



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AGRÍCOLA**

TESE DE DOUTORADO

**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: PROCESSAMENTO E ARMAZENAMENTO DE
PRODUTOS AGRÍCOLAS**

**OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO DE PECTINA DO CÓRTEX DA RAIZ DA
MANDIOCA E SUA APLICAÇÃO NO DESENVOLVIMENTO DE EMBALAGENS
PARA ALIMENTOS**

THAIS JACIANE ARAUJO RODRIGUES

Campina Grande – PB

AGOSTO - 2024

**OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO DE PECTINA DO CÓRTEX DA RAIZ DA
MANDIOCA E SUA APLICAÇÃO NO DESENVOLVIMENTO DE EMBALAGENS
PARA ALIMENTOS**

THAIS JACIANE ARAUJO RODRIGUES

Tese de Doutorado como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Agrícola pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola da Universidade Federal de Campina Grande.

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: Processamento e Armazenamento de Produtos Agrícolas
ORIENTADORA: Prof^a. Dr^a. Ana Paula Trindade Rocha

**Campina Grande – PB
AGOSTO - 2024**

R696o

Rodrigues, Thais Jaciane Araujo.

Otimização da extração de pectina do córtex da raiz da mandioca e sua aplicação no desenvolvimento de embalagens para alimentos / Thais Jaciane Araujo Rodrigues. – Campina Grande, 2024.

121 f. : il. color.

Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, 2024.

"Orientação: Profa. Dra. Ana Paula Trindade Rocha".

Referências.

1. Atividade Antimicrobiana. 2. Beneficiamento de Resíduos. 3. Extração de Pectina. 4. Leito de Jorro. 5. Embalagem para Alimento. I. Rocha, Ana Paula Trindade. II. Título.

CDU 633.44:658.788.4(043)

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS
COORDENAÇÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AGRÍCOLA
PARECER FINAL DO JULGAMENTO DA TESE

THAIS JACIANE ARAUJO RODRIGUES

**OTIMIZAÇÃO DA EXTRAÇÃO DE PECTINA DO CÓRTEX DA RAIZ DA
MANDIOCA E SUA APLICAÇÃO NO DESENVOLVIMENTO DE EMBALAGENS
PARA ALIMENTOS**

APROVADO EM: 01 DE AGOSTO DE 2024.

BANCA EXAMINADORA:

Ana Paula Trindade Rocha - Orientador(a) - PPGEA/CTRN/UFCG

Josivanda Palmeira Gomes - Examinador(a) Interno(a) -
PPGEA/CTRN/UFCG

Rossana Maria Feitosa de Figueiredo - Examinador(a) Interno(a) -
PPGEA/CTRN/UFCG

Railene Hérica Carlos Rocha Araújo - Examinador(a) Externo(a) - UFCG

Newton Carlos Santos - Examinador(a) Externo(a) - PDJ/UFCG



Documento assinado eletronicamente por **Newton Carlos Santos, Usuário Externo**, em 26/08/2024, às 14:42, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **ROSSANA MARIA FEITOSA DE FIGUEIREDO, PROFESSOR 3 GRAU**, em 26/08/2024, às 14:52, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **ANA PAULA TRINDADE ROCHA, PROFESSOR 3 GRAU**, em 26/08/2024, às 15:16, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#). Documento assinado eletronicamente por



JOSIVANDA PALMEIRA GOMES, PROFESSOR(A) DO MAGISTERIO SUPERIOR, em 02/09/2024, às 09:08, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <https://sei.ufcg.edu.br/autenticidade>, informando o código verificador **4738085** e o código CRC **8E65D3A1**.

Referência: Processo nº 23096.046292/2024-96

Dedicatória

A Deus, minha filha, meus pais e meu marido: dedico...

Parece clichê, mas esse título é nosso e cada um sabe a parcela para isso.

Gratidão!

Agradecimentos

“Agradecer é o ato de mostrar ou manifestar gratidão, render graças, reconhecer... E por mais essa conquista alcançada eu agradeço!”

Que alegria trazer a frase acima da minha dissertação para minha tese, Deus e os meus sabem o quanto sonhei com esse momento, com esse título e com o cenário em volta dele.

Primeiramente, gratidão a Deus, pois só Ele sabe cada dia enfrentado, dias bons e dias não tão bons, mas dias cheio de vontade de dizer “mais um dia vencido”. Insisto sempre no mesmo assunto que o mundo acadêmico, infelizmente, é um lugar competitivo e que por diversas vezes você se sente só, e saber que tenho um Deus que nunca me abandonou e me fez sentir-se acolhida e acompanhada, acalma a minha alma e me faz entender que eu entendi tudo, entendi quando tudo deu certo e quando tudo pareceu dar errado, pois em todas as circunstâncias na verdade era Ele me preparando para aceitar a Sua vontade e fazer valer a caminhada. Obrigada Deus, por não ter me deixado desistir em nenhum momento e por ter sido, TUDO, exatamente como foi.

Escrevo esse parágrafo com lágrimas nos olhos pra uma pessoinha que nem sabe ler e que chegou a 10 meses e alguns dias na minha vida mais que fez tudo ganhar um novo sentido e me fez entender o real motivo de tudo. E se antes eu já era determinada em conseguir alcançar meus objetivos, agora virei mãe e leoa, buscando ser melhor a cada dia pra te ensinar que podemos ir além e que sempre será tudo por você. Liz, minha filha, em alguns dias após a sua chegada mamãe pensava que conciliar maternidade e a vida de pesquisadora era impossível, até me pegar sentada no seu tapetinho de atividades, rodeada de brinquedos, com o notebook na mão e você do lado, cuidando de você e buscando uma forma de conseguir um futuro melhor e cheio de reconhecimento para você e por você. Obrigada por ser você, obrigada por ter chegado exatamente no momento que você chegou em minha vida e obrigada por me escolher. Você já nasceu quase doutora junto da mamãe, afinal foram 9 meses na minha barriga fazendo pesquisa e agora já se vão mais 10 (rs). Esse título é para te orgulhar e ver teus olhos brilhando ao falar de mim. Eu amo você, você deu vida a minha vida!

Aos meus pais, me faltam palavras e me sobra gratidão. Sempre fizeram de tudo pelo meu bem-estar e pra ver sendo tudo que eles não conseguiram ser por falta de oportunidade, então, como não ser grata por isso? Se consegui me dedicar a uma faculdade, mestrado e

doutorado foi graças ao apoio e a vontade de vocês em verem sua filha empilhando títulos... Sei bem que muitos dias foram difíceis, mas sei mais ainda que foi graças a vontade de vocês em me ver GRANDE que eu cheguei até aqui sem olhar pra trás ou pensar em desistir. E após a chegada de Liz, vocês, minha rede de apoio e de amor, fizeram total diferença para que a conclusão do meu doutorado fosse mais leve. Meu amor por vocês ultrapassa o limite do amor, que bom que são vocês!

Ao meu companheiro de vida a 16 anos, que viveu cada fase comigo, me apoiando, me incentivando e me mostrando que eu vou além: que sorte a minha! Lailson, meu marido, meu amigo e o amor da minha vida, dividir cada dia que envolveu minha jornada acadêmica contigo foi a forma que Deus disse: Oh, vai ser mais leve assim! Foram dias e dias, mas você sempre ao meu lado, buscando me mostrar que o meu momento de glória e realização vai chegar, sem cobranças mais por meio da minha dedicação. Obrigada por ser você a minha pessoa!

Aos meus familiares (irmã, sobrinha, tias, primas e agregadas) e amigas (melhor não citar nome mais cada uma sabe que seu nome está aqui nessas entrelinhas), minha gratidão pela vida e pela parcela e importância de cada uma na minha vida. Ver vocês orgulhosas de mim me faz entender que estou indo pelo caminho certo! Como é bom dividir a vida com vocês, mulheres, amigas, parceiras e incentivadoras, a energia de vocês faz tudo ficar mais leve. Obrigada a cada uma por exatamente tudo!

Agora, falar de Ana Paula, sim, minha orientadora acadêmica e da vida inteira, é sempre motivo de escrever e apagar várias vezes, pois não consigo encontrar palavras que expressem minha gratidão por ter sua vida na minha. Temos uma ligação ímpar, somos confidentes, amigas, parceiras... e agradeço por ter tido o prazer de te encontrar nessa caminhada, você com suas palavras e com cada abraço me fez entender sem nem perceber que “não vai ser fácil, mas vou conseguir”. Você, Ana, não imagina o tamanho da sua importância na minha vida, e falo não apenas na área acadêmica e profissional, mas na vida pessoal, saber que tenho alguém como você faz a jornada mais leve, pois sei que tenho com quem contar! Amo você, amo ser sua pupila, HD externo, secretária nas horas vagas e amiga em dedicação exclusiva. E aqui não é um ponto final, é apenas uma vírgula viu? Você não vai se livrar de mim fácil assim (rs).

As pessoas que cruzaram minha vida e fizeram os dias no laboratório, nas salas de aula, na escrita de artigos, nos puxantes de cabelo quando as coisas desandavam, como sou sortuda! Foram pessoas que tornaram tudo mais leve, são elas, Juliana, Layanne, Fabricia, Douglas, os professores por todo conhecimento compartilhado e em especial ao professor Gilmar por abrir as portas do seu laboratório pra mim, me dando total confiança, as técnicas

dos laboratórios ao qual fiz uso e que não mediram esforços pra me ajudar (principalmente na reta final da gravidez). Ter pessoas do bem, da energia boa e que gostam de te ver brilhar, é um presente de Deus, como sou sortuda.

A Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), o Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola (PPGEA) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) minha gratidão pelo incentivo, apoio e ajuda para concluir esse doutorado com êxito e mérito, podendo dizer sem medo de que estou pronta para desenvolver minhas atividades e dizer de onde eu vim sem me esconder por detrás de qualquer coisa. Que privilégio chegar até aqui por intermédio do meu esforço e por fazer parte dessa família e suas ramificações! Agradecer também aos membros da minha banca examinadora, por dedicarem uma parcela do seu tempo para corrigir e contribuir para com a minha tese, professora Josivanda, Rossana, Railene e Newton.

Como já disse mais acima, esse título não é o ponto final, é a continuação dessa história que venho trilhando com brilho nos olhos e gratidão no coração, por cada oportunidade, cada conhecimento trocado, cada pessoa conhecida, cada dificuldade vencida... É isso, a doutora está chegando e está mais perto do que longe.

Epígrafe

"SEJA FORTE e CORAJOSO! NÃO SE APAVORE, NEM SE DESANIME, POIS O SENHOR, O SEU DEUS, ESTARÁ COM VOCÊ POR ONDE VOCÊ ANDAR." (JOSUÉ 1:9)

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	i
LISTA DE TABELAS.....	ii
1 INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	3
2.1 Objetivo geral	3
2.2 Objetivos específicos	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1. A mandioca e o beneficiamento de resíduos agroindustriais.....	4
3.2. Aspectos gerais do córtex da raiz da mandioca	5
3.3. Pectina e suas principais características.....	6
3.4. Aplicação da pectina na indústria	7
3.5. Córtex da raiz da mandioca como fonte pectíca	8
3.6. Filmes biodegradáveis	9
3.7. Potencial da pectina como ingrediente para filmes biodegradáveis	11
4. MATERIAL E MÉTODOS	13
4.1 Matéria-prima	13
4.2 Extração da pectina.....	13
4.3 Secagem da pectina do resíduo da mandioca.....	14
4.4 Caracterização da pectina aquosa e ácida	14
4.5 Obtenção do extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca	16
4.6 Obtenção do filme.....	17
4.7 Caracterização do filme	17
4.8 Análise estatística	19
5. ARTIGOS OBTIDOS	20
ARTIGO I: Extração otimizada de pectina do córtex da raiz da mandioca: avaliação de métodos aquosos e ácidos.....	21
1 Introdução	23
2 Material e Métodos.....	25
2.1 Materiais	25
2.2 Processamento e secagem do córtex da raiz da mandioca.....	25
2.3 Caracterização da farinha do córtex da raiz da mandioca.....	26
2.4 Delineamento experimental para a otimização da extração da pectina	27

2.5	Rendimento de extração da pectina	28
2.6	Grau de esterificação (DE) e teor de ácido galacturônico (AUA).....	28
2.7	Análise titulométrica da pectina.....	28
2.8	Análise estatística	29
3	Resultados e discussões	30
3.1	Caracterização da farinha do córtex da raiz da mandioca.....	30
3.2	Ensaio de extração aquosa e ácida da pectina	32
3.3	Coefficientes de regressão.....	34
3.4	Análise titulométrica da pectina.....	37
3.5	Superfície de resposta	39
3.6	Desejabilidade.....	43
4	Conclusões	46
	Referências Bibliográficas	47
	ARTIGO II: Efeitos da adição de pectinas e extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca em filmes biodegradáveis	53
1	Introdução	55
2	Material e métodos	57
2.1	Materiais	57
2.2	Processamento do córtex da raiz da mandioca	57
2.3	Extração da Pectina.....	57
2.4	Secagem da pectina do córtex da raiz da mandioca.....	58
2.5	Grau de esterificação da pectina aquosa e ácida do córtex da raiz da mandioca.....	58
2.6	Caracterização da pectina do córtex da raiz da mandioca	59
2.7	Obtenção do extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca	60
2.8	Obtenção do filme.....	61
2.9	Caracterização dos filmes	61
2.10	Análise estatística	63
3	Resultados e discussão.....	64
3.1	Caracterização da pectina extraída do córtex da raiz da mandioca seca em leite de jorro	64
3.2	Microscopia eletrônica de varredura da pectina em pó	66
3.3	Caracterização do extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca	68

3.4 Ensaio de obtenção do filme a base de pectina extraída do córtex da raiz da mandioca	70
3.5 Coeficientes de regressão.....	72
3.6 Superfícies de resposta.....	74
3.7 Desejabilidade.....	77
3.8 Propriedades óticas dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca	78
3.9 Propriedades mecânicas dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca	80
3.10 Microscopia eletrônica de varredura dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca	82
4 Conclusões	87
Referências Bibliográficas	88
5.CONCLUSÕES GERAIS	95
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	96

LISTA DE FIGURAS

Artigo I: Extração otimizada de pectina do córtex da raiz da mandioca: avaliação de métodos aquosos e ácidos

Figura 1 - Composição da raiz da mandioca	25
Figura 2A - Superfície de resposta do rendimento para extração aquosa: temperatura e tempo; temperatura e proporção; tempo e proporção	40
Figura 2B - Superfície de resposta do grau de esterificação para extração aquosa: temperatura e tempo; temperatura e proporção; tempo e proporção	41
Figura 2C - Superfície de resposta do ácido galacturônico para extração aquosa: temperatura e tempo; temperatura e proporção; tempo e proporção	42
Figura 2D - Superfície de resposta do rendimento para extração ácida: temperatura e tempo; temperatura e proporção; tempo e proporção	43
Figura 3A - Perfis da desejabilidade obtida para a extração aquosa	44
Figura 3B - Perfis da desejabilidade obtida para a extração ácida	45

Artigo II: Efeitos da adição de pectinas e extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca em filmes biodegradáveis

Figura 1 - Microscopia eletrônica de varredura da pectina extraída em meio aquoso e seca em leite de jorro: a) ampliação de 250x; b) ampliação de 500x; c) ampliação de 1000x	67
Figura 2 - Microscopia eletrônica de varredura da pectina extraída em meio ácido e seca em leite de jorro: a) ampliação de 250x; b) ampliação de 500x; c) ampliação de 1000x	68
Figura 3 - Superfície de resposta da resistência a tração: a) teor de pectina e teor de extrato; b) teor de extrato e teor de glicerol; c) teor de pectina e teor de glicerol	75
Figura 4 - Superfície de resposta do alongamento de ruptura: a) teor de pectina e teor de extrato; b) teor de extrato e teor de glicerol; c) teor de pectina e teor de glicerol	76
Figura 5 - Perfil da desejabilidade obtida	77
Figura 6 - Microscopia eletrônica de varredura dos filmes a base de pectina extraída do córtex da raiz da mandioca em uma ampliação de 1000x	83

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Níveis estudados no planejamento experimental.....	14
Tabela 2 - Níveis estudados no planejamento experimental	17

Artigo I: Extração otimizada de pectina do córtex da raiz da mandioca: avaliação de métodos aquosos e ácidos

Tabela 1 - Níveis estudados no planejamento experimental	27
Tabela 2 - Caracterização da farinha do córtex da raiz da mandioca	30
Tabela 3 - Resultados obtidos nos ensaios de extração aquosa e ácida.....	33
Tabela 4 - Coeficientes de regressão dos valores reais obtidos para as variáveis dependentes estudadas na extração aquosa e ácida	35
Tabela 5 - Resultados da análise titulométrica da pectina obtida por extração aquosa e ácida	37

Artigo II: Efeitos da adição de pectinas e extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca em filmes biodegradáveis

Tabela 1 - Níveis estudados no planejamento experimental	61
Tabela 2 - Caracterização da pectina obtida em meio aquoso e meio ácido em pó por secagem em leite de jorro.....	64
Tabela 3 – Caracterização do extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca	69
Tabela 4 - Resultados obtidos nos ensaios na obtenção dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca	70
Tabela 5 - Coeficientes de regressão obtidos para as variáveis dependentes estudadas na obtenção dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca.....	72
Tabela 6 - Propriedades óticas de coloração dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca	78
Tabela 7 - Propriedades mecânicas dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca.....	80

Resumo: O presente estudo investigou a viabilidade de utilizar resíduos agroindustriais da raiz da mandioca como fonte de pectina para a produção de filmes direcionados a embalagens para alimentos, destacando a importância da busca por novas fontes de pectina. O córtex da raiz da mandioca, geralmente descartado, é identificado como uma potencial fonte de pectina, promovendo a valorização de resíduos agroindustriais e contribuindo para a sustentabilidade. Inicialmente realizou-se a extração da pectina do córtex da mandioca utilizando dois solventes, água e ácido clorídrico, aplicando planejamento experimental para otimizar as condições de extração para cada solvente, com variáveis independentes definidas em proporção, temperatura e tempo. Os resultados dos ensaios foram submetidos função desejabilidade, com o intuito de selecionar a pectina otimizada, com esse resultado, as pectinas otimizadas foram secas em leito de jorro tendo em vista um melhor rendimento e qualidade da pectina. A pectina seca em leito de jorro que melhor se adequou a finalidade do estudo foi a aquosa, sendo a mesma utilizada na produção dos filmes através de planejamento experimental, com variáveis independentes definidas em teor de pectina, teor de extrato do córtex da mandioca e teor de glicerol. Os filmes foram avaliados quanto à solubilidade, permeabilidade ao vapor de água, propriedades mecânicas e óticas e microscopia eletrônica de varredura. Como resultado, a otimização da extração de pectina do córtex da raiz da mandioca com os dois solventes estudados mostrou que as variáveis tempo e temperatura influenciam significativamente o rendimento, o grau de esterificação e o teor de ácido galacturônico, com pectinas de alta e baixa metoxilação adequadas para diferentes aplicações. Na produção do filme, a pectina aquosa seca em leito de jorro demonstrou maior teor de bioativos e melhor atividade antimicrobiana, resultando em filmes biodegradáveis com alta resistência mecânica e baixa solubilidade, ideais para conservação de alimentos, enquanto a adição de extrato concentrado aumentou ainda mais a atividade antimicrobiana dos filmes. Assim, com base nos resultados obtidos, é possível constatar que a pectina extraída do córtex da mandioca possui grande potencial para a produção de filmes biodegradáveis, promovendo a valorização de resíduos agroindustriais e contribuindo para a sustentabilidade na indústria de embalagens. A aplicação de técnicas verde e a utilização de resíduos agroindustriais demonstram ser uma abordagem eficaz e sustentável para o desenvolvimento de alternativas inovadoras na conservação e segurança de alimentos embalados.

Palavras-chave: atividade antimicrobiana, beneficiamento de resíduos, extração de pectina; leito de jorro

Abstract: This study investigates the feasibility of using agro-industrial residues from cassava roots as a source of pectin to produce films for food packaging, highlighting the importance of searching for new sources of pectin. The cortex of the cassava root, usually discarded, is identified as a potential source of pectin, promoting the valorization of agro-industrial residues and contributing to sustainability. Initially, pectin was extracted from the cassava cortex using two solvents, water and hydrochloric acid, applying experimental design to optimize the extraction conditions for each solvent, with independent variables defined in proportion, temperature and time. The results of the tests were subjected to a desirability function, to select the optimized pectin. With this result, the optimized pectins were dried in a spouted bed to obtain better pectin yield and quality. The spouted-bed dried pectin that best suited the purpose of the study was the aqueous one, which was used in the production of the films through experimental design, with independent variables defined as pectin content, cassava cortex extract content and glycerol content. The films were evaluated for solubility, water vapor permeability, mechanical and optical properties and scanning electron microscopy. As a result, the optimization of pectin extraction from cassava root cortex with the two solvents studied showed that the variables time and temperature significantly influence the yield, degree of esterification and galacturonic acid content, with high and low methoxylated pectins suitable for different applications. In the production of the film, the aqueous pectin dried in a spouted bed demonstrated a higher content of bioactives and better antimicrobial activity, resulting in biodegradable films with high mechanical strength and low solubility, ideal for food preservation, while the addition of concentrated extract further increased the antimicrobial activity of the films. Thus, based on the results obtained, it is possible to conclude that the pectin extracted from the cassava cortex has great potential to produce biodegradable films, promoting the valorization of agro-industrial waste and contributing to sustainability in the packaging industry. The application of green techniques and the use of agro-industrial waste prove to be an effective and sustainable approach for the development of innovative alternatives in the preservation and safety of packaged foods.

Key-words: antimicrobial activity, waste processing, pectin extraction; spouted bed

1 INTRODUÇÃO

A cultura da mandioca no mercado brasileiro ampliou-se nos últimos anos tanto em relação ao consumo interno quanto em função da exportação, onde geralmente é comercializada in natura ou pouco processada em forma de produto hortícola, destacando-se por sua boa adaptabilidade em diferentes condições ambientais e sua boa aceitação em diferentes culinárias, sendo considerada assim a terceira maior fonte de alimento em regiões tropicais, ultrapassada apenas pelo arroz e o milho (Peixoto; Resch, 2018). Por tratar-se de uma atividade de elevada importância socioeconômica, é de fundamental relevância o aproveitamento geral, reduzindo o descarte excedente dos resíduos gerados e buscando uma alternativa que possa gerar uma renda extra a essas famílias por ser um resíduo com elevado teor de nutrientes, pois a cada tonelada de mandioca processada são gerados aproximadamente 260 kg de fécula (resíduo para fecularias) e 940 kg de farelo úmido (Gobi *et al.*, 2020).

Esse resíduo oriundo da mandioca, seja das casas de farinhas ou das indústrias de grande porte, apresentam teores significativos de amido e pectina, além de possuir alto teor de fibra, boa estabilidade térmica e alta cristalinidade. Sendo a pectina um polissacarídeo frequentemente localizado na parede celular primária e na lamela média de muitas plantas, tem sido usada na indústria de alimentos e bebidas como agente gelificante, espessante, estabilizante e emulsificante, além de ser utilizada como matéria-prima para produção de filmes biodegradáveis na indústria de embalagens para revestimentos biodegradáveis e comestíveis de produtos alimentícios (Souza *et al.*, 2018; Huang *et al.*, 2020).

Além disso a pectina possui impactos benéficos a saúde do consumidor, tornando-se uma maior fonte de pesquisa pois pode desenvolver efeito probiótico, atuar como redutor dos níveis de glicose e colesterol, auxiliar na remoção de íons metálicos do organismo estabilizando os sistemas endócrino, neurológico e imunológico, desempenhar ação quimioprotetora na metástase do câncer, além de agir como matriz de liberação controlada de drogas no organismo (Lara-Espinoza *et al.*, 2018).

A operação de secagem desempenha um papel de fundamental importância no processo da obtenção da pectina, com isso a aplicação de diferentes técnicas e condições podem afetar significativamente a composição química e a estrutura molecular, influenciando assim as propriedades funcionais da pectina em pó obtida, afinal, a secagem é uma operação unitária considerada crítica que pode resultar em mudanças indesejáveis na cor, textura, densidade, porosidade e qualidade geral dos produtos desidratados (Begum *et al.*, 2017). Contudo, métodos que tragam tempos curtos de contato com as temperaturas elevadas podem reduzir a degradação do sabor, cor e nutrientes, intensificando assim a qualidade e aceitabilidade global do produto

final. Assim, busca-se métodos que tenham alta qualidade, eficiência e baixo custo, garantindo a seleção de uma secagem apropriada, dependendo da caracterização necessária (Sun *et al.*, 2020).

