS, V. de. P; BATISTA, A. M. G.; FÉLIX, A. S.; SOUZA, B. M. F. L.; ASCHERI, D. P. R; ASCHERI, J. L. R. Qualidade pós-colheita de tomates cerejas submetidos aplicação de filmes termoprensados e irradiados de fruta-de-lobo In: Congresso de Ensino, Pesquisa e Extensão da UEG, 6., **Anais...**, Anápolis, 2019.

FARRAG, Y.; MALMIR, S.; MONTERO, B.; RICO, M.; RODRÍGUEZ-LLAMAZARES, S.; BARRAL, L.; BOUZA, R. Starch edible films loaded with donut-shaped starch microparticles. **LWT**, Amsterdam, v. 98, p. 62-68, 2018.

FERNANDES, A. dos. S.; CARDOSO, J. C. de. O.; GOMES, J. N.; ASCHERI, D. P. R. Elaboração e Caracterização de Filmes Biodegradáveis de Amido de *Solanum lycocarpum* St. Hill e Glicerol. **Fronteiras: Journal of Social, Technological and Environmental Science**, Anápolis, v. 8, n. 1, p. 362-378, 2019.

FERNANDES, A. P. S.; COSTA, J. B.; SOARES, D. S. B.; MOURA, C. J.; SOUZA, A. R. M. Aplicação de filmes biodegradáveis produzidos a partir de concentrado proteico de soro de leite irradiado. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, Goiânia, v. 45, n. 2, p. 192-199, 2015.

FERNANDES, A. S.; SOUSA, Y. S.; BATISTA, M. P.; ASCHERI, D. P. R Solubilidade, permeabilidade e testes mecânicos de filmes biodegradáveis de amido de *Cissus simsiana* e glicerol. In: Congresso Brasileiro de Química, 54., **Anais...**, Natal, 2014.

FERNANDES, R. B. A.; BARRÓN, V.; TORRENT, J.; FONTES, M. P. F. Quantificação de óxidos de ferro de latossolos brasileiros por espectroscopia de refletância difusa. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 28, n. 5, p. 245-257, 2004.

FERREIRA, A. dos. S.; DEMARTELAERE, A. C. F.; PEREIRA, M. D.; PRESTON, H. A. F.; FEITOSA, S. dos. S.; MEDEIROS, J. G. F.; PÁDUA, G. V. G.; MEDEIROS, M. L. de. S. Inteligência artificial como método complementar na avaliação da qualidade fisiológica em sementes de *Leucaena leucocephala* (Lam.) Wit. **Brazilian Journal of Development**, Curitiba, v. 6, n. 8, p. 63157-63172, 2020.

FERREIRA, D. F. Sisvar: a computer statistical analysis system. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 35, n. 6, p. 1039-1042, 2018.

FIALHO, S. **Obtenção e caracterização de filmes biodegradáveis de amido de mandioca com hidrolisados de celulose bacteriana**. 2019. 25p. Monografia (Graduação em Engenharia de Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão, 2019.

FLINT, O. **Food Microscopy: a manual of practical methods, using optical microscopy**. Oxford: BIOS Scientific, 125p., 1994.

FORSSELL, P.; LAHTINEN, R.; MYLLARINEN, P. Oxygen permeability of amylose and amylopectin films. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdã, v. 47, n. 2, p. 125-129, 2002.

FOURATI, Y.; MAGNIN, A.; PUTAUX, J. L.; BOUFI, S. One-step processing of plasticized starch/cellulose nanofibrils nanocomposites via twin-screw extrusion of starch and cellulose fibers. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 229, p. 1-15, 2020.

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

FRANCO, P. C. I.; FARIA, M. L.; BILCK; A. P; SOARES, E. M. Atividade antimicrobiana e caracterização de filmes de amido de mandioca/quitosana, reforçados com fibras de cana-de-açúcar. **Brazilian Journal of Development**, Curitiba, v. 6, n. 2, p. 8766-8779, 2020.

FUENTES, C.; KANG, I.; LEE, J.; SONG, D.; SJOO, M.; CHOI, J.; LEE, S.; NILSSOM, L. Fractionation and characterization of starch granules using field-flow fractionation (FFF) and differential scanning calorimetry (DSC). **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, Berna, v. 411, p. 3665-3674, 2019.

GARCIA, M. R. L.; MELLO, L. M. M.; CASSIOLATO, A. M. R. Variáveis microbiológicas e produtividade do feijoeiro sob diferentes manejos do solo e calagem. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 39, n. 10, p. 1021-1026, 2004.

GARCIA, P. S.; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F.; MALI, S.; DALL'ANTONIA, L.H.; BARRETO, W. Citric Acid as multifunctional agent in blowing films of starch/PBAT. **Química Nova**, São Paulo, v. 34, p. 1507-1510, 2011.

GARCIA, P. S. **Ação compatibilizante de ácido carboxílico, anidrido e sericina em filmes tubulares de amido e poliéster produzidos por extrusão-reativa**. 2014. 159p. Tese (Doutorado em Ciência de Alimentos) - Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2014.

GHANBARZADEH, B.; ALMASI, H.; ENTEZAMI, A. A. Improving the barrier and mechanical properties of corn starch-based edible films: Effect of citric acid and carboxymethyl cellulose. **Industrial Crops and Products**, Amsterdam, v. 33, p. 229-235, 2011.

GIURI, A.; COLELLA, S.; LISTORTI, A.; RIZZO, A.; CORCIONE, C. E.; Biodegradable extruded thermoplastic maize starch for outdoor applications. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, Berna, v. 134, p. 549-558, 2018.

GOMES, C. M. **Avaliação do comportamento reológico de suspensões cerâmicas triaxiais utilizando abordagem do delineamento de misturas**. 2004. 108p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2004.

GOMES, C. M.; REIS, J. P.; LUIZ, J. F.; OLIVEIRA, A. P. N.; HOTZA, D. Defloculação de massas cerâmicas triaxiais obtidas a partir do delineamento de misturas. **Cerâmica**, São Paulo, v. 51, n. 15, p. 336-342, 2005.

GOMES, L. P.; SOUZA, H. K. S.; CAMPIÑA, J. M.; ANDRADE, C. T.; SILVA, A. F.; GONÇALVES, M. P.; PASCHOALIN, V. M. F. Edible chitosan films and their nanosized counterparts exhibit antimicrobial activity and enhanced mechanical and barrier properties. **Molecules**, Basel, v. 24, n. 1, p. 1-14, 2019.

GOMES, M. A. **Caracterização de filmes comestíveis do amido fosfatado da *Swartzia Burchelli* para aplicação pós-colheita em tomate cereja**. 2014. 54p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 2014.

GOMES, M. A.; ASCHERI, D. P. R.; CAMPOS, A. J. Characterization of edible films of *Swartzia burchelli* phosphated starches and development of coatings for post-harvest application to cherry tomatoes. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 37, n. 4, p. 1897-1910, 2016.

GÓMEZ-ALDAPA, C. A.; DÍAZ-CRUZ, C. A.; CASTRO-ROSAS, J.; JIMÉNEZ-REGALADO, E. J.; VELAZQUEZ, G.; GUTIERREZ, M. C.; AGUIRRE-LOREDO, R. Y. Development of antimicrobial biodegradable films based on corn starch with aqueous extract of *Hibiscus sabdariffa* L. **Starch-Starke**, Nova Jersey, v. 73, p. 1-9, 2021.

GÓMEZ-ALDAPA, C. A.; VELAZQUEZ, G.; GUTIERREZ, M. C.; CASTRO-ROSAS, J.; JIMÉNEZ-REGALADO, E. J.; AGUIRRE-LOREDO, R. Y. Characterization of Functional Properties of Biodegradable Films Based on Starches from Different Botanical Sources. **Starch**, v. 72, p. 1-10, 2020.

GONTARD, N.; DUCHEZ, C.; CUQ, J. L.; GUILBERT, S. Edible composite films of wheat gluten and lipids: water vapor permeability and other physical properties. **International Journal of Food Science and Technology**, Nova Jersey, v. 29, n. 1, p.3 9-50, 1994.

GONTARD, N.; GUILBERT, S.; CUQ, J. L. Water and glycerol as plasticizers affect mechanical and water vapor barrier properties of an edible wheat gluten film. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 58, n. 1, p. 206-211, 1993.

GUABIANI, P. I.; REINERT, D. J.; REICHERT, J. M. Método alternativo para a determinação da densidade de partículas do solo - exatidão, precisão e tempo de processamento. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 36, n. 2, p. 664-668, 2006.

GUERRA, P. M. **Modificação química do amido de mandioca e blindagem com poliéster biodegradável**. 2010. 86p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2010.

HALAL, S. L. M. E.; COLUSSI, R.; BIDUSKI, B.; EVANGELHO, J. A.; BRUNI, G. P.; ANTUNES, M. D.; DIAS, A. R. G. D.; ZAVAREZE, E. R. Morphological, mechanical, barrier and properties of films based on acetylated starch and cellulose from barley. **Journal of the science of food and agriculture**, Nova Jersey, v. 97, n. 2, p. 411-419, 2016.

HAN, J. H.; FLOROS, J. D. Casting antimicrobial packaging films and measuring their physical properties and antimicrobial activity. **Journal of Plastic Film and Sheet**, Nova Iorque, v. 13, n. 4, p. 287-298, 1997.

HAN, J. H. **Innovations in food packaging**. Cambridge: Academic Press, 624p., 2014.

HE, Y.; HOU, L.; WANG, H.; HU, K.; McCONKEY, B. A modelling approach to evaluate the long-term effect of soil texture on spring wheat productivity under a rainfed condition. **Scientific reports**, Basingstoke, v. 4, n. 5736, p. 1-10, 2014.

HENNING, F. G.; ITO, V. C.; DEMIATE, I. M.; LACERDA, L. G. Non-conventional starches for biodegradable films: A review focussing on characterisation and recent applications in food. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, Amsterdam, v. 3, p. 1-43, 2021.

HENRIQUE, C. M.; CEREDA, M. P.; SARMENTO S. B. S. Características físicas de filmes biodegradáveis produzidos a partir de amidos modificados de mandioca. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 28, n. 1, p. 231-240, 2008.

HERNANDEZ-PEREZ, P.; FLORES-SILVA, P. C.; VELAZQUEZ, G.; MORALES-SANCHES, E.; RODRÍGUEZ-FERNÁNDEZ, O.; HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, E.; MENDEZ-MONTEALVO, G.; SIFUENTES-NIEVES, I. Rheological performance of film-forming solutions made from plasma-modified starches with different amylose/amylopectin content. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 255, n. 1, p. 1-9, 2021.

HOQUE, M. E.; YE, T. J.; YONG, L. C.; DAHLAN, K. M. Sago Starch-Mixed Low-Density Polyethylene Biodegradable Polymer: Synthesis and Characterization. **Journal of Materials**, Nova Jersey, v. 2013, p. 1-7, 2013.

HORNUNG, P. S.; ÁVILA, S.; MASISI, K.; MALUNGA, L. N.; LAZZAROTTO, M.; SCHNITZLER, E.; RIBANI, R. H.; BETA, T. Green Development of Biodegradable Films Based on Native Yam (*Dioscoreaceae*) Starch Mixtures. **Starch**, v. 70, n. 5, p. 1-12, 2018.

HOSSEN, S.; SOTOME, I.; TAKENAKA, M.; ISOBE, S.; NAKAJIMA, M.; OKADOME, H. Effect of Particle Size of Different Crop Starches and Their Flours on Pasting Properties. **Japan Journal of Food Engineering**, Tóquio, v. 12, n. 1, p. 29-35, 2011.

HUANG, J.; ZHAO, L.; MAN, J.; WANG, J.; ZHOU, W.; HUAI, H.; WEI, C. Comparison of physicochemical properties of B-type nontraditional starches from different sources. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 78, p. 165-172, 2015.

HUAXI, X.; LIN, Q.; LIU, G.Q.; WU, Y.; TIAN, W.; WU, W.; FU, X. Physicochemical properties of chemically modified starches from different botanical origin. **Scientific Research and Essays**, v. 6, n. 2, p. 4517-4525, 2011.

INTERNATIONAL ASSOCIATION OF ENGINEERING GEOLOGY (IAEG). **Classification of Rocks and Soils for Engineering Geological Mapping Part 1: Rock and Soil Materials**. Bulletin of the International Association of Engineering Geology, v. 19, p. 355-371, 1979.

IURCKEVICZ, G.; MARQUES, P. T.; LIMA, V. A. Análise química e quimiométrica de matrizes de amido modificado por trimetafosfato de sódio. **Revista Virtual de Química**, Nitérois, v. 9, n. 4, p. 1462-1480, 2017.

JAMIR, K.; SESHAGIRIRAO, K. Isolation, characterization and comparative study of starches from selected Zingiberaceae species, a non-conventional source. **Food Hydrocolloids**, Amsterdam, v. 72, p. 247-253, 2017.

JANE, J.; CHEN, Y. Y.; LEE, L. F.; MCPHERSON, A. E.; WONG, K. S.; RADOSAVLJEVIC, M.; KASEMSUWAN, T. Effects of amylopectin branch chain length and amylose content on the gelatinization and pasting properties of starch. **Cereal Chemistry**, Nova Jersey, v. 76, n. 5, p. 629-637, 1999.

JARAMILLO, M. C.; GUTIÉRREZ, T. J.; GOYANES, S.; BERNAL, C.; FAMÁ, L. Biodegradability and plasticizing effect of yerba mate extract on cassava starch edible films. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 151, p. 150-159, 2016.

JESUS, M. C.; BRITO, A. S.; SILVA, M. O.; TEIXEIRA, S. S.; CARVALHO, W. D. Permeabilidade ao ar e porosidade de solos na região semiárida. **Revista Engenharia na Agricultura**, Viçosa, v. 25, n. 3, p. 230-239, 2017.

JESUS, G. T.; SOUZA, M. L. O.; CHAGAS JÚNIOR, M. F.; RABELLO, A. P. S. S. Simulação de Diagramas de Markov Estendidos a Projetos em Software Livre. In: 11º Workshop em Engenharia e Tecnologias Espaciais, **Anais...**, São José dos Campos, 2020.

JIMENEZ, A.; FABRA, M. J.; TALENS, P.; CHIRALT, A. Edible and biodegradable starch films: a review. **Food and Bioprocess Technology**, Berna, v. 5, n. 12, p. 2058-2076, 2012.

JIMÉNEZ, A.; FABRA, M. J.; TALENS, P.; CHIRALT, A. Physical properties and antioxidant capacity of starch-sodium caseinate films containing lipids. **Journal of Food Engineering**, Amsterdam, v. 116, n. 3, p. 695-702, 2013.

JHA, P.; DHARMALINGAM, K.; NISHIZU, T.; KATSUNO, N.; ANANDALAKSHMI, R. Effect of Amylose–Amylopectin Ratios on Physical, Mechanical, and Thermal Properties of Starch-Based Bionanocomposite Films Incorporated with CMC and Nanoclay. **Starch – Starke**, v. 72, p. 1-9, 2020.

JUHÁSZ, R.; SALGÓ, A. Pasting Behavior of Amylose, Amylopectin and Their Mixtures as Determined by RVA Curves and First Derivatives. **Starch - Stärke**, Nova Jersey, v. 60, n. 2, p. 70-78, 2008.

KANG, H. J.; SEA, C. M. Potato peel-based biopolymer film development using high-pressure homogenization, irradiation, and ultrasound. **Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 43, n. 6, p. 903-909, 2010.

KARIM, S. F. A.; ASRI, N. A. A.; AZIZ, R. A. A.; IBRAHIM, U. K. The Effect of Red Palm Oil Concentration towards Characteristics and Biodegradability of PLA-Starch Film. **Indonesia Journal of Chemistry**, Jakarta, v. 20, n. 6, p. 1240-1245, 2020.

