



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE ALIMENTOS**  
Área de Concentração: Ciência de Alimentos

**DESENVOLVIMENTO DE FILME A BASE DE CARBOXIMETILCELULOSE E EXTRATO  
DE ANTOCIANINA DA JABUTICABA (*Plinia cauliflora*) PARA INDICAÇÃO  
COLORIMÉTRICA DE ALTERAÇÕES EM ALIMENTOS**

Mestranda: Carolina da Silva Ponciano  
Orientadora: Prof<sup>a</sup>. DSc. Cristiane Patrícia de Oliveira

ITAPETINGA – BA  
FEVEREIRO/2023  
BRASIL

**CAROLINA DA SILVA PONCIANO**

**DESENVOLVIMENTO DE FILME A BASE DE CARBOXIMETILCELULOSE E EXTRATO  
DE ANTOCIANINA DA JABUTICABA (*Plinia cauliflora*) PARA INDICAÇÃO  
COLORIMETRICA DE ALTERAÇÕES EM ALIMENTOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação de Engenharia e Ciência de Alimentos da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, como parte das exigências do programa para a obtenção do título de *Mestra*.

**Orientadora:** Profa. *DSc.* Cristiane  
Patrícia de Oliveira

**Coorientadora:** Profa. *DSc.* Andréa  
Gomes da Silva

ITAPETINGA – BA  
FEVEREIRO/2023  
BRASIL

664.09 Ponciano, Carolina da Silva.  
P854d Desenvolvimento de filme a base de carboximetilcelulose e extrato de antocianina da jabuticaba (*plinia cauliflora*) para indicação colorimétrica de alterações em alimentos. / Carolina da Silva Ponciano. – Itapetinga-BA: Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, 2023.  
73 p.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Alimentos. Sob a orientação da Prof<sup>a</sup>. D. Sc. Cristiane Patrícia de Oliveira e coorientação da Prof<sup>a</sup>. D. Sc. Andréa Gomes da Silva.

1. Embalagens ativas – Alimentos – Filmes antioxidantes. 2. Embalagens biodegradáveis – Casca de jabuticaba – Pigmento natural. 3. Alimentos – Alteração – Indicação colorimétrica. I. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia - Programa de Pós-Graduação de Mestrado em Engenharia e Ciências de Alimentos, *Campus* de Itapetinga. II. Oliveira, Cristiane Patrícia de. III. Silva, Andréa Gomes da. IV. Título.

**CDD(21): 664.09**

Catálogo na Fonte:

Cláudia Aparecida de Souza – CRB 1014-5ª Região  
Bibliotecária – UESB – Campus de Itapetinga-BA

Índice Sistemático para desdobramentos por Assunto:

1. Embalagens ativas
2. Filmes antioxidantes
3. Embalagens biodegradáveis
4. Casca de jabuticaba
5. Alimentos : Pigmento natural
6. Indicação colorimétrica



**PPGECAL**  
ENGENHARIA E  
CIÊNCIA DE ALIMENTOS



**Governo do  
Estado da Bahia**

Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia - UESB  
Reconhecida pelo Decreto Estadual  
Nº 16.825, de 04.07.2016

## DECLARAÇÃO DE APROVAÇÃO


**Título:** “DESENVOLVIMENTO DE FILME A BASE DE CARBOXIMETILCELULOSE E EXTRATO DE ANTOCIANINA DA JABUTICABA (*Plinia cauliflora*) PARA INDICAÇÃO COLORIMÉTRICA DE ALTERAÇÕES EM ALIMENTOS ”.

**Autor (a):** CAROLINA DA SILVA PONCIANO


**Orientador (a):** Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Cristiane Patrícia de Oliveira

**Coorientador (a):** Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Andrea Gomes da Silva


Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de **MESTRE EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE ALIMENTOS, ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: CIÊNCIA DE ALIMENTOS**, pela Banca Examinadora.

Documento assinado digitalmente  
 TAILA VELOSO DE OLIVEIRA  
Data: 28/02/2023 13:26:47-0300  
Verifique em <https://verificador.iti.br>

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Taíla Veloso de Oliveira  
Membro Externo - UFV

Documento assinado digitalmente  
 FABIANY CRUZ GONZAGA  
Data: 01/03/2023 12:37:43-0300  
Verifique em <https://verificador.iti.br>

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup>. Fabiany Cruz Gonzaga  
UESB

Documento assinado digitalmente  
 CRISTIANE PATRICIA DE OLIVEIRA  
Data: 02/03/2023 06:56:28-0300  
Verifique em <https://verificador.iti.br>

Prof.<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Cristiane Patrícia de Oliveira  
Orientadora - UESB  
Presidente da Banca

**Itapetinga-BA, 27 de fevereiro de 2023.**

Dedico este trabalho aos meus pais Edimilson e Márcia, pelo amor incondicional e por acreditarem na minha capacidade de superação.

**DEDICO!**

## AGRADECIMENTOS

O Deus, por ter me proporcionado saúde, força e persistência para enfrentar todas as dificuldades durante esta árdua caminhada.

À minha mãe por sempre me apoiar, por acreditar nos meus sonhos e não me deixar desistir. Ao meu pai por sempre me proteger. Ao meu padrasto, por me incentivar a crescer. As minhas amigas Raimara, Vivian e Shirlyne, por todo amor, incentivo e irmandade. Aos meus colegas da UESB, pelas partilhas acadêmicas e momentos de distração.

Aos meus professores, pelos ensinamentos e auxílio no desenvolvimento da pesquisa. À professora orientadora Cristiane Patrícia de Oliveira, por ter me recebido e ter acreditado em mim. Obrigada pela orientação, oportunidades e ensinamentos que sempre levarei comigo. À professora Andrea Gomes da Silva, pela co-orientação. As doutoras Fabiany Cruz Gonzaga e Tafla Veloso de Oliveira, pelos ensinamentos e contribuições.

À Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, por ter me possibilitado desenvolver este trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela bolsa de estudos.

E a todos que de alguma forma fizeram parte da minha caminhada, muito obrigada.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	3
LISTA DE TABELAS .....	4
LISTA DE ABREVIACOES .....	5
<b>RESUMO</b> .....	6
<b>ABSTRACT</b> .....	7
<b>I – REFERENCIAL TERICO</b> .....	8
<b>1. INTRODUO GERAL</b> .....	8
<b>2. REVISO BIBLIOGRAFICA</b> .....	10
2.1. Embalagens .....	10
2.2. Embalagens inteligentes .....	11
2.3. Polmeros usados na produo de embalagens inteligentes .....	12
2.4. Carboximetilcelulose .....	13
2.5. Embalagens com pigmentos naturais .....	17
2.5.1. Antocianinas .....	17
<b>3. REFERNCIAS BIBLIOGRFICAS</b> .....	21
<b>II – OBJETIVOS GERAIS</b> .....	27
1. Objetivo geral .....	27
2. Objetivos especficos .....	27
<b>RESUMO</b> .....	28
<b>1. INTRODUO</b> .....	29
<b>2. MATERIAIS E MTODOS</b> .....	30
2.1. Extrao e quantificao das antocianinas .....	30
2.2. Elaboraco dos filmes .....	31
2.3. Preparo dos tampes .....	31
2.4. Anlises dos filmes .....	32
2.4.1. Anlise de cor .....	32
2.4.2. Espectroscopia UV/VIS .....	33
2.4.3. Espessura dos filmes .....	34
2.4.4. Percentual de Transparncia .....	34
2.4.5. Propriedades mecnicas .....	34
2.4.6. Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier .....	36
2.4.7. Permeabilidade ao vapor d’gua .....	36

2.4.8. Solubilidade.....	37
2.4.9. Termogravimetria (TGA) e Analise Térmica Diferencial (DTA).....	38
2. 5. Estabilidade dos filmes.....	38
2.6. Aplicação dos filmes .....	38
2.7. Análise estatística.....	38
<b>3. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>39</b>
3.1. Análise visual .....	39
3.2. Análise de cor dos extratos e dos filmes .....	40
3.3. Espectroscopia UV/VIS .....	44
3.4. Espessura e propriedades mecânicas .....	47
3.5. Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) .....	50
3.6. Solubilidade e Permeabilidade ao vapor d'água .....	53
3.7. Termogravimetria (TGA) e Análise Térmica Diferencial (DTA).....	54
3.8. Vida de prateleira .....	57
3.9. Aplicação.....	58
<b>4. CONCLUSÃO .....</b>	<b>60</b>
<b>5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>60</b>
<b>IV – CONCLUSÃO GERAL .....</b>	<b>67</b>



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Representação da cadeia CMC .....	14
Figura 2- Estrutura das antocianidinas mais comumente encontradas em alimentos.....	18
Figura 3- Extrato de antocianina das cascas de jabuticabas em diferentes pHs. ....	39
Figura 4- Filmes de carboximetilcelulose controle e adicionados de extrato de antocianina das cascas de jabuticabas. ....	40
Figura 5- Espectros de absorção nas regiões UV/Visível (300 a 700 nm) do extrato de antocianina das cascas de jabuticabas em pHs de 3,0-10,0. ....	44
Figura 6- Espectro de absorção nas regiões UV/Visível na faixa de 300 a 700 nm dos filmes FC, FCA, e FSA. ....	47
Figura 7- Espectros de infravermelho dos filmes FC, FSA e FCA. ....	51
Figura 8- Termograma dos filmes FC, FCA e FSA. ....	55
Figura 9- Curvas de diferencial térmico dos filmes FC, FCA, e FSA.....	56
Figura 10- Fotografia dos filmes FSA, FCA, e FC ao longo do estudo de estabilidade.	58

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Variação das coordenadas de cor dos extratos de antocianinas em função da variação do pH do meio aquoso. ....	41
Tabela 2- Valores das coordenadas de cor, índice de brancura, e percentual de transparência dos filmes FC, FCA e FSA. ....	42
Tabela 3- Valores das coordenadas de cor e índice de brancura dos filmes FCA, em função da variação do pH do meio. ....	43
Tabela 4- Valores das coordenadas de cor e índice de brancura dos filmes FSA, em função da variação do pH do meio. ....	43
Tabela 5- Medidas de espessuras e das propriedades mecânicas dos filmes FC, FCA, e FSA. ....	48
Tabela 6- Solubilidade e Permeabilidade ao vapor d'água dos filmes FC, FCA, e FSA. ....	53
Tabela 7- Coordenadas de cor dos filmes FC, FCA, e FSA, após oito semanas de vida de prateleira. ....	57
Tabela 8- Valores das coordenadas de cor dos filmes aplicados ao leite pasteurizado..	59

## LISTA DE ABREVIACOES

**AS-** Alginato de sdio

**ASKG-** *Artemisias phaeoce phala Krasch*

**BACNs-** Antocianina do farelo de arroz preto

**CMC** - Carboximetilcelulose

**CNC** - Nanocristais de celulose

**CQDs-** Pontos qunticos de carbono à base de quitosana

**CRE** - Extrato de raiz de cebolinha chinesa

**CS-** Quitosana

**DTA** – Anlise trmica diferencial

**DTGS** - Detector com elemento em sulfato de triglicina deuterada

**FC** - Filme controle

**FCA-** Filme com ajuste de pH

**FSA-** Filme sem ajuste de pH

**FTIR-** Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier

**HCL-** cido clordrico

**M-** Molaridade

**pH-** Potencial hidrogeninico

**PVA-** lcool polivinlico

**TGA** – Anlise termogravimtrica

**UV-** Raios ultravioletas

PONCIANO, Carolina da Silva. **Desenvolvimento de filme a base de carboximetilcelulose e extrato de antocianina da jabuticaba (*Plinia cauliflora*) para indicação colorimétrica de alterações em alimentos.** 2023. 73 p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Itapetinga, 2023.

## RESUMO

Embalagens inteligentes são consideradas uma inovação na área de alimentos e dentre elas destacam-se as embalagens indicadoras, que informam sobre a qualidade dos alimentos em tempo real. Filmes indicadores podem ser produzidos a partir de compostos biodegradáveis incorporados com pigmentos naturais, tais como as antocianinas, e serem utilizados na confecção de embalagens inteligentes. Nesse viés, esse estudo objetivou desenvolver um filme à base de carboximetilcelulose, incorporado com antocianina de cascas de jabuticabas, para elaboração de embalagens inteligentes indicadoras de alterações em alimentos. Os extratos foram obtidos por extração com solvente utilizando água acidificada (ácido clorídrico, 1,5 M, pH 2), e foram avaliados quanto à absorção de energia no espectro UV/visível. Foi elaborado o filme controle (FC), o filme com adição de extrato de antocianina com ajuste de pH em 3 (FCA), e o filme com extrato de antocianina sem ajuste de pH (FSA, pH 5). Estes foram avaliados quanto aos atributos físicos, térmicos, e às propriedades de cor em diferentes pHs (3 a 10). Os extratos alteraram a cor quando submetidos a diferentes valores de pH, resultados comprovados pelas análises espectrofotométricas. O extrato bruto (pH 2) exibiu absorção máxima no comprimento de onda em 515 nm; os extratos com pHs ajustados (3-10) exibiram absorbância máxima em 520 nm, excetuando-se o extrato com pH ajustado em 8, no qual picos não foram formados. Esse comportamento indicou a presença de diferentes formas de antocianinas quando o extrato foi exposto em meios com diferentes valores de pH. Foi observado que, comparado ao filme controle, os filmes com adição do extrato na matriz polimérica de carboximetilcelulose proporcionou aumento da espessura em 40% para o FSA, e 60% para o FCA; redução de 29,11% da tensão máxima para o filme FSA, e 51% para o FCA; e redução de 17,76% do módulo de elasticidade para o filme FSA, e 20,42% para o FCA. Quanto às propriedades colorimétricas, a influência da antocianina na coloração dos filmes só foi observada na coordenada  $b^*$ , quando o pH foi ajustado para 10, para o filme FCA. Pela espectroscopia no infravermelho, observou-se que a antocianina se ligou parcialmente à CMC no filme FSA, e teve essa interação intensificada pela presença do HCL no filme FCA. Por meio da análise térmica, pouco efeito foi percebido pela incorporação do extrato na estabilidade térmica dos filmes. Os filmes permaneceram estáveis quanto à cor por mais de 50 dias em uma análise de vida de prateleira, ao abrigo da luz ( $25 \pm 2^\circ\text{C}$ ). Embalagens indicadoras de pH foram simuladas com os filmes e aplicadas em leite pasteurizado. Contudo a mudança de pH do meio não foi indicada pelo sistema. Observou-se que os filmes incorporados com antocianina exibiram características físicas adequadas para o desenvolvimento de materiais para embalagens inteligentes indicando serem promissores os estudos com este objetivo.

**Palavras-chave:** embalagens inteligentes; pigmento natural; biopolímero; embalagens biodegradáveis.

PONCIANO, Carolina da Silva. **Development of a film based on carboxymethyl cellulose and anthocyanin extract from jabuticaba (*Plinia cauliflora*) for colorimetric indication of changes in food.** 2023. 73 p. Dissertation (Master) - State University of Southwest Bahia, Graduate Program in Food Science and Engineering, Itapetinga, 2023.

## ABSTRACT

Intelligent packaging is considered an innovation in the food area. It can be used as an indicator package because of its capability to inform about the quality of food in real time. Indicator films can be produced from biodegradable compounds incorporated with natural pigments, such as anthocyanins, to manufacture intelligent packaging. Therefore, this study aimed to develop a film based on carboxymethylcellulose, incorporated with anthocyanins from jabuticaba fruit peels, for the elaboration of intelligent packaging indicators of changes in food. The extracts were obtained by solvent extraction using acidified water (hydrochloric acid, 1.5 M, pH 2) and evaluated through UV/visible spectroscopy. The control film (FC), the film added with anthocyanin extract pH adjustment to 3 (FCA), and the film with anthocyanin extract without pH adjustment (FSA) were prepared. The characteristics of these films were evaluated, such as physical, thermal, and color properties under different pHs (3 to 10). The extracts exhibited a color change under different pH values, results confirmed by spectrophotometric analysis. The pure extract (pH 2) showed maximum absorption at a wavelength of 515 nm; the extracts with adjusted pHs (3-10) showed maximum absorbance at 520 nm, except for pH8, in which no peaks formed, indicating different forms of anthocyanins under different pH values. It was observed that compared to the control, the addition of the extract provided an increase in thickness of 40% for the FSA and 60% for FCA; reduction of 29.11% of the maximum tension for the FSA film, and 51% for the FCA; and reduction of 17.76% of the elasticity module for the FSA film, and 20.42% for the FCA. Regarding the colorimetric features, the influence of anthocyanin was observed only for the FCA's b\* coordinate (pH 10). Also, it was noted through infrared spectroscopy that the anthocyanin bonded partially to CMC, which interaction enhanced by the presence of HCL in FCA films. Thermal analysis indicated the maintenance of the films' thermal stability with the low influence of the extract addition. The films remained color stable over 50 days according to the shelf life analysis. The intelligent films manufactured were applied to pasteurized milk. However this application is not recommended because, in pasteurized milk store conditions, the system was not able to indicate the degradation of the food. Still, it was observed that the films incorporated with anthocyanin exhibited physical characteristics suitable for the development of materials for intelligent packaging, however, as for the application in food, it is recommended that it be carried out in solid food.

**Keywords:** intelligent packaging; natural pigment; biopolymer; biodegradable packaging.

## I – REFERENCIAL TEÓRICO

### 1. INTRODUÇÃO GERAL

As embalagens inteligentes fazem parte da nova perspectiva da indústria de embalagens e são consideradas uma inovação na área de alimentos. Podem ser classificadas como embalagens indicadoras. Estas abrangem diferentes características e funções, como indicar perda de qualidade de alimentos, alterações de pH, alterações de tempo-temperatura, perda de frescor, entre outras alterações (POURJAVAHER et al., 2017; COSTA et al., 2020; MOHAMMADALINEJHAD; ALMASI; MORADI, 2020; RAN et al., 2022; RAI et al., 2023).

Quando aplicados em alimentos, esses materiais não devem alterar as características do produto. Sua funcionalidade consiste em interagir com algum fator relacionado às modificações na qualidade dos alimentos ou das condições de armazenamento a qual está exposto, e então informar essas mudanças, em tempo real, por meio de mecanismos de ação particulares para cada sistema de embalagem e alimento, como reações de oxidação e mudanças da estrutura da embalagem. Exemplo deste mecanismo é a alteração de cor da embalagem de acordo com a perda de frescor e qualidade do produto (BARSKA; WYRWA, 2017; MA; CAO; WANG, 2018; RODRIGUES et al., 2021; TEIXEIRA et al., 2021).

Embalagens inteligentes podem ser compostas por filmes desenvolvidos a partir de materiais de origem vegetal como amido (COSTA et al., 2020) celulose (GOMES et al., 2022), ou a partir de derivados de polissacarídeos animais como quitina e quitosana (FERNÁNDEZ-MARÍN et al., 2022; CHEN et al., 2021), derivados de proteínas de origem animal como a gelatina (ALPASLAN et al., 2020), dentre outros. A carboximetilcelulose é um polímero derivado da celulose, tem potencial para ser utilizado como matriz polimérica no desenvolvimento de materiais indicadores, pois apresenta comportamento pseudoplástico, é inodor e incolor, além de possuir uma ampla compatibilidade com pigmentos naturais (LI et al., 2020). Estas características permitem a produção de sistemas inteligentes capazes de indicar o estado de conservação do alimento, facilitando a tomada de decisão no momento da compra pelo consumidor.

Dentre os pigmentos naturais que podem ser incorporados em matrizes poliméricas para produzir filmes inteligentes, destacam-se as antocianinas (FREITAS, 2019). As antocianinas são pigmentos naturais de origem vegetal, responsáveis pela coloração de várias plantas como jabuticaba, repolho roxo, uvas vermelhas, rabanete vermelho, cerejas, farelo de arroz preto, berinjela preta/roxa, ameixa preta, batata doce roxa, entre outros (BEGNINI et al., 2019; ABEDI-FIROOZJAH et al., 2022). Extratos de antocianinas podem ser utilizados para produzir filmes inteligentes com potencial indicador de alterações em alimentos, visto que, mudanças de pH podem indicar deterioração em muitos alimentos, e as antocianinas mudam de cor de acordo com alterações de pH (VEDOVE; MANIGLIA; TADINI, 2021).

Diversos trabalhos apontam a efetividade da ação indicadora da antocianina incorporada em matrizes poliméricas para produção de filmes inteligentes, como o uso do extrato de antocianina do repolho roxo em filme à base de amido e celulose (BEGNINI et al., 2019); filmes à base fécula de mandioca com antocianinas de *Lycium ruthenicum* (QIN et al., 2019); filmes de amido, álcool polivinílico e quitosana adicionados com antocianina da Roselle (ZHANG et al., 2019); filmes à base de álcool polivinílico e polissacarídeo de mucilagem de quiabo incorporados com antocianinas de rosa (KANG et al., 2020); filmes de quitosana, álcool polivinílico e antocianinas do jambolão (MERZ et al., 2020); filmes à base de amido de semente de jaca com antocianina das cascas de uvas pretas (COSTA et al., 2021). Com base nestes estudos, nota-se o potencial indicador colorimétrico das antocianinas.