Atualmente, observou-se um aumento no uso de fibras naturais, biopolímeros, filmes biodegradáveis, revestimentos e compostos de base biológicas como fontes de substituição para produtos sintéticos utilizados com a mesma finalidade, com o intuito de reduzir os problemas ambientais e energéticos enfrentados por organismos vivos e não vivos (Silva *et al.*, 2019). Novas matrizes buscam efetivar a viabilidade do uso de resíduos vegetais como um novo material para a preparação de filmes e revestimentos biodegradáveis aplicados a alimentos, contudo, a conscientização, o custo e o desempenho desses materiais ainda precisam de estudos que possam garantir um produto final com alta permeabilidade ao vapor d'água e propriedades mecânicas de excelência, pois a interação entre os componentes estruturais e plastificantes, como o pectina por exemplo, devem ser estudadas a fim de avaliar propriedades coesivas e funcionais, tornando-se um filme ativo ou revestimento comestível para aplicações industriais, embalagens de alimentos e biomedicina sustentável (Brito *et al.*, 2019; Vinod *et al.*, 2020).

Assim, combinar duas necessidades prementes como desenvolver alternativas econômicas ao resíduo orgânico gerado pela indústria alimentícia, especificamente a de mandioca, e reduzir o impacto ambiental causado pelo uso intenso de embalagens à base de materiais sintéticos, o objetivo do presente estudo foi desenvolver filmes biodegradáveis a partir da interação da pectina em pó extraída do resíduo da mandioca obtida por dois diferentes métodos de extração e secagem, com o intuito de observar qual dos solventes gera menos impacto sobre as características do produto em pó e sobre as características do filme produzido.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Extrair e secar suspensão de pectina extraída do resíduo gerado pela agroindústria de mandioca, desenvolvendo, posteriormente, filmes biodegradáveis elaborados com a pectina obtida.

2.2 Objetivos específicos

- Extrair com diferentes solventes (água e ácido clorídrico) a pectina do cortex da mandioca;
- Caracterizar as amostras de pectina obtidas quanto aos parâmetros: rendimento, grau de esterificação e ácido galacturônico, sendo essas as variáveis respostas do planejamento;
- Secar as pectinas extraídas por meio das condições otimizadas, obtidas através da desejabilidade;
- Caracterizar as pectinas, aquosa e ácida, em pó, quanto aos parâmetros: grau de esterificação, ácido galacturônico, atividade de água, teor de água, pectina, pH, fenólicos, taninos, antocianinas, flavonoides, proteínas;
- Obter o extrato hidroalcolico concentrado da farinha do córtex da raiz da mandioca e quantificar a atividade antimicrobiana e teor de bioativos;
- Elaborar os filmes biodegradáveis utilizando a pectina com melhor perfil bioativo e tecnológico, o glicerol e o extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca, com respostas nas variáveis solubilidade, permeabilidade do vapor de água, resistencia a tração e alongamento;
- Avaliar as propriedades físico-químicas e mecânicas dos filmes por meio das análises de espessura, solubilidade, morfologia e cor.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. A mandioca e o beneficiamento de resíduos agroindustriais

A mandioca (*Manihot esculenta* Crantz), também conhecida como macaxeira ou aipim, tem o Brasil como centro de origem e domesticação com cerca de 20% da produção mundial. Dentre as regiões Brasileiras a região Nordeste se destaca com metade da produção nacional destinadas ao consumo fresco, de farinha de mesa e na alimentação animal, evidenciando o consumo das fontes oriundas da mandioca como aproximadamente 97% das calorias necessárias para a população, ficando atrás apenas do arroz, açúcar e milho (Landau *et al.*, 2020, Khan; Souza, 2020).

Botanicamente a mandioca pertence à família da Euphorbiaceae estando dividida em dois grupos (doces e amargas), classificados de acordo com o teor de ácido cianídrico (-HCN), estudos mostram que são escassos dados botânicos sobre outras variedades brasileiras de mandiocas, limitando assim a possibilidade do conhecimento de novos cultivares e a obtenção de novos dados morfológicos da espécie. A planta é uma espécie é tuberosa que pode atingir até 4 m de altura, produzindo 4 a 20 raízes com folhas de 3 a 9 lóbulos e sementes de baixa germinação (Prates *et al.*, 2017; Cosmo *et al.*, 2020).

Diversos parâmetros podem afetar a composição química, nutricional e bromatológica da mandioca, dentre eles, destacam-se a variedade, idade da planta e as condições ambientais. Por se tratar de uma cultura de grande importância a mandioca é um alimento prontamente disponível a população devido a sua facilidade de cultivo e capacidade de se transformar, destacando-se positivamente devido sua extensa vida útil, elevada qualidade nutricional e facilidade de acesso a todas as classes sociais, havendo um aproveitamento análogo aos consumidores mesmo com a diversidade de cultivares disponíveis (Silva *et al.*, 2017).

Por ser considerada uma rica fonte de nutrientes, a mandioca vem sendo cultivada em solos de todos os tipos, incluindo os pobres e ácidos, demonstrando assim sua facilidade de plantio. Possui elevados teores de amido (70 a 91%), proteínas (1,0 a 6,0%), açúcares redutores (1,5 a 5,8%), fibra bruta (3,0%) e lipídeos (0,3 a 1,5%), além de ser rica em vitamina C (30 a 60 mg/100 g) e apresentar grandes quantidade de cálcio (25 a 50 mg/100 g), fósforo (40 a 50 mg/100 g) e ferro (0,5 a 0,9 mg/100 g), além disso, devido a sua coloração amarelada possui altos teores de zinco e carotenoides como betacarotenos que são precursores da vitamina A (Koblitz, 2011; Giannoni *et al.*, 2017).

Sendo a raiz o principal produto processado pelas indústrias de farinhas e fecularias de mandioca, os resíduos oriundos do processo de produção, podendo ser líquidos ou sólidos. Os

principais resíduos líquidos são a água de lavagem das raízes e a manipueira (líquido obtido com a prensagem da mandioca), estes possuem elevado teor de Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO), Demanda Química de Oxigênio (DQO) e substâncias tóxicas como o ácido cianídrico (HCN). Já os resíduos sólidos são compostos pelas partes constituintes da própria planta, a como casca marrom, entrecasca, descarte, crueira, fibra, bagaço e varredura, partes essas com elevado teor de umidade (cerca de 85%), gerando assim problemas de armazenamento e levando a constantes descartes (Santos *et al.*, 2018).

Com a busca por novas fontes de renda as indústrias seguem na constante tentativa por destinações que tragam aproveitamento adequado com retorno e reconhecimento eficaz. Com isso, ao observar os resíduos sólidos gerados pela mandioca tem-se um descarte inadequado de uma fonte nutricional e energética rica em amido, proteína, açúcares, linamarina, sais, cianeto e outras substâncias (Ferreira, 2013; Souza *et al.*, 2019).

Em virtude disso, estudos como o de Souza *et al.* (2019) mostra que no Pará os resíduos sólidos são destinados a nutrição animal, aplicação agrícola e produção de energia, Cordeiro *et al.* (2020) em seu estudo demonstram formas de redução dos impactos ambientais causados pelos resíduos agrícolas mostra que a recuperação do amido residual gerado na agroindústria de fécula de mandioca tem elevado potencial para produção de biocombustível, já Pereira *et al.* (2020) obtiveram xilitol a partir da casca de mandioca devido ao seu elevado teor lignocelulósico por meio de processo biotecnológico.

3.2. Aspectos gerais do córtex da raiz da mandioca

O córtex da raiz da mandioca é a camada interna esbranquiçada da casca, podendo ser obtida por meio manual ou descasque mecanizado, sendo raspado em ambos os processos da casca marrom externa para adquirir o produto individual. É um resíduo rico em carboidrato, proteínas e fibra bruta, elevando assim seu potencial de aproveitamento para processamento adequado, podendo ser utilizado no enriquecimento de outros produtos ou como fonte para novos produtos alimentícios (Omah *et al.*, 2015).

Por ser considerado um material carbonáceo sólido, o córtex da raiz da mandioca pode ter na composição algumas matérias voláteis que poderiam impedir uma boa ligação interfacial entre a matriz e o carregador de partículas quando usado como matéria-prima. Um exemplo da aplicação do córtex da raiz da mandioca foi observado no estudo realizado por Akinjayeju, Eke e Akinpelu (2020), onde eles adicionaram a farinha do córtex da raiz da mandioca em snacks e observaram que a mesma possui elevado conteúdo energético, teor de carboidratos, fibras e

minerais dietéticos (Mg, Ca e K), melhorando significativamente o teor nutricional dos snacks quanto a sua composição centesimal, propriedades físico-químicas e perfis de minerais, resultando em efeitos significativos e benéficos.

3.3. Pectina e suas principais características

A pectina é uma família de polissacarídeos vegetais responsáveis por até 35% das paredes celulares primárias em certas espécies e tem sido considerada como o polissacarídeo mais estruturalmente complexo da natureza. O termo pectina, na verdade, descreve um grupo de oligossacarídeos e polissacarídeos que compartilham características comuns, mas são extremamente diversos em sua estrutura fina, exceto que todos eles compreendem pelo menos 65% de ácido galacturônico (GalA) que está ligado ao α - (1-4) (Liang; Luo, 2020).

As pectinas nativas em plantas são compostas por domínios polissacarídeos: homogalacturonan (HGA), ramnogalacturonan I (RG-I), rhamnogalacturonan II (RG-II), xilogalacturonan e apiogalacturonan. Atualmente, pensa-se que os domínios polissacarídicos são covalentemente ligados e, em maior ou menor extensão, ionicamente reticulados com outras cadeias de pectina para formar redes pecticas que se ramificam ao longo das paredes celulares primárias. Existem três modelos propostos: (a) o esqueleto da pectina, que consiste em domínios alternados de HGA e RGI, o esqueleto da pectina compreende o domínio RGI com HG sendo ligado como sua cadeia lateral e o esqueleto da pectina que composto por fitas HGA alternadas perpendicularmente ligadas e um domínio (Chan *et al.*, 2017).

Além de considerado um dos polissacarídeo não amiláceo mais amplamente distribuído nas paredes celulares e na lamela média da maioria das plantas, a pectina pode ser dividida de acordo com o seu grau de metoxilação, em alta metoxil pectina (esterificação de grupos ácidos é inferior a 50%) e baixa metoxil pectina (esterificação de grupos ácidos é superior a 50%), sendo considerada um um hidrocolóide capaz de formar redes para reter água e formar géis em baixas concentrações, sendo considerado não apenas um agente gelificante, mas também usada como um estabilizador e espessante (Müller-Maatsch *et al.*, 2016; Luo *et al.*, 2017).

Atualmente, a pectina comercial é geralmente obtida a partir de cascas de frutas cítricas e bagaço de maçã. Porém, devido à alta demanda de pectina em todo o mundo, muitos estudos têm sido feitos com outras fontes desse polissacarídeo. Chaharbaghi *et al.* (2017) realizam a extração da pectina do casco verde do pistache, Kazemi *et al.* (2019) obtiveram uma pectina com alto potencial de metilação tendo como fonte a casca da berinjela, Leão *et al.* (2018) extraíram pectina da casca do pequi, Renaldi e Samakradhamronghtai (2020) extraíram da

garcinia atrovirdis, Petkowicz e Williams (2020) obtiveram a pectina extraída do caule dos brócolis e Abang *et al.* (2020) da batata doce. Sendo possível observar que a pectina é amplamente encontrada em todas as plantas terrestres e seus resíduos.

As pectinas são polissacarídeos que ocorrem nas paredes celulares localizadas na lamela média e na parede celular primária e secundária do tecido vegetal, até o momento, acredita-se que as pectinas sejam compostas por pelo menos 17 tipos de monossacarídeos, onde sua estrutura determina em grande medida suas propriedades físico-químicas e aplicações. Vários métodos têm sido aplicados para extrair pectinas de diferentes fontes vegetais, onde a utilização de método adequado é importante para maximizar o rendimento da extração e melhorar a qualidade do produto obtido. Dentre as técnicas de extração, encontram-se técnicas convencionais, como extração com ácidos minerais e técnicas inovadoras, como extração assistida por ultrassom, microondas e enyme com diferentes mecanismos, como resultado, diferentes métodos de extração podem produzir pectina com várias características estruturais (Dranca; Oroian, 2018; Marić *et al.*, 2018).

3.4. Aplicação da pectina na indústria

No setor de alimentos, o uso tradicional da pectina é como agente gelificante, agente espessante e estabilizador, além de estar sendo complementado pela utilização emergente como um substituto de gordura e ingrediente funcional promotor de saúde. As aplicações não alimentares incluem o uso nas indústrias médica e farmacêutica, onde os benefícios de promoção da saúde e bioatividades da pectina mostraram potencial para aplicações biomédicas, incluindo administração de drogas, engenharia de tecidos e cicatrização de feridas (Dranca; Oroian, 2018).

Embora a pectina de diferentes fontes, incluindo a maioria das frutas e vegetais, difira em sua estrutura fina, suas propriedades físico-químicas permanecem semelhantes e, como fibra alimentar, todas são benéficas para a saúde humana como componente alimentar. Na indústria alimentícia tem funções como ingrediente alimentício, principalmente devido às suas propriedades de formação de gel e estabilização, suas aplicações tradicionais incluem a produção de compotas e geleias, sumos de fruta, produtos de confeitaria e recheios de pastelaria, mais recentemente, a propriedade de emulsificação da pectina de certas fontes tem sido extensivamente estudada para demonstrar sua capacidade de estabilizar emulsões de óleo em água (Marić *et al.*, 2018, Liang; Luo, 2020).

A principal aplicação da pectina é como ingrediente textural em sistemas alimentares, enquanto também é usada em cosméticos e produtos de higiene pessoal. As diferentes propriedades da pectina, dependendo de sua fonte ou processamento, levam a aplicações específicas. Por exemplo, a pectina oriunda da maçã é mais escura e tem a propriedade de ser mais viscosa em solução em comparação com pectinas de outras fontes, sendo mais utilizada para recheios e doces, em contrapartida, a pectina cítrica é mais leve e, portanto, mais adequada como agente de texturização para geleias de geleia e confeitaria. A pectina também pode ser usada para estabilizar bebidas turvas, além de ser usada em alimentos à base de emulsão, como maionese e molhos com baixo teor de gordura, laticínios com baixo teor de gordura que emulam algumas características de produtos lácteos integrais e outras bebidas, produtos cárneos emulsionados e spreads com baixo teor de gordura (Liang; Luo, 2020; Belkheiri *et al.*, 2021).

Além disso a pectina é considerada um excelente biopolímero, podendo atuar como embalagem, revestimentos em frutas ou vegetais frescos e cortados e como agentes microencapsulantes devido a sua capacidade de gelificação e propriedades de formação de filme, que são essenciais para a aplicabilidade industrial em larga escala nesse segmento. Uma maior eficácia é obtida ao fazer uma boa compatibilidade com outros biopolímeros, como proteínas, lipídios, outros polissacarídeos naturais ou mesmo biopolímeros sintéticos, representando alternativas quando se considera a aplicação final dos filmes obtidos. Em uma das possíveis ações, a pectina pode modificar a atmosfera ao redor das frutas e / ou vegetais, alterando os níveis de oxigênio dentro das frutas, retardando a produção de etileno e, assim, limitando sua decomposição fisiológica (Makaremi *et al.*, 2017; Mellinas *et al.*, 2020).

3.5. Córtex da raiz da mandioca como fonte pectínica

A escolha do córtex da raiz da mandioca como fonte para extração de pectina foi realizada com o objetivo de alertar a pesquisadores e indústrias para possível redução dos efeitos nocivos das cascas apodrecidas sobre o meio ambiente, acrescentando valor a este resíduo agroindustrial. Anualmente, as cascas de mandioca são produzidas em grandes quantidades como resíduos do processamento da mandioca na, cerca de 450.000 toneladas são produzidas para uma receita de 700 milhões de dólares anualmente com tendência a aumentar. Devido às reações químicas e biológicas que ocorrem nas cascas apodrecidas quando descartadas, a vegetação e o solo ao redor das cascas apodrecidas são destruídos (Omah *et al.*, 2019).

Os estudos relacionados a utilização do córtex ou da farinha do córtex da raiz da mandioca como fonte extrativa de pectina não são encontrados na literatura, contudo, a presente pesquisa realizou experimentalmente essa extração através da metodologia proposta por Pasandide *et al.* (2017) com adaptações e obteve resultados satisfatórios, elevando assim a busca por exploração dessa fonte de resíduo e sua aplicação, tendo em vista que a demanda por pectina é consideravelmente elevada, por se tratar de um produto extraído a base de plantas e de fácil acesso (Raji *et al.*, 2017).

Além disso, observou-se ao longo do estudo que ao alterar o solvente extrativo, a temperatura de extração, a proporção sólido-líquido, o tempo de contato e o método de secagem, a pectina obtida mostra diferentes níveis de rendimento, grau de esterificação e teor de ácido galacturônico, abrindo conseqüentemente seu leque de aplicabilidade em diferentes segmentos da indústria. Wongkaew *et al.* (2021) destacam que a pectina pode ser categorizada em duas classes de acordo com a proporção dos grupos esterificados em pectina com baixo metoxil (DE < 50%) e pectina com alto metoxil (DE > 50%), caracterizando a última como um excelente emulsificante e estabilizante que pode ser utilizado como agente gelificante e espessante, além de ser utilizado como substituto de gordura e ingrediente alimentar funcional promotor de saúde.

Por se tratar de um dos componentes mais abundantes em resíduos de processamento de alimentos e subprodutos de biomassa, é necessário e importante otimizar a extração e recuperação da pectina para valorizar totalmente essa matéria-prima (Mao *et al.*, 2019).

Ou seja, a pectina extraída do córtex da raiz da mandioca pode ter uma gama de utilização voltada a indústria alimentícia, mas, além disso, pode ser adicionada a produtos farmacêuticos, como componentes bioativos, compostos de liberação de fármacos e genes, produtos de engenharia de tecidos e adesivos para cicatrização de feridas (Wongkaew *et al.*, 2021).

3.6. Filmes biodegradáveis

Filme ou filme biodegradável segundo Henrique *et al.* (2008) é um filme fino preparado a partir de materiais biológicos, que age como barreira a elementos externos e, conseqüentemente, pode proteger o produto embalado de danos físicos e biológicos e aumentar a sua vida útil.

Os filmes biodegradáveis têm vital importância no estudo de alimentos, desde sua recepção à condição e seu uso na indústria de embalagens de alimentos. Diferentes fontes de biopolímeros podem ser aplicadas como filmes biodegradáveis que consistem em

polissacarídeos, proteínas e lipídeos. Atualmente, é cada vez mais interessante aplicar polímeros inatos e renováveis em uma área diferente, que podem substituir os filmes de embalagens sintéticas, por exemplo, filmes produzidos com quitosana, amido, celulose e gomas têm sido amplamente estudados e atraíram a atenção da indústria e cientistas nas últimas décadas devido às suas boas propriedades de barreira contra oxigênio e carbono dióxido, bem como boas propriedades mecânicas, dentre todos os polissacarídeos, a pectina (um material natural presente em grande quantidade em muitas frutas e vegetais como frutas vermelhas, maçãs e laranjas) é um polímero muito importante e seu uso na indústria está aumentando a cada dia para diversas aplicações, destacando-se por ser encontrado e extraído em resíduos alimentares, atraindo assim uma atenção significativa (Gouveia *et al.*, 2019; Sadeghizadeh-Yazdi *et al.*, 2019).

Em embalagens de alimentos, a maior interesse é no desenvolvimento de um item que impeça o ganho ou perda de umidade, evite a contaminação microbiana e atue como uma barreira contra a permeação de vapor d'água, oxigênio, dióxido de carbono e outros compostos voláteis, como sabores e contaminações, sendo indispensável o uso de embalagens adequadas para manutenção da qualidade geral dos produtos (Makaremi *et al.*, 2017).

O desenvolvimento de revestimentos e filmes biodegradáveis, produzidos a partir de biopolímeros extraídos de resíduos alimentares, tem atraído significativa atenção da comunidade científica, eles têm sido utilizados como estratégia sustentável para estender a vida de prateleira de produtos alimentícios, pois reduzem a perda de umidade e compostos voláteis, bem como as taxas respiratórias e a produção de etileno, além disso, podem agregar valor a esses produtos, pois carregam compostos bioativos capazes de retardar a descoloração, o crescimento bacteriano, entre outros. Nesse sentido, faz-se necessário explorar o potencial de resíduos alimentares, principalmente do processamento de frutas e vegetais, que são fontes ricas em biomateriais de baixo custo (Brito *et al.*, 2019).

Assim, mesmo tratando-se, em grande maioria, de materiais transparentes, os filmes biodegradáveis são eficazes para exibição dos alimentos, preservando a umidade e o aroma, além de manter o seu frescor. Contudo, as propriedades de barreira devem ser intensificadas para aumentar a eficácia da sua aplicabilidade, mas há garantia das propriedades mecânicas havendo proteção do alimento contra danos físicos. Ainda há a possibilidade de incorporar aditivos com o intuito de auxiliar na manutenção dos parâmetros sensoriais e nutricionais do produto, agindo como transportador de propriedades antioxidantes, aromatizantes e compostos antimicrobianos, por exemplo (Khalil *et al.*, 2018).

Funcionalidade, processabilidade e custo são as principais limitações para o uso de embalagens de base biológica e biodegradável em aplicações alimentícias, onde o desempenho e a funcionalidade tem sido uma grande preocupação para a implementação bem-sucedida desses materiais devido à natureza frágil dos filmes com altas taxas de transmissão de oxigênio e vapor de água, baixa estabilidade térmica, dificuldade de selagem por calor, baixa resistência ao impacto, baixa resistência à fusão e natureza hidrofílica, com isso, extensas pesquisas são conduzidas para melhorar o desempenho de materiais de base biológicas e biodegradáveis usando revestimento com polímeros sintéticos e óxidos de metal, mistura com outros materiais de base biológicas e biodegradáveis e as modificações químicas e físicas que podem ser ocasionadas na embalagem e no alimento que a mesma reveste (Adilah *et al.*, 2018; Sonar *et al.*, 2020).

Contudo, como todo produto, os filmes biodegradáveis possuem suas vantagens e desvantagens, mesmo sendo fonte de energia limpa e serem desenvolvidos por meio de recursos renováveis. Por serem amplamente utilizados nas indústrias de embalagens, especificamente na de alimentos, onde estão sujeitos a certas limitações e restrições, como baixa vida útil e, principalmente, perdendo suas propriedades mecânicas ao serem reciclados devido aos seus grupos funcionais e várias condições ambientais, a maioria dos filmes biodegradáveis não são reciclável devido à sua composição química e procedimentos complexos de processamento e sua produção possui um custo elevado em comparação a filmes plásticos sintéticos, além de serem difíceis de processar, possuírem alta fragilidade e serem vulneráveis à degradação (Vinod *et al.*, 2020).

3.7. Potencial da pectina como ingrediente para filmes biodegradáveis

Os filmes de embalagem são utilizados com o intuito de prolongar a vida de prateleira durante o armazenamento, mantendo a qualidade dos frutos, contudo, a maioria dos filmes são a base de petróleo e conseqüentemente tornam-se vilões, de difícil degradação, descarte específico e de elevada deficiência de um sistema ideal para tratar esse resíduo, causando poluição ambiental e danos a animais terrestres e marinho, com isso, desenvolver filmes biodegradáveis com capacidade protetora é uma tarefa crucial e desafiadora para indústria (Qiang; Ren; Che, 2024).

O conceito moderno da agricultura está totalmente direcionado ao controle e preservação dos recursos naturais disponíveis, bem como na proteção ambiental, buscando estratégias eco sustentáveis a fim de otimizar a segurança ambiental, reduzir a toxicidade para

organismos vivos e melhorar a acessibilidade e custos para esse tipo de produção verde. Na indústria de embalagens esse conceito leva a busca por embalagens eficazes para substituir embalagens plásticas sintéticas. Ou seja, a indústria busca troca da “poluição branca” pela “produção verde”, conscientizando a população e gerando produtos ecologicamente corretos, atóxicos e degradáveis (Nešić *et al.*, 2023; Sadadekar *et al.*, 2023).

Por ser definida como um biopolímero útil na indústria alimentícia como agente gelificante, emulsificante e espessante, a pectina pode ser aplicada diretamente em alimentos ou usada na produção de revestimentos comestíveis como filmes pré-formados que envolvem alimentos, podendo apresentar atividade antioxidante, antimicrobiana e ação de carga bioativa funcional aos filmes, por se tratar de um produto oriundo de fontes vegetais e de alto teor nutricional. Além disso, os filmes a base de pectina são considerados sustentáveis, biodegradáveis e ecologicamente correto, tornando-se um segmento promissor a sua aplicação (Roy *et al.*, 2023).