KASCHUK, G.; ALBERTON, O.; HUNGRIA, M. Three decades of soil microbial biomass studies in Brazilian ecosystems: Lessons learned about soil quality and indications for improving sustainability. **Soil Biology and Biochemistry**, Amsterdam, v. 42, n. 1, p. 1-13, 2009.

KATERINOPOULOU, K.; GIANNAKAS, A.; BARKOULA, N. M.; LADAVOS, A. Preparation, Characterization, and Biodegradability Assessment of Maize Starch-(PVOH)/Clay Nanocomposite Films. **Starch - Stärke**, Nova Jersey, v. 71, p. 1-8, 2019.

KAUR, K.; JINDAL, R.; MAITI, M.; MAHAJAN, S. Studies on the properties and biodegradability of PVA/Trapa natans starch (N-st) composite films and PVA/N-st-g-poly (EMA) composite films. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 123, n. 15, p. 826-836, 2019.

KIM, S.; BAEK, S. K.; GO, E.; SONG, K. B. Application of adzuki bean starch in antioxidant films containing cocoa nibs extract. **Polymers**, Basiléia, v. 10, n. 1, p. 1-12, 2018.

KISSMANN, K. G.; GROTH, D. **Plantas infestantes e nocivas**. São Paulo: Basf Brasileira, v. 1, p. 590-593, 1991.

KLEIN, V. A. **Física do solo**. Ed. Universidade de Passo Fundo. 3ª edição, 2014.

KONISHI, Y.; KITAZATO, S.; ASANO, R.; NAKATANI, N. Polymorphism of acid and neutral α -glucosidases in banana pulp: changes in apparent pIs and affinity to Con A of the enzymes during ripening. **Agricultural Biological Chemistry**, Tokyo, v. 55, n. 4, p. 1089-1094, 1991.

LA FUENTE, C. I. A.; CASTANHA, N.; MANIGLIA, B. C.; TADINI, C. C.; AUGUSTO, P. E. D. Biodegradable Films Produced from Ozone-Modified Potato Starch. **Journal of Packaging Technology and Research**, Amsterdam, v. 4, n. 5, p. 3-11, 2020.

LA FUENTE, C.I.A.; SOUZA, A.T.; TADINI, C.C.; AUGUSTO, P.E.D. Ozonation of cassava starch to produce biodegradable films. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 141, n. 1, p. 713-720, 2019.

LACROIX, M.; JOBIN, M.; MEZGHENI, E.; SROUR, M.; BOILEAU, S. Polymerization of calcium caseinates solutions induced by gamma irradiation. **Radiation Physical Chemistry**, Nova Iorque, v. 52, n. 1-6, p. 223-227, 1998.

LAPA, L. S. S.; SILVA, Y. R. O.; SALES, P. F. Aplicação das análises espectroscópicas e termogravimétricas em filmes biodegradáveis de amido de milho incorporados com extrato de própolis-verde. **ForScience**, Formiga, v. 8, n. 2, p. 1-19, 2020.

LEITE, A. L. M. P.; ZANON, C. D.; MENEGALLI, F. C. Isolation and characterization of cellulose nanofibers from cassava root bagasse and peelings. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 157, n. 10, p. 962-970, 2017.

LEITE, L. F. C. **Matéria orgânica do solo**. 1ed. Teresina: Embrapa Meio Norte, 2004. 31p.

LEMOES, P. V. F.; BARBOSA, L. S.; RAMOS, I. G., COELHO, R. E.; DRUZIAN, J. I. The important role of crystallinity and amylose ratio in thermal stability of starches. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, Berna, v. 131, n. 3, p. 2555-2567, 2018.

LEON-BEJARANO, M.; DURMUS, Y.; OVANDO-MARTÍNEZ, M.; SIMSEK, S. Physical, Barrier, Mechanical, and Biodegradability Properties of Modified Starch Films with Nut By-Products Extracts. **Foods**, Basiléia, v. 9, n. 226, p. 1-17, 2020.

LEWANDOWICZ, G.; FORNAL, J.; WALKOWSKI, T. Effect of microwave radiation on physico-chemical properties and structure of potato and tapioca starches. **Carbohydrate Polymers**, Barking, v. 34, p. 213-220, 1997.

LI, P.; ZHENG, X.; LIU, Y.; ZHU, Y. Pre-storage application of oxalic acid alleviates chilling injury in mango fruit by modulating proline metabolism and energy status under chilling stress. **Food chemistry**, Amsterdam, v. 142, n. 1, p. 72-78, 2014.

LI, S.; MA, Y.; JI, T.; SAMEEN, D. E.; AHMED, S.; QIN, W.; DAI, J.; LI, S.; LIU, Y. Cassava starch/carboxymethylcellulose edible films embedded with lactic acid bacteria to extend the shelf life of banana. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 248, p. 1-12, 2020.

LIMA, A.V.G. **Processamento de imagens para identificação de placas de automóveis**. 2009. 112p. Monografia (Graduação em Ciência da Computação) – Faculdade Farias Brito, Fortaleza, 2009.

LIMA, B. N. B.; CABRAL, T. B.; NETO, R. P. C.; TAVARES, M. I. B.; PIERUCCI, A. P. T. Characterization of Commercial Edible Starch Flours. **Polímeros**, São Carlos, v. 22, n.5, p. 486-490, 2012.

LIMA, C. V.; LIMA, M. R.; MELO, V. F. **O solo no meio ambiente: abordagem para professores do ensino fundamental e médio e alunos do ensino médio**. Universidade Federal do Paraná. Departamento de Solos e Engenharia Agrícola. Curitiba, 2007. 130p.

LIU, X.; YU, L.; XIE, F.; LI, M.; CHEN, L.; LI, X. Kinetics and mechanism of thermal decomposition of cornstarches with different amylose/amylopectin ratios. **Starch - Stärke**, Nova Jersey, v. 62, n. 3-4, p. 139-146, 2010.

LIU, Y.; YANG, L.; MA, C.; ZHANG, Y. Thermal behavior of sweet potato starch by non-isothermal thermogravimetric analysis. **Materials**, Basiléia, v. 12, n. 5, p. 1-11, 2019.

LIU, Z.; HAN, J.H. Film-forming characteristics of starches. **Journal of Food Science**, Malden, v. 70, n. 1, p. 31-36, 2005.

LOPES, A. A. de. C. **Interpretação de indicadores microbiológicos em função da matéria orgânica do solo e dos rendimentos de soja e milho**. 2012. 96p. Dissertação (Mestre em Agronomia) - Universidade de Brasília (Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária), Brasília, 2012.

LOPES, A. A. de. C.; SOUZA, D. M. G. de.; CHAER, G. M.; REIS JUNIOR, F. B. dos.; GOEDERT, W. J.; MENDES, I. de. C. Interpretation of Microbial Soil Indicators as a Function of Crop Yield and Organic Carbon. **Soil Science Society of America Journal**, Nova Iorque, v. 77, n. 2, p. 461-472, 2013.

LOPES, A. C.; BARCIA, M. K.; VEIGA, T. B.; YAMASHITA, F.; GROSSMANN, M. V. E.; OLIVATO, J. B. Eco-friendly materials produced by blown-film extrusion as potential active food packaging. **Polymers for Advanced Technologies**, Nova Jersey, v. 32, n. 2, p. 779-788, 2020.

LOPES, A. R.; DRAGUNSKI, D. C.; BONFIM JÚNIOR, L. F.; FRANCISCO, C. B.; CAETANO, J. Influência da incorporação do extrato de barbatimão em filmes de amido e caseína. **Revista Brasileira de Agropecuária Sustentável**, v. 8, n. 2, p. 100-105, 2018.

LOPES, A. S.; GUILHERME, L. R. G. **Interpretação da análise do solo: conceitos e aplicações**. São Paulo: ANDA. Comitê de Pesquisa Técnico, 50p., 2004.

LÓPEZ-CÓRDOBA, A. Feasibility of Using Carvacrol/Starch Edible Coatings to Improve the Quality of Paipa Cheese. **Polymers**, v. 13, n. 15, p. 1-11, 2021.

LÓPEZ, O. V.; CASTILLO, L. A.; GARCÍA, M. A.; VILLAR, M. A.; BARBOSA, S. E. Food packaging bags based on thermoplastic corn starch reinforced with talc nanoparticles. **Food Hydrocolloids**, Amsterdam, v. 43, p. 18-24, 2015.

LÓPEZ, O. V.; GARCÍA, M. A. Starch films from a novel (*Pachyrhizus ahipa*) and conventional sources: development and characterization. **Materials Science and Engineering: C**, Amsterdam, v. 32, n. 7, p. 1931-1940, 2012.

LÓPEZ, O. V.; ZARITZKY, N. E.; GARCÍA, M. A. Physicochemical characterization of chemically modified corn starches related to rheological behavior, retrogradation and film forming capacity. **Journal of Food Engineering**, Amsterdam, v. 100, n. 1, p. 160-168, 2010.

LOURDIN, D.; VALLE, G. D.; COLONNA, P. Influence of amylose content on starch films and foams. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 27, p. 261-270, 1995.

LOUZADA, L. B. **Produção e caracterização de filmes biodegradáveis de amido e farinha de fruta-de-lobo (*Solanum lycocarpum* A. St.-Hil)**. 2018. 141p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Diamantina, 2018.

LUBIS, M.; HARAHAP, M. B.; GINTING, M. H. S.; SARTIKA, M.; AZMI, H. Production of bioplastic from avocado seed starch reinforced with microcrystalline cellulose from sugar palm fibers. **Journal of Engineering Science and Technology**, Amsterdam, v.13, n.2, p.381-393, 2018.

LUCHESE, C. L; BENELLI, P.; SPADA, J. C.; TESSARO, I. C. Impact of the starch source on the physicochemical properties and biodegradability of different starch-based films. **Journal of Applied Polymer Science**, Nova Jersey, v. 135, n. 33, p. 1-11, 2018.

LUCHESE, C. L; SPADA, J. C.; TESSARO, I. C. Starch content affects physicochemical properties of corn and cassava starch-based films. **Industrial Crops and Products**, Amsterdam, v. 109, p. 619-626, 2017.

LV, S.; ZHANG, Y.; GU, J.; TAN, H. Physicochemical evolutions of starch/poly(lactic acid) composite biodegraded in real soil. **Journal Environmental Management**, Amsterdam, v. 228, n. 15, p. 223-231, 2018.

MA, X. F.; YU, J. G.; FENG, J. A mixed plasticizer for the preparation of thermoplastic starch. **Chinese Chemical Letters**, Pequim, v. 15, n. 6, p. 741-744, 2004.

MACEDO, J. F. O gênero *Hedychium koening* (*Zingiberaceae*) no Estado de Minas Gerais. **Daphne**, Belo Horizonte, v. 7, n. 2, p. 27-31, 1997.

MACHADO, B. A. S.; REIS, J. H. O.; SILVA L. B.; CRUZ, L. S.; NUNES, I. L.; PEREIRA, F. V.; DRUZIAN, J. I.; Obtenção de nanocelulose da fibra de coco verde e incorporação em filmes biodegradáveis de amido plastificados com glicerol. **Química Nova**, São Paulo, v. 37, n. 8, p. 1275-1282, 2014.

MACHADO, C. M.; LONGHI, E. M.; SPADA, J. C.; TESSARO, I. C. Effect of broken rice flour addition on cassava starch-based foams. **Starch**, Nova Jersey, v. 70, n. 11, p. 1-27, 2018.

MAJEED, Z.; MANSOR, N.; AJAB, Z.; MAN, Z. Lignin macromolecule's implication in slowing the biodegradability of urea-crosslinked starch films applied as slow-release fertilizer. **Starch - Stärke**, Nova Jersey, v. 69, p. 1-14, 2017.

MAJZOBI, M.; PESARAN, Y.; MESBAHI, G.; GOLMAKANI, M. T.; FARAHNAKY, A. Physical properties of biodegradable films from heat-moisture-treated rice flour and rice starch. **Starch**, v. 67, n. 11, p. 1053-1060, 2015.

MALHERBI, N. M. **Desenvolvimento de filmes biodegradáveis à base de polímeros de fontes renováveis e polpa de guabiroba (*Campomanesia xanthocarpa*)**. 2015. 87p.

Monografia (Graduação em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal da Fronteira do Sul, Laranjeiras do Sul, 2015.

MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E.; GARCÍA, M. A.; MARTINO, M. N.; ZARITZKY, N. E. Barrier, mechanical and optical properties of plasticized yam starch films. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 56, n. 2, p. 129-135, 2004.

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

MALI, S.; SAKANAKA, L.; YAMASHITA, F.; GROSSMANN, M. V. E. Water sorption and mechanical properties of cassava starch films and their relation to plasticizing effect. **Carbohydrate Polymer**, Amsterdam, v. 60, n. 6, p. 283-289, 2005.

MANIGLIA, B. C.; TESSARO, L.; RAMOS, A. P.; TAPIA-BLÁCIDO, D. R.; Which plasticizer is suitable for films based on babassu starch isolated by different methods?. **Food Hydrocolloids**, Amsterdam, v. 89, p. 143-152, 2019.

MANO, E. B; PACHECO, É. B. A. V; BONELLI, C. M. C. **Meio ambiente, poluição e reciclagem**. Blucher, São Paulo, 200p., 2010.

MANO, J. F.; KONIAROVA, D.; REIS, R. L. Thermal properties of thermoplastic starch/synthetic polymer blends with potential biomedical applicability. **Journal of Materials Science: Material in Medicine**, Berna, v. 14, p. 127-135, 2003.

MANSANO, V. F.; LEWIS, G. P.; TOZZI, A. M. G. A. *Swartzia burchelli* (Leguminosae-Papilionoideae) from Goiás, Brazil; a new name for a taxon proposed by Bentham. **Kew Bulletin**, Campinas, v. 57, n. 3, p. 635-638, 2002.

MANSOUR, G.; ZOUMAKI, M.; MARINOPOULOU, A.; TZETZIS, D.; PREVEZANOS, M.; RAPHAELIDES, S. N. Characterization and properties of non-granular thermoplastic starch-Clay biocomposite films. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 245, p. 1-9, 2020.

MANTOVANI, A. **Composição química de solos contaminados por cobre: formas, sorção e efeito no desenvolvimento de espécies vegetais**. 2009. 165p. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

MARAN, J. P.; SIVAKUMAR, V.; SRIDHAR, R.; THIRUGNANASAMBANDHAM, K. Development of model for barrier and optical properties of tapioca starch based edible films. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 92, n. 2, p. 1335-1347, 2013.

MARAN, J. P.; SIVAKUMAR, V.; THIRUGNANASAMBANDHAM, K.; SRIDHAR, R. Response surface modeling and analysis of barrier and optical properties of maize starch edible films. **International Journal Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 60, p. 412-421, 2013.

MARTÍNEZ, P.; PEÑA, F.; BELLO-PÉREZ, L. A.; NÚÑEZ-SANTIAGO, C.; YEE-MADEIRA, H.; VELEZMORO, C. Physicochemical, functional and morphological

characterization of starches isolated from three native potatoes of the Andean region. **Food Chemistry: X**, Amsterdam, v. 2, p. 1-8, 2019.

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

MARTINS, L. C. V.; ASCHERI, D. P. R. Propriedades reológicas de amidos da fruta-de-lobo fosforilados com tripolifosfato de sódio. **Revista Agrotecnologia**, Ipameri, v. 9, n. 1, p. 16-25, 2018.

MARTINS, M. P. **Desenvolvimento e caracterização de filme de fécula de Mandioca (*Manihot esculenta*) reforçado com nanocelulose extraída de resíduo de pupunha (*Bactris gasipaes Kunth*)**. 2017. 106p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2017.

MATTA JÚNIOR, M. D. **Caracterização de biofilmes obtidos a partir de amido de ervilha (*Pisum sativum*) associado à goma xantana e glicerol**. 2009. 107p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

MATTA JUNIOR, M. D.; SARMENTO, S. B. S.; SARANTÓPOULOS, C. I. G. L.; ZOCCHI, S. S. Propriedades de barreira e solubilidade de filmes de amido de ervilha associado com goma xantana e glicerol. **Revista Polímeros**, São Carlos, v. 21, n. 1, p. 67-72, 2011.