Tendo em vista o potencial da carboximetilcelulose e da antocianina para produção de filmes inteligentes, e visto que na literatura não se encontrou nenhum estudo que tenha avaliado a utilização de antocianinas da casca da jabuticaba para desenvolver embalagens inteligentes à base de carboximetilcelulose, a presente pesquisa buscou desenvolver e caracterizar um filme inteligente utilizando essas matérias como uma alternativa inovadora para a indústria de alimentos. Portanto, o estudo teve como objetivo desenvolver e caracterizar filmes à base de carboximetilcelulose acrescidos de extrato de antocianina da jabuticaba para indicar alterações de pH em alimentos.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRAFICA**

### **2.1. Embalagens**

Embalagens podem ser definidas como artigos que acondicionam produtos visando à proteção contra contaminações e agentes externos, desde a fabricação até a distribuição desses produtos. Promovem também a preservação da integridade física e química dos componentes embalados e beneficiam o transporte dos mesmos. Possuem a capacidade de armazenar produtos temporariamente, individualmente ou agrupando unidades, com a finalidade de estender a sua vida de prateleira e facilitar sua distribuição, identificação, e consumo (BRASIL, 2001; YILDIRIM et al., 2018; SINGH; GAIKWAD; LEE, 2018).

As embalagens de alimentos em sua diversidade apresentam os seguintes objetivos: i) proteger os alimentos contra adulteração e perda da integridade; ii) viabilizar o transporte, distribuição e manuseio; iii) conservar e preservar a qualidade dos alimentos; iv) informar o consumidor primordialmente sobre o produto e processo, e também sobre métodos de preparo e modo de armazenamento; v) divulgar a marca e vender o produto. A embalagem é o primeiro contato do consumidor com o produto, este fato a caracteriza como um veículo de venda e de divulgação da marca e da sua identidade, portanto é considerada uma das principais características avaliadas em um produto no momento da compra (MULLER; SCHMID, 2019).

Para que uma embalagem exerça suas funções com êxito, ela necessita de uma estrutura física resistente e funcional que suporte cada etapa. As embalagens podem ser classificadas em três níveis, que são: embalagens primárias, aquelas que entram em contato direto com o alimento, podendo ser a lata, o vidro, o papel, a celulose, ou o plástico. As embalagens secundárias entram em contato com as embalagens primárias, apresentam como principal objetivo a proteção contra danos físicos e mecânicos durante a distribuição, geralmente são confeccionadas em material de caixas de cartão, plástico ou de cartolina, e podem envolver uma ou mais embalagens primárias; as embalagens terciárias são responsáveis pela proteção do alimento durante o transporte, agrupam diversas embalagens secundárias, sendo este grupo constituído principalmente por caixas de cartão canelado ou caixas plásticas (ALTINO; CUNHA, 2022).

No entanto, apesar da contribuição das embalagens tradicionais para a distribuição de alimentos em larga escala, é necessária uma resposta às mudanças



conceituais da sociedade, na qual se destaca a busca por produtos saudáveis, de boa qualidade, embalados em materiais que visam à preservação do meio ambiente. Para atender essas demandas, novas tecnologias de embalagens estão sendo desenvolvidas, como embalagens que visam comunicar a perecibilidade ou qualidade dos alimentos, sendo estas classificadas como embalagens inteligentes (MULLER; SCHMID, 2019; GAIKWAD; SINGH; AJJI, 2019). As embalagens inteligentes podem ser desenvolvidas a partir de materiais biodegradáveis, como o amido (COSTA et al., 2020), a celulose (GOMES et al., 2022), a quitosana (AZADBAKHT et al., 2018), a carboximetilcelulose (ROY; KIM; RHIM, 2021), entre outros.

## **2.2. Embalagens inteligentes**

O avanço tecnológico possibilitou a criação das embalagens inteligentes com aplicação em alimentos. Além de exercer as funções tradicionais, as embalagens inteligentes contribuem para a garantia da segurança do consumidor, pois são capazes de captar e reagir às variações de qualidade dos produtos e, ou, do ambiente ao qual o mesmo está exposto, atuando como indicadora de alterações da composição do alimento embalado, em tempo real. Esses métodos de indicação não devem influenciar nas propriedades dos alimentos, incluindo as características sensoriais. Portanto, as embalagens inteligentes atuam como uma extensão da função de comunicação da embalagem tradicional (SCHAEFER; CHEUNG, 2018).

As embalagens inteligentes podem ser classificadas como portadoras de dados como os códigos de barras e etiquetas de identificação por radiofrequência, designadas especificamente para distribuição, rastreabilidade e armazenamento; embalagens inteligentes com sensores, estas visam à quantificação de analitos nos alimentos; e por fim as indicadoras, que indicam o estado de conservação e armazenamento do produto de forma qualitativa. Os indicadores são classificados como internos (indicadores microbianos e de vazamento), externos (indicadores de choque físico), e os interativos (indicadores de tempo-temperatura, de frescor, colorimétricos e de alterações de qualidade e concentração de gases) (AHMED et al., 2018; GHAANI; COZZOLINO; CASTELLI; FARRIS, 2016).

Dentre as embalagens inteligentes destacam-se as produzidas com indicadores colorimétricos devido à simplicidade de comunicação com o consumidor. Indicadores colorimétricos podem ser produzidos pela incorporação de corantes naturais, como os

pigmentos antocianinas, em matrizes poliméricas. Estes indicadores permitem o monitoramento da qualidade do produto em tempo real e possibilitam a detecção visual de alterações nas propriedades do alimento por meio de mudanças na cor da embalagem. Além do uso de compostos sintéticos, pigmentos naturais sensíveis às alterações de temperatura, gases, e pH têm sido estudados para produção de embalagens inteligentes. Uma base polimérica com grande potencial de aplicação é a carboximetilcelulose por ser de fonte natural e biodegradável, características importantes para a sustentabilidade do processo (XAVIER, 2022; VEDOVE; MANIGLIA; TADINI, 2021; TEIXEIRA; SOARES; STRINGHETA, 2021).

### **2.3. Polímeros usados na produção de embalagens inteligentes**

Os polímeros são macromoléculas, ou seja, são moléculas de alto peso molecular, constituídas por grandes cadeias de átomos. As propriedades de um polímero são determinadas principalmente pelas interações intramoleculares ou intermoleculares, pela estrutura, tamanho da molécula, taticidade, cristalinidade, polaridade, processo e arranjo. Podem ser encontrados na natureza, como os polissacarídeos e os ácidos nucléicos, ou sintetizados, como o ácido polifosfórico. Devido à ampla variedade de materiais inclusos nessa classe, com distintas características físicas e estruturais, os polímeros possibilitam uma vasta aplicação na indústria de embalagens (LIMA et al., 2018; SILVA, 2009).

Os polímeros utilizados na produção de embalagens podem ser biodegradáveis ou não, a escolha desse material influencia na qualidade do produto, e na aceitação por parte dos consumidores. A sociedade tem desenvolvido consciência quanto ao prejuízo ambiental causado pelo alto consumo e descarte de embalagens de material não biodegradável. Como alternativa para a redução desse prejuízo, estudos sobre polímeros biodegradáveis para aplicação em embalagens têm sido desenvolvidos. Estes materiais podem ser degradados em um curto período de tempo no meio ambiente por ação de enzimas, como as derivadas da Proteinase K, Lipase da *Candida cylindracea*, Esterase de fígado suíno, Lipases Novozym, Lipase de *Candida rugosa*, entre outras; e microrganismos dos tipos *Aspergillus versicolor*, *Penicillium*, *Bacillus*, *Thermopolyspora*, *Rhizopus oryzae*, *Aspergillus Níger*, entre outros (SOARES et al., 2018; COSTA et al., 2015).

Dentre as opções para o desenvolvimento de materiais biodegradáveis, estão os biopolímeros, constituídos por macromoléculas compostas por unidades repetitivas de monômero, ligadas por ligações covalentes. Esses polímeros incluem categorias como proteínas, polissacarídeos e ácidos nucleicos, são provenientes de fontes naturais e podem apresentar biodegradabilidade e biocompatibilidade com tecidos vivos. São uma ótima alternativa para a substituição de materiais não biodegradáveis na produção de embalagens, visto que, além da contribuição para o meio ambiente, estes são abundantes na natureza e podem ser utilizados na produção de filmes biodegradáveis com aplicação em alimentos. As bases poliméricas naturais mais utilizadas na produção de filmes e revestimentos são as proteínas (gelatina, glúten de trigo, proteína do soro de leite, zeína, colágeno, caseína), polissacarídeos (amido, celulose, pectina, quitosana, alginato, gomas e outros) e lipídios (monoglicerídeos acetilados, ácido esteárico, ceras, ésteres de ácidos graxos), ou a combinação destes componentes (MULLER. ZOLLFRANK; SCHMID, 2019; MOHAMED et al., 2020). Dentre os derivados de biopolímeros existentes, a carboximetilcelulose também é considerada como uma alternativa para desenvolvimento de materiais biodegradáveis e embalagens inteligentes, com o objetivo de amenizar problemas ambientais e baratear o avanço dessa nova tecnologia de embalagens.

#### **2.4. Carboximetilcelulose**

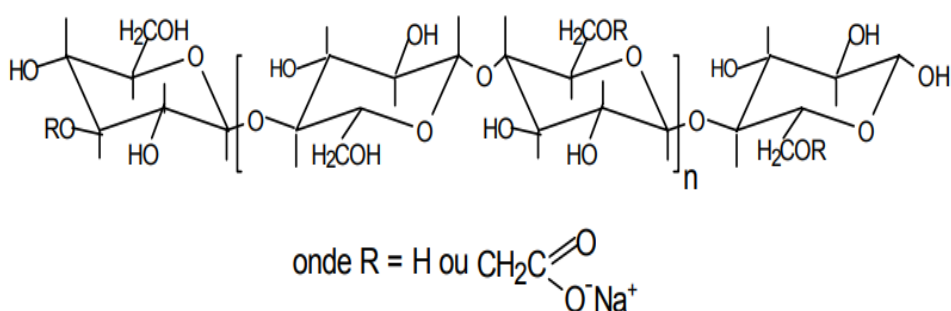
A carboximetilcelulose (CMC) é um polissacarídeo derivado da celulose, polímero mais abundante na natureza. A CMC é formada pela reação entre a celulose, o hidróxido de sódio em suspensão e o ácido monocloroacético. Geralmente é apresentada na forma de sal de sódio, é extremamente solúvel em água. Suas características permitem a aplicação em diversas indústrias, como a indústria de embalagens (SANTOS et al., 2021).

As características físico-químicas da CMC são baseadas no grau de substituição, no grau de polimerização, na disposição dos grupos carboximetila por toda a extensão da cadeia polimérica, e na pureza do produto. O grau de polimerização influencia na viscosidade do polímero e está relacionado com o aumento da massa molar. O grau de substituição é definido pela quantidade de grupos hidroxilas substituídos pelos grupos carboximetilas em relação ao número médio de monômeros, cuja estrutura pode ser observada na Figura 1. As propriedades mais importantes para dispersão da CMC estão relacionadas à sua alta solubilidade em água e em diversos solventes orgânicos, a

estabilidade frente ao cisalhamento, e ao comportamento reológico (SANTOS 2020; LI et al., 2020).

Dentre os polímeros naturais utilizados na síntese de filmes inteligentes a CMC tem ganhado destaque, já que apresenta características como biodegradabilidade, baixa citotoxicidade, alta manuseabilidade e transparência, matriz contínua com possibilidade de modificações na sua estrutura, flexibilidade, resistência moderada a ruptura, atua como barreira moderada à umidade e ao oxigênio, e possui alta compatibilidade, característica que permite sua junção a matérias-primas como os pigmentos naturais (BARBOZA et al., 2022; ROY; RHIM, 2020).

**Figura 1-** Representação da cadeia CMC



**Fonte:** Adaptado de MACHADO, 2000.

Alguns estudos avaliaram o desempenho da carboximetilcelulose na elaboração de filmes inteligentes, conforme descritos a seguir.

Oliveira et al. (2009) elaboraram filmes de carboximetilcelulose (CMC), alginato de sódio (AS), e suas misturas, e avaliaram às interações entre os polímeros, a morfologia, a capacidade do material de absorção de água, e a aplicação como revestimento de sementes. Por meio da análise de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), os autores observaram que apenas interações hidrofóbicas ocorreram entre os polímeros. Espectros na região de  $1800\text{-}500\text{ cm}^{-1}$  dos componentes puros e das misturas CMC/AS (50/50) confirmaram similaridade das estruturas químicas dos dois biopolímeros. Bandas de absorção características da CMC foram observadas em  $1596\text{ cm}^{-1}$ ,  $1418\text{ cm}^{-1}$ ,  $1324\text{ cm}^{-1}$  e  $1063\text{ cm}^{-1}$ . Visualmente os filmes com CMC exibiram maior transparência, a aplicação dos filmes nas sementes não afetaram sua capacidade germinativa.

Tongdeesoontorn et al. (2011) estudaram filmes à base de fécula de mandioca e diferentes concentrações de CMC. Interações intermoleculares entre a fécula de mandioca e a CMC foram observadas por meio do deslocamento de bandas características dos grupos carboxila (C = O) e dos grupos OH, que foram determinadas por FTIR. O aumento da concentração de CMC nos filmes aumentou a resistência à tração, reduziu o alongamento na ruptura, e diminuiu a solubilidade em água, devido à maior interação entre a fécula de mandioca e o CMC.

Motta (2012) desenvolveu filmes de CMC incorporados com  $\alpha$ -tocoferol (TC). Foi observado que os filmes compostos por CMC e TC separaram fases, diferentemente dos filmes de CMC puro, por serem mais homogêneos. Pela análise de cor, foi determinado que os filmes eram transparentes, sem grandes variações de cor. Os autores concluíram que os filmes desenvolvidos apresentaram potencial para aplicação como embalagens biodegradáveis na indústria de alimentos.

Seslija et al. (2018) elaboraram filmes à base de pectina, adicionados de carboximetilcelulose, para aplicação em alimentos. Os filmes foram analisados por FTIR, no qual foi observado que o grupo carboxila da pectina interagiu com a CMC, enquanto os grupos OH estavam envolvidos em ligações de hidrogênio entre polímeros do mesmo tipo. A adição de carboximetilcelulose melhorou as propriedades mecânicas dos filmes em comparação com os filmes de pectina, enquanto a análise de termogravimetria (TGA) confirmou a estabilidade térmica quanto à sua potencial aplicação como material de embalagem.

Riaz et al. (2020) desenvolveram filmes de CMC contendo extrato de raiz de cebolinha chinesa (CRE), em diferentes concentrações. Nesse estudo foi possível observar que interações entre polifenóis e CMC (incluindo ligação de hidrogênio e força hidrofóbica) expandiu a estrutura do filme, causando aumento de sua espessura; redução da resistência à tração, da solubilidade em água, e da permeabilidade ao vapor de água. Foi visto que a presença de grupos carboxílicos na molécula de CMC é o principal responsável por seu inchaço intrínseco. Quanto maior a concentração de CRE adicionada ao CMC, menor foi a solubilidade observada em água. Esse efeito foi explicado pelos autores pela formação de fortes ligações de hidrogênio entre a matriz CMC e os compostos polifenólicos do extrato, essas interações reduziram a disponibilidade de grupos hidroxila e carboxílicos que podem interagir com a água, diminuindo assim a solubilidade em água dos filmes.

Li et al. (2020) isolaram nanocristais de celulose (CNC) da casca de ervilha e avaliaram sua capacidade de reforço em filmes de CMC. Também foram produzidos filmes de CMC puro como controle, no qual foram observadas superfícies homogêneas e lisas, e alta transparência. Os filmes com teor >7% de CNC apresentaram aglomeração dos compostos em sua superfície. Por meio dos espectros de FTIR não foi observado reação química entre CMC e CNC nos filmes. A adição de CNC melhorou a resistência à tração e aumentou o módulo de elasticidade comparada com o filme de CMC puro. Essas alterações foram atribuídas à forte interação interfacial através de ligações de hidrogênio entre a matriz CNC e CMC.

Xavier et al. (2022) trabalharam com filmes de carboximetilcelulose, incorporados com extrato do bagaço de uvas *Vitis vinifera*, visando à aplicação desses filmes em cascas de maçã para proteção contra raios ultravioletas (UV). Os filmes e soluções foram caracterizados a partir de técnicas analíticas como a FTIR, pela qual foi observada a presença de grupos-OH (3500-3200 cm<sup>-1</sup>) e C=C de anéis aromáticos (1700-1500 e 667 cm<sup>-1</sup>) evidenciando a presença dos polifenóis no extrato utilizado; e a espectrofotometria UV-Vis pela qual foi identificado que com o aumento da espessura dos filmes, maior foi a intensidade de absorção em 2,069 nm. Dessa forma os autores concluíram que maiores concentrações de extrativo nas dispersões poliméricas podem proteger melhor as maçãs contra raios UV.

Riahi et al. (2022) elaboraram filmes à base de CMC, incorporados com pontos quânticos de carbono à base de quitosana (CQDs), como materiais funcionais para aplicações de embalagens ativas. Os autores obtiveram filmes transparentes, indicando que o CQD estava uniformemente disperso no filme de CMC. O filme de CMC puro era incolor, mas o filme adicionado de CQD exibiu uma cor amarela clara, com variação da cor dependente da concentração de CQD. A espessura do filme de CMC não foi alterada pela adição de CQD, enquanto a barreira ao vapor de água do filme diminuiu significativamente com a adição de CQD.

A partir desses estudos, conclui-se que os filmes a base de carboximetilcelulose, de forma geral, possuem boa compatibilidade, transparência, e potencial para uso como embalagens na indústria de alimentos.

## **2.5. Embalagens com pigmentos naturais**

Os pigmentos naturais, também conhecidos por corantes ou ativos naturais, são obtidos a partir de organismos vivos ou minerais, na maioria das vezes, são extraídos de material vegetal. As aplicações de pigmentos naturais em alimentos e em embalagens têm aumentado devido à preocupação dos consumidores com os efeitos prejudiciais dos pigmentos e corantes sintéticos à saúde. Os pigmentos naturais são constituídos por diversas estruturas químicas e são classificados em três grupos: os carotenóides, subdivididos em carotenos e xantofilas, amplamente difundidos na natureza nas cores entre amarelo e vermelho; as clorofilas, de cor verde, e assim como os carotenóides, são solúveis em lipídeos e solventes orgânicos; e os flavonóides, que compõem um vasto grupo de pigmentos, exibindo as cores laranja, vermelho, violeta, e azul. (MOHAMMADIAN; ALIZADEH-SANI; JAFARI, 2020; GONÇALVES, 2018). Neste último grupo encontram-se a classe das antocianinas, pigmento destacado na presente pesquisa.

### **2.5.1. Antocianinas**

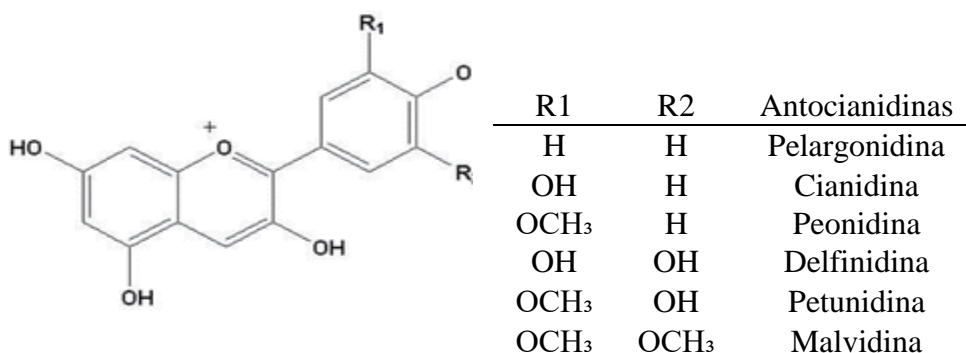
As antocianinas são compostos derivados das antocianidinas, que tem envolvido uma ou mais hidroxilas em ligações com açúcares, aos quais podem estar ligados a ácidos fenólicos. Os compostos aos quais as antocianidinas estão ligadas caracterizam os tipos de antocianinas existentes. De acordo com o número de moléculas de açúcares presentes, as antocianinas podem ser classificadas em monoglicosídeos, diglicosídeos, e triglicosídeos. São pigmentos presentes nos caules, folhas, flores, e frutos, e é um importante corante alimentício natural (ROY et al. 2021; VEDOVE; MANIGLIA; TADINI, 2021).