Em paralelo e a favor dessa aplicação da pectina, está a crescente demanda dos consumidores por alimentos sem conservantes químicos, buscando encontrar os produtos mais naturais possíveis, destacando-se matrizes poliméricas de biopolímeros solúveis em água e com propriedades de liberação controlada. Onde, pectinas extraídas diretamente da biomassa são classificadas como orgânicos e de elevada disponibilidade, biodegradabilidade, biocompatibilidade, renovabilidade e segurança (Jovanović *et al.*, 2021).

É de grande valia frisar, ainda, que os componentes formadores de filme precisam ser atóxicos e inofensivos, e não interferirão nos atributos de qualidade dos alimentos embalados, devendo haver controle da estrutura do biopolímero e compatibilidade do filme, sendo necessário assim obter um filme caracterizado por propriedades mecânicas, hidrofóbicas e térmicas favoráveis a produção e aplicação, bem como a conformação da pectina utilizada com o intuito de garantir essas características e a segurança no elo consumidor-produto com base na conservação do alimento ali adquirido (Huan *et al.*, 2021).

4. MATERIAL E MÉTODOS

O desenvolvimento experimental deste estudo foi conduzido no Laboratório de Engenharia Agrícola (LAPPA), no Laboratório de Engenharia de Alimentos (LEA) e no Laboratório de Fontes Renováveis (LABFREN), pertencentes à Universidade Federal de Campina Grande, na Paraíba.

4.1 Matéria-prima

Foram utilizados resíduos da mandioca (*Manihot esculenta*) oriundos de indústrias locais, em específico o córtex. A matéria-prima foi recepcionada, selecionada, higienizada e armazenada em condições favoráveis à sua conservação.

Os resíduos então foram submetidos ao processo de secagem em estufa com ventilação forçada a uma temperatura média de 50 °C até obter peso constante, onde em seguida foram triturados e acondicionados conforme Silva *et al.* (2019).

4.2 Extração da pectina

Para a extração aquosa e ácida da pectina do córtex da raiz da mandioca o protocolo experimental proposto por Pasandide *et al.* (2017) foi seguido. Resumidamente, 5 g da farinha do córtex da raiz da mandioca foram misturados com água destilada para extração aquosa e ácido clorídrico (0,1N) para extração ácida, sob agitação constante a 350 rpm em agitador mecânico (FANEM, MODELO 256) em variações das proporções líquido/sólido, assim como das temperaturas e tempo. Após a extração (aquosa e ácida), a mistura foi misturada com o mesmo volume de etanol (98%) e mantida a 4 °C por 24 h. Em seguida, o sobrenadante foi separado e seco em estufa a 50 °C por 24 h. A pectina em pó obtida foi armazenada em embalagens laminadas em condições médias de 28 °C e umidade relativa de 80%.

O planejamento composto central rotacional (DCCR) foi escolhido para otimizar os parâmetros para a extração aquosa e ácida da pectina, sendo executado um planejamento para cada solvente. Os intervalos para os parâmetros foram fixados com base em nossos experimentos preliminares, com um total de 17 experimentos conduzidos para otimizar as condições de cada tipo de extração da pectina, sendo ambos roteirizados conforme os níveis estabelecidos na Tabela 1. A análise de variância (ANOVA) foi feita para validar as contas teóricas para o processo de otimização.

Sendo as variáveis dependentes: rendimento da extração, grau de esterificação e teor de ácido galacturônico.

Tabela 1. Níveis estudados no planejamento experimental

Variáveis independentes	- α	-1	0	+1	+ α
Proporção sólido/líquido (p:v)	1:13,2	1:20	1:30	1:40	1:46,8
Tempo de extração (min)	39,6	60	90	120	140,4
Temperatura de extração (°C)	63,2	70	80	90	96,8

4.3 Secagem da pectina do resíduo da mandioca

Foram utilizados dois métodos diferentes de secagem para secar a pectina extraída do resíduo da mandioca, ar quente e leito de jorro. Na primeira etapa, foi realizado o planejamento experimental a pectina foi submetida a secagem por ar quente, 60 °C por 24 h. Já na segunda etapa, após condições otimizadas as pectinas, aquosa e ácida, foram submetidas a secagem em leito de jorro, a 70 °C, velocidade do ar de 4 m/s, pressão de 3 bar e alimentação de 4,0 mL/min. Após cada processo, as amostras em pó obtidas foram armazenadas em embalagens metálicas flexíveis com zíper (espessura 0,11 mm, tamanho 10 x 17,5 cm), vedadas a vácuo e armazenadas em um dessecador em temperatura ambiente.

4.4 Caracterização da pectina aquosa e ácida

4.4.1 Análise titulométrica da pectina

Foi realizada seguindo a metodologia proposta por Bockek *et al.* (2001) e Fernandes *et al.* (2017) com adaptações. O procedimento experimental tem início com a pesagem de 0,2 g de pectina, posteriormente umedecida com 2 mL de etanol e adicionada de 20 mL de água destilada. O polímero foi dissolvido com agitação durante 1 h. A solução resultante foi titulada com NaOH 0,1 N na presença de fenolftaleína para cor rosa.

O número de grupos carboxi livres (%) foi calculado pela Equação 5. Após titulação foram adicionados 10 mL de NaOH 0,1N, ficando em repouso por 1 h. Em seguida, adicionou-se 10 mL de HCl 0,1 N e o excesso de HCl foi titulado com NaOH 0,1 N. O número de grupos carboxi esterificados foi calculado a partir do volume de solução de NaOH 0,1 gasto para esta titulação, conforme Equação 4.

Com os dados obtidos foi possível calcular as carboxilas totais conforme Equação 5, fração ácida conforme Equação 6 e fração neutra conforme Equação 7. Assim como o grau de esterificação (Equação 2) e teor de ácido galacturônico (Equação 3).

$$GE(\%) = \frac{Ve}{Ve+Vl} * 100 \quad (1)$$

$$AUA(\%) = \frac{31 MeO}{(31GE-176)} \quad (2)$$

$$C_l(\%) = \frac{N_{NaOH} * V_{1NaOH} * 0,045}{massa\ de\ pectina} * 100 \quad (3)$$

$$C_e(\%) = \frac{N_{NaOH} * V_{2NaOH} * 0,045}{massa\ de\ pectina} * 100 \quad (4)$$

$$C_t(\%) = C_l + C_e \quad (5)$$

$$F_a(\%) = AUA + MeO \quad (6)$$

$$F_n(\%) = 100 - F_a \quad (7)$$

Em que: C_l : carboxilas livres; C_e : carboxilas esterificadas; C_t : carboxilas totais; N_{NaOH} : normalidade do hidróxido de sódio usado na titulação; V_{1NaOH} : volume gasto na primeira titulação; V_{2NaOH} : volume gasto na segunda titulação; F_a : fração ácida; F_n : fração neutra; AUA: teor de ácido galacturônico; MeO: teor de metoxilas.

4.4.2 Caracterização físico-química e química

pH: A determinação do potencial hidrogeniônico (pH) foi realizada através de leitura direta em um pHmetro previamente calibrado, segundo as normas descritas por AOAC (2016).

Acidez total titulável: A análise de acidez foi realizada conforme as normas descritas por AOAC (2016), utilizando hidróxido de sódio 0,1M como titulante e fenolftaleína 1% como indicador, sendo estabelecido como ponto de viragem a coloração rósea das amostras. Os resultados foram expressos em percentagem de ácido cítrico.

Atividade de água: determinada por medida direta em analisador Aqualab, previamente calibrado, na temperatura de 25 °C.

Fenólicos totais e taninos: Para a determinação do teor de fenólicos totais e taninas, foi utilizado o método descrito por Folin Ciocalteu - Watherhouse (2006) e Pansera *et al.*, (2003), respectivamente, com reagente de Folin-Ciocalteu e leitura em espectrofotômetro (Agilent

Technologies Cary 60 UV-Vis) a 725 nm (fenólicos) e 765 nm (taninos). Para a obtenção da curva analítica utilizou-se uma solução padrão de ácido gálico para fenólicos totais e ácido tânico para taninos, empregando água, seguida do mesmo tratamento para branco.

Antocianinas e Flavonoides totais: foi utilizado o método do pH único, utilizando solução Etanol 95% - HCl 1,5N (85-15 mL). As leituras foram realizadas em em espectrofotômetro (Agilent Technologies Cary 60 UV-Vis) a 374 nm (flavonoides) e 535 nm (antocianinas) (Francis, 1982).

Pectina total: foi realizado pelo método proposto por Carvalho *et al.* (2002), com resultados expressos em g de pectato de cálcio.

4.5 Obtenção do extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca

Para o preparo da solução extrativa hidroalcoólica, foi adicionado álcool 70% numa proporção de 1:10 (farinha:solvente), com uma temperatura de extração de 50 °C por 60 min sob agitação mecânica com auxílio de um extrator encamisado e um banho de aquecimento com temperatura controlada (Fernandes *et al.*, 2014). Em seguida o extrato foi filtrado em filtro de porcelana com o auxílio de um papel de filtro, sem vácuo. Após esse processo, o extrato obtido foi conservado em incubadora BOD em temperatura de refrigeração (4 °C), e acondicionado em recipiente âmbar para as posteriores análises.

Em seguida, o extrato hidroalcoólico foi submetido a um evaporador rotativo para a eliminação total do solvente, sob vácuo a temperatura máxima de 50 °C, até atingir o teor de sólidos de 10%. Após esse processo, o extrato obtido foi conservado em incubadora BOD em temperatura de refrigeração (4 °C), e acondicionado em recipiente âmbar para as posteriores análises.

Após obtenção do extrato concentrado, foi realizada a análise de atividade antimicrobiana com base na difusão em disco e na determinação da concentração inibitória mínima (CIM), realizados conforme metodologia estabelecida por Nunes (2011), com o intuito de observar sua capacidade antimicrobiana e seu potencial a aplicação do filme.

4.6 Obtenção do filme

O filme foi preparado conforme metodologia de Estrada-Girón *et al.* (2020) com adaptações. Onde foram realizadas formulações com diferentes concentrações de pectina, glicerol e volumes de extrato do córtex da raiz da mandioca, mas com volume fixo de fundição (100 mL de água deionizada), de acordo com um design experimental. Esses níveis foram estabelecidos após testes preliminares, com base nos aspectos visuais esperados para o filme, sendo um planejamento executado para pectina aquosa, mantendo os níveis para observação das variações obtidas nos resultados, conforme Tabela 2. Para obtenção dos filmes foi realizada a adição da pectina do córtex da raiz da mandioca, glicerol e extrato do córtex na água sob agitação constante, a mistura ficará por 25-35 min a 70 °C e em seguida foram dispersas em bandejas de silicone e levadas à estufa por 35 °C e 24 h, sendo armazenadas em seguida em recipientes plásticos com vedação. As variáveis de resposta foram solubilidade, permeabilidade do vapor de água, atividade antimicrobiana e as características mecânicas de resistência a tração e alongamento de ruptura.

Tabela 2 - Níveis estudados no planejamento experimental

Variáveis independentes	-1	0	+1
Pectina (g)	3,0	4,0	5,0
Extrato concentrado do córtex (g)	0,4	0,6	0,8
Glicerol (g)	0,5	0,75	1,0

4.7 Caracterização do filme

4.7.1 Solubilidade

A solubilidade do filme em água foi testada de acordo com metodologia descrita por Jiang *et al.* (2016). Pequenos pedaços de filmes (0,5 - 1,0 g) e papéis de filtro foram secos a 105 °C por 3 h e então pesados com precisão para determinar o peso seco inicial do filme e do papel de filtro. Cada amostra de filme foi incubada em 10 mL de água destilada a 25 °C por 24 h, sendo então filtrado com o papel de filtro correspondente. O material não dissolvido juntamente com o papel de filtro foi seco a 105 °C durante 3 h e depois pesados. A solubilidade foi calculada como a proporção em peso do material dissolvido em relação ao peso inicial da amostra. A solubilidade do filme em água foi calculada conforme Equação 11:

$$Sol (\%) = \frac{dm_1 - dm_2}{dm_1} \times 100 \quad (11)$$

Em que: $dm1$ é o peso seco inicial; $dm2$ é o peso seco final.

4.7.2 Permeabilidade do vapor de água

A permeabilidade ao vapor de água (WVP) dos filmes foi medida gravimetricamente de acordo com ATSM E96/E96M-16 (ASTM, 2016), com adaptações. Filmes com 5cm de diâmetro foram colocados e selados com liga em recipientes de plástico contendo sílica gel. Os recipientes foram acondicionados em dessecador (25 °C) a 75% com solução saturada de NaCl. As amostras foram pesadas a cada 24 h por sete dias.

$$WVP = \frac{\Delta W \cdot FT}{s \cdot \Delta p} \quad (12)$$

Em que: ΔW representa a perda de peso do tubo por hora (g/h) (isto é, o declive do comportamento linear); FT é a espessura do filme (mm); S representa a área do filme exposta (m²) e Δp é a pressão de vapor diferencial no filme, $\Delta p = P(\text{UR1}-\text{UR2})$, sendo UR1-UR2 a diferença de UR em ambos os lados dos filmes e P a pressão de saturação a 25 °C (KPa).

4.7.3 Características mecânicas

Os filmes foram submetidos aos ensaios de resistência à tração em triplicata, no aparelho texturômetro Texture Analyser TA.XT.plus (Stable Micro Systems Ltd., Vienna Court, UK). Para o teste de resistência à tração as amostras foram cortadas com 6,5 cm de comprimento e 3 cm de largura, seguindo o método padrão ASTM D-882-12 (ASTM, 2012). O programa texture expert foi utilizado na calibração do aparelho para a distância de retorno do teste de 20 mm. As amostras foram tracionadas com velocidade de 0,21 mm/s, utilizando-se no equipamento uma célula de carga com capacidade de 500 N. Analisaram-se a tensão de ruptura, alongamento de ruptura, ductilidade, tenacidade e o módulo de elasticidade.

4.7.4 Espessura

A espessura dos filmes foi determinada utilizando-se um digital (MITUTOYO Co., Modelo IP-65) com uma precisão de 0,001 mm, foi realizado o cálculo da média aritmética de

cinco medidas aleatórias sobre a área do filme. Essa medida foi realizada depois do período de acondicionamento dos filmes.

4.7.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A morfologia das partículas foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com um TESCAN VEGA 3, operado a 5 kV e com ampliações variando de 250x a 1000x. As imagens de MEV foram analisadas em triplicata usando ImageJ para determinação do tamanho e forma das partículas.

3.7.6 Análise colorimétrica

Os parâmetros de cor foram determinados por leitura direta na amostra utilizando-se espectrofotômetro manual (FRU, Modelo WR-10QC). O instrumento, equipado com iluminante D65/10 foi calibrado com placa preta e placa branca padrão ($X = 80,5$, $Y = 85,3$, $Z = 90,0$), conforme instruções do fabricante. Os parâmetros determinados foram: L^* que fornece a luminosidade, variando do branco ($L = 0$) ao preto ($L = 100$); a^* que caracteriza a coloração na região do verde ($-a^*$) para a cor vermelha ($+a^*$) e b^* que indica a coloração no intervalo da cor azul ($-b^*$) para a cor amarela ($+b^*$) (Ferreira,1981).

4.8 Análise estatística

Os dados das caracterizações foram submetidos ao delineamento inteiramente casualizado e as médias comparadas pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade, utilizando o programa Assistat, versão 7.6 beta. O *software* Statistica 7.0 foi utilizado no tratamento de dados dos planejamentos experimentais, com o intuito de observar o efeito das variáveis independentes sobre as variáveis dependentes.

5. ARTIGOS OBTIDOS

- ARTIGO I: Extração otimizada de pectina do córtex da raiz da mandioca: avaliação de métodos aquosos e ácidos
- ARTIGO II: Efeitos da adição de pectinas e extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca em filmes biodegradáveis

ARTIGO I

Extração otimizada de pectina do córtex da raiz da mandioca: avaliação de métodos aquosos e ácidos

Resumo: A pectina é um heteropolissacarídeo obtido a partir de paredes celulares primárias de plantas terrestres, que é uma matéria-prima muito importante em inúmeras aplicações na elaboração de alimentos e produtos farmacêuticos. Sabendo que os resíduos possuem um potencial de valorização significativo como fonte de pectina para uso em inúmeras aplicações, observando o córtex da raiz da mandioca com um alto nível de pectina. Embasado nessas informações, o objetivo do presente trabalho foi fornecer um estudo sobre a extração da pectina do córtex da raiz da mandioca por meio de diferentes solventes, o ácido clorídrico e a água, observando assim o comportamento em meio ácido e aquoso. Para melhor compreensão dos dados utilizou-se um planejamento experimental composto rotacional (DCCR) com o intuito de observar a ação das variáveis dependentes (proporção, temperatura e tempo) sobre as variáveis dependentes (rendimento, grau de esterificação e teor de ácido galacturônico). Os resultados obtidos foram favoráveis ao desenvolvimento e aplicação da pectina obtida, sendo vistos bons dados de rendimento e pectinas com perfis diferentes, ou seja, de baixa (<50%) e alta (>50%) metoxilação, sendo cada uma destinada a um uso distinto. Além disso, observou-se que a interação das variáveis tempo e temperatura tiveram maior peso quanto aos coeficientes de regressão, apresentando efeitos significativos em todos os tratamentos.

Palavras-chave: delineamento composto central rotacional; heteropolissacarídeos; grau de esterificação; *Manihot esculenta*

Abstract: Pectin is a heteropolysaccharide obtained from primary cell walls of terrestrial plants, which is a very important raw material in numerous applications in the preparation of food and pharmaceutical products. Knowing that the residues have a significant potential for valorization as a source of pectin for use in numerous applications, observing the cortex of the cassava root with a high level of pectin. Based on this information, the objective of the present work was to provide a study on the extraction of pectin from the cortex of the cassava root by means of different solvents, hydrochloric acid and water, thus observing the behavior in acidic and aqueous media. For a better understanding of the data, a rotational composite experimental design (RCD) was used in order to observe the action of the dependent variables (proportion, temperature and time) on the dependent variables (yield, degree of esterification and

galacturonic acid content). The results obtained were favorable to the development and application of the obtained pectin, with good yield data and pectins with different profiles, i.e., low (<50%) and high (>50%) methoxylation, each intended for a different use. In addition, it was observed that the interaction of the variables time and temperature had greater weight in the regression coefficients, presenting significant effects in all treatments.

Keywords: central composite rotational design; heteropolysaccharides; degree of esterification; *Manihot esculenta*

1 Introdução

Pectina é um polissacarídeo linear, presente na maioria das plantas na camada intercelular entre paredes celulares primárias de células adjacentes, sendo compostas principalmente de unidades de ácido galacturônico com variações na estrutura e peso molecular, sendo altamente valorizada como um ingrediente funcional na indústria alimentícia, como agente espessante, estabilizante, emulsificante ou gelificante (Lara-Espinoza *et al.*, 2018; Nasrollahzadeh *et al.*, 2021).

As propriedades funcionais e estruturais da pectina estão diretamente ligadas ao método de extração e do solvente utilizado (Cui *et al.*, 2021). O método convencional de extração, geralmente, é com agitação contínua de água e ácido. Na extração da pectina ocorre a transferência de massa para os solventes de extração e, portanto, a adequação do método também pode ser avaliada pelo rendimento da pectina extraída e pela qualidade do material extraído, havendo assim, a necessidade de avaliar esses fatores de modo a obter um produto de qualidade (Picot-Allain *et al.*, 2022).

Devido ao crescimento populacional, os setores agrícola e pecuário passaram a gerar de forma acelerada o volume de resíduos agroindustriais, com uma média de 1,3 bilhões de toneladas desperdiçados durante a produção, manuseio, processamento, armazenamento, distribuição ou consumo (Greses *et al.*, 2020). Com isso, a necessidade de contornar esse desperdício e contribuir para a sua valorização e economia circular, vem sendo alvo da comunidade científica fontes alternativas de bioenergia e bioprodutos, reduzindo riscos passivos ambientais e agregação de valor às cadeias produtivas já desenvolvidas, ou seja, realizando o beneficiamento dos resíduos gerados (Cremonez *et al.*, 2021).

Diversos subprodutos como bagaço de maçã (Dranca *et al.*, 2020), cascas cítricas (Kamal *et al.*, 2021), polpa de beterraba (Abou-Elseoud *et al.*, 2021), resíduos de tomate (Van Audenhove *et al.*, 2021), cenoura (Ramos-Andrés *et al.*, 2021), cascas de melancia (Méndez *et al.*, 2023), cascas de manga (Wongkaew *et al.*, 2020), cascas de banana (Putra *et al.*, 2022), resíduos de abóbora (Salima *et al.*, 2022), entre outros, são usados como fonte de extração de pectina devido ao teor de polissacarídeo presente, sendo investigados a fim de determinar a sua adequação como fontes rentáveis de pectina comercial (Nadar *et al.*, 2022). Contudo, existe a necessidade de analisar outras fontes, tendo em vista que alguns resíduos agroindustriais podem ter elevado potencial de exploração de pectina. A caracterização da pectina deve ser realizada em termos de ácido urônico, graus de composição de açúcar, metilação e acetilação, havendo também influência pela escolha da técnica de extração e do método de purificação, assegurando

assim o vínculo de duas importantes ações na agroindústria, o beneficiamento de resíduos e a descoberta de novas fontes de exploração, sendo nesse caso as pécticas (Dranca; Oroian, 2018).

Em busca de uma fonte de resíduos com teor elevado de pectina, baixo custo e amplamente disponível, tem-se a raiz da mandioca, podendo ser considerada uma matéria-prima valiosa para vários bioprodutos. O resíduo da raiz da mandioca é composto principalmente por casca e córtex, que são geralmente descartados ou destinados a ração animal. Contudo, o córtex da raiz da mandioca, camada grossa esbranquiçada sob a casca marrom fina ou periderme, possui elevado teor de carboidratos que podem ser classificados em frações: fração A (açúcares simples), fração B1 (amido e pectina), fração B2 (carboidratos fibrosos potencialmente degradáveis) e fração C (carboidratos fibrosos não degradáveis), assim, nota-se a possibilidade de inúmeros subprodutos serem extraídos do córtex da raiz da mandioca, devido a sua constituição e importância nutricional, dentre elas, a pectina (Ferreira *et al.*, 2007; Omah; Okafor, 2015; Akinjayeju *et al.*, 2020).

Parâmetros de processo otimizados produzem produtos de alta qualidade em menor tempo, mas obter parâmetros otimizados é uma tarefa difícil que depende da experiência do responsável pelo experimento, da técnica experimental adotada e da execução dos ensaios. Sendo o método de tentativa e erro uma forma demorada e de elevado custo para executar alguns ensaios, então o planejamento experimental aplica-se como metodologia de otimização de processos (Usman *et al.*, 2020).

Tendo em vista a valorização dos resíduos gerados pela agroindústria, nesse estudo foi utilizado o córtex da raiz da mandioca, como nova fonte de matéria-prima com aplicações relevantes. Diante do exposto, o objetivo do presente estudo foi avaliar as condições ideais para extração da pectina do córtex da raiz da mandioca utilizando diferentes solventes, buscando observar o comportamento e as características adquiridas em cada extração, com o intuito de aplicar a pectina utilizada em trabalhos futuros, garantindo a utilização e valorização do novo produto adquirido.

2 Material e Métodos

2.1 Materiais

As cascas da raiz mandioca (*Manihot esculenta*) foram obtidas por meio de doação de uma cooperativa rural de Campina Grande – PB. Os reagentes utilizados para desenvolvimento da pesquisa foram: hidróxido de sódio, ácido acético, cloreto de cálcio, ácido clorídrico, fenolftaleína, etanol (99,6 e 70 °GL), carbonato de sódio, ácido gálico, ácido tânico, folin cioacalfeu.

2.2 Processamento e secagem do córtex da raiz da mandioca

As cascas da raiz da mandioca foram lavadas em água corrente e higienizada em solução de hipoclorito de sódio (150 ppm/15 min) o excesso da solução foi removido através de uma segunda lavagem com água destilada. Para obtenção do córtex da raiz da mandioca, a epiderme (camada mais externa, casca) foi removida e descartada. Após esta etapa, os córtex da raiz da mandioca, conforme Figura 1, foram submetidos ao processo de secagem convectiva em estufa com ventilação forçada (Fanen, Modelo 315SE) a uma temperatura 50 °C até obter massa constante. Em seguida as amostras secas foram trituradas em moinho de facas (Marconi ®, Modelo TE340) e acondicionadas em embalagens laminadas conforme procedimento experimental descrito por Silva *et al.* (2019).