MEDEIROS, T. S. de; GOMES, A. R. M. G.; ALVES, M. P. B.; MARCELINO, A. de. S.; SANTOS, D. de. M.; GIONGO, A. M. M.; COSTA, A. R. da. Production of radish (*Raphanus sativus* L.) cultivated under bovine manure levels and soil basal respiration. **Brazilian Applied Science Review**, Curitiba, v. 3, n. 2, p. 1348-1357, 2019.

MELO, P. T. S.; AOUADA, F. A.; MOURA, M. R. Fabricação de filmes bionanocompósitos à base de pectina e polpa de cacau com potencial uso como embalagem para alimentos. **Química Nova**, São Paulo, v. 4, n. 3, p. 247-251, 2017.

MENDES, I. C.; REIS-JUNIOR, F. B.; HUNGRIA, M.; FERNANDES, M. F.; CHAER, G.M.; MERCANTE, F. M.; ZILLI, J. E. (2011) – Microbiologia do solo e sustentabilidade de sistemas agrícolas. In: FALEIRO, F. G.; ANDRADE, S. R. M. (Eds.) – **Bioteecnologia: estado da arte e aplicações na agropecuária**. Planaltina, DF: Embrapa Cerrados, 730 p.

MENDES, J. F.; PASCHOALIN, R. T.; CARMONA, V. B.; SENA NETO, A. R.; MARQUES, A. C. P.; MARCONCINI, J. M.; MATTOSO, L. H. C.; MEDEIROS, E. S.; OLIVEIRA, J. E. Biodegradable polymer blends based on corn starch and thermoplastic chitosan processed by extrusion. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 137, p. 452-458, 2016.

MENDONÇA, J. F.B. **Solo: substrato da vida**. 1.ed. Brasília: Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, 2006. 156 p.

MERMELSTEIN, N. H. How food technology covered microwaves over the years. **Food Technology**, Nova Iorque, v. 51, n. 5, p. 82-84, 1997.

- MEZGHENI, E.; D'APRANO, G.; LACROIX, M. Formation of sterilized edible films based on caseinates: effects of calcium and plasticizers. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 46, n. 1, p. 318-324, 1998.
- MILLER, K.; SILCHER, C.; LINDNER, M.; SCHMID, M. Effects of glycerol and sorbitol on optical, mechanical, and gas barrier properties of potato peel-based films. **Packaging Technology and Science**, Nova Jersey, v. 34, p. 1-13, 2020.
- MIR, S. A.; BOSCO, S. J. D.; BASHIR, M.; SHAH, M. A.; MIR, M. M. Physicochemical and structural properties of starches isolated from corn cultivars grown in Indian temperate climate. **International Journal of Food Properties**, Londres, v. 20, n. 4, p. 821-832, 2017.
- MOLAVI, H.; BEHFAR, S.; SHARIATTI, M. A.; KAVIANI, M.; ATAROD, S. A review on biodegradable starch based film. **Journal of Microbiology Biotechnolgy and Food Sciences**, v. 4, n. 5, p. 456-461, 2015.
- MONTERO, B.; RICO, M.; RODRÍGUEZ-LLAMAZARES, S.; BARRAL, L.; BOUZA, R. Effect of nanocellulose as a filler on biodegradable thermoplastic starch films from tuber cereal and legume. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 157, p. 1094-1104, 2017.
- MORAES, J. O.; SCHEIBE, A. S.; AUGUSTO, B.; CARCIOFI, M.; LAURINDO, J. B. Conductive drying of starch-fiber films prepared by tape casting: Drying rates and film properties. **LWT - Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 64, n. 1, p. 356-366, 2015.
- MORAES, J.O.; SCHEIBE, A.S.; SERENO, A.; LAURINDO, J.B. Scale-up of the production of cassava starch based films using tape-casting. **Journal of Food Engineering**, Amsterdam, v. 119, p. 800-808, 2013.
- MOREIRA, F. M. S.; CARES, J. E.; ZANETTI, R.; STUMER, S. L. **O ecossistema solo: componentes, relações ecológicas e efeitos na produção vegetal**. Lavras: Editora UFLA, 2013. 352p.
- MORO, T. M. A.; ASCHERI, J. L. R.; ORTIZ, J. A. R.; CARVALHO, C. W. P.; MELÉNDEZ-ARÉVALO, A. Bioplastics of native starches reinforced with passion fruit peel. **Food and Bioprocess Technology**, Berna, v. 10, n. 10, p. 1798-1808, 2017.
- MOTA, R. D. P.; ASCHERI, D. P. R.; ASCHERI, J. L. R. Elaboração e caracterização de filmes biodegradáveis de amido de lírio do brejo (*Hedychium coronarium*) e de Amido de Fruto-do-Lobo (*Solanum lycocarpum* St. Hill). **Revista Processos Químicos**, Goiânia, v. 3, n. 5, p. 44-50, 2009.
- MOURA, W. S. **Extração e caracterização do amido do *Hedychium coronarium* e elaboração de filmes biodegradáveis**. 2008.81p. Dissertação (Mestrado em Ciências Moleculares) – Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 2008.
- MULLER, C. M. O.; YAMASHITA, F.; LAURINDO, J. B. Evaluation of the effects of glycerol and sorbitol concentration and water activity on the water barrier properties of cassava starch films through a solubility approach. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 72, p. 82-87, 2008.

MUÑOZ, L. A.; PEDRESCHI, F.; LEIVA, A.; AGUILERA, J. M. Loss of birefringence and swelling behavior in native starch granules: microstructural and thermal properties **Journal Food Engineering**, v. 152, p. 65-71, 2015.

MUTUNGI, C.; PASSAUER, L.; ONYANGO, C.; JAROS, D.; ROHM, H. Debranched cassava starch crystallinity determination by Raman spectroscopy: Correlation of features in Raman spectra with X-ray diffraction and ^{13}C CP/MAS NMR spectroscopy. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 87, n. 1, p. 598-606, 2012.

NAZRIN, A.; SAPUAN, S. M.; ZUHRI, M. Y. M.; TAWAKKAL, I. S. M. A.; ILYAS, R. A. Water barrier and mechanical properties of sugar palm crystalline nanocellulose reinforced thermoplastic sugar palm starch (TPS)/poly (lactic acid) (PLA) blend bionanocomposites. **Nanotechnology Reviews**, v. 10, p. 431-442, 2021.

NEWPORT SCIENTIFIC. **Instruction Manual for the Series 4 Rapid Visco Analyser**. Newport Scientific Pty. Ltd., Australia, 1998.

NGUYEN, D. M.; DO, T. V. V.; GRILLET, A. C.; THUC, H. H.; THUC, C. N. H. Biodegradability of polymer film based on low density polyethylene and cassava starch. **International Biodeterioration and Biodegradation**, Amsterdam, v. 115, p. 257-265, 2016.

NIPONSAK, A.; LAOHAKUNJIT, N.; KERDCHOECHUEN, O.; WONGSAWADEE, P. Development of smart colourimetric starch-based indicator for liberated volatiles during durian ripeness. **Food Research International**, Amsterdam, v. 89, p. 365-372, 2016.

NIU, X.; MA, Q.; LI, S.; WANG, W.; MA, Y.; ZHAO, H.; SUN, J.; WANG, J. Preparation and Characterization of Biodegradable Compositated Films Based on Potato Starch/Glycerol/Gelatin. **Journal of Food Quality**, Nova Jersey, v. 2021, p. 1-11, 2021.

NORDIN, N.; OTHMAN, S. H.; RASHID, S. A.; BASHA, R. K. Effects of glycerol and thymol on physical, mechanical, and thermal properties of corn starch films. **Food Hydrocolloids**, Amsterdam, v. 106, p. 1-8, 2020.

NOURADDINI, M.; ESMAILI, M.; MOHTARAMI, F. Development and characterization of edible films based on eggplant flour and corn starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 120, p. 1639-1645, 2018.

NOVAK, E.; CARVALHO, L. A.; SANTIAGO, E. F.; BRUMATTI, A. V.; SANTOS, L. L.; SALES, L. C. Variação temporal dos atributos microbiológicos do solo sob diferentes usos. **Revista de Ciências Agrárias**, Lisboa, v. 41, n. 3, p. 603-611, 2018.

NUNES, H.; SILVA, A.; CARVALHO, C.; MANERICH, D.; SOUZA, I.; FOLETTO, I.; SANTOS, M.; GONÇALVES, S.; WATANBE, M.; LEDRA, C. Caracterização do amido em Plantas Alimentícias Não Convencionais (PANCs) encontradas em diferentes altitudes In: XI Congresso Brasileiro de Agroecologia, 15., **Anais...**, São Cristóvão, 2020.

NUNES, R. S. B.; NASCIMENTO, A. A. do.; SERRA, J. C. V. Obtaining and characterization of biodegradable polymeric composites produced with agroenergetic waste

(sugar cane bagass, corn starch and glycerol). **Acta Ambiental Catarinense – Unochapecó**, Chapecó, v. 18, n. 1, p. 156-169, 2021.

OCTAVE. **Octave Documentation**. 2009. Disponível em:
<<https://www.gnu.org/doc/doc.html> > Acesso em 14 ago. 2021.

OLIVATO, J. B.; GROSSMANN, M. V. E.; BILCK, A. P.; YAMASHITA, F. Effect of organic acids as additives on the performance of thermoplastic starch/polyester blown films. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 90, p. 159-164, 2012.

OLIVEIRA, A. V.; SILVA, A. P. M.; BARROS, M. O.; SOUZA FILHO, M. S. M.; ROSA, M. F.; AZEREDO, H. M. C. Nanocomposite Films from Mango Kernel or Corn Starch with Starch Nanocrystals. **Starch**, v. 70, n. 11, p. 1-30, 2018.

OLIVEIRA JUNIOR, E. N., SANTOS, C. D., ABREU, C. M. P., CORRÊA, A. D., SANTOS, J. Z. L. Alterações pós-colheita da “fruta-de-lobo” (*Solanum lycocarpum* St. Hil.) durante o amadurecimento: análises físico-químicas, químicas e enzimáticas. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 26, n. 3, p. 410-413, 2004.

OLIVEIRA JUNIOR, E. N.; SANTOS, C. D.; ABREU, C. M. P.; CORRÊA, A. D.; SANTOS, J. Z. L. Análise nutricional da fruta-de-lobo (*Solanum lycocarpum* St. Hil.) durante o amadurecimento. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 27, n. 4, p. 846-851, 2003.

OLUWASINA, O. O.; OLALEYE, F. K.; OLUSEGUN, S. J.; OLUWASINA, O. O.; MOHALLEM, N. D. S. Influence of oxidized starch on physico mechanical, thermal properties, and atomic force micrographs of cassava starch bioplastic film. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 135, n. 15, p. 282-293, 2019.

OPREA, S. Effects of Introducing Crude and Modified Soybean Oil into Polyurethane Structures on the Soil-Burial Biodegradation Process. **Polymer-Plastics Technology and Engineering**, v. 54, n. 4, p. 342-349, 2015.

ORTEGA-TORO, R.; COLLAZO-BIGLIARDI, S.; ROSELLÓ, J.; SANTAMARINA, P.; CHIRALT, A. Antifungal starch-based edible films containing *Aloe vera*. **Food Hydrocolloids**, Amsterdam, v. 72, p. 1-10, 2017.

ORTEGA-TORO, R.; COLLAZO-BIGLIARDI, S.; TALENS, P.; CHIRALT, A. Influence of citric acid on the properties and stability of starch-polycaprolactone based films. **Journal of Applied Polymer Science**, Nova Jersey, v. 133, n. 2, p. 1-16, 2015.

ORTIZ, J. A. R.; MORO, T. M. A.; LIMA, E. M. B.; CARVALHO, C. W. P.; ASCHERI, J. L. R. Análise do perfil de cristalinidade e microestrutura de bioplásticos de amidos adicionados de vermiculita. In: Workshop de Nanotecnologia Aplicada ao Agronegócio, 7., **Anais...**, Embrapa Instrumentação, São Carlos, 2013.

PAGNO, C. H.; COSTA, T. M. H.; DE MENEZES, E. W.; BENVENUTTI, E. V.; HERTZ, P. F.; MATTE, C. R.; TOSATI, J. V.; MONTEIRO, A. R.; RIOS, A. O.; FLORES, S. H. Development of active biofilms of quinoa (*Chenopodium quinoa* W.) starch containing gold nanoparticles and evaluation of antimicrobial activity. **Food Chemistry**, Amsterdam, v. 173, p. 755-762, 2015.

PALMA-RODRÍGUEZ, H. D.; BERRIOS, J. D. J.; GLENN, G.; SALGADO-DELGADO, R.; APARICIO-SAGUILÁN, A.; RODRÍGUEZ-HERNÁNDEZ, A. I.; VARGAS-TORRES, A. Effect of the storage conditions on mechanical properties and microstructure of biodegradable baked starch foams. **Cyta – Journal of Food**, Cidade do México, v. 14, n. 3, p. 415-422, 2016.

PARAGINSKI, R. T.; VANIER, N. L.; BERRIOS, J. D. J.; DE OLIVEIRA, M.; ELIAS, M. C. Physicochemical and pasting properties of maize as affected by storage temperature. **Journal of Stored Products Research**, Amsterdam, v. 59, n. 9, p. 209-214, 2014.

PASCOAL, A. M.; DI-MEDEIROS, M. C. B.; BATISTA, K. A.; LELES, M. I. G.; LIÃO, L. M.; FERNANDES, K. F. Extraction and chemical characterization of starch from *S. lycocarpum* fruits. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 98, p. 1304-1310, 2013.

PATHARE, P. B.; OPARA, U. L.; AL-SAID, F. A. Colour Measurement and Analysis in Fresh and Processed Foods: A Review. **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, p. 36-60, 2013.

PELISSARI, F. M.; FERREIRA, D. C.; LOUZADA, L. B.; SANTOS, F.; CORREA, A. C.; MOREIRA, F. K. V.; MATTOSO, L. H. Starch-Based Edible Films and Coatings: 77 An Eco-friendly Alternative for Food Packaging. In: **Starches for Food Application**. Academic Press, p. 359-420, 2019.

PEREIRA, P. H. F.; WALDRON, K. W.; WILSON, D. R.; CUNHA, A. P.; BRITO, E. S. de.; RODRIGUES, T. H. S.; ROSA, M. F.; AZEREDO, H. M. C. Wheat straw hemicelluloses added with cellulose nanocrystals and citric acid. Effect on film physical properties. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 164, p. 317-324, 2017.

PEREIRA, L. D. **Caracterização do amido nativo e modificação química do amido da fruta-de-lobo (*Solanum lycocarpum*) com tripolifosfato de sódio**. 2011. 63p. Dissertação (Mestrado em Ciências moleculares) - Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 2011.

PEREZ, K. S. S.; RAMOS, M. L. G.; McMANUS, C. Carbono da biomassa microbiana em solo cultivado com soja sob diferentes sistemas de manejo nos Cerrados. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 39, n. 6, p. 567-5673, 2004.

PINEDA-GÓMEZ, P.; CORAL, D. F.; RAMOS-RIVERA, D.; ROSALES-RIVERA, A.; RODRÍGUEZ-GARCÍA, M. E. Thermo-alkaline treatment. A process that changes the thermal properties of corn starch. **Procedia Food Science**, Amsterdam, v. 1, p. 370-378, 2011.

PIÑEROS-HERNANDEZ, D.; MEDINA-JARAMILLO, C.; LÓPEZ-CÓRDOBA, A.; GOYANES, S. Edible cassava starch films carrying rosemary antioxidant extracts for potential use as active food packaging. **Food Hydrocolloids**, Amsterdã, v. 63, n. 3, p. 488-495, 2017.