Diversos fatores ambientais afetam a produção das antocianinas nos tecidos vegetais e a estabilidade da cor desse pigmento, o qual é influenciado por fatores como pH, temperatura, presença de gases, concentração de açúcares, deficiência de nutrientes como nitrogênio, fósforo, enxofre, dentre outros. Em geral, soluções de antocianina apresentam coloração vermelha mais intensa em pH abaixo de 2,0; em pH de 5,0 a 6,0, a coloração vermelha tende a desaparecer devido à formação da estrutura hemiacetálica incolor; e ao elevar o pH para condições mais básicas, as antocianinas apresentam uma coloração azulada, após estocagem ou aquecimento, tornam-se amareladas. Sua

sensibilidade à variação de cores de acordo com o pH do meio em que se encontra possibilita seu uso como indicador natural promissor para aplicação em embalagens inteligentes (MAZZA; BROUILLARD, 1987; VEDOVE; MANIGLIA; TADINI, 2021).

As formas agliconas das antocianinas, também chamadas de antocianidinas, são estruturalmente baseadas no íon flavílio ou 2-fenilbenzopirílium, e diferem-se pelo grau de metoxilação e hidroxilação dos anéis, e pela posição em que se encontram. As estruturas responsáveis pela coloração das antocianinas são o cátion flavílio e a base quinoidal, sendo o carbinol e a trans-chalcona incolores, e acis-chalcona amarela. De acordo com o número e a posição das porções hidroxila e metoxila, do tipo e número de açúcares ligados, e também da ligação de ácidos, mais de 635 antocianinas foram identificadas. As antocianidinas mais conhecidas podem ser observadas na Figura 2, entre elas destaca-se a cianidina por ser a principal antocianidina encontrada em diferentes bagas como mirtilo, groselhas negras, jabuticaba, entre outros. Os frutos da jabuticaba têm coloração arroxeada quando maduros e as cascas são ricas em antocianinas, dentre elas a cianidina-3-glicosídeo (SILVA, 2011; LI; LUO; ZHAO; CHEN, 2017; RAKIC et al., 2019).

**Figura 2-** Estrutura das antocianidinas mais comumente encontradas em alimentos.



**Fonte:** Adaptado de LI et al., 2017.

Nesse contexto, as antocianinas são corantes alternativos para aplicação em embalagens inteligentes porque são seguras e não tóxicas no que diz respeito à saúde e ao meio ambiente. Alguns estudos revelam o potencial indicador da adição de antocianina em filmes.



Liang et al. (2018) estudaram filmes produzidos com goma de *Artemisia phaeocephala* Krasch (ASKG), com antocianina da cebola roxa, e obtiveram como resultado um gel fraco. Os autores observaram a interação entre as moléculas ASKG com o extrato por meio de ligações de hidrogênio, confirmadas por análise de FTIR. A incorporação do extrato diminuiu a resistência à tração, o alongamento, a permeabilidade ao vapor de água, a taxa de transmissão de luz, e as temperaturas de perdas de massa, conforme indicadas pelos resultados de TGA. Foi observado, por meio da análise de espectroscopia UV-Vis, que houve variação da cor rosa para laranja quando o pH do extrato alterou de 2,0 para 11,0, enquanto a cor do filme em soluções tampão mudou de vermelho (pH 3,0) a marrom (pH 11,0).

Wu et al. (2019) desenvolveram filmes inteligentes à base de quitosana e nanocristais de quitina, incorporados com diferentes concentrações de antocianina do farelo de arroz preto (BACNs). As soluções de antocianinas, avaliadas por espectroscopia no UV-Vis, exibiram variações de cor de vermelho a verde acinzentado, em uma faixa de pH de 2,0–12,0. A adição de BACNs aos filmes ocasionou a redução das propriedades mecânicas e de barreira. Os filmes contendo 3% de BACNs foram capazes de monitorar a deterioração de peixes e camarões por mudanças de cor visíveis. Portanto, apresentam potencial para uso em embalagens de alimentos inteligentes para monitorar a deterioração de alimentos de origem animal.

Roy et al. (2021) estudaram filmes a base de carboximetilcelulose/ágar, adicionados de extrato de antocianina, e observaram compatibilidade entre os compostos na matriz polimérica. A adição de antocianina provocou melhora na resistência mecânica e nas propriedades de barreira ao vapor de água, sem modificar a estabilidade térmica dos filmes. O filme indicador de cor exibiu excelentes propriedades de barreira UV, sem reduzir consideravelmente a transparência. Também exibiu alterações de cor em diferentes faixas de pH (2 a 12), cujas características colorimétricas foram consideradas excelentes para a detecção de gás ácido e básico. Dessa forma, os autores acreditam que os filmes indicadores de cor à base de CMC/ágar têm potencial para aplicação, como embalagens inteligentes, pois podem indicar mudanças na qualidade dos alimentos embalados em tempo real.

Sani et al. (2021) produziram filmes inteligentes à base de metilcelulose e quitina, incorporados com antocianinas de bérberis, pelo método casting, para indicação de mudanças de pH. A adição de antocianinas na matriz polimérica acarretou no melhoramento das propriedades mecânicas, de resistência à umidade, maior proteção

UV-vis, e maior barreira ao vapor de água. Os filmes mudaram de cor em resposta à perda de frescor do filé de peixe. Portanto, os resultados sugerem que esse pigmento natural é uma boa alternativa aos corantes sintéticos para aplicação em embalagens inteligentes contendo sensores/indicadores capazes de monitorar o frescor e a deterioração dos produtos alimentícios em tempo real.

Koshy et al. (2021) desenvolveram filmes colorimétricos biodegradáveis à base de amido, incorporado com pontos de carbono e extrato de antocianina da flor de *Clitoria ternatea*, como indicador de pH. O filme apresentou distribuição homogênea na matriz do polímero, maiores propriedades de resistência mecânica, barreira à água, e atividade antioxidante. Demonstrou variação de cor em diferentes pHs devido à presença da antocianina. O filme foi aplicado em carne suína e visualmente alterou a coloração de roxa para verde com o tempo de armazenamento. Concluiu-se que o filme desenvolvido com a presença do extrato de antocianina pode ser utilizado para monitorar o frescor de produtos alimentícios como carne de porco.

Amaregouda et al. (2022) elaboraram filmes ativos e inteligentes a base de quitosana/álcool polivinílico com antocianina de *Jacaranda cuspidi folia* (CS/PVA). A adição de antocianina aos filmes de CS/PVA reduziu a transmissão de luz UV-Vis e a transparência dos filmes. Ao utilizar maior concentração de antocianina nos filmes, foi possível observar melhora da permeabilidade ao oxigênio, da capacidade de retenção de umidade, e da taxa de transmissão de vapor de água. Ademais, os filmes exibiram coloração rosa em meio ácido, enquanto cinza a amarelado em solvente básico. Os resultados obtidos sugerem que os filmes com antocianina apresentam potencial para aplicação como indicadores de qualidade no sistema de embalagem de alimentos marinhos.

Com base nos estudos supracitados é perceptível que, de forma geral, as antocianinas alteram a coloração quando muda o pH, contudo vai depender da fonte das antocianinas, e a matriz a qual ela foi inserida. Portanto, qualquer mudança no processo e na matéria-prima deve ser estudada para produção de filmes inteligentes.

### 3. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABEDI-FIROOZJAH, R.; YOUSEFI, S.; HEYDARI, M.; SEYEDFATEHI, F.; JAFARZADEH, S.; MOHAMMADI, R.; GARAVAND, F. Application of red cabbage anthocyanins as pH-sensitive pigments in smart food packaging and sensors. **Polymers**, v. 14, n. 8, p. 1629, 2022. <https://doi.org/10.3390/polym14081629>
- AHMED, I.; LIN, H.; ZOU, L.; LI, Z.; BRODY, A. L.; QAZI, I. M.; SUN, L. An overview of smart packaging technologies for monitoring safety and quality of meat and meat products. **Packaging Technology and Science**, v. 31, n. 7, p. 449, 2018. <https://doi.org/10.1002/pts.2380>
- ALPASLAN, D.; DUDU, T. E.; ŞAHINER, N.; AKTAS, N. Synthesis and preparation of responsive poly (Dimethyl acrylamide/gelatin and pomegranate extract) as a novel food packaging material. **Materials Science and Engineering: C**, v. 108, p. 110339, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.110339>
- ALTINO, R. C.; CUNHA, C.A Importância do Sistema Embalagem para os Projetos de Vacinas na Indústria Pública. **Boletim do Gerenciamento**, v. 31, n. 31, p. 36-45, 2022. ISSN 2595-6531
- AMAREGOUDA, Y.; KAMANNA, K.; GASTI, T. Fabrication of intelligent/active films based on chitosan/polyvinyl alcohol matrices containing Jacaranda cuspidifolia anthocyanin for real-time monitoring of fish freshness. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 218, p. 799-815, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.07.174>
- AZADBAKHT, E.; MAGHSOUDLOU, Y.; KHOMIRI, M., KASHIRI, M. Development and structural characterization of chitosan films containing Eucalyptus globulus essential oil: Potential as an antimicrobial carrier for packaging of sliced sausage. **Food packaging and shelf life**, v. 17, p. 65-72, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2018.03.007>
- BARBOZA, H. T. G.; SOARES, A. G.; FERREIRA, J. C. S.; SILVA, O. F. (2022). Filmes e revestimentos comestíveis: conceito, aplicação e uso na pós-colheita de frutas, legumes e vegetais. **Research, Society and Development**, v. 11, n. 9, p. e9911931418-e9911931418, 2022. <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v11i9.31418>
- BARSKA, A.; WYRWA, J. Innovations in the food packaging market intelligent packaging a review. **Czech Journal of Food Sciences**, v. 35, n. 1, p. 1-6, 2017. <https://doi.org/10.17221/268/2016-CJFS>
- BEGNINI, M. L.; SANTOS, N. R.; TOLEDO, A. L. O.; OLIVEIRA, G. N. R.; SILVA, L. T. G.; OLIVEIRA, T. T. Obtenção de bioplástico com antocianina reforçado com nanocelulose extraída da fibra da banana. **Brazilian Journal of Development**, v. 5, n. 12, p. 28405-28415, 2019. <https://doi.org/10.34117/bjdv5n12-024>
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 91, de 11 de maio de 2001. Dispõe sobre o Regulamento Técnico para a Rotulagem de Alimentos Embalados. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 14 maio 2001. Seção 1, p. 53-57.
- CHEN, M.; YAN, T.; HUANG, J.; ZHOU, Y.; HU, Y. Fabrication of halochromic smart films by immobilizing red cabbage anthocyanins into chitosan/oxidized-chitin nanocrystals composites for real time hairtail and shrimp freshness monitoring. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 179, p. 90-100, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.02.170>

- COSTA, C. Z.; ALBUQUERQUE, M. D. C.; BRUM, M. C.; CASTRO, A. M. D. Degradação microbiológica e enzimática de polímeros: uma revisão. **Química Nova**, v. 38, p. 259-267, 2015. <http://dx.doi.org/10.5935/0100-4042.20140293>
- COSTA, L. A. D.; DIÓGENES, I. C. N.; OLIVEIRA, M. D. A.; RIBEIRO, S. F.; FURTADO, R. F.; BASTOS, M. D. S. R.; BENEVIDES, S. D. Smart film of jackfruit seed starch as a potential indicator of fish freshness. **Food Science and Technology**, 41, 489-496, 2021. <https://doi.org/10.1590/fst.06420>
- COSTA, L. A. D.; DIÓGENES, I. C. N.; OLIVEIRA, M. D. A.; RIBEIRO, S. F.; FURTADO, R. F.; BASTOS, M. D. S. R.; BENEVIDES, S. D. Smart film of jackfruit seed starch as a potential indicator of fish freshness. **Food Science and Technology**, v. 41, p. 489-496, 2020. <https://doi.org/10.1080/87559129.2021.1963979>
- DRAGO, E.; CAMPARDELLI, R.; PETTINATO, M.; PEREGO, P. Innovations in smart packaging concepts for food: an extensive review. **Foods**, v. 9, n. 11, pág. 1628, 2020. <https://doi.org/10.3390/foods9111628>
- FERNÁNDEZ-MARÍN, R.; FERNANDES, S. C.; SÁNCHEZ, M. Á. A.; LABIDI, J. Halochromic and antioxidant capacity of smart films of chitosan/chitin nanocrystals with curcuma oil and anthocyanins. **Food Hydrocolloids**, v. 123, p. 107119, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107119>
- FREITAS, V. O mundo colorido das antocianinas. **Revista de Ciência Elementar**, v. 7, n. 2, 2019. <http://doi.org/10.24927/rce2019.017>
- GAIKWAD, K. K.; SINGH, S.; AJJI, A. Absorventes de umidade para aplicações de embalagens de alimentos. **Cartas de Química Ambiental**, v. 17, n. 2, pág. 609-628, 2019. <https://doi.org/10.1007/s10311-018-0810-z>
- GHAANI, M.; COZZOLINO, C. A.; CASTELLI, G.; FARRIS, S.. An overview of the intelligent packaging technologies in the food sector. **Trends in Food Science & Technology**, v. 51, p. 1-11, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2016.02.008>
- GOMES, V.; PIRES, A. S.; MATEUS, N.; FREITAS, V.; CRUZ, L. Pyranoflavylum-cellulose acetate films and the glycerol effect towards the development of pH-freshness smart label for food packaging. **Food Hydrocolloids**, v. 127, p. 107501, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2022.107501>
- GONÇALVES, A. A.; PASSOS, M. G.; BIEDRZYCKI, A. **Percepção do consumidor com relação à embalagem de alimentos: tendências**. Estudos Tecnológicos, São Leopoldo, v. 4, n. 3, p. 271-283, 2008. <https://doi.org/10.4013/ete.20083.10>
- KANG, S.; WANG, H.; XIA, L.; CHEN, M.; LI, L.; CHENG, J.; JIANG, S. Colorimetric film based on polyvinyl alcohol/okra mucilage polysaccharide incorporated with rose anthocyanins for shrimp freshness monitoring. **Carbohydrate Polymers**, v. 229, p. 115402, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115402>
- KOSHY, R. R.; KOSHY, J. T.; MARY, S. K.; SADANANDAN, S.; JISHA, S.; POTHAN, L. A. Preparation of pH sensitive film based on starch/carbon nano dots incorporating anthocyanin for monitoring spoilage of pork. **Food Control**, v. 126, p. 108039, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2021.108039>
- LI, D.; WANG, P.; LUO, Y.; ZHAO, M.; CHEN, F. Health benefits of anthocyanins and molecular mechanisms: Update from recent decade. **Critical reviews in food science and nutrition**, v. 57, n. 8, p. 17291741, 2017. <https://doi.org/10.1080/10408398.2015.1030064>

- LI, H.; SHI, H.; HE, Y.; FEI, X.; PENG, L. Preparation and characterization of carboxymethyl cellulose-based composite films reinforced by cellulose nanocrystals derived from pea hull waste for food packaging applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 164, p. 4104-4112, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.09.010>
- LIANG, T.; SUN, G.; CAO, L.; LI, J.; WANG, L. Comportamento reológico de soluções formadoras de filme e propriedades do filme de *Artemisia phaeocephala* Krasch. goma e extrato de casca de cebola roxa. **Food Hydrocolloids**, v. 82, p. 124-134, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.03.055>
- LIMA, P. H. C.; FONSECA, D. F.; BRAZ, C. J. F.; CUNHA, C. T. C. Polímeros Condutores com Propriedades Eletrocromáticas: Uma Revisão. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 13, n. 1, 2018. ISSN 1809-8797
- MA, Q.; LIANG, T.; CAO, L.; WANG, L. Intelligent poly (vinyl alcohol)-chitosan nanoparticles-mulberry extracts films capable of monitoring pH variations. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 108, p. 576-584, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.12.049>
- MACHADO, G. O. **Preparação e caracterização de CMC e CMC graftizada**. 2000. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.
- MAZZA, G.; BROUILLARD, R. Estabilidade de cor e transformações estruturais de cianidina 3, 5-diglicosídeo e quatro 3-desoxiantocianinas em soluções aquosas. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 35, n. 3, pág. 422-426, 1987. <https://doi.org/10.1021/jf00075a034>
- MERZ, B.; CAPELLO, C.; LEANDRO, G. C.; MORITZ, D. E.; MONTEIRO, A. R.; VALENCIA, G. A. Um novo filme indicador colorimétrico à base de quitosana, álcoolpolivinílico e antocianinas de frutos de jabolão (*Syzygiumcumini*) para monitoramento do frescor de camarões. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 153, p. 625-632, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.03.048>
- MÜLLER, K.; ZOLLFRANK, C.; SCHMID, M. Polímeros naturais de recursos de biomassa como matéria-prima para materiais termoplásticos. **Materiais e Engenharia Macromoleculares**, v. 304, n. 5, pág. 1800760, 2019. <https://doi.org/10.1002/mame.201800760>
- MÜLLER, P.; SCHMID, M. Embalagens inteligentes no setor alimentício: uma breve visão geral. **Alimentos**, v. 8, n. 1, pág. 16, 2019. <https://doi.org/10.3390/foods8010016>
- MOHAMED, S. A. A.; ELSAKHAWY, M.; ELSAKHAWY, M. A. Filmes comestíveis naturais à base de polissacarídeos, proteínas e lipídios em embalagens de alimentos: um a revisão. **Carbohydrate Polymers**, v. 238, p. 116178, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116178>
- MOHAMMADALINEJHAD, S.; ALMASI, H.; MORADI, M. Immobilization of *Echinamoenum* anthocyanins into bacterial cellulose film: A novel colorimetric pH indicator for freshness/spoilage monitoring of shrimp. **Food Control**, v. 113, p. 107169, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2020.107169>
- MOHAMMADIAN, E.; ALIZADEH-SANI, M.; JAFARI, S. M. Smart monitoring of gas/temperature changes within food packaging based on natural colorants. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 19, n. 6, p. 2885-2931, 2020. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12635>

MOTTA, C. Incorporação do antioxidante natural a-tocoferol em filmes de carboximetilcelulose. 2012. Dissertação de mestrado (Química), Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis-SC. 2012.

OLIVEIRA, A. F. D.; SOLDI, V.; COELHO, C. M. M.; MIQUELOTO, A.; COIMBRA, J. L. Preparação, caracterização e propriedades de filmes poliméricos com potencial aplicação no recobrimento de sementes. **Química Nova**, v. 32, p. 1845-1849, 2009. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422009000700030>

POURJAVAHER, S.; ALMASI, H.; MESHKINI, S.; PIRSA, S.; PARANDI, E. Development of a colorimetric pH indicator based on bacterial cellulose nanofibers and red cabbage (*Brassica oleraceae*) extract. **Carbohydrate polymers**, v. 156, p. 193-201, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.09.027>

QIN, Y.; LIU, Y.; YONG, H.; LIU, J.; ZHANG, X.; LIU, J. Preparation and characterization of active and intelligent packaging films based on cassava starch and anthocyanins from *Lyciumruthenicum*Murr. **International journal of biological macromolecules**, v. 134, p. 80-90, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.05.029>

QIN, Y.; YUN, D.; XU, F.; CHEN, D.; KAN, J.; LIU, J. Smart packaging films based on starch/polyvinyl alcohol and *Lyciumruthenicum* anthocyanins-loaded nano-complexes: Functionality, stability and application. **Food Hydrocolloids**, v. 119, p.106850, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106850>

RAI, P.; VERMA, S.; MEHROTRA, S.; PRIYA, S.; SHARMA, S. K. Sensor-integrated biocomposite membrane for food quality assessment. **Food Chemistry**, v. 401, p. 134180, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.134180>

RAKIĆ, V.; RINNAN, Å.; POLAK, T.; SKRT, M.; MILJKOVIĆ, M.; ULRIH, N. P. pH-induced structural forms of cyanidin and cyanidin 3-O-β-glucopyranoside. **Dyes and Pigments**, v. 165, p. 71-80, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2019.02.012>

RAN, R.; CHEN, S.; SU, Y.; WANG, L.; HE, S.; HE, B.; LIU, Y. Preparation of pH-colorimetric films based on soy protein isolate/ZnO nanoparticles and grape-skin red for monitoring pork freshness. **Food Control**, v. 137, p. 108958, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2022.108958>

RIAHI, Z.; RHIM, J. W.; BAGHERI, R.; PIRCHERAGHI, G.; LOTFALI, E. Carboxy methyl cellulose-based functional film integrated with chitosan-based carbon quantum dots for active food packaging applications. **Progress in Organic Coatings**, v. 166, p. 106794, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2022.106794>

RIAZ, A.; LAGNIKA, C.; LUO, H.; NIE, M.; DAI, Z.; LIU, C.; SONG, J. Efeito da adição de cebolinha chinesa (*Alliumtuberosum*) a filmes de embalagens de alimentos à base de carboximetilcelulose. **Polímeros de carboidratos**, v. 235, p. 115944, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.115944>

RODRIGUES, C.; SOUZA, V.G.L.; COELHOSO, I.; FERNANDO, A.L. BioBased Sensors for Smart Food Packaging Current Applications and Future Trends. **Sensors**, 21(6), 2148, 2021. <https://doi.org/10.3390/s21062148>

ROY, S.; KIM, H.; RHIM, J. Effect of blended colorants of anthocyanin and shikonin on carboxymethyl cellulose/agar-based smart packaging film. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 183, p. 305-315, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.04.162>

ROY, S.; RHIM, J. Carboxymethyl cellulose-based antioxidant and antimicrobial active packaging film incorporated with curcumin and zinc oxide. **International journal of biological macromolecules**, v. 148, p. 666-676, 2020.