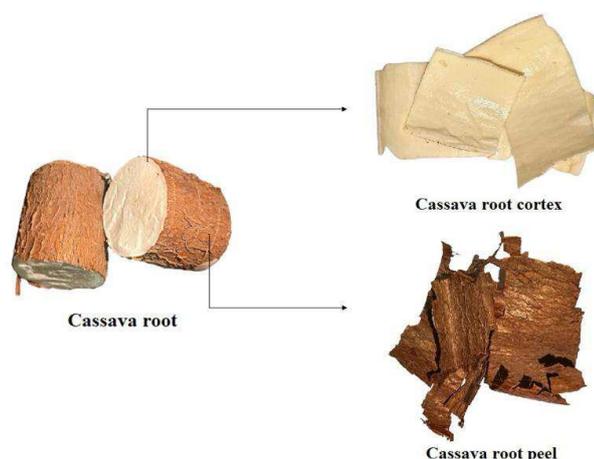


Figura 1 - Composição da raiz da mandioca

2.3 Caracterização da farinha do córtex da raiz da mandioca

A farinha do córtex da raiz da mandioca, obtida por secagem convectiva a 50 °C foi caracterizada em triplicata, quanto as seguintes determinações.

2.3.1 Teor de água, atividade de água e pH

O teor de água foi determinado em estufa a 105 °C de acordo com AOAC (2016). A atividade de água foi determinada com auxílio de higrômetro de ponto de orvalho (Aqualab, Modelo 3TE, Decagon, WA, USA), seguindo as especificações de uso do equipamento. O pH foi determinado através de leitura direta nas soluções obtidas com as farinhas e pós em pHmetro (BEL, Modelo W38) de bancada previamente calibrado, conforme metodologia proposta por AOAC (2016).

2.3.2 Teor de pectina

O doseamento da pectina foi determinado segundo metodologia proposta por Cavalho *et al.* (2002). Onde foram adicionados 400 mL de água destilada a 5 g de amostra e submetidos a aquecimento por 1 h e filtrado após arrefecimento em balão volumétrico de 500 mL com volume completado, em seguida alíquotas de 100 mL foram adicionadas em béqueres, adicionando 300 mL de água e 10 mL de hidróxido de sódio 1N, ficando em repouso por 12h. Após o repouso, 50 mL de ácido acético 1N foi adicionados e após 5 min adicionou-se 50 mL de cloreto de cálcio 2N, sendo essa mistura submetida à fervura por 1min seguido de repouso por 1 h, após tempo de repouso foi realizada a filtração com papel filtro, transferindo o resíduo do papel filtro para cápsula de alumínio seca e tarada, levada para estufa a 100 °C por 3 h seguido de resfriamento e pesagem.

2.3.3 Antocianinas e flavonoides totais

A determinação do teor antocianinas e flavonoides totais seguiu a metodologia proposta por Francis (1982). Cerca de 1 g de amostra previamente pesada foi embebida em 10 mL de uma solução etanol-HCl (85%-15%) e deixada em repouso a 4 °C por 24 h, em seguida as amostras foram filtradas e a leitura feita em espectrofotômetro (Agilent Technologies Cary 60, UV-Vis) a 374 nm e 535 nm para flavonoides e antocianinas, respectivamente, sendo utilizado como branco a solução de etanol-HCl.

2.3.4 Compostos fenólicos e taninos

A quantificação do teor de compostos fenólicos totais e taninos totais foi realizada de acordo com método descrito por Waterhouse (2006) utilizando o reagente Folin-Ciocalteu. Para quantificação foi feita a curva de calibração com ácido gálico e ácido tânico para fenólicos e taninos, respectivamente, com concentrações de 0, 45, 90, 135, 180 e 225 μL , utilizando como branco solução composta por água destilada, Folin-Ciocalteu e carbonato de sódio. A leitura foi realizada em espectrofotômetro (Agilent Technologies, Cary 60, UV-Vis) a 765 nm para fenólicos e 725 nm para taninos. O extrato para efetuar a análise foi feito com 1 g de amostra e 50 mL de água destilada filtrado após 30 min de repouso, sendo esse extrato diluído até que a leitura fosse compatível com os dados da curva.

2.4 Delineamento experimental para a otimização da extração da pectina

Neste estudo, o delineamento composto central rotacional (DCCR) foi escolhido para otimizar os parâmetros para a extração aquosa e ácida da pectina da farinha do córtex da raiz da mandioca, sendo executado um planejamento experimental para cada solvente. Os intervalos para as variáveis independentes foram fixados com base em experimentos preliminares. Um total de 17 experimentos foram conduzidos para otimizar as condições de extração da pectina com cada tipo de solução (aquosa e ácida), sendo ambos roteirizados conforme os níveis estabelecidos na Tabela 1. A análise de variância (ANOVA) foi feita para validar o processo de otimização.

Tabela 1 - Níveis avaliados no planejamento experimental

Variáveis independentes	- α	-1	0	+1	+ α
Proporção sólido/líquido (p:v)	1:13,2	1:20	1:30	1:40	1:46,8
Tempo de extração (min)	39,6	60	90	120	140,4
Temperatura de extração ($^{\circ}\text{C}$)	63,2	70	80	90	96,8

2.4.1 Procedimento para extração aquosa e ácida da pectina

Para a extração aquosa e ácida da pectina do córtex da raiz da mandioca o protocolo experimental proposto por Pasandide *et al.* (2017) foi seguido. Resumidamente, 5 g da farinha do córtex da raiz da mandioca foram misturados com água destilada para extração aquosa e com solução de ácido clorídrico (0,1 N) para extração ácida, sob agitação constante a 350 rpm em agitador mecânico (Fanem, modelo 256) em variações das proporções líquido/sólido, assim como das temperaturas e tempo conforme Tabela 1. Após a extração (aquosa e ácida), a mistura

foi homogeneizada com o mesmo volume de etanol (98%) e mantida a 4 °C por 24 h. Em seguida, o decantado foi separado e seco em estufa a 50 °C por 24 h. A pectina em pó obtida foi armazenada em embalagens laminadas em condições ambiente.

2.5 Rendimento de extração da pectina

O rendimento de pectina foi calculado a partir da Equação 2, como a razão entre a massa de pectina desidratada e a massa da matéria-prima (farinha do córtex da raiz da mandioca), conforme Zanella e Taranto (2015).

$$Yield (\%) = \frac{\text{Peso do produto obtido (g)}}{\text{Peso da amostra em pó (g)}} \times 100 \quad (2)$$

2.6 Grau de esterificação (DE) e teor de ácido galacturônico (AUA)

A análise do grau de esterificação (GE) e o teor de ácido galacturônico (AUA), foram determinados por meio de análise titulométrica conforme descrito por Bocek *et al.* (2001) e Fernandes *et al.* (2017), sendo calculados conforme Equações 3 e 4, respectivamente.

$$GE(\%) = \frac{V_e}{V_e + V_l} * 100 \quad (3)$$

$$AUA(\%) = \frac{31 \text{ MeO}}{(31DE - 176)} \quad (4)$$

Em que: GE: grau de esterificação; V_e : volume gasto para carboxilas esterificadas, V_l : volume gasto para carboxilas livres; AUA: teor de ácido galacturônico; MeO: Teor de Metoxilas.

2.7 Análise titulométrica da pectina

A análise titulométrica da pectina foi realizada seguindo a metodologia proposta por Bockek *et al.* (2001) e Fernandes *et al.* (2017) com adaptações. O procedimento experimental tem início com a pesagem de 0,2 g de pectina, posteriormente umedecida com 2 mL de etanol (99,6°GL) e adicionada de 20 mL de água destilada. A pectina foi dissolvida com agitação em

agitador de bancada (TMA, MODELO 10CE) a temperatura ambiente durante 1 h. A solução resultante foi titulada com NaOH 0,1 N na presença de fenolftaleína até cor rosa.

O número de grupos carboxilas livres (%) foi calculado. Após titulação foram adicionados 10 mL de NaOH 0,1 N, ficando em repouso por 1 h. Em seguida, adicionou-se 10 mL de HCl 0,1 N e o excesso de HCl foi titulado com NaOH 0,1 N. O número de grupos carboxilas esterificadas foi calculado a partir do volume de solução de NaOH 0,1 N gasto para esta titulação, conforme Equação 4.

Com os dados obtidos foi possível calcular as carboxilas totais conforme Equação 5, a fração ácida conforme Equação 6 e fração neutra conforme Equação 7. Assim como o grau de esterificação (Equação 3) e teor de ácido galacturônico (Equação 4).

$$C_t(\%) = \left(\frac{N_{NaOH} \cdot V_{1NaOH} \cdot 0,045}{\text{massa de pectina}} + \frac{N_{NaOH} \cdot V_{2NaOH} \cdot 0,045}{\text{massa de pectina}} \right) * 100 \quad (5)$$

$$F_a(\%) = AUA + MeO \quad (6)$$

$$F_n(\%) = 100 - F_a \quad (7)$$

Em que: C_t : carboxilas totais; N_{NaOH} : normalidade do hidróxido de sódio usado na titulação; V_{1NaOH} : volume gasto na primeira titulação; V_{2NaOH} : volume gasto na segunda titulação; F_a : fração ácida; F_n : fração neutra; AUA: teor de ácido galacturônico; MeO: teor de metoxilas.

2.8 Análise estatística

No planejamento experimental, os efeitos das variáveis independentes sobre as variáveis dependentes foram avaliados mediante análise estatística, utilizando o programa computacional Statistica versão 7.0 (StatSoft Inc., Tulsa, OK, USA).

3 Resultados e discussões

3.1 Caracterização da farinha do córtex da raiz da mandioca

A Tabela 2 dispõe os dados obtidos para caracterização da farinha do córtex da raiz da mandioca, desde análises básicas que visam observar sua conservação, a análises que quantificam os compostos bioativos presentes na mesma, podendo assim, aumentar a visibilidade da aplicação dessa farinha de acordo com o atributo desejado.

Tabela 2 - Caracterização da farinha do córtex da raiz da mandioca

PARÂMETRO	QUANTIFICAÇÃO
pH	4,4 ± 0,057
Teor de água (%)	4,91 ± 0,16
Teor de sólidos (%)	95,08 ± 0,16
Atividade de água	0,251 ± 0,001
Pectina (g de pectato de cálcio/100 g)	2,58 ± 0,39
Antocianinas totais (mg/100 g)	71,86 ± 0,78
Flavonoides totais (mg/100 g)	49,99 ± 0,43
Fenólicos totais (mg/100 g)	208,87 ± 3,43
Taninos totais (mg/100 g)	321,85 ± 2,86

Média ± Desvio padrão

Por se tratar de um material que contém teores elevados de linamarina e lotaustralina, capazes de gerar ácido cianídrico (HCN) após uma reação de hidrólise (Linhares *et al.*, 2019), observa-se que o pH da farinha foi quantificado em 4,4, sendo esse considerado um pH ácido. Cruz-Solorio *et al.* (2018) observaram que farinhas com pH ácido possuem uma melhor flexibilidade em soluções aquosas e interações mais fortes na interface ar-água, podendo ser um ponto positivo para a extração da pectina em meio aquoso.

O teor de água foi inferior ao limite recomendado para pós comerciais (9 g/100 g) (Larrauri, 1999), garantindo assim um elevado teor de sólidos e consequentemente um alto volume para a extração de compostos, como a pectina, por exemplo. Em paralelo tem-se uma baixa atividade de água quantificada em 0,25, indicando a estabilidade do material para um armazenamento seguro. Além disso, segundo Cangusso *et al.* (2021), o baixo teor de água, assim como uma baixa atividade de água são essenciais para a conservação das farinhas,

evitando reações químicas e proliferação de microrganismos, reduzindo assim os custos de embalagem para armazenagem, logística e métodos de preservação química.

O teor de pectina em substâncias consideradas pécticas varia de acordo com a origem botânica do produto vegetal, isso em razão de que a pectina está localizada na parede celular de vegetais superiores associada a outros componentes (Canteri *et al.*, 2012). Com isso, ao observar o teor de pectina obtido na farinha do córtex temos 2,587 g de pectato de cálcio presentes. Mas, por se tratar de uma fonte de pectina sem muitos estudos, a literatura não dispõe de dados para comparar, apenas Canteri *et al.* (2012) mostraram dados em material seco e fresco de diversas fontes de pectina, podendo equiparar o teor córtex da raiz da mandioca com o da batata (2,5% de pectina) por serem tubérculos, distinguindo apenas a mandioca por ser raiz.

Sendo as antocianinas responsáveis por uma forte atividade antimicrobiana contra diferentes patógenos humanos Gram-positivos e Gram-negativos, elevado potencial antioxidante e vários outros benefícios à saúde é de fundamental importância farinhas obtidas de subprodutos terem teores relevantes desse bioativo (Sharma *et al.*, 2020). Com isso, 71,866 mg/100 g, a quantificação das antocianinas presentes na farinha mostra-se um resultado relevante, além de trazer e transferir as mesmas características que podem ser conduzidas a produtos a qual venha a ser aplicado. O teor de flavonoides quantificados na amostra da farinha do córtex da raiz da mandioca foi de aproximadamente 50 mg/100 g, sendo esse resultado satisfatório, tendo em vista que o produto analisado é considerado um resíduo agroindustrial. Assim como as antocianinas, os flavonoides também atuam como excelente fonte antioxidante, sendo capazes de eliminar espécies reativas de oxigênio e nitrogênio, evitando assim o aparecimento de doenças oxidativas no corpo, como doenças infecciosas (bacterianas e virais), doenças cardiovasculares, cânceres e outras relacionadas à idade (Abioye *et al.*, 2018; Amarasinghe *et al.*, 2021).

A farinha do córtex da raiz da mandioca, apresentou teores de fenólicos e taninos totais elevados. Essa quantificação se dá pelo fato de que os compostos fenólicos e taninos, estão presentes principalmente na entrecasca, gerando um processo em que quando a raiz é colhida e exposta ao oxigênio, ocorre imediatamente uma reação oxidativa envolvendo os compostos fenólicos e enzimas endógenas, elevando assim os níveis desse bioativo (Matssura *et al.*, 2005; Cangussu *et al.*, 2021). Com base nos resultados obtidos, é possível observar o potencial do córtex da raiz da mandioca para aplicação em diversos segmentos da agroindústria, assim como a extração da pectina feita no presente estudo, levando assim ao aproveitamento do mesmo como subproduto, evitando seu descarte inadequado no meio ambiente e valorizando a raiz como um todo para consumo humano.

3.2 Ensaios de extração aquosa e ácida da pectina

A Tabela 3 expõe os resultados obtidos ao longo dos ensaios de extração, aquosa e ácida quanto ao rendimento, grau de esterificação e teor de ácido galacturônico nos 17 experimentos realizados para cada solvente extrativo. Ao observar o rendimento da pectina extraída por meio aquoso, observa-se valores extremos de 8,49% (experimento 11) e 51,16% (experimento 9), sendo ambos com a mesma proporção (1:30) mais variando tempo e temperatura, onde um maior tempo (120 min) e menor temperatura (60 °C) trouxe resultados de maior rendimento nos ensaios. Já na extração ácida é possível observar uma variação de 6,84% (experimento 2) a 71,83% (experimento 5), sendo o menor rendimento oriundo do menor nível de proporção (1:20) utilizado no estudo, onde, ao analisar a mesma é visto que para elevar o rendimento do processo é necessário utilizar menores temperaturas (60 °C) e maiores tempos (120 min), já o maior rendimento do mesmo solvente extrativo está vinculado a proporção de 1:40, sendo nela observado que os menores tempos e as menores temperaturas acompanham maiores rendimentos no processo.

Buscando relacionar o rendimento dos dois solventes de extração, observa-se que a extração ácida rendeu valores mais elevados em praticamente todas as condições, sendo o maior rendimento aquoso 51,16% e o maior rendimento ácido 71,83%, ou seja, aproximadamente 20% a mais de um solvente para outro, podendo esse fator ser justificado pelo fato do ácido aquecido nas temperaturas estudadas (39,6 a 140,4 °C) ajudar a solubilizar a pectina e outros componentes pécnicos mantidos na fonte extratora, aumentando assim o rendimento do processo. Confirmando, Wandee, Uttapap e Mischnick (2019) ao estudarem a extração da pectina com diferentes solventes (água, HCl e NaOH) em temperatura ambiente por 30 minutos, apresentando rendimento de 6,5% para extração aquosa e 20,5% para extração ácida.

Algumas unidades de ácido galacturônico são esterificadas e isso é descrito como o grau de esterificação (GE), sendo separada em dois grandes grupos, que se baseiam no GE da pectina: pectina de baixa metoxilação (BM) (GE < 50%) e pectina de alta metoxilação (AM) (GE > 50%) (Canteri *et al.*, 2012). Analisando os dados obtidos nas extrações realizadas, tem-se pectinas de baixa metoxilação (ácida) e de alta metoxilação (aquosa) em todos os ensaios, mostrando GE > 50% e GE < 50%. Em algumas aplicações comerciais, as pectinas de BM são menos procuradas e conseqüentemente menos produzidas quando comparado com as pectinas AM. Mas, atualmente com o aumento da conscientização em saúde pelos consumidores existe um maior interesse na fabricação das pectinas de BM devido à sua característica de geleificação

que é adequada para a produção de alimentos dietéticos e de baixa caloria, ou seja, é mais utilizada em alimentos com baixo teor de açúcares. Já as pectinas de AM são mais utilizadas em geleias e compotas, a base de frutas e açúcares (Brasil, 2014; Luo; Xu; Fan, 2019).

Tabela 3 - Resultados obtidos nos ensaios de extração aquosa e ácida

EXP.	PP:V (p:v)	t _{EXT} (min)	T _{EXT} (°C)	R (%)		GE (%)		AUA	
				H ₂ O	HCl	H ₂ O	HCl	H ₂ O	HCl
1	1:20	60	70	17,76	54,37	62,50	25,00	3,24	7,63
2	1:20	60	90	10,96	6,84	60,00	17,65	3,37	10,80
3	1:20	120	70	49,03	64,59	86,96	23,08	2,38	8,75
4	1:20	120	90	13,77	28,87	72,73	28,57	2,82	6,72
5	1:40	60	70	44,70	71,83	79,91	21,14	2,37	13,68
6	1:40	60	90	15,69	56,11	60,00	16,67	3,37	11,49
7	1:40	120	70	35,60	29,93	87,50	20,41	2,37	14,89
8	1:40	120	90	15,69	21,78	71,43	31,82	2,86	4,83
9	1:30	90	63,2	51,16	57,04	73,92	18,45	2,82	10,84
10	1:30	90	96,8	30,49	12,84	59,07	21,05	3,33	9,02
11	1:30	39,6	80	8,49	57,09	66,67	18,86	3,07	10,22
12	1:30	140,4	80	12,79	45,94	80,00	33,33	2,61	7,88
13	1:13,2	90	80	13,78	26,13	85,71	30,77	2,42	6,27
14	1:46,8	90	80	30,99	34,85	75,00	27,65	2,76	9,01
15	1:30	90	80	10,72	21,98	66,67	17,65	3,05	10,80
16	1:30	90	80	9,21	21,84	66,67	15,38	3,05	12,55
17	1:30	90	80	9,64	21,03	66,67	16,67	3,07	11,49

T_{EXT}: Temperatura de extração; t_{EXT}: Tempo de extração; PP:V: Proporção (peso: volume); R: Rendimento; GE: Grau de esterificação; AUA: Ácido galacturônico

Nos experimentos, observa-se na extração aquosa o maior grau de esterificação quantificado em 87,50% (experimento 7) e o menor em 59,07% (experimento 10) sendo ambos classificados como pectinas de AM. O comportamento observado na maioria dos ensaios é que para obtenção de teores elevados de GE é necessário utilizar menores tempos e temperaturas de extração, sendo a proporção solido-líquido a variável de menor influência. Já na extração ácida, tem-se 15,38% (experimento 16) e 33,33% (experimento 12) como limites de GE, sendo ambos

considerados como característica para pectinas de BM, necessitando na maioria dos experimentos de menores níveis de temperatura para obtenção de maiores GE.

Do ponto de vista estrutural, as pectinas correspondem a uma família de polissacarídeos ácidos, formados por unidades de ácido galacturônico, sendo ele considerado a unidade básica da pectina e um componente essencial de compostos orgânicos ativos produzidos pelas plantas como defesa da parede celular (Canteri *et al.*, 2012). Sendo o ácido galacturônico um componente de fundamental importância na composição pectica, observa-se valores mais satisfatórios na extração ácida, podendo ser justificado pelo fato dos solventes ácidos oferecem melhores resultados, pois simula o que ocorre naturalmente na fonte extratora.

No geral, a pectina aquosa apresentou perfil de alto grau de metoxilação e a ácida de baixo grau de metoxilação, sendo suas aplicações destinadas a produtos diferentes, onde o gel formado pelas pectinas de alta metoxilação são usualmente utilizadas em geleias com alto teor de açúcares e bebidas protéicas acidificadas, já as de baixo grau de metoxilação não necessitam da adição de açúcar para formar gel, pois se estabilizam pela interação de grupos carboxílicos e íons divalentes (Canteri *et al.*, 2012).

3.3 Coeficientes de regressão

Sendo os coeficientes de regressão um teste de estatística para avaliação da existência de uma relação entre a variável dependente e pelo menos uma das variáveis independentes no modelo de regressão, seja ele linear ou quadrático. Os coeficientes podem ser obtidos por meio dos valores reais ou codificados. Na Tabela 4 observa-se os coeficientes de regressão lineares e quadráticos (β_0 - β_9) responsáveis pela construção da equação para cada variável dependente, sendo todas construídas através dos valores reais. Além dos coeficientes, a Tabela 4 mostra os coeficientes de determinação (R^2) e os valores de F calculado para o teste F, obtidos por meio da ANOVA

Sendo β_1 , β_3 , β_5 os coeficientes lineares da proporção, tempo e temperatura, respectivamente, observa-se quanto ao rendimento da extração aquosa que a proporção sólido líquido e o tempo tiveram efeito positivo, podendo afirmar que aumentar o valor dessas variáveis acarretará um aumento na média do rendimento, já a temperatura teve efeito negativo, gerando redução na média ao elevar a mesma. As interações β_7 e β_9 , correspondentes a proporção versus tempo e tempo versus temperatura, ambas tiveram efeitos negativos, sendo possível observar que elevar o tempo do processo em junção com o aumento das demais variáveis (t e T), resultará em redução no rendimento.

Tabela 4 - Coeficientes de regressão dos valores reais obtidos para as variáveis dependentes estudadas na extração aquosa e ácida

Coeficiente s	Extração aquosa			Extração ácida		
	R (%)	GE (%)	AUA	R (%)	GE (%)	AUA
β_0	680,523	32,660	3,881	704,146	218,466	-101,179
$\beta_{1(L)}$	0,020	-0,154	-0,034	-3,693	NS	2,240
$\beta_{2(Q)}$	0,044	0,045	-0,001	0,035	0,039	-0,012
$\beta_{3(L)}$	1,214	0,262	0,002	-1,638	-1,472	NS
$\beta_{4(Q)}$	NS	0,002	-0,00007	0,012	0,003	NS
$\beta_{5(L)}$	-17,442	0,971	-0,024	-12,445	NS	1,435
$\beta_{6(Q)}$	0,109	-0,003	0,0001	0,051	NS	NS
β_7	-0,018	-0,007	0,0003	-0,045	NS	NS
β_8	NS	-0,024	0,001	0,074	NS	-0,017
β_9	-0,008	-0,003	-0,00008	0,008	0,012	-0,005
R ²	91,375	88,061	85,151	99,533	94,390	90,938
F	71,17	3,43E29	1376,40	21,73	NS	NS

R: Rendimento; GE: grau de esterificação; AUA: Ácido galacturônico; β_0 : Média; $\beta_{1(L)}$: Proporção linear; $\beta_{2(Q)}$: Proporção quadrática; $\beta_{3(L)}$: Tempo linear; $\beta_{4(Q)}$: Tempo quadrático; $\beta_{5(L)}$: Temperatura linear; $\beta_{6(Q)}$: Temperatura quadrática; β_7 : Interação proporção e tempo; β_8 : Interação temperatura e proporção; β_9 : Interação tempo e temperatura; R²: Coeficiente de determinação; F: Valor calculado para teste F.