PINHO, T. M.; COELHO, J. P.; OLIVEIRA, J. B.; BOAVENTURA-CUNHA, J. Comparative analysis between LDR and HDR images for automatic fruit recognition and counting. **Journal of Sensors**, Londres, v. 2017, n. 6, p. 1-12, 2017.

PORNSUKSOMBOON, K.; HOLLÓ, B. B.; SZÉCSÉNYI, K. M.; KAEWTATIP, K. Properties of baked foams from citric acid modified cassava starch and native cassava starch blends. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 136, n. 20, p. 107-112, 2016.

PREZOTTI, L. C.; GUARÇONI, A. **Guia de interpretação de análise de solo e foliar**. Vitória, ES: Incaper, 2013. 104 p.

PRIYADARSHI, R.; SAURAJ; KUMAR, B.; NEGI, Y. S. Chitosan film incorporated with citric acid and glycerol as an active packaging material for extension of green chilli shelf life. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 195, p. 329-338, 2018.

QIN, Y.; WANG, W.; ZHANG, H.; DAI, Y.; HOU, H.; DONG, H. Effects of Citric Acid on Structures and Properties of Thermoplastic Hydroxypropyl Amylomaize Starch Films. **Materials**, v. 12, p. 1-13, 2019.

RABELO, M. **Aditivação de Polímeros**. São Paulo: Artlibler, 247p., 2000.

RADI, M.; FIROUZI, E.; AKHAVAN, H.; AMIRI, S. Effect of Gelatin-Based Edible Coatings Incorporated with Aloe vera and Black and Green Tea Extracts on the Shelf Life of Fresh-Cut Oranges. **Journal of Food Quality**, Nova Jersey, v. 2017, p. 1-10, 2017.

RAHMANI, E.; DEHESTANI, M.; BEYGI, M. H. A.; ALLAHYARI, H.; NIKBIN, I. M. On the mechanical properties of concrete containing waste PET particles. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v. 47, n. 1, p. 1302-1308, 2013.

RAJAPAKSHA, S. W.; SHIMIZU, N. Development and Characterization of Functional Starch-Based Films Incorporating Free or Microencapsulated Spent Black Tea Extract. **Molecules**, v. 26, n. 13, p. 1-16, 2021.

RAMBO, M. K. D.; FERREIRA, M. M. C. Determination of Cellulose Crystallinity of Banana Residues Using Near Infrared Spectroscopy and Multivariate Analysis. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, Campinas, v. 26, n. 7, p. 1491-1499, 2015.

RANGEL-MARRÓN, M.; MANI-LÓPEZ, E.; PALOU, E.; LÓPEZ-MELO, A. Effects of alginate-glycerol-citric acid concentrations on selected physical, mechanical, and barrier properties of papaya puree-based edible films and coatings, as evaluated by response surface methodology. **LWT**, Amsterdam, v. 101, p. 83-91, 2019.

REDDY, N.; YANG, Y. Citric acid cross-linking of starch films. **Food Chemistry**, Amsterdam, v. 118, p. 702-711, 2010.

REICHARDT, K. Capacidade de campo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 12, p. 211-216, 1988.

REINERT, D. J.; REICHERT, J. M. **Propriedades físicas do solo**. Universidade Federal de Santa Maria, Centro de Ciências Rurais, 2006. 18p.

REIS, R. C. **Curvas de secagem, propriedades tecnológicas e aplicação pós-colheita de filmes biodegradáveis de fécula de inhame (*Dioscorea ssp.*) e glicerol**. 2011. 109p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) - Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 2011.

RETT, H. T. **Produção por extrusão e termoprensagem de laminados biodegradáveis a partir de farinha de mandioca, sorbitol e poli (butileno adipato co-tereftalato) / (PBAT)**. 2010. 72p. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2010.

RIBEIRO, A. E. C.; ASCHERI D. P. R.; ASCHERI, J. L. R. Amidos fosfatados da *Swartzia burchelli*: propriedades físicas e físico-químicas. **Boletim Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, Curitiba, v. 35, n. 1, p. 1-17, 2017.

RINCÓN, A. M.; PADILLA, F. C. Physicochemical properties of breadfruit (*Artocarpus Altilis*) starch from Margarita island, Venezuela. **Archivos Latinoamericanos de Nutrición**, Caracas, v. 54, n. 4, p. 449-456, 2004.

ROCHA, A. M. da.; COSTA, S. C.; LIMA, T. dos S. de; SILVA, A. F.; BARÃO, C. E.; PIMENTEL, T. C.; ANTONELLI-USHIROBIRA, T. M.; MARCOLINO, V. P. Aplicação do biopolímero de amido de cassava e amido de milho na conservação pós-colheita de guava. **Brazilian Journal of Development**, Curitiba, v. 6, n. 2, p. 6658-6680, 2020.

ROCHA, G. O.; FARIAS, M. G.; CARVALHO, C. W. P.; ASCHERI, J. L. R.; GALDEANO, M. C. Filmes compostos biodegradáveis à base de amido de mandioca e proteína de soja. **Polímeros**, São Carlos, v. 24, n. 5, p. 587-595, 2014.

RODRIGUES, A. A. M. **Revestimentos e filmes biodegradáveis de diferentes fontes amiláceas: caracterização e aplicação pós-colheita em manga**. 2019.114p. Tese (Doutorado em Agronomia) – Universidade Federal da Paraíba, Areia, 2019.

RODRIGUES, C. A.; TOFANELLO, A.; NANTES, I. L.; ROSA, D. S.; Biological oxidative mechanisms for degradation of poly (lactic acid) blended with thermoplastic starch. **ACS Sustainable Chemistry e Engineering**, Washington, v. 3, n. 11, p. 2756-2766, 2015.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. **Planejamento de experimento e otimização de processos: uma estratégia seqüencial de planejamentos**. Campinas: Casa do Pão, 326p., 2005.

SABATO, S. F.; OUATTARA, B.; YU, H.; D'APRANO, G.; LE TIEN, C.; MATEESCU, M. A.; LACROIX, M. Mechanical and barrier properties of cross-linked soy and whey protein based films. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 49, n. 3, p. 1397-1403, 2001.

SAJILATA, M. G.; SINGHAL, R. S.; KULKARNI, P. R. Resistant starch - A review. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 5, n. 1, p. 1-17, 2006.

SAKKARA, S.; NATARAJ, D.; VENKATESK, K.; XU, Y.; PATIL, J. H.; REDDY, N. Effect of pH on the physicochemical properties of starch films. **Journal of Applied Polymer Science**, Nova Jersey, v. 137, n. 15, p. 1-17, 2019.

SANCHES, M. A. R.; CAMELO-SILVA, C.; TUSSOLINI, L.; TUSSOLINI, M.; ZAMBIAZI, R. C.; PERTUZATTI, P. B. Development, characterization and optimization of biopolymers films based on starch and flour from jabuticaba (*Myrciaria cauliflora*) peel. **Food Chemistry**, Amsterdam, v. 343, p. 1-10, 2021.

SANTANA, R. F.; BONOMO, R. C. F.; GANDOLFI, O. R. R.; RODRIGUES, L. B.; SANTOS, L. S.; PIRES, A. C. S.; OLIVEIRA, C. P.; FONTAN, R. C. I.; VELOSO, C. M. Characterization of starch-based bioplastics from jackfruit seed plasticized with glycerol. **Journal of Food Science and Technology**, Berna, v. 55, n. 1, p. 278-286, 2018.

SANTOS, A. P. **Extração e caracterização do amido do fruto-do-lobo (*Solanum lycocarpum* St. Hil) e elaboração de filmes biodegradáveis**. 2019. 92p. Dissertação (Mestrado em Ciências Moleculares) Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 2009.

SANTOS, C. D. M. **Produção e caracterização de filmes biodegradáveis obtidos a partir do resíduo da extração do óleo de abacate**. 2018. 65p. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2018.

SANTOS, T. P. R. dos.; LEONEL, M.; GARCIA, É. L.; CARMO, E. L. do.; FRANCO, C. M. L. Crystallinity, thermal and pasting properties of starches from different potato cultivars grown in Brazil. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 82, p. 144-149, 2016.

ŠÁRKA, E.; DVOŘÁČEK, V. Waxy starch as a perspective raw material (a review). **Food Hydrocolloids**, Amsterdam, v. 69, n.5, p. 402-409, 2017.

SCHIRMER, M.; HÖCHSTÖTTER, M.; JEKLE, M.; ARENDT, E.; BECKER, T. Physicochemical and morphological characterization of different starches with variable amylose/amylopectin ratio. **Food Hydrocolloids**, Amsterdam, v. 32, n. 1, p. 52-63, 2013.

SCHLEMMER, D.; SALES, M. J. A; RESCK, I. S. Preparação, caracterização e degradação de blendas PS/TPS usando glicerol e óleo de buriti como plastificantes. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v. 20, n. 1, p. 6-13, 2010.

SCHNEIDER, C. A.; RASBAND, W. S.; ELICEIRI, K. W. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. **Nature methods**, Londres, v. 9, n. 7, p. 671-675, 2012.

SELIGRA, P. G; JARAMILLO, C. M; FAMÁ, L.; GOYANES, S. Biodegradable and non-retrogradable eco-films based on starch-glycerol with citric acid as crosslinking agent. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 138, p. 66-74, 2016.

SELIGRA, P. G; MOURA, L. E.; FAMÁ, L.; DRUZIAN, J. I.; GOYANES, S. Influence of incorporation of starch nanoparticles in PBAT/TPS composite films. **Polymer International**, Nova Jersey, v. 65, n. 8, p. 938-945, 2016.

SESSINI, V.; ARRIETA, M. P.; KENNY, J. M.; PEPONI, L. Processing of edible films based on nanoreinforced gelatinized starch. **Polymer Degradation and Stability**, Amsterdam, v. 132, p. 157-168, 2016.

SHAH, U.; NAQASH, F.; GANI, A.; MASOODI, F. A. Art and Science behind Modified Starch Edible Films and Coatings: A Review. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 15, n. 3, 2016.

SHARMA, S.; MAJUMDAR, A.; BUTOLA, B. S. Tailoring the biodegradability of polylactic acid (PLA) based films and ramie- PLA green composites by using selective additives. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 181, p. 1092-1103, 2021.

SHEN, H.; FAN, D.; HUANG, L.; GAO, Y.; LIAN, H.; ZHAO, J.; ZHANG, H. Effects of microwaves on molecular arrangements in potato starch. **RSC Advances**, Londres, v. 7, n. 24, p. 14348-14353, 2017.

SHEN, X. L.; WU, J. M.; CHEN, Y.; ZHAO, G. Antimicrobial and physical properties of sweet potato starch films incorporated with potassium sorbate or chitosan. **Food Hydrocolloids**, Amsterdam, v. 24, n. 1, p. 285-290, 2010.

SHI, R.; BI, J.; ZHANG, Z.; ZHU, A.; CHEN, D.; ZHOU, X.; ZHANG, G. L.; TIAN, W. The effect of citric acid on the structural properties and cytotoxicity of polyvinyl alcohol/starch films when molding at high temperature. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 74, n. 4, p. 763-770, 2008.

SHIMAZU, A. A.; MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E. Efeitos plastificante e antiplastificante do glicerol e do sorbitol em filmes biodegradáveis de amido de mandioca. **Ciências Agrárias**, Londrina, v. 28, n. 1, p. 79-88, 2007.

SHIRAI, M. A.; HASS, A.; FERREIRA, G. F.; MATSUGUMA, L. S.; FRANCO, C. M. L.; DEMIATE, I. M. Características físico-químicas e utilização em alimentos de amidos modificados por tratamento oxidativo. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 27, n. 2, p. 239-247, 2007.

SILVA, A. R.; SALES, A.; VELOSO, C. A. C. Atributos físicos e disponibilidade de carbono do solo em sistemas de integração Lavoura-Pecuária-Floresta (iLPF), Homogêneo e Santa Fé, no estado do Pará, Brasil. **Revista Agropecuária Técnica**, Porto, v. 37, n. 1, p. 96-104, 2016.

SILVA, D. M.; ANTONIOLLI, Z. I.; JACQUES, R. J. S.; SILVEIRA, A. de O.; SILVA, D. A. A. da.; RACHE, M. M.; PASSOS, V. H. G.; SILVA, B. R. da. Indicadores Microbiológicos de Solo em Pastagem com Aplicação Sucessiva de Dejetos de Suínos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 39, n. 2, p. 1585-1594, 2015.

SILVA, E. M. **Produção e caracterização de filmes biodegradáveis de amido de pinhão**. 2011. 37p. Monografia (Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

SILVA, F. C.; FERREIRA, V. F.; SOUZA, M. C. B. V. Adaptação de forno de microondas doméstico para realização de reações de transesterificação sob refluxo e catálise por argilas. **Química Nova**, São Paulo, v. 29, n. 2, p. 376-380, 2006.

SILVA-GUZMÁN, J. A.; ANDA, R. R.; FUENTES-TALAVERA, F. J.; MANRÍQUEZ-GONZÁLEZ, R.; LOMELÍ-RAMÍREZ, M. G. Properties of Thermoplastic Corn Starch Based Green Composites Reinforced with Barley (*Hordeum vulgare* L.) Straw Particles Obtained by Thermal Compression. **Fibers and Polymers**, Berna, v. 19, n. 9, p. 1970-1979, 2018.

SILVA, K. A. M. **Aplicação de sistema computacional para a classificação de sementes de soja por tamanho utilizando processamento digital de imagens**. 2017. 51p. Monografia (Técnico em Análise e Desenvolvimento de Sistemas) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Macaíba, 2017.

SILVA, M. C. S.; LIMA, P. K. D.; SILVEIRA, M. F. A.; ARTHUR, V.; SOUZA, A. R. M. Avaliação das propriedades físico-químicas e mecânicas de filmes de fécula de mandioca incorporado com cafeína irradiada. **Revista Desafios**, Palmas, v. 6, n. especial, p. 92-99, 2019.

SILVA, M. L. T. S.; BRINQUES, G. B.; GURAK, P. D. Desenvolvimento e caracterização de bioplásticos de amido de milho contendo farinha de subproduto de broto. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 23, n. 20, p. 1-13, 2020.

SILVA, O. A.; PELLÁ, M. G.; PELLÁ, M. G.; CAETANO, J.; SIMÕES, M. R.; BITTENCOURT, P. R. S.; DRAGUNSKI, D. C. Synthesis and characterization of a low solubility edible film based on native cassava starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 128, p. 290-296, 2019.

SILVA, R. R. D.; SILVA, M. L. N.; CARDOSO, E. L.; MOREIRA, F. M. D. S.; CURI, N.; ALIVISI, A. M. T. Biomassa e atividade microbiana em solos sob diferentes sistemas de manejo na região fisiográfica campos das vertentes - MG. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 34, n. 5, p. 1585-1592, 2010.

SILVA, S. A. da.; HINKEL, E. W.; LISBOA, T. C.; SELISTRE, V. V.; DA SILVA, A. J.; DA SILVA, L. O. F.; FACCIN, D. J. L.; CARDOZO, N. S. M. A biostimulation-based accelerated method for evaluating the biodegradability of polymers. **Polymer testing**, Amsterdam, v. 91, p. 1-6, 2020.

SILVA, S. B. **Análise de solo para ciências agrárias**. 2ed. Edufra, Universidade Federal Rural da Amazônia, Belém, 2018, 167p.

SILVEIRA, L. P.; MENEZES, E. S.; MUCIDA, D. P.; PEREIRA, I. M.; SANTOS, J. B.; OLIVEIRA, M. L. R. O uso do software ImageJ na estimativa de substrato exposto pós controle de gramíneas invasoras. **Ecologia e Nutrição Florestal**, Santa Maria, v. 6, n. 2, p. 51-58, 2018.

SILVEIRA, M. L. R.; SANTOS, C. O. dos.; PENNA, N. G.; SAUTTER, C. K.; ROSA, C. S. da.; BERTAGNOLLI, S. M. M. Aproveitamento tecnológico das sementes de goiaba (*Psidium Guajava* L.) como farinha na elaboração de biscoitos. **Boletim Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, Curitiba, v. 34, n. 1, p. 1-20, 2016.