<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.01.204>

SANI, M. A.; TAVASSOLI, M.; HAMISHEHKAR, H.; MCCLEMENTS, D. J. Carbohydrate based films containing pH sensitive red barberry anthocyanins: Application as biodegradable smart food packaging materials. **Carbohydrate Polymers**, v. 255, p. 1174-88, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117488>

SANTOS, B. Biodegradabilidade de filmes baseados em biopolímero e óleo essencial de erva-doce. 2020. Dissertação de mestrado (ciências dos materiais), Faculdade de Engenharia – UNESP, Ilha solteira-SP, 2020.

SANTOS, V. S.; SANTOS, V. S.; FERNANDES, R. S.; FERREIRA JUNIOR, C. R.; AOUADA, F. A.; AMÉRICO-PINHEIRO, J. H. P.; MOURA, M. R. Avaliação e caracterização de biofilme comestível de carboximetilcelulose contendo nanopartículas de quitosana e Cúrcuma longa. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 26, n. 1, p. 1292, 2021. <https://doi.org/10.1590/S1517-707620210001.1226>

SCHAEFER, D.; CHEUNG, W. M. Embalagens inteligentes: oportunidades e desafios. **Procedia Cirp**, v. 72, p. 1022-1027, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2018.03.240>

ŠEŠLIJA, S.; NEŠIĆ, A.; ŠKORIĆ, M. L.; KRUŠIĆ, M. K.; SANTAGATA, G.; MALI NCONICO, M. Pectin/carboxymethylcellulose films as a potential food packaging material. In: **Macromolecular Symposia**. 2018. p. 160-163.

<https://doi.org/10.1002/masy.201600163>

SILVA, E. A. Desenvolvimento e caracterização de blendas de polímeros biodegradáveis e epolipirrol. 2009. Tese de Doutorado (Ciências). Universidade de São Paulo, São Paulo-SP, 2009.

SILVA, P. I. Otimização da extração e microencapsulamento de polifenóis e antocianinas de jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*). 2011. Dissertação doutorado (ciência e tecnologia de alimentos), Universidade Federal de Viçosa, VIÇOSA- MG, 2011.

SINGH, S.; GAIKWAD, K. K.; LEE, Y. S. Phase change materials for advanced cooling packaging. **Environ Chem Lett**, n. 16, p.845–859, 2018.

<https://doi.org/10.1007/s10311-018-0726-7>

SOARES, R. M.; SIQUEIRA, N. M.; PRABHAKARAM, M. P.; RAMAKRISHNA, S. Electrospinning and electrospray of bio-based and natural polymers for biomaterials development. **Materials Science and Engineering: C**, v. 92, p. 969-982, 2018.

<https://doi.org/10.1016/j.msec.2018.08.004>

TEIXEIRA, S. C.; SOARES, N. F. F.; STRINGHETA, P. C. Desenvolvimento de embalagens inteligentes com alteração colorimétrica incorporadas com antocianinas: uma revisão crítica. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 24, 2021.

<https://doi.org/10.1590/1981-6723.03321>

TEIXEIRA, S. C. Desenvolvimento de filme inteligente incorporado de antocianinas como indicador de qualidade de alimentos. 2021. Dissertação de mestrado (Ciência e Tecnologia de Alimentos), Universidade Federal de Viçosa, Viçosa-MG. 2021.

TONGDEESOONTORN, W.; MAUER, L. J.; WONGRUONG, S.; SRIBURI, P.; RACHTANAPUN, P. Efeito da concentração de carboximetilcelulose nas propriedades

físicas de filmes biodegradáveis à base de amido de mandioca. **Revista Central de Química** , v. 5, n. 1, pág. 1-8, 2011. <https://doi.org/10.1186/1752-153X-5-6>

VEDOVE, T. MA.; MANIGLIA, B. C.; TADINI, C. C. Produção de embalagens inteligentes sustentáveis à base de fécula de mandioca e antocianina por processo de extrusão. **Journal of Food Engineering** , v. 289, p. 110274, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2020.110274>

WU, C.; SUN, J.; ZHENG, P.; KANG, X.; CHEN, M.; LI, Y.; PANG, J. Preparation of an intelligent film based on chitosan/oxidized chitin nanocrystals incorporating black rice bran anthocyanins for seafood spoilage monitoring. **Carbohydrate Polymers**, v. 222, p. 115006, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115006>

XAVIER, V. G. F. Desenvolvimento de biofilmes poliméricos de carboximetilcelulose e extrativo do bagaço de uva, para a pulverização em cultura de maçã e proteção contra a radiação UV. 2022. Dissertação (Bacharelado em Química Industrial), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia- MG, 2022. <https://repositorio.ufu.br/handle/123456789/35959>

YILDIRIM, S.; RÖCKER, B.; PETTERSEN, M. K.; NILSEN NYGAARD, J.; AYHAN, Z.; RUTKAITE, R.; COMA, V. Aplicações de embalagens ativas para alimentos. **Revisões Abrangentes em Ciência de Alimentos e Segurança Alimentar**, v. 17, n. 1, pág. 165-199, 2018. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12322>

ZHANG, J.; ZOU, X.; ZHAI, X.; HUANG, X.; JIANG, C.; HOLMES, M. Preparation of an intelligent pH film based on biodegradable polymers and roselle anthocyanins for monitoring pork freshness. **Food Chemistry**, v. 272, p. 306-312, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.08.041>



## II – OBJETIVOS GERAIS

### 1. Objetivo geral

Desenvolver filme à base de carboximetilcelulose, incorporado com o extrato natural de antocianina da casca da jabuticaba, para produção de embalagens inteligentes, biodegradáveis, indicadoras de alterações em alimentos.

### 2. Objetivos específicos

- Extrair antocianina da casca da jabuticaba (*Plinia cauliflora*);
- Produzir filmes de carboximetilcelulose incorporados de extrato de antocianina, com e sem ajuste de pH (3 e 5, respectivamente);
- Caracterizar os filmes quanto às propriedades mecânicas;
- Caracterizar os filmes quanto às coordenadas de cor;
- Avaliar as coordenadas de cor do extrato e do filme quanto à estabilidade da antocianina em diferentes condições de pH (3 a 10);
- Aplicar o filme inteligente em leite pasteurizado e avaliar a capacidade de indicação colorimétrica da conservação do alimento ao longo do tempo de armazenamento.

**III- CAPÍTULO I** – Neste capítulo apresenta-se o esboço do artigo intitulado: **Desenvolvimento, caracterização e aplicação de filmes inteligentes a base de carboximetilcelulose e extrato de antocianina da jabuticaba (*Plinia cauliflora*)** a ser submetido para Revista.

*Carolina da Silva Ponciano<sup>1\*</sup>, Cristiane Patrícia de Oliveira<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>*Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, 45031-900, Itapetinga, Brasil.*

## **RESUMO**

Filmes inteligentes à base de carboximetilcelulose e extrato de antocianina de cascas de jabuticabas (*Plinia cauliflora*) foram desenvolvidos e caracterizados quanto às suas propriedades mecânicas, de barreiras, estruturais, colorimétricas, e térmicas. Também foi avaliado o potencial do filme em indicar alterações em leite pasteurizado ao longo do período de armazenamento. Os extratos de antocianina foram obtidos por extração com água acidificada a pH 2, e caracterizados em espectroscópio UV/visível. Foi elaborado o filme controle (FC), o filme com extrato de antocianina com ajuste de pH (3) (FCA), e o filme com extrato de antocianina sem ajuste de pH (5) (FSA). Estes foram avaliados quanto às características físicas, térmicas, e colorimétricas em diferentes pHs (3 a 10). O filme FC exibiu superfície lisa e total transparência; o FSA exibiu superfície lisa, cor alaranjada, e transparência; e o FCA exibiu superfície pouco irregular, coloração rosada, e transparência e brilho reduzidos. Em relação às coordenadas colorimétricas, foi observada a influência da antocianina somente na coordenada b\*, quando o filme FCA foi exposto ao meio com pH 10. Foi observado que a adição do extrato de antocianina proporcionou aumento da espessura em 40% para o FSA, e 60% para o FCA; redução de 29,11% da tensão máxima para o filme FSA, e 51% para o FCA; e redução de 17,76% do módulo de elasticidade para o filme FSA, e 20,42% para o FCA. Pela espectroscopia no infravermelho, observou-se que a antocianina se ligou parcialmente à CMC nos filme FSA, e teve essa interação intensificada pela presença do HCL nos filmes FCA. Por meio da análise térmica, pouco efeito foi percebido pela incorporação do extrato na estabilidade térmica dos filmes. Os filmes permaneceram estáveis quanto à cor por mais de 50 dias em uma análise de vida de prateleira, ao abrigo da luz (25±2°C). Os filmes incorporados com antocianina exibiram características adequadas para o desenvolvimento de embalagens inteligentes.

**Palavras-chave:** embalagens inteligentes; pigmento natural; embalagens biodegradáveis.

## 1. INTRODUÇÃO

As embalagens inteligentes são sistemas que monitoram as condições do produto, fornecendo informações sobre sua qualidade durante o transporte, o armazenamento, e a distribuição (ALAM et al., 2021). O monitoramento das condições do alimento, em tempo real, é feito por meio do acompanhamento direto de propriedades internas ou externas às embalagens. Esse monitoramento deve ser realizado sem modificar as características sensoriais, físico-químicas, e nutricionais dos produtos. São exemplos encontrados na literatura sachês e filmes indicadores de alterações de pH, de crescimento microbiano, de alterações de tempo/temperatura, e de perda do frescor de alimentos (RODRIGUES et al., 2021; TEIXEIRA et al., 2021). O uso de embalagens inteligentes, pela indústria de alimentos, possibilita a transmissão e a divulgação de informações sobre as condições do produto mais atualizadas e realísticas, pois modificações na qualidade dos mesmos podem ser observadas, por exemplo, por alterações de cor na embalagem. Esse monitoramento ocorre dinamicamente com o processo de degradação do produto, proporcionando maior segurança ao consumidor, uma vez que as datas de validades são condizentes com o estado de conservação do produto ao longo de toda a cadeia alimentícia.

Embalagens inteligentes incorporadas com pigmentos naturais vêm sendo estudadas, destacando-se entre elas os filmes incorporados com antocianinas por ser um composto natural, atóxico, e que possui propriedades de mudança de cor (BEGNINI et al., 2019; COSTA et al., 2021; QIN et al., 2021; KANG et al., 2020; QIN et al., 2019; ZHANG et al., 2019; MERZ et al., 2020). As antocianinas são pigmentos da classe dos flavonóides, são responsáveis pela coloração de diversas flores, frutas e vegetais, cuja coloração pode variar de acordo com as condições as quais são expostas. Considerando a variação de pH, por exemplo, em meio ácido, as antocianinas exibem cor vermelha, em meio neutro cor violeta, e em meio alcalino cor azul (TEIXEIRA et al., 2021; ABEDI-FIROOZJAH et al., 2022). Essa estabilidade da cor das antocianinas dependente do pH, do meio, da temperatura de exposição, da presença de açúcares ligadas na estrutura base (antocianidina), e outros fatores, os quais são foco de muitos estudos para possibilitar a aplicação desse pigmento natural no desenvolvimento de filmes inteligentes.

A junção de polímeros naturais com esses materiais biológicos indicadores também vem sendo estudada (ZHANG et al., 2020; JIANG et al., 2020). Esta associação acontece devido aos problemas ambientais gerados pelas embalagens de base petroquímicas, por serem, majoritariamente, materiais não biodegradáveis de fonte não renovável (ONGARATTO et al., 2022). Dentre os polímeros biodegradáveis, derivados de polímeros de fontes naturais, que são promissores para a produção de filmes, destaca-se a carboximetilcelulose (CMC). A CMC é um polissacarídeo oriundo da celulose, apresenta alta solubilidade em água, é insípido, inodor, atóxico, e biocompatível, possibilitando uma ampla variabilidade de aplicações (SANTOS et al., 2021; OLIVEIRA et al., 2020). Os filmes preparados por este polímero atuam como barreiras contra elementos externos e protege o produto embalado de danos biológicos, consequentemente, agem prolongando a vida útil do mesmo.

Diante do exposto, objetivou-se desenvolver filme biodegradável à base de carboximetilcelulose, incorporado com extrato de antocianinas de jabuticaba, como potencial indicador colorimétrico de alterações em alimentos.

## **2. MATERIAIS E MÉTODOS**

### **2.1. Extração e quantificação das antocianinas**

Jabuticabas da safra de setembro de 2021 foram adquiridas na fazenda Evandro, localizada na cidade de Itapetinga, Bahia, Brasil. Foram selecionadas visualmente, pela remoção de imperfeições aparentes, higienizadas, e congeladas até o momento do uso (-18°C). A extração foi realizada seguindo metodologia adaptada de Constant (2003) e Ozela (2004), para três repetições.

As jabuticabas foram descongeladas, despulpadas manualmente, e as cascas foram trituradas com auxílio de um liquidificador. Estas cascas foram pesadas em balança analítica e imersas em água acidificada, na proporção de 1 parte de casca para 4 partes de solvente (m:v). A água acidificada foi produzida pelo ajuste do pH da água destilada para 2 com adição de ácido clorídrico (HCl 1,5N). Depois de submetidas à agitação manual por 5 min, as cascas foram deixadas em repouso por 24 h na solução de água acidificada, em temperatura ambiente ( $25 \pm 2^\circ\text{C}$ ), ao abrigo da luz, e posteriormente foram filtradas em papel filtro (Unifil qualitativo – procedência alemã, de 16 mm de espessura, e velocidade de filtração de 20-25 s).

Uma alíquota (3ml) dos extratos foi avaliada em espectrofotômetro UV-Vis (UV 1800, Shimadzu, Japão), no comprimento de onda a 535 nm, e a concentração molar da antocianina nos extratos foi calculada utilizando a Equação 1. O Coeficiente de absorvidade molar foi o utilizado segundo a metodologia de Teixeira et al. (2008), adotando para pH 2,0 o valor de 982.

$$\text{Abs} = \epsilon \cdot l \cdot c \text{ (Equação 1)}$$

Abs = log. I<sub>0</sub>/I = Absorbância (UA)

$\epsilon$  = Coeficiente de absorvidade molar 982 (mol.L<sup>-1</sup>.cm<sup>-1</sup>)

l = Caminho óptico (cm)

c = Concentração Molar (mol.L<sup>-1</sup>)

## 2.2. Elaboração dos filmes

Os filmes foram produzidos pelo Método *Casting*, com adaptações da metodologia empregada por Halász e Csóka (2018) e Pereira, Arruda e Stefani (2015).

Os filmes controle (FC) foram preparados a partir de uma dispersão de carboximetilcelulose (CMC) 1% (m/v), adicionados de 17% (m/m) do plastificante glicerol (em relação ao peso da carboximetilcelulose). Para elaboração dos filmes com antocianina, foi utilizado no preparo da dispersão filmogênica uma parte do extrato na concentração de 0,0023 mol.L<sup>-1</sup> para 3 partes de solvente (m:v).

Os filmes incorporados com antocianinas foram separados em dois tratamentos: filmes sem ajuste de pH (FSA) e filme com ajuste de pH (FCA), pH 5 e pH 3, respectivamente. O pH da dispersão foi ajustado com adição de HCL 1,5 N. Para cada repetição do extrato de antocianina obtido, um filme incorporado com antocianina foi elaborado. A secagem das dispersões poliméricas foi realizada em estufa com circulação de ar a 50±2°C, por 6 h. Em seguida foram armazenados ao abrigo da luz em dessecador contendo sílica gel seca.

## 2.3. Preparo dos tampões

Para a avaliação do comportamento dos extratos e dos filmes sob diferentes pHs, foram elaboradas as seguintes soluções: tampão citrato 0,1 M (citrato de sódio tribásico + ácido cítrico anidro) ajustados aos pHs 3, 4, e 5; tampão fosfato de sódio 0,1 M

(fosfato de sódio monobásico + bibásico) ajustados aos pHs 6, 7, e 8; e tampão carbonato de sódio 0,05 M (carbonato de sódio + bicarbonato de sódio + hidróxido de sódio 2 M) ajustados aos pHs 9 e 10. O pH das soluções foi determinado em pHmêtro microprocessado de bancada (Modelo Q400MT, QUIMIS, Brasil). As soluções foram armazenadas em recipientes plásticos vedados ao abrigo da luz, em temperatura ambiente ( $25 \pm 2^\circ \text{C}$ ).

## 2.4. Análises dos filmes

Os filmes foram avaliados quanto às propriedades estruturais, colorimétricas, mecânicas, térmicas, e de barreira por meio de análise visual, análise de cor, espectroscopia UV/VIS, pela determinação da espessura e do percentual de transparência, por análises mecânicas (alongamento, tensão máxima e elasticidade), espectroscopia no infravermelho (FTIR), por determinação da permeabilidade ao vapor d'água e da solubilidade, por análise termogravimétrica (TGA), e análise térmica diferencial (DTA).

Estas análises objetivaram a caracterização das principais propriedades dos filmes indicadores produzidos. Para estudar a sensibilidade dos filmes em relação às mudanças de cor e as características indicadoras os filmes foram submetidos a diferentes condições de pH.

### 2.4.1. Análise de cor

As coordenadas de cor foram determinadas utilizando o aplicativo Color Grab segundo metodologia de SANTOS et al. (2021), com adaptações. As dispersões dos filmes foram colocadas em placas de Petri e fotografadas com smartphone Xiaomi Redmi Note 8 em condições padronizadas (caixa fechada com fundo branco, na distância de 27,5 cm). As imagens obtidas foram utilizadas para determinação das coordenadas colorimétricas  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , e cálculo do fator  $\Delta E$  com o auxílio do aplicativo Color Grab.

Sendo que:

- $L^*$  = Luminosidade

- $a^*$  = Coordenada de cor (+ vermelho/-verde)
- $b^*$  = Coordenada de cor (+ amarelo/-azul)
- $\Delta E$  = Diferença total de cor

Por meio da equação 2 a diferença total de cor  $\Delta E$  foi calculada.

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad (\text{Equação 2})$$

Sendo que:

- $\Delta L^* = L^* - L_0^*$ ;
- $\Delta a^* = a^* - a_0^*$ ;
- $\Delta b^* = b^* - b_0^*$ .

Em que  $L_0^*$ ,  $a_0^*$ , e  $b_0^*$  são as coordenadas colorimétricas que representam o filme controle, e  $L^*$ ,  $a^*$ , e  $b^*$  as coordenadas dos filmes adicionados de extrato de antocianina de jabuticaba. De acordo com Mokrzycki e Tatol (2012), o valor de  $\Delta E$  é interpretado da seguinte forma:

- $0 < 1$  - diferença imperceptível de cor;
- $1 < 2$  - apenas os experientes notam diferenças de cor;
- $2 < \Delta E^* < 3,5$  – diferença perceptível de cor;
- $3,5 < \Delta E^* < 5$  – nota-se uma diferença nítida de cor;
- $\Delta E^* > 5$  – percebem-se duas cores diferentes.

Após a determinação dos fatores supracitados, o Índice de Brancura (WI) foi calculado conforme Equação 3, a seguir:

$$WI = 100 - \sqrt{(100 - L^*)^2 + (a^*)^2 + (b^*)^2} \quad (\text{Equação 3})$$

#### 2.4.2. Espectroscopia UV/VIS

Medidas de absorção óptica dos filmes e do extrato, na região do ultravioleta e do visível (UV-Vis), com varredura na faixa de 300 a 800 nm de comprimento de onda,

foram analisadas em espectrofotômetro (UV-1800, Shimadzu, Japão), seguindo metodologia descrita por Hosseini et al. (2013) e Pereira Junior (2014), com adaptações.

Os filmes foram cortados na dimensão 3x1 cm<sup>2</sup> e imersos em 5 mL de solução tampão, com diferentes pHs (3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10), em tubos de ensaio. Após 5 min de contato entre os filmes e as soluções tampão, uma alíquota de 3 mL foi transferida para cubetas de vidro, e a varredura foi realizada. Para análise dos extratos, estes foram misturados aos tampões na proporção de 2 mL de extrato para 1 mL de solução tampão, realizando a varredura após 5 min de contato.

#### 2.4.3. Espessura dos filmes

Para a determinação da espessura, foi utilizada a metodologia descrita por Escobar et al. (2009), no qual foi usado o Micrômetro (Externo Digec, Brasil). Com o filme em posição horizontal, as faces de contato foram aproximadas em 5 pontos aleatórios do material, indicando no visor a espessura do mesmo em milímetros (mm). Os valores foram expressos em médias aritméticas.