Quanto ao grau de esterificação da extração aquosa, observa-se que ao analisar os coeficientes lineares temos efeitos positivos na proporção e tempo, resultando assim em um aumento do grau de esterificação ao elevar essas variáveis de forma independente. As interações apresentaram efeitos negativos, sendo possível afirmar que ao elevar as variáveis, com combinação dupla (Pxt, PxT e txT), haverá redução no grau de esterificação das amostras, ligando um alerta para não elevar a níveis extremos (+) da matriz, garantindo uma pectina com o mesmo perfil nos 17 experimentos, ou seja, com alta metoxilação.

Sendo o ácido galacturônico o principal componente da estrutura da pectina, sua avaliação é de fundamental importância. Ao observar os coeficientes de regressão para esse

parâmetro pode-se visualizar que todos os efeitos foram significativos, e os efeitos lineares apresentaram tempo e temperatura positivos e proporção negativa, ou seja, recomenda-se aumentar o tempo e a temperatura para aumentar o teor de ácido galacturônico, sendo esse o melhor comportamento, pois a variabilidade desse ácido na estrutura da pectina pode determinar suas propriedades físicas e tecnológicas contribuindo para o interesse comercial deste polissacarídeo.

Analisando o rendimento da extração ácida, observa-se que todos os coeficientes lineares apresentaram efeitos negativos, ou seja, ao elevar o nível de ambos o resultado será um declínio do rendimento do processo. Sendo esse um ponto positivo, pois nota-se assim que é mais viável trabalhar com os menores níveis do presente estudo e ainda assim manter valores ótimos de rendimento, havendo assim menor custo com reagentes, menor tempo de trabalho e menor gasto energético.

Ainda na Tabela 4 pode-se observar para a extração ácida que o comportamento do grau de esterificação (GE) não apresentou efeitos significativos para proporção e temperatura, entretanto houve efeito negativo para o tempo e apenas a interação tempo e temperatura (txT) com influência positiva e significativa no processo. Ou seja, aumentando o tempo individualmente é observado uma redução na média do GE, já aumentando em conjunto o tempo e a temperatura têm-se um aumento na média do GE. Mesmo apresentando oscilação com a ação dos efeitos, o perfil metoxil das pectinas ácidas obtidas são de baixa metoxilação, pois estão abaixo de 50%, conforme mostrado na Tabela 3.

Ao analisar o teor de ácido galacturônico para extração ácida, percebe-se efeito significativo positivo na proporção e temperatura, sendo propriedades de total importância e que podem causar impactos nos resultados da pectina. Onde nesse caso são observadas aumentando a média do teor de AUA das amostras ao serem elevadas e conseqüentemente aumentando o grau de pureza das amostras. Menezes e Castro (2020) mostraram comportamento semelhante, concluindo que temperaturas entre 50 e 100 °C podem causar degradação por hidrólise em alguns materiais não pécticos que são misturados com a pectina durante o processo de extração, aumentando assim a pureza e o teor de AUA.

Os coeficientes de regressão apresentaram valores aceitáveis, variando de 85,151 a 99,533%, tendo em vista que a análise utilizada para determinação dessas variáveis pode apresentar elevado grau de variabilidade durante essa quantificação, gerando variação.

O teste F é o teste de significância mais utilizado em estatística experimental para comparação de variâncias. No presente estudo foi utilizado o teste F a 1 % de probabilidade com o intuito de observar quais variáveis apresentavam comportamento significativo para

gerar suas superfícies de resposta, tendo em vista que não é proveitoso trazer as tendências para variáveis que não possuem níveis de significância considerados, ou seja, valor de F calculado menor que o valor de F tabelado para os graus de liberdade estabelecidos. E como o grau de esterificação e teor de ácido galacturônico para a extração ácida foram variáveis com esse comportamento, justifica-se assim o motivo pelo qual a superfície de resposta delas não consta como resultado.

3.4 Análise titulométrica da pectina

O método titulométrico utilizado define que o primeiro ponto final da titulação indica os grupos carboxilizados não esterificados e o segundo ponto final, volume após a saponificação, define o número total de grupos de carboxil. A diferença entre as duas leituras indica a porcentagem de grupos de carboxilizados (Gnanasambandam; Proctor, 2020).

Tabela 5 - Resultados da análise titulométrica da pectina obtida por extração aquosa e ácida

EXP	Extração aquosa					Extração ácida				
	CL	CE	CT	FA	FN	CL	CE	CT	FA	FN
1	0,578	0,964	1,542	72,50	27,50	1,157	0,386	1,542	29,000	71,000
2	0,851	1,276	2,127	69,60	30,40	3,131	0,671	3,802	20,471	79,529
3	0,266	1,772	2,038	100,87	0	0,000	0,000	0,000	21,091	78,909
4	0,526	1,404	1,930	84,36	15,64	1,951	0,780	2,731	33,143	66,857
5	0,374	2,615	2,989	101,50	0	1,997	0,333	2,330	16,571	83,429
6	0,839	1,258	2,097	69,60	30,40	1,990	0,398	2,388	19,333	80,667
7	0,209	1,464	1,674	101,50	0	2,577	0,396	2,974	15,467	84,533
8	1,103	2,206	3,309	77,33	22,67	3,337	1,557	4,894	36,909	63,091
9	0,201	1,800	2,001	104,35	0	2,287	0,915	3,201	33,143	66,857
10	0,373	2,700	3,073	101,92	0	3,148	0,840	3,988	24,421	75,579
11	0,345	1,350	1,695	92,37	7,63	1,833	0,550	2,383	26,769	73,231
12	0,565	0,600	1,165	59,73	40,27	3,190	1,595	4,785	38,667	61,333
13	0,427	0,675	1,102	71,03	28,97	3,668	1,630	5,299	35,692	64,308
14	0,346	1,125	1,471	88,69	11,31	3,235	1,797	5,032	41,429	58,571
15	0,562	1,124	1,685	77,33	22,67	2,673	0,573	3,246	20,471	79,529
16	0,365	0,913	1,278	82,86	17,14	1,945	0,354	2,299	17,846	82,154
17	0,418	0,836	1,255	77,33	22,67	1,948	0,390	2,338	19,333	80,667

Cl: Carboxilas livres; Ce: Carboxilas esterificadas; Ct: Carboxilas totais; Fa: Fração ácida; Fn: Fração neutra.

O comportamento observado na extração ácida difere do observado na extração aquosa, conforme Tabela 5, sendo a metoxilação de ambos também com caráter diferente, onde na extração ácida observa-se um perfil de pectinas de baixa metoxilação com grau de esterificação abaixo de 50% e conseqüentemente o teor de carboxilas livres superior ao de carboxilas esterificadas, e na extração aquosa o inverso, com pectinas de alta metoxilação. Além disso a quantificação de grupos carboxilas livres está diretamente relacionada com a desmetoxilação linear da pectina ao longo da cadeia (Sila *et al.*, 2009), havendo nesse caso, ao observar os valores obtidos, alta desmetoxilação durante o processo de obtenção nos ensaios da extração ácida e baixa desmetoxilação na extração aquosa. Scamparini (1978) em sua pesquisa a respeito da desmetoxilação de pectina cítrica observou que esse fenômeno não interfere no poder gelificante das mesmas, causando diferenciação apenas como gel pouco ou muito firme, formados respectivamente por pectinas de baixo e alto teor de metoxilas.

Sabendo que os grupos de ácidos carboxilas dos monômeros dos ácidos galacturônicos podem ou não estar esterificados, observando uma correlação com a Tabela 3, onde para extração aquosa as pectinas obtidas se caracterizam como sendo de alta metoxilação, sendo essa informação confirmada pelo fato de que as carboxilas esterificadas quantificadas são superiores as carboxilas livres.

A fração neutra e ácida corresponde ao fracionamento de polissacarídeos não quantificados em específico. Na extração aquosa, as frações ácidas observadas nos 17 ensaios mostram um teor mais elevado que as neutras, isso se dá pelo fato de que a extração foi realizada com um solvente tipicamente neutro, a água, sendo as transformações químicas realizadas com base nela, restando assim teores mais elevados de fração ácida durante a quantificação, pois eles não estão sendo capturados durante a análise. Já ao observar essa quantificação na extração ácida, observa-se que os grupos ácidos são inferiores aos neutros, tendo em vista que a quantificação das demais variáveis se baseiam no solvente utilizado, o ácido clorídrico, sendo ele aprisionado para transformar a farinha do córtex da raiz da mandioca em pectina.

Os resultados obtidos, no geral, foram satisfatórios, levando em consideração que a extração foi feita em escala laboratorial, sendo essa forma mais sujeitas a erros de processo devido ao controle das variáveis.

3.5 Superfície de resposta

Os desenhos experimentais são construídos de forma a eliminar ou minimizar correlações entre as variáveis escolhidas. Sendo assim, as superfícies de resposta são muito utilizadas para quantificar e interpretar as relações entre as respostas e os efeitos dos fatores (Mäkelä, 2017). Análises por meio das superfícies de resposta vem sendo bastante aplicadas devido sua alta eficiência, poder de modelagem e capacidade de exploração dos sistemas estudados, podendo ser entendida como uma combinação de técnicas de planejamento de experimentos, análise de regressão e métodos de otimização e se baseia no ajuste de modelos matemáticos empíricos aos dados experimentais obtidos segundo uma determinada matriz experimental com o objetivo de descrever o comportamento destes dados e fazer previsões estatisticamente válidas (Novaes *et al.*, 2017).

A Figura 2 mostra as superfícies de resposta obtidas para o DCCR da extração aquosa e da extração ácida para as interações significativas. Analisando as superfícies obtidas para o rendimento da extração aquosa (Figura 2A), pode-se observar que o processo tende a ter maior rendimento quando a extração é executada com menores temperaturas e maiores tempos, e preferencialmente maior proporção. Na Figura 2B, a superfície mostra que os maiores graus de esterificação da extração ácida se dão quando se trabalha com menores temperaturas e maiores tempos de extração, e a proporção pode ser definida nos níveis inferiores ou superiores a depender das demais condições. Confirmando, conforme Tabela 3, que tem essas condições observadas no experimento 7 (1:40; 120min; 70°C) e experimento 3 (1:20; 120min; 70°C) e afirmando maior grau de esterificação entre os 17 experimentos.

A superfície das relações entre as variáveis proporção, tempo e temperatura para o teor de ácido galacturônico (AUA) da extração aquosa está apresentada na Figura 2C. Ao observar as imagens pode-se perceber que a alteração do campo de imagem e visão dos maiores níveis de AUA dominam o campo da superfície, isso porque a variação da quantificação é muito pequena (2,37 a 3,37%). Não sendo indicado trabalhar com elevadas proporções e tempo, pois essas condições resultam em redução no teor de AUA.

Na Figura 2D, observa-se que para o rendimento da extração ácida tem-se um comportamento que gira em torno da temperatura, onde ela deve ser baixa independente de ter maiores ou menores tempo e proporção, para garantir rendimentos elevados com esse solvente. Esse fenômeno pode ser justificado pelo fato de que quanto mais alta a temperatura, maior é a movimentação das moléculas, fazendo com que se quebrem mais moléculas de hidrogênio e o

PH diminua, ou seja, por se tratar de um ambiente já ácido essa condição não é promissora ao processo.

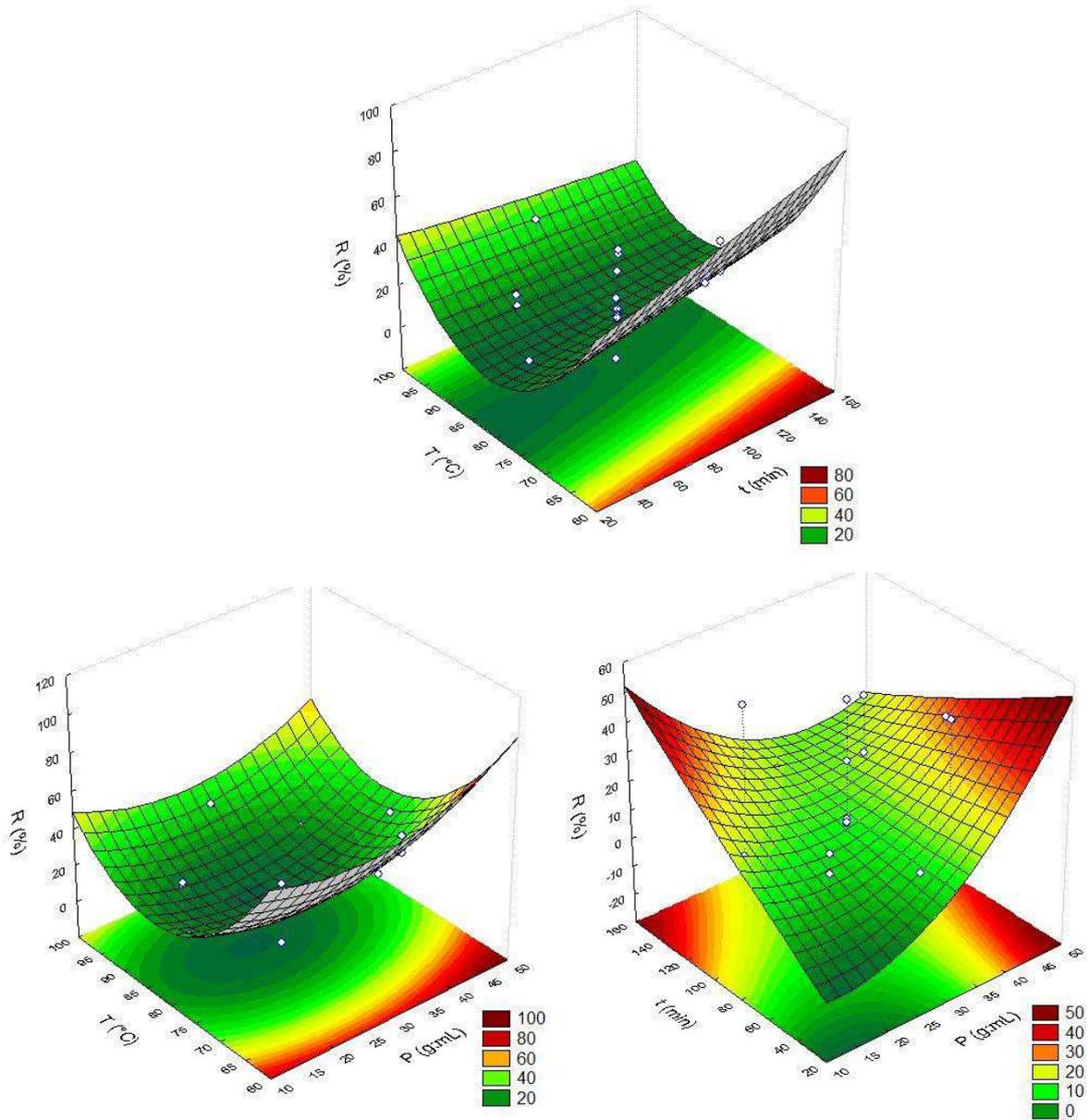


Figura 2A - Superfície de resposta do rendimento para extração aquosa das interações temperatura e tempo; temperatura e proporção; tempo e proporção

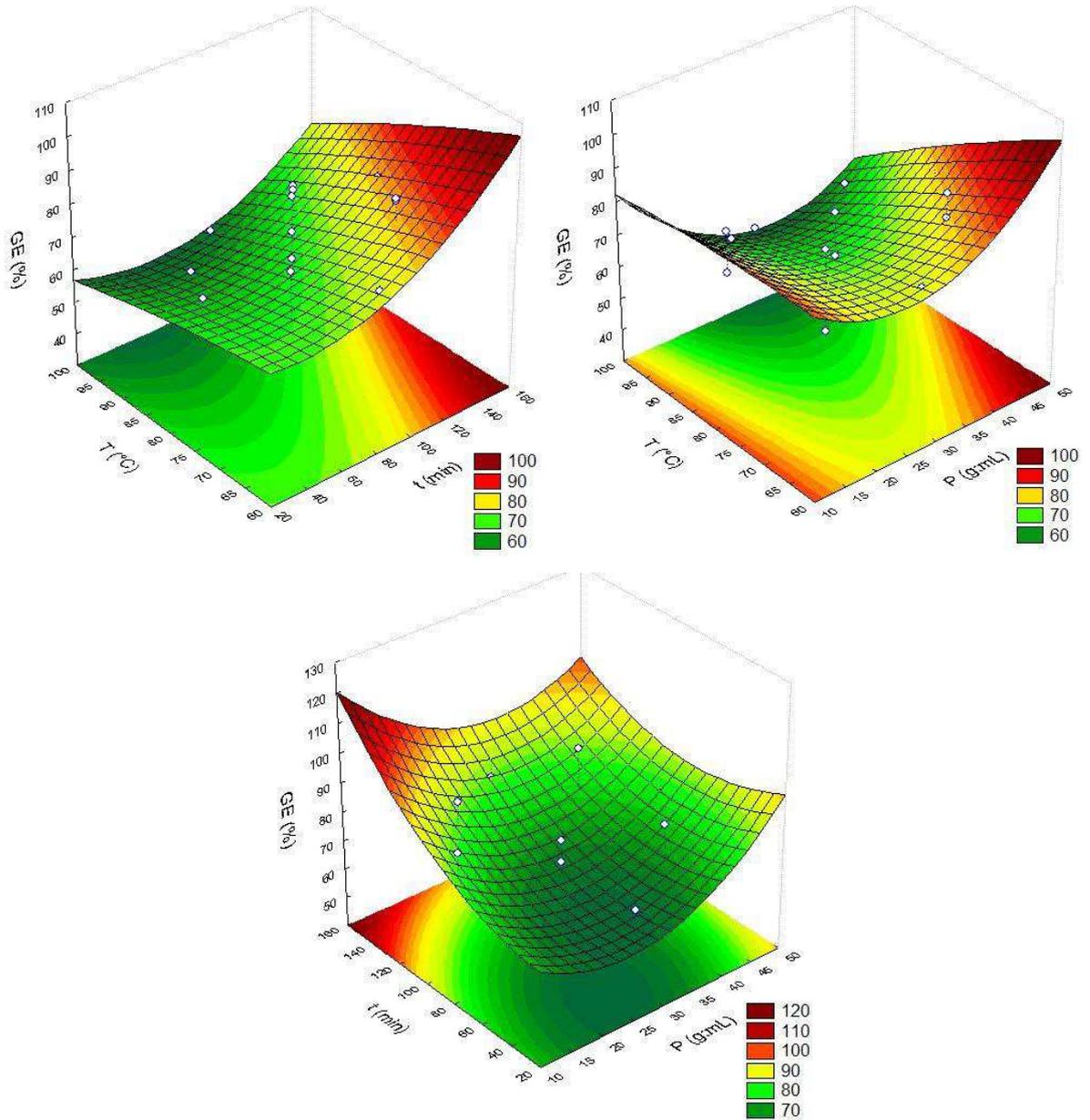


Figura 2B - Superfície de resposta do grau de esterificação para extração aquosa das interações temperatura e tempo; temperatura e proporção; tempo e proporção

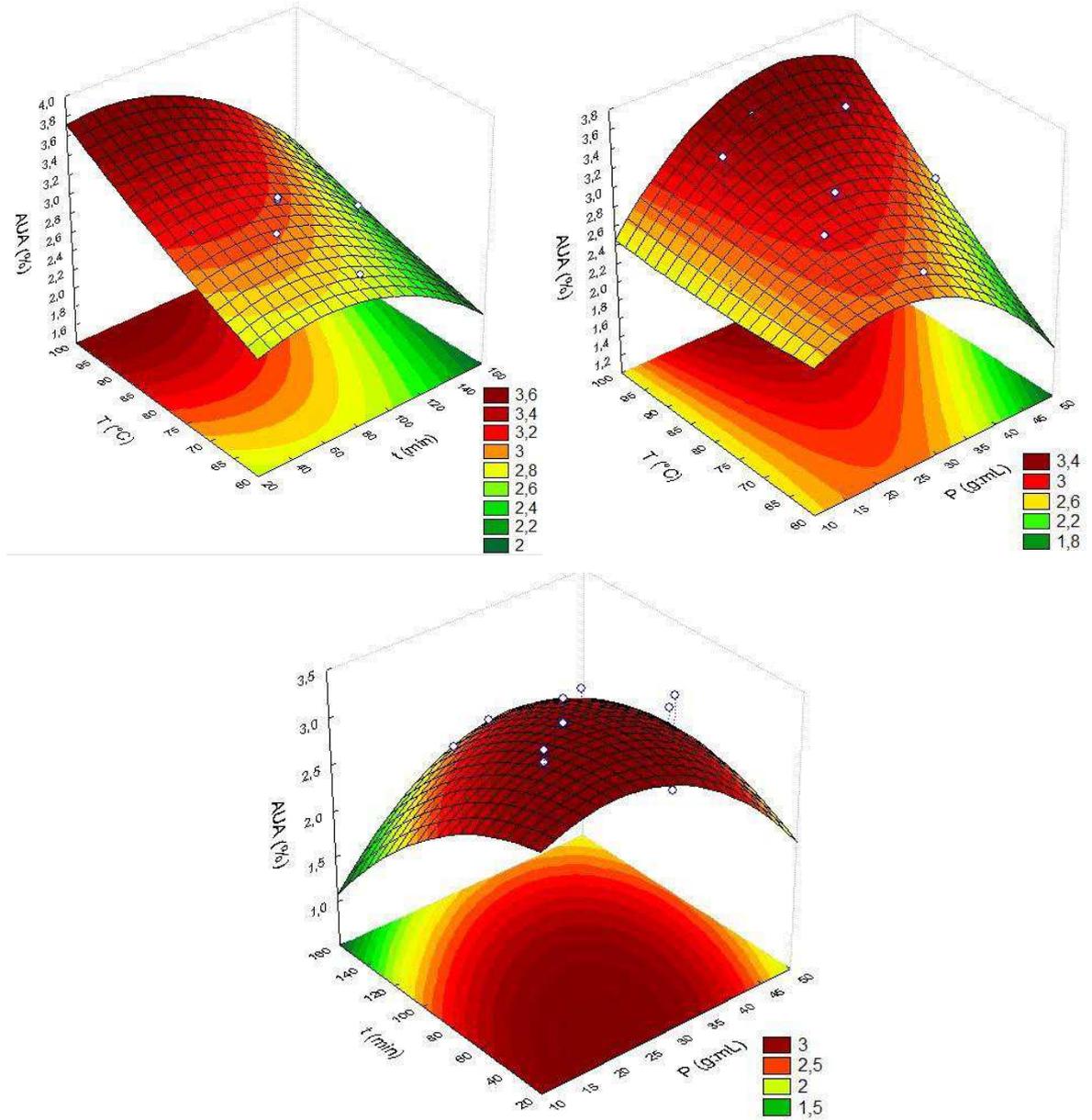


Figura 2C - Superfície de resposta do ácido galacturônico para extração aquosa das interações temperatura e tempo; temperatura e proporção; tempo e proporção

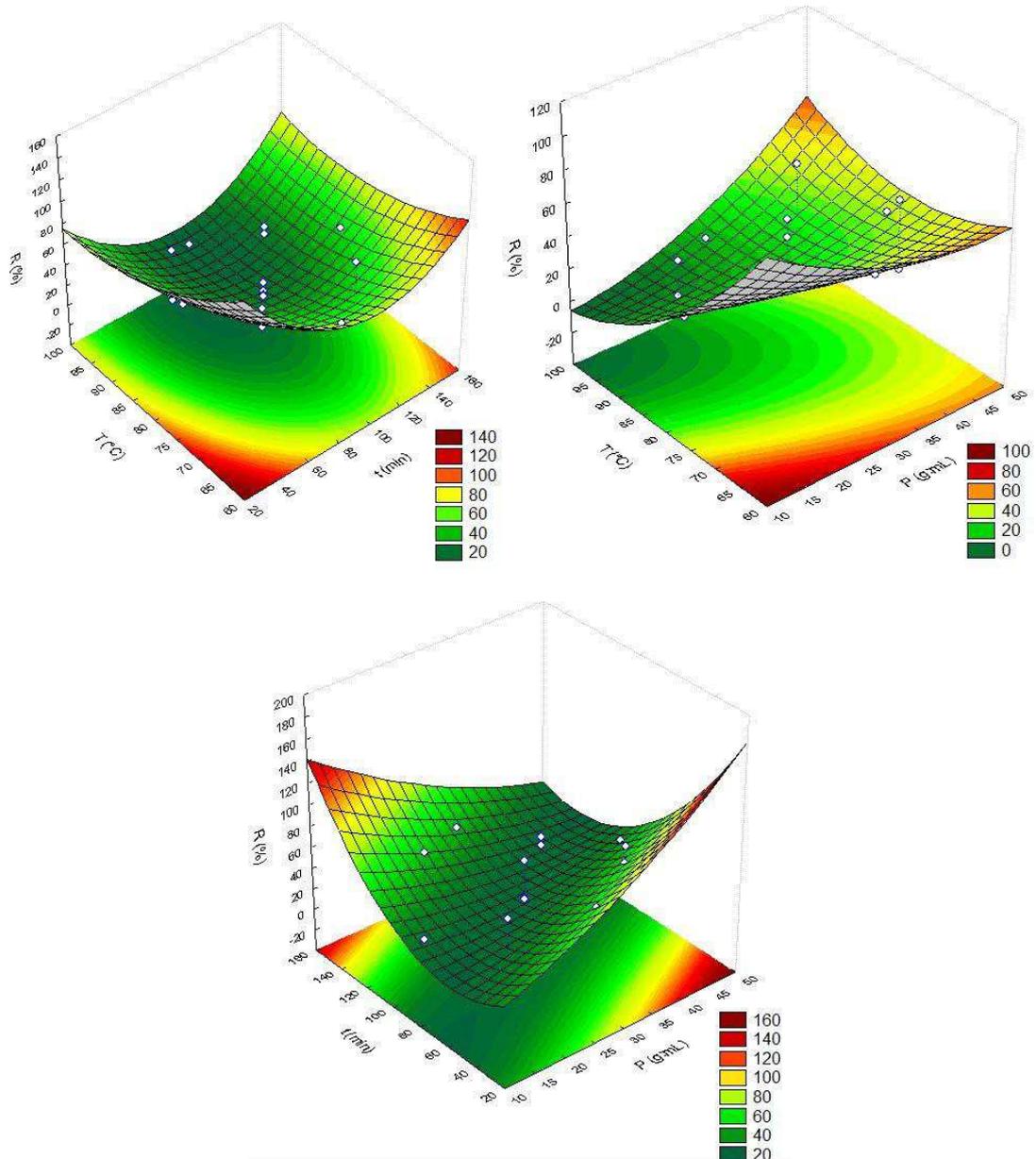


Figura 2D - Superfície de resposta do rendimento para extração ácida das interações temperatura e tempo; temperatura e proporção; tempo e proporção

3.6 Desejabilidade

A desejabilidade foi utilizada com o intuito de otimizar os processos, com base em maior esterificação para as amostras. Obtendo assim (Figura 3) os perfis de temperatura, tempo e proporção para obtenção de pectina aquosa (Figura 3A) e ácida (Figura 3B) com níveis ótimos de funcionamento. Envolve a conversão de cada resposta prevista em uma função do desejo individual, com base nas prioridades e desejos dos pesquisadores ao construir o procedimento de otimização. Ou seja, quando um grande número de respostas deve ser otimizado (segundo os critérios apropriados), a função desejabilidade é a ferramenta mais popular a ser aplicada,

definindo os parâmetros ideais para obter uma extração com excelência (Das; Mishra, 2017; Hazir *et al.*, 2018).