SILVEIRA, N. P.; ZUCATTI, R.; VAILATTIA, A. D.; LEITE, D. C. Acid hydrolysis of regular corn starch under external electric field. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, Campinas, v. 30, n. 12, p. 2567-2574, 2019.

SILVIANA, S.; BRANDON, P. B.; SILAWANDA, B. A. Preparation of Cassava Bagasse Starch-Based Biodegradable Film Reinforced with Chicken Feet Gelatin, Citric Acid as Crosslinker, and Glycerol as Plasticizer. **Indonesian Journal of Chemistry**, Jakarta, v. 8, n. 4, p. 688-695, 2018.

SINGH, J.; MCCARTHY, O. J.; SINGH, H. Physico-chemical and morphological characteristics of New Zealand Taewa (Maori potato) starches. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 64, n. 4, p. 569-581, 2006.

SINGH, N.; NAKAURA, Y.; INOUCHI, N.; NISHINARI, K. Structure and Viscoelastic Properties of Starches Separated from Different Legumes. **Starch - Stärke**, Nova Jersey, v. 60, n. 7, p. 349-350, 2008.

SOARES, D. B. **Influência do pH e da irradiação em filmes biodegradáveis de proteína do soro de leite**. 2012. 92p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2012.

SOBRAL, F. L.; BARRETTO, M. C. de. V.; SILVA, A. J.; ANJOS, J. L. **Guia prático para interpretação de resultados de análises de solos**. 1ed. Aracaju: Embrapa Tabuleiros Costeiros, 2015. 13p.

SOBRAL, P. J. A. Influência da espessura de biofilmes feitos à base de proteínas miofibrilares sobre suas propriedades funcionais. **Pesquisa agropecuária brasileira**, Brasília, v. 35, n. 6, p. 1251-1259, 2000.

SOUSA, D. M. G; LOBATO, E. **Cerrado: correção do solo e adubação**. 2ed. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2004. 416p.

SOUZA, A. C.; MAGALHÃES, D. G. Influência do grau de gelatinização do amido de milho no processo de flotação reversa de minério de ferro. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, São Paulo, v. 13, n. 2, p. 141-147, 2016.

SOUZA, E. D.; ANDRADE, E. V. G. de. C.; ANGHINONI, I.; VENSKE, C. S. de. L.; CARVALHO, P. C. F.; POSSELT, A. M. Biomassa microbiana do solo em sistema de integração lavoura-pecuária em plantio direto, submetido a intensidade de pastejos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 34, n. 1, p. 79-88, 2010.

SOYKEABKAEW, N.; CHULEEPORN, T.; SUWANTONG, O. A review: Starch-based composite foams. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, Amsterdam, v. 78, n. 5, p. 246-263, 2015.

SU, J. F.; HUANG, Z.; YUAN, X. Y.; WANG, X. Y.; LI, M. Structure and properties of carboxymethyl cellulose/soy protein isolate blend edible films crosslinked by Maillard reactions. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 79, n. 1, p. 145-153, 2010.

SWAIN, S. K.; PRUSTY, K.; MOHAPATRA, P. **Starch Based Rubber Nanocomposites**. [Advanced Structured Materials] Rubber Based Bionanocomposites, v. 56, Chapter 10, p. 199-216, 2017.

TAI, N. L.; ADHIKARI, R.; SHANKS; ADHIKARI, B. Aerobic biodegradation of starch-polyurethane flexible films under soil burial condition: Changes in physical structure and chemical composition. **International Biodeterioration and Biodegradation**, Amsterdam, v. 145, p. 2-11, 2019.

- TAMPAU, A.; GONZÁLEZ-MARTÍNEZ, C.; CHIRALT, A. Biodegradability and disintegration of multilayer starch films with electrospun PCL fibres encapsulating carvacrol. **Polymer Degradation and Stability**, Amsterdam, v. 173, p. 1-8, 2020.
- TEKLEHAIMANOT, W. H.; RAY, S. S.; EMMAMBUX, M. N. Characterization of pre-gelatinized maize starch-zein blend films produced at alkaline pH. **Journal of Cereal Science**, Amsterdam, v. 95, p. 2-9, 2020.
- TEIXEIRA, P. C.; DONAGEMMA, G. K.; FONTANA, A.; TEIXEIRA, W. G. **Manual de métodos de análise de solo**. 3.ed. rev. e ampl., Brasília: EMBRAPA, 2017. 574p.
- THAKUR, R.; PRISTIJONO, P.; SCARLETT, C. J.; BOWYER, M.; SINGH, S. P.; VUONG, Q. V. Starch-based films: Major factors affecting their properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 132, p. 1079-1089, 2019.
- THOMAS, D. J.; ATWELL, W. A. **Practical Guide for Food Industry**. Starches Minnesota: Eagan Press, 30p., 1999.
- THOMAZINE, M.; CARVALHO, R. A.; SOBRAL, P. J. A. Physical properties of gelatin films plasticized by blends of glycerol and sorbitol. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 70, p. 172-176, 2005.
- THONSON, D. R. Designing mixture experiments - A review. **Transactions of the Assae**, St. Joseph, v. 24, n. 4, p. 1077-1086, 1981.
- TIEMANN, L. K.; GRANDY, A. S.; ATKINSON, E. E.; MARINSPIOTTA, E.; MCDANIEL, M. D. Crop rotational diversity enhances belowground communities and functions in an agroecosystem. **Ecology Letters**, Oxford, v. 18, n. 8, p. 761-771, 2015.
- TONG, Q.; XIAO, Q.; LI, L. T. Effects of glycerol, sorbitol, xylitol and fructose plasticisers on mechanical and moisture barrier properties of pullulan–alginate–carboxymethylcellulose blend films. **International Journal of Food Science and Technology**, Nova Jersey, v. 48, p. 870-878, 2013.
- TORRES, F. G.; TRONCOSO, O. P.; TORRES, C.; DÍAZ, D. A.; AMAYA, E. Biodegradability and mechanical properties of starch films from Andean crops. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 48, p. 603-606, 2011.
- TÓTOLA, M. R.; CHAER, G. M. Microrganismos e processos microbiológicos como indicadores da qualidade dos solos. In: ALVAREZ, V. H; SCHAEFER, C. E. G. R; BARROS, N. F.; MELLO, J. W. V.; COSTA, L. M. (eds) **Tópicos em Ciência do Solo, Vol. 2**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, p. 195-276, 2002.
- TSAKAMA, M.; MWANGWELA; A. M.; MANANI, T. A. MAHUNGU, N. M. Physicochemical and pasting properties of starch extracted from eleven sweetpotato varieties. **African Journal of Food Science and Technology**, v. 1, n. 4, p. 090-098, 2010.
- VALLADARES, G. S.; SANTOS, C. G. S.; ABREU, C. A.; CAMARGO, O. A.; FERRERO, J. P. Zinco total e disponível em amostras de perfis de solos do estado de São Paulo. **Bragantia**, Campinas, v. 68, n. 4, p. 1105-1114, 2009.

VEIHMEYER, F. J.; HENDRICKSON, H. Methods of measuring field capacity and permanent wilting percentages of soils. **Science**, Nova Iorque, v. 68, p. 75-94, 1949.

VELÁSQUEZ-HERRERA, J. D.; LUCAS-AGUIRRE, J. C.; QUINTERO-CASTAÑO, V. D. Physical-chemical characteristics determination of potato (*Solanum phureja* Juz. & Bukasov) starch. **Acta Agronómica**, Bogotá, v. 66, n. 3, p. 323-330, 2017.

VELOSO, C. A. C.; MURAOKA, T.; MALAVOLTA, E.; CARVALHO, J. G. Influência do manganês sobre a nutrição mineral e crescimento da pimenteira do reino (*Piper nigrum*, L.). **Scientia Agricola**, Piracicaba, v. 52, n. 2, p. 376-383, 1995.

VICENTINO, S. L.; FLORIANO, P. A.; DRAGUNSKI, D. C.; CAETANO, J. Filmes de amidos de mandioca modificados para recobrimento e conservação de uvas. **Química Nova**, São Paulo, v. 34, n. 8, p. 1309-1314, 2011.

VIEIRA, M. M. G. **Desenvolvimento de compostos poliméricos biodegradáveis modificados com cargas e fibras naturais vegetais**. 2010. 198p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2010.

WANG, K.; WANG, W.; YE, R.; LIU, A.; XIAO, J.; LIU, Y.; ZHAO, Y. Mechanical properties and solubility in water of corn starch-collagen composite films: Effect of starch type and concentrations. **Food Chemistry**, v. 216, p. 209-216, 2017.

WANG, R.; LIU, P.; CUI, B. KANG, X.; YU, B.; QIU, L.; SUN, C. Effects of pullulanase debranching on the properties of potato starch-lauric acid complex and potato starch-based film. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 156, p. 1330-1336, 2020.

WANG, S.; LI, C.; COPELAND, L.; NIU, Q.; WANG, S. Starch Retrogradation: A Comprehensive Review. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 14, n. 5, p. 568-585, 2015.

WANG, Y.; ZHANG, L.; LI, X.; GAO, W. Physicochemical properties of starches from two different yam (*Dioscorea opposita* Thunb.) residues. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, Curitiba, v. 54, n. 2, p. 243-251, 2011.

WANG, W.; ZHOU, H.; YANG, H.; ZHAO, S.; LIU, Y.; LIU, R. Effects of salts on the gelatinization and retrogradation properties of maize starch and waxy maize starch. **Food Chemistry**, Amsterdam, v. 214, n. 12, p. 319-327, 2017.

WATERSCHOOT, J.; GOMAND, S. V.; DELCOUR, J. A. Impact of swelling power and granule size on pasting of blends of potato, waxy rice and maize starches. **Food Hydrocolloids**, Amsterdam, v. 52, p. 69-77, 2016.

WEBER, F. H.; COLLARES-QUEIROZ, F. P.; CHANG, Y. K. Caracterização físico-química, reológica, morfológica e térmica dos amidos de milho normal, ceroso e com alto teor de amilose. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 29, n. 4, p. 748-753, 2009.

WEERAPOPASIT, C.; PRACHAYAWARAKORN, J. Effects of Polymethacrylamide-Grafted Branch on Mechanical Performances, Hydrophilicity, and Biodegradability of Thermoplastic Starch Film. **Starch - Stärke**, Nova Jersey, v. 71, p. 1-9, 2019.

WOGGUN, T.; SIRIVONGPAISAL, P.; WITTAYA, T. Properties and characteristics of dual-modified rice starch based biodegradable films. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 67, p. 490-502, 2014.

WURZBURG, O. B. **Cross – linking starches. In: Wurzburg, O. B. Modified starches: properties and uses.** Boca Raton: CRC Press, p. 41-53, 1986.

XAVIER, T. P. O.; ASCHERI, D. P. R.; BASTOS, S. M. C.; CARVALHO, C. W. P.; ASCHERI, J. L. R.; MORAIS, C. C. Effects of phosphorylation on the chemical composition, molecular structure, and paste properties of *Hedychium coronarium* starch. **Food and Bioprocess Technology**, Nova Iorque, v. 12, n. 7, p. 1123-1132, 2019.

YAN, Q.; HOU, H.; GUO, P.; DONG, H. Effects of extrusion and glycerol content on properties of oxidized and acetylated corn-starch-based films. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 87, n. 1, p. 707-712, 2012.

YUN, Y. H.; YOON, S. D. Effect of amylose contents of starches on physical properties and biodegradability of starch/PVA-blended films. **Polymer Bulletin**, Berna, v. 64, n. 6, p. 553-568, 2010.

ZAFAR, U.; HOULDEN, A.; ROBSON, G. D. Fungal Communities Associated with the Biodegradation of Polyester Polyurethane Buried under Compost at Different Temperatures. **Applied and Environmental Microbiology**, v. 79, n. 23, p. 7313-7324, 2013.

ZANELA, J.; REIS, M. O. R.; DIAS, A. D.; MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F. Laminados biodegradáveis de blendas de amido de mandioca e poli vinil álcool: efeito da formulação sobre a cor e opacidade. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v. 25, n. 3, p. 326-329, 2015.

ZAUBERAS, R. T.; GOMES, P. L. S.; DINIZ, C. A. R.; BOSCHI, A. O. Planejamento estatístico de experimentos aplicado ao desenvolvimento de formulações para revestimentos cerâmicos. **Cerâmica**, São Paulo, v. 50, n. 313, p. 33-37, 2004.

ZHAI, M.; YOSHII, F.; KUME, T. Radiation modification of starch-based plastic sheets. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 52, p. 311-317, 2003.

ZHANG, Y.; JIA, S.; PAM, H.; WANG, L.; ZHANG, H.; YANG, H.; DONG, L. Preparation, characterization and properties of biodegradable poly(butylene adipate-co-butylene terephthalate)/thermoplastic poly(propylene carbonate) polyurethane blend films. **Polymers for advanced Technologies**, Nova Jersey, v. 32, n. 2, p. 613-629, 2021.

ZHANG, Y.; ZHANG, G. Starch content and physicochemical properties of green wheat starch. **International Journal of Food Properties**, Londres, v. 22, n. 1, p. 1463-1474, 2019.

ZHONG, Y.; LI, Y.; LIANG, W.; LIU, L.; LI, S.; XUE, J.; GUO, D. Comparison of gelatinization method, starch concentration, and plasticizer on physical properties of high-

amylose starch films. **Journal of Food Process Engineering**, Amsterdam, v. 41, n. 2, p. 1-8, 2017.

ZHOU, H.; WANG, L.; LIU, G.; MENG, X.; JING, Y.; SHU, X.; KONG, X.; SUN, J.; YU, H.; SMITH, S.M.; WU, D.; LI, J. Critical roles of soluble starch synthase SSIIIa and granule-bound starch synthase Waxy in synthesizing resistant starch in rice. **Proceedings of the National Academy of Sciences**, v. 113, n. 45, p. 12844-12849, 2016.

ZHOU, J.; TONG, J.; SU, X.; REN, L. Hydrophobic starch nanocrystals preparations through crosslinking modification using citric acid. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 91, p. 1186-1193, 2016.

ZHOU, X.; YE, X.; HE, J.; WANG, R.; JIN, Z. Effects of electron beam irradiation on the properties of waxy maize starch and its films. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 151, p. 239-246, 2020.

ZOU, Y.; YUAN, C.; CUI, B.; LIU, P.; WU, Z.; ZHAO, H. Formation of high amylose corn starch/konjac glucomannan composite film with improved mechanical and barrier properties. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 251, p. 1-8, 2021.

APÊNDICE A - Metodologia das análises físicas, químicas e microbiológicas do solo

As amostras de solos foram coletadas em três diferentes pontos do município de Gameleira de Goiás, na camada de 0 a 10 cm de profundidade com o auxílio do amostrador tipo Uhland para amostras indeformadas e cavadeira, juntamente com enxada, para o recolhimento de amostras deformadas. As amostras de solos foram armazenadas em embalagens plásticas do tipo zip, com dimensões de 34cmx24cm.

O solo 1 (S1) como foi ilustrado na Figura 31A foi coletado na mata nativa da Chácara da Matinha latitude (16° 42' 49" Sul, longitude 48° 71' 62" Oeste e altitude de 1,025 m), o solo (S2) (Figura 31B) em uma área agricultável com cultura de soja utilizado o manejo convencional do solo (16° 42' 71" Sul, longitude 48° 71' 88" Oeste e altitude de 1,028 m) , o solo (S3) (Figura 31C) nas proximidades do Rio Piracanjuba (16° 47' 80" Sul, longitude 48° 74' 24" Oeste e altitude de 1,018 m), em uma área que se utiliza o sistema de plantio direto (SPD).