#### 2.4.4. Percentual de Transparência

O teste de transparência foi realizado conforme a metodologia utilizada por Pérez-Córdoba et al. (2018). Os filmes foram cortados com dimensão de aproximadamente 3x1 cm<sup>2</sup>, posicionados no porta amostra, para medida da quantidade de radiação eletromagnética que atravessou a amostra, e foram comparados com a intensidade da transmitância do ar, que foi considerada o “branco” da leitura, em comprimento de onda a 670 nm. O teste foi realizado em triplicata para a obtenção da média aritmética. A transparência foi quantificada pela seguinte equação:

$$T\%_{670} = \frac{\text{Log}I}{\delta} \text{ (Equação 4)}$$

Sendo que:

- T% = Percentual de transparência
- I = Transmitância (%)
- $\delta$  = Espessura (mm)

#### 2.4.5. Propriedades mecânicas



As propriedades mecânicas dos filmes foram testadas conforme metodologia descrita por Sueiro et al. (2016), com adaptações. Utilizando o analisador de textura (Brookfield, CT3, Estados Unidos), com carga máxima de 25 kg, foram ajustados os corpos de prova com dimensão de 2,7 x 10,8 cm<sup>2</sup>. Cada amostra foi posicionada com distância inicial de 10 cm entre as bases. Os corpos de prova foram tensionados verticalmente, imprimindo a força e deformação à velocidade de 1,5 mm.s<sup>-1</sup> até que as bases do equipamento atinjam a ruptura do material.

Após a computação dos dados, foram calculados o Alongamento (%), a Tensão Máxima à Tração (MPa), e o Módulo de Young (MPa) pelas equações descritas a seguir:

> Alongamento:

$$\mathcal{E} = \frac{At}{DG} \times 100 \text{ (Equação 5)}$$

Sendo que:

$\mathcal{E}$  = Alongamento (%)

At = Deformação máxima (m)

DG = Distância inicial entre as garras (m)

> Tensão Máxima:

$$\omega = \frac{Fmax}{A} \text{ (Equação 6)}$$

Sendo que:

$\omega$  = Tensão máxima

F = Força máxima (N)

A = Área (m<sup>2</sup>), que diz respeito à largura x espessura do filme.

> Módulo de Young (Módulo de elasticidade):

$$MY = \frac{\Delta\omega}{\Delta\mathcal{E}} \text{ (Equação 7)}$$

Sendo que:

MY = Módulo de Young

$\Delta\sigma$  = Variação da Tensão (MPa)

$\Delta\mathcal{E}$  = Variação do alongamento na região de deformação elástica (m).

#### 2.4.6. Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier

Amostras dos filmes com dimensão de 3x1 cm<sup>2</sup>, foram analisadas em espectroscópio no infravermelho (modelo Cary 630 Agilent, Technology Inc., Santa Clara, EUA), com Transformada de Fourier, acoplado com acessório de reflexão total atenuada (FTIR-ATR), com célula de cristal de diamante, e detector com elemento em sulfato de triglicina deuterada (DTGS). O cristal de diamante tem uma amostragem de superfície de 1 mm de diâmetro e 200  $\mu\text{m}$  de área ativa e fornece aproximadamente 2  $\mu\text{m}$  de profundidade de energia infravermelha com penetração a 1700  $\text{cm}^{-1}$ . Os espectros foram coletados no modo absorbância, com resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$  na região do infravermelho médio, 4000 a 600  $\text{cm}^{-1}$ . A varredura de 64 scans de infravermelho sobre a amostra durou aproximadamente 30 s, coletados em temperatura de  $25 \pm 2$  °C. Antes de cada coleta foi realizada uma leitura do espectro de fundo (*background*). Os dados foram obtidos com uso do software Microlab (Resolution Pro, Agilent, Santa Clara – USA).

#### 2.4.7. Permeabilidade ao vapor d'água

Para a determinação da permeabilidade ao vapor d'água, foi utilizado o método ASTM E96-92, com adaptações no tempo da técnica. Os filmes em formato circular, de aproximadamente 3 cm de diâmetro, foram colocados sobre a superfície de cápsulas plásticas de permeação contendo sílica gel seca (105°C/1h), estas foram vedadas com tampas plásticas. As cápsulas foram pesadas e colocadas em dessecador contendo água destilada (UR = 100%; pressão de vapor = 32,23 mmHg) em ambiente climatizado a 20 °C  $\pm$  2° C. A cada 24h, as cápsulas foram pesadas até obtenção de peso constante, sendo as análises conduzidas em duplicata para cada filme. A permeabilidade ao vapor d'água foi calculada pela seguinte equação:

$$WVP = \frac{Gx \delta}{Axt(P_1 - P_2)} \text{ (Equação 8)}$$

Sendo que:

WVP = Permeabilidade do vapor d'água (g/ m.s.mmHg)

G = Ganho de massa em 24h (g)

$\delta$  = Espessura (m)

A = Área do filme (m<sup>2</sup>)

T = Tempo (s)

P1 - P2 = Gradiente de Pressão (mm.Hg)

#### 2.4.8. Solubilidade

O teste de solubilidade foi realizado conforme a metodologia utilizada por Pérez-Córdoba et al. (2018), com adaptações. Os filmes foram cortados em formato quadrangular com lados de 20 mm, e acondicionados em dessecador contendo sílica gel seca por 24 h. Em seguida, foi retirada a umidade dos filmes, utilizando o método de secagem à temperatura de  $105 \pm 2$  °C, por 15 h, em estufa. O peso da amostra seca foi anotado, correspondendo ao peso inicial para a análise de solubilidade. A amostra seca foi colocada em Erlenmeyer contendo 50 mL de água destilada, sendo posteriormente mantido sob agitação (Mesa Agitadora Orbital, MA-140/CF, Brasil), à temperatura de  $25 \pm 2$  °C, a 60 rpm, por 24 h. Após completar o tempo, a água da amostra foi removida por filtração utilizando papel filtro (Unifil, qualitativo, procedência alemã), de 16 mm de espessura, e velocidade de filtração de 20-25 s. Em seguida, o material foi novamente desidratado, conforme o método de secagem anterior. O peso da amostra seca desta vez corresponde à massa final após solubilização.

A análise foi realizada em duplicata e a solubilidade foi determinada pela equação 9:

$$S(\%) = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100 \text{ (Equação 9)}$$

Sendo que:

S (%) = Percentual de solubilidade

M<sub>i</sub> = massa inicial (após a 1° secagem) (g)

M<sub>f</sub> = massa final (após a 2° secagem) (g)

#### 2.4.9. Termogravimetria (TGA) e Análise Térmica Diferencial (DTA)

Para a análise termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA), foram utilizadas cerca de 10 mg de amostra em calorímetro TGA/DTA (Test Instrument LINSEIS, Modelo STA PT – 1000, Simultaneous, Germany), com rampa de aquecimento de 25 a 900°C, com taxa de aquecimento de 10 °C/min.

#### 2.5. Estabilidade dos filmes

Amostras dos filmes, nas dimensões 3 x1 cm<sup>2</sup>, foram armazenadas em placas de Petri vedadas, ao abrigo da luz, e em temperatura ambiente (25 ± 2° C), para análise da estabilidade colorimétrica da antocianina, incorporado à matriz polimérica de carboximetilcelulose, ao longo do tempo. As amostras foram fotografadas com smartphone Xiaomi Redmi Note 8 em condições padronizadas (caixa fechada com fundo branco, na distância de 27,5 cm), uma vez por semana, durante oito semanas. As imagens obtidas foram utilizadas para determinação das coordenadas colorimétricas L\*, a\*, b\*, e cálculo do  $\Delta E$ , com o auxílio do aplicativo Color Grab.

#### 2.6. Aplicação dos filmes

A aplicação dos filmes foi simulada em leite pasteurizado, seguindo metodologia utilizada por Pelicioli (2019), com adaptações. Amostras de 3x3 cm<sup>2</sup> dos diferentes filmes foram armazenadas em placas de Petri, em contato com 15 mL de leite pasteurizado, em temperatura ambiente (25±2°C), ao abrigo da luz. As amostras dos filmes foram fotografadas com smartphone (Xiaomi Redmi Note 8), em condições padronizadas (caixa fechada com fundo branco, na distância de 27,5 cm). As imagens obtidas foram utilizadas para determinação das coordenadas colorimétricas L\*, a\*, b\*, e cálculo do  $\Delta E$ , com o auxílio do aplicativo Color Grab, seguindo a metodologia utilizada na análise de cor supracitada. A análise foi repetida em 24 h e 48 h, amostras utilizando apenas leite foram consideradas como “branco”.

#### 2.7. Análise estatística

O experimento foi conduzido em delineamento inteiramente casualizado (DIC), e os resultados analisados por Análise de variância (ANOVA), seguida pelo teste de Tukey, ao nível de significância de ( $p < 0,05$ ), utilizando o programa estatístico SAS® OnDemand (SAS Institute INC., Cary, NC, EUA), do SAS University Edition, para comparar a influência da adição do extrato de antocianina sobre as propriedades dos filmes.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

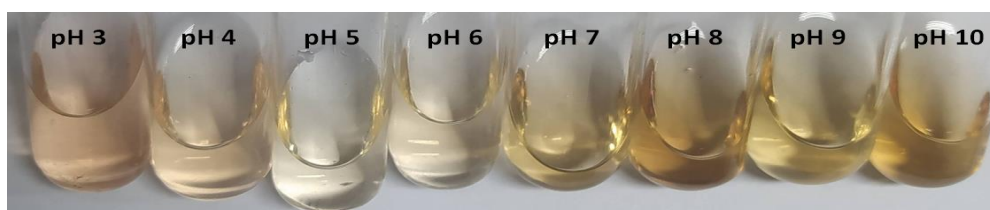
#### 3.1. Análise visual

Na Figura 3, são apresentadas as distintas colorações evidenciadas no extrato das cascas de jabuticaba em diferentes valores de pH. Nas condições ácidas dos pHs 3 e 4, o extrato exibiu tonalidades rosadas, tornando-se incolor nos pHs 5 e 6, e transitaram para tons terrosos nos pHs 7 a 10. Essa notável variabilidade de cor é intrinsecamente relacionada às modificações na estrutura química das antocianinas presentes.

Em ambientes ácidos (pH 3 e 4), a coloração rosada predomina, indicativa da presença do cátion flavílio, conferindo ao extrato uma tonalidade avermelhada. À medida que o pH se aproxima da neutralidade (pH 5 e 6), o extrato se torna incolor, sugerindo a formação do carbinol pseudo-base em condições neutras. Nas condições alcalinas (pH 7 a 10), ocorre a transição para tons amarelados, associados à presença da chalcona, conferindo uma coloração amarelada ao extrato (Zhang et al., 2019).

Essas observações elucidam a influência do pH nas cores do extrato das cascas da jabuticaba, proporcionando resultados sobre as transformações químicas das antocianinas em diferentes ambientes que possibilitam sua utilização para o desenvolvimento de filmes indicadores de pH.

**Figura 3-** Extrato de antocianina das cascas de jabuticabas em diferentes pHs.



Fonte: Autora (2022).

Os filmes controle (FC) exibiram superfície lisa e transparente, corroborando com dados obtidos no estudo realizado por Riaz et al. (2020).

Os filmes (FSA) com extrato de antocianina sem ajuste de pH (pH 5), exibiram superfície lisa, leve coloração em tom alaranjado, e transparência. Os filmes (FCA) com adição de extrato de antocianina e ajuste de pH (pH 3), exibiram superfície um pouco irregular, coloração rosada, transparência e brilho reduzidos em comparação aos filmes FC e FSA. Os filmes estão apresentados na Figura 4.

A coloração exibida pelos filmes FSA e FCA são derivadas da adição do extrato de antocianina das cascas de jabuticabas, essa coloração foi intensificada no filme FCA devido o uso de HCL para controle de pH. A alteração de cor acontece devido às mudanças estruturais ocorridas nas antocianinas quando expostas em meios ácidos (pH = 3,0), onde há a protonação do cátion flavílio, resultando em um composto de cor avermelhada (KUREK et al., 2018).

**Figura 4-** Filmes de carboximetilcelulose controle e adicionados de extrato de antocianina das cascas de jabuticabas.



A) FC; B) FSA, e C) FCA. Fonte: Autora (2022).

### 3.2. Análise de cor dos extratos e dos filmes

As coordenadas de cor  $L^*$ ,  $a^*$ , e  $b^*$  dos extratos de antocianinas das cascas de jabuticabas foram avaliadas em função da variação do pH (2-10) do meio e os resultados podem ser observados pela Tabela 1.

**Tabela 1-** Variação das coordenadas de cor dos extratos de antocianinas em função da variação do pH do meio aquoso.

<b>pH</b>	<b>L*</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>
3	59,17±4,46 <sup>A</sup>	14,37±5,68 <sup>A</sup>	7,27±4,04 <sup>A</sup>
4	60,40±1,93 <sup>A</sup>	11,10±1,78 <sup>A</sup>	3,77±1,72 <sup>A</sup>
5	68,53±1,14 <sup>B</sup>	2,53±0,06 <sup>B</sup>	3,30±0,92 <sup>A</sup>
6	61,33±1,62 <sup>A</sup>	4,9±0,28 <sup>B</sup>	6,87±1,55 <sup>A</sup>
7	63,33±2,14 <sup>B</sup>	3,5±0,35 <sup>B</sup>	3,07±0,61 <sup>A</sup>
8	60,30±1,83 <sup>A</sup>	4,67±1,65 <sup>B</sup>	5,37±1,10 <sup>A</sup>
9	60,77±0,86 <sup>A</sup>	7,7±0,44 <sup>C</sup>	3,30±0,52 <sup>A</sup>
10	61,87±0,55 <sup>A</sup>	7,7±0,2 <sup>C</sup>	4,30±1,81 <sup>A</sup>

\*Médias seguidas de mesma letra na mesma coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey (P<0,05).

Por meio da Tabela 1, foi possível observar que as coordenadas de cor diferiram estatisticamente quando o extrato foi exposto ao meio em pHs 5 e 7, para a coordenada colorimétrica L\*, e em pHs 3-4 e 9-10, para a coordenada colorimétrica a\*. Essa observação indica que a variação nos valores de pH teve um impacto estatisticamente mensurável nas características colorimétricas do extrato. O fato de ter diferenças estatísticas sugere que as alterações nos pHs mencionados não ocorreram por acaso, mas sim devido a variações reais nas propriedades do extrato, tornando esses pontos específicos de pH críticos para a análise colorimétrica.

Os extratos de antocianinas de cascas de jabuticabas foram adicionados à dispersão polimérica de carboximetilcelulose, com e sem ajuste de pH (pHs 2 e 5, respectivamente), e as características cromáticas foram avaliadas. A adição do extrato de antocianina interferiu nas características cromáticas (L\*, a\*, b\*, ΔE, WI e %T) dos filmes FCA e FSA quando comparados ao filme controle (FC), conforme pode ser visto na Tabela 2.

O filme FCA diferiu estatisticamente do filme FC em todos os atributos cromáticos (Tabela 2). Todavia, o filme FSA não diferiu estatisticamente do filme FCA, mas ao ser comparado com o filme FC, diferiu nos seguintes fatores b\*, índice de brancura, e percentual de transparência, semelhante aos resultados obtidos por Riahi et al. (2022). O índice de brancura e a porcentagem de transparência dos filmes foram claramente afetados pela adição de extrato de antocianina e a adição de HCL influenciou principalmente a estrutura do cátion flavílio, para assumir uma coloração vermelha.

**Tabela 2-** Valores das coordenadas de cor, índice de brancura, e percentual de transparência dos filmes FC, FCA e FSA.

Filmes	L*	a*	b*	$\Delta E$	WI**	%T***
FC	68,07±3,45 <sup>A</sup>	-1,73±0,21 <sup>A</sup>	3,70±0,61 <sup>A</sup>	0±0 <sup>A</sup>	100±0 <sup>A</sup>	47,14±1,7 5 <sup>A</sup>
FCA	50,10±10,83 <sup>B</sup>	15,47±10,69 B	8,40±1,37 <sup>B</sup>	25,63±12,2 8 <sup>B</sup>	89,02±5,17 B	26,49±3,5 4 <sup>B</sup>
FSA	59,67±2,76 <sup>AB</sup>	3,60±1,90 <sup>AB</sup>	10,63±2,25 <sup>B</sup>	12,70±2,27 A B	86,49±2,13 B	29,54±4,5 3 <sup>B</sup>

\*Médias seguidas de mesma letra na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey (P<0,05). \*\* WI = Índice de brancura; \*\*\*%T = Percentual de transparência.

Os atributos colorimétricos (L\*, a\*, b\*,  $\Delta E$ , e WI) dos filmes FCA e FSA também foram avaliados em função do (3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, e 10), cujos resultados podem ser observados na Tabela 3 e Tabela 4, respectivamente.

As características cromáticas dos filmes FSA e FCA não foram alteradas em função da variação dos pHs dos meios, com exceção do filme FCA em pH 10, cuja coordenada colorimétrica b\* indicou mudança de cor tendendo à cor amarela. Esse fato corrobora com as informações defendidas por Zhang et al. (2019), que em condições neutras, a estrutura da antocianina é modificada para cis-chalcona e apresenta coloração amarelada.



**Tabela 3-** Valores das coordenadas de cor e índice de brancura dos filmes FCA, em função da variação do pH do meio.

pH	L*	a*	b*	$\Delta E$	WI
3	60,87±3,52 <sup>A</sup>	2,07±3,95 <sup>A</sup>	4,30±1,53 <sup>A</sup>	8,37±6,87 <sup>A</sup>	93,35±3,59 <sup>A</sup>
4	61,17±2,49 <sup>A</sup>	1,80±4,33 <sup>A</sup>	2,87±0,40 <sup>A</sup>	8,03±5,97 <sup>A</sup>	92,36±2,01 <sup>A</sup>
5	60,60±7,13 <sup>A</sup>	3,47±6,79 <sup>A</sup>	3,90±1,91 <sup>A</sup>	9,57±10,75 <sup>A</sup>	91,84±2,49 <sup>A</sup>
6	65,63±1,33 <sup>A</sup>	-1,50±0 <sup>A</sup>	3,00±0 <sup>A</sup>	4,10±1,51 <sup>A</sup>	90,89±0,76 <sup>A</sup>
7	62,40±3,57 <sup>A</sup>	-0,67±0,76 <sup>A</sup>	4,30±1,76 <sup>A</sup>	6,86±4,43 <sup>A</sup>	92,21±2,54 <sup>A</sup>
8	63,33±2,73 <sup>A</sup>	-0,93±0,98 <sup>A</sup>	3,40±0,69 <sup>A</sup>	4,96±4,57 <sup>A</sup>	92,46±3,29 <sup>A</sup>
9	63,30±3,89 <sup>A</sup>	-1,10±1,15 <sup>A</sup>	3,57±0,89 <sup>A</sup>	5,00±5,22 <sup>A</sup>	92,51±3,84 <sup>A</sup>
10	59,43±0,85 <sup>A</sup>	-0,07±1,10 <sup>A</sup>	7,53±1,93 <sup>B</sup>	9,94±2,38 <sup>A</sup>	95,30±5,03 <sup>A</sup>

\*Médias seguidas de mesma letra na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey (P<0,05).