Para extração aquosa (Figura 3A), os valores desejados foram de aproximadamente 39% de rendimento, 76% de grau de esterificação e 2,54% de ácido galacturônico. Sendo necessário manter os parâmetros proporção, tempo, temperatura em 1:40, 60 min e 70 °C, respectivamente. Na Figura 3B, tem-se o perfil da desejabilidade para extração ácida obtendo um rendimento de aproximadamente 52%, grau de esterificação de 25,9% e teor de ácido galacturônico de 6,5%. Sendo necessário alinhar as variáveis de proporção em 1:20, tempo em 60 minutos e temperatura de 70 °C para garantir a obtenção das repostas otimizadas.

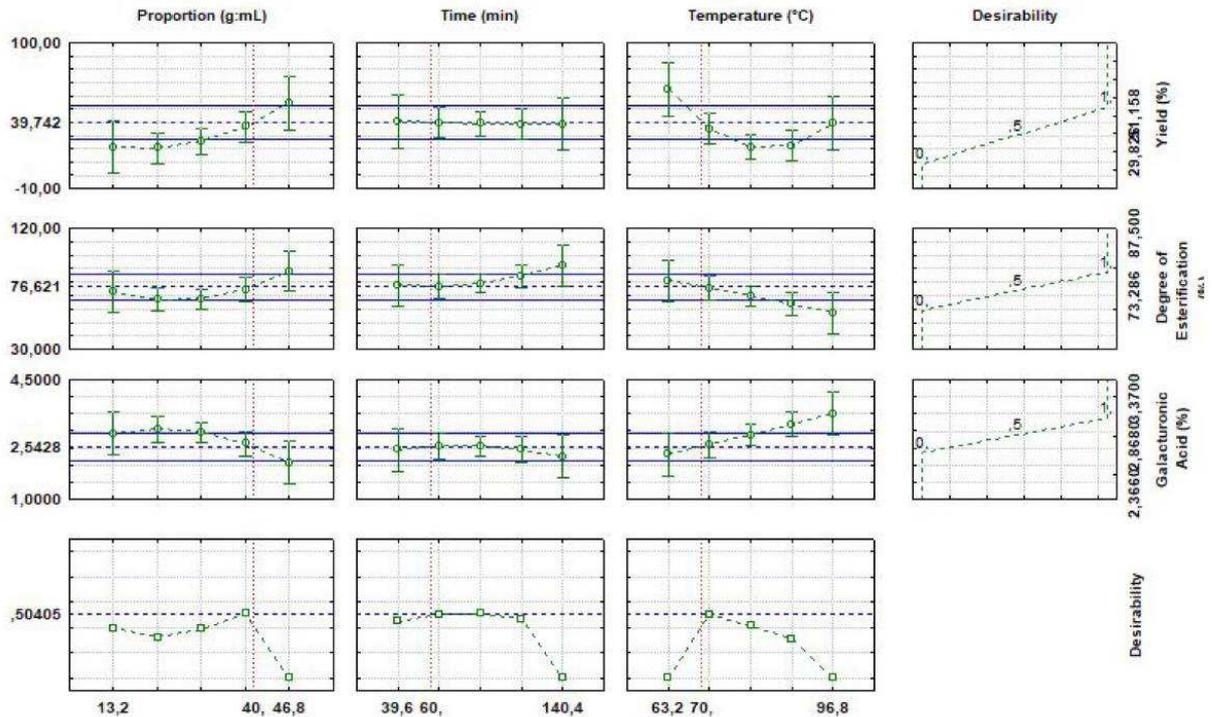


Figura 3A - Perfis da desejabilidade obtida para a extração aquosa

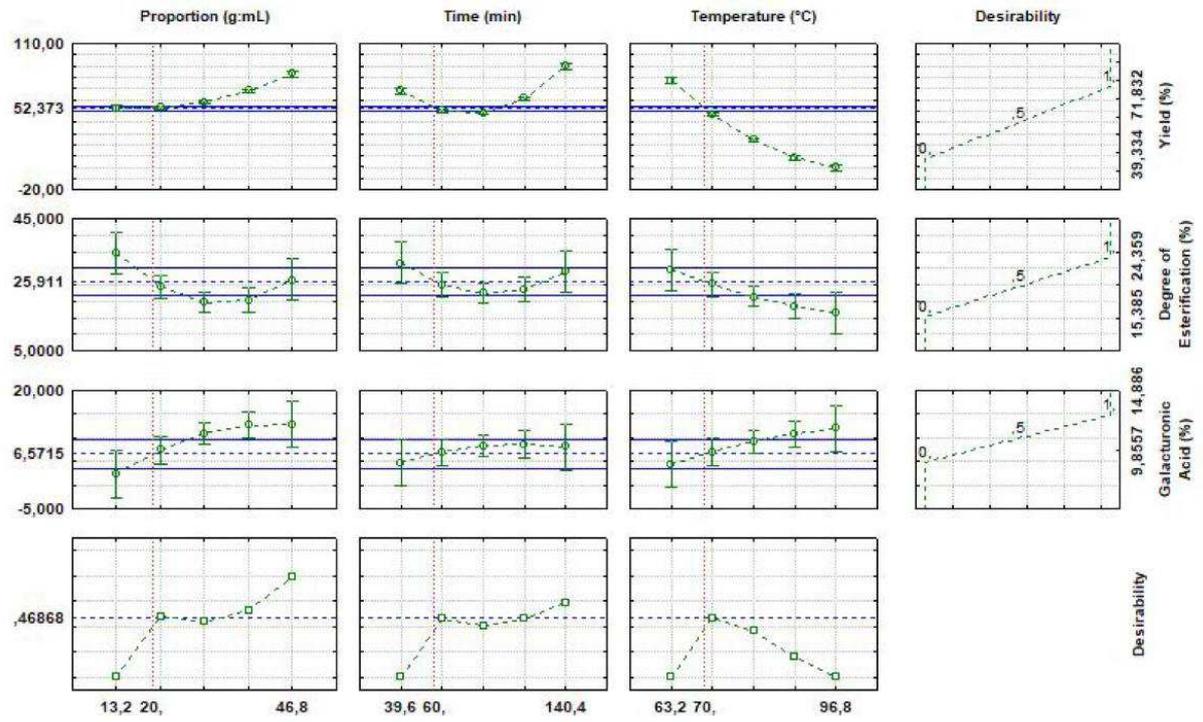


Figura 3B - Perfis da desejabilidade obtida para a extração ácida

4 Conclusões

Este estudo explorou o potencial de extração de pectina do resíduo da raiz da mandioca mais especificamente do seu córtex, com diferentes solventes, ácido (HCl) e água. A aplicação do planejamento experimental trouxe resultados satisfatórios, sendo possível determinar os parâmetros experimentais otimizados para ambas as extrações, determinando as condições ótimas de processo, para extração aquosa com experimento 5 (70°C, 60min e proporção de 1:40), e para extração ácida com experimento 1 (70°C, 60min e proporção de 1:20). As pectinas obtidas apresentaram perfis diferentes quando ao grau de esterificação, sendo possível ressaltar que mesmo sendo a mesma fonte, a ação do solvente gera produtos distintos e com aplicações distintas. Tomados em conjunto, os resultados atuais disponibilizam novas perspectivas para a extração de pectina de fontes não convencionais, abrindo caminho para o desenvolvimento de rotas criativas, inovadoras e simples para a gestão e aproveitamento de resíduos agroalimentares.

Referências Bibliográficas

ABIOYE, V. F.; OGUNLAKIN, G. O.; TAIWO, G. Effect of germination on antioxidant activity, total phenols, flavonoids and anti-nutritional content of finger millet flour. **Journal of Food Processing & Technology**, v. 9, n. 02, p. 1-5, 2018. <https://doi.org/10.24203/ajas.v6i5.5466>

ABOU-ELSEOUD, W. S.; HASSAN, E. A.; HASSAN, M. L. Extraction of pectin from sugar beet pulp by enzymatic and ultrasound-assisted treatments. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v. 2, p. 100042, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2021.100042>

AKINJAYEJU, O.; EKE, L. A.; AKINPELU, A. A. Optimization of proximate compositions, mineral profiles, physico-chemical and anti-nutritional properties of wheat, pigeon-pea and cassava-cortex flour blends for snack production. **OSP Journal of Food Science and Nutrition Research**, v. 1, n. 1, p. 1-10, 2020.

AMARASINGHE, N. K. et al. Functional, physicochemical, and antioxidant properties of flour and cookies from two different banana varieties (Musa acuminata cv. Pisang awak and Musa acuminata cv. Red dacca). **International Journal of Food Science**, v. 2021, p. 1-9, 2021. <https://doi.org/10.1155/2021/6681687>

AZEREDO, H. M. C. **Fundamentos de estabilidade de alimentos**. 2. ed. Brasília: Embrapa, 2015.

BOCHEK, A. M.; ZABIVALOVA, N. M.; PETROPOVLOVSKII, G. A. Determination of the esterification degree of polygalacturonic acid. **Russian Journal of Applied Chemistry**, v. 74, p. 796-799, 2001. <https://doi.org/10.1023/A:1012701219447>

BRASIL. Instrução Normativa n. 20, de 21 de julho de 1999. Oficializa os métodos analíticos físico-químicos, para controle de produtos cárneos e seus ingredientes – sal e salmoura. Brasília, DF. Recuperado de: https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/lfda/legislacao-metodos-da-rede-lfda/poa/metodos_oficiais_para_analise_de_produtos_de_origem_animal-1a_ed-2022_assinado.pdf

BRASIL. Pectinas: propriedades e aplicações. **Food Ingredients Brazil**, p. 46-53, 2014.

- CANGUSSU, L. B. et al. Chemical characterization and bioaccessibility assessment of bioactive compounds from umbu (*Spondias tuberosa* A.) fruit peel and pulp flours. **Foods**, v. 10, p. 2597, 2021. <https://doi.org/10.3390/foods10112597>
- CANTERI, M. H. et al. Pectina: da matéria-prima ao produto final. **Polímeros**, v. 22, p. 149-157, 2012. <https://doi.org/10.1590/S0104-14282012005000024>
- CARVALHO, H. H. et al. **Alimentos: métodos físicos e químicos de análise**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul: Porto Alegre, Brasil, 2002.
- CHEN, T. S.; JOSLYN, M. A. The effect of sugars on viscosity of pectin solutions: II. comparison of dextrose, maltose, and dextrans. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 25, n. 3, p. 346-352, 1967. [https://doi.org/10.1016/0021-9797\(67\)90040-9](https://doi.org/10.1016/0021-9797(67)90040-9)
- CREMONEZ, P. A. et al. Two-stage anaerobic digestion in agroindustrial waste treatment: A review. **Journal of Environmental Management**, v. 281, p. 111854, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.111854>
- CRUZ-SOLORIO, A. et al. Functional properties of flours and protein concentrates of 3 strains of the edible mushroom *Pleurotus ostreatus*. **Journal of Food Science and Technology**, v. 55, p. 3892-3901, 2018. <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3312-x>
- CUI, J. et al. Pectins from fruits: Relationships between extraction methods, structural characteristics, and functional properties. **Trends in Food Science & Technology**, v. 110, p. 39-54, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.01.077>
- DAS, S.; MISHRA, S. Box-Behnken statistical design to optimize preparation of activated carbon from *Limonia acidissima* shell with desirability approach. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 5, n. 1, p. 588-600, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2016.12.034>
- DRANCA, F.; OROIAN, M. Extraction, purification and characterization of pectin from alternative sources with potential technological applications. **Food Research International**, v. 113, p. 327-350, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.06.065>
- DRANCA, F.; VARGAS, M.; OROIAN, M. Physicochemical properties of pectin from *Malus domestica* 'Fälticeni' apple pomace as affected by non-conventional extraction techniques. **Food Hydrocolloids**, v. 100, p. 105383, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105383>

FERNANDES, R. V. et al. Otimização do processo de extração e caracterização química de pectina de cenoura. **Magistra**, v. 26, n. 2, p. 115-123, 2014.

FERREIRA, G. D. G. et al. Valor nutritivo de co-produtos da mandioca. **Revista Brasileira de Saúde e Produção Animal**, v. 8, p. 364-374, 2007.

FRANCIS, F. J. Analysis of anthocyanins. **Anthocyanins as food colors**, p. 280, 1982.

GNANASAMBANDAM, R.; PROCTOR, A. J. F. C. Determination of pectin degree of esterification by diffuse reflectance Fourier transform infrared spectroscopy. **Food Chemistry**, v. 68, n. 3, p. 327-332, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(99\)00191-0](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(99)00191-0)

GRESES, S.; TOMÁS-PEJÓ, E.; GONZALEZ-FERNANDEZ, C. Agroindustrial waste as a resource for volatile fatty acids production via anaerobic fermentation. **Bioresource Technology**, v. 297, p. 122486, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.122486>

HAZIR, E.; ERDINLER, E. S.; KOC, K. H. Optimization of CNC cutting parameters using design of experiment (DOE) and desirability function. **Journal of Forestry Research**, v. 29, p. 1423-1434, 2018. <https://doi.org/10.1007/s11676-017-0555-8>

KAMAL, M. M. et al. Extraction and characterization of pectin from Citrus sinensis peel. **Journal of Biosystems Engineering**, v. 46, p. 16-25, 2021. <https://doi.org/10.1007/s42853-021-00084-z>

KAR, F.; ARSLAN, N. Effect of temperature and concentration on viscosity of orange peel pectin solutions and intrinsic viscosity–molecular weight relationship. **Carbohydrate Polymers**, v. 40, n. 4, p. 277-284, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(99\)00062-4](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(99)00062-4)

LARA-ESPINOZA, C. et al. Pectin and pectin-based composite materials: Beyond food texture. **Molecules**, v. 23, n. 4, p. 942, 2018. <https://doi.org/10.3390/molecules23040942>

LARRAURI, J. A. New approaches in the preparation of high dietary fibre powders from fruit by-products. **Trends in Food Science & Technology**, v. 10, n. 1, p. 3-8, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(99\)00016-3](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(99)00016-3)

LINHARES, A. L. F. A.; DA COSTA SEIXAS, B.; DE OLIVEIRA MAIA, M. J. Determinação quantitativa do ácido cianídrico em mandioca. **e-Scientia**, v. 11, n. 2, p. 1-7, 2019.

LUO, J.; XU, Y.; FAN, Y. Upgrading pectin production from apple pomace by acetic acid extraction. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 187, n. 4, p. 1300-1311, 2019. <https://doi.org/10.1007/s12010-018-2893-1>

MÄKELÄ, M. Experimental design and response surface methodology in energy applications: A tutorial review. **Energy Conversion and Management**, v. 151, p. 630-640, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2017.09.021>

MATSUURA, M. D. S.; MATSUURA, F.; FERREIRA FILHO, J. R. A indústria da farinha de mandioca. **Embrapa Informática Tecnológica**, p. 61-141, 2005.

MÉNDEZ, D. A. et al. Tailoring structural, rheological and gelling properties of watermelon rind pectin by enzymatic treatments. **Food Hydrocolloids**, v. 135, p. 108119, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2022.108119>

MENEZES FILHO, A. C. P.; DE SOUZA CASTRO, C. F. Produção, extração e análise físico-química de pectina do bagaço de laranja através do modelo de área superficial por Box-Behnken. **Revista Arquivos Científicos (IMMES)**, v. 3, n. 2, p. 137-145, 2020. <https://doi.org/10.5935/2595-4407/rac.immes.v3n2p137-145>

NADAR, C. G.; ARORA, A.; SHASTRI, Y. Sustainability challenges and opportunities in pectin extraction from fruit waste. **ACS Engineering Au**, v. 2, n. 2, p. 61-74, 2022. <https://doi.org/10.1021/acsengineeringau.1c00025>

NASROLLAHZADEH, M. et al. Starch, cellulose, pectin, gum, alginate, chitin and chitosan derived (nano) materials for sustainable water treatment: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 251, p. 116986, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116986>

NOVAES, C. G. et al. Otimização de métodos analíticos usando metodologia de superfícies de resposta-Parte I: variáveis de processo. **Revista Virtual Química**, v. 9, n. 3, p. 1284-1215, 2017. <https://doi.org/10.21577/1984-6835.20170070>

OMAHA, E. C.; OKAFOR, G. I. Production and quality evaluation of cookies from blends of millet-pigeon pea composite flour and cassava cortex. **Journal of Food Resource Science**, v. 4, n. 2, p. 23-32, 2015. <https://doi.org/10.3923/jfrs.2015>

PAEZ, V et al. AOAC SMPR® 2016.002. **Journal of AOAC International**, v. 99, n. 4, p. 1122-1124, 2016. <https://doi.org/10.5740/jaoacint.SMPR2016.002>

PASANDIDE, B. et al. Optimization of aqueous pectin extraction from Citrus medica peel. **Carbohydrate Polymers**, v. 178, p. 27-33, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.08.098>

PICOT-ALLAIN, M. C. N.; RAMASAWMY, B.; EMMAMBUX, M. N. Extraction, characterisation, and application of pectin from tropical and sub-tropical fruits: a review. **Food Reviews International**, v. 38, n. 3, p. 282-312, 2022. <https://doi.org/10.1080/87559129.2020.1733008>

PUTRA, N. R et al. Methods and Potential in Valorization of Banana Peels Waste by Various Extraction Processes: In Review. **Sustainability**, v. 14, n. 17, p. 10571, 2022. <https://doi.org/10.3390/su141710571>

RAMOS-ANDRÉS, M.; AGUILERA-TORRE, B.; GARCÍA-SERNA, J. Hydrothermal production of high-molecular weight hemicellulose-pectin, free sugars and residual cellulose pulp from discarded carrots. **Journal of Cleaner Production**, v. 290, p. 125179, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.125179>

SALIMA, B et al. Structure of pumpkin pectin and its effect on its technological properties. **Applied Rheology**, v. 32, n. 1, p. 34-55, 2022. <https://doi.org/10.1515/arh-2022-0124>

SHARMA, N. et al. Evaluation of anthocyanin content, antioxidant potential and antimicrobial activity of black, purple and blue colored wheat flour and wheat-grass juice against common human pathogens. **Molecules**, v. 25, n. 24, p. 5785, 2020. <https://doi.org/10.3390/molecules25245785>

SILA, D. N. et al. Pectins in processed fruits and vegetables: Part II—Structure–function relationships. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 8, n. 2, p. 86-104, 2009. <https://doi.org/10.1111/j.1541-4337.2009.00071.x>

SILVA, J. A. et al. Aproveitamento de casca de mandioca e palha de milho para produção de goma xantana. In: ANDRADE, D. F. (Ed.). **Processos Químicos e Biotecnológicos**, v. 1, p. 46-51. Poisson, 2019. <https://doi.org/10.5935/978-85-7042-129-6>

TANGLERTPAIBUL, T.; RAO, M. A. Flow properties of tomato concentrates: Effect of serum viscosity and pulp content. **Journal of Food Science**, v. 52, n. 2, p. 318-321, 1987. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1987.tb06602.x>

USMAN JAN, Q. M. et al. Multi response optimization of injection moulding process parameters of polystyrene and polypropylene to minimize surface roughness and shrinkage's using integrated approach of S/N ratio and composite desirability function. **Cogent Engineering**, v. 7, n. 1, p. 1781424, 2020. <https://doi.org/10.1080/23311916.2020.1781424>

VAN AUDENHOVE, J. et al. The structure and composition of extracted pectin and residual cell wall material from processing tomato: The role of a stepwise approach versus high-pressure homogenization-facilitated acid extraction. **Foods**, v. 10, n. 5, p. 1064, 2021. <https://doi.org/10.3390/foods10051064>

VENZON, S. S. et al. Physicochemical properties of modified citrus pectins extracted from orange pomace. **Journal of Food Science and Technology**, v. 52, p. 4102-4112, 2015. <https://doi.org/10.1007/s13197-014-1419-2>

WANDEE, Y.; UTTAPAP, D.; MISCHNICK, P. Yield and structural composition of pomelo peel pectins extracted under acidic and alkaline conditions. **Food Hydrocolloids**, v. 87, p. 237-244, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.08.017>

WATERHOUSE, A. Folin-ciocalteau micro method for total phenol in wine. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 48, p. 357-363, 2006.

WONGKAEW, M. et al. Mango peel pectin by microwave-assisted extraction and its use as fat replacement in dried Chinese sausage. **Foods**, v. 9, n. 4, p. 450, 2020. <https://doi.org/10.3390/foods9040450>

ZANELLA, K.; TARANTO, O. P. Influence of the drying operating conditions on the chemical characteristics of the citric acid extracted pectins from 'pera'sweet orange (*Citrus sinensis* L. Osbeck) albedo and flavedo. **Journal of Food Engineering**, v. 166, p. 111-118, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.05.033>

ARTIGO II

Efeitos da adição de pectinas e extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca em filmes biodegradáveis

Resumo: O presente estudo investigou o potencial da pectina extraída do córtex da raiz da mandioca para a produção de filmes biodegradáveis com propriedades antimicrobianas. A pectina foi extraída em meio aquoso e ácido, seguida de secagem em leito de jorro. Foram realizadas análises titulométricas, caracterizações físico-químicas e microbiológicas da pectina, além da obtenção e caracterização de filmes biodegradáveis utilizando planejamento do tipo delineamento experimental (DOE). As variáveis independentes consideradas foram a concentração de pectina, extrato e glicerol, enquanto as variáveis dependentes foram solubilidade, permeabilidade ao vapor de água, resistência à tração e atividade antimicrobiana. A pectina aquosa apresentou maior teor de bioativos e melhor atividade antimicrobiana, produzindo filmes com menor solubilidade e alta resistência mecânica, devido à interação eficiente entre polímeros. A permeabilidade ao vapor de água foi baixa, variando de 0,000201 a 0,000696 g.m/m².h.kPa, indicando o potencial dos filmes como barreira protetora em embalagens. A adição do extrato concentrado extraído do córtex da raiz da mandioca aumentou a atividade antimicrobiana, essencial para a conservação de alimentos, com valores variando no halo de 21,815 a 34,675 mm. A desejabilidade gerou dados para otimizar o filme com 5 g de pectina, 0,4 g de extrato e 0,75 g de glicerol. Com isso, conclui-se que a pectina extraída em meio aquoso é promissora para a produção de filmes com boas propriedades mecânicas e antimicrobianas, oferecendo uma alternativa sustentável e eficaz para embalagens de alimentos. Essa abordagem promove a valorização de resíduos agroindustriais e a aplicação de técnicas verde, contribuindo para a sustentabilidade e inovação na indústria de embalagens.