FIGURA 31 – Amostragem de solos no município de Gameleira de Goiás: (A) Solo 1; (B) Solo 2; (C) Solo 3.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

As amostras de solo coletadas de 200 g foram analisadas a composição química: Fertilidade [Potencial Hidrogeniônico (pH), Cálcio (Ca), Magnésio (Mg), Alumínio (Al), Fósforo (P), Potássio (K), Acidez potencial (H + Al), Capacidade de troca catiônica (CTC) e Saturação por bases (V%)]; Microelementos que compreende no estabelecimento dos seguintes parâmetros: Cobre (Cu), Ferro (Fe), Manganês (Mn), Zinco (Zn), indicação dos teores de Sódio (Na), Boro (B), Enxofre (S) e matéria orgânica (MO).

Para a análise de microbiologia do solo foram coletadas amostras de solo de 500 gramas, na profundidade de 0 a 10 cm. Cada amostra composta foi obtida de oito amostras simples coletadas de forma aleatória e transportadas em caixa de isopor com gelo para o NucliSolos, Laboratório de Biologia do solo da Escola de Agronomia, situado na Universidade Federal de Goiás (UFG), no qual foram realizadas as seguintes análises: Nitrogênio da Biomassa Microbiana, Carbono da Biomassa Microbiana, Respiração basal do solo, Carbono

Orgânico, Quociente microbiano do Solo, Quociente metabólico do Solo e Umidade da capacidade de campo do solo.

Do solo utilizado foram determinados os seguintes atributos físicos: a umidade, textura, densidade do solo, densidade de partículas, porosidade total, índice de vazios e grau de saturação. Estas análises foram realizadas no laboratório de solo, água e saneamento do Centro de Pesquisa e Pós-Graduação (CPPG), seguindo a metodologia de Teixeira *et al.* (2017).

A umidade gravimétrica (W%) do solo foi determinada pelo método padrão da estufa descrito por Teixeira *et al.* (2017). O método consiste na mensuração da massa inicial do solo, e após secagem em estufa à 105°C durante 24 horas, sendo expressa pela Equação (11):

$$W(\%) = \frac{m_t - m_{ss}}{m_{ss}} \times 100 \quad (11)$$

Em que:

m_t = massa de solo úmido, em g; e

m_{ss} = massa de solo seco, em g.

A determinação da densidade de partículas foi realizada pelo método do picnômetro, como mostrado na Figura 32. A determinação envolve duas etapas: a obtenção da massa da amostra por pesagem e a determinação de seu volume em triplicata (TEIXEIRA *et al.*, 2017). A densidade de partículas (D_p) em gcm^{-3} é expressa pela Equação (12):

$$D_p = \frac{d_a \times (m_{p+s} - m_p)}{[(m_{p+s}) - (m_{p+s+a} - m_{p+a})]} \quad (12)$$

Em que:

d_a = densidade da água corrigida para a temperatura no momento da análise;

m_{p+s} = massa do conjunto picnômetro + amostra de solo seco, em g;

m_p = massa do picnômetro, em g;

m_{p+a} = massa do conjunto picnômetro + água deionizada, em g; e

m_{p+s+a} = massa do conjunto picnômetro + amostra de solo seco + água deionizada, em

g;

FIGURA 32 – Determinação da densidade de partículas dos solos realizada pelo método do picnômetro.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A determinação da densidade do solo foi determinada a partir de amostras indeformadas em triplicata como ilustrado na Figura 33, baseando-se na obtenção da massa da amostra do solo seco e seu volume ocupado (TEIXEIRA *et al.*, 2017). A densidade do solo (D_s) gcm^{-3} é expressa pela Equação (13):

$$D_s = \frac{m_{ss}}{v_t} \quad (13)$$

Em que:

m_{ss} = massa de solo seco, em g; e

v_t = volume total da amostra, cm^3 .

FIGURA 33 – Determinação da densidade do solo.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A textura foi determinada pelo método da pipeta como mostrado na Figura 34, que tem como princípio a dispersão mecânica e estabilização da amostra por meio de agitador em uma solução dispersante apropriada (NaOH), seguida da separação das frações de areia, argila e silte, por meio de peneiramento e sedimentação (TEIXEIRA *et al.*, 2017). E a classificação textural do solo foi determinada utilizando o Diagrama Triangular.

FIGURA 34 – Determinação da granulometria dos solos pelo método da pipeta.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

O índice de vazios, porosidade total e grau de saturação foram determinados pelas Equações 14, 15 e 16 respectivamente, expressos a seguir:

$$e = \frac{D_p}{D_s} - 1 \quad (14)$$

$$\eta = \frac{e}{(1 + e)} \quad (15)$$

$$\%S = \frac{D_p \times W}{e \times \rho_w} \quad (16)$$

Em que:

W = umidade gravimétrica do solo;

D_p = densidade de partículas, em gcm^{-3} ;

D_s = densidade do solo, em gcm^{-3} ;

e = índice de vazios;

η = porosidade total, em %;

$\%S$ = grau de saturação, em %; e

ρ_w = massa específica da água, em gcm^{-3} .

APÊNDICE B - Calibração do Sensor de umidade do solo

Para o controle de umidade dos solos, foi utilizado um sensor capacitivo de umidade de solo v1.2 controlado pelo arduino uno, como mostrado na Figura 35A. O código utilizado se encontra a seguir:

- Código para a leitura da umidade

```
int leitura;
float umidade;

void setup() {
  // Inicia a comunicação serial
  Serial.begin(9600);
}

void loop() {
  // Faz a leitura do sensor
  leitura = analogRead(A0);

  // Exibe o valor lido no monitor serial
  Serial.println(leitura);

  //Cria um pequeno atraso entre cada medição
  delay(5000);
}
```

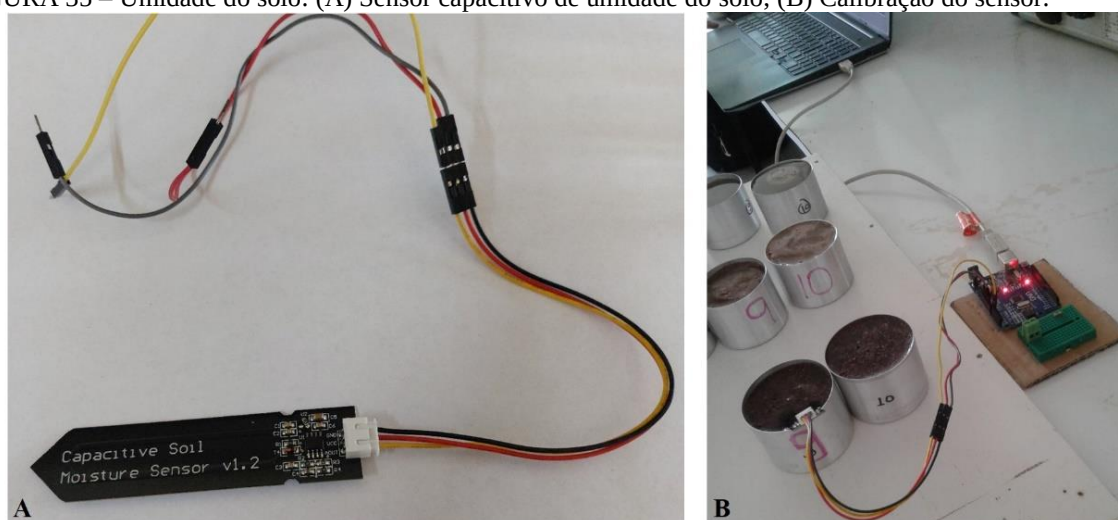
A calibração do sensor constituiu primeiramente na secagem dos três tipos de solos em estufa a 105°C durante o período de 24 horas. Posteriormente, em balança da marca Gehaka BK2000, foram pesados 30 recipientes metálicos e depois em cada recipiente foram pesados cerca de 60 g de solos.

Em cada recipiente enumerados de 1 a 10 para cada solo, foram adicionados de 10 em 10 mL de água, com o intuito de se obter uma curva de calibração do equipamento, com dez diferentes umidades do solo, desde seco ao saturado. Depois de 5 minutos de adicionar água,

foi realizada a medição com o sensor, sendo realizada três leituras em cada recipiente, como mostrado na Figura 35B.

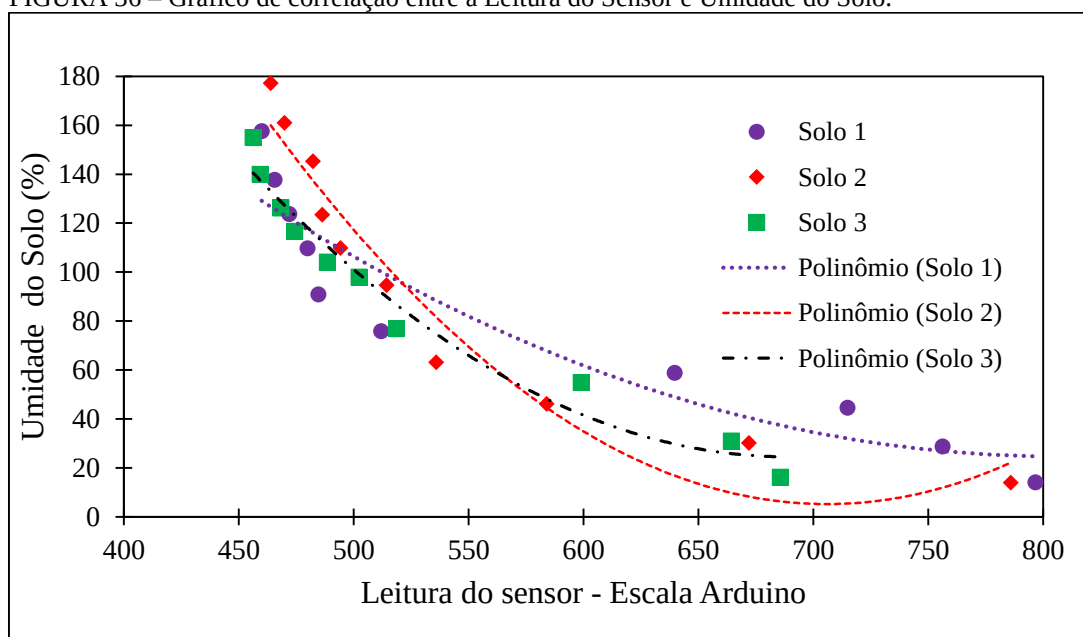
As amostras de solos foram novamente pesadas em balança e levadas para a estufa a 105°C durante o período de 24 horas para a determinação da umidade do solo. Foi feito o gráfico de regressão linear no Excel para correlacionar a medição do sensor e a umidade do solo pelo método padrão da estufa, desse modo determinou-se a equação da umidade do solo e o volume de água para ser adicionado em cada solo estudado, como mostrado na Figura 36 e 37 respectivamente e nas Tabelas 48 e 49 as respectivas equações de umidade do solo e volume de água a ser adicionado para cada solo, para se manter o solo em determinada umidade.

FIGURA 35 – Umidade do solo: (A) Sensor capacitivo de umidade do solo; (B) Calibração do sensor.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

FIGURA 36 – Gráfico de correlação entre a Leitura do Sensor e Umidade do Solo.



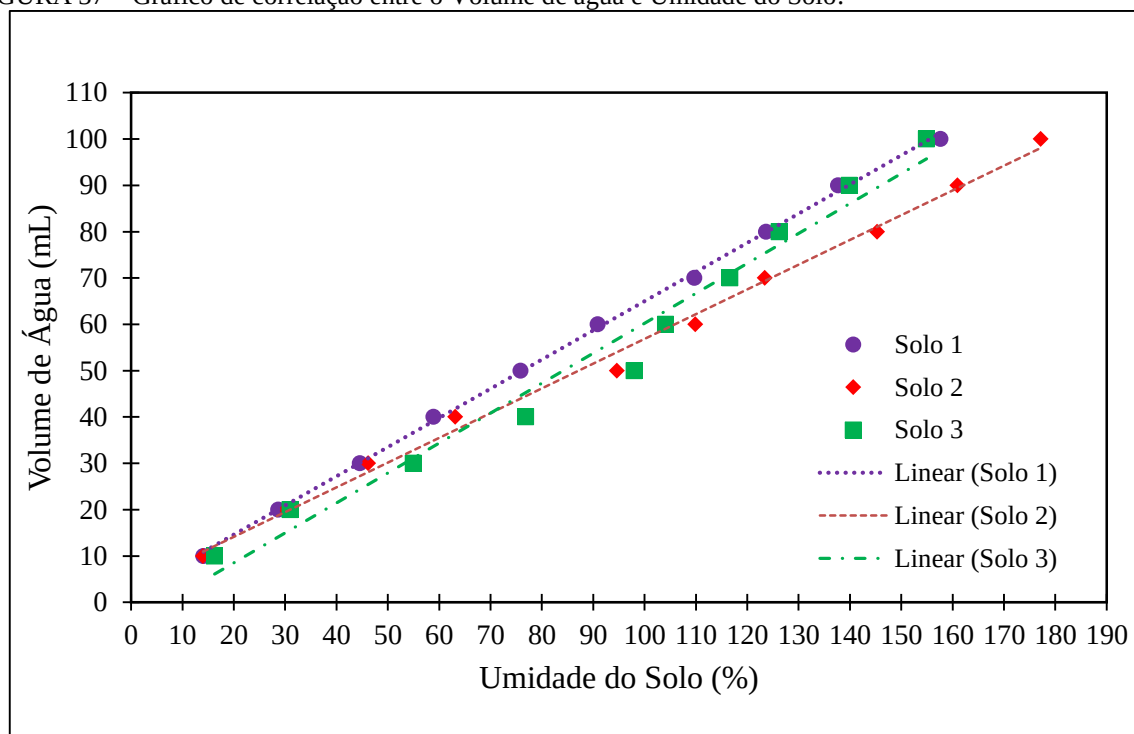
Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

TABELA 48 – Equação de umidade para cada solo estudado.

Solo	Equação da umidade (%)	R ²
1	$W = 0,0009x^2 - 1,4005x + 589,67$	87,71
2	$W = 0,0026x^2 - 3,7314x + 1322,40$	94,25
3	$W = 0,0021x^2 - 2,9475x + 1040,3$	96,53

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

FIGURA 37 – Gráfico de correlação entre o Volume de água e Umidade do Solo.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

TABELA 49 – Equação do volume de água para cada solo estudado.