**Tabela 4-** Valores das coordenadas de cor e índice de brancura dos filmes FSA, em função da variação do pH do meio.

pH	L*	a*	b*	$\Delta E$	WI
3	62,67±2,30 <sup>A</sup>	-0,80±0,65 <sup>A</sup>	5,23±6,16 <sup>A</sup>	7,61±5,14 <sup>A</sup>	88,74±1,69 <sup>A</sup>
4	61,17±2,49 <sup>A</sup>	1,80±4,33 <sup>A</sup>	2,87±0,40 <sup>A</sup>	8,03±5,97 <sup>A</sup>	92,36±2,01 <sup>A</sup>
5	63,10±4,52 <sup>A</sup>	-1,23±0,46 <sup>A</sup>	5,07±1,96 <sup>A</sup>	6,21±5,58 <sup>A</sup>	90,23±0,45 <sup>A</sup>
6	62,97±4,30 <sup>A</sup>	-1,10±0,69 <sup>A</sup>	4,77±3,06 <sup>A</sup>	7,25±5,65 <sup>A</sup>	90,12±0,24 <sup>A</sup>
7	61,40±3,18 <sup>A</sup>	-0,77±1,27 <sup>A</sup>	5,07±3,58 <sup>A</sup>	7,37±5,70 <sup>A</sup>	89,42±1,21 <sup>A</sup>
8	57,53±5,39 <sup>A</sup>	0,67±1,05 <sup>A</sup>	6,70±3,31 <sup>A</sup>	11,43±7,71 <sup>A</sup>	90,68±1,55 <sup>A</sup>
9	61,27±2,40 <sup>A</sup>	0,20±1,81 <sup>A</sup>	6,40±3,56 <sup>A</sup>	8,04±6,13 <sup>A</sup>	90,07±1,03 <sup>A</sup>

10  $60,77 \pm 3,59^A$   $-0,03 \pm 0,81^A$   $9,70 \pm 5,89^A$   $10,25 \pm 8,11^A$   $87,85 \pm 4,14^A$

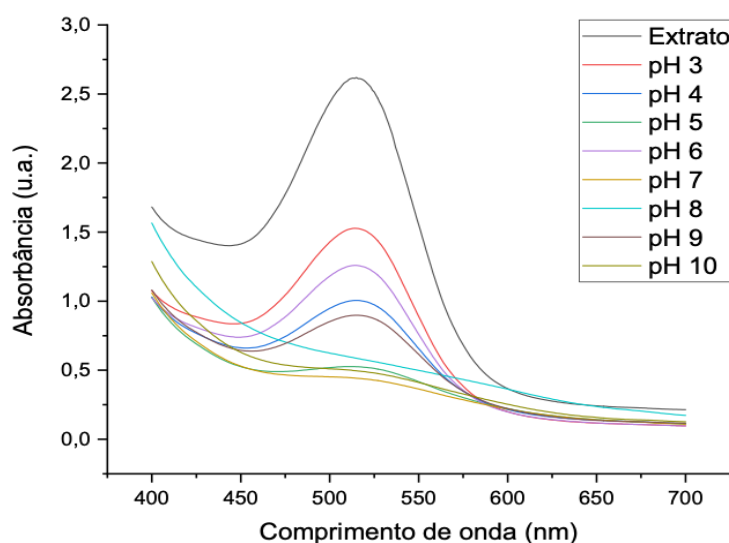
\*Médias seguidas de mesma letra na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey ( $P < 0,05$ ).

De acordo com Barboza et al. (2022), o uso de carboximetilcelulose destaca-se pelo aspecto de transparência fornecido ao filme e sua compatibilidade com pigmentos naturais. Apesar da boa interação entre o polímero e o pigmento, a coloração obtida nas soluções apresentou baixa intensidade o que pode ter influenciado na avaliação das características colorimétricas dos filmes em função do pH.

### 3.3. Espectroscopia UV/VIS

A intensidade de absorção do extrato de antocianina das cascas de jabuticaba, na faixa de comprimento de onda de 400 a 700 nm, com pH variando de 3 a 10, podem ser observados no espectro da Figura 5. O valor do pH inicial do extrato foi 2,0, exibindo absorção máxima no comprimento de onda em 515 nm. Similarmente, os extratos com pHs ajustados para 3, 4, 5, 6, 7, 9, e 10 exibiram absorbância máxima em 520 nm, com exceção do extrato em pH 8, o qual não formou picos de absorção. Liang et al. (2018) notaram que os extratos de antocianinas da casca da cebola roxa alcançaram pico máximo de absorção em 517 nm (pH 2,0), que indicou a presença de cátions flavílium.

**Figura 5-** Espectros de absorção nas regiões UV/Visível (300 a 700 nm) do extrato de antocianina das cascas de jabuticabas em pHs de 3,0-10,0.



De acordo com Silva et al. (2019), as antocianinas apresentam intensa absorção na região do espectro visível de 520 a 560 nm, porém, variações no pH do meio modificam essa absorção. Quanto maior for o pH menor será o número de ligações duplas da antocianina, isso leva ao deslocamento dos comprimentos de ondas de máxima absorção para menores comprimentos de onda, causando a perda de coloração do cátion flavílio da solução.

Em estudo conduzido por Hoffmann et al. (2021) sobre filmes à base de amido e antocianina de jaboticaba, foi identificado um ponto máximo de absorção nos espectros UV-vis para o extrato de antocianina, situado em aproximadamente 516 nm a pH 3. Constataram que a absorbância diminuiu à medida que o pH aumentou, evidenciando um efeito hipocrômico. Essa diminuição na absorbância está associada a uma alteração na estrutura química da antocianina, caracterizada pela desprotonação da molécula correspondente. Além disso, foi notada a ausência de pico proeminente na absorbância da solução de extrato de antocianina na faixa de pH de 5 a 11, quando analisada no espectro visível. Nesse intervalo, a solução apresentou-se incolor ou levemente amarelada.

Rawdkuen et al. (2020) observaram em seu estudo que, apesar das antocianinas extraídas do repolho roxo apresentarem uma ampla gama de cores, eram incolores em pH 5-7. As mudanças de cor ocorrem devido às alterações na estrutura química das antocianinas, que varia do cátion flavílium (avermelhado) em condições ácidas, para carbinol pseudo-base (acinzentado) em condições neutras, e para chalcona em condições alcalinas (amareladas) (Zhang et al., 2019).

Sani et al. (2021) avaliaram espectros de cor e absorção de soluções de antocianina de bérberis, os dados revelaram que as soluções eram dependentes do pH. A cor mudou de avermelhado, em pH baixo (meio ácido), para rosa pálido em pH neutro, para amarelo em pH elevado (meio alcalino).

Roy et al. (2021) relataram em sua pesquisa que as antocianinas absorveram em maior intensidade na faixa de comprimento de onda de 550-600 nm, e a banda de absorção deslocou em função da conversão de estrutura química das antocianinas em condições ácidas, neutras, e alcalinas.

De acordo com Liang et al. (2019) a banda máxima de absorção da solução de antocianina do repolho roxo ocorreu em torno de 515 nm (pH 2,0) e foi atribuída aos cátions flavílio, enquanto a banda máxima de absorção diminuiu e deslocou para 560 nm (valor de pH 2,0-7,0) em função da formação de bases quinoidais. Em pH > 7,0, uma

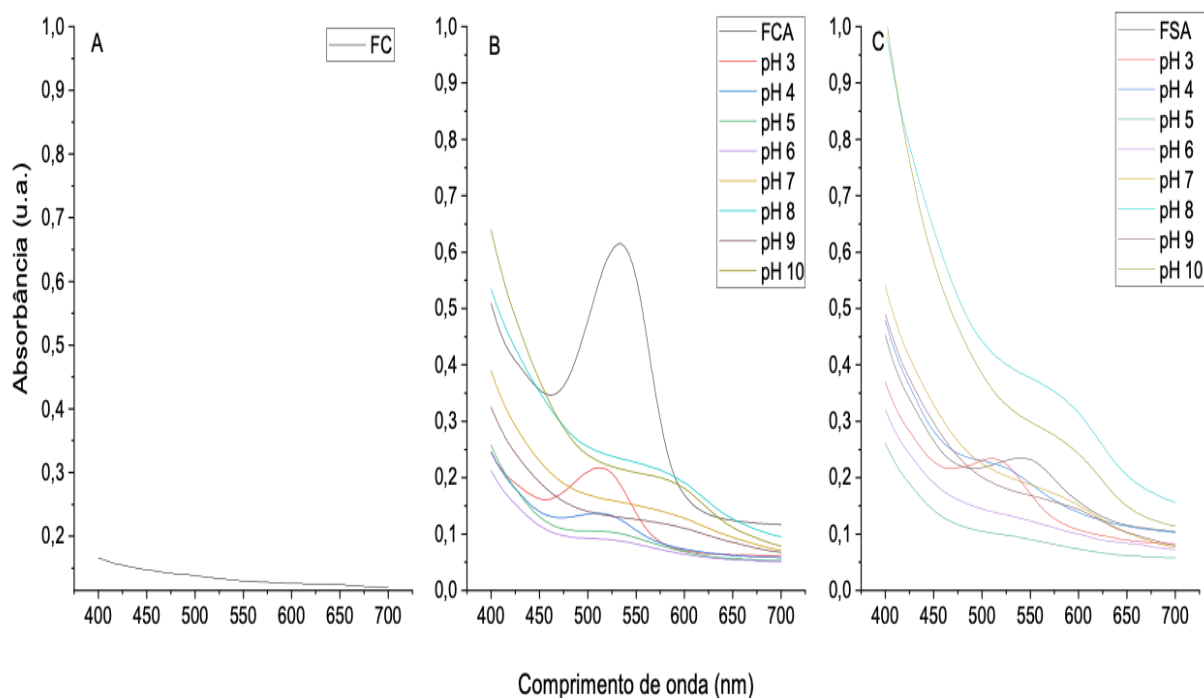
segunda desprotonação gerou a pseudobase carbinol, de modo que a banda máxima de absorção foi deslocado para 580 nm.

As antocianinas do extrato de cascas de jabuticaba assumiram diferentes estruturas em função do pH. Em meio extremamente ácido, em pHs 1 a 2, as antocianinas exibiram cor vermelha intensa devido ao predomínio da forma cátion flavílico (AH<sup>+</sup>). Ao elevar o pH acima de 2, ocorre equilíbrio entre o cátion flavílico e a estrutura carbinol (B), e as antocianinas vão perdendo a cor até se tornarem praticamente incolores em pH próximo de 6, devido a predominância da pseudobase carbinol. Acima do pH 6,0, tanto a estrutura pseudobase carbinol quanto a anidrobases quinoidal (A) podem formar a espécie cis-chalcona (CC). Essa formação ocorre com a ruptura do anel heterocíclico o que, dependendo do tipo de antocianina, pode tornar a reação irreversível. A formação da cis-chalcona pode acontecer de forma direta, decorrente do aumento brusco de pH, ou pela formação de anidrobases ionizadas (A<sup>-</sup>), decorrente do aumento gradual do pH de 6,5 a 9, e assim podem exibir coloração azulada. Em pH maior do que 9 acontece o equilíbrio entre as formas ionizadas de chalconas cis e trans, apresentando coloração amarelada (MARÇO et al., 2008; KUREK et al., 2018).

Na Figura 6, é possível observar os espectros de absorção no comprimento de onda entre 400 e 700 nm dos filmes FC, FCA, e FSA. Nenhuma banda de absorção foi observada nos espectros do filme FC, independente do pH do meio ao qual o filme foi exposto. Por outro lado, o filme FCA exibiu bandas de absorção máxima em 532 nm com deslocamento para o comprimento de onda a 511 nm, quando exposto a soluções com pHs 3 e 4, e para o comprimento de onda a 589 nm em pHs 8 e 10. Quando expostos nos meios com pHs ajustados para 5, 6, 7, e 9, os filmes FCA não exibiram bandas de absorção características.

Comportamento similar foi observado para os filmes FSA que exibiram bandas de absorção máxima em 544 nm, em 517 nm quando o filme foi exposto à solução com pH 3, em 515 nm quando exposto à solução com pH 4, em 570 nm quando exposto às soluções com pH 8 e 10. Quando expostos nos meios com pHs ajustados para 5, 6, 7, e 9, os filmes FSA não exibiram bandas de absorção.

**Figura 6-** Espectro de absorção nas regiões UV/Visível na faixa de 300 a 700 nm dos filmes FC, FCA, e FSA.



Espectros de absorção: A) filme FC; B) FCA e C) FSA em pHs de 3 a 10.

Na pesquisa realizada por Terrazas (2019), foram elaborados filmes utilizando quitosana, polivinil álcool e antocianinas provenientes da casca de jabuticaba Sabará (*Plinia jabuticaba*). Um achado significativo foi observado ao incorporar as antocianinas nos filmes, resultando em um aumento na absorbância. Essa observação sugere que a presença das antocianinas na matriz dos filmes contribui para uma maior quantidade de compostos e ligações químicas.

Os resultados indicam que as interações entre as antocianinas e os polímeros ocorrem, em grande parte, por meio de ligações de hidrogênio. Esse fenômeno ressalta a influência das características químicas específicas das antocianinas na formação e estabilidade dos filmes, enfatizando a importância das interações moleculares na composição e propriedades dos materiais desenvolvidos.

### 3.4. Espessura e propriedades mecânicas

Dados de espessura, tensão máxima à tração, alongamento, e módulo de elasticidade dos filmes FC, FCA, e FSA podem ser observados na Tabela 5. As

espessuras dos filmes FCA e FSA não diferiram entre si, mas, ao compará-los com o filme controle FC, nota-se que a adição do extrato de antocianina proporcionou aumento significativo da espessura em 60% para o FCA, e 40% para o FSA. Esse aumento pode ser explicado pela concentração de sólidos nos filmes. Resultado semelhante foi encontrado por Yong et al. (2019), que desenvolveram filmes com extrato da polpa da batata doce e quitosana, em que os autores observaram o aumento da espessura dos filmes com a incorporação das antocianinas. E também por Prietto et al. (2017), que avaliaram filmes compostos por amido de milho e extrato de antocianinas da casca de feijão preto e repolho roxo, e concluíram que a espessura dos filmes está diretamente relacionada com a concentração de sólidos nos filmes, sendo então, a adição das antocianinas o fator que contribuiu para maior espessura dos filmes.

**Tabela 5-** Medidas de espessuras e das propriedades mecânicas dos filmes FC, FCA, e FSA.

<b>Filmes</b>	<b>Espessura (mm)</b>	<b>Tensão máxima (MPa)</b>	<b>Alongamento (%)</b>	<b>Módulo de elasticidade (Mpa)</b>
FC	0,05±0,002 <sup>A</sup>	2,37±0,55 <sup>A</sup>	7,01±1,34 <sup>A</sup>	34,57±10,03 <sup>A</sup>
FCA	0,08±0,01 <sup>B</sup>	0,69±0,03 <sup>B</sup>	11,38±1,86 <sup>AB</sup>	6,14±0,87 <sup>B</sup>
FSA	0,07±0,01 <sup>B</sup>	1,21±0,55 <sup>B</sup>	18,72±5,14 <sup>B</sup>	7,06±3,93 <sup>B</sup>

\*Médias seguidas de mesma letra na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey (P<0,05).

A espessura é um atributo importante para indicar a homogeneidade do processo, proporcionar a reprodutibilidade das medidas, e possibilitar a comparação entre as características dos filmes. A espessura interfere diretamente na permeabilidade ao vapor de água, na passagem da luz através da embalagem, e nas propriedades mecânicas, como a resistência à tração, do material (PAVONI et al., 2019). Na pesquisa realizada por Rawdkuen et al. (2020), resultados semelhantes foram obtidos no que se refere à espessura, no qual a adição do corante antocianina em filmes à base de CMC e àgar, aumentou significativamente a espessura dos filmes. Já em relação à tensão

máxima à tração, os resultados são contrários ao da atual pesquisa, uma vez que os autores não observaram redução de valores em função da adição de corantes.

A resistência à tração de um material é a quantidade máxima de tensão de tração que ele pode suportar antes da falha, por exemplo, quebra. Essas propriedades são dependentes da força das interações intermoleculares dos constituintes dos filmes (ROY; KIM; RHIM et al., 2021). O filme FC apresentou maior tensão máxima à tração, ou seja, a adição do extrato de antocianina reduziu a resistência à tração dos filmes FCA e FSA, em 29,11% e 51%, respectivamente. Ao comparar os filmes com e sem adição de HCL, nota-se que não houve diferença estatística significativa para essa propriedade.

O percentual de alongamento na ruptura do filme FSA foi 267% maior em relação ao filme FC, causados pela redução da rigidez do filme devido à maior mobilidade das cadeias moleculares da CMC, evidenciando o efeito plastificante do extrato de antocianina. Porém, o filme FCA não diferiu estatisticamente do FC. Uma possível explicação para esse resultado é que a presença do HCL no filme FCA favoreceu as interações entre o polímero e a antocianina, que são mais fracas que as interações polímero-polímero, a ponto de reduzir a tensão à tração e o módulo de elasticidade, e manter a porcentagem do alongamento. Quanto ao módulo de elasticidade, o filme FC foi 17,76% maior em comparação ao FCA, e 20,42% em comparação ao FSA, corroborando com os dados apresentados visto que os filmes sem a adição de extrato de antocianinas são mais rígidos. O  $pK_a$  da CMC é 3,5 então mais da metade vai estar protonado, enquanto o flavílio vai estar na forma catiônica, favorecendo, portanto a interação.

Costa (2017) desenvolveu e analisou filmes de amido de semente de jaca incorporados com antocianina da casca de uvas *midnight* sem sementes e obteve resultados semelhantes. A adição do pigmento reduziu a resistência à tração quando comparados com os outros tratamentos. Uma maior quantidade de antocianinas pode ter reduzido as interações entre as cadeias do amido, diminuindo a sua resistência. A concentração de antocianinas também afetou o percentual de alongamento dos filmes, podendo ter aumentado a mobilidade entre as cadeias do amido e, conseqüentemente, aumentando a flexibilidade.

A relação inversa do alongamento e da tensão máxima observada ocorre visto que filmes de maior perfil elástico tendem a sofrer longas deformações plásticas e demandam menor força para iniciar o alongamento (SARANTÓPOULOS et al., 2002).

Liu et al. (2021) estudaram filmes colorimétricos à base de álcool polivinílico/carboximetilcelulose, com antocianinas de repolho roxo, e observaram que a adição da antocianina diminuiu a tensão e aumentou o alongamento dos filmes, reforçando o efeito plastificante dos extratos de antocianinas. Efeito plastificante também foi observado por Liang et al. (2019) devido à adição de antocianinas de repolho roxo em matriz polimérica à base de carboximetilcelulose. Em estudo realizado por Ma e Wang (2016), a tensão máxima à tração de filmes à base de goma tara e nanocristal de celulose reduziu com a adição do extrato de antocianina da casca de uvas, enquanto o percentual de alongamento dos filmes aumentou, corroborando com este trabalho.

Silva et al. (2020) desenvolveram filmes à base de carboximetilcelulose e amido, incorporados com extrato de antocianinas. Os autores observaram comportamento semelhante provenientes da adição do extrato de antocianina na matriz polimérica, o que causou a redução dos valores de módulo de elasticidade e aumento do alongamento dos filmes produzidos. Em relação à resistência à tração, os resultados diferem, uma vez que a adição do extrato de uva elevou os valores.

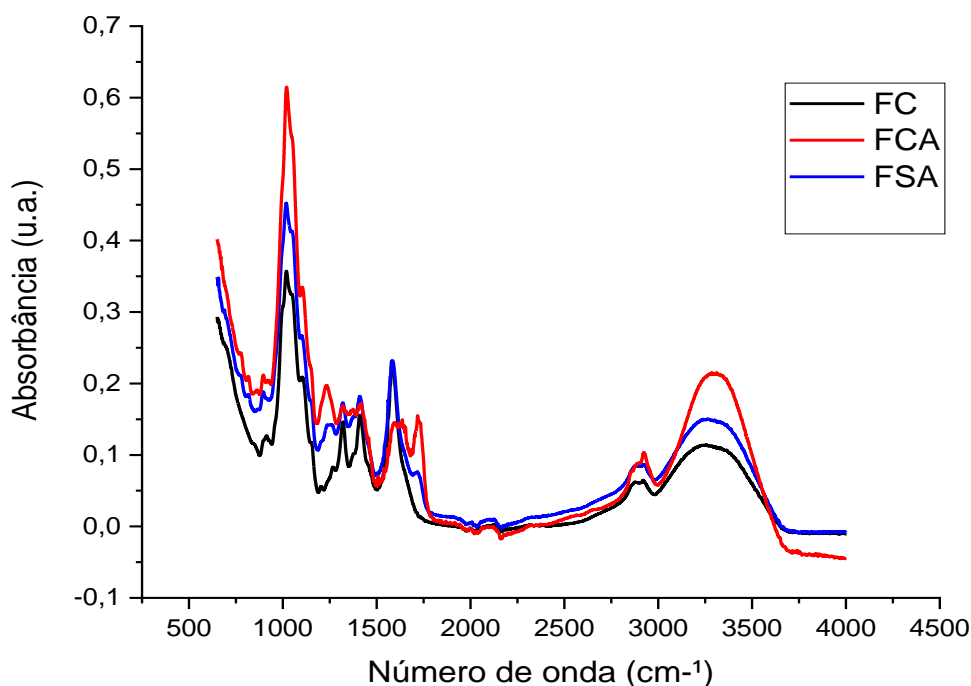
Nota-se que a adição do extrato de antocianina proporcionou aumento da espessura e alongamento, e redução na tensão máxima e no módulo de elasticidade dos filmes FCA e FSA em relação ao filme controle.

### **3.5. Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)**

A espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) pode fornecer informações sobre as interações entre os diferentes componentes do filme, e foi utilizada para verificar o modo vibracional e rotacional de grupos com momentos polares constituintes do material. Os espectros de FTIR dos filmes foram apresentados na Figura 7.