Palavras-chave: atividade antimicrobiana, embalagens, propriedades mecânicas, resíduos agroindustriais

Abstract: This study investigated the potential of pectin extracted from cassava root cortex for the production of biodegradable films with antimicrobial properties. Pectin was extracted in aqueous and acidic medium, followed by spouted bed drying. Titrimetric analyses, physicochemical and microbiological characterizations of pectin were performed, in addition to obtaining and characterizing biodegradable films using a design of experimental design (DOE). The independent variables considered were the concentration of pectin, extract and

glycerol, while the dependent variables were solubility, water vapor permeability, tensile strength and antimicrobial activity. Aqueous pectin showed higher content of bioactives and better antimicrobial activity, producing films with lower solubility and high mechanical strength, due to the efficient interaction between polymers. Water vapor permeability was low, ranging from 0.000201 to 0.000696 g.m/m².h.kPa, indicating the potential of the films as a protective barrier in packaging. The addition of the concentrated extract extracted from the cassava root cortex increased the antimicrobial activity, essential for food preservation, with values ranging from 21.815 to 34.675 mm in the halo. The desirability generated data to optimize the film with 5 g of pectin, 0.4 g of extract and 0.75 g of glycerol. Thus, it is concluded that the pectin extracted in aqueous medium is promising for the production of films with good mechanical and antimicrobial properties, offering a sustainable and effective alternative for food packaging. This approach promotes the valorization of agro-industrial waste and the application of green techniques, contributing to sustainability and innovation in the packaging industry.

Keywords: antimicrobial activity, packaging, mechanical properties, agro-industrial waste

1 Introdução

Os setores agrícolas e alimentar geram uma quantidade elevada de resíduos que possuem potencial para utilização em diversas áreas com reaproveitamento sustentável visando a produção de novo produtos na indústria alimentícia, medicamentosa, de compostos biologicamente ativos, de biomateriais e na geração de energia renovável (Freitas *et al.*, 2021). Por se tratar, na maioria das vezes, de uma matéria-prima sem destinação de uso, as cascas, sementes, caroços, folhas e outros resíduos agroindustriais tornam-se elementos alvo para oportunidades de pesquisa e desenvolvimento tecnológico voltado a sua aplicação e seus eventuais subprodutos, sendo muitas vezes desvelado uma fonte benéfica a saúde do consumidor com propriedades antioxidantes, antimicrobianas, anti-inflamatórias, antiproliferativa, entre outros (Ortega *et al.*, 2022).

Com o aumento da população, a crescente demanda dos consumidores por alimentos de melhor qualidade aumentaram e conseqüentemente o uso de alimentos como a mandioca evidenciaram a geração de progresso no seu cultivo e processamento, de forma a serem transformados pelo conhecimento científico moderno para uso em aplicações industriais, desenvolvendo produtos com entrega nutricional satisfatória, com elevado potencial para serem utilizadas como fontes pécticas, por exemplo, contudo, toda produção é geralmente oriunda da polpa da mandioca, sendo sua casca, composta por periderme e córtex, comumente descartada ou destinada ao uso de ração animal (Omah *et al.*, 2018; Panghal *et al.*, 2019).

A demanda por opções verdes para valorização de resíduos agroindustriais em consonância com o conceito de bioeconomia circular desperta a necessidade de atrelar a extração de pectina com o intuito de gerar novas fontes seguras, atóxicas, com baixo custo na produção e alta disponibilidade, estimulando diferentes funcionalidades e possibilitando modificações na sua aplicação devido a alteração da sua estrutura de forma isolada ou em combinação com outros biopolímeros (Freitas *et al.*, 2021). Por possuir atributos texturizantes, a pectina é principalmente designada a propriedades geleificantes, emulsificantes, envidraçantes, estabilizantes e/ou espessante com uso comum em geleias, sucos de frutas, marmeladas e produtos de confeitaria, mas com uso incomum, contudo promissor, na produção de filmes biodegradáveis, atrelados a outros constituintes (Zdunek *et al.*, 2021).

A busca pela biodegradabilidade não toxica é altamente aplicada a polímeros, onde o aumento das pesquisas busca desenvolver plásticos biodegradáveis com propriedades mecânicas e estabilidade a água favorável ao interesse industrial e formados principalmente de proteínas, lipídios e polissacarídeos. Por se tratar de um componente essencial na maioria dos vegetais e geralmente extraída de resíduos, a pectina é um heteropolissacarídeo que possui

aplicação eficaz e ampla perspectiva de utilização como ingrediente alimentar funcional, em embalagens e na produção de filmes e revestimentos comestíveis devido a sua capacidade de formar filme ou gel forte e insolúvel (Re; Quiang; Chen, 2022; Tong *et al.*, 2023).

Assim, abraçar fontes de energia renováveis na produção e no descarte de materiais de embalagens é crucial para mitigar os impactos ambientais associados ao seu mercado, bem como aos componentes usados na sua produção (Xie *et al.*, 2021).

Com base no exposto, o presente estudo tem como objetivo unir o beneficiamento de resíduos, o potencial extrativo de uma nova fonte pécica e a obtenção de uma embalagem alimentar para a obtenção de filmes com ação antimicrobiana a base de pectina do córtex da raiz da mandioca e adicionado do extrato hidroalcolico do córtex da raiz da mandioca.

2 Material e métodos

2.1 Materiais

As cascas da raiz mandioca (*Manihot esculenta*) foram obtidas por meio de doação de uma cooperativa rural localizada no município de Campina Grande – PB. Os reagentes utilizados para desenvolvimento da pesquisa foram: hidróxido de sódio, ácido acético, cloreto de cálcio, ácido clorídrico, fenolftaleína, etanol (99,6 e 70°GL), carbonato de sódio, ácido gálico, ácido tânico, Folin-ciocalteu, glicerol.

2.2 Processamento do córtex da raiz da mandioca

As cascas da raiz da mandioca foram lavadas em água corrente e higienizada em solução de hipoclorito de sódio (150 ppm/15 min) o excesso da solução foi removido através de uma segunda lavagem com água destilada. Para obtenção do córtex da raiz da mandioca, a epiderme (camada mais externa, casca) foi removida e descartada. Após esta etapa, córtex da raiz da mandioca foram submetidos ao processo de secagem convectiva em estufa (Fanen, Modelo 315SE) com ventilação forçada a uma temperatura 50 °C até obter massa constante. Em seguida as amostras secas foram moídas em moinho de facas (Marconi ®, Modelo TE340) e acondicionados em embalagens laminadas conforme procedimento experimental descrito por Silva *et al.* (2019).

2.3 Extração da Pectina

Para a extração aquosa e ácida da pectina do córtex da raiz da mandioca o protocolo experimental proposto por Pasandide *et al.* (2017). Resumidamente, 5 g da farinha do córtex da raiz da mandioca foram misturados com água destilada para extração aquosa e ácido clorídrico (0,1N) para extração ácida, sob agitação constante a 350 rpm em agitador mecânico (FANEM, MODELO 256) nas proporções líquido:sólido de 1:40 para água e 1:20 para ácido clorídrico, assim como das temperaturas e tempo, de 70 °C e 60 min , em ambos os solventes. Após a extração (aquosa e ácida), a mistura foi homogeneizada com o mesmo volume de etanol (98%) e mantida a 4 °C por 24 h. Em seguida, o sobrenadante foi separado e seco em estufa a 50 °C por 24 h. A pectina em pó obtida foi armazenada em embalagens laminadas em condições médias de 28 °C e umidade relativa de 80%.

2.4 Secagem da pectina do córtex da raiz da mandioca

As suspensões das pectinas, aquosa e ácida, foram submetidas a secagem em leito de jorro (LabMaq Brasil, Modelo LBD1.0), individualmente, a temperatura de entrada de 70°C, velocidade do ar de 4m/s, pressão de 3 bar e alimentação de 4,5 mL/min, valores esse definidos após testes preliminares de processo, além disso, a escolha do método de secagem se deu pelas condições obtidas em teste, demonstrando a qualidade do pó obtido e o rendimento adequado ao processo, dados não obtidos na secagem em estufa. Após o processo, as amostras em pó obtidas, pectina aquosa e pectina ácida, foram armazenadas em embalagens metálicas flexíveis com zíper (espessura 0,11mm, tamanho 10x17,5cm), vedadas e armazenadas em um dessecador em temperatura ambiente.

2.5 Grau de esterificação da pectina aquosa e ácida do córtex da raiz da mandioca

A análise titulométrica da pectina foi realizada seguindo a metodologia proposta por Bockek *et al.* (2001) e Fernandes *et al.* (2017) com adaptações. O procedimento experimental tem início com a pesagem de 0,2 g de pectina, posteriormente umedecida com 2 mL de etanol (99,6°GL) e adicionada de 20 mL de água destilada. A pectina foi dissolvida com agitação em agitador de bancada (TMA, MODELO 10CE) durante 1 h a temperatura ambiente (± 25 °C). A solução resultante foi titulada com NaOH 0,1 N na presença de fenolftaleína para cor rosa.

O número de grupos carboxi livres (%) foi calculado pela Equação 5. Após titulação foram adicionados 10 mL de NaOH 0,1N, ficando em repouso por 1 h. Em seguida, adicionou-se 10 mL de HCl 0,1 N e o excesso de HCl foi titulado com NaOH 0,1 N. O número de grupos carboxi esterificados foi calculado a partir do volume de solução de NaOH 0,1 N gasto para esta titulação, conforme Equação 1.

$$GE(\%) = \frac{V_{1NaOH}}{V_{1NaOH} + V_{2NaOH}} * 100 \quad (1)$$

Em que: V_{1NaOH} : volume gasto na primeira titulação; V_{2NaOH} : volume gasto na segunda titulação.

2.6 Caracterização da pectina do córtex da raiz da mandioca

As pectinas, aquosa e ácida, secas em leito de jorro foram caracterizadas em triplicata, quanto as seguintes determinações.

2.6.1 Teor de água, atividade de água e pH

O teor de água foi determinado em estufa a vácuo a 105 °C de acordo com AOAC (2016). A atividade de água foi determinada com auxílio de higrômetro Aqualab (Modelo 3TE, Decagon, WA, USA), seguindo as especificações de uso do equipamento. O pH foi determinado através de leitura direta em pHmetro (BEL, Modelo W38) de bancada previamente calibrado, conforme metodologia proposta por AOAC (2016).

2.6.2 Teor de pectina

O doseamento da pectina foi determinado segundo metodologia proposta por Cavalho *et al.* (2002). Onde foram adicionados 400 mL de água destilada a 5 g de amostra e submetidos a aquecimento por 1 h e filtrado após arrefecimento em balão volumétrico de 500 mL com volume completado, em seguida alíquotas de 100 mL foram adicionadas em béqueres, adicionando 300 mL de água e 10 mL de hidróxido de sódio 1N, ficando em repouso por 12h. Após o repouso, 50 mL de ácido acético 1N foi adicionados e após 5 min adicionou-se 50 mL de cloreto de cálcio 2N, sendo essa mistura submetida a fervura por 1min seguido de repouso por 1 h, após tempo de repouso foi realizada a filtração com papel filtro, transferindo o resíduo do filtro para capsula de alumínio seca e tarada, levada para estufa a 100 °C por 3 h seguido de resfriamento e pesagem.

2.6.3 Antocianinas e flavonoides totais

A determinação do teor antocianinas e flavonoides seguiu a metodologia proposta por Francis (1982). 1 g de amostra previamente pesada foi embebida a 10 mL de uma solução etanol-HCl (85%-15%) e deixada em repouso por 24 h a 4 °C, em seguida as amostras foram filtradas e a leitura feita em espectrofotômetro (Agilent Technologies Cary 60 UV-Vis) a 374 nm e 535 nm para flavonoides e antocianinas, respectivamente, sendo o branco a solução de etanol-HCl.

2.6.4 Compostos fenólicos e taninos

A obtenção do teor de compostos fenólicos totais e taninos totais de acordo com método descrito por Waterhousa (2006) utilizando o reagente Folin-Ciocalteu. Para quantificação foi feita curva de calibração com ácido gálico e ácido tânico para fenólicos e taninos, respectivamente, com concentrações de 0, 45, 90, 135, 180 e 225 μL , utilizando como branco solução composta por água, folin ciocalteu e carbonato de sódio. A leitura foi realizada em espectrofotômetro (Agilent Technologies Cary 60 UV-Vis) a 765 nm para fenólicos e 725 nm para taninos. O extrato para efetuar análise foi feito com 1 g de amostra e 50 mL de água destilada filtrado após 30 min de repouso, sendo esse extrato diluído até que a leitura fosse compatível com os dados da curva.

2.6.5 Atividade antimicrobiana

Realizada análise de atividade antimicrobiana com base na difusão em disco e na determinação da concentração inibitória mínima (CIM), realizados conforme metodologia estabelecida por Nunes (2011) com as adaptações necessárias no extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca.

2.7 Obtenção do extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca

Para o preparo da solução extrativa hidroalcoólica, foi adicionado álcool 70% a farinha do córtex da raiz da mandioca numa proporção de 1:10 (farinha:solvente), com uma temperatura de extração de 50 °C por 60 min sob agitação mecânica com auxílio de um extrator encamisado e um banho de aquecimento com temperatura controlada (Fernandes *et al.*, 2014). Em seguida o extrato foi filtrado em filtro de porcelana com o auxílio de um papel de filtro, sem vácuo. Após esse processo, o extrato obtido foi conservado em incubadora BOD em temperatura de refrigeração (4 °C), e acondicionado em recipiente âmbar.⁴

Em seguida, o extrato hidroalcoólico foi submetido a um evaporador rotativo para a eliminação total do solvente, sob vácuo a temperatura máxima de 50 °C, até atingir o teor de sólidos de 10%. Após esse processo, o extrato obtido foi conservado em incubadora BOD em temperatura de refrigeração (4 °C), e acondicionado em recipiente âmbar para as posteriores análises de compostos bioativos (conforme item 2.6.3 e 2.6.4) e atividade antimicrobiana (conforme item 2.6.5).

2.8 Obtenção do filme

O biofilme foi preparado conforme metodologia de Estrada-Girón et al. (2020) com adaptações. Onde foram realizadas formulações com diferentes concentrações de pectina, glicerol e volumes de extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca, mas com volume fixo de fundição (100 mL de água deionizada), de acordo com um design experimental. Os níveis (Tabela 1) foram estabelecidos após testes preliminares, com base nos aspectos visuais esperados para o filme, sendo um planejamento executado para pectina aquosa e outro para pectina ácida, mantendo os níveis para observação das variações dependentes obtidas nos resultados. Para obtenção dos filmes foi realizada a adição da pectina do córtex da raiz da mandioca, glicerol e extrato concentrado do córtex na água sob agitação constante em agitador de bancada (TMA, modelo 10CE), a mistura ficou a 70 °C por 25-35 min e em seguida foram dispersas em bandejas de silicone e levadas à estufa (Fanen, Modelo 315SE) a 35 °C por 24 h, sendo armazenadas em seguida em recipientes plásticos com vedação. As variáveis de resposta foram solubilidade, permeabilidade ao vapor de água, atividade antimicrobiana e as características mecânicas de resistência a tração e alongamento de ruptura.

Tabela 1 - Níveis estudados no planejamento experimental

Variáveis independentes	-1	0	+1
Pectina (g)	3,0	4,0	5,0
Extrato concentrado do córtex (g)	0,4	0,6	0,8
Glicerol (g)	0,5	0,75	1,0

2.9 Caracterização dos filmes

2.9.1 Solubilidade

A solubilidade do biofilme em água foi testada de acordo com a metodologia descrita por Jiang *et al.* (2016). Pequenos pedaços de biofilmes (0,5-1,0 g) e papéis de filtro foram secos a 105 °C por 3 h e então pesados com precisão para determinar a massa seca inicial do biofilme e do papel de filtro. Cada amostra de biofilme foi incubada em 10 mL de água destilada a 25 °C por 24 horas, sendo então filtrado com o papel de filtro correspondente. O material não dissolvido juntamente com o papel de filtro foi seco a 105 °C durante 3 horas e depois pesados. A solubilidade foi calculada como a proporção em massa do material dissolvido em relação a

massa inicial da amostra. A solubilidade do filme em água foi calculada conforme a Equação 2.

$$Sol (\%) = \frac{dm1-dm2}{dm1} \times 100 \quad (2)$$

Em que: $dm1$ é o peso seco inicial; $dm2$ é o peso seco final.

2.9.2 Permeabilidade do vapor de água

A permeabilidade ao vapor de água (WVP) dos biofilmes foi medida gravimetricamente de acordo com ATSM E96/E96M-16 (ASTM, 2016), com adaptações. Biofilmes com 5cm de diâmetro foram colocados e selados com liga em recipientes de plástico contendo sílica gel. Os recipientes foram acondicionados em dessecador a 25 °C e 75% de umidade relativa proporcionada por solução saturada de NaCl. As amostras foram pesadas a cada 24 horas por sete dias e o cálculo realizado conforme Equação 3.

$$WVP (g \cdot m/m^2 \cdot h \cdot kPa) = \frac{\Delta W \cdot FT}{s \cdot \Delta p} \quad (3)$$

Em que: ΔW representa a perda de peso do tubo por hora (g/h) (isto é, o declive do comportamento linear); FT é a espessura do filme (mm); S representa a área do filme exposta (m^2) e Δp é a pressão de vapor diferencial no filme, $\Delta p = P \cdot (UR1 - UR2)$, sendo $UR1 - UR2$ a diferença de UR em ambos os lados do filmes e P a pressão de saturação a 25 °C (KPa).

2.9.3 Características mecânicas

Os filmes foram submetidos aos ensaios de resistência à tração, em triplicata, em texturômetro (Texture Analyser TA.XT.plus, Stable Micro Systems Ltd., Vienna Court, UK). Para o teste de resistência à tração as amostras foram cortadas com 6,5 (cm) de comprimento e 3 (cm) de largura, seguindo o método padrão ASTM D-882-12 (ASTM, 2012). O programa texture expert foi utilizado na calibração do equipamento para a distância de retorno do teste de 20 mm. As amostras foram tracionadas com velocidade de 0,21 mm/s, utilizando-se no equipamento uma célula de carga com capacidade de 500 N. Analisaram-se a tensão de ruptura, alongamento de ruptura, ductilidade, tenacidade e o módulo de elasticidade.

2.9.4 Espessura

A espessura dos filmes foi determinada utilizando-se um micrômetro digital (MITUTOYO Co., Modelo IP-65) com uma precisão de 0,001 mm, foi realizado o cálculo da média aritmética de cinco medidas aleatórias sobre a área do filme. Essa medida foi realizada depois do período de acondicionamento dos filmes (Bertan *et al.*, 2008).

2.9.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A morfologia das partículas foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com um TESCAN VEGA 3, operado a 5 kV e com ampliações variando de 250x a 1000x. As imagens de MEV foram analisadas em triplicata usando ImageJ para determinação do tamanho e forma das partículas.

2.9.6 Análise colorimétrica

Os parâmetros de cor foram determinados por leitura direta nos biofilmes utilizando-se um colorímetro portátil (FRU, Modelo WR-10QC). O instrumento, equipado com iluminante D65/10, conforme instruções do fabricante. Os parâmetros determinados foram: L* que fornece a luminosidade, variando do branco (L=100) ao preto (L=0); a* que caracteriza a coloração na região do verde (-a*) para a cor vermelha (+a*) e b* que indica a coloração no intervalo da cor azul (-b*) para a cor amarela (+b*) (Ferreira, 1981).

2.9.7 Atividade antimicrobiana

Foi realizada a análise de atividade antimicrobiana também do extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca e dos biofilmes com base na difusão em disco e na determinação da concentração inibitória mínima (CIM), realizados conforme metodologia estabelecida por Nunes (2011) com as adaptações necessárias as amostras.

2.10 Análise estatística

Os dados das caracterizações foram submetidos ao delineamento inteiramente casualizado e as médias comparadas pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade, utilizando-se o programa Assistat, versão 7.6 beta. O *software* Statistica 7.0 foi utilizado no tratamento dos dados dos planejamentos experimentais, com o intuito de observar o efeito das variáveis independentes sobre as variáveis dependentes.

3 Resultados e discussão

3.1 Caracterização da pectina extraída do córtex da raiz da mandioca seca em leite de jorro

Na Tabela 2 observa-se a caracterização das pectinas em pó, das extrações aquosa e ácida, obtidas por meio de secagem em leite de jorro. A caracterização das pectinas foi realizada com o intuito de analisar qual solvente é capaz de obter a melhor pectina para ser utilizada na produção do filme, além de observar a viabilidade do processo de secagem.

Tabela 2 - Caracterização das pectinas em pó, extraídas em meio aquoso e meio ácido e secas em em leite de jorro

Parâmetro	H2O	HCl
Grau de esterificação (%)	66,667 ± 0,524	16,667 ± 0,125
Atividade de água	0,075 ± 0,001	0,073 ± 0,001
pH	5,225 ± 0,128	2,09 ± 0,110
Acidez	0,352 ± 0,070	1,223 ± 0,120
Pectina (g de pectato de cálcio/100 g)	17,489 ± 0,001	18,247 ± 0,002
Fenólicos totais (mg/100 g)	111,590 ± 4,157	15,278 ± 2,891
Taninos totais (mg/100 g)	760,718 ± 2,079	125,000 ± 16,570
Antocianinas totais (mg/100 g)	0,339 ± 0,063	0,888 ± 0,052
Flavonoides totais (mg/100 g)	0,894 ± 0,011	0,520 ± 0,038
Atividade antimicrobiana (mm)	17,195 ± 0,171	10,645 ± 0,355

Média ±Desvio Padrão

Por corresponder ao número de grupos metil substituindo o ácido carboxílico COOH na cadeia galacturônica, o grau de esterificação é um dado útil e de fundamental importância para diferenciar o tipo de pectina, onde a pectina com grau de esterificação inferior a 50% é referida como pectina com baixo teor de metoxila, enquanto acima de 50% é pectina com alto teor de metoxila, além disso, o grau de esterificação influencia na estrutura, interação e nas propriedades da pectina (Muhoza *et al.*, 2019). No presente estudo pode-se observar dois tipos de pectinas oriundos da mesma fonte extratora, o córtex da raiz da mandioca, sendo mudado apenas o solvente de extração. Onde, a pectina extraída em meio aquoso apresentou perfil de alta metoxilação e a pectina extraída em solução de ácido clorídrico baixa metoxilação. Uma

característica das pectinas com perfil de alto grau de esterificação é que elas produzem géis mais viscosos, sendo seu uso favorável a produção de biofilmes para embalagens de alimentos (Dranca *et al.*, 2020).

Pode-se observar que a atividade de água encontrada em ambas as pectinas foi muito baixa (0,075 para a pectina aquosa e 0,073 para a pectina ácida), favorecendo a estabilização das zonas de junção das mesmas, característica essa que facilita e promove reações hidrofóbicas na formação de géis (Lara-Espinoza *et al.*, 2018). Além de garantir uma conservação mais efetiva por se tratar de um alimento em pó com água fortemente ligada na sua composição, característica de produtos com atividade de água entre 0 e 0,20, assegurando um produto fisicamente estável e menos propenso a sofrer reações químicas e microbiológicas desfavoráveis (Juarex-Enriquez *et al.*, 2019).

Os valores de pH e acidez mostram que as pectinas obtidas possuem perfil ácido, sendo a pectina extraída com ácido clorídrico mais forte. Mas, independentemente da solução aplicada no protocolo de extração, o pH e a acidez, desempenham um papel essencial na influência das características e funções de polissacarídeos como a pectina, podendo designar funções distintas para a sua utilização (Bai *et al.*, 2020).

Na literatura não são encontrados dados de referência de pectina do córtex da raiz da mandioca para fins comparativos. Mas, é de conhecimento que fatores como temperatura, tempo, pH, variedade da fonte e o próprio manuseio podem influenciar na quantificação do teor de pectina nas pectinas (Ropartz; Ralet, 2020).