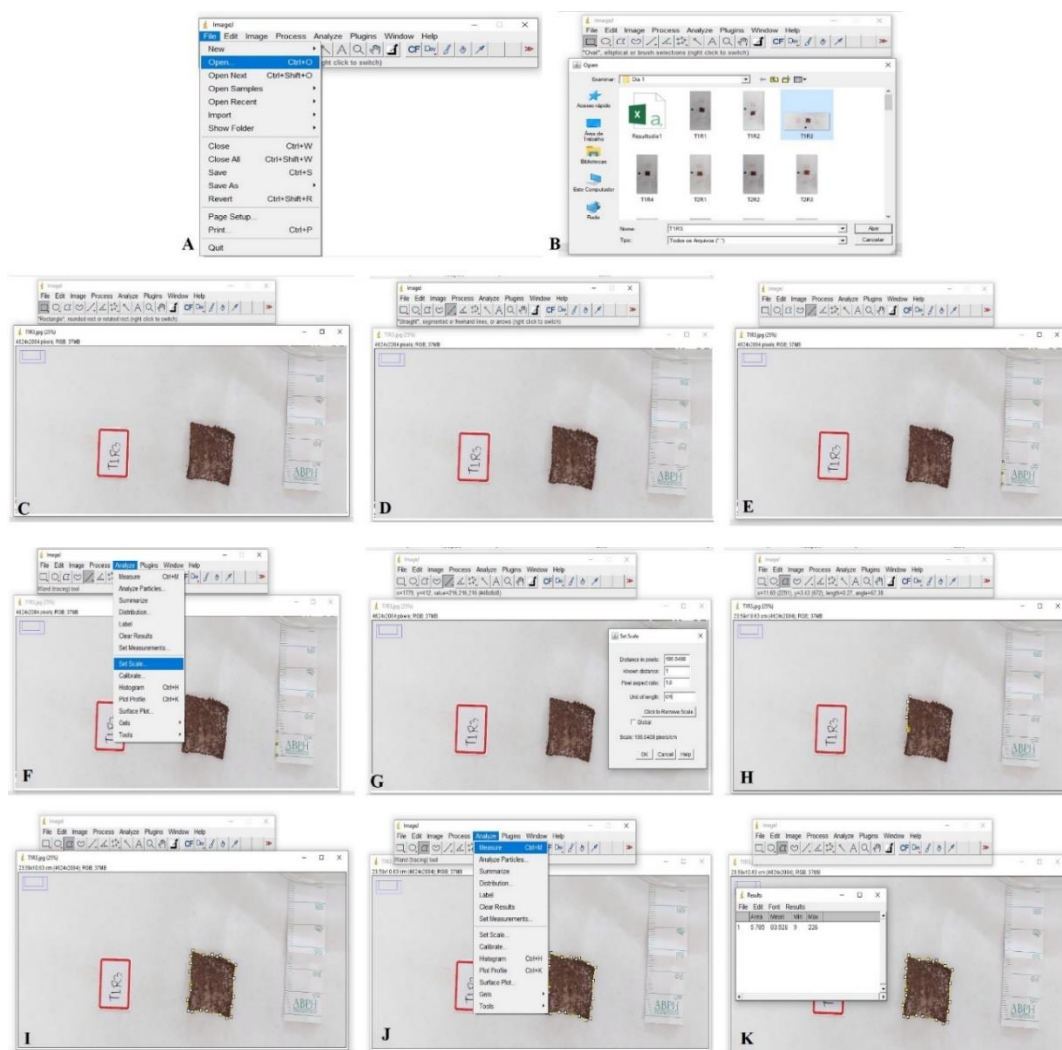
Solo	Equação do volume de água (mL)	R ²
1	$V_{\text{água}} = 0,6292x + 1,9989$	99,92
2	$V_{\text{água}} = 0,5340x + 3,4739$	99,53
3	$V_{\text{água}} = 0,6463x - 4,3856$	97,64

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

APÊNDICE C - Etapas do processo da medição de área dos filmes realizadas com o software *ImageJ*

Na Figura 38 está descrito como foi realizado o processo de mensuração da biodegradabilidade dos filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF), tipo de solo (TS) e tempo de biodegradação (TB), utilizando o *software ImageJ*. As Figuras 38A-B-C demonstram o procedimento de como abrir a imagem no software, posteriormente, a Figura 38D-E usou-se a ferramenta *Straight* para desenhar uma linha por cima da fita métrica, e na opção *Analyze*, selecionou-se *Set Scale*, para determinar a escala de mensuração (Figuras 38F-G), no caso utilizou-se a distância de 1 cm para ser transformado em pixels, resultando na área de biodegradação em cm^2 .

FIGURA 38 – Etapas da mensuração da biodegradação dos filmes elaborados à base de misturas de amidos e plastificantes, em função do tipo de filme (TF), tipo de solo (TS) e tempo de biodegradação (TB), utilizando o *software ImageJ*.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

As Figuras 38H-I demonstra como realizou a delimitação da área do filme por meio da ferramenta *Polygon selections*. E por fim nas Figuras 38J-K a obtenção das áreas dos filmes biodegradáveis, por meio da opção *Analyze* e selecionou a opção *Measure*, e assim se obteve os dados de áreas para a análise do processo de biodegradação dos filmes elaborados.

APÊNDICE D - Análise e caracterização química, física e microbiológicas dos solos.

Na Tabela 50 estão os resultados dos atributos químicos dos três tipos de solos coletados no município de Gameleira de Goiás.

TABELA 50 – Resultado da análise química dos solos utilizados para o ensaio de biodegradação.

Atributos Químicos	Solo 1	Solo 2	Solo 3
pH (CaCl ₂)	5,0	5,3	5,1
Ca (cmol _c /dm ³)	5,7	3,1	2,5
Mg (cmol _c /dm ³)	1,2	1,2	0,7
Al (cmol _c /dm ³)	0,0	0,0	0,0
H + Al (cmol _c /dm ³)	3,4	2,5	2,5
CTC (cmol _c /dm ³)	10,62	7,19	5,96
P (Mehlich I) mg/dm ³	1,2	8,0	7,0
K (mg/dm ³)	126	154	102
Na (mg/dm ³)	3,0	1,0	2,0
S (mg/dm ³)	5,0	3,0	4,0
B (mg/dm ³)	0,28	0,29	0,2
Cu (mg/dm ³)	1,9	4,6	1,7
Fe (mg/dm ³)	25	43	61
Mn (mg/dm ³)	50	38	9,0
Zn (mg/dm ³)	1,8	1,4	1,3
MO (g/kg)	35	16	16
Saturação por Al (M%)	0,0	0,0	0,0
Saturação por Bases (V%)	68	65	58

pH = potencial de hidrogênio, Ca = Cálcio, Al = Alumínio, H + Al = Acidez potencial, CTC = Capacidade de troca de cátions, P = Fósforo, K = Potássio, Na = Sódio, S = Enxofre, B = Boro, Cu = Cobre, Fe = Ferro, Mn = Manganês, Zn = Zinco, MO = Matéria Orgânica.

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Em relação aos atributos químicos, verificou-se que o pH variou de 5,0 até 5,3, considerado um pH ácido. O pH é a representação da acidez ativa do solo que é representada pelo H⁺ na solução do solo (SILVA, 2018). Portanto, acidez dos solos são classificadas como média segundo Prezotti e Guarçoni (2013). Nesta faixa de pH indica a presença de alumínio trocável (SOBRAL *et al.*, 2015). O pH consiste em um indicativo sobre a fertilidade atual do solo, ou seja, demonstra a forma química que o alumínio se encontra no ambiente, o nível de solubilidade dos macros e micronutrientes e da atividade microbiana presente no solo (PREZOTTI e GUARÇONI, 2013).

O teor de cálcio (Ca) variou entre 5,0 a 5,7 cmol_c/dm³. Segundo a Classificação de Prezotti e Guarçoni (2013), o Solo 1 é classificado com alto teor de Ca e o solo 2 e 3 é classificado com médio teor de Ca. O teor de magnésio variou de 0,7 a 1,2 cmol_c/dm³. De

acordo com Sobral *et al.* (2015), o Solo 1 e 2 é classificado com alto teor de Mg e o Solo 3 com médio teor de Mg.

O Solo 3 apresentou os menores teores de cálcio e magnésio, segundo Sousa e Lobato (2004), isso sugere que este solo sofreu intemperismo profundo, pois, esses elementos são facilmente removidos, e os mesmos são responsáveis pela maior fertilidade, e quando são lixiviados do sistema, resultando em solo de baixa fertilidade. Além disso, esses dois fatores químicos estão diretamente relacionados com acidez do solo (PREZOTTI e GUARÇONI, 2013).

Em relação ao teor de alumínio, constatou-se que não se obteve indícios deste elemento nos três solos utilizados no estudo, assim como saturação por alumínio (M%) que foi nula em todos os solos, e isto, está diretamente relacionado com o pH do solo, pois, de acordo com Prezotti e Guarçoni (2013), uma vez que acima de pH 5,5 não há presença de alumínio na forma de Al^{3+} .

Para a acidez potencial do solo ($H + Al$) houve a variação de 2,5 a 3,4 $cmol_c/dm^3$. A acidez potencial expressa a quantidade de hidrogênio iônico e do alumínio trocável existente na superfície dos coloides do solo por força eletrostática, acrescido do H existente em ligações covalentes em relação às frações do solo. Portanto, a determinação do seu teor é um representante do valor total de cargas negativas do solo, ocupadas por elementos que causam ou poderão ocasionar acidez ao solo (SILVA, 2018).

De acordo com Silva (2018) o Solo 1 é classificado com acidez potencial média e o Solo 2 e 3 como baixa. Prezotti e Guarçoni (2013), relaciona a maior acidez potencial em solos com maiores teores de matéria orgânica, correlacionado com baixo pH, o que pode ser observado neste estudo. Esse parâmetro é dependente dos aspectos físicos, químicos e mineralógicos do solo (SOBRAL *et al.*, 2015).

A capacidade de troca catiônica dos solos variou de 5,96 a 10,62 $cmol_c/dm^3$. A capacidade de troca de cátions (CTC) é expressa como a soma dos cátions trocáveis retidos pelo solo. Os principais cátions trocáveis encontrados em solos ligeiramente ácidos são cálcio, magnésio, hidrogênio, potássio e sódio. Os parâmetros como textura, tipo e quantidade de argila e teor de matéria orgânica refletem diretamente na CTC do solo (FAGERIA e STONE, 2006).

Para a Classificação de Prezotti e Guarçoni (2013), o Solo 1 apresentou um teor de CTC alto, isso por causa do alto teor de matéria orgânica presente neste solo, enquanto, o Solo 2 e 3 apresentaram um valor médio.

O teor de fósforo (P) dos solos variou entre 1,2 a 8,0 mg/dm^3 . O menor teor de P encontrado no Solo 1 é justamente que este solo é proveniente de mata nativa, enquanto, os

demais são utilizados para práticas agrícolas, sendo utilizado no seu manejo a adubação mineral. De acordo com a classificação proposta por Silva (2018), que é baseada na textura do solo (teor de argila-%), o Solo 1 é classificado com baixo teor de P, e o Solo 2,3 com médio teor de P.

O teor de potássio (K) variou de 102 a 154 mg/dm³. Para todos os solos o teor de K foi classificado como alto. O alto teor de potássio (K) no Solo 1 e 2, significa a presença de minerais primários e são solos que provavelmente sofreram pouco intemperismo (SOBRAL *et al.*, 2015).

O teor de sódio dos solos (Na) variou de 1,0 a 3,0 mg/dm³. Quando há alta concentração de sódio no solo pode causar efeito dispersante sobre as argilas, causando a desestruturação do solo e como consequência, reduzindo a infiltração de água e trocas gasosas (PREZOTTI e GUARÇONI, 2013).

O teor de enxofre (S) variou de 3,0 a 5,0 mg/dm³. O teor de S é facilmente modificado pelo manejo do solo e/ou com a precipitação pluviométrica, pois é lixiviado na forma de SO₄²⁻ (PREZOTTI e GUARÇONI, 2013). De acordo com a classificação de Sousa e Lobato (2004), o Solo 1 possui teor médio, enquanto, os Solos 2 e 3 possui teor médio de S.

O teor de boro (B) encontrado ficou entre 0,20 a 0,28 mg/dm³, de acordo com a classificação de Sousa e Lobato (2004), todos os solos apresentaram deficiência de B. Prezotti e Guarçoni (2013) relata que o B é facilmente lixiviado em solos com alto teor da partícula areia e com baixos teores de matéria orgânica, além disso, a alta incidência de chuvas elevam as perdas por lixiviação. Os sintomas de deficiência ocorrem nos períodos de seca e tendem a desaparecer com o retorno da umidade adequada do solo. Isto ocorre em razão de redução da mineralização da matéria orgânica, importante fonte de B para o solo. Ressaltando que a coleta do solo foi realizada em período de seca, corroborando com o que foi relatado pelos autores.

Para o atributo químico cobre (Cu) os dados variaram de 1,7 a 4,6 mg/dm³. Para Sousa e Lobato (2004) todos os solos possuem altos teores de Cu, principalmente o Solo 2. O teor de Cu tem relação com a textura do solo, pH, potencial redox, composição mineral. Em solos arenosos há mais deficiência desse nutriente, por causa do processo de lixiviação (PREZOTTI e GUARÇONI, 2013; MANTOVANI, 2009).

O teor de ferro (Fe) variou de 25 a 61 mg/dm³. De acordo com Silva (2018), os Solos 1 e 2 possuem teores médios e o Solo 3 alto teor. O Fe é encontrado abundantemente em solos tropicais, como os latossolos, por conta da presença de óxidos hematita e goethita. Sua disponibilidade é reduzida com o aumento do pH do solo (PREZOTTI e GUARÇONI, 2013; FERNANDES *et al.*, 2004).

Para o atributo químico manganês (Mn) houve a variação de 9,0 a 50,0 mg/dm³. Segundo a classificação de Silva (2018) todos os solos possuem altos teores de Mn, sendo que os Solos 2 e 3 possuem valores bastante elevados. Isto ocorre, que assim como o Fe, o Mn é bastante abundante em solos tropicais e em condições de pH ácido favorecem o acúmulo de concentrações Mn, em virtude do aumento da solubilidade deste nutriente (VELOSO *et al.*, 1995; PREZOTTI e GUARÇONI, 2013).

Para o elemento zinco (Zn) foi encontrado valores de 1,3 a 1,8 mg/dm³. Seguindo a classificação de Sousa e Lobato (2004), o Solo 1 possui alto teor e já os Solos 2 e 3 são classificados como médio teor de Zn. A deficiência desse nutriente, ocorre geralmente em solos com textura argilosa com pH básico e com baixos teores de matéria orgânica (VALLADARES *et al.*, 2009; PREZOTTI e GUARÇONI, 2013; SOUSA e LOBATO, 2004).

O teor de matéria orgânica (MO) variou entre 16 a 35 g/kg. Seguindo a classificação de Silva (2018) o Solo 1 possuem alto teor de MO, principalmente quando se observa sua coloração mais escura e os Solos 2 e 3 obtiveram teores médios. A MO em solos tropicais, MO é a principal responsável pela geração de cargas negativas do solo, contribuindo com aproximadamente 80% das cargas negativas do solo. Isso pode ser observado pela CTC, quanto maior o teor de MO, maior é a CTC. A MO influencia diretamente os atributos físicos, químicos e microbiológicos dos solos, sendo um importante indicador da qualidade do solo, pois, indica boas condições de fertilidade e grande potencial para a atividade microbiana (PREZOTTI e GUARÇONI, 2013; LEITE, 2004; LIMA, LIMA e MELO, 2007).

A saturação por bases (V%) variou entre 58 a 68%. A V% demonstra a porcentagem do total de cargas negativas dos coloides ocupadas por bases ($K^+ + Na^+ + Ca^{2+} + Mg^{2+}$) no solo (PREZOTTI e GUARÇONI, 2013; SILVA, 2018). Utilizando a classificação proposta por Sousa e Lobato (2004), todos os solos em estudo, possuem valores médios, sendo denominados de solos eutróficos, pois, possuem $V\% > 50$ (LOPES e GUILHERME, 2004).

Na Tabela 51 estão os resultados referentes a textura e granulometria dos solos. A textura do solo é um dos aspectos do solo relacionados às partículas primárias (argila, silte e areia) e a percepção que estas partículas concedem ao tato humano, como por exemplo: pegajosidade, sedosidade e atrito (BERTONI e LOMBARDI NETO, 2012; CENTENO *et al.*, 2017). Diferentemente da textura, a granulometria trata-se da porcentagem das partículas de argila, areia e silte, que estão distribuídas no solo em distintos tamanho e diâmetros específicos (KLEIN, 2014; CENTENO *et al.*, 2017).

A textura do solo é um dos principais parâmetros utilizados como indicadores de qualidade da física do solo, por meio da sua caracterização é possível inferir sobre outros

parâmetros químicos, físicos, mecânicos e microbiológicos, como na consistência do solo, nas propriedades de adesão e coesão, velocidade de infiltração da água, retenção de água, e também a parte de troca de íons e a ciclagem de nutrientes e além de possuir complexas interações com outros fatores ambientais (HE *et al.*, 2014; CENTENO *et al.*, 2017; REINERT e REICHERT, 2006). Todos esses fatores podem interferir significativamente no processo de biodegradação dos filmes à base de amido.

Quando se trata da classificação textural existem três grupos principais de classes conhecidas: solos arenosos, francos e argilosos; sendo que em cada grupo coexistem as classes texturais específicas, que totalizam 13 classes texturais. Estas classes fornecem uma ideia da distribuição do tamanho de partículas e principalmente indicam o comportamento das propriedades físicas do solo (BRADY e WEIL, 2013).