**Figura 7-** Espectros de infravermelho dos filmes FC, FSA e FCA.



No espectro FTIR do filme FC (contendo apenas CMC e glicerol), a banda de absorção observada em 1026 a 1107  $\text{cm}^{-1}$  confirma o estiramento da ligação CO referente ao grupo éter proveniente da estrutura da CMC (RIAHI et al., 2022). De acordo com Li et al. (2020), o pico detectado em 1026  $\text{cm}^{-1}$  foi atribuído à vibração de estiramento C-O-C. Os picos observados em 1502 e 1587  $\text{cm}^{-1}$  correspondem às vibrações de estiramento assimétrico e simétrico do grupo carboxila do polímero. Resultado semelhante foi obtido por Tongdeesoontorn et al. (2011), que mostrou os espectros dos filmes de CMC com picos em torno de 1592  $\text{cm}^{-1}$ , e estes foram atribuídos à vibração assimétrica do COO. O pico em 2899  $\text{cm}^{-1}$  foi atribuído à vibração de estiramento dos grupos CH do polímero. Segundo Riahi et al. (2022), a banda larga encontrada em 3258  $\text{cm}^{-1}$  ocorreu devido ao alongamento OH da CMC.

O filme FSA mostrou um padrão de espectro FTIR semelhante ao do filme FC, exceto pela formação dos picos em 1247 e 1717  $\text{cm}^{-1}$  indicando fenol e aldeído, respectivamente. Estes indicam a incorporação do extrato na matriz polimérica. Além disso, a banda 3258  $\text{cm}^{-1}$  aumentou e ampliou para 3265  $\text{cm}^{-1}$ , de acordo com Roy et al. (2021) o pico em torno de 3265  $\text{cm}^{-1}$  ocorreu devido ao estiramento O-H da

antocianina, refletindo menos interação polímero-polímero e mais de antocianina, por maior presença de grupo carboxílico.

O filme FCA mostrou um padrão de FTIR levemente diferente do FC, a diferença pode ser notada na formação dos picos  $859\text{ cm}^{-1}$  referente à região dos aromáticos,  $1228\text{ cm}^{-1}$  característico do fenol, e ligeiro deslocamento do pico em  $1315\text{ cm}^{-1}$  causado pelo estiramento de CH, indicando alteração da estrutura da antocianina. De acordo com Li et al. (2020) a banda observada no FC em  $1587\text{ cm}^{-1}$  aumentou e ampliou para  $1720\text{ cm}^{-1}$  devido à vibração de estiramento C=C do anel aromático da antocianina e a interação com o polímero. Assim como o filme FSA, o FCA aumentou e ampliou na banda  $3258\text{ cm}^{-1}$  que foi alterada para  $3297\text{ cm}^{-1}$ , é provável que a adição de HCL ao filme tenha intensificado a interação do extrato de antocianina com a matriz polimérica CMC.

Wu et al. (2019) desenvolveram e analisaram filmes de quitosana incorporados com antocianina, nos espectros FTIR as bandas entre  $3341\text{ cm}^{-1}$  e  $1642\text{ cm}^{-1}$  foram atribuídas à vibração de estiramento OH. Seslija et al. (2018) mostram espectros de FTIR da carboximetilcelulose, que as bandas em  $3340$ ,  $2920$  e  $1600\text{ cm}^{-1}$  correspondem ao alongamento dos grupos OH, C-H e COO, respectivamente.

Xavier (2022) analisou filmes de carboximetilcelulose com extrativo do bagaço de uva, os dados de espectroscopia FTIR apresentam uma banda alargada que aparecem na região de  $3200\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$  características de -OH, grupo que está presente nos polifenóis, na carboximetilcelulose, e no extrato de antocianina. A presença de bandas de deformação axial de C-H na faixa de comprimento de onda  $3000\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$  não apenas sugere a existência de cadeias alifáticas, mas também indica a presença de compostos alifáticos nos extratos. Nas bandas entre  $1500$  e  $1700\text{ cm}^{-1}$ , encontra-se a deformação axial simétrica da ligação C=C dos anéis presentes nos polifenóis. Estes resultados são compatíveis com a presente pesquisa, considerando que as fontes de antocianina utilizadas são distintas.

Pelos espectros da análise por FTIR vê-se que a antocianina se ligou ligeiramente a CMC nos filme FSA, e teve essa interação realçada pela presença do HCL nos filmes FCA.

### 3.6. Solubilidade e Permeabilidade ao vapor d'água

A avaliação da solubilidade e permeabilidade ao vapor d'água em filmes é fundamental para compreender seu desempenho em diversas aplicações. A solubilidade, ligada à capacidade do filme de dissolver-se, impacta diretamente sua estabilidade ao longo do tempo, antecipando possíveis alterações em diferentes ambientes. Já a permeabilidade ao vapor d'água é essencial para regular a transferência de umidade, especialmente em embalagens inteligentes. Essa análise, relevante em todas as fases do ciclo do filme inteligente, permite aperfeiçoar sua formulação, atendendo a requisitos específicos e impulsionando avanços no campo dos materiais inteligentes.

O filme FC foi 100% solúvel (Tabela 6), enquanto o filme FCA foi 59,2% mais solúvel que o filme FSA, sendo este último o filme produzido neste trabalho menos solúvel. A solubilidade dos filmes mostrou-se fortemente dependente da quantidade de antocianina e do pH da dispersão, corroborando com o estudo de Costa et al. (2021).

**Tabela 6-** Solubilidade e Permeabilidade ao vapor d'água dos filmes FC, FCA, e FSA.

Filme	Solubilidade (%)	WVP* (g/m.s.mmHg)
FC	100 ± 0 <sup>A</sup>	0,56±0,17 <sup>A</sup>
FCA	32,48 ± 7,45 <sup>B</sup>	0,69±0,53 <sup>A</sup>
FSA	20,40 ± 2,79 <sup>C</sup>	0,41±0,04 <sup>A</sup>

\*Médias seguidas de mesma letra na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey (P<0,05). WVP\* = Permeabilidade ao vapor d'água.

Em relação à permeabilidade ao vapor de água através do material polimérico, os filmes não diferiram estatisticamente, assim como na pesquisa de Costa et al. (2021), que estudou filme à base de amido de jaca e antocianina da uva preta. Diferente da pesquisa realizada por Hoffmann et al. (2021), que produziu filme à base de amido e antocianina da jabuticaba, a WVP do filme biodegradável diminuiu ligeiramente com a adição de extrato de antocianina. Os resultados obtidos indicam que o aumento da espessura dos filmes foi proveniente ao aumento de massa e não ao distanciamento das cadeias.

Quanto menor o valor da WVP\*, maior a eficiência do filme em relação à barreira de umidade, ou seja, os filmes FC, FCA, e FSA exibem boa barreira de umidade.

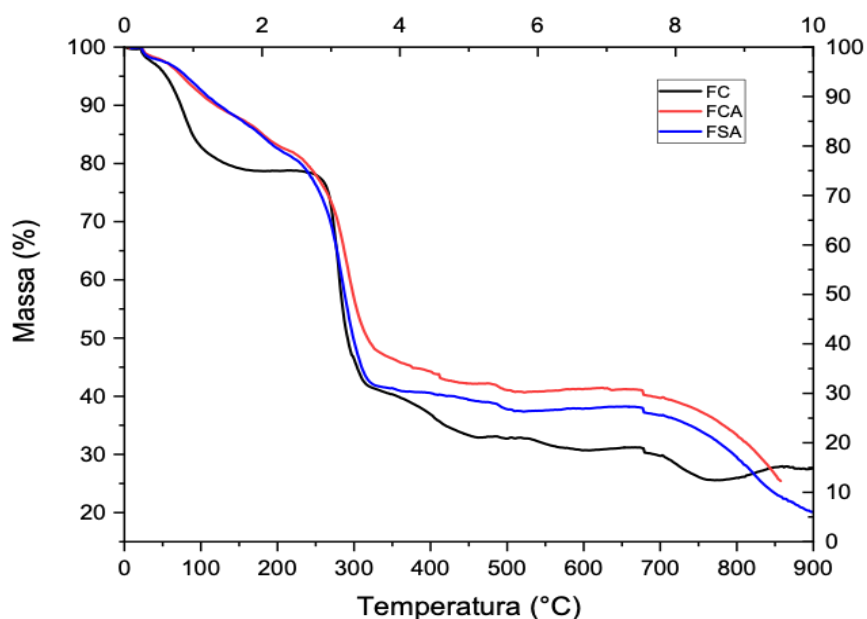
### **3.7. Termogravimetria (TGA) e Análise Térmica Diferencial (DTA)**

Por meio da técnica de TGA (Figura 8) foi possível observar que a decomposição térmica do filme controle ocorreu em dois eventos principais. O filme FC exibiu perda de massa em torno de 19%, entre as temperaturas de 26,47 a 134°C, cuja perda está relacionada à evaporação da água livre na matriz. No segundo evento, observou-se perda de massa em torno de 50%, no intervalo de temperatura de 252 a 790 °C e pode ser atribuída a decomposição da cadeia principal do polímero e do plastificante, além de volatilização do plastificante.

Para os filmes com adição de antocianina, a primeira perda de massa iniciou logo após o processo de fusão, e situou-se em torno de 69 % e 74%, finalizando com em torno de 652°C e 894°C de temperatura, para os filmes FCA e FSA, respectivamente.

Eventos semelhantes de perda de massa foram relatados em estudo realizado por Teixeira (2021), no qual filmes elaborados à base de acetato de celulose, incorporados com extrato alcoólico de antocianina do açaí, exibiram decomposição térmica em dois eventos principais, cuja fase inicial ocorreu entre as temperaturas de 25 °C a 120 °C, e o segundo evento ocorreu entre as temperaturas de 312,8 °C e 394,1 °C, com perda de 74% de massa.

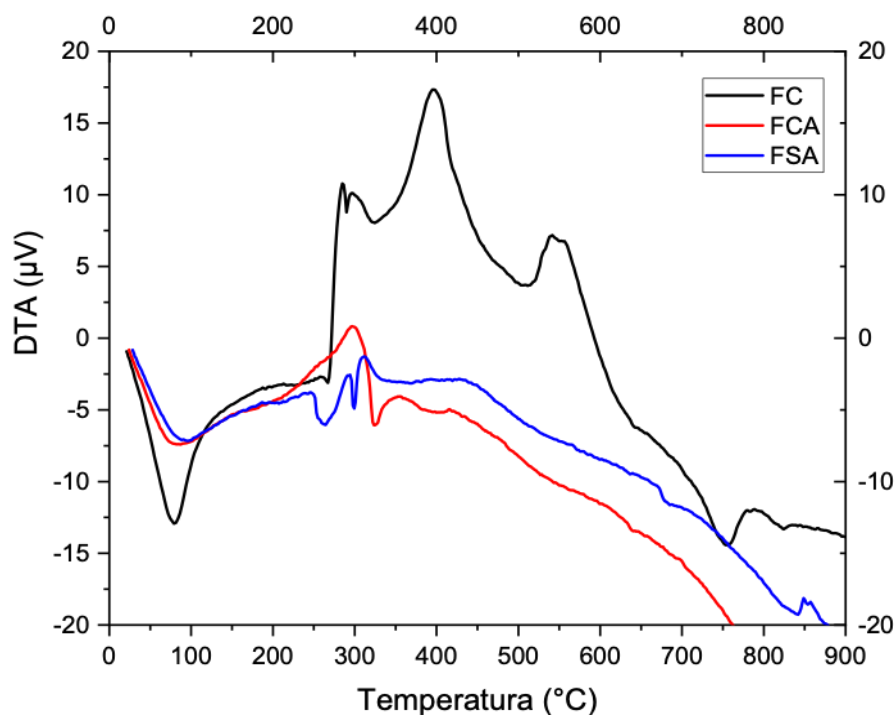
**Figura 8-** Termograma dos filmes FC, FCA e FSA.



Estes fatos sugerem que o filme controle exibiu maior umidade em relação aos filmes com a presença da antocianina na faixa de temperatura de 300 a 700 °C, por isso perdeu maior quantidade de água, portanto, exibiu maior perda de massa no primeiro evento. A perda de massa indica a decomposição do polímero, assim como observado por Hoffmann et al. (2021), em filme à base de amido com antocianina da casca da jabuticaba. No primeiro evento, para todos os filmes, observou-se perda de massa relacionada com a evaporação de moléculas de água ou outros possíveis compostos voláteis no filme (EZATI; RHIM, 2020). O glicerol volatiliza logo no segundo evento a 280°C.

As curvas DTA dos filmes FC, FCA, e FSA podem ser observadas pela Figura 9. Um pico endotérmico em 78,6 °C (-12, 8 µV) pode ser notado na curva DTA do filme FC, respectivo à temperatura de evaporação da água do filme, o que corrobora com o TGA. Picos exotérmicos foram observados em torno de 396 °C (17,3 µV) indicando degradação da cadeia polimérica e glicerol, e em torno de 556 °C a curva DTA referente ao filme FC, exibe variação de curva em sentido endotérmico, caracterizando a decomposição do filme.

**Figura 9-** Curvas de diferencial térmico dos filmes FC, FCA, e FSA.



O filme FCA exibiu pico endotérmico em torno de 294°C (0,95μV), caracterizando a fusão do filme. Após a fusão, o filme FCA exibe variação na linha de base em sentido endotérmico até sua decomposição em torno de 760°C (-19,86μV). O filme FSA apresenta evento endotérmico em torno de 262°C (-1,34μV) referente a seu ponto de fusão. E dois eventos exotérmicos em torno de 290°C (-2,3μV) e 311 (-1,15μV), referentes à cristalização e oxidação do filme, respectivamente.

Alves et al. (2018) analisaram filmes à base de amido de banana verde e antocianina do repolho roxo, e por meio da análise de TGA observaram que a perda de massa dos filmes com e sem a presença de antocianina foram semelhantes, exibindo primeira perda de massa entre 40 e 160 °C. Na curva de DTA, o filme sem antocianina exibiu curvas exotérmicas entre 365-490°C, e o filme com antocianina exibiu curva exotérmica entre 240-540°C. Tais resultados indicam pouco efeito da incorporação do extrato a estabilidade térmica dos filmes. A atual pesquisa exibiu curvas TGA/DTA em intervalos de temperaturas semelhantes.

### 3.8. Vida de prateleira

Dados referentes às coordenadas de cor, obtidas na primeira e oitava semanas de vida de prateleira dos filmes, podem ser observados na Tabela 7. Os filmes FCA e FSA diferiram estatisticamente do filme FC, em todos os atributos colorimétricos conforme já previamente discutido. Quando comparados entre si, os filmes com adição de antocianina na oitava semana, não diferiram estatisticamente, com exceção da coordenada colorimétrica b\*.

**Tabela 7-** Coordenadas de cor dos filmes FC, FCA, e FSA, após oito semanas de vida de prateleira.

Filmes	Semana	L*	a*	b*	$\Delta E$
FC	1	68,07±3,45 <sup>A</sup>	-1,73±0,21 <sup>A</sup>	3,70±0,61 <sup>A</sup>	0±0 <sup>A</sup>
FCA	1	50,10±10,83 <sup>B</sup>	15,47±10,69 <sup>B</sup>	8,40±1,37 <sup>B</sup>	25,63±12,28 <sup>B</sup>
FSA	1	59,67±2,76 <sup>AB</sup>	3,60±1,90 <sup>AB</sup>	10,63±2,25 <sup>B</sup>	12,70±2,27 <sup>A</sup> B
FC	8	66,40±0 <sup>A</sup>	0,20±0 <sup>A</sup>	0,30±0 <sup>A</sup>	0±0 <sup>A</sup>
FCA	8	60,90±1,76 <sup>B</sup>	13,13±4,54 <sup>B</sup>	3,23±0,31 <sup>B</sup>	14,34±4,85 <sup>B</sup>
FSA	8	60,23±1,65 <sup>B</sup>	4,73±2,31 <sup>B</sup>	7,90±1,56 <sup>C</sup>	8,7±2,58 <sup>B</sup>

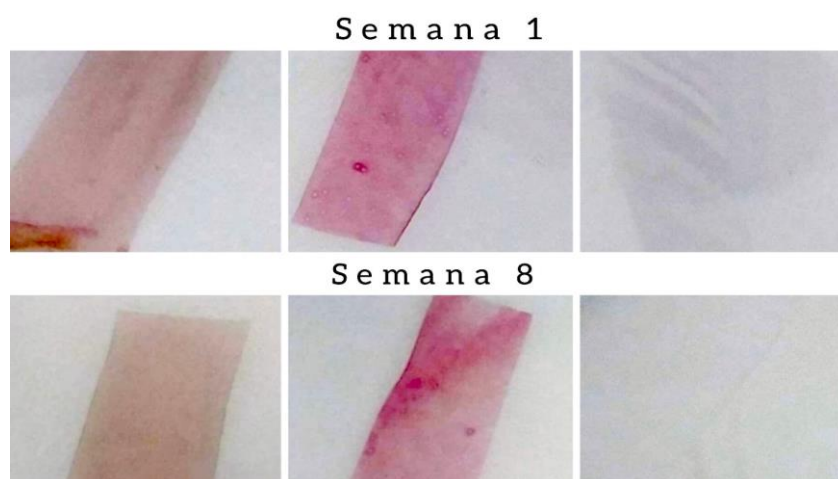
\*Médias seguidas de mesma letra na mesma coluna não diferem entre si, pelo teste de Tukey (P<0,05).

As coordenadas de cor dos filmes FC, FCA, e FSA da oitava semana de vida de prateleira, não diferiu estatisticamente quando comparadas com as coordenadas de cor da primeira semana de vida de prateleira, com exceção da coordenada colorimétrica a\* do filme FCA.

Amostras dos filmes FSA, FCA, e FC podem ser visualizadas na Figura 10. Observa-se que, visualmente, não houve diferença de cor dos filmes entre a primeira e a

oitava semana de vida de prateleira dos filmes. Confirmando o resultado da análise das coordenadas de cor supracitada (tabela 7). O teste em questão exibiu que as cores dos filmes permaneceram estáveis por mais de 50 dias nas condições de armazenamento utilizadas.

**Figura 10-** Fotografia dos filmes FSA, FCA, e FC ao longo do estudo de estabilidade.



**Fonte:** Próprio autor (2022)

Tais resultados são superiores aos obtidos na pesquisa de Jiang et al. (2019), que desenvolveram filmes a base de CMC e amido, incorporados com antocianina de batata-doce-roxa, e estes exibiram estabilidade de cor por 20 dias de armazenamento.

### 3.9. Aplicação

A aplicação dos filmes FC, FCA, e FSA, foi simulada em leite pasteurizado nos tempos de 0, 24, e 48 h, e foi observado que as coordenadas de cor avaliadas não diferiram estatisticamente ( $p < 0.05$ ), com exceção da coordenada  $L^*$  do filme FSA, no tempo de 48 h (Tabela 8). Apesar da mudança de pH do leite, de pH 7 no tempo zero, para pH 6 em 48 h, a coloração dos filmes não alterou.



**Tabela 8-** Valores das coordenadas de cor dos filmes aplicados ao leite pasteurizado.

<b>Amostras</b>	<b>L*</b>	<b>a*</b>	<b>b *</b>
<b>Zero hora</b>			
Branco	70,17±0,85 <sup>A</sup>	-2,77±0,85 <sup>A</sup>	11,30±2,03 <sup>A</sup>
FC	68,07±0,35 <sup>A</sup>	-3,33±0,38 <sup>A</sup>	11,80±2,01 <sup>A</sup>
FCA	68,37±1,56 <sup>A</sup>	-1,13±1,64 <sup>A</sup>	8,90±2,49 <sup>A</sup>
FSA	67,8±1,82 <sup>A</sup>	-2,80±1,47 <sup>A</sup>	11,03±3,09 <sup>A</sup>
<b>24 horas</b>			
Branco	69,60±0,95 <sup>A</sup>	-4,17±0,93 <sup>A</sup>	15,83±0,32 <sup>A</sup>
FC	68,03±1,16 <sup>A</sup>	-5,07±1,08 <sup>A</sup>	16,13±4,31 <sup>A</sup>
FCA	68,17±1,42 <sup>A</sup>	-2,93±0,91 <sup>A</sup>	12,87±3,47 <sup>A</sup>
FSA	67,23±1,19 <sup>A</sup>	-3,57±0,50 <sup>A</sup>	16,33±1,93 <sup>A</sup>
<b>48 horas</b>			
Branco	64,83±1,22 <sup>A</sup>	-4,20±0,62 <sup>A</sup>	14,13±0,64 <sup>A</sup>
FC	65,67±0,91 <sup>A</sup>	-3,83±0,50 <sup>A</sup>	13,83±2,14 <sup>A</sup>
FCA	62,83±2,72 <sup>A</sup>	-2,80±1,84 <sup>A</sup>	14,33±2,04 <sup>A</sup>
FSA	67,47±0,72 <sup>B</sup>	-3,53±1,48 <sup>A</sup>	14,40±4,69 <sup>A</sup>

\*Médias seguidas de mesma letra não diferem entre si para coluna, pelo teste de Tukey (P<0,05).

Os resultados diferem do estudo realizado por Hoffmann et al. (2021), com filme à base de amido e antocianina da jabuticaba, que exibiram mudança de cor em resposta à deterioração do leite.

#### 4. CONCLUSÃO

A pesquisa objetivou o desenvolvimento de filmes à base de carboximetilcelulose incorporados com antocianina proveniente de cascas de jabuticaba. Os resultados evidenciaram que é viável a produção deste filme e que este apresentou propriedades adequadas.