Como os polissacarídeos de produtos naturais podem possuir amplos efeitos terapêuticos benéficos e promotores da saúde, também é de grande interesse explorar outras funcionalidades da pectina, como os compostos bioativos com propriedades antioxidantes. Com essas funcionalidades, a aplicação da pectina em produtos alimentícios passa a ser vista como mais desejável e útil, proporcionando dupla funcionalidade. Contudo, são relatadas baixa atividade antioxidante da pectina cítrica convencional, sendo de interesse da indústria a busca por pectinas que carreguem consigo as propriedades bioativas da fonte extratora (Buathongjan *et al.*, 2020; Senit *et al.*, 2019).

Assim, as pectinas extraídas no presente estudo possuem valores quantificados de fenólicos, taninos, antocianinas e flavonoides de grande valia, por se tratar de um material que foi submetido a processos extrativos seguido de um processo de secagem, garantindo assim sua provável transferência a produtos ao qual possa ser aplicada essas pectinas. Um ponto importante a ser observado foi que a pectina aquosa obteve maiores valores, sendo possível constatar que a pectina extraída com a solução ácida degradou mais os compostos bioativos

presentes durante o processo extrativo e de secagem, sendo esse um comportamento não desejado, afinal, como dito anteriormente, busca-se uma pectina de dupla funcionalidade.

O crescimento bacteriano ativo oriundo de uma boa atividade antimicrobiana, não é um pré-requisito para a pectina atuar como um polissacarídeo, contudo, é um ponto fundamental para a pectina incorporar características funcionais em um produto, como em um filme biodegradável, levando em consideração que o mesmo poderia transferir essas propriedades ao produto ao qual viesse a ter contato ou atuar como filme inteligente indicador microbiológico para controle de qualidade de diversos produtos (Ciriminna *et al.*, 2020; Giusto *et al.*, 2018).

De modo geral, ao analisar as pectinas em pó obtidas por meio de secagem em leito de jorro, tem-se destaque para pectina extraída com água, tendo em vista maiores teores de bioativos, maior atividade antimicrobiana e condições de perfil ácido e atividade de água adequados ao armazenamento. Além disso, é uma pectina totalmente extraída em água, sem adição de qualquer reagente químico de alto impacto (como ácidos minerais), traçando uma nova rota para a valorização deste subproduto, baseada em um método extrativo simples, com equipamento, velocidade, eficácia e eficiência ao alcance da reprodutibilidade de outros pesquisadores, além de ter parâmetros de escalabilidade e conformidade com os princípios de extração verde. Com base nisso, a aplicação da pectina extraída do córtex da raiz da mandioca do presente trabalho segue a partir deste ponto com a pectina aquosa.

3.2 Microscopia eletrônica de varredura da pectina em pó

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostram a morfologia da pectina em pó extraída do córtex da raiz da mandioca em meio aquoso e seca em leito de jorro, nas ampliações de 250x, 500x e 1000x, presentes nas Figuras 1a, 1b e 1c.

Na ampliação de 250x, observa-se que a pectina apresenta uma estrutura granular com partículas de tamanhos variados, indicando uma certa heterogeneidade na distribuição das partículas, a granularidade é característica de materiais poliméricos secos, que tendem a formar aglomerados durante o processo de secagem em leito de jorro, na ampliação de 500x, é possível notar com maior clareza a superfície rugosa das partículas de pectina, e as irregularidades na superfície podem estar relacionadas ao processo de secagem, que promove a formação de uma película rígida em torno das partículas, influenciando potencialmente suas propriedades de solubilidade e dispersão em matrizes aquosas. Na maior ampliação, de 1000x, a morfologia das partículas de pectina mostra uma textura mais detalhada, sendo possível visualizar fissuras e poros não vistos nas ampliações menores, sendo essas características importantes, pois a

presença de poros pode afetar a capacidade de hidratação da pectina e a sua interação com outros componentes em formulações de filmes biodegradáveis, além disso, a superfície rugosa e porosa pode favorecer a formação de redes poliméricas mais eficientes quando a pectina é reidratada e incorporada em matrizes de biopolímeros.

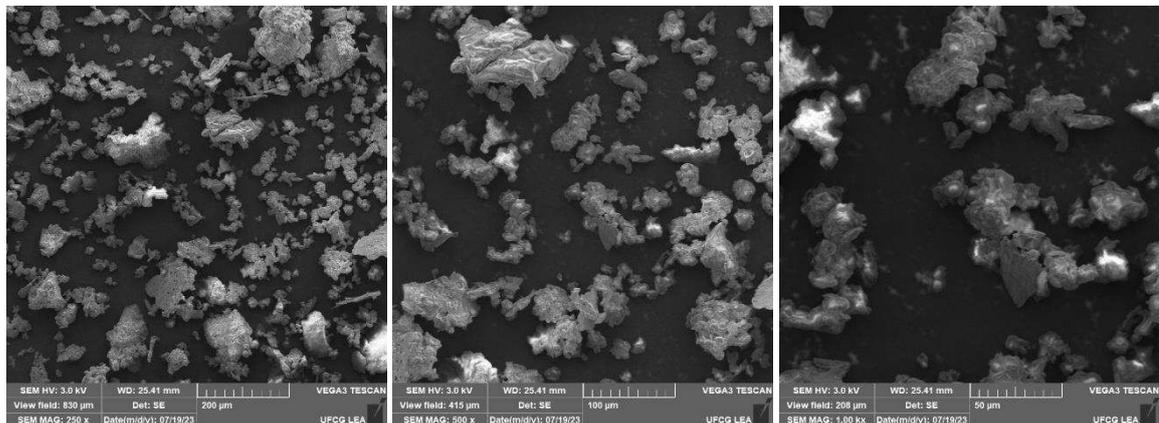


Figura 1 - Microscopia eletrônica de varredura da pectina extraída em meio aquoso e seca em leite de jorro: a) ampliação de 250x; b) ampliação de 500x; c) ampliação de 1000x

Ou seja, a pectina em pó extraída do córtex da raiz da mandioca, com água como solvente, e seca em leite de jorro apresenta no geral uma morfologia granular com partículas de superfície rugosa e porosa, características que são influenciadas pelo processo de secagem e que podem impactar suas propriedades funcionais em aplicações de filmes biodegradáveis.

Nas Figuras 2a, 2b e 2c estão as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para a pectina em pó extraída do córtex da raiz da mandioca em meio ácido e seca em leite de jorro, nas ampliações de 250x, 500x e 1000x, respectivamente.

Na ampliação de 250x, a pectina apresenta uma estrutura granular com partículas de tamanho relativamente uniforme, sendo possível observar sua homogeneidade sugerindo que o processo de extração em meio ácido pode ter resultado em uma desagregação mais eficiente das paredes celulares, levando a uma distribuição mais consistente das partículas, já na ampliação de 500x, é possível visualizar com mais precisão uma textura ligeiramente rugosa, mas com menos irregularidades comparadas à pectina extraída em meio aquoso, onde essa menor rugosidade pode ser atribuída ao efeito do ácido clorídrico, que promove uma hidrólise mais uniforme das cadeias poliméricas, resultando em partículas com superfícies mais suaves. Com a maior ampliação, de 1000x, a morfologia das partículas torna-se ainda mais detalhada, constatando uma estrutura porosa menos pronunciada do que a observada na pectina extraída em meio aquoso., com fissuras e poros menos evidentes, o que pode indicar uma maior

integridade estrutural das partículas de pectina extraídas em meio ácido, agregando uma característica que pode influenciar a solubilidade e a capacidade de formação de géis de pectina, sendo potencialmente benéfica para aplicações que requerem uma textura mais uniforme e menos porosa.

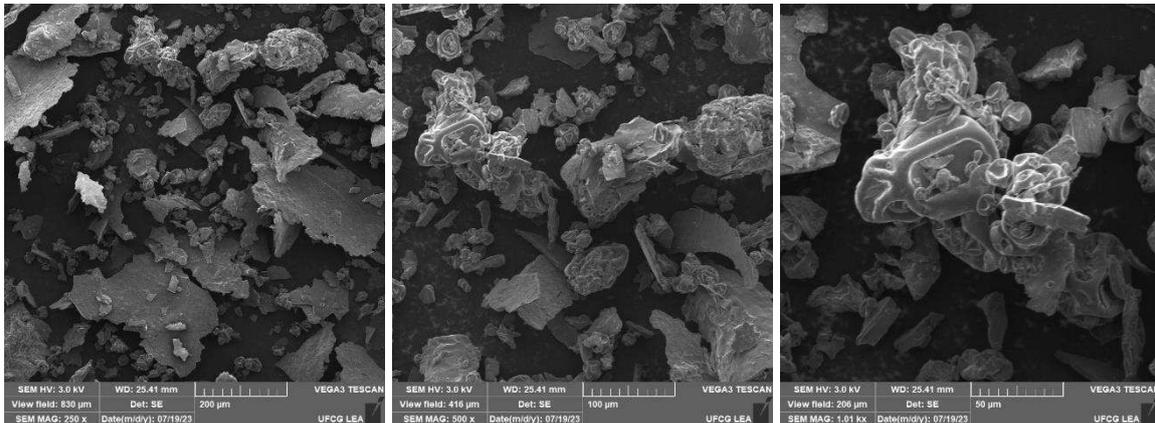


Figura 2 - Microscopia eletrônica de varredura da pectina extraída em meio ácido e seca em leito de jorro: a) ampliação de 250x; b) ampliação de 500x; c) ampliação de 1000x

Em resumo, a pectina em pó extraída do córtex da raiz da mandioca em meio ácido e seca em leito de jorro apresenta uma morfologia granular com partículas de tamanho uniforme e superfícies mais suaves e menos porosas, essas características são influenciadas pelo processo de extração em meio ácido, que promove uma desagregação mais eficiente e uma hidrólise uniforme, resultando em partículas com maior integridade estrutural e potencialmente melhores propriedades funcionais para uso em filmes biodegradáveis.

3.3 Caracterização do extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca

A Tabela 3 apresenta a caracterização do extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca, com compostos bioativos, incluindo fenólicos totais, taninos totais, antocianinas, flavonoides e a atividade antimicrobiana, fundamentais para as propriedades funcionais do filme biodegradável produzido.

Os compostos bioativos quantificados no extrato concentrado extraído do córtex da raiz da mandioca apresentaram valores significativos e podem desempenhar papéis importantes na composição e eficácia em filme biodegradável. Os fenólicos totais, com um valor de 2565,222 mg/100g, os taninos totais quantificados em 1956,225 mg/100g, as antocianinas em 10,563 mg/100g e os flavonoides quantificados em 41,452 mg/100g, conferem ao extrato propriedades

bioativas desejáveis no produto ao qual venha a ser utilizado. No presente estudo, o extrato concentrado foi extraído para aplicação em filme biodegradável, com o intuito de aumentar a preservação de alimentos que venham a ser embalados, retardando a oxidação lipídica e prolongando a vida útil dos produtos devido às suas propriedades antioxidantes, além de contribuir para a resistência do filme contra microrganismos deteriorantes (Rangaraj *et al.*, 2021; Almada *et al.*, 2022).

Tabela 3 – Caracterização dos bioativos e atividade antimicrobiana do extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca

Parâmetro	Quantificação
Fenólicos totais (mg/100 g)	2565,222 ± 5,452
Taninos totais (mg/100 g)	1956,225 ± 2,652
Antocianinas totais (mg/100 g)	10,563 ± 0,012
Flavonoides totais (mg/100 g)	41,452 ± 0,056
Atividade antimicrobiana (mm)	18,285 ± 0,002

Média ± Desvio Padrão

A atividade antimicrobiana do extrato, com um halo de inibição de 18,285 mm, destaca a provável eficácia do filme em inibir o crescimento de microrganismos, essencial para a conservação de alimentos (Alexandre *et al.*, 2019). Esses compostos atuam conferindo ao filme propriedades capazes de gerar uma alternativa promissora e sustentável para embalagens de alimentos.

Esses resultados evidenciam o potencial do extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca em fornecer uma barreira antimicrobiana eficaz e um perfil antioxidante quando incorporado em filmes biodegradáveis, contribuindo para a conservação de alimentos e aumentando a vida útil dos produtos embalados. Destaca-se a viabilidade do uso do extrato não apenas como um componente funcional, mas também como um agente ativo no desenvolvimento de embalagens sustentáveis e eficientes.

3.4 Ensaios de obtenção do filme a base de pectina extraída do córtex da raiz da mandioca

Na Tabela 4 é possível observar os resultados obtidos nos ensaios de produção e obtenção dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca, glicerol e extrato hidroalcolólico da raiz do córtex da mandioca, com níveis de quantificações estabelecidos por meio de planejamento do tipo delineamento experimental (DOE) com três variáveis independentes e três pontos centrais, resultando em 11 filmes.

A solubilidade em água desempenha um papel importante nos filmes biodegradáveis, sendo a sua caracterização uma propriedade muito importante para compreender o comportamento dos filmes quando em contacto com a água (Bhuimbar *et al.*, 2019; Luo *et al.*, 2022). A solubilidade do filme depende do tipo e concentração dos compostos e dos seus índices de hidrofiliicidade e hidrofobicidade, sendo a pectina, utilizada como base, um coloide de caráter hidrofílico, ou seja, possui propriedades de envolver grandes quantidades de água produzindo soluções viscosas (Brasil, 2014). Quanto mais hidrofílicos os compostos mais tendem a aumentar o valor da solubilidade e consequente capacidade de ruptura dos filmes, com isso, os resultados obtidos nos ensaios de elaboração dos filmes, que variaram de 13,323% (ensaio 4) a 23,547% (ensaio 7), foram menores quando adicionado maiores teores de pectina e maiores quando menores teores de pectina, sendo possível constatar que a pectina oriunda do córtex da raiz da mandioca possui baixa hidrofiliicidade, reduzindo assim a propriedade de envolver grandes quantidades de água.

Tabela 4 - Resultados obtidos nos ensaios na obtenção dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca

Exp.	S (%)	WVP (g.m/m ² .h.kPa)	TS (N)	E (Mpa)	AA (mm)
1	15,805	0,000201	6,731	0,7160	23,355
2	14,244	0,000696	32,450	6,8885	21,815
3	15,218	0,000663	8,992	1,7984	23,33
4	13,323	0,000489	8,480	1,5419	25,565
5	20,641	0,00027	8,426	2,1065	26,405
6	15,329	0,000582	14,148	2,6948	34,675
7	23,547	0,00043	7,238	1,3786	24,745
8	13,857	0,00029	8,193	1,5606	29,35
9	15,826	0,000445	5,349	0,9726	26,615
10	13,949	0,000294	7,394	1,4083	25,975
11	16,124	0,000309	6,735	1,3154	23,89

S: Solubilidade; WVP: Permeabilidade ao vapor de água; TS: Resistência a tração; E: Alongamento de ruptura; AA: Atividade antimicrobiana.

A permeabilidade ao vapor de água (WVP) apresentou valores variando de 0,000201 g.m/m².h.kPa (ensaio 1) a 0,000696 g.m/m².h.kPa (ensaio 2), sendo possível observar que não é necessária a utilização de teores elevados de pectina para garantir menores quantificações de WVP. Isso se justifica pelo fato de que filmes a base de pectina podem ser usados como carreadores de compostos e como barreira ao fluxo de gás e umidade, com o intuito de prolongar a vida útil e preservar a qualidade dos produtos alimentares ao qual venha a ter contato como em embalagem, mantendo características hidrofílicas e elevada WVP (Salazar *et al.*, 2019).

As propriedades mecânicas resistência a tração (TS) e alongamento de ruptura (E) variaram de 5,349 N (ensaio 9) a 32,450 N (ensaio 2) e de 0,7160 Mpa (ensaio 1) a 6,8885 Mpa (ensaio 2), respectivamente. Verificou-se que os filmes que apresentaram maiores TS e E foram os que foram produzidos com maiores teores de pectina. Esse comportamento é devido ao aumento da interação entre polímeros dentro da matriz dos filmes levando uma estrutura de filme mais compacta (Suderman; Isa; Sarbon, 2018; Ren; Qiang; Chen, 2022). Essas propriedades mecânicas são significativamente afetadas por ligações de redes intra e intermoleculares, concentração de componentes, constituintes do filme e método de preparação, assim, o aumento dessas variáveis está diretamente relacionado ao aumento das interações intermoleculares causando menor mobilidade das moléculas dentro da matriz do filme, criando assim menos espaço para o deslizamento das cadeias de polímero (Sood; Saini, 2022). Ou seja, é possível verificar que a adição de pectina causou aumento da compactação da estrutura dos filmes.

Filmes à base de biopolímeros, bem como substâncias naturais que possuem propriedades antimicrobianas e antioxidantes, como extratos e algumas fontes naturais de pectina (Nastasi *et al.*, 2022), assim, a libertação destes compostos antimicrobianos a partir de filmes de polissacarídeos depende principalmente de processos induzidos por inchaço, quando os filmes são colocados em um meio compatível (no presente estudo, com água). Com isso, este entra na matriz polissacarídica, fazendo com que o filme inche, onde, por sua vez, o coeficiente de difusão das substâncias dentro dos filmes aumenta, e estas ficam mais propensas a se difundirem para fora (Ngo *et al.*, 2020; Piacenza *et al.*, 2022).

O transporte de agentes antimicrobianos em sistemas de embalagem é mais eficaz do que a aplicação de substâncias antimicrobianas diretamente nos alimentos, devido à migração contínua de substâncias ativas para os alimentos e, portanto, permanecer em alta concentração

por um período prolongado de tempo, logo, filmes que podem controlar a contaminação reduzindo a taxa de crescimento microbiano, estendendo a fase de latência do microrganismo alvo ou inativando microrganismos por contato direto são fundamentais (Nisar *et al.*, 2018; Jovanović *et al.*, 2021).

Com base nos dados obtidos é possível constatar que a pectina do córtex da raiz da mandioca extraída em meio aquoso e seca em leite de jorro tem grande potencial para formar filmes comestíveis com altas propriedades de barreira e razoável resistência mecânica, logo, filmes comestíveis desenvolvido a partir da pectina possuem propriedades mecânicas adequadas e capacidade de formação de gel.

3.5 Coeficientes de regressão

Na Tabela 5 os coeficientes de regressão para os valores reais são observados para as variáveis dependentes estudadas, além do coeficiente de regressão (R^2) e o valor para o teste f.

Tabela 5 - Coeficientes de regressão obtidos para as variáveis dependentes estudadas na obtenção dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca

Coeficiente	Sol (%)	WVP (g.m/m ² .h.kPa)	TS (N)	E (Mpa)	AA (mm)
β_0	16,163	0,000425	10,37597	2,03471	25,974
β_1	-4,614	NS	7,97120	1,67158	NS
β_2	NS	NS	-7,21270	-1,53160	NS
β_3	3,696	NS	-4,66200	-0,80108	5,277
β_4	NS	-0,000281	-7,74925	-1,70883	NS
β_5	NS	NS	-4,63245	-1,28640	NS
β_6	NS	NS	3,64120	NS	NS
R^2	91,922	0,84784	0,79189	0,74604	0,90442
F	NS	NS	36,366	34,130	NS

Sol: Solubilidade; WVP: Permeabilidade ao vapor de água; TS: Resistência a tração; E: Alongamento de ruptura; AA: Atividade antimicrobiana; β_0 : Média; β_1 : Pectina; β_2 : Glicerol; β_3 : Extrato concentrado; β_4 : Interação pectina e glicerol; β_5 : Interação pectina e extrato concentrado; β_6 : Interação glicerol e extrato concentrado; R^2 : Coeficiente de determinação; F: Valor calculado para teste F.

A solubilidade apresentou efeito significativo nos coeficientes β_1 e β_3 que correspondem ao teor de pectina e ao teor de extrato concentrado, respectivamente. O teor de pectina apresentou efeito negativo, ou seja, ao elevar o nível da variável citada é observado uma redução da solubilidade na média geral, já o teor de extrato concentrado teve efeito positivo, aumentando

a média ao aumentar a quantidade de extrato no filme. Por se tratar de um polissacarídeo com alta capacidade de formar gel, a pectina tende a reduzir a solubilidade do filme ao aumentar sua concentração, devido a formação de gel mais denso e com maiores interações intermoleculares, capazes de estabilizar a matriz polimérica (Said; Olawuyi; Lee, 2023). Em contrapartida, o extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca possui fitoquímicos na sua composição, levando a percepção de uma geração de interferência na estrutura da rede polimérica, além de ser composto por uma base aquosa que pode levar a um aumento da afinidade do filme por água, elevando sua solubilidade ao ser adicionado (Rawat; Ahuja, 2022).

Já a variável permeabilidade ao vapor de água teve efeito significativo apenas na interação pectina e glicerol, β_4 , sendo observado que ao elevar os teores de pectina e glicerol há uma redução na média geral desta variável. Este comportamento pode ser explicado pela plasticização promovida pelo glicerol combinado com a pectina, sendo capazes de aumentar a flexibilidade e compactação da estrutura do filme, reduzindo microvazios que facilitariam a passagem do vapor de água (Gouveia *et al.*, 2019). Além disso, o glicerol ao atuar como agente plastificante aumenta as interações intermoleculares, gerando maior densidade e homogeneidade da matriz que diminuem a permeabilidade ao vapor d'água, tornando a estrutura mais resistente à difusão do vapor (Bem; Samdusin; Yhaya, 2022). Portanto, a combinação de altos teores de pectina e glicerol mostra-se uma estratégia eficaz para a redução da WVP em filmes biodegradáveis, indicando que a interação entre esses componentes é crucial para a formação de uma barreira eficiente.

Na resistência a tração (TS) os coeficientes β_1 (pectina) e β_6 (interação extrato e glicerol) apresentaram efeito positivo, havendo aumento da média ao elevar essas variáveis, sozinhas como a pectina ou em conjunto como a interação extrato e glicerol. Quanto a pectina, devido a sua alta capacidade de absorção de água, ocorre uma melhora na integridade estrutural do filme, resultando em uma matriz mais uniforme e resistente (Ren; Qiang; Chen, 2022). Já em relação a interação entre o extrato concentrado e o glicerol observa-se um equilíbrio, onde o glicerol aumenta a flexibilidade (Paudel; Regmi Janaswamy, 2023) enquanto os compostos do extrato reforçam a estrutura do filme, criando uma matriz mais homogênea e coesa (Rosa *et al.*, 2020). Com isso, observa-se uma combinação de efeitos que resultam em uma distribuição uniforme das tensões, melhorando a resistência à tração, que é um parâmetro crucial na avaliação de filmes biodegradáveis, pois reflete na sua capacidade de resistir a forças de alongamento sem se romper (Chen *et al.*, 2021).

Quanto ao alongamento de ruptura (E), apenas o teor de pectina teve efeito positivo, resultando em aumento do alongamento ao elevar os níveis de pectina na matriz de composição

do filme. Esse efeito pode ser atribuído à flexibilidade intrínseca da pectina, que contribui para uma estrutura polimérica mais extensível e elástica (Pierce *et al.*, 2022). Uma maior homogeneidade na matriz do filme resulta em uma distribuição mais uniforme das tensões, reduzindo a probabilidade de fissuras e permitindo um alongamento mais significativo. Estes resultados apresentados destacam o potencial do uso da pectina do córtex da mandioca e sua interação com outros componentes para desenvolver filmes biodegradáveis com propriedades mecânicas pertinentes a sua aplicabilidade, sugerindo que estratégias que aumentem o teor de pectina e otimizem a interação com extratos vegetais e plastificantes são eficazes para aprimorar tanto a TS quanto o E.

A atividade antimicrobiana (AA) teve efeito significativo apenas para a variável extrato concentrado, com efeito positivo. O extrato concentrado, rico em compostos bioativos, possui propriedades antimicrobianas que inibem o crescimento de microrganismos, sua incorporação na matriz do filme contribuiu para a criação de uma barreira ativa, potencializando a aplicação dos filmes biodegradáveis em embalagens alimentícias, onde a prevenção de contaminação microbiana é crucial (Motelica *et al.*, 2020). Portanto, a adição de extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca não apenas melhora a atividade antimicrobiana dos filmes, mas também amplia suas funcionalidades, tornando-os mais eficazes para a conservação e segurança dos produtos embalados.

3.6 Superfícies de resposta

As superfícies de resposta apresentadas a seguir, nas Figuras 3 (a, b, c) e 4 (a, b, c), ilustram a variação da resistência a tração e do alongamento de ruptura dos filmes biodegradáveis em função das diferentes concentrações de pectina, extrato concentrado e glicerol. Segundo Chelladurai *et al.* (2021) a análise dessas superfícies permite identificar a influência de cada componente e suas interações, com o intuito de otimizar e compreender esses efeitos, sendo fundamental para otimizar a formulação de filmes, visando melhorar suas propriedades mecânicas e ampliar suas aplicações práticas.