TABELA 51 – Resultado da análise granulométrica e classificação textural dos solos utilizados para o ensaio de biodegradação.

Solo	Granulometria			Classificação textural
	% de Areia	% de Argila	% de Silte	
Solo 1	60	31	9	Franco argiloso-arenosa
Solo 2	44	48	8	Argila
Solo 3	56	37	7	Argilo-arenosa

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Tabela 51 o Solo 1 foi classificado como franco argiloso-arenosa, solos com textura franca também denominados solos com textura média, definem-se como solo por apresentarem maior equilíbrio entre as percentagens das três frações granulométricas (argila, silte e areia).

O Solo 2 foi classificado com argila que de acordo com Fageria e Stone (2006) é um solo de textura fina e apresenta alta plasticidade e pegajosidade, sendo considerados solos mais pesados, pois retém água com mais intensidade que os outros solos (SILVA, 2018). O Solo 3 foi classificado com argilo-arenoso, que possui menor grau de plasticidade e pegajosidade comparado com o solo argiloso (FAGERIA E STONE, 2006).

Portanto, os Solos 2 e 3 possuem textura argilosa, pois possui teor de argila entre 35 e 60% e o Solo 1 possui textura média, pois possui teor de argila variando de 15 a 35%, segundo Silva (2018).

Na Tabela 52 estão os resultados das análises física dos solos em estudo. As análises físicas e a descrição de caracteres morfológicos do solo possuem elevada importância para a avaliação do solo e compreender sua dinâmica e relação com os atributos químicos e biológicos

do solo, além de constituírem de bons indicadores da qualidade do solo (PREZOTTI e GUARÇONI, 2013; CAMPOS *et al.*, 2013).

TABELA 52 – Resultado da análise física dos solos utilizados para o ensaio de biodegradação.

Atributos físicos	Solo 1	Solo 2	Solo 3
Densidade de partículas (gcm^{-3})	2,52	2,50	2,51
Densidade do solo (gcm^{-3})	1,24	1,18	1,23
Índice de vazios	1,03	1,12	1,04
Porosidade	0,51	0,53	0,51
Grau de Saturação	50,80	52,80	50,90
Umidade do Solo (%)	21,59	16,48	13,02
Umidade na Capacidade de Campo (%)	33,09	23,53	22,15

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

A densidade de partículas teve uma variação pequena entre os solos de 2,50 a 2,51 gcm^{-3} . Essa propriedade depende da composição química e mineralógica do solo, portanto, possui grande relevância como indicativa da composição mineralógica. Assim como a textura, a densidade de partículas é considerada elementos de grande importância na identificação e na classificação do solo, pois se constituem de características físicas mais estáveis (REINERT e REICHERT, 2006; GUABIANI, REINERT e REICHERT, 2006; EGUCHI, SILVA e OLIVEIRA, 2002).

A densidade do solo variou entre 1,18 a 1,24 gcm^{-3} , considerados valores baixos, ou seja, significa que esses solos não estão compactados. A densidade do solo é uma propriedade física que pode ser usada como um índice simples da condição estrutural geral de um determinado solo, pois, tem relação com o espaço poroso do solo (REINERT e REICHERT, 2006; FAGERIA E STONE, 2006). Esse atributo físico varia muito do tipo de solo, do manejo adotado e do tipo de cobertura (CARVALHO JUNIOR *et al.*, 2016). Portanto, os solos desse estudo, possuem uma boa aeração, o que facilita a troca de gases e facilita a infiltração de água nos seus poros.

O índice de vazios variou de 1,03 a 1,12. Esse atributo físico está correlacionado com a porosidade, ou seja, quanto maior o índice de vazios, maior é a porosidade do solo. Em relação a porosidade encontrada nos solos houve uma pequena variação de 0,51 a 0,53. Segundo a classificação IAEG (1970) o índice de vazios e a porosidade destes solos são todas muito alta. A propriedade porosidade também reflete na densidade do solo, pois, são propriedades inversamente proporcionais. Este atributo físico é muito importante quando se trata do fluxo de água e ar no solo (JESUS *et al.*, 2017).

O grau de saturação dos solos teve variação de 50,80 a 52,80%. Este parâmetro indica a porcentagem de seu volume de vazios preenchido por água. A umidade do solo variou entre

21,59 a 13,02%. De acordo com a classificação de IAEF (1970) todos os solos estão na faixa de úmido.

A umidade na capacidade de campo variou entre 22,15 a 33,09%. Esta umidade consiste na quantidade de água retida pelo solo depois que o excesso tenha drenado e a taxa de movimento descendente tenha decrescido acentuadamente é caracterizado por um processo dinâmico (REICHARDT, 1988; VEIHMEYER e HENDRICKSON, 1949).

Na Tabela 53 estão os resultados obtidos das análises microbiológicas dos solos. A atividade microbiana é a grande responsável pelos inúmeros processos bioquímicos, afetando diretamente as propriedades físicas e químicas do solo (BALOTA, 1997; GARCIA, MELLO, e CASSIOLATO, 2004). Diferentemente do que ocorre com os atributos físicos e químicos, ainda há uma escassez de informações em relação aos atributos microbiológicos, desse modo, existem dificuldades na interpretação desses dados, ou seja, se os valores obtidos são baixos, médios ou altos, indicando se o solo é deficiente ou eficiente naquele determinado parâmetro microbiológico (TÓTOLA e CHAER, 2002; LOPES, 2012).

TABELA 53 – Resultado da análise microbiológica dos solos utilizados para o ensaio de biodegradação.

Atributos Microbiológicos	Solo 1	Solo 2	Solo 3
Carbono da Biomassa Microbiana (mg C microbiano/kg solo)	558,65	434,66	450,86
Nitrogênio da Biomassa Microbiana (mg N microbiano /kg solo)	39,33	9,26	4,32
Respiração Basal do Solo (mg de C-CO ₂ / kg solo/ hora)	9,21	2,27	3,75
Carbono Orgânico Total (%)	938,75	717,67	702,60
Quociente metabólico (mg de C-CO ₂ /mg de C-BM/hora)	0,0094	0,0022	0,005
Quociente microbiano (%)	0,595	2,556	0,642

Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

O Carbono da Biomassa Microbiana variou entre 558,64 a 434,66 mg C microbiano/kg solo e o Nitrogênio da Biomassa Microbiana variou entre 4,32 a 39,33 mg N microbiano /kg solo. Segundo a classificação de Lopes *et al.* (2013), o Carbono da Biomassa Microbiana está com o nível adequado.

A biomassa microbiana pode ser utilizada como um indicador biológico e geralmente, apresenta forte correlação com a matéria orgânica do solo, ou seja, representa o componente

vivo e mais ativo da matéria orgânica (PEREZ, RAMOS e McMANUS, 2004; KASCHUK, ALBERTON e HUNGRIA, 2009). A biomassa microbiana opera como compartimento reserva de carbono, nitrogênio (N), fósforo (P) e enxofre (S) no solo (SOUZA *et al.*, 2010). O Solo 1 obteve o maior valor de biomassa microbiana, teor de matéria orgânica e enxofre corroborando com os dados citados na literatura.

A respiração basal do solo variou de 2,27 a 9,21 mg de C-CO₂/ kg solo/ hora. De acordo com a classificação de Lopes *et al.* (2013), o Solo 1 possui nível médio, enquanto os Solos 2 e 3 possuem nível baixo. A respiração basal reflete a velocidade de decomposição de um resíduo orgânico quando adicionado ao solo, é considerado um parâmetro de quantificação da atividade microbiana, pois, quantifica o CO₂ liberado em atividades metabólicas de oxidação da matéria orgânica do solo por meio do uso do oxigênio, provenientes dos microrganismos (NOVAK *et al.*, 2018; MEDEIROS *et al.*, 2019).

O Carbono Orgânico Total variou entre 702,60 a 938,65%. Este atributo é um condicionante do solo por influenciar na disponibilidade de água, atuando como agente cimentante da estrutura, no tampão do pH, na complexação de elementos e capacidade de troca de cátions (COGO *et al.*, 2013; SILVA, SALES e VELOSO, 2016).

O quociente metabólico do solo variou de 0,0022 a 0,0094 mg de C-CO₂/mg de C-BM/hora. Segundo Facci (2008) quanto maior o valor do quociente metabólico, menos eficiente é a atividade microbiológica em ação, pois, este parâmetro representa a quantidade de C liberada na forma de CO₂ por unidade de biomassa microbiana em determinado tempo (COUTO *et al.*, 2013; SILVA *et al.*, 2015).

O quociente microbiano teve variação de 0,595 a 2,556%. Este atributo microbiológico do solo é utilizado para fornecer indicações sobre a qualidade da matéria orgânica do solo, além de demonstrar a eficiência dos microrganismos na utilização dos compostos orgânicos (SILVA *et al.*, 2010; MENDES *et al.*, 2011; NOVAK *et al.*, 2018).

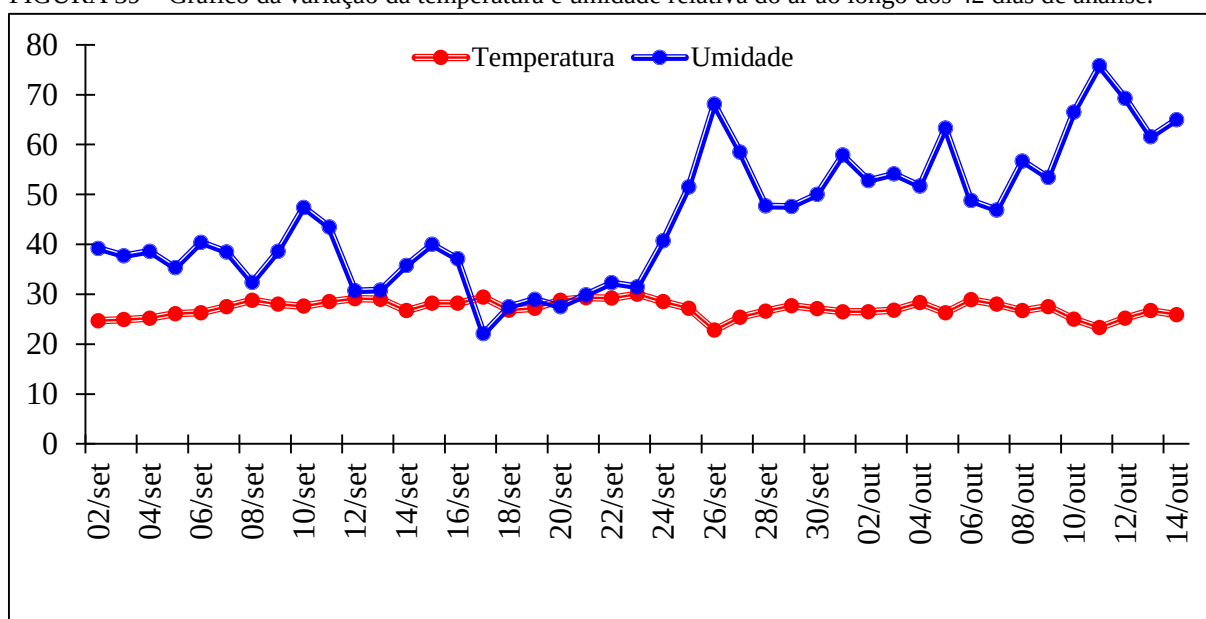
É importante conhecer e compreender todos os atributos químico, físicos e microbiológicos dos solos, com o objetivo de verificar quais fatores influenciam positivamente e vice-versa no processo de biodegradação dos filmes à base de amido.

APÊNDICE E - Dados ambientais e umidade do solo

Na Figura 39, estão os dados de temperatura e umidade relativa do ar ao longo dos 42 dias de experimento. Ao analisar o gráfico, tem-se que houve maior variação da umidade relativa do ar.

Segundo Karim *et al.* (2020), o processo e o mecanismo de biodegradação no solo são bastante complexos, pois dependem das condições ambientais do local de estudo. Colussi *et al.* (2017), cita que as condições ambientais influenciam o crescimento microbiano, pois, os microrganismos necessitam de condições adequadas de temperatura, umidade, pH e disponibilidade de oxigênio para crescer e realizar suas funções do ciclo vital e produzir enzimas que vão atuar na deterioração dos filmes biodegradáveis.

FIGURA 39 – Gráfico da variação da temperatura e umidade relativa do ar ao longo dos 42 dias de análise.



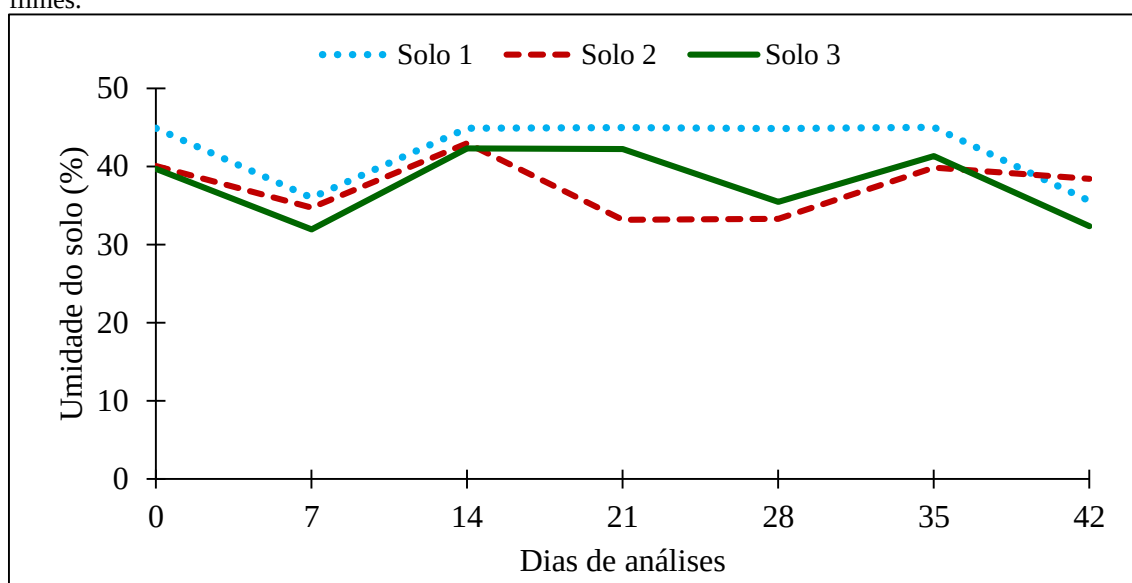
Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).

Na Figura 40 verificou-se que as umidades de todos os solos variaram de 30 a 45%. Ao avaliar a biodegradação de materiais polimérico é essencial levar em consideração a umidade do solo, pois, é um atributo que exerce forte influência nas atividades que aceleram o processo de desintegração. Nunes, Nascimento e Serra, (2021), ao avaliar a biodegradabilidade de compósitos poliméricos produzidos com resíduos agroenergéticos (bagaço da cana-de-açúcar, amido de milho e glicerol), verificou que ao enterrar as amostras em solo com 18% de umidade, o tempo de biodegradação foi de 72 horas. No segundo experimento, utilizando uma umidade de 0,66% o tempo de biodegradação foi maior, de 72 horas estendeu-se para 60 dias. Demonstrando que a umidade do solo é um dos fatores que tem efeito positivo e negativo

dependendo da proporção de água presente nos poros do solo, responsável pelas reações que ocorrem na etapa de biodegradação.

De acordo com Kaur *et al.* (2019), a umidade do solo também está relacionada com a atividade microbiana, pois, por causa da absorção de água pelos filmes biodegradáveis, microrganismos como fungos, bactérias se ligam à superfície do filme, proporcionando o crescimento microbiano e estimulando a biodegradação.

FIGURA 40 – Gráfico da variação da umidade do solo (%) ao longo das análises de biodegradabilidade dos filmes.



Fonte: de autoria própria (FARIAS, 2022).