Os filmes demonstraram sensibilidade às mudanças de cor a depender do pH a qual foi exposto, indicando a capacidade de reação a diferentes condições ambientais. Contudo a aplicação em leite pasteurizado não foi suficiente para comprovação da sua atividade como indicador de pH.

Os filmes desenvolvidos apresentam promissoras características para embalagens inteligentes. Os resultados contribuem para o avanço da tecnologia de embalagens, apontando para áreas de aprimoramento e ressaltando a necessidade de considerar as particularidades dos alimentos ao adaptar embalagens inteligentes para diferentes contextos. Pesquisas futuras podem se concentrar na otimização das características do filme visando ampliar as aplicações práticas desses materiais inovadores.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDOLLAHI, M.; REZAEI, M.; FARZI, G. A novel active bionanocomposite film incorporating rosemary essential oil and nanoclay into chitosan. **Journal of Food Engineering**, v. 111, n. 2, p. 343-350, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.02.012>

ABEDIFIROOZJAH, R.; YOUSEFI, S.; HEYDARI, M.; SEYEDFATEHI, F.; JAFARZ ADEH, S.; MOHAMMADI, R.; ROUHI, M.; GARAVAND, F. Application of Red Cabbage Anthocyanins as pH-Sensitive Pigments in Smart Food Packaging and Sensors. **Polymers**, 14, 1629, 2022. <https://doi.org/10.3390/polym14081629>

ALAM, A.U.; RATHI, P.; BESHAI, H.; SARABHA, G.K.; DEEN, M. J. Fruit Quality Monitoring with Smart Packaging. **Sensors**, 21, 1509, 2021. <https://doi.org/10.3390/s21041509>

ALVES, R. D. N.; CHAVES, K. D. S.; SANTOS JUNIOR, S. M. D.; MEIRELES, B. R. U. D. A.; FONSECA, S. B. D.; SILVA, R. B. D.; STEFANI, R. Desenvolvimento e caracterização de filme biodegradável inteligente à base de amido de banana verde e extrato de Brassica oleraceae (repolho roxo). **Hig. aliment**, p. 117-122, 2018.

BEGNINI, M. L.; SANTOS, N. R.; TOLEDO, A. L. O.; OLIVEIRA, G. N. R.; SILVA, L. T. G.; OLIVEIRA, T. T. Obtenção de bioplástico com antocianina reforçado com nanocelulose extraída da fibra da banana. **Brazilian Journal of Development**, v. 5, n.12, p. 28405-28415, 2019. <https://doi.org/10.34117/bjdv5n12-024>

CONSTANT, P. B. L. **Extração, caracterização e aplicação de antocianinas de açaí** (Euterpeoleracea, M.). 2003. <https://locus.ufv.br/handle/123456789/8994>

COSTA, L. A. D.; DIÓGENES, I. C. N.; Oliveira, M. D. A.; Ribeiro, S. F.; Furtado, R. F.; BASTOS, M. D. S. R.; Benevides, S. D. Smart film of Jack fruit seed starch as a potential indicator of fish freshness. **Food Science and Technology**, n. 41, p. 489-496, 2021. <https://doi.org/10.1590/fst.06420>

COSTA, L. A. Elaboração e caracterização de filmes biodegradáveis à base de amido de semente de Jaca, incorporados com antocianinas. 2017. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em química), Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-CE, 2017.

EZATI, P.; RHIM, J. W. pH-responsive chitosan-based film incorporated with alizarin for intelligent packaging applications. **Food Hydrocolloids**, n. 102, p. 1-10, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105629>

ESCOBAR, D.; SALA, A.; SILVERA, C.; HARISPE, R.; MÁRQUEZ, R. Películas biodegradables y comestibles desarrolladas en base a aislado de proteínas de suero lácteo: estudio de dos métodos de elaboración y del uso de sorbato de potasio como conservador. **Innotec**, n. 4, p. 33-36, 2009. <https://doi.org/10.26461/04.07>

HALÁSZ, K.; CSÓKA, L. Extrato de bagaço de chokeberry preto (*Aronia melanocarpa*) imobilizado em quitosana para aplicação de filme indicador de pH colorimétrico. **Embalagem dealimentos e prazo de validade**, v. 16, p. 185-193, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2018.03.002>

HOSSEINI, S. F.; REZAEI, M.; ZANDI, M.; GHAVI, F. F. (2013). Preparation and functional properties of fish gelatin–chitosan blend edible films. **Foodchemistry**, n. 136, p. 1490-1495. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.09.081>

HOFFMANN, T. G.; ANGIOLETTI, B. L.; BERTOLI, S. L.; SOUZA, C. K. Intelligent pH-sensing film based on jaboticaba peels extract incorporated on a biopolymeric matrix. **Journal of Food Science and Technology**, v. 59, n. 3, p. 1001-1010, 2022. <https://doi.org/10.1007/s13197-021-05104-6>

JIANG, G.; HOU, X.; ZENG, X.; ZHANG, C.; WU, H.; SHEN, G.; ZHANG, Z. Preparation and characterization of indicator films from carboxymethyl-cellulose/starch and purple sweet potato (*Ipomoea batatas* (L.) lam) anthocyanins for monitoring fish freshness. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 143, p. 359-372, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.12.024>

KANG, S.; WANG, H.; XIA, L.; CHEN, M.; LI, L.; CHENG, J.; JIANG, S. Colorimetric film based on polyvinyl alcohol/okra mucilage polysaccharide incorporated with rose anthocyanins for shrimp freshness monitoring. **Carbohydrate Polymers**, v. 229, p. 115402, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115402>

KUREK, M.; GAROFULIĆ, I. E.; BAKIĆ, M. T.; ŠČETAR, M.; UZELAC, V. D. Development and evaluation of a novel antioxidant and pH indicator film based on chitosan and food waste sources of antioxidants. **Food Hydrocolloids**, v. 84, p. 238-246, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.05.05>

LI, H.; SHI, H.; HE, Y.; FEI, X.; PENG, L. Preparation and characterization of carboxy methyl cellulose-based composite films reinforced by cellulose nanocrystals derived from pea hull waste for food packaging applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 164, p. 4104-4112, 2020.

<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.09.010>

LIANG, T. Q.; SUN, G. H.; CAO, L. L.; LI, J.; WANG, L. J. A pH and NH<sub>3</sub> sensing intelligent film based on Artemisia sphaerocephala Krasch gum and red cabbage anthocyanins anchored by carboxymethyl cellulose sodium added as a host complex. **Food Hydrocolloids**, n. 87, p. 858–868, 2019.

<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.08.028>

LIANG, T.; SUN, G.; CAO, L.; LI, J.; WANG, L. Comportamento reológico de soluções formadoras de filme e propriedades do filme de Artemisia sphaerocephala Krasch. goma e extrato de casca de cebola roxa. **Food Hydrocolloids**, v. 82, p. 124-134, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.03.055>

LIU, D.; CUI, Z.; SHANG, M.; ZHONG, Y. A colorimetric film based on polyvinyl alcohol/sodium carboxymethyl cellulose incorporated with red cabbage anthocyanin for monitoring pork freshness. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 28, p. 100641, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2021.100641>

MA, Q.; WANG, L. Preparation of a visual pH-sensing film based on tara gum incorporating cellulose and extracts from grape skins. **Sensors and Actuators B: Chemical**, v. 235, p. 401-407, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2016.05.107>

MARÇO, P. H.; POPPI, R. J.; SCARMINIO, I. S. Procedimentos analíticos para identificação de antocianinas apresentadas em extratos naturais. **Química Nova**, v. 31, p. 1218-1223, 2008. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422008000500051>

MERZ, B.; CAPELLO, C.; LEANDRO, G. C.; MORITZ, D. E.; MONTEIRO, A. R.; VALENCIA, G. A. Um novo filme indicador colorimétrico à base de quitosana, álcool polivinílico e antocianinas de frutos de jabolão (*Syzygiumcumini*) para monitoramento do frescor de camarões. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 153, p. 625-632, 2020.

<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.03.048>

MOKRZYCKI, W. S.; TATOL, M. Colour difference  $\Delta E$ -A survey. **Machine Graphics and Vision**, v. 20, n. 4, p. 383-411, 2011.

[https://www.researchgate.net/publication/236023905\\_Color\\_difference\\_Delta\\_E\\_-\\_A\\_survey](https://www.researchgate.net/publication/236023905_Color_difference_Delta_E_-_A_survey)

OLIVEIRA, J. D. S.; PICOLLOTO, A. M.; AMADO, L. R.; SILVA, K. S. Influência do pH e da adição de carboximetilcelulose sobre a fabricação e propriedades de filmes a base de proteína de soja. **Ciência e Tecnologia dos Alimentos Volume 9**, p. 36, 2020. <https://doi.org/10.36229/978-65-5866-031-6>

ONGARATTO, G. C.; VITAL, A. C. P.; PRADO, I. N. Embalagens ativas e inteligentes para proteção da carne e seus derivados: Revisão. **PUBVET**, v. 16, p. 207, 2022. <https://doi.org/10.31533/pubvet.v16n04a1091.1-11>

OZELA, E. F. **Caracterização de flavonóides e estabilidade de pigmentos de frutos de bertalha** (*Basella rubra* L.). 2004. <http://www.locus.ufv.br/handle/123456789/9040>

PAVONI, J. M. F.; LUCHESE, C. L.; POLLO, L. D.; TESSARO, I. C. Avaliação da influência da utilização do ácido láctico na produção de filmes de quitosana/Evaluation of the influence of the use of lactic acid in the production of chitosan film. **Brazilian Journal of Animal and Environmental Research**, 2, p. 813-821, 2019. ISSN 2595-573X

PELICIOLI, J. Produção de filmes indicadores contendo antocianinas da casca da batata-doce (*Ipomoea batatas* L.). 2019. <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/203191>

PEREIRA JR, V. A.; ARRUDA, I. N. Q.; STEFANI, R. Active chitosan/PVA films with anthocyanins from *Brassica oleracea* (Red Cabbage) as time-temperature indicators for application in intelligent food packaging. **Food Hydrocolloids**, v. 43, p. 180-188, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.05.014>

PEREIRA JUNIOR, V. A. Desenvolvimento e caracterização de indicador de tempo-temperatura a partir de quitosana, PVA e antocianinas para aplicações em embalagens inteligentes. 2014. <http://ri.ufmt.br/handle/1/1467>

PÉREZ-CÓRDOBA, L. J.; NORTON, I. T.; BATCHELOR, H. K.; GKATZIONIS, K.; SPYROPOULOS, F.; SOBRAL, P. J. A. Physico chemical, antimicrobial and antioxidant properties of gelatin-chitosan based films loaded with nanoemulsions encapsulating active compounds. **Food hydrocolloids**, 79, p. 544-559, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.12.012>

PRIETTO, L.; MIRAPALHETE, T. C.; PINTO, V. Z.; HOFFMANN, J. F.; VANIER, N. L.; LIM, L. T.; ZAVAREZE, E. R. pH sensitive films containing anthocyanins extracted from black bean seed coat and red cabbage. **Lwt**, v. 80, p. 492-500, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.03.006>

QIN, Y.; LIU, Y.; YONG, H.; LIU, J.; ZHANG, X.; LIU, J. Preparation and characterization of active and intelligent packaging films based on cassava starch and anthocyanins from *Lycium ruthenicum* Murr. **International journal of biological macromolecules**, v. 134, p. 80-90, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.05.029>

QIN, Y.; YUN, D.; XU, F.; CHEN, D.; KAN, J.; LIU, J. Smart packaging films based on starch/polyvinyl alcohol and *Lycium ruthenicum* anthocyanins-loaded nano-complexes: Functionality, stability and application. **Food Hydrocolloids**, v. 119, p. 106850, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106850>

RAWDKUEN, S.; FASEHA, A.; BENJAKUL, S.; KAEWPRACHU, P. Aplicação de antocianina como indicador de cor em filmes de gelatina. **Food Bioscience**, v. 36, p. 100603, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2020.100603>

RAWDKUEN, S.; FASEHA, A.; BENJAKUL, S.; KAEWPRACHU, P. Application of anthocyanin as a color indicator in gelatin films. **Food Bioscience**, v. 36, p. 100603, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2020.100603>

- RIAHI, Z.; RHIM, J. W.; BAGHERI, R.; PIRCHERAGHI, G.; LOTFALI, E. Carboxymethyl cellulose-based functional film integrated with chitosan-based carbon quantum dots for active food packaging applications. **Progress in Organic Coatings**, v. 166, p. 106794, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2022.106794>
- RODRIGUES, C.; SOUZA, V.G.L.; COELHO, I.; FERNANDO, A.L. Bio-Based Sensors for Smart Food Packaging Current Applications and Future Trends. **Sensors**, v. 21, n. 6, p. 21-48, 2021. <https://doi.org/10.3390/s21062148>
- ROY, S.; KIM, H.; RHIM, J. Effect of blended colorants of anthocyanin and shikonin on carboxymethyl cellulose/agar-based smart packaging film. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 183, p. 305315, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.04.162>
- SANI, M. A.; TAVASSOLI, M.; HAMISHEHKAR, H.; MCCLEMENTS, D. J. Carbohydrate-based films containing pH-sensitive red barberry anthocyanins: Application as biodegradable smart food packaging materials. **Carbohydrate Polymers**, v. 255, p. 117488, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117488>
- SANTOS, S. D. C.; CRUZ, K. M. G.; COSTA, R.; GONÇALVES, I. M.; LIMA, R. C. C.; OLIVEIRA, S. M.; LUZ, E. R. Determinação colorimétrica do teor de ferro em formulações farmacêuticas utilizando a câmera de um smartphone associada a aplicativos de medição de cores. **Revista Eletrônica Perspectivas da Ciência e Tecnologia**, v. 13, p. 197-207, 2021. <http://dx.doi.org/10.22407/19845693.2021.v13.p.197-207>
- SANTOS, V. S.; SANTOS, V. S. D.; FERNANDES, R. D. S.; FERREIRA JÚNIOR, C. R.; AOUADA, F. A.; AMÉRICO-PINHEIRO, J. H.; MOURA, M. R. D. Avaliação e caracterização de biofilme comestível de carboximetilcelulose contendo nanopartículas de quitosana e Cúrcuma longa. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 26, 2021. <https://doi.org/10.1590/S1517-707620210001.1226>
- SARANTÓPOULOS, C. I.G. L.; OLIVEIRA, L. M.; PADULA, M.; COLTRO, L.; ALVES, R. M. V.; GARCIA, E. E. C. Embalagens plásticas flexíveis: Principais polímeros e avaliação de propriedade. Campina: CETEA/ITAL, 2002. ISBN-85-7029048-9
- ŠEŠLIJA, S.; NEŠIĆ, A.; ŠKORIĆ, M. L.; KRUŠIĆ, M. K.; SANTAGATA, G.; MALINCONICO, M. Pectin/carboxymethylcellulose films as a potential food packaging material. **Macromolecular Symposia**. 2018. p. 1600163. <https://doi.org/10.1002/masy.201600163>
- SILVA, C. F.; FREITAS, V. W. C.; ARRUDA, N. C. G.; SILVA, E. K. B.; ARRUDA, M. R. E.; VINHAS, G. M. Avaliação do uso de extratos de antocianinas obtidos a partir de uvas Isabel como indicadores de pH. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 13, n. 2, 2019. <https://doi.org/10.3895/rbta.v13n2.9085>
- SILVA, H. M.; MAGESTE, A. B.; SILVA, S. J. B.; FERREIRA, G. M. D.; FERREIRA, G. M. D. Anthocyanin immobilization in carboxymethylcellulose/starch films: A sustain

nable sensor for the detection of Al (III) ions in aqueous matrices. **Carbohydrate polymers**, v. 230, p. 115679, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115679>

SILVA, N. M.; SANDRE, M. F. B.; SOUZA, D. G.; FERREIRA, S. V.; SILVA, J. A. G.; MESQUITA, A. A.; EGEA, M. B.; SILVA, M. A. P. Adição de extrato de casca de jaboticaba e soro de leite no desenvolvimento de embalagem inteligente para queijo prato. **Brazilian Journal of Development**, Curitiba, v. 6, n.4, p.19512-19532, 2020. <https://doi.org/10.34117/bjdv6n4-207>

SOLIMAN, E. A.; FURUTA, M. Influence of phase behavior and miscibility on mechanical, thermal and micro structure of soluble starch gelatin thermo plastic biodegradable blend films. **Food and Nutrition Sciences**, n. 5, p. 1040 1055, 2014. <https://doi.org/10.4236/fns.2014.511115>

SUEIRO, A. C.; TISCHER, P. C. S. F.; LONNI, A. A. S. G.; MALI, S. (2016). Filmes biodegradáveis de amido de mandioca, pululana e celulose bacteriana. **Química Nova**, v. 39, p. 1059-1064, 2016. <https://doi.org/10.5935/0100-4042.20160118>

TEIXEIRA, L. N.; STRINGHETA, P. C.; OLIVEIRA, F. A. Comparação de métodos para quantificação de antocianinas. **Revista Ceres**, v. 55, n. 4, 2008, p. 297- 304. <http://www.locus.ufv.br/handle/123456789/20655>

TEIXEIRA, S. C.; SOARES, N. F. F.; STRINGHETA, P. C. Desenvolvimento de embalagens inteligentes com alteração colorimétrica incorporadas com antocianinas: uma revisão crítica. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 24, 2021. <https://doi.org/10.1590/1981-6723.03321>

TERRAZAS, M. B. Desenvolvimento, caracterização e aplicação de filmes indicadores contendo antocianinas da casca de jaboticaba (*Plinia jaboticaba*). 2019.

TONGDEESOONTORN, W.; MAUER, L. J.; WONGRUONG, S.; SRIBURI, P.; RACHTANAPUN, P. Efeito da concentração de carboximetilcelulose nas propriedades físicas de filmes biodegradáveis à base de amido de mandioca. **Revista Central de Química**, v. 5, n. 1, pág. 1-8, 2011. <https://doi.org/10.1186/1752-153X-5-6>

WU, C.; SUN, J.; ZHENG, P.; KANG, X.; CHEN, M.; LI, Y.; PANG, J. Preparation of an intelligent film based on chitosan/oxidized chitin nanocrystals incorporating black rice bran anthocyanins for seafood spoilage monitoring. **Carbohydrate Polymers**, v. 222, p. 115006, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115006>

WU, J.; ZHONG, F.; LI, Y.; SHOEMAKER, C. F.; XIA, W. Preparation and characterization of pullulan chitosan and pullulan carboxymethyl chitosan blended films. **Food Hydrocolloids**, n. 30, p. 82-91, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2012.04.002>

XAVIER, V. G. F. Desenvolvimento de biofilmes poliméricos de carboximetilcelulose e extrativo do bagaço de uva, para a pulverização em cultura de maçã e proteção contra a radiação UV. 2022. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em química industrial), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG, 2022.

YONG, H.; WANG, X.; BAI, R.; MIAO, Z.; ZHANG, X.; LIU, J. Development of antioxidant and intelligent pH-sensing packaging films by incorporating purple-fleshed sweet potato extract into chitosan matrix. **Food Hydrocolloids**, v. 90, p. 216-224, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.12.015>

ZHANG, C.; SUN, G.; CAO, L.; WANG, L. Filme precisamente inteligente feito de carboximetilamido de sódio/ $\kappa$ -carragenina reforçado por antocianinas de amora como indicador. **Food Hydrocolloids**, v. 108, p. 106012, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106012>

ZHANG, J.; ZOU, X.; ZHAI, X.; HUANG, X.; JIANG, C.; HOLMES, M. Preparation of an intelligent pH film based on biodegradable polymers and roselle anthocyanins for monitoring pork freshness. **Food Chemistry**, v. 272, p. 306 -312, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.08.041>



#### **IV – CONCLUSÃO GERAL**

O desenvolvimento de embalagens inteligentes é considerado uma inovação e uma área promissora para a realização de pesquisas no âmbito de embalagens para alimentos. O estudo do uso de um polímero associado a um pigmento natural para elaboração de um filme inteligente mostrou-se um campo inovador, especialmente pela utilização de materiais biodegradáveis, que não agridem o meio ambiente. Utilizando técnicas simples e materiais biodegradáveis, em junção com compostos presentes em alimentos como frutas e vegetais é possível formar filmes de boa qualidade, com características semelhantes ou superiores as embalagens convencionais.

É válido ressaltar as vantagens da realização deste trabalho que são o baixo custo da base polimérica utilizada; a valorização da inovação e pesquisa científica; valorização de compostos naturais; redução de desperdício; preservação do meio ambiente; satisfação do consumidor, e inovação na indústria de embalagens. Como proposta de estudos futuros a este tipo de pesquisa, sugere-se aumentar a concentração do extrato utilizado nos filmes, assim como testar outras formas de extração da antocianina, diferentes combinações de bases poliméricas na elaboração dos filmes, e aplicação dos filmes em outros alimentos.