



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

**MODIFICAÇÃO POR FERMENTAÇÃO NATURAL DO AMIDO DE BANANA-DA-TERRA (*Musa Paradisiaca* L.) VERDE E SUA APLICAÇÃO NA PRODUÇÃO DE FILMES INCORPORADOS COM EMULSÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE CALÊNDULA (*Calendula Officinalis*)**

Autora: Evilane Laila dos Santos Souza  
Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Cristiane Martins Veloso

ITAPETINGA  
BAHIA-BRASIL  
Abril de 2024

**EVILANE LAILA DOS SANTOS SOUZA**

**MODIFICAÇÃO POR FERMENTAÇÃO NATURAL DO AMIDO DE BANANA-DATERRA (*Musa Paradisiaca* L.) VERDE E SUA APLICAÇÃO NA PRODUÇÃO DE FILMES INCORPORADOS COM EMULSÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE CALÊNDULA (*Calendula Officinalis*)**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Alimentos, área de concentração em Ciência de Alimentos.

**Orientadora:** Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Cristiane Martins Veloso

**Coorientadores:** Prof. Dr. Leandro Soares Santos

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Renata Cristina Ferreira Bonomo

ITAPETINGA  
BAHIA-BRASIL  
Abril de 2024

664.09  
S714m

Souza, Evilane Laila dos Santos.

Modificação por fermentação natural do amido de banana-da-terra (*Musa paradisiaca* L.) verde e sua aplicação na produção de filmes incorporados com emulsão de óleo essencial de calêndula (*Calendula officinalis*). / Evilane Laila dos Santos Souza - Itapetinga: UESB, 2024.  
63f.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Alimentos, área de concentração em Ciência de Alimentos. Sob a orientação da Prof.<sup>a</sup> D. Sc. Cristiane Martins Veloso e coorientação do Prof. D. Sc. Leandro Soares Santos e Prof.<sup>a</sup> D. Sc. Renata Cristina Ferreira Bonomo.

1. Bioplástico. 2. Bioplástico - Amido de banana-da-terra verde - Óleo essencial de calêndula. 3. Filmes biodegradáveis. I. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia. Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Engenharia e Ciência de Alimentos. II. Veloso, Cristiane Martins. III. Santos, Leandro Soares. IV. Bonomo, Renata Cristina Ferreira. V. Título.

**CDD (21): 664.09**

Catálogo na fonte:

Adalice Gustavo da Silva – CRB/5-535  
Bibliotecária – UESB – Campus de Itapetinga-BA

Índice Sistemático para Desdobramento por Assunto:

1. Embalagens biodegradáveis – Fermentação natural - Sustentabilidade

## DECLARAÇÃO DE APROVAÇÃO

**Título:** “MODIFICAÇÃO POR FERMENTAÇÃO NATURAL DO AMIDO DE BANANA-DATERRA (*Musa Paradisiaca* L.) VERDE E SUA APLICAÇÃO NA PRODUÇÃO DE FILMES INCORPORADOS COM EMULSÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE CALÊNDULA (*Calendula Officinalis*)”.

**Autor (a):** **EVILANE LAILA DOS SANTOS SOUZA**

**Orientador (a):** Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Cristiane Martins Veloso

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

Documento assinado digitalmente  
 **NORMANE MIRELE CHAVES DA SILVA**  
Data: 17/06/2024 12:14:14-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Normane Mirele Chaves da Silva (IF  
BAIANO)

Documento assinado digitalmente  
 **ROSANA MOURA DE OLIVEIRA**  
Data: 17/06/2024 11:29:06-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Rosana Moura de Oliveira (IF  
BAIANO)

Documento assinado digitalmente  
 **CRISTIANE MARTINS VELOSO**  
Data: 17/06/2024 14:03:44-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Cristiane Martins Veloso  
Orientadora – UESB  
Presidente da Banca

**Itapetinga-BA, 23 de abril de 2024.**

*“É preciso que eu suporte duas ou três larvas se quiser conhecer as borboletas”.*

O Pequeno Príncipe - Antoine de Saint-Exupéry

*À minha família pelo apoio, amor e compreensão  
nessa jornada, assim como em todos os momentos  
da minha vida.*

***Dedico!***

## AGRADECIMENTOS

*A Deus pela vida, proteção, saúde e determinação. Sua presença tem sido minha força para superar obstáculos e conquistar meus objetivos.*

*Aos meus pais, Sebastião e Maria Aparecida pelo amor, cuidado, carinho e palavras de afeto. Serei eternamente grata pela compreensão e ajuda na criação da minha filha. Nunca saberei retribuir tamanho feito.*

*Ao meu irmão Evilásio, por todo apoio, incentivo e parceria durante toda a minha jornada acadêmica, sempre estando disposto a me ajudar.*

*À minha filha, Annalice, melhor amiga e companheira, gostaria de expressar minha profunda gratidão pela compreensão da minha ausência, pelo calor do seu abraço, por todo o carinho e amor que você sempre demonstra. Te amo imensamente, você é e sempre será minha maior motivação para chegar cada vez mais longe.*

*À minha avó Justiniana, pelo carinho e cuidado com minha filha, pelas palavras de motivação e por me colocar em suas orações.*

*Aos colegas de pesquisa do Laboratório de Engenharia de Processos, em especial a Eduardo Bruno, Rosana Ferreira e Charline Rolim pelo apoio e auxílio prestado sempre que solicitado nos momentos de dúvidas e nas análises realizadas.*

*Aos colegas e amigos Emília Carmen, Gabriel Rosário, Robson Domingues, Tankpinou Richard e Késia Rodrigues pela amizade que levarei para além da vida acadêmica.*

*À minha orientadora Dr<sup>a</sup>. Cristiane Martins Veloso, por todo conhecimento compartilhado, paciência, compreensão e dedicação.*

*Aos meus coorientadores Dr<sup>a</sup>. Renata Cristina Ferreira Bonomo e Dr. Leandro Soares Santos, pela contribuição no desenvolvimento do meu trabalho.*

*Ao Programa de Pós-Graduação de Engenharia e Ciência de Alimentos e a Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia pela oportunidade de realizar esse trabalho e conquistar esse tão almejado título.*

*À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela concessão da bolsa possibilitando a realização da pesquisa.*

*À todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para que essa etapa tão importante se concluísse, expresso aqui toda a minha gratidão e apreço a vocês.*

**Muito Obrigada!**

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	09
LISTA DE TABELAS .....	10
RESUMO .....	11
ABSTRACT .....	12
CAPÍTULO 1 .....	13
1. INTRODUÇÃO .....	14
2. REVISÃO DE LITERATURA .....	16
2.1 Filmes biodegradáveis .....	16
2.2 Amido .....	18
2.3 Banana-da-terra ( <i>Musa Paradisiaca</i> L.) .....	19
2.4 Filmes biodegradáveis a base de amido .....	20
2.5 Modificações do amido .....	21
2.5.1 Fermentação natural .....	22
2.6 Emprego de óleos essenciais em filmes biodegradáveis .....	23
2.6.1 Emulsão .....	24
3. OBJETIVOS .....	26
3.1 Objetivo geral .....	26
3.2 Objetivos específicos .....	26
4. REFERÊNCIAS .....	27
CAPÍTULO 2 .....	35
Artigo 1: Desenvolvimento de filmes à base de amido de banana-da-terra ( <i>Musa Paradisiaca</i> L.) verde modificado por fermentação natural com adição de emulsão de óleo essencial de Calêncula ( <i>Calendula Officinalis</i> ) como ativo antioxidante .....	35
RESUMO .....	36
1. INTRODUÇÃO .....	37
2. MATERIAIS E MÉTODOS .....	38
2.1 Materiais e reagentes .....	38
2.2 Extração do amido de banana-da-terra verde .....	39
2.3 Modificação por fermentação natural .....	39
2.4 Caracterização do amido nativo e modificado .....	40
2.5 Preparo da emulsão de óleo essencial de Calêncula .....	40
2.6 Produção dos filmes .....	40
2.7 Caracterização dos filmes .....	41

2.7.1 Espessura .....	41
2.7.2 Solubilidade em água .....	41
2.7.3 Atividade de água .....	42
2.7.4 Permeabilidade ao vapor de água (PVA) .....	42
2.7.5 Propriedades mecânicas .....	43
2.7.6 Morfologia estrutural dos filmes por Microscopia Eletrônica de Varredura-MEV .....	43
2.7.7 Composição química por Espectroscopia por Transformada de Fourier-FTIR .....	43
2.7.8 Propriedades ópticas .....	43
2.7.9 Determinação da atividade antioxidante .....	44
2.7.9.1 Atividade antioxidante total pela captura do radical livre-DPPH .....	44
2.7.9.2 Determinação da atividade antioxidante pelo método de redução do ferro-FRAP ....	44
2.7.10 Análise de biodegradabilidade dos filmes .....	45
2.8 Análise estatística .....	45
3.RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	45
3.1 <i>Caracterização do amido nativo e modificado por fermentação natural</i> .....	45
3.2 <i>Caracterização dos filmes biodegradáveis</i> .....	48
3.2.1 Resistência mecânica dos filmes .....	50
3.2.2 Morfologia estrutural dos filmes por Microscopia Eletrônica de Varredura-MEV .....	51
3.2.3 Composição química por Espectroscopia por Transformada de Fourier dos filmes-FTIR ....	53
3.2.4 Propriedades ópticas .....	54
3.2.5 Determinação da atividade antioxidante pelo método de DPPH e FRAP .....	54
3.2.6 Análise de biodegradabilidade dos filmes .....	55
4. CONCLUSÕES .....	56
5. REFERÊNCIAS .....	57

## LISTA DE FIGURAS

### CAPÍTULO 1

**Figura 1:** Sistema de coordenação de materiais para bioplásticos ..... 17

### CAPÍTULO 2

**Figura 1:** Micrografias do amido nativo (a, c, e) e modificado (b, d, f) de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde obtidas por MEV: x100 (a,b), x300 (c,d) e x1500 (e, f) ..... 48

**Figura 2:** Micrografias de superfície (a, b, c, d, e, f, h, i, j) e fratura (k, l, m, n, o) das amostras de filmes de amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde: Fnat (a, f, k); Fmod (b, g, l); F0,2% (c, h, m); F0,4% (d, i, n) e F0,6% (e, j, o) obtidas por MEV: x100 (a, b, c, d, e), x1500 (f, g, h, i, j), x700 e x800 (k, l, m, n, o) ..... 52

**Figura 3:** Espectros ATR dos filmes de amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo e modificado e incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*) ..... 53

## LISTA DE TABELAS

### CÁPITULO 2

- Tabela 1:** Composição das formulações dos filmes a base de amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*) ..... 41
- Tabela 2:** Caracterização da composição físico-química do amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural ..... 46
- Tabela 3:** Espessura e resistência à umidade dos filmes produzidos com amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*) ..... 49
- Tabela 4:** Resultados da análise mecânica dos filmes produzidos com amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*) ..... 51
- Tabela 5:** Propriedades ópticas dos filmes produzidos com amido de banana-da-terra verde (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*) ..... 54
- Tabela 6:** Efeito antioxidante dos filmes produzidos com amido de banana-da-terra (*Musa paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*) ..... 55
- Tabela 7:** Índices de biodegradabilidade dos filmes a base de amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*) ..... 56

## RESUMO

SOUZA, E.L.S. **Modificação por fermentação natural do amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde e sua aplicação na produção de filmes incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*).** 2024. 63 p. (Dissertação de mestrado). Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia. Itapetinga, BA.

As embalagens biodegradáveis desenvolvidas a base de amido e outros polímeros naturais se apresentam como uma alternativa promissora ao uso de plásticos obtidos de fontes não renováveis. Dentro deste contexto, no presente trabalho foram desenvolvidos e avaliados filmes biodegradáveis a base de amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*). Os grânulos do amido (nativo e modificado por fermentação natural) foram caracterizados quanto a suas propriedades químicas (pH, acidez titulável, umidade, cinzas, proteína bruta, lipídios totais, amilose aparente) e microestrutura por Microscopia Eletrônica de Varredura-MEV. Os filmes foram caracterizados através da determinação da espessura, permeabilidade ao vapor de água, atividade de água, solubilidade, análise mecânica (módulo de Young, tensão máxima e deformação), MEV, FTIR, propriedades ópticas e biodegradabilidade. Após a fermentação, houve mudanças significativas no pH e acidez do amido, atribuídas à produção de ácidos orgânicos, redução no teor de amilose e manutenção na microestrutura do amido (tamanho e forma dos grânulos). A incorporação da emulsão de óleo essencial levou a uma redução da espessura dos filmes em comparação com o tratamento controle (Fnat: filme a base de amido nativo), confirmadas pelo teste de Dunnett. Também resultou em uma menor permeabilidade ao vapor de água, atribuída à barreira física criada pelo óleo. A estabilidade da atividade de água nos filmes sugere menor susceptibilidade à degradação. A análise de solubilidade destacou diferenças significativas entre os tratamentos, exceto para a formulação com 0,2% de emulsão. Foram observadas também diferenças significativas para os resultados da análise mecânica em relação ao filme controle. O módulo de elasticidade diminuiu com o aumento da concentração da emulsão de óleo essencial, indicando uma estrutura menos rígida devido às interações entre o óleo e os componentes poliméricos. A tensão máxima apresentou diferença apenas no tratamento com 0,2% de emulsão. A deformação máxima foi significativamente diferente apenas no tratamento com 0,6% de emulsão. Nos resultados do MEV foi possível observar que os filmes com adição de emulsão, apresentaram pontos de coalescência da estrutura, sendo mais significativo para o filme com 0,6% devido à baixa miscibilidade do sistema. Os espectros do FTIR revelaram que não houve mudanças nos picos dos grupos funcionais entre os tratamentos, exceto para as formulações contendo 0,4% e 0,6% de emulsão apresentando uma banda identificada como uma característica do óleo essencial de Calêndula. A adição de 0,6% de emulsão na formulação influenciou a cor geral do filme, resultando em uma diminuição no valor do parâmetro  $b^*$ . Os filmes com 0,4% e 0,6% de emulsão de óleo essencial, apresentaram diferenças significativas no método de DPPH em relação ao controle (Fnat), porém os valores obtidos foram baixos para conferir propriedades antioxidantes. A biodegradabilidade do tratamento F0.6 diferiu do tratamento controle (Fnat), apresentando maior taxa de degradação desde o 5º dia de avaliação. A adição periódica de água auxiliou na perda de compostos solúveis, resultando na degradação completa dos filmes até o 15º dia de avaliação. Esses resultados destacam o potencial dos filmes biodegradáveis à base de amido de banana-da-terra verde como alternativa sustentável às embalagens plásticas convencionais.

**Palavra-chave:** Bioplástico; Embalagens biodegradáveis; Sustentabilidade.

## ABSTRACT

SOUZA, E.L.S. **Modification by natural fermentation of green plantain (*Musa Paradisiaca* L.) starch and its application in the production of films incorporated with Calendula (*Calendula Officinalis*) essential oil emulsion.** 2024. 63 p. (master's thesis). Postgraduate program in food science and engineering. State university of southwest Bahia. Itapetinga, BA.

Biodegradable packaging developed from starch and other natural polymers presents a promising alternative to the use of plastics derived from non-renewable sources. Within this context, the present study developed and evaluated biodegradable films based on native and naturally fermented green plantain (*Musa Paradisiaca* L.) starch, incorporated with an emulsion of Calendula (*Calendula Officinalis*) essential oil. The starch granules (native and naturally fermented) were characterized for their chemical properties (pH, titratable acidity, moisture, ash, crude protein, total lipids, apparent amylose) and microstructure using Scanning Electron Microscopy (SEM). The films were characterized by determining thickness, water vapor permeability, water activity, solubility, mechanical analysis (Young's modulus, maximum stress, and deformation), SEM, FTIR, optical properties, and biodegradability. After fermentation, significant changes in starch pH and acidity were observed, attributed to the production of organic acids, a reduction in amylose content, and maintenance of starch microstructure (granule size and shape). The incorporation of the essential oil emulsion led to a reduction in film thickness compared to the control treatment (F<sub>nat</sub>: native starch-based film), confirmed by Dunnett's test. It also resulted in lower water vapor permeability, attributed to the physical barrier created by the oil. The stability of water activity in the films suggests lower susceptibility to degradation. Solubility analysis highlighted significant differences between treatments, except for the formulation with 0.2% emulsion. Significant differences were also observed in mechanical analysis results compared to the control film. The modulus of elasticity decreased with increasing emulsion concentration, indicating a less rigid structure due to interactions between the oil and polymeric components. Maximum stress differed only in the treatment with 0.2% emulsion, while maximum deformation was significantly different only in the treatment with 0.6% emulsion. SEM results showed that films with emulsion addition exhibited points of coalescence in the structure, more significant for the film with 0.6% due to the system's low miscibility. FTIR spectra revealed no changes in the functional group peaks between treatments, except for formulations containing 0.4% and 0.6% emulsion, presenting a band identified as a characteristic of Calendula essential oil. The addition of 0.6% emulsion influenced the film's overall color, resulting in a decrease in the b\* parameter value. Films with 0.4% and 0.6% essential oil emulsion showed significant differences in the DPPH method compared to the control (F<sub>nat</sub>), though the values obtained were too low to confer antioxidant properties. The biodegradability of the F<sub>0.6</sub> treatment differed from the control treatment (F<sub>nat</sub>), showing a higher degradation rate from the 5th day of evaluation. Periodic water addition aided in the loss of soluble compounds, resulting in complete film degradation by the 15th day of evaluation. These results highlight the potential of biodegradable films based on green plantain starch as a sustainable alternative to conventional plastic packaging.

**Keywords:** Natural fermentation; Biodegradable packaging; Sustainability.

## CAPÍTULO 1

---

INTRODUÇÃO

REVISÃO DE LITERATURA

OBJETIVOS

---

## 1. INTRODUÇÃO

As embalagens plásticas convencionais, provenientes de fontes não renováveis, têm se tornado cada vez mais presentes em nosso cotidiano, o que contribui significativamente para a poluição, uma vez que são descartadas rapidamente no meio ambiente. Além disso, apresentam degradação lenta e dependem fortemente de combustíveis fósseis em seu processo de produção. Diante desses desafios, há uma busca crescente por materiais poliméricos naturais e ecologicamente biodegradáveis que possam substituir, ainda que parcialmente, essas fontes não renováveis e são eles: pectina, lipídios, proteínas, quitosana e amido (Ayyubi, Purbasari & Kusmiyati, 2022; Subbuvel & Kavan, 2022).

Dentre esses componentes, o amido se destaca como um biopolímero natural derivado de fontes vegetais e, portanto, considerado um material renovável, apresentando biodegradabilidade e viabilidade econômica. A utilização de embalagens biodegradáveis feitas de amido e outros polímeros naturais pode ajudar a atenuar os problemas associados aos plásticos sintéticos à base de petróleo (Bangar *et al.*, 2022; Henrique, Cereda & Sarmiento, 2008; Ojogbo, Ogunsona & Mekonnen, 2020).

Amidos de fontes convencionais, como milho, batata e mandioca são amplamente utilizados na indústria de alimentos para diversos processamentos. No entanto, à medida que a busca por fontes alternativas e sustentáveis ao meio ambiente aumenta, surge um interesse crescente em estudar fontes não convencionais de extração de amido para compreender a relação entre a estrutura e suas propriedades. Estes amidos apresentam grande potencial de aplicação e podem ser vantajosos devido à produção sustentável, valorização dos subprodutos e viabilidade tecnológica (Henning *et al.*, 2022; Zhu, 2020).

A banana-da-terra é um exemplo promissor de fonte não convencional para extração de amido, contribuindo significativamente para a redução dos prejuízos pós-colheita, reaproveitando os frutos fora dos padrões exigidos para comercialização. Estes frutos podem ser utilizados em outros processamentos devido ao seu teor de amido, que excede 70% em base seca, com aproximadamente 25% de amilose. A presença de amilose nessa proporção, em comparação com outras fontes convencionais de amido, amplia ainda mais seu potencial de aplicação. A amilose possui propriedades filmogênicas que contribuem para a produção de filmes flexíveis e resistentes, tornando-a uma escolha atrativa para o desenvolvimento de embalagens e outros produtos relacionados (Garofalo *et al.*, 2024; Mesquita *et al.*, 2016; Sartori & Menegalli, 2016).

A utilização do amido em sua forma nativa apresenta desafios significativos em termos de propriedades mecânicas e de absorção ou interação com a umidade presente no ambiente.

Estas deficiências do amido podem dificultar sua aplicação em diversas áreas de processamento e para contornar essa característica dos grânulos, têm sido empregados métodos de modificação visando melhorar suas funcionalidades. Dentre as abordagens de modificações, destaca-se a fermentação natural (Ojogbo, Ogunsona & Mekonnen, 2020). A fermentação natural é um dos métodos mais antigos de processamento alimentício para preparar e conservar os alimentos, e é uma forma segura e econômica de melhorar as propriedades nutricionais e sensoriais dos produtos. Nas últimas décadas, tem ganhado interesse crescente na aplicação de processos fermentativos para modificar as propriedades físico-químicas e nutricionais do amido (Ye *et al.*, 2019).

Os filmes à base de amidos modificados, utilizados como materiais de embalagem, podem ter sua funcionalidade melhorada através da adição de agentes antibacterianos e/ou antioxidantes. A incorporação desses agentes pode ajudar a inibir o crescimento de microrganismos indesejados e retardar ou prevenir a oxidação dos componentes sensíveis dos alimentos, como gorduras, óleos e outros compostos orgânicos. Isso é crucial para manter a qualidade e a frescura dos alimentos durante o armazenamento prolongando, consequentemente, sua vida útil (Liu *et al.*, 2022).

No entanto, esses agentes apresentam algumas limitações em seu uso devido às suas características instáveis em algumas condições de armazenamento como temperatura, umidade e exposição à luz, resultando na perda de eficácia ao longo do tempo e podendo interagir de forma adversa com o material da embalagem, comprometendo sua integridade física e funcionalidade. Os óleos essenciais são uma alternativa viável para substituição desses agentes sintéticos, pois apresentam propriedades antimicrobianas e antioxidantes e são biodegradáveis não deixando residual químico nos produtos aplicados (Bhandari *et al.*, 2022).

Diante do exposto, o presente estudo teve por objetivo produzir filmes biodegradáveis à base de amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde modificado por fermentação natural com incorporação de emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*).

## 2. REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Filmes biodegradáveis

Na produção de plásticos são utilizados materiais derivados de petróleo. Essa produção em larga escala não apenas causa poluição ambiental, mas também acelera o esgotamento dos recursos naturais. Diante desse desafio, uma estratégia eficaz para mitigar esse problema é o desenvolvimento de materiais biodegradáveis.

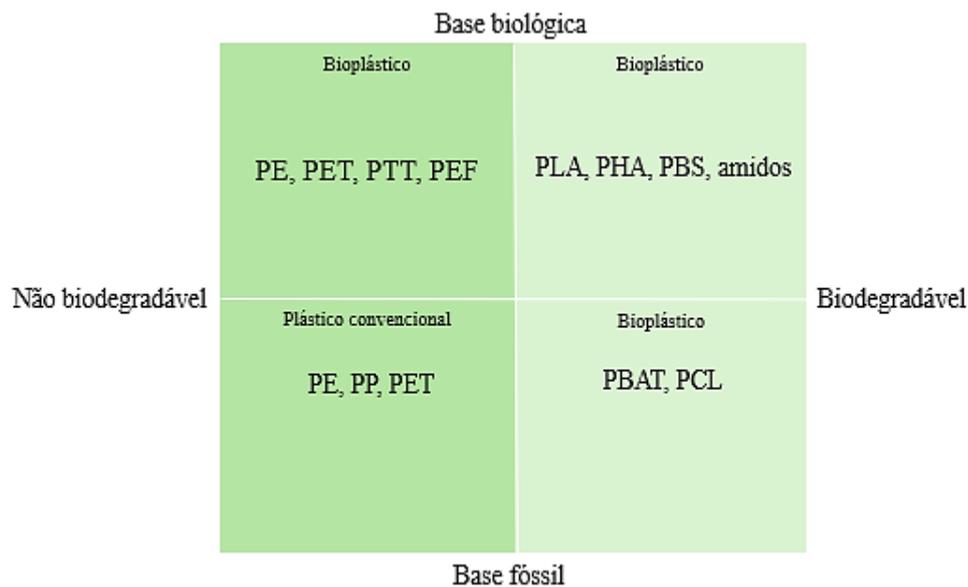
Materiais biodegradáveis são aqueles que possuem a capacidade de se decompor em dióxido de carbono, metano, água, compostos inorgânicos, ou biomassa, sendo o mecanismo dominante a ação enzimática de microrganismos, no qual os produtos resultantes podem ser obtidos e medidos em um determinado período. Após o processo de biodegradação, nenhum resíduo tóxico é deixado, contribuindo para a conservação dos recursos petroquímicos utilizados na fabricação do plástico convencional e na redução dos danos ambientais causados pelo descarte inadequado. Isso fortalece ainda mais os benefícios dos materiais biodegradáveis, na substituição dos plásticos provenientes de fontes não-renováveis (Fonseca-García, Jiménez-Regalado e Aguirre-Loredo, 2021; Kumari *et al.*, 2023). Estes podem ser de base polimérica sintética como o ácido polilático (PLA), álcool polivinílico (PVA), policaprolactona (PCL), ácido polibutil succínico-adipato de butila (PBSA) e poliadipato butileno tereftalato (PBAT), ou de base natural como proteínas (whey protein, proteína de soja, fibroína de seda), polissacarídeos (quitosana, celulose, amido) e lipídios (cera de abelha, ácido láurico) (Cheng *et al.*, 2021).

Segundo a European Bioplastics (2016), um plástico é considerado bioplástico se for feito a partir de fonte biológica, biodegradável ou se possuir ambas as características. A capacidade de biodegradação não está diretamente relacionada à origem dos recursos do material, mas sim à sua composição química. Dessa forma, plásticos integralmente provenientes de fontes biológicas podem não ser biodegradáveis ao passo que plásticos provenientes exclusivamente de fontes fósseis podem ser. Na Figura 1 estão apresentados alguns exemplos de materiais de base biológicas e fósseis utilizados na produção de bioplásticos.

Plásticos como PE, PP e PET também podem ser produzidos a partir de recursos renováveis, como cana-de-açúcar ou resíduos de óleo vegetal que seriam descartados. O PE de base biológica já está sendo produzido em larga escala e é encontrado em várias formulações de embalagem. O PP de base biológica pode ser usado nas mesmas aplicações que a

convencional, desde recipientes plásticos a itens técnicos. O PET de poliéster de base biológica pode ser usado para produzir fibras têxteis renováveis, mas é predominantemente encontrado em embalagens de alimentos, como em garrafas de bebidas (European Bioplastics, 2016).

Além de considerar os benefícios ambientais, é fundamental discutir os avanços tecnológicos que estão impulsionando a pesquisa e o desenvolvimento de materiais biodegradáveis. Com a crescente demanda por soluções econômicas e ecológicas, novos materiais e formulações aprimoradas têm sido desenvolvidos visando melhorar o desempenho em resistência mecânica, flexibilidade, durabilidade e capacidade de barreira a gases (Moshood *et al.*, 2022).



**Figura 1:** Sistema de coordenação de materiais para bioplásticos. Adaptado de European Bioplastics (2016).

Dentre os materiais biodegradáveis naturais encontrados, o amido se destaca como o candidato mais promissor para produzir bioplásticos, devido à sua disponibilidade, variedade, versatilidade, não toxicidade e capacidade para formação de filmes. O amido apresenta propriedades semelhantes aos plásticos derivados de petroquímicos, ampliando suas possibilidades de aplicação. Além disso, a sua estrutura poli-hidroxi facilita a modificação de suas propriedades funcionais por meio de métodos físicos, químicos ou enzimáticos, melhorando suas propriedades e conseqüentemente as características dos filmes produzidos a partir deles (Frangopoulos *et al.*, 2023; Gupta, Biswas & Roy, 2022; Jiang *et al.*, 2020; Mansour *et al.*, 2020).

## 2.2 Amido

O amido é um composto semicristalino constituído por dois polímeros de glicose: amilose e amilopectina, com estruturas e funcionalidades bem diferentes. A amilose é uma molécula essencialmente linear composta por unidades de D-glicose ligadas por ligações  $\alpha$ -(1 $\rightarrow$ 4), com grau de polimerização de 200 a 3000, dependendo da fonte do amido. A amilopectina é uma molécula altamente ramificada, com unidades de D-glicose ligadas através de ligações  $\alpha$ -(1 $\rightarrow$ 4) e ramificações em  $\alpha$ -(1 $\rightarrow$ 6) (Ellis *et al.*, 1998).

No interior do grânulo de amido, as moléculas de amilose e amilopectina arrançadas de modo radial, com origem na região conhecida como hilo, formam camadas alternadas de anéis de crescimento. Esses anéis, organizados de maneira intercalada, são classificados em amorfo e semicristalino. Os anéis amorfos têm uma conformação desordenada e incluem as moléculas de amilose, amilopectina e suas interações, enquanto os anéis semicristalinos são constituídos por estruturas lamelares de regiões amorfas e cristalinas. A região cristalina é formada pelas duplas hélices das cadeias laterais de amilopectina, enquanto a região amorfa inclui os pontos de ramificação da amilopectina e a amilose (Damodaran & Parkin, 2019).

Variações significativas nas propriedades do amido podem surgir, dependendo da fonte de onde foi extraído, forma dos grânulos, tamanhos, conformação e arranjo microestrutural, teores e proporções de amilose-amilopectina com cerca de 25% e 75%, respectivamente, comprimentos de cadeias ramificadas e amorfas e propriedades físicas e químicas distintas. Essa diversidade influencia a funcionalidade do amido, bem como sua suscetibilidade a processos de modificações físicas ou químicas, como gelatinização ou hidrólise que promovem alterações na textura e retenção de água do alimento (Basiak, Lenart & Debeaufort, 2017a; Denardin & Silva, 2009; Mali, Grossmann & Yamashita, 2010; Utrilla-Coello *et al.*, 2014; Vianna *et al.*, 2021; Zhu, 2020).

A amilose e amilopectina são unidas por ligações de hidrogênio, tornando-as insolúveis em água fria. No entanto, quando expostas a temperaturas de gelatinização as moléculas podem sofrer alterações significativas ocorrendo a quebra das ligações de hidrogênio entre os componentes do amido a partir do fornecimento de energia térmica em solução aquosa. A gelatinização é um processo no qual o grânulo de amido é transformado em uma pasta viscoelástica irreversível na presença de água quente, destruindo a cristalinidade e a ordem molecular do grânulo por meio do rompimento das ligações de hidrogênio (Abe *et al.*, 2021).

A capacidade de digestão do amido processado é influenciada pelo grau de quebra na estrutura durante a gelatinização e pela subsequente retrogradação, que é um processo contínuo.

Este último inicia com a recristalização rápida das moléculas de amilose, seguida pela recristalização mais lenta das moléculas de amilopectina. A retrogradação da amilose desempenha um papel importante na determinação da resistência inicial de um gel de amido, bem como na aderência e na facilidade de digestão dos alimentos processados (Punia *et al.*, 2020; Thakur *et al.*, 2019).

A retrogradação está intimamente ligada à sua capacidade de formar filmes. Durante esse processo, as moléculas de amilose e amilopectina presentes no amido passam por um rearranjo molecular, resultando na recristalização das cadeias. Essa recristalização leva à formação de estruturas mais organizadas e interligadas, o que resulta em uma matriz mais rígida e resistente. No período da secagem do filme, a água evapora e as cadeias de amido começam a se rearranjar, formando ligações intermoleculares que conferem resistência e coesão ao filme, promovendo a formação de um filme mais firme e resistente com boas propriedades mecânicas, como resistência à tração e à ruptura, além de oferecer maior estabilidade durante o armazenamento (Chang *et al.*, 2021; Liu *et al.*, 2021; Matignon & Tecante, 2017).

### **2.3 Banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.)**

A cultura da banana é amplamente difundida no cenário agrícola global e é reconhecida por sua delicadeza e vulnerabilidade a fatores externos que podem comprometer sua qualidade, resultando em perdas significativas ao longo da cadeia de suprimentos pós-colheita (Al-Dairi *et al.*, 2023). Originária das regiões do sudoeste do Pacífico, a banana é cultivada e comercializada em escala mundial em muitos países tropicais e subtropicais, existindo o cultivo de diversas variedades para consumo e usos medicinais. É derivada de três gêneros (*Musa*, *Ensete* e *Musella*) da mesma família. A maioria das cultivares de banana identificadas é derivada de duas espécies diplóides, *Musa acuminata* (genoma A) e *Musa balbisiana* (genoma B). As cultivares de *Musa balbisiana* são conhecidas por serem ricas em amido, sendo denominadas banana-da-terra. Enquanto as cultivares derivadas da *Musa acuminata* tendem a ser mais doces, sendo aquelas consumidas *in natura* (Mohd Zaini *et al.*, 2022; Sugianti, C.; Imaizumi, T.; Thammawong, M.; Nakano, 2022).

Considerada uma das commodities agrícolas mais importantes globalmente, as plantações comerciais correspondem por cerca de 15% da produção mundial, além de representar uma das principais fontes de exportação para muitos países em desenvolvimento, consolidando-se como uma peça fundamental no comércio global de frutas (Panigrahi *et al.*, 2021).

A banana verde atrai significativa atenção devido ao seu elevado teor de amido (cerca de 70% em base seca), o que a torna competitiva comercialmente. Sua disponibilidade ao longo do ano também contribui para esse interesse. Recentemente, pesquisadores têm explorado a banana verde em busca de novas aplicações em setores como alimentos, têxteis e farmacêuticos. Essa tendência de exploração se deve às propriedades do amido presente na banana, que podem ser aproveitadas para diversas finalidades além do consumo direto. Uma dessas aplicações em destaque é o uso do amido de banana verde no desenvolvimento de embalagens indicadoras de qualidade de alimentos, representando uma alternativa promissora para a indústria alimentícia (Kaur *et al.*, 2020).

#### **2.4 Filmes biodegradáveis a base de amido**

Os filmes feitos à base de amido são notáveis pela sua abundância e custo relativamente baixo. O interesse no desenvolvimento e nas aplicações de materiais biodegradáveis utilizando esse composto tem aumentado consideravelmente. Isso se deve, em parte, à preocupação com a escassez das fontes finitas, como o petróleo, e ao desejo de reduzir o impacto ambiental associado à produção excessiva de plásticos convencionais (Jiang *et al.*, 2020).

Há uma tendência ascendente na busca por embalagens feitas com materiais naturais, sustentáveis e biodegradáveis. Esses materiais, especialmente aqueles derivados de fontes naturais como polissacarídeos, têm sido objeto de estudos nos últimos anos. A adoção de embalagens biodegradáveis está alinhada com a demanda crescente dos consumidores por embalagens seguras e de baixo impacto ambiental (Wigati *et al.*, 2023).

Diante dessa crescente preocupação e a busca por soluções sustentáveis, os filmes à base de amido surgem como uma excelente opção. É fundamental avaliar a estabilidade térmica e as transições de calor desses materiais, visando identificar as condições ideais de uso. As propriedades mecânicas, como a resistência à tração e o alongamento na ruptura, oferecem uma análise detalhada do desempenho dos filmes em situações práticas (Vianna *et al.*, 2021). A incorporação de plastificantes nos polímeros desempenha um papel importante, contribuindo para aumentar a flexibilidade e extensibilidade dos filmes, facilitando o processamento e reduzindo a probabilidade de quebras, o que fortalece sua aplicabilidade em diversas áreas (Grala *et al.*, 2022).

O amido é frequentemente utilizado como base polimérica na produção de filmes biodegradáveis, especialmente em embalagens de alimentos devido a várias vantagens como seu baixo custo, boas propriedades formadoras de filme, natureza hidrofílica e facilidade de degradação. Ele pode ser modificado para formar termoplásticos que são posteriormente

combinados com polímeros sintéticos biodegradáveis, como poli(-caprolactona), poli(ácido láctico), álcoois polivinílicos ou outros poliésteres (Gómez-Aldapa *et al.*, 2020).

No entanto, é importante ressaltar que, embora o amido apresente diversas vantagens como material para o desenvolvimento de filmes biodegradáveis, ainda enfrenta desafios significativos. Os filmes à base de amido nativo apresentam propriedades mecânicas inferiores às dos plásticos convencionais, como baixa elasticidade, alta rigidez, e propensão à absorção ou interação com a umidade ambiente, o que limita as aplicações na engenharia de materiais (Apriyanto, Compart & Fettke, 2022; Fonseca-García, Jiménez-Regalado & Aguirre-Loredo, 2021). Nesse contexto, torna-se imprescindível adaptá-los por meio do emprego de métodos de modificações com o objetivo de aprimorar suas funcionalidades e adequá-los para usos específicos.

## **2.5 Modificações do amido**

Os amidos nativos apresentam baixa estabilidade térmica, baixa solubilidade em água, alta temperatura de gelatinização, alta viscosidade e propriedades mecânicas deficientes, devido ao seu elevado grau de cristalinidade que confere baixa reatividade. Essas características não atendem aos requisitos da indústria (Dome *et al.*, 2020; Park *et al.*, 2018).

Devido a essas características, muitas vezes não ideais para aplicações, o amido é frequentemente submetido a processos de modificações físicas, químicas e/ou enzimáticas. Essas alterações visam melhorar suas funcionalidades específicas e assim expandir suas possibilidades de utilização. A alta demanda por alimentos processados e o crescente interesse no desenvolvimento de produtos à base de amido, impulsionam o crescimento do mercado de amidos modificados (Amaraweera *et al.*, 2021; Borba *et al.*, 2021; Punia, 2020; Bangar *et al.*, 2022; Punia *et al.*, 2019; Sinhmar *et al.*, 2023).

As modificações físicas são técnicas promissoras em relação aos métodos químicos tradicionais pela sua capacidade de promover alterações desejadas nas propriedades do amido como a composição, morfologia, estrutura interna e grau de cristalinidade, sem a geração de resíduos químicos. Alterando também suas características físicas como gelatinização e retrogradação que influenciam diretamente nos seus atributos funcionais. Exemplos de modificações físicas incluem tratamento com umidade e calor, cisalhamento, radiação e fermentação natural, sendo esta última destaque em pesquisas recentes (Bhandari *et al.*, 2022; Zia-ud-Din, Xiong & Fei, 2017).

### 2.5.1 Fermentação natural

O processo de fermentação natural é uma técnica tradicional que não apenas preserva os alimentos, mas também os transforma, conferindo-lhes uma variedade de sabores, aromas e texturas. Neste método, microrganismos desempenham um papel fundamental na produção de alimentos e bebidas fermentadas. Entre esses microrganismos estão as bactérias ácido-láticas, como *Lactobacillus*, *Streptococcus*, *Enterococcus*, *Lactococcus* e *Bifidobacterium*; os bolores, como *Aspergillus oryzae*, *Aspergillus sojae*, *Penicillium roqueforti* e *Penicillium chrysogenum*; e as leveduras, como *Saccharomyces cerevisiae*, *Andida krusei* e *Candida humilis* (Xiang *et al.*, 2019). Essa diversidade de microrganismos contribui para a riqueza e complexidade dos produtos fermentados.

A fermentação natural promove a modificação dos grânulos de amido através da ação de enzimas e ácidos orgânicos, influenciando as propriedades de gelatinização, pasta e textura, sem comprometer a sua estrutura granular. Os alimentos à base de amido fermentado apresentam não apenas sabor agradável, como também aumento da vida útil e melhoria das características nutricionais. Durante esse processo, ocorre uma fermentação espontânea, com microrganismos inoculados naturalmente durante o armazenamento, resultando na produção de ácidos orgânicos e, conseqüentemente, no aumento da acidez (Ye *et al.*, 2019; Zhao *et al.*, 2019)

No decorrer da fermentação, as enzimas amilolíticas microbianas desencadeiam a hidrólise do amido, convertendo-o em glicose ou maltose, que servem como fonte de nutrição para os microrganismos presentes na suspensão de amido e água. Esse processo é liderado pelas bactérias ácido-láticas, que predominantemente produzem ácido lático. Essa interação complexa entre microrganismos e substratos durante o processo resulta na transformação dos alimentos e na produção de compostos desejados (Montenegro *et al.*, 2008; Aquino, Gervin & Amante, 2016).

Alguns estudos recentes exploraram a modificação por fermentação natural em amidos de fontes não convencionais. Por exemplo, Al-Ansi *et al.* (2021) investigaram o impacto da fermentação natural no amido de cevada. De acordo com os autores foram observadas diferenças notáveis nas estruturas moleculares e cristalinas durante o processo fermentativo, o que talvez se deva à degradação do amido pelas enzimas ativadas. A fermentação corroeu ligeiramente a superfície dos grânulos de amido, as cadeias curtas de amilopectina aumentaram e reduziu o pico da viscosidade final ao quebrar as cadeias de amido. Da mesma forma, um estudo realizado por Ge *et al.* (2020) investigou o impacto do pré-tratamento de fermentação natural no amido de sorgo. Os resultados revelaram que o pré-tratamento de fermentação

resultou em um aumento no teor de amido resistente e na uniformização do tamanho da estrutura laminar na superfície das partículas.

Ao estudar sobre os efeitos da fermentação natural na modificação das propriedades físico-funcionais, estruturais e térmicas do amido de pérola e milheto, Gupta e Gaur (2024) observaram que a fermentação resultou em um aumento significativo no teor de amilose no amido durante o processo fermentativo. Esse resultado ressalta o impacto direto da fermentação na composição e nas características do amido. A fermentação altera a estrutura molecular, os indicadores físico-químicos e as propriedades funcionais do amido (Wei *et al.*, 2022). Como resultado dessas transformações é esperado que as propriedades dos filmes produzidos a partir do amido fermentado e com alto teor de amilose também sofram alterações. O amido com alto teor de amilose tem chamado atenção significativa devido à natureza semicristalina que a amilose confere devido às suas boas propriedades mecânicas e de barreira ao vapor de água e ao oxigênio (Menzel *et al.*, 2015; Xi *et al.*, 2024).

## **2.6 Emprego de óleos essenciais em filmes biodegradáveis**

Produtos alimentícios estão sujeitos à deterioração devido a uma variedade de fatores, incluindo mudanças microbiológicas, enzimáticas, físicas e químicas, que comprometem sua qualidade e segurança (Bensid *et al.*, 2022). Como resposta a esses desafios, conservantes antioxidantes têm sido amplamente empregados para retardar a deterioração biológica e química dos alimentos, evitando a auto-oxidação de pigmentos, sabores, lipídios e vitaminas (Baptista, Horita & Ana, 2020).

A oxidação lipídica é um fator central que reduz o tempo de conservação dos produtos alimentícios, levando à sua deterioração e perda de valor nutricional. A oxidação de ácidos graxos insaturados, especialmente os poli-insaturados, pode resultar em sabores e odores rançosos indesejáveis nos alimentos (Suleman *et al.*, 2020).

Vários antioxidantes são usados em embalagens de alimentos e podem ser classificados como naturais e sintéticos. Geralmente, acredita-se que os antioxidantes sintetizados quimicamente apresentam riscos potenciais à segurança alimentar (Menzel *et al.*, 2020). Há uma crescente demanda por alimentos mais seguros, impulsionando o desenvolvimento de conservantes naturais, não tóxicos, com propriedades antioxidantes e antimicrobianas. Essa tendência reflete a importância de garantir a segurança alimentar e preservar a qualidade dos produtos (Basak & Guha, 2018; Falleh *et al.*, 2020). Como resultado das preocupações em relação à segurança alimentar, os compostos naturais com atividade antioxidante têm sido considerados mais apropriados (Kaur *et al.*, 2020).

Os conservantes de origem vegetal, especialmente os óleos essenciais, componentes extraídos de plantas aromáticas e medicinais, estão emergindo como alternativas viáveis na indústria alimentícia. Eles oferecem propriedades antibacterianas, antifúngicas e antioxidantes de amplo espectro, além de representarem uma abordagem ecologicamente sustentável para a preservação dos alimentos (Chaudhari *et al.*, 2020; Pisoschi *et al.*, 2018). Essas mudanças refletem uma tendência crescente em direção a métodos de conservação mais naturais e eficazes, que visam manter a qualidade e a segurança dos alimentos de forma sustentável e inovadora.

A utilização de óleos essenciais como antioxidantes tem se tornado cada vez mais comum. Esses compostos são valorizados por sua capacidade de neutralizar os radicais livres e impedir a oxidação de lipídios e proteínas, o que pode contribuir significativamente para a longevidade e a qualidade sensorial dos alimentos (Konfo *et al.*, 2023; Wu *et al.*, 2022).

Estudos recentes têm destacado a eficácia dos óleos essenciais na melhoria das propriedades antioxidantes dos filmes utilizados em embalagens alimentícias. Sun *et al.* (2020) destacaram que diversos fatores podem influenciar a atividade antioxidante dos filmes, incluindo a composição do ingrediente ativo, a liberação e interação dos polímeros e a microestrutura do filme. Os autores observaram um aumento significativo na atividade antioxidante dos filmes à medida que o teor de óleo essencial de canela foi adicionado a formulação. No estudo conduzido por Sadadekar *et al.* (2023) também foi observado uma melhoria nas propriedades antioxidantes do filme incorporado com óleo essencial de erva-doce.

Apesar da eficácia significativa dos óleos essenciais como conservante alimentar, algumas limitações são encontradas em sua aplicação prática devido ao aroma intenso, alta reatividade, hidrofobicidade, solubilidade reduzida e possível interação negativa com os alimentos, resultando em mudanças nas percepções sensoriais. Diversos avanços tecnológicos atuais, incluindo diferentes sistemas de entrega, têm sido empregados para superar essas deficiências como por exemplo as emulsões (Amiri *et al.*, 2019; Delshadi *et al.*, 2020).

### **2.6.1 Emulsão**

Os óleos essenciais tornaram-se populares devido às suas propriedades naturais, porém, enfrentam restrições devido à sua elevada volatilidade e sensibilidade ao oxigênio e à luz, o que compromete sua estabilidade durante o processamento e armazenamento, prejudicando sua eficácia funcional e econômica. Para superar essas limitações, a emulsão surge como uma estratégia propícia, melhorando a estabilidade física dos óleos essenciais, sua compatibilidade com a matriz e minimizando o impacto nos atributos sensoriais, visando uma interação mais

eficaz entre as moléculas celulares (Huang *et al.*, 2021; Pandey *et al.*, 2022; Razavi *et al.*, 2020; Reineccius, 2019).

Os óleos essenciais são hidrofóbicos e, portanto, imiscíveis em água. Sua incorporação em filmes é facilitada pela formação de emulsões, caracterizadas pela presença de uma fase aquosa, uma fase oleosa e um agente tensoativo. As emulsões apresentam vantagens, como o tamanho das partículas em escala nanométrica, intensificando a ação contra microrganismos nos filmes e melhorando suas propriedades físico-químicas (Nunes *et al.*, 2018). Além disso, as tecnologias de emulsificação elevam a biodisponibilidade e melhoram os atributos sensoriais dos óleos essenciais. No entanto, a maioria dos polímeros naturais usados em embalagens alimentícias possui natureza hidrofílica, o que restringe a incorporação direta de óleos essenciais, os quais são hidrofóbicos. Assim, para contornar essa limitação e ampliar a aplicação de compostos bioativos hidrofóbicos naturais em embalagens ativas para alimentos, a técnica de emulsificação tem sido explorada (Dammak, Lourenço & Sobral, 2019).

Ao longo do tempo, essas técnicas têm desempenhado um papel significativo na indústria alimentícia. Recentemente, elas têm recebido atenção considerável nas embalagens ativas de alimentos como método de encapsulamento. A emulsão emerge como uma estratégia atrativa para reforçar a estabilidade e a dispersão, além de limitar a degradação, assegurando, assim, uma funcionalidade prolongada e aprimorada dos óleos essenciais em sistemas aquosos (Sogut, 2020).

No estudo de Mendes *et al.* (2020), foram desenvolvidos filmes biodegradáveis à base de amido de mandioca, aos quais foram adicionadas emulsões de óleo essencial de Capim-limão. Observou-se que essa adição impactou positivamente suas características, conferindo-lhes funcionalidade ativa e, ao mesmo tempo, mantendo ou até mesmo melhorando suas propriedades. Especificamente, as propriedades de barreira à umidade, ópticas e térmicas foram as mais influenciadas pela presença da emulsão, resultando em melhorias significativas nas propriedades mecânicas do filme, como aumento da extensibilidade, resistência e rigidez.

### 3. OBJETIVOS

#### 3.1 Objetivo geral

Desenvolver filmes biodegradáveis à base de amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde modificado por fermentação natural com incorporação de emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula officinalis*).

#### 3.2 Objetivos específicos

- Extrair o amido da banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.), em Estádio 1 de maturação;
- Modificar o amido extraído por fermentação natural;
- Estudar a composição química dos amidos nativo e modificado;
- Avaliar a morfologia por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) dos grânulos de amido;
- Produzir filmes com os amidos nativo e modificado incorporando diferentes concentrações de emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*);
- Realizar análise de atividade antioxidante da emulsão e dos filmes;
- Determinar a espessura, solubilidade, permeabilidade ao vapor de água e atividade de água;
- Avaliar as propriedades ópticas e mecânicas dos filmes biodegradáveis;
- Estudar a morfologia dos filmes por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e químicas por Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR);
- Avaliar a biodegradabilidade dos filmes.

## REFERÊNCIAS

- ABE, M. M.; MARTINS, J. R.; SANVEZZO, P. B.; MACEDO, J. V.; BRANCIFORTI, M. C.; HALLEY, P.; BOTARO, V. R.; BRIENZO, M. Advantages and disadvantages of bioplastics production from starch and lignocellulosic components. **Polymers**, v. 13, July, p. 1-25, 2021.
- AL-ANSI, W.; MUSHTAQ, B. S.; MAHDI, A. A. M.; AL-MAQTARI, Q. A.; AL-ADEEB, A.; AHMED, A.; FAN, M.; QUIAN, H.; JINXIN, L.; WANG, L. Molecular structure, morphological, and physicochemical properties of highlands barley starch as affected by natural fermentation. **Food Chemistry**, v. 356, March, p. 1-9, 2021.
- AL-DAIRI, M.; PATHARE, P. B.; AL-YAHYAI, R.; JAYASURIYA, H.; AL-ATTABI, Z. Postharvest quality, technologies, and strategies to reduce losses along the supply chain of banana: A review. **Trends in Food Science and Technology**, v. 134, February, p. 177–191, 2023.
- AMARAWEEERA, S. M.; GUNATHILAKE, C.; GUNAWARDENE, O. H. P.; FERNANDO, N. M. L.; WANNINAYAKA, D. B.; DASSANAYAKE, D. B.; RAJAPAKSHA, S. M.; MANAMPERI, A.; FERNANDO, C. A. N.; KULATUNGA, A. K.; MANIPURA, A. Development of starch-based materials using current modification techniques and their applications: A review. **Molecules**, v. 26, n. 22, p. 1–30, 2021.
- AMIRI, E.; AZAR, H. H.; MEHRASBI, M. R. Combined antioxidant and sensory effects of corn starch films with nanoemulsion of Zataria multiflora essential oil fortified with cinnamaldehyde on fresh ground beef patties. **Meat Science**, v. 153, March, p. 66–74, 2019.
- APRIYANTO, A.; COMPART, J.; FETTKE, J. A review of starch, a unique biopolymer – Structure, metabolism and in planta modifications. **Plant Science**, v. 318, p. 1-8, February, 2022.
- AQUINO, A. C. M.; GERVIN, V. M.; AMANTE, E. R. Avaliação do processo produtivo de polvilho azedo em indústrias de Santa Catarina. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 19, p. 1-8, 2016.
- AYYUBI, S. N.; PURBASARI, A.; KUSMIYATI. The effect of composition on mechanical properties of biodegradable plastic based on chitosan/cassava starch/PVA/crude glycerol: Optimization of the composition using Box Behnken Design. **Materials Today: Proceedings**, v. 63, p. S78–S83, 2022.
- BANGAR, S. P.; WHITESIDE, W. S.; DUNNO, K. D.; CAVENDER, G. A.; DAWSON, P. Pearl millet starch-based nanocomposite films reinforced with Kudzu cellulose nanocrystals and essential oil: Effect on functionality and biodegradability. **Food Research International**, v. 157, p. 1-10, April, 2022.

BAPTISTA, R. C.; HORITA, C. N.; ANA, A. S. S. Natural products with preservative properties for enhancing the microbiological safety and extending the shelf-life of seafood : A review. **Food Research International**, v. 127, October 2019, p. 108-762, 2020.

BASAK, S.; GUHA, P. A review on antifungal activity and mode of action of essential oils and their delivery as nano-sized oil droplets in food system. **Journal of Food Science and Technology**, v. 55, n. 12, p. 4701–4710, 2018.

BASIAK, E.; LENART, A.; DEBEAUFORT, F. International Journal of Biological Macromolecules Effect of starch type on the physico-chemical properties of edible films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 98, p. 348–356, 2017.

BENSID, A.; ELABED, N.; HOUICHER, A.; REGENSTEIN, J. M.; ÖZOGUL, F. Antioxidant and antimicrobial preservatives : Properties , mechanism of action and applications in food – a review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 62, n. 11, p. 2985–3001, 2022.

BHANDARI, N.; BIKA, R.; SUBEDI, S.; PANDEY, S. Essential oils amended coatings in citrus postharvest management. **Journal of Agriculture and Food Research**, v. 10, July, p. 100-375, 2022.

BORBA, V. S.; CINTHIA ORTIZ SILVEIRA, C. O.; ALVES, J. A.; GROPELLI, V. M.; BADIALE-FURLONG, E. Modificações Do Amido E Suas Implicações Tecnológicas E Nutricionais. **Ciência e Tecnologia de Alimentos: pesquisa e práticas contemporâneas**, p. 428–457, 2021.

CHANG, Q. ZHENG, B.; ZHANG, Y.; ZENG, H. International Journal of Biological Macromolecules A comprehensive review of the factors influencing the formation of retrograded starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 186, March, p. 163–173, 2021.

CHAUDHARI, A. K.; SINGH, V. K. DWIVEDY, A.K.; DAS, S.; UPADHYAY, N.; SINGH, A.; DKHAR, M.S.; KAYANG, H.; PRAKASH, B & DUBEY, N. K. Chemically characterised Pimenta dioica (L.) Merr. essential oil as a novel plant based antimicrobial against fungal and aflatoxin B1 contamination of stored maize and its possible mode of action. **Natural Product Research**, v. 34, n. 5, p. 745–749, 2020.

CHENG, H.; CHEN, L.; MCCLEMENTS, D. J. YANG, T.; ZHANG, Z.; REN, F.; MIAO, M.; TIAN, Y.; JIN, Z. Starch-based biodegradable packaging materials: A review of their preparation, characterization and diverse applications in the food industry. **Trends in Food Science and Technology**, v. 114, July 2020, p. 70–82, 2021.

DAMMAK, I.; LOURENÇO, R. V.; SOBRAL, P. J. A. Active gelatin films incorporated with Pickering emulsions encapsulating hesperidin: Preparation and physicochemical characterization. **Journal of Food Engineering**, v. 240. December 2017, p. 9–20, 2019.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L (2019). **Química de Alimentos de Fennema**. 5. ed. Porto Alegre: Artmed, 2019.

DELSHADI, R.; BAHRAMI, A.; TAFTI, A. G.; BARBA, F. J.; WILLIAMS, L. L. Trends in Food Science & Technology Micro and nano-encapsulation of vegetable and essential oils to develop functional food products with improved nutritional profiles. **Trends in Food Science & Technology**, v. 104. July, p. 72–83, 2020.

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

DOME, K.; PODGORBUNSKIKH, E.; BYCHKOV, A.; LOMOVSKY, O. Changes in the Crystallinity Degree of Starch Having Different Types of Crystal Structure after Mechanical Pretreatment. **Polymers**, v. 12, n. 3, p. 1–12, 2020.

ELLIS, R. P.; COCHRANE, M. P.; DALE, M. F. B.; DUFFUS, C. M.; LYNN, A.; MORRISON, I. M.; PRENTICE, R. D. M. SWANSTON, J. S.; TILLER, S. A. Starch production and industrial use. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 77, n. 3, p. 289–311, 1998.

EUROPEAN BIOPLASTICS, 2016. Global production capacities of bioplastics 2016-2021: Bioplastic marked data 2016. **Institute for Bioplastics and Biocomposites**, p. 4, 2016.

FALLEH, H.; JEMAA, M. B.; SAADA, M.; LABORATORY, R. K. Essential oils: A promising eco-friendly food preservative. **Food Chemistry**, v. 330, June, p. 127-268, 2020.

FONSECA-GARCÍA, A.; JIMÉNEZ-REGALADO, E. J.; AGUIRRE-LOREDO, R. Y. Preparation of a novel biodegradable packaging film based on corn starch-chitosan and poloxamers. **Carbohydrate Polymers**, v. 251, p. 1-8, June 2020, 2021.

FRANGOPOULOS, T.; MARINOPOULOU, A.; GOULAS, A.; LIKOTRAFITI, E.; RHOADES, J.; PETRIDIS, D.; KANNIDOU, E.; STAMELOS, A.; THEODORIDOU, M.; ARAMPATZIDOU, A.; TOSOUNIDOU, A.; TSEKMES, L.; TSICHLAKIS, K.; GKIKAS, G.; TOURASANIDIS, E.; KARAGEORGIU, V. Optimizing the Functional Properties of Starch-Based Biodegradable Films. **Foods**, v. 12, n. 14, p. 1-24, 2023.

GAROFALO, M. A.; VILLON, P.; CORNEJO, F.; ROSELL, C. M. Exploring the effects of enzymatic and thermal treatments on banana starch characteristics. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 254, p. 1-9, 2024.

GE, Y.; WANG, W.; SHEN, M.; KANG, Z.; WANG, J.; QUAN, Z.; XIAO, J.; ZHAO, S.; LIU, D.; CAO, L. Effect of Natural Fermentation of Sorghum on Resistant Starch Molecular Structure and Fermentation Property. **Journal of Chemistry**, v. 2020, p. 1-11, 2020.

GÓMEZ-ALDAPA, C. A.; VELAZQUEZ, G.; GUTIERREZ, M. C.; RANGEL-VARGAS, E.; CASTRO-ROSAS, J.; AGUIRRE-LOREDO, R. Y. Effect of polyvinyl alcohol on the physicochemical properties of biodegradable starch films. **Materials Chemistry and Physics**, v. 239, p. 1-7, August, 2020.

GRALA, D.; BIERNACKI, K.; FREIRE, C.; KU'ZNIARSKA-BIERNACKA, I.; SOUZA, H. K. S.; GONÇALVES, M. P. Effect of natural deep eutectic solvent and chitosan nanoparticles on physicochemical properties of locust bean gum films. **Food Hydrocolloids**, v. 126, p. 1-12, January, 2022.

GUPTA, R.; GAUR, S. Investigating the effect of natural fermentation in modifying the physico-functional, structural and thermal characteristics of pearl and finger millet starch. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 104, n. 4, p. 2440–2448, 2024.

GUPTA, V.; BISWAS, D.; ROY, S. A Comprehensive Review of Biodegradable Polymer-Based Films and Coatings and Their Food Packaging Applications. **Materials**, v. 15, n. 17, 2022.

HENNING, F. G.; ITO, V. C.; DEMIATE, I. M.; LACERDA, L. G. Non-conventional starches for biodegradable films: A review focussing on characterisation and recent applications in food packaging. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v. 4, August 2021, 2022.

HENRIQUE, C. M.; CEREDA, M. P.; SARMENTO, S. B. S. Características físicas de filmes biodegradáveis produzidos a partir de amidos modificados de mandioca Physical characteristics of cassava modified starch films. **Food Science and Technology**, v. 28, n. 1, 2008.

HUANG, K.; LIU, R.; ZHANG, Y.; GUAN, X. Characteristics of two cedarwood essential oil emulsions and their antioxidant and antibacterial activities. **Food Chemistry**, v. 346, December 2020, p. 1-9, 2021.

JIANG, T.; DUAN, Q.; ZHU, J.; LIU, H.; YU, L. Starch-based biodegradable materials: Challenges and opportunities. **Advanced Industrial and Engineering Polymer Research**, v. 3, n. 1, p. 8–18, 2020.

KAUR, L. DHULL, S. B.; KUMAR, P.; SINGH, A. Banana starch: Properties, description, and modified variations - A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 165, p. 2096–2102, 2020.

KONFO, T. R. C.; DJOUHOU, F. M. C.; KOUDORO, Y. A.; DAHOUEON-AHOUSSE, E.; AVLESSI, F.; SOHOUNHLOUE, C. K. D.; SIMAL-GANDARA, J. Essential oils as natural antioxidants for the control of food preservation. **Food Chemistry Advances**, v. 2, May, 2023.

KUMARI, S.; RAO, A.; KAUR, M.; DHANIA, G. Petroleum-Based Plastics Versus Bio-Based Plastics: A Review. **Nature Environment and Pollution Technology**, v. 22, n. 3, p. 1111–1124, 2023.

LIU, X.; CHAO, C.; YU, J.; COPELAND, L.; WANG, S. Mechanistic studies of starch retrogradation and its effects on starch gel properties. **Food Hydrocolloids**, v. 120, n. 29, 2021.

LIU, Y. LIU, M.; ZHANG, L.; CAO, W.; WANG, H.; CHEN, G.; WANG, S. Preparation and properties of biodegradable films made of cationic potato-peel starch and loaded with curcumin. **Food Hydrocolloids**, v. 130, March, 2022.

MANSOUR, G.; ZOUMAKIA, M.; MARINOPOULOU, A.; TZETZISC, D.; PREVEZANOS, M.; RAPHAELIDES, S. N. Characterization and properties of non-granular thermoplastic starch-Clay biocomposite films. **Carbohydrate Polymers**, v. 245, May, 2020.

MATIGNON, A.; TECANTE, A. Food Hydrocolloids Starch retrogradation: From starch components to cereal products. **Food hydrocolloids**, v. 68, p. 43–52, 2017.

MENDES, J. F.; NORCINO, L. B.; MARTINS, H. H. A.; MANRICH, A.; OTONI, C. G.; CARVALHO, E.E.N.; PICCOLI, R. H.; OLIVEIRA, J. E.; PINHEIRO, A. C. M.; MATTOSO, L. H. C. Correlating emulsion characteristics with the properties of active starch films loaded with lemongrass essential oil. **Food Hydrocolloids**, v. 100, October 2019, 2020.

MENZEL, C.; ANDERSSON, M.; ANDERSSON, R.; VÁZQUEZ-GUTIÉRREZ J. L.; DANIEL, C., G.; LANGTON, M.; GÄLLSTEDT, M.; KOCH, K. Improved material properties of solution-cast starch films: Effect of varying amylopectin structure and amylose content of starch from genetically modified potatoes. **Carbohydrate Polymers**, v. 130, p. 388–397, 2015.

MENZEL, C.; GONZÁLEZ-MARTÍNEZ, C.; VILAPLANA, F.; DIRETTO, G.; CHIRALT, A. Incorporation of natural antioxidants from rice straw into renewable starch films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 146, p. 976–986, 2020.

MESQUITA, C. B.; GARCIA, E. L.; BOLFARINI, A.C.B.; LEONEL, S.; FRANCO, C. M. L.; LEONEL, M. Phosphate fertilization changes the characteristics of ‘Maçã’ banana starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 112, p. 1138–1145, 2018.

MOHD ZAINI, H. ZAINI, H. M.; ROSLAN, J.; SAALLAH, S.; MUNSU, E.; SULAIMAN, N. S.; PINDI, W. Banana peels as a bioactive ingredient and its potential application in the food industry. **Journal of Functional Foods**, v. 92, March, 2022.

MONTENEGRO, F. M., GOMES-RUFFI, C. R., VICENTE<sup>2</sup>, C. A., COLLARES-QUEIROZ, F. P., STEEL, C. J. Biscoitos de polvilho azedo enriquecidos com fibras solúveis e insolúveis. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, p. 184–191, 2008.

MOSHOOD, T. D.; NAWANIR, G.; MAHMUD, F.; MOHAMAD, F.; AHMAD, M. H.; ABDULGHANI, A. Sustainability of biodegradable plastics: New problem or solution to solve the global plastic pollution? **Current Research in Green and Sustainable Chemistry**, v. 5, November, 2022.

NUNES, J. C.; MELOA, P. T. S.; AOUADA, F. A.; MOURA, M. R. Influência da nanoemulsão de óleo essencial de limão em filmes à base de gelatina. **Química Nova**, v. 41, n. 9, p. 1006–1010, 2018.

OJOGBO, E.; OGUNSONA, E. O.; MEKONNEN, T. H. Chemical and physical modifications of starch for renewable polymeric materials. **Materials Today Sustainability**, v. 7–8, p. 1-25, 2020.

PANDEY, V. K.; ISLAM, R. U.; SHAMS, R.; DAR, A. H. A comprehensive review on the application of essential oils as bioactive compounds in Nano-emulsion based edible coatings of fruits and vegetables. **Applied Food Research**, v. 2, n. 1, p. 1-10, 2022.

PANIGRAHI, N.; THOMPSON, A. J.; ZUBELZU, S.; KNOX, J. W. Identifying opportunities to improve management of water stress in banana production. **Scientia Horticulturae**, v. 276, April 2020, p. 1-9, 2021.

PARK, S. H.; NA, Y.; KIM, J.; KANG, S. D.; PARK, K. Properties and applications of starch modifying enzymes for use in the baking industry. **Food Science and Biotechnology**, v. 27, n. 2, p. 299–312, 2018.

PISOSCHI, A. M.; POP, A.; GEORGESCU, C.; TURCUS, V.; OLAH, N. K.; MATHE, E. An overview of natural antimicrobials role in food. **European Journal of Medicinal Chemistry**, v. 143, p. 922–935, 2018.

PUNIA, S.; SANDHU, K. S.; DHULL, S. B.; SIROHA, A. K.; PUREWAL, S. S.; KAUR, M.; KIDWAI, M. K. Oat starch: Physico-chemical, morphological, rheological characteristics and its applications - A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 154, p. 493–498, 2020.

RAZAVI, M. S.; RAZAVI, M. S.; GOLMOHAMMADI, A.; NEMATOLLAHZADEH, A.; FIORI, F.; ROVERA, C.; FARRIS, S. Preparation of cinnamon essential oil emulsion by bacterial cellulose nanocrystals and fish gelatin. **Food Hydrocolloids**, v. 109, June, p. 1-7, 2020.

REINECCIUS, G. Use of proteins for the delivery of flavours and other bioactive compounds. **Food Hydrocolloids**, v. 86, p. 62–69, 2019.

SADADEKAR, A. S.; SADADEKAR, A. S.; SHRUTHY, R.; PREETHA, R.; PANDE, K. R.; NAGAMANIAMMAI, G. Enhanced antimicrobial and antioxidant properties of Nano chitosan and pectin based biodegradable active packaging films incorporated with fennel (*Foeniculum vulgare*) essential oil and potato (*Solanum tuberosum*) peel extracts. **Journal of Food Science and Technology**, v. 60, n. 3, p. 938–946, 2023.

SARTORI, T.; MENEGALLI, F. C. Development and characterization of unripe banana starch films incorporated with solid lipid microparticles containing ascorbic acid, **Food Hydrocolloids**, v. 55, p. 210-219, 2016.

SINHMAR, A.; SINHMAR, A.; PATHERA, A. K.; SHARMA, S.; NEHRA, M.; THORY, R.; NAIN, V. Impact of Various Modification Methods on Physicochemical and Functional Properties of Starch: A Review. **Starch/Staerke**, v. 75, p. 1–14, 2023.

SOGUT, E. Active whey protein isolate films including bergamot oil emulsion stabilized by nanocellulose. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 23, June, p. 1-12, 2020.

SUBBUVEL, M.; KAVAN, P. Preparation and characterization of polylactic acid/fenugreek essential oil/curcumin composite films for food packaging applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 194, November 2021, p. 470–483, 2022.

SUGIANTI, C.; IMAIZUMI, T.; THAMMAWONG, M.; NAKANO, K. Recent Postharvest Technologies in the Banana Supply Chain. **Reviews in Agricultural Science**, v. 10, p. 123–137, 2022.

SULEMAN, R.; WANGA, Z.; AADIL, R. M.; HUIA, T.; HOPKINSON, D. L.; ZHANG, D. Effect of cooking on the nutritive quality, sensory properties and safety of lamb meat: Current challenges and future prospects. **Meat Science**, v. 62, n. 11, p. 2985–3001.

SUN, H.; LI, S.; CHEN, S.; WANG, C.; LIU, D.; LI, X. Antibacterial and antioxidant activities of sodium starch octenylsuccinate-based Pickering emulsion films incorporated with cinnamon essential oil. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 159, p. 696–703, 2020.

THAKUR, R.; PRISTIJONO, P.; SCARLETT, C. J.; BOWYER, M.; SINGH, S. P.; VUONG, Q. V. International Journal of Biological Macromolecules Starch-based films: Major factors affecting their properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 132, p. 1079–1089, 2019.

UTRILLA-COELLO, R. G. *et al.* In vitro digestibility, physicochemical, thermal and rheological properties of banana starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, n. 1, p. 154–162, 2014.

VIANNA, T. C.; MARINHO, C. O.; JÚNIOR, L. M.; IBRAHIM, S. A.; VIEIRA, R. P. Essential oils as additives in active starch-based food packaging films: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 182, p. 1803–1819, 2021.

WEI, C.; ZHAO, S.; LIU, D.; JILIU, J.; WU, Y.; HU, X.; WEI, M.; WANG, Y.; WANG, W.; WANG, L.; CAO, L. Effect of Fermentation Time on Molecular Structure and physicochemical Properties of Corn Ballast Starch. **Frontiers in Nutrition**, v. 9, April, p. 1–12, 2022.

WIGATI, L. P.; WARDANA, A. A.; TANAKA, F.; TANAKA, F. Application of pregelatinized corn starch and basil essential oil edible coating with cellulose nanofiber as Pickering emulsion agent to prevent quality-quantity loss of mandarin orange. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 35, December, p. 1-10, 2023.

WU, H.; ZHAO, F.; LI, Q.; HUANG, J.; JU, J. Antifungal mechanism of essential oil against foodborne fungi and its application in the preservation of baked food. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, September, p. 1–13, 2022.

XI, W.; XI, W.; LIU, P.; LING, J.; XIAN, D.; WUA, L.; YUAN, Y.; ZHANG, J.; XIE, F. Pre-gelatinized high-amylose starch enables easy preparation of flexible and antimicrobial

composite films for fresh fruit preservation. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 254, p. 1-12, 2024.

XIANG, H.; SUN-WATERHOUSEA, D.; WATERHOUSEA, G. I. N.; CUIA, C.; RUAN, Z. Fermentation-enabled wellness foods: A fresh perspective. **Food Science and Human Wellness**, v. 8, n. 3, p. 203–243, 2019.

YE, F.; LIANGA, Y.; ZHOUA, Y.; ZHAO, G. Spontaneous fermentation tunes the physicochemical properties of sweet potato starch by modifying the structure of starch molecules. **Carbohydrate Polymers**, v. 213, February, p. 79–88, 2019.

ZHAO, T.; LI, X.; ZHU, R.; MA, Z.; LIU, L.; WANG, X.; HU, X. Effect of natural fermentation on the structure and physicochemical properties of wheat starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 218, April, p. 163–169, 2019.

ZHU, F. Underutilized and unconventional starches: Why should we care? **Trends in Food Science and Technology**, v. 100, November 2019, p. 363–373, 2020.

ZIA-UD-DIN; XIONG, H.; FEI, P. Physical and chemical modification of starches: A review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 57, n. 12, p. 2691–2705, 2017.

## CAPÍTULO 2

---

### **Artigo 1:**

Filmes biodegradáveis à base de amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde modificado por fermentação natural com adição de emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*) como ativo antioxidante

---

\*Manuscrito será submetido à revista Food Packaging and Shelf Life (ISSN: 2214-2894) – Fator de impacto: 8.0.

1 **Filmes biodegradáveis à base de amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde**  
2 **modificado por fermentação natural com adição de emulsão de óleo essencial de**  
3 **Calêndula (*Calendula Officinalis*) como ativo antioxidante**

4  
5  
6 **RESUMO**

7 O objetivo do presente estudo foi desenvolver filmes biodegradáveis a partir do amido de  
8 banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural e  
9 incorporar diferentes concentrações (0,2%; 0,4% e 0,6%) de emulsão de óleo essencial de  
10 Calêndula (*Calendula Officinalis*). Foi avaliado o efeito da modificação do amido e da  
11 incorporação de emulsão nas propriedades dos filmes obtidos e em sua biodegradabilidade.  
12 Durante a fermentação, observaram-se mudanças significativas no pH e acidez do amido,  
13 atribuídas à produção de ácidos orgânicos, porém os amidos nativo e modificado apresentaram  
14 baixo teor de umidade, proteínas e cinzas, caracterizando amidos de alta pureza. A adição de  
15 emulsão de óleo essencial resultou em menor permeabilidade ao vapor de água e diferenças  
16 significativas na solubilidade dos filmes. Na análise mecânica, observou-se uma redução no  
17 módulo de elasticidade com o aumento da concentração de emulsão. Além disso, a tensão  
18 máxima e deformação dos filmes foram influenciadas pela adição de óleo essencial. A  
19 Microscopia Eletrônica de Varredura revelou a formação de coalescências nos filmes com  
20 emulsão especialmente em concentrações mais altas. Os espectros de FTIR não mostraram  
21 mudanças nos grupos funcionais dos filmes. A atividade antioxidante medida pelo método  
22 FRAP demonstrou diferença significativa em todos os tratamentos em relação ao tratamento  
23 controle (Fnat) com um nível de significância de 5%, conforme determinado pelo teste de  
24 Dunnett. No entanto, os tratamentos com amido modificado não exibiram diferença  
25 significativa entre si. A biodegradabilidade foi significativamente afetada pela adição de  
26 emulsão, com o tratamento F0.6 apresentando a maior taxa de degradação. Estes resultados  
27 destacam a promissora aplicabilidade dos filmes biodegradáveis desenvolvidos, oferecendo  
28 uma alternativa sustentável para reduzir o impacto ambiental dos resíduos plásticos.

29 **Palavras-chave:** Biopolímero; Emulsão; Biodegradabilidade.

30  
31  
32  
33  
34

## 1. INTRODUÇÃO

A utilização de embalagens plásticas desempenha um papel crucial na conservação e disponibilidade dos alimentos, garantindo segurança e acessibilidade a uma ampla gama de consumidores. Apresentar praticidade, baixo custo e resistência, dentre outras características que fazem com que o consumo e produção tenha dobrado nas últimas décadas, chegando a aproximadamente 348 milhões de toneladas em 2017 e atingindo 359 milhões de toneladas em 2018 (Mohery, Mindil & Soliman, 2024; Shaikh, Yaqoob & Aggarwal, 2021).

Essa elevada produção de plásticos contribui significativamente para a poluição ambiental, uma vez que parte deste material é descartada e uma pequena parte é reciclada. Além disso, os plásticos convencionais são derivados do petróleo, um recurso finito, ou seja, a alta demanda não poderá ser sustentada devido à limitada oferta da matéria-prima (Kumar *et al.*, 2021). Logo, é imperativo explorar alternativas sustentáveis, como os biopolímeros derivados de fontes renováveis, para enfrentar esses desafios.

O emprego de biopolímeros na produção de embalagens, surge como uma alternativa promissora e inovadora. Entre eles, o amido se destaca pela sua versatilidade de aplicação industrial. A utilização de amido e outros polímeros naturais para produção de filmes biodegradáveis apresenta-se como uma solução capaz de mitigar os problemas associados aos plásticos sintéticos (Bangar *et al.*, 2022; Ojogbo, Ogunsona & Mekonnen, 2020). A demanda por materiais sustentáveis, que possam ser empregados na produção de bioplásticos que atendam às exigências físicas, mecânicas e de barreira necessárias para embalagens de alimentos, está em constante crescimento (Ncube *et al.*, 2020).

A utilização de amidos, especialmente aqueles derivados de fontes não convencionais, como o amido de banana-da-terra verde, representa um avanço significativo na indústria de embalagens. A banana-da-terra verde apresenta um alto teor de amilose (>25%) que é o principal componente responsável pela capacidade de formação de filmes. Além disso, a sua disponibilidade ao longo de todo o ano constitui um dos principais motivos de atratividade (Garofalo *et al.*, 2024; Kaur *et al.*, 2020; Viana *et al.*, 2022).

A utilização de amidos em sua forma nativa apresenta como desvantagem o fato de os materiais produzidos não apresentarem propriedades mecânicas adequadas para algumas aplicações, sendo necessário submetê-los a processos de modificações. A modificação por fermentação natural, um método no qual microrganismos comumente encontrados em matérias-primas atuam sobre o substrato alimentar mudando suas características, apresenta potencial para ser empregada como método para melhorar as propriedades do amido. Esse processo resulta em alterações nas cadeias de amilopectina devido à hidrólise da região amorfa e

69 alterações na proporção de amilose-amilopectina, ocasionando a modificação dos grânulos de  
70 amido por enzimas e ácidos orgânicos, afetando as propriedades de gelatinização, pasta e  
71 textura (Siddiqui *et al.*, 2023).

72 Além da modificação, a incorporação de óleos essenciais nas formulações dos filmes  
73 biodegradáveis emerge como uma alternativa promissora para conferir propriedades bioativas.  
74 Esses compostos extraídos de plantas, são conhecidos por suas características antimicrobianas,  
75 antioxidantes e biodegradáveis, podendo ser uma alternativa sustentável para conferir  
76 propriedades bioativas aos filmes biodegradáveis. Ao serem incorporados na matriz polimérica  
77 dos filmes, os óleos essenciais prolongam a vida útil dos alimentos de forma natural,  
78 diminuindo a necessidade de aditivos químicos e minimizando resíduos prejudiciais (Bhandari  
79 *et al.*, 2022). Os óleos essenciais são hidrofóbicos e, portanto, imiscíveis em água. Sua  
80 incorporação em filmes é facilitada pela formação de emulsões, caracterizadas pela presença  
81 de uma fase aquosa, uma fase oleosa e um agente tensoativo. As emulsões apresentam  
82 vantagens, como o tamanho das partículas em escala nanométrica, intensificando a ação contra  
83 microrganismos nos filmes e melhorando suas propriedades físico-químicas (Nunes *et al.*,  
84 2018). Além disso, as tecnologias de emulsificação elevam a biodisponibilidade e melhoram os  
85 atributos sensoriais dos óleos essenciais. No entanto, a maioria dos polímeros naturais usados  
86 em embalagens alimentícias possui natureza hidrofílica, o que restringe a incorporação direta  
87 de óleos essenciais, os quais são hidrofóbicos. Assim, para contornar essa limitação e ampliar  
88 a aplicação de compostos bioativos hidrofóbicos naturais em embalagens ativas para alimentos,  
89 a técnica de emulsificação tem sido explorada (Dammak, Lourenço & Sobral, 2019).

90 Nesse cenário, a modificação por fermentação natural e a incorporação de emulsão de  
91 óleos essenciais surgem como alternativas viáveis. Essas técnicas não apenas diminuem a  
92 dependência de recursos não renováveis, mas também conferem propriedades bioativas aos  
93 filmes, contribuindo para um futuro mais sustentável. Assim sendo, a caracterização das  
94 propriedades dos filmes biodegradáveis produzidos assume um papel de destaque, pois é  
95 essencial determinar sua viabilidade e eficácia. Diante do contexto apresentado, o presente  
96 trabalho teve por objetivo produzir filmes biodegradáveis a base de amido de banana-da-terra  
97 (*Musa Paradisiaca* L.) verde modificado por fermentação natural, com incorporação de  
98 emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*), para avaliar o efeito da  
99 fermentação e da incorporação da emulsão nas propriedades dos filmes.

## 100 **2. MATERIAIS E MÉTODOS**

### 101 **2.1 Materiais e reagentes**

102 Os frutos da banana-da-terra (*Musa Paradisiaca L.*) foram adquiridos com comerciantes  
103 da região sudoeste da Bahia, Brasil. Foram utilizados também Glicerol e Tween 80 (LabSynth,  
104 Diadema SP) e óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*) (Terra aromas e sabores,  
105 Nova Lima, MG).

## 106 **2.2 Extração do amido de banana-da-terra verde**

107 A extração do amido foi realizada de acordo a metodologia descrita por Moorthy (1991)  
108 com algumas modificações. As bananas verdes foram higienizadas em solução sanitizante por  
109 15 min, descascadas e cortadas em fatias de 3 mm. Posteriormente, foram pesadas e trituradas  
110 em liquidificador com adição da solução de hidróxido de amônio  $0,03 \text{ mol L}^{-1}$ , na proporção de  
111 1:7 (m/v), para evitar o escurecimento enzimático e facilitar a liberação do amido. A massa  
112 resultante da trituração foi filtrada em tecido de organza e peneirada em peneiras metálicas de  
113 20 mesh. Na sequência, o filtrado foi deixado em repouso para que o amido decantasse. O  
114 sobrenadante foi descartado e o amido suspenso em água. Esse processo se repetiu até a  
115 obtenção de um sobrenadante limpo e transparente, sendo notória a presença do amido  
116 totalmente branco no fundo do recipiente. O produto obtido foi submetido ao processo de  
117 secagem em estufa por 24 h a 40 °C. O amido extraído foi pesado para calcular o rendimento,  
118 peneirado para uniformizar os grânulos e armazenado em embalagens herméticas para evitar a  
119 absorção de umidade. Para o cálculo de rendimento do amido de banana-da-terra verde utilizou-  
120 se a massa da polpa do fruto e a massa do amido obtido após a extração e secagem.

## 121 **2.3 Modificação por fermentação natural**

122 O amido foi submetido a fermentação natural seguindo a metodologia apresentada por  
123 Alvarado *et al.*, (2013). Inicialmente foram realizados testes preliminares para definir as  
124 variáveis que seriam aplicadas. O Teste 1 foi conduzido a 25 °C pelo período de 30 dias  
125 realizando análises de pH e acidez do sobrenadante da fermentação a cada cinco dias. Ao final,  
126 foi realizado o teste de comparação de médias pelo teste Tukey a 5% de significância, não  
127 apresentando diferença significativa entre os tempos de fermentação avaliados. O Teste 2 foi  
128 conduzido a 40°C pelo período de 35 dias nas mesmas condições de avaliação do teste anterior,  
129 sendo que somente no 35º dia de fermentação foi observado diferença dos demais e  
130 desprendimento de odor característico de amido fermentado. Na sequência, a amostra foi  
131 preparada na proporção de 1:2 (m/v), onde 250 g de amido foram pesados e adicionado 500 mL  
132 de água. A mistura foi acondicionada em recipiente plástico, permanecendo em sistema fechado  
133 com tempo e temperatura controlados pelo período de 35 dias a 40 °C em estufa B.O.D (Marca  
134 LOGEN, Modelo LG340FT220-RBC), sendo aberto e revolvido a cada dois dias de

135 fermentação. Após esse período, o amido fermentado foi separado do líquido e seco em estufa  
136 com circulação de ar pelo período de 24 h a 40 °C.

#### 137 **2.4 Caracterização do amido nativo e modificado**

138 Os teores de umidade, cinzas e proteínas foram determinados de acordo os métodos da  
139 AOAC 925.1, 923.03 e 991.20, respectivamente (AOAC, 2016). E o teor de lipídeos foi  
140 determinado de acordo com o método descrito por Bligh e Dyer (1959).

141 Para a determinação do teor de amilose aparente utilizou-se o método colorimétrico, que  
142 se baseia na transmissão de luz através de um complexo colorido que a amilose forma ao reagir  
143 com o iodo, de acordo com a metodologia descrita por Martinez e Cuevas (1989), com  
144 adaptações.

145 As imagens dos amidos foram obtidas com um Microscópio Eletrônico de Varredura –  
146 MEV (Modelo JSM-6610, Jeol, Tokyo, Japan), equipado com EDS, Thermo Scientific NSS  
147 Spectral Imaging com acelerador de tensão de 10kV. As amostras foram dispostas sobre uma  
148 fita dupla face condutora de cobre e fixada em um suporte. Em seguida, procedeu-se à aplicação  
149 de um revestimento condutor de ouro utilizando o Sistema de Deposição de Filmes de Ouro,  
150 Desk V, fabricado pela Denton Vacuum LLC, Moorestown (New Jersey, USA).

#### 151 **2.5 Preparo da emulsão de óleo essencial de Calêndula**

152 A emulsão foi preparada seguindo a técnica de emulsificação ultrassônica de acordo a  
153 metodologia de Prakash *et al* (2020). Inicialmente foi adicionado óleo de canola, óleo essencial  
154 de Calêndula e Tween 80, na proporção de 5:1:6 (v/v/v), em 88 mL de água destilada. A  
155 emulsão foi preparada misturando (óleo de canola, óleo essencial de Calêndula e Tween 80) em  
156 agitador magnético, seguido da adição da água destilada, totalizando um volume de 100 mL.  
157 Na sequência, a emulsão foi agitada em equipamento Turrax por 10 min. As emulsões foram  
158 então submetidas a sonicação em aparelho ultrassônico digital (SoniClean Sanders Medical,  
159 Santa Rita do Sapucaí) por 30 min para reduzir o tamanho das gotas. A emulsão foi analisada  
160 em microscópio óptico para verificar a formação do encapsulado.

#### 161 **2.6 Produção dos filmes**

162 Os filmes foram elaborados pelo método de *casting* seguindo a metodologia de Fakhouri  
163 *et al* (2007), com modificações. As soluções filmogênicas foram preparadas com amido de  
164 banana-da-terra verde nativo e modificado (3% m/v), glicerol (40% m/m, em relação a massa  
165 de amido), água destilada (250 mL) e emulsão de óleo essencial de Calêndula (0,2%, 0,4% e  
166 0,6% em relação a massa de amido). A suspensão (amido e água destilada) foi homogeneizada

167 com agitação branda em agitador magnético por 30 min para atingir a hidratação completa do  
 168 amido. Em seguida, foi adicionado o plastificante glicerol e aquecida à 80°C sob agitação  
 169 manual constante, com auxílio de um bastão de vidro, até atingir a gelatinização do amido (20  
 170 min). Posteriormente, a solução filmogênica foi sonicada em banho ultrassônico digital  
 171 (SoniClean Sanders Medical, Santa Rita do Sapucaí) para remover eventuais bolhas. A  
 172 incorporação da emulsão foi feita após a solução filmogênica ser sonicada e submetida a uma  
 173 nova sonicação para que a emulsão de óleo essencial incorporasse a matriz polimérica do filme.  
 174 Na sequência, a solução filmogênica foi vertida em uma placa de vidro retangular, seguido de  
 175 secagem à 35°C em estufa com circulação de ar por 24 h, visando a eliminação completa do  
 176 solvente. Após a secagem, os filmes foram acondicionados em ambiente com umidade relativa  
 177 de 50% ( $\pm 5$  %) utilizando um dessecador contendo solução saturada de Brometo de Sódio  
 178 (NaBr) por 48 h, antes de realizar as análises. Os filmes foram produzidos em três repetições,  
 179 totalizando 15 amostras. As formulações dos filmes a base de amido de banana-da-terra verde  
 180 encontram-se na Tabela 1.

**Tabela 1:** Composição das formulações dos filmes a base de amido de banana-da-terra (*Musa paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*).

Formulação	Amido (g)	Glicerol (g)	Emulsão (mL)
<b>Fnat</b>	8,38	3,35	---
<b>Fmod</b>	8,38	3,35	---
<b>F0.2</b>	8,38	3,35	1,7
<b>F0.4</b>	8,38	3,35	3,4
<b>F0.6</b>	8,38	3,35	5,1

## 181 2.7 Caracterização dos filmes

### 182 2.7.1 Espessura

183 A espessura dos filmes foi determinada utilizando micrômetro digital (Mitutoyo,  
 184 Suzano, SP, Brasil) com precisão de 0,001mm. As medidas foram determinadas pela média de  
 185 dez medições realizadas em regiões aleatórias dos filmes.

### 186 2.7.2 Solubilidade em água

187 A solubilidade dos filmes foi determinada em triplicata de acordo com o método descrito  
 188 por Gontard *et al.* (1994), com adaptações. A massa inicial da amostra do filme (2cm x 2cm)  
 189 foi determinada após secagem em estufa a 105°C por 24 h. Os filmes secos foram imersos em  
 190 50 mL de água destilada em Erlenmeyer e mantidos sob agitação lenta em equipamento de

191 banho metabólico (Dubnoof SL-157/30E, Piracicaba, SP) por 24 h a 24°C. Na sequência, as  
 192 amostras foram removidas dos erlenmeyers e secos nas mesmas condições descritas  
 193 anteriormente para determinar a massa final. A solubilidade foi expressa em porcentagem de  
 194 material solubilizado pela Equação 1.

195

$$196 \quad S = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100 \quad (2)$$

197

198 Onde:  $M_1$  é a massa inicial (g) e  $M_2$  é a massa final (g).

### 199 **2.7.3 Atividade de água**

200 A atividade de água ( $a_w$ ) foi medida utilizando um analisador de atividade de água  
 201 (Aqualab, 3TE, Washington, USA). As amostras foram dispostas em recipiente apropriado e  
 202 acomodada no equipamento, realizando as leituras a 25 °C.

### 203 **2.7.4 Permeabilidade ao vapor de água (PVA)**

204 A permeabilidade ao vapor de água dos filmes foi medida seguindo o método de  
 205 cápsulas descrito pelo método ASTM 96 (ASTM E96M-16, 2016), com modificações. Os  
 206 filmes foram cortados na forma de discos com 6,5 cm de diâmetro e selado em cápsulas de  
 207 permeação contendo 18g de sílica e acondicionado em dessecador contendo água a 24°C e 100%  
 208 de umidade relativa. O ganho de massa foi determinado pesando as cápsulas de permeação em  
 209 balança analítica após 20 h no intervalo de tempo de 1 h por 10 h seguidas. A partir dos  
 210 resultados foram gerados os gráficos de tempo de ensaio versus ganho de peso. A parte linear  
 211 da curva está associada ao estado estacionário de transferência de vapor d'água através do  
 212 material. O coeficiente angular é determinado a partir da linearidade da curva (massa/tempo).  
 213 O coeficiente angular dividido pela área exposta do corpo-de-prova será a taxa de  
 214 permeabilidade (TPVA) de acordo com a Equação 2.

$$215 \quad TPVA = \frac{G}{A} \quad (2)$$

216 Onde:

217  $G$  é o coeficiente angular da reta (g água/dia); e  $A$  é a área de permeação do corpo-de-prova  
 218 ( $m^2$ ).

219 A permeabilidade foi determinada usando o valor de TPVA, conforme a Equação 3.

$$220 \quad PVA = \frac{TPVA \times e}{P_{sat} \times (UR_1 - UR_2)} \quad (3)$$

221 Onde:

222  $e$  é a espessura do bioplástico (mm);  $P_{sat}$  é a pressão de saturação na temperatura de teste  
223 (3,169 kPa);  $UR_1$  é a umidade relativa do dessecador (100%) e  $UR_2$  é a umidade relativa no  
224 interior da cápsula (0%).

#### 225 **2.7.5 Propriedades mecânicas**

226 Os testes de tensão dos filmes foram realizados em um texturômetro (CT3, Brookfield,  
227 USA), com célula de carga de 25 kg, acoplado com garra TA-DAGA Dual Grip Assembly,  
228 segundo a metodologia descrita pela ASTM (ASTM, 1995). Para realização do ensaio de tração,  
229 foram utilizados corpos de prova com 25 mm x 100 mm.

#### 230 **2.7.6 Morfologia estrutural dos filmes por Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV**

231 As micrografias dos filmes foram obtidas seguindo as mesmas condições descritas para  
232 os amidos, com um Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV (modelo JSM-6610, Jeol,  
233 Tokyo, Japan), equipado com EDS, Thermo Scientific NSS Spectral Imaging, com acelerador  
234 de tensão de 10 kV. Os filmes foram previamente cortados com nitrogênio líquido e dispostas  
235 sobre uma fita dupla face condutora de cobre fixada em um suporte para amostras posicionados  
236 para gerar imagens sob perspectivas transversais e superficiais. Em seguida, procedeu-se à  
237 aplicação de um revestimento condutor de ouro utilizando o Sistema de Deposição de Filmes  
238 de Ouro, Desk V, fabricado pela Denton Vacuum LLC (Moorestown, New Jersey, USA).

#### 239 **2.7.7 Análise dos filmes por Espectroscopia por Transformada de Fourier - FTIR**

240 A análise dos grupos funcionais presentes nas amostras dos filmes de amido nativo e  
241 modificado por fermentação natural de banana-da-terra foi realizada empregando-se um  
242 Espectrofotômetro de Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR) (Cary 630  
243 Agilent Technology Inc.), equipado com reflectância total atenuada (ATR) com célula de cristal  
244 de diamante e Sulfato de Triglicina Deuterado Detector (DTGS). Os espectros foram obtidos  
245 em a região do infravermelho médio, 4.000 a 600  $\text{cm}^{-1}$ , em absorbância com resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$   
246 e 64 varreduras.

#### 247 **2.7.8 Propriedades ópticas**

248 A análise de cor dos filmes foi medida utilizando um colorímetro portátil (CR400,  
249 Konica Minolta, Osaka, Japão). Utilizou-se o sistema CIElab para medir a luminosidade ( $L^*$  0:  
250 escuro, 100: branco),  $a^*$  (valor negativo: verde, valor positivo: vermelho) e  $b^*$  (valor negativo:  
251 azul, valor positivo: amarelo). Os valores de  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  foram obtidos com três leituras em  
252 regiões equidistantes.

## 253 **2.7.9 Determinação da atividade antioxidante**

### 254 **2.7.9.1 Atividade antioxidante total pela captura do radical livre - DPPH**

255 O teste do DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazil) foi utilizado para avaliar a atividade  
 256 antioxidante in vitro dos filmes. Os filmes preparados com amido nativo e modificado e  
 257 diferentes concentrações de emulsão (0,2, 0,4 e 0,6%) foram cortados em pequenos pedaços e  
 258 misturado com 3 mL de metanol a 80%. A mistura foi agitada em vórtex durante 3 min e mantida  
 259 em repouso à temperatura ambiente por 3 h. Em seguida, foi novamente agitada por 3 min. O  
 260 sobrenadante obtido foi analisado quanto a atividade antioxidante pela captura do radical  
 261 DPPH. Uma alíquota do sobrenadante (0,1 mL) foi misturada com 3,9 mL de DPPH 0,06 mM  
 262 em metanol a 80%. A mistura foi vigorosamente agitada em agitador de tubos durante 1 min e  
 263 depois foi deixada em repouso à temperatura ambiente no escuro por 50 min. A absorbância foi  
 264 lida a 515 nm, utilizando um espectrofotômetro digital (Marca SHIMADZU UV, Modelo K37-  
 265 VIS, São José dos Pinhais, PR). O equipamento foi zerado com metanol 80%. Atividade  
 266 antioxidante total (AAT) foi calculada a partir da Equação 4.

$$267 \quad AAT(\%) = \left(1 - \frac{abs \ amostra}{abs \ controle}\right) \times 100 \quad (4)$$

268 Onde: *abs amostra* é a absorbância das amostras de filmes e *abs controle* é a absorbância da  
 269 solução de DPPH.

### 270 **2.7.9.2 Determinação da atividade antioxidante pelo método de redução do ferro - FRAP**

271 A metodologia do poder redutor dos íons ferro foi realizada como descrito por Rufino  
 272 *et al.* (2006). O ensaio antioxidante de determinação do poder de redução do íon ferro (FRAP),  
 273 está baseado na produção do íon  $Fe^{2+}$  a partir da redução do íon  $Fe^{3+}$  presente no complexo  
 274 2,4,6- tripiridil-s-triazina (TPTZ). Quando a redução ocorre, há uma alteração na tonalidade da  
 275 mistura de reação, passando de roxo claro a um roxo intenso, cuja absorbância pode ser medida  
 276 no comprimento de onda de 595 nm. Quanto maior a absorbância ou intensidade da coloração,  
 277 maior será o potencial antioxidante. Em ambiente escuro, transferiu-se uma alíquota de 90  $\mu$ L  
 278 de cada diluição do extrato (preparo conforme descrito no item 2.8.9.1) para tubos de ensaio,  
 279 acrescentou-se 270  $\mu$ L de água destilada e 2,7 mL do reagente FRAP. A mistura foi  
 280 homogeneizada em agitador de tubos e aquecida em banho-maria a 37 °C. Realizou-se a leitura  
 281 no comprimento de onda de 595 nm, após 30 min do seu preparo, sendo utilizado o FRAP como  
 282 branco para calibrar o espectrofotômetro digital (Marca SHIMADZU UV, Modelo K37-VIS,  
 283 São José dos Pinhais, PR). Construiu-se a curva padrão com soluções de sulfato ferroso, nas

284 concentrações de 500,0 a 1500,0 µM. A partir da equação da reta, obtida pelo ajuste da curva  
 285 padrão, realizou-se o cálculo e os resultados foram expressos em mg de Fe<sup>2+</sup>/g de extrato.

#### 286 **2.7.10 Análise de biodegradabilidade dos filmes**

287 A análise de biodegradabilidade dos filmes produzidos foi realizada de acordo com a  
 288 metodologia descrita por Martucci e Ruseckaite (2009), com adaptações. Este método é baseado  
 289 na degradação dos filmes quando são enterrados e expostos à microbiota natural do solo. Os  
 290 filmes foram cortados em retângulos de 2 cm × 3 cm e secos em estufa (Modelo TE-393/1,  
 291 Marca Tecnal) a 60 °C até massa constante. Em seguida, eles foram acondicionados em pedaços  
 292 de malha de aço com a finalidade de assegurar o contato entre o filme e o solo e facilitar a sua  
 293 retirada após o período de pesagens. As malhas de aço contendo as amostras de filmes foram  
 294 dobradas, colocadas a uma profundidade de, aproximadamente, 4 cm a partir da superfície do  
 295 recipiente e cobertas pelo solo para mantê-las enterradas. Água foi adicionada ao solo a cada  
 296 dois dias para manter a umidade do solo a cerca de 40 %. O experimento foi realizado em  
 297 triplicata e os filmes foram avaliados em intervalos específicos de 0, 5, 10 e 15 dias, nas  
 298 condições previamente descritas. Após cada período estabelecido, os filmes foram  
 299 desenterrados e retirado do contato com o solo com o auxílio de uma pinça. Foram  
 300 cuidadosamente lavados com água destilada para retirar resquícios de terra e em seguida, foram  
 301 submetidos à secagem a 60 °C em estufa até massa constante. O grau de biodegradação das  
 302 películas foi determinado como a perda de massa (WL %), pela Equação 5.

$$303 \quad WL (\%) = \left[ \frac{m_t - m_0}{m_0} \right] \times 100 \quad (5)$$

304 Onde:  $m_0$  é a massa inicial da amostra seca de filme e  $m_t$  é a massa seca remanescente no tempo  
 305 t.

#### 306 **2.8 Análise estatística**

307 Os dados obtidos das análises de caracterização dos grânulos de amido foram  
 308 submetidos à Análise de Variância (ANOVA). Os filmes foram submetidos à ANOVA e  
 309 posteriormente ao teste de Dunnett com um nível de significância de 5% para comparar os  
 310 efeitos da fermentação e da adição da emulsão nas propriedades dos filmes em relação ao  
 311 tratamento controle Fnat (filme com amido nativo) e Teste Tukey para comparação entre os  
 312 tratamentos com amido modificado (Fmod, F0.2, F0.4, F0.6).

313

### 314 **3. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

#### 315 **3.1 Caracterização do amido nativo e modificado por fermentação natural**

316 O rendimento de extração e a caracterização química do amido nativo (Nat) e  
 317 modificado (Mod) por fermentação natural estão apresentados na Tabela 2. O rendimento da  
 318 extração neste estudo foi superior aos resultados obtidos por Freitas e Tavares (2005), que  
 319 registraram um rendimento final de 8% para a banana-da-terra (*Musa AAB-Terra*). Esta  
 320 diferença está relacionada, provavelmente, ao método de extração escolhido e ao estágio de  
 321 maturação dos frutos (Estádio 1 segundo a escala de Von Loesecke), fatores que influenciam  
 322 diretamente no rendimento. O método empregado para a extração do amido, utilizando  
 323 hidróxido de amônia, evidencia o potencial industrial da banana-da-terra como fonte amilácea.  
 324 Neste método as enzimas naturais da banana como a poligalacturonase e pectinase são ativadas.  
 325 Estas enzimas catalisam a hidrólise das ligações nas paredes celulares da polpa, permitindo a  
 326 liberação dos grânulos de amido sem degradá-los, levando a sua recuperação por filtração a  
 327 partir dos resíduos e a separação da dispersão aquosa por centrifugação (Schoch, 1964).

**Tabela 2:** Caracterização da composição físico-química do amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural.

Parâmetros	Nat	Mod
<b>Rendimento de Extração (g/100g)</b>	15,55	---
<b>Ph</b>	7,78 ± 0,05 a	4,77 ± 1,52 b
<b>Acidez titulável (g/100g)</b>	0,30 ± 0,05 b	1,18 ± 0,05 a
<b>Umidade (%)</b>	11,94 ± 0,16 a	11,93 ± 0,10 a
<b>Cinzas (%)</b>	0,51 ± 0,04 a	0,49 ± 0,23 a
<b>Proteína bruta (%)</b>	0,027 ± 0,001 a	0,027 ± 0,001 a
<b>Lipídeos totais (%)</b>	0,123 ± 0,01 a	0,095 ± 0,001 a
<b>Amilose Aparente (%)</b>	37,52 ± 3,01 a	31,33 ± 0,48 b

328 Nat: **amido nativo** Mod: **amido modificado**. Letras iguais na mesma linha não diferem pelo teste F a 5% de  
 329 significância.

330 Os valores de pH e acidez titulável dos amidos nativo e modificado apresentaram  
 331 diferenças significativas ( $p < 0,05$ ) entre si. Após o período de fermentação natural de 35 dias, a  
 332 acidez titulável aumentou com a diminuição do pH, esse mesmo comportamento foi observado  
 333 no estudo de Karow *et al.*, (2024). Segundo Zhao *et al.* (2019), o ácido láctico produzido  
 334 por bactérias lácticas e o ácido succinico produzido por leveduras, assim como outros ácidos  
 335 orgânicos produzidos durante o processo fermentativo, podem ser os principais responsáveis na  
 336 acidificação do amido e na consequente redução do pH.

337 O teor de umidade está abaixo do limite de 15% (g/100g) estabelecido pela RDC N° 263  
 338 (BRASIL, 2005), para ambos os amidos avaliados não diferindo estatisticamente. Sendo um  
 339 resultado esperado para este tipo de produto. Manter a umidade baixa é uma prática importante

340 para preservar a qualidade, segurança e estabilidade ao longo do tempo, já que um teor de  
341 umidade superior ao estabelecido pode afetar negativamente a textura, consistência e sabor dos  
342 alimentos preparados com amidos ou farinhas.

343 O baixo teor de cinzas nos amidos nativo e modificado indica a presença reduzida de  
344 material inorgânico. A eficiência do processo de lavagem na etapa de extração sugere a remoção  
345 significativa desse material, contribuindo para a pureza e qualidade dos amidos.

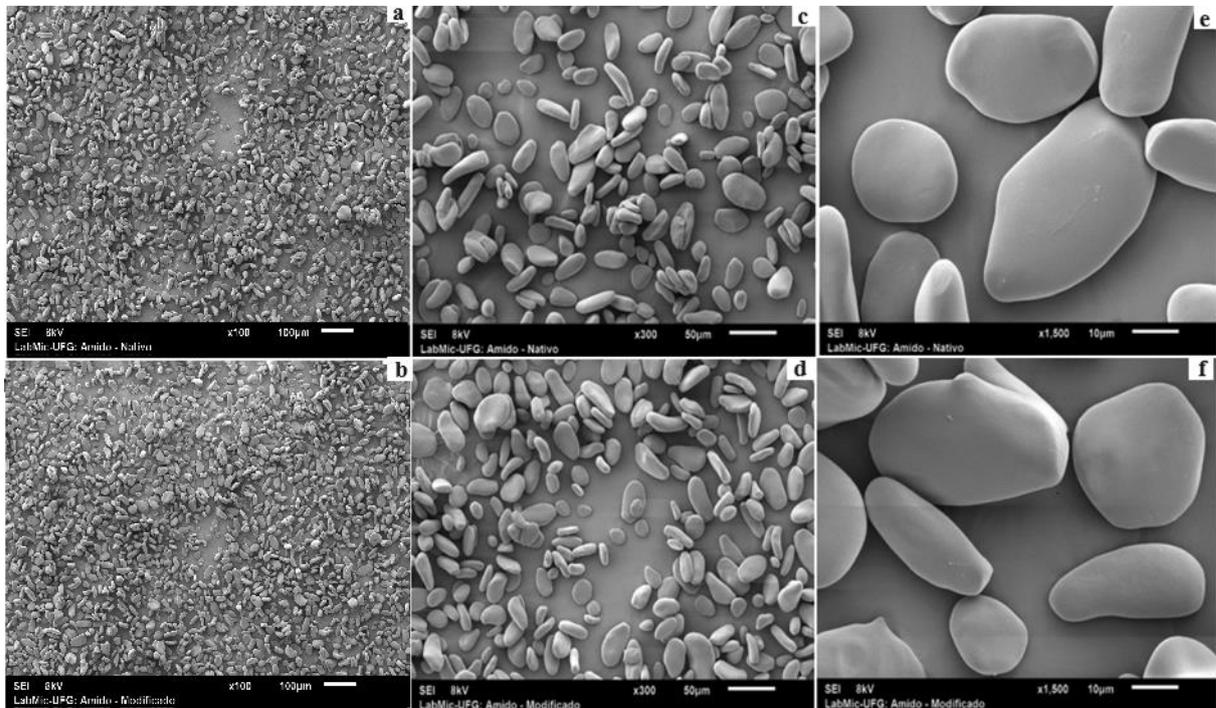
346 Os teores de proteínas e lipídios encontrados foram semelhantes para ambos os tipos de  
347 amido e mostraram-se baixos, o que está de acordo com o esperado para o tipo de produto em  
348 análise, não apresentando diferença estatística ( $p > 0,05$ ) entre si. Logo, eles não promovem  
349 nenhum efeito significativo nas propriedades dos filmes produzidos, uma vez que altos teores  
350 desses constituintes interagem com a molécula de amilose provocando mudanças nas  
351 características como elasticidade e flexibilidade, além de influenciar na capacidade de barreira  
352 a umidade e resistência mecânica dos filmes resultantes (Pelissari *et al.*, 2012).

353 O teor de amilose aparente diminuiu após o processo de modificação por fermentação  
354 natural diferindo estatisticamente ( $p < 0,05$ ) do amido nativo. Esta diminuição pode estar  
355 relacionada a ação das enzimas amilolíticas microbianas que desencadeiam a hidrólise do  
356 amido, convertendo-o em glicose ou maltose, que servem como fonte de nutrição para os  
357 microrganismos presentes na suspensão de amido e água (Montenegro *et al.*, 2008; Aquino,  
358 Gervin & Amante, 2016). Al-Ansi *et al.* (2021) investigaram o impacto da fermentação natural  
359 no amido de cevada. De acordo com os autores foram observadas diferenças nas estruturas  
360 moleculares e cristalinas durante o processo fermentativo, o que provavelmente se deve à  
361 degradação do amido pelas enzimas ativadas.

362 A morfologia superficial dos grânulos de amido nativo e modificado pode ser  
363 visualizada nas micrografias apresentadas na Figura 1.

364 Em geral, os grânulos dos amidos apresentaram tamanhos e formatos variados,  
365 incluindo formas ovais e de bastonete. Os grânulos estão sem sinais visíveis de deformação,  
366 rachaduras ou quebras. Esses resultados sugerem ausência de corrosão superficial durante o  
367 processo de fermentação natural nos grânulos de amido de banana-da-terra. Estudos anteriores  
368 realizados com amido de cevada (Al-Ansi *et al.*, 2021) e trigo (Zhao *et al.*, 2019) fermentados  
369 naturalmente, apresentaram resultados divergentes. Eles observaram que os grânulos de amido  
370 apresentaram fraturas e distorções após 48 horas de fermentação. A ausência de fraturas nos  
371 grânulos de amido de banana-da-terra pode estar relacionada à sua característica resistente em  
372 relação a ação das enzimas durante o processo fermentativo (Karow *et al.*, 2024). Além disso a  
373 estrutura dos grânulos de amido é relativamente estável e resistente às mudanças causadas pela

374 fermentação natural, o que explica por que não ocorreram fraturas ou quebras nos grânulos de  
 375 amido durante esse processo. No entanto, é importante ressaltar que a pesquisa sobre o amido  
 376 de banana-da-terra ainda está em estágio inicial, resultando em uma quantidade limitada de  
 377 estudos na literatura que relatam ou explicam seu comportamento durante a fermentação.



378

**Figura 1:** Micrografias do amido nativo (a, c, e) e modificado (b, d, f) de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde obtidas por MEV: x100 (a,b); x300 (c, d) e x1500 (e, f).

### 379 3.2 Caracterização dos filmes biodegradáveis

380 Foi observada uma diferença significativa na espessura dos filmes de todos os  
 381 tratamentos em comparação com o tratamento controle (Fnat), ao nível de significância de 5%  
 382 pelo teste Dunnett. Essa diferença está relacionada ao menor teor de amilose presente no amido  
 383 modificado, causando redução da espessura dos filmes, devido a estruturação da rede de  
 384 amilose-amilose formada. A retração do gel de amido durante a secagem é mais favorecida  
 385 quando o teor de amilose é menor. A amilopectina favorece a obtenção de filmes menos  
 386 heterogêneos e mais densos e, portanto, filmes mais finos (Basiak, Lenart & Debeaufort,  
 387 2017b). No entanto, para o teste Tukey ao nível de significância de 5% não foram observadas  
 388 diferenças significativas entre os tratamentos contendo amido modificado.

389 A análise de permeabilidade ao vapor de água demonstrou que as formulações contendo  
 390 adição de emulsão de óleo essencial apresentaram uma menor taxa quando comparada com o  
 391 tratamento controle (Fnat). Essa redução na taxa de permeabilidade pode ser atribuída a  
 392 diversos fatores, incluindo a barreira física criada pelo óleo, as interações químicas entre o óleo

393 essencial e os componentes do filme e a compactação da matriz promovida pela adição de óleo,  
 394 que diminui os espaços vazios disponíveis para a passagem das moléculas de água. Desse modo,  
 395 as moléculas de água de fora dos filmes não poderiam penetrar nos espaços inter e  
 396 intramoleculares das cadeias poliméricas, resultando em menor absorção de umidade (Bharti *et*  
 397 *al.*, 2022).

398 A análise da atividade de água nos filmes demonstra que não houve diferença  
 399 significativa entre os filmes que permaneceram em ambiente com atividade de água controlada,  
 400 com exceção do filme contendo 0,6% de emulsão em sua composição, o que provavelmente  
 401 está relacionado à maior hidrofobicidade dessa formulação pela maior concentração de óleo  
 402 essencial. Uma atividade de água mais baixa (valores próximos a 0,5) indica menor  
 403 susceptibilidade do produto à degradação por microrganismos e a alterações químicas.

404 Os resultados da análise de solubilidade mostraram uma diferença significativa para os  
 405 tratamentos (Fmod, F0.4 e F0.6) em comparação com o tratamento controle (Fnat), porém o  
 406 mesmo comportamento não foi observado para formulação com 0,2% de emulsão (F0.2).  
 407 Quanto maior a concentração de óleo essencial nas formulações, menor será sua capacidade de  
 408 solubilidade devido a menor miscibilidade do sistema. Os óleos essenciais quando em emulsão,  
 409 como misturas complexas de vários compostos químicos, mostram que o caráter hidrofóbico é  
 410 uma característica variável afetando o desempenho e as propriedades de barreira dos filmes  
 411 (Atarés & Chiralt, 2016).

**Tabela 3:** Espessura e resistência à umidade dos filmes produzidos com amido de banana-da-terra (*Musa paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*).

Parâmetros	Fnat	Fmod	F0.2	F0.4	F0.6	P-valor
Espessura	0,114±0,006	0,081±0,010 * a	0,097±0,017 * a	0,101±0,009 * a	0,097±0,008 * a	<.0001
PVA (g de água.mm·da y <sup>-1</sup> m <sup>-2</sup> kPa <sup>-1</sup> )	0,371±0,062	0,545±0,065 * a	0,089±0,015 * b	0,029±0,004 * b	0,0640±0,006 * b	<.0001
a <sub>w</sub>	0,542±0,015	0,530±0,009 ns a	0,526±0,011 ns ab	0,516±0,021 ns ab	0,467±0,047 * b	0.0032
Solubilidade (%)	25,403±4,56	32,66±5,30 * a	18,947±3,34 ns b	15,265±2,75 * b	15,184±1,26 * b	0.0025

412 Médias seguidas de \* diferem e de <sup>ns</sup> não diferem do tratamento controle (Fnat), na linha, pelo teste Dunnett ao  
 413 nível de 5% de significância. Médias seguidas de letras iguais, na linha, não diferem para os tratamentos (Fmod,  
 414 F0.2, F0.4 e F0.6) pelo teste Tukey a 5% de significância.

415 É importante destacar que uma das principais funções das embalagens de alimentos é  
416 manter a estabilidade dos produtos e prolongar seu período de armazenamento. A deterioração  
417 dos alimentos está intimamente relacionada à umidade do ambiente. Filmes biodegradáveis  
418 com baixa permeabilidade ou barreira ao vapor d'água e gases ajudam a manter e prolongar a  
419 vida útil dos alimentos embalados durante o armazenamento (Liu *et al.*, 2022; Ni *et al.*, 2018;  
420 Patil *et al.*, 2021; Thakur *et al.*, 2019; Wang *et al.*, 2020).

421 Portanto, esses resultados demonstram que os filmes biodegradáveis com adição de  
422 emulsão de óleo essencial apresentam uma melhor barreira ao vapor de água, uma menor  
423 atividade de água e uma menor solubilidade, contribuindo assim para a preservação e  
424 prolongamento da vida útil dos alimentos embalados durante o armazenamento.

### 425 **3.2.1 Resistência mecânica dos filmes**

426 A análise mecânica dos filmes foi realizada aplicando-se uma força de tração axial num  
427 corpo de prova padronizado promovendo o alongamento até a deformação do material. Os  
428 resultados encontrados na análise estão apresentados na Tabela 4.

429 O módulo de Young, também conhecido como módulo de elasticidade, mede a rigidez  
430 de um material em resposta à aplicação de uma força de tração, ou seja, ele descreve a  
431 capacidade do material de se deformar elasticamente e retornar à sua forma original. Para esse  
432 parâmetro foi observado que todos os tratamentos (Fmod, F0.2 F0.4 e F0.6) diferiram  
433 significativamente do tratamento controle (Fnat). As formulações contendo 0,2% e 0,4% de  
434 emulsão apresentaram-se menos propensos a deformações quando submetido a forças externas.  
435 No entanto, à medida que a concentração de emulsão aumentou para 0,6%, a capacidade elástica  
436 diminuiu. Isso pode ser atribuído às interações do óleo com os componentes da matriz  
437 polimérica, reduzindo a coesão entre as moléculas do polímero e resultando em uma estrutura  
438 menos rígida e mais propensa a deformações (Bonilla *et al.*, 2012; Machado, Benelli & Tessaro,  
439 2020).

440 A tensão máxima refere-se à máxima força que o filme pode suportar antes de romper  
441 durante um teste de tração. Apenas o tratamento F0.2, diferiu estatisticamente do tratamento  
442 controle (Fnat) apresentando uma tensão máxima superior. Isso sugere que a adição de 0.2% de  
443 emulsão de óleo essencial contribuiu para melhorar a capacidade do filme, indicando que essa  
444 formulação é mais adequada para aplicações onde uma alta resistência à tração é desejada.

445 Para os resultados de deformação dos filmes foi observado que apenas o tratamento F0.6  
446 apresentou diferença significativa do controle (Fnat). A presença da emulsão de óleo essencial

447 na formulação pode ter afetado a estrutura porosa ou a microestrutura, tornando-o mais  
448 suscetível a deformações (Benavides, Villalobos-Carvajal & Reyes, 2012).

449 Essas propriedades mecânicas desempenham um papel importante no processo de  
450 desenvolvimento de embalagens, uma vez que o material deve apresentar resistência aos  
451 esforços mecânicos, mantendo sua integridade durante o transporte, manuseio e  
452 armazenamento (Rodrigues *et al.*, 2021). Além disso, a capacidade do filme de resistir a  
453 deformações está diretamente ligada à sua estrutura molecular e à presença de aditivos, como  
454 os óleos essenciais utilizados nesse estudo. Portanto, entender como esses componentes afetam  
455 a estrutura e as propriedades mecânicas do filme é essencial para garantir a qualidade e a  
456 eficácia das embalagens produzidas.

**Tabela 4:** Resultados da análise mecânica dos filmes produzidos com amido de banana-da-terra (*Musa paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*).

Análises	Fnat	Fmod	F0.2	F0.4	F0.6	P-valor
<b>Módulo de Young (MPa)</b>	69,403±1,9	55,954±2,7 * c	196,175±6,4 * a	187,208±4,1 * b	39,299±3,8 * d	<.0001
<b>Tensão máxima (MPa)</b>	10,681±2,3	13,865±4,1 ns ab	15,800±5,5 * a	12,653±2,7 ns ab	8,143±2,5 ns c	<.0001
<b>Deformação (mm)</b>	25,656±3,4	29,246±4,7 ns ab	21,558±1,2 ns c	23,352±3,6 ns bc	33,694±2,6 ns a	<.0001

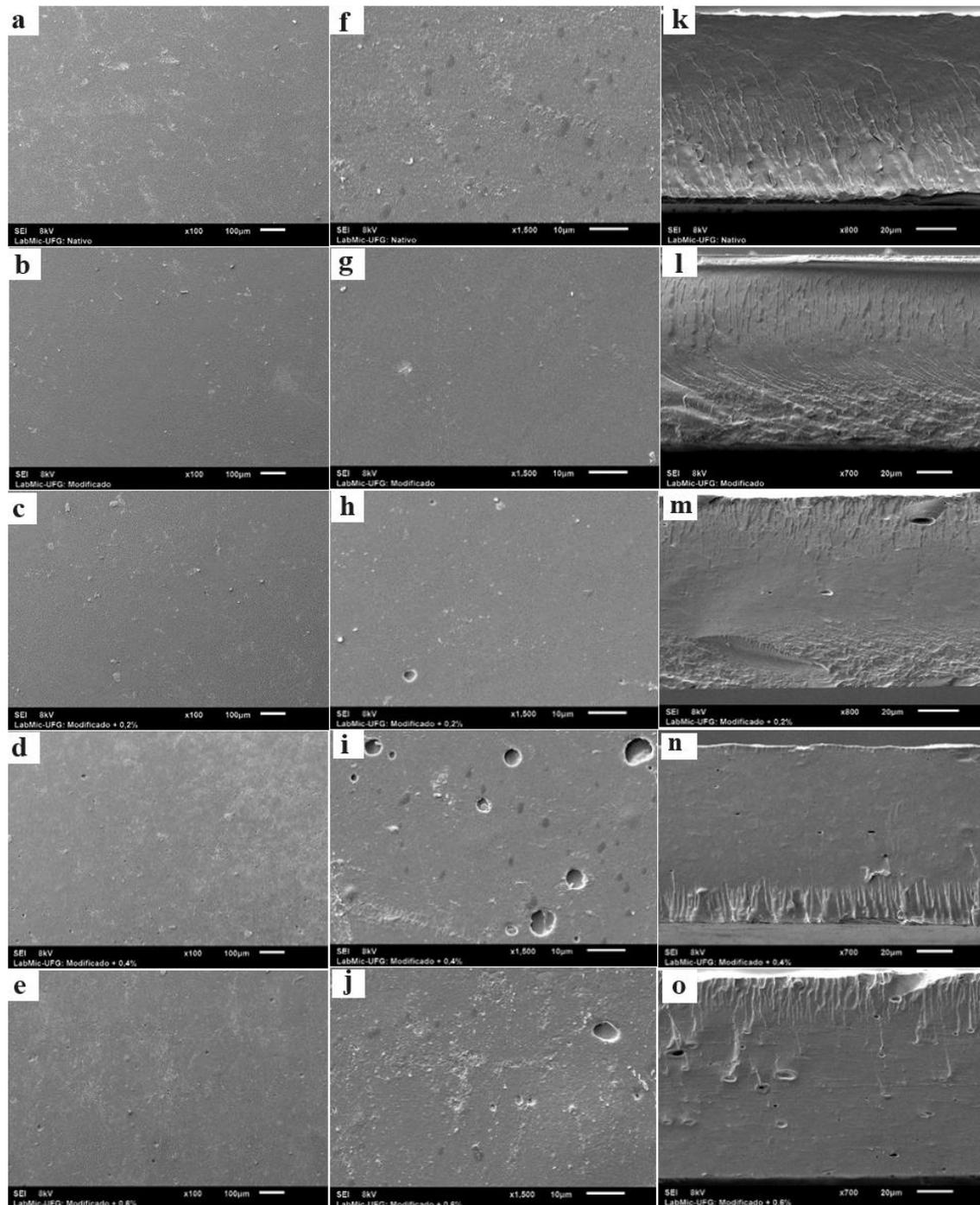
457 Médias seguidas de \* diferem e de ns não diferem do tratamento controle (Fnat), na linha, pelo teste Dunnett ao  
458 nível de 5% de significância. Médias seguidas de letras iguais, na linha, não diferem para os tratamentos (Fmod,  
459 F0.2, F0.4 e F0.6) pelo teste Tukey a 5% de significância.

### 460 3.2.2 Morfologia estrutural dos filmes por Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV

461 As micrografias dos filmes produzidos para avaliação estrutural sob superfície e fratura  
462 estão apresentadas na Figura 2.

463 Nos filmes produzidos com adição de emulsão (F0.2, F0.4, F0.6), observa-se a presença  
464 de coalescências. A adição da emulsão de óleo essencial nestas concentrações à matriz, pode  
465 ter levado à aglutinação das gotículas de óleo formando os coágulos observados nas  
466 micrografias (Figuras 2h, 2i, 2j). Essa coalescência ocorre devido a um menor número de  
467 biopolímero disponível para absorção superficial com o aumento do teor de óleo essencial  
468 (Fasihi, Noshirvani & Hashemi, 2023). A ocorrência de coalescências superficiais foi mais  
469 pronunciada no tratamento F0.4 (Figura 2i) enquanto no tratamento F0.6 (Figura 2j)  
470 apresentaram coágulos em toda a matriz. Este resultado pode ser atribuído à separação de fases

471 induzida pela emulsão de óleo essencial, que reduz a miscibilidade do sistema devido à presença  
 472 de uma fase mais hidrofóbica e outra mais hidrofílica. No estudo de Haghghi *et al.* (2019)  
 473 sobre a caracterização de filmes de blend de quitosana-gelatina enriquecidos com diferentes  
 474 óleos essenciais, também foi notada a heterogeneidade na superfície dos filmes ativos, atribuída  
 475 à presença de gotículas após o processo de secagem.



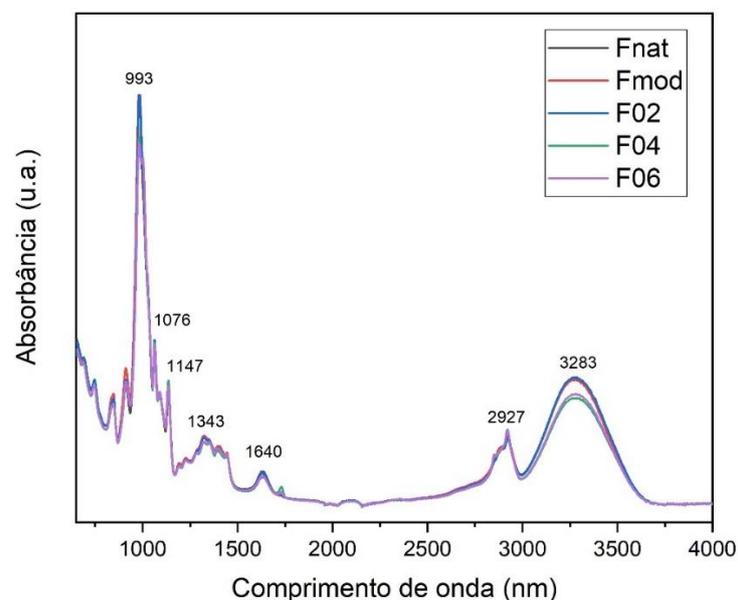
476

**Figura 2:** Micrografias da superfície (a, b, c, d, e, f, h, i, j) e fratura (k, l, m, n, o) das amostras de filmes de amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde: Fnat (a, f, k); Fmod (b, g, l); F0.2 (c, h, m); F0.4 (d, i, n) e F0.6 (e, j, o) obtidas por MEV: x100 (a, b, c, d, e), x1500 (f, g, h, i, j), x700 e x800 (k, l, m, n, o).

### 477 3.2.3 Composição química por Espectroscopia de Transformada de Fourier dos filmes- 478 FTIR

479 Para caracterizar a presença de grupos funcionais nos filmes produzidos foi realizada  
480 análise de Espectroscopia de Infravermelho (FTIR) usando reflectância total atenuada (ATR)  
481 (Figura 3). As bandas típicas dos grupos funcionais presentes no amido são observadas em todos  
482 os filmes. Observa-se que as bandas referentes aos grupos funcionais permaneceram inalterados  
483 para os tratamentos Fnat, Fmod e F0.2, indicando a ausência de formação de novos grupos  
484 funcionais nos filmes sob essas condições. Entretanto, para os filmes com concentrações mais  
485 elevadas (0,4% e 0,6%) de emulsão de óleo essencial é possível observar diferenças nos  
486 espectros característicos. A banda localizada na região de  $993\text{ cm}^{-1}$  está relacionada com a  
487 estrutura amorfa, ou seja, a quantidade de amilose presente na amostra de amido (Pelissari *et*  
488 *al.*, 2012). A absorção da banda em  $1642\text{ cm}^{-1}$  é atribuída a ligação de hidrogênio intramolecular  
489 do amido (Liu *et al.*, 2014). A pequena banda encontrada em torno de  $1700\text{ cm}^{-1}$  observada  
490 apenas nas formulações dos filmes contendo adição de 0,4% e 0,6% corresponde à vibração de  
491 estiramento C=O do óleo essencial de Calêndula (Pedram Rad, Mokhtari & Abbasi, 2019). A  
492 banda localizada em  $2927\text{ cm}^{-1}$  é resultado do alongamento das ligações C-H. A banda de  
493 absorção em  $3283\text{ cm}^{-1}$  é associada às vibrações de estiramento do grupo hidroxila (OH)  
494 presente no amido (Sakkara *et al.*, 2020).

495



496

**Figura 3:** Espectros ATR dos filmes de amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo, modificado e incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*).

### 497 3.2.4 Propriedades Ópticas

498 Os resultados da análise de cor dos filmes estão apresentados na Tabela 5. Os parâmetros  
 499 avaliados são L\* (luminosidade), valores maiores de L\* indicam uma cor mais clara, enquanto  
 500 valores menores indicam uma cor mais escura; a\*, que representa a tonalidade de verde (-a\*) a  
 501 vermelho (+a\*) e b\* que vai do azul (-b\*) a amarelo (+b\*). Os tratamentos não mostraram  
 502 diferenças estatisticamente significativas em relação ao tratamento controle para os parâmetros  
 503 L\* e a\*. No entanto, em relação ao parâmetro b\*, apenas o tratamento F0.6 apresentou  
 504 diferença significativa em comparação com o controle (Fnat). Logo, a coloração da emulsão de  
 505 óleo essencial de Calêndula levou a obtenção de filmes mais amarelados resultando,  
 506 conseqüentemente, no aumento do parâmetro b\*.

**Tabela 5:** Propriedades ópticas dos filmes produzidos com amido de banana-da-terra (*Musa Paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*).

Parâmetros	Fnat	Fmod	F0.2	F0.4	F0.6	P-valor
L*	33,33±0,908	34,64±0,537 ns a	34,96±1,419 ns a	33,93±2,227 ns a	33,56±0,860 ns a	0.1911
a*	0,046±0,059	0,075±0,128 ns a	0,053±0,149 ns a	0,06 ± 0,174 ns a	0,068±0,093 ns a	0.9955
b*	0,108±0,092	0,201±0,157 ns a	0,268±0,188 ns a	0,235±0,190 ns a	0,35±0,131 * a	0.1367

507 Médias seguidas de \* diferem e de <sup>ns</sup> não diferem do tratamento controle (Fnat), na linha, pelo teste Dunnett ao  
 508 nível de 5% de significância. Médias seguidas de letras iguais, na linha, não diferem para os tratamentos (Fmod,  
 509 F0.2, F0.4 e F0.6) pelo teste Tukey a 5% de significância.

### 510 3.2.5 Determinação da atividade antioxidante pelo método de DPPH e FRAP

511 Os resultados da atividade antioxidante pelo método de DPPH e FRAP estão  
 512 apresentados na Tabela 6. Pelo método FRAP todos os tratamentos diferiram do tratamento  
 513 controle (Fnat) ao nível de 5% de significância pelo teste Dunnett. Entretanto, os tratamentos  
 514 dos filmes com amido modificado não apresentaram diferença significativa entre si pelo teste  
 515 Tukey ao nível de 5%. No teste de atividade antioxidante utilizando o método de DPPH, os  
 516 filmes contendo 0,4% e 0,6% de emulsão de óleo essencial apresentaram diferenças  
 517 significativas em relação ao tratamento controle (Fnat). No entanto, mesmo apresentando  
 518 diferença estatística, os valores obtidos foram consideravelmente baixos para conferir  
 519 propriedades antioxidantes aos filmes e à emulsão. Alguns estudos indicam que a Calêndula  
 520 (*Calendula Officinalis*) possui efeito antioxidante (Ercetin *et al.*, 2012; Preethi, Kuttan &  
 521 Kuttan, 2006), contudo, neste estudo em particular, não foi possível determinar tal efeito devido  
 522 às baixas concentrações utilizadas nas formulações. Além disso, vale ressaltar que o óleo  
 523 essencial foi empregado na forma de emulsão, com uma concentração fixa de óleo essencial.

524 Quando são analisados os resultados da capacidade antioxidante da emulsão isolada e  
 525 incorporada ao filme, mesmo que já estivessem apresentando valores baixos, observa-se uma  
 526 redução. Essa diminuição pode ser atribuída à possível interação química entre a emulsão de  
 527 óleo essencial e o polímero da matriz, resultando na diminuição da capacidade antioxidante.  
 528 Além disso, o processo de produção dos filmes biodegradáveis pode impactar negativamente  
 529 na estabilidade do agente antioxidante, assim como a temperatura durante o processo de  
 530 secagem, que pode levar à sua degradação.

**Tabela 6:** Efeito antioxidante dos filmes produzidos com amido de banana-da-terra (*Musa paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*).

Métodos	Fnat	Fmod	F0.2	F0.4	F0.6	Emulsão
DPPH	0,32±0,01	0,63±0,01 * b	0,32±0,01 <sup>ns</sup> d	0,47±0,01 * c	0,47±0,01 * c	1,20±0,1 * a
FRAP	1,13±0,002	1,09±0,003 * b	1,10±0,003 * b	1,11±0,003 * b	1,11±0,003 * b	1,94±0,03 * a

531 Médias seguidas de \* diferem e de <sup>ns</sup> não diferem do tratamento controle (Fnat), na linha, pelo teste Dunnett ao  
 532 nível de 5% de significância. Médias seguidas de letras iguais, na linha, não diferem para os tratamentos (Fmod,  
 533 F0.2, F0.4 e F0.6) pelo teste Tukey a 5% de significância.

### 534 3.2.6 Análise de biodegradabilidade dos filmes

535 Os resultados da análise de biodegradabilidade dos filmes estão apresentados na Tabela  
 536 7. O índice quantitativo utilizado foi a perda de massa, onde ao final do 5° dia, o tratamento  
 537 F0.6 já demonstrou uma alta taxa de biodegradabilidade, distinguindo-se do tratamento controle  
 538 (Fnat) e continuando até o 10° dia com a maior taxa de degradação observada. Apesar da menor  
 539 solubilidade da emulsão, que normalmente pode retardar a degradação do filme, outros fatores  
 540 associados podem ter um impacto mais significativo, como por exemplo, a estrutura pode ter  
 541 colapsado no momento da incorporação da emulsão à matriz. Portanto, mesmo com essa  
 542 solubilidade limitada, os filmes com adição de emulsão de óleo essencial podem degradar mais  
 543 rapidamente devido a uma combinação de fatores biológicos e estruturais. A degradação  
 544 biológica de polímeros refere-se a qualquer modificação das características do material  
 545 polimérico, incluindo sua decomposição por enzimas microbianas, diminuição do peso  
 546 molecular e deterioração da resistência mecânica e propriedades de superfície.  
 547 Simplificadamente, trata-se da fragmentação do material através da ação de microrganismos  
 548 digestores (Pathak & Navneet, 2017). As estruturas do polímero desempenham um papel crucial  
 549 na determinação da taxa de degradação. As condições superficiais, como hidrofobicidade e área  
 550 superficial, estão diretamente relacionadas à degradabilidade global do material. Além disso,  
 551 fatores ambientais externos, como umidade e temperatura, também exercem influência. A

552 presença de umidade introduz moléculas de água no polímero, podendo desencadear processos  
 553 de hidrólise, dependendo da susceptibilidade ou hidrofobicidade do material polimérico. A  
 554 cristalinidade do polímero está intimamente ligada à sua degradação. Logo, quanto menor o  
 555 grau de cristalinidade maior é a degradabilidade do polímero (Attallah *et al.*, 2021). A adição  
 556 periódica de água também pode ter auxiliado para a perda de compostos solúveis fazendo com  
 557 que os filmes perdessem seu aspecto inicial e integridade estrutural e ao final do 15° dia de  
 558 avaliação todos estivessem significativamente degradados.

559 **Tabela 7:** Índices de biodegradabilidade dos filmes a base de amido de banana-da-terra (*Musa*  
 560 *paradisiaca* L.) verde nativo e modificado por fermentação natural incorporados com emulsão  
 561 de óleo essencial de Calêndula (*Calendula Officinalis*).

Dias	Fnat	Fmod	F0.2	F0.4	F0.6	P-valor
5	34,48±2,97	35,87±1,46 ns b	37,03±0,83 ns b	30,85±3,97 ns ab	47,33±4,58 * a	0.0033
10	38,88±2,24	36,36±0,90 ns ab	36,82±2,95 ns ab	35,51±4,73 ns ab	100±0 * a	0.0393
15	69,1±1,85	57,9±2,25 a ns a	81,52±3,31 ns a	100±0 ns a	100±0 ns a	0.4231

562 Médias seguidas de \* diferem e de <sup>ns</sup> não diferem do tratamento controle (Fnat), na linha, pelo teste Dunnett ao  
 563 nível de 5% de significância. Médias seguidas de letras iguais, na linha, não diferem para os tratamentos (Fmod,  
 564 F0.2, F0.4 e F0.6) pelo teste Tukey a 5% de significância.

#### 565 4. CONCLUSÕES

566 O rendimento obtido destaca o potencial industrial da banana-da-terra verde como uma  
 567 fonte viável para a extração de amido. Os resultados da composição físico-química revelam um  
 568 amido de alta pureza. É importante ressaltar o teor de amilose aparente encontrado nessa fonte  
 569 de amido, que é uma característica fundamental para a produção de filmes biodegradáveis.  
 570 Embora o processo de fermentação tenha causado alterações no pH, acidez e no teor de amilose,  
 571 não afetou a estrutura granular do amido como foi observado no MEV. A adição de emulsão de  
 572 óleo essencial aos filmes resultou em melhorias na resistência à permeabilidade ao vapor de  
 573 água, no entanto, afetou negativamente algumas propriedades mecânicas, com destaque para a  
 574 redução do módulo de elasticidade quando a concentração de emulsão foi mais elevada. A  
 575 capacidade antioxidante dos filmes apresentou valores considerados baixos devido à baixa  
 576 concentração do óleo essencial na emulsão. Observou-se maior aumento da biodegradabilidade  
 577 com o aumento da concentração da emulsão às formulações. Os espectros de absorvâncias  
 578 obtidos por FTIR apresentaram bandas que são geralmente encontradas em amidos, mas um  
 579 pico foi identificado como sendo uma característica ligada ao óleo essencial de Calêndula. Esses  
 580 resultados destacam o potencial dos filmes biodegradáveis à base de amido de banana-da-terra

581 verde como alternativa sustentável às embalagens plásticas convencionais, embora seja  
 582 necessário realizar mais estudos para compreender seu comportamento e explorar seu potencial  
 583 em aplicações práticas. Sugere-se para estudos futuros investigar o perfil viscoelástico do  
 584 amido, suas propriedades térmicas e realizar testes de atividade microbiana para uma avaliação  
 585 mais abrangente das propriedades dos filmes a base de amido de banana-da-terra verde.

586

## 587 **5. REFERÊNCIAS**

- 588 AOAC International, 2016. Official Methods of Analysis of AOAC International - 20th Edition,  
 589 2016. 20th ed. Gaithersbg. AOAC.
- 590 AL-Ansi, W., Sajid, B. M., Mahdi, A. A., Al-Maqtari, Q. A., AL-Adeeb, A., Ahmed, A., Fan,  
 591 M., Li, Y., Qian, H., Jinxin, L., & Wang, L. (2021). Molecular structure, morphological,  
 592 and physicochemical properties of highlands barley starch as affected by natural  
 593 fermentation. *Food Chemistry*, 356(March), 129665.  
 594 <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.129665>
- 595 Alvarado, P. M., Grosmaire, L., Dufour, D., Toro, A. G., Sánchez, T., Calle, F., Santander, M.  
 596 A. M., Ceballos, H., Delarbre, J. L., & Tran, T. (2013). Combined effect of fermentation,  
 597 sun-drying and genotype on breadmaking ability of sour cassava starch. *Carbohydrate*  
 598 *Polymers*, 98(1), 1137–1146. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.07.012>
- 599 ASTM E96M-16, 2016. Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials,  
 600 ASTM International, West Conshohocken, PA. ASTM Int. West, Conshohocken, PA
- 601 Atarés, L., & Chiralt, A. (2016). Essential oils as additives in biodegradable films and coatings  
 602 for active food packaging. *Trends in Food Science and Technology*, 48, 51–62.  
 603 <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2015.12.001>
- 604 Attallah, O. A., Mojicevic, M., Garcia, E. L., Azeem, M., Chen, Y., Asmawi, S., & Fournet, M.  
 605 B. (2021). Macro and Micro Routes to High Performance Bioplastics: Properties.  
 606 *Polymers*, 13, 1–25.
- 607 Bangar, S. P., Whiteside, W. S., Dunno, K. D., Cavender, G. A., & Dawson, P. (2022). Pearl  
 608 millet starch-based nanocomposite films reinforced with Kudzu cellulose nanocrystals and  
 609 essential oil: Effect on functionality and biodegradability. *Food Research International*,  
 610 157(April), 111384. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2022.111384>
- 611 Basiak, E., Lenart, A., & Debeaufort, F. (2017). Effect of starch type on the physico-chemical  
 612 properties of edible films. *International Journal of Biological Macromolecules*, 98, 348–  
 613 356. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.01.122>
- 614 Benavides, S., Villalobos-Carvajal, R., & Reyes, J. E. (2012). Physical, mechanical and

- 615 antibacterial properties of alginate film: Effect of the crosslinking degree and oregano  
616 essential oil concentration. *Journal of Food Engineering*, 110(2), 232–239.  
617 <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.05.023>
- 618 Bhandari, N., Bika, R., Subedi, S., & Pandey, S. (2022). Essential oils amended coatings in  
619 citrus postharvest management. *Journal of Agriculture and Food Research*, 10(July),  
620 100375. <https://doi.org/10.1016/j.jafr.2022.100375>
- 621 Bharti, S. K., Pathak, V., Alam, T., Arya, A., Singh, V. K., Verma, A. K., & Rajkumar, V.  
622 (2022). Starch bio-based composite active edible film functionalized with *Carum carvi* L.  
623 essential oil: antimicrobial, rheological, physic-mechanical and optical attributes. *Journal*  
624 *of Food Science and Technology*, 59(2), 456–466. [https://doi.org/10.1007/s13197-021-](https://doi.org/10.1007/s13197-021-05028-1)  
625 05028-1
- 626 Bligh, E.G. and Dyer, W. J. (1959). Canadian Journal of Biochemistry and Physiology.  
627 *Canadian Journal of Biochemistry and Physiology*, 37(8).
- 628 Bonilla, J., Atarés, L., Vargas, M., & Chiralt, A. (2012). Effect of essential oils and  
629 homogenization conditions on properties of chitosan-based films. *Food Hydrocolloids*,  
630 26(1), 9–16. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.03.015>
- 631 BRASIL. Resolução RDC nº 263, de 22 de setembro de 2005. ANVISA - Agência Nacional de  
632 Vigilância Sanitária Disponível em:  
633 [https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2005/rdc0263\\_22\\_09\\_2005.html](https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2005/rdc0263_22_09_2005.html)  
634 Acesso em: Abril de 2024.
- 635 Dammak, I., Lourenço, R. V., & Sobral, P. J. do A. (2019). Active gelatin films incorporated  
636 with Pickering emulsions encapsulating hesperidin: Preparation and physicochemical  
637 characterization. *Journal of Food Engineering*, 240(December 2017), 9–20.  
638 <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.07.002>
- 639 Ercetin, T., Senol, F. S., Erdogan Orhan, I., & Toker, G. (2012). Comparative assessment of  
640 antioxidant and cholinesterase inhibitory properties of the marigold extracts from  
641 *Calendula arvensis* L. and *Calendula officinalis* L. *Industrial Crops and Products*, 36(1),  
642 203–208. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.09.007>
- 643 Fakhouri, F. M., Fontes, L. C. B., Gonçalves, P. V. de M., Milanez, C. R., Steel, C. J., &  
644 Collares-Queiroz, F. P. (2007). Filmes e coberturas comestíveis compostas à base de  
645 amidos nativos e gelatina na conservação e aceitação sensorial de uvas Crimson. *Ciência*  
646 *e Tecnologia de Alimentos*, 27(2), 369–375. [https://doi.org/10.1590/s0101-](https://doi.org/10.1590/s0101-20612007000200027)  
647 20612007000200027
- 648 Fasihi, H., Noshirvani, N., & Hashemi, M. (2023). Novel bioactive films integrated with

- 649 Pickering emulsion of ginger essential oil for food packaging application. *Food*  
650 *Bioscience*, 51(November 2022), 102269. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.102269>
- 651 Garofalo, M. A., Villon, P., Cornejo, F., & Rosell, C. M. (2024). Exploring the effects of  
652 enzymatic and thermal treatments on banana starch characteristics. *International Journal*  
653 *of Biological Macromolecules*, 254(P1), 127748.  
654 <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.127748>
- 655 Gontard, N., Duchez, C., Cuq, J.L., Guilbert, S., 1994. Edible composite films of wheat gluten  
656 and lipids: water vapour permeability and other physical properties. *Int. J. Food Science.*  
657 *Technology*. 29, 39–50. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1994.tb02045.x>
- 658 Haghghi, H., Biard, S., Bigi, F., De Leo, R., Bedin, E., Pfeifer, F., Siesler, H. W., Licciardello,  
659 F., & Pulvirenti, A. (2019). Comprehensive characterization of active chitosan-gelatin  
660 blend films enriched with different essential oils. *Food Hydrocolloids*, 95(February), 33–  
661 42. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.04.019>
- 662 Karow, M. F., Santos, F. N. dos, Biduski, B., Krolow, A. C. R., Silva, F. T. da, El Halal, S. L.  
663 M., Macagnan, K. L., Zavareze, E. da R., Dias, A. R. G., & Diaz, P. S. (2024). Natural  
664 fermentation of potato (*Solanum tuberosum* L.) starch: Effect of cultivar, amylose content,  
665 and drying method on expansion, chemical and morphological properties. *International*  
666 *Journal of Biological Macromolecules*, 261(December 2023).  
667 <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.129608>
- 668 Kaur, L., Dhull, S. B., Kumar, P., & Singh, A. (2020). Banana starch: Properties, description,  
669 and modified variations - A review. *International Journal of Biological Macromolecules*,  
670 165, 2096–2102. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.10.058>
- 671 Kumar, R., Verma, A., Shome, A., Sinha, R., Sinha, S., Jha, P. K., Kumar, R., Kumar, P.,  
672 Shubham, Das, S., Sharma, P., & Prasad, P. V. V. (2021). Impacts of plastic pollution on  
673 ecosystem services, sustainable development goals, and need to focus on circular economy  
674 and policy interventions. *Sustainability (Switzerland)*, 13(17), 1–40.  
675 <https://doi.org/10.3390/su13179963>
- 676 Liu, D., Zhao, P., Chen, J., Yan, Y., & Wu, Z. (2022). Recent Advances and Applications in  
677 Starch for Intelligent Active Food Packaging: A Review. *Foods*, 11(18), 1–21.  
678 <https://doi.org/10.3390/foods11182879>
- 679 Liu, J., Wang, B., Lin, L., Zhang, J., Liu, W., Xie, J., & Ding, Y. (2014). Functional,  
680 physicochemical properties and structure of cross-linked oxidized maize starch. *Food*  
681 *Hydrocolloids*, 36, 45–52. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.08.013>
- 682 Machado, C. M., Benelli, P., & Tessaro, I. C. (2020). Study of interactions between cassava

- 683 starch and peanut skin on biodegradable foams. *International Journal of Biological*  
684 *Macromolecules*, 147, 1343–1353. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.10.098>
- 685 Martínez, C; Cuevas, F. (1989). *Evaluación de la calidad culinaria y molinera del arroz*. Centro  
686 Internacional de Agricultura Tropical (CIAT).  
687 <https://books.google.com.br/books?id=wC9yMXQwAbwC>
- 688 Martucci, J. F., & Ruseckaite, R. A. (2009). Biodegradation of three-layer laminate films based  
689 on gelatin under indoor soil conditions. *Polymer Degradation and Stability*, 94(8), 1307–  
690 1313. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2009.03.018>
- 691 Mohery, M., Mindil, A., & Soliman, M. (2024). Assessing the adverse impacts of biodegradable  
692 plastic bags: Chemical elements and radionuclides considerations. *Journal of*  
693 *Environmental Chemical Engineering*, 12(1), 111887.  
694 <https://doi.org/10.1016/j.jece.2024.111887>
- 695 Moorthy, S.N. Extraction of starches from tuber crops using ammonia. *Carbohydrate Polymers*,  
696 v. 16, n.4, p.391, 1991.
- 697 Ncube, L. K., Ude, A. U., Ogunmuyiwa, E. N., Zulkifli, R., & Beas, I. N. (2020). Environmental  
698 impact of food packaging materials: A review of contemporary development from  
699 conventional plastics to polylactic acid based materials. *Materials*, 13(21), 1–24.  
700 <https://doi.org/10.3390/ma13214994>
- 701 Ni, S., Zhang, H., Dai, H., & Xiao, H. (2018). Starch-based flexible coating for food packaging  
702 paper with exceptional hydrophobicity and antimicrobial activity. *Polymers*, 10(11).  
703 <https://doi.org/10.3390/polym10111260>
- 704 Nunes, J. C., Melo, P. T. S., Aouada, F. A., & De Moura, M. R. (2018). Influence of lemon  
705 nanoemulsion in films gelatin-based. *Quimica Nova*, 41(9), 1006–1010.  
706 <https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170277>
- 707 Ojogbo, E., Ogunsona, E. O., & Mekonnen, T. H. (2020). Chemical and physical modifications  
708 of starch for renewable polymeric materials. *Materials Today Sustainability*, 7–8, 100028.  
709 <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2019.100028>
- 710 Pathak, V. M., & Navneet. (2017). Review on the current status of polymer degradation: a  
711 microbial approach. *Bioresources and Bioprocessing*, 4(1).  
712 <https://doi.org/10.1186/s40643-017-0145-9>
- 713 Patil, S., Bharimalla, A. K., Mahapatra, A., Dhakane-Lad, J., Arputharaj, A., Kumar, M., Raja,  
714 A. S. M., & Kambli, N. (2021). Effect of polymer blending on mechanical and barrier  
715 properties of starch-polyvinyl alcohol based biodegradable composite films. *Food*  
716 *Bioscience*, 44(PA), 101352. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2021.101352>

- 717 Pedram Rad, Z., Mokhtari, J., & Abbasi, M. (2019). Preparation and characterization of  
718 Calendula officinalis-loaded PCL/gum arabic nanocomposite scaffolds for wound healing  
719 applications. *Iranian Polymer Journal (English Edition)*, 28(1), 51–63.  
720 <https://doi.org/10.1007/s13726-018-0674-x>
- 721 Pelissari, F. M., Andrade-Mahecha, M. M., Sobral, P. J. D. A., & Menegalli, F. C. (2012).  
722 Isolation and characterization of the flour and starch of plantain bananas (*Musa*  
723 *paradisiaca*). *Starch/Staerke*, 64(5), 382–391. <https://doi.org/10.1002/star.201100133>
- 724 Preethi, K. C., Kuttan, G., & Kuttan, R. (2006). Antioxidant potential of an extract of *Calendula*  
725 *officinalis* flowers in vitro and in vivo. *Pharmaceutical Biology*, 44(9), 691–697.  
726 <https://doi.org/10.1080/13880200601009149>
- 727 Rodrigues, A. A. M., da COSTA, R. R., Dos Santos, L. F., Silva, S. de M., de BRITTO, D., &  
728 de LIMA, M. A. C. (2021). Properties and characterization of biodegradable films  
729 obtained from different starch sources. *Food Science and Technology (Brazil)*,  
730 41(December), 476–482. <https://doi.org/10.1590/fst.28520>
- 731 Sakkara, S., Nataraj, D., Venkatesh, K., Xu, Y., Patil, J. H., & Reddy, N. (2020). Effect of pH  
732 on the physicochemical properties of starch films. *Journal of Applied Polymer Science*,  
733 137(15), 1–7. <https://doi.org/10.1002/app.48563>
- 734 Schoch, T. J. Swelling power and solubility of granular starches. In: Whistler, R.L. Methods in  
735 Carbohydrate Chemistry; Starch. *New York: Academic Press*, v. 4, p. 106-109, 1964.
- 736 Shaikh, S., Yaqoob, M., & Aggarwal, P. (2021). An overview of biodegradable packaging in  
737 food industry. *Current Research in Food Science*, 4, 503–520.  
738 <https://doi.org/10.1016/j.crfs.2021.07.005>
- 739 Siddiqui, S. A., Erol, Z., Rugji, J., Taşçı, F., Kahraman, H. A., Toppi, V., Musa, L., Di Giacinto,  
740 G., Bahmid, N. A., Mehdizadeh, M., & Castro-Muñoz, R. (2023). An overview of  
741 fermentation in the food industry - looking back from a new perspective. *Bioresources and*  
742 *Bioprocessing*, 10(1). <https://doi.org/10.1186/s40643-023-00702-y>
- 743 Thakur, R., Pristijono, P., Scarlett, C. J., Bowyer, M., Singh, S. P., & Vuong, Q. V. (2019).  
744 International Journal of Biological Macromolecules Starch-based films : Major factors  
745 affecting their properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 132,  
746 1079–1089. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.03.190>
- 747 Viana, E. B. M., Leite, N. O., Ribeiro, J. S., Almeida, M. F., Souza, C. C. E., Resende, J. V.,  
748 Santos, L. S., & Veloso, C. M. (2022). Development of starch-based bioplastics of green  
749 plantain banana (*Musa paradisiaca* L.) modified with heat-moisture treatment (HMT).  
750 *Food Packaging and Shelf Life*, 31(March 2021).

- 751 <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2021.100776>
- 752 Wang, X., Huang, L., Zhang, C., Deng, Y., Xie, P., Liu, L., & Cheng, J. (2020). Research  
753 advances in chemical modifications of starch for hydrophobicity and its applications: A  
754 review. *Carbohydrate Polymers*, 240(16). <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116292>
- 755 Zhao, T., Li, X., Zhu, R., Ma, Z., Liu, L., Wang, X., & Hu, X. (2019). Effect of natural  
756 fermentation on the structure and physicochemical properties of wheat starch.  
757 *Carbohydrate Polymers*, 218(April), 163–169.  
758 <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.04.061>
- 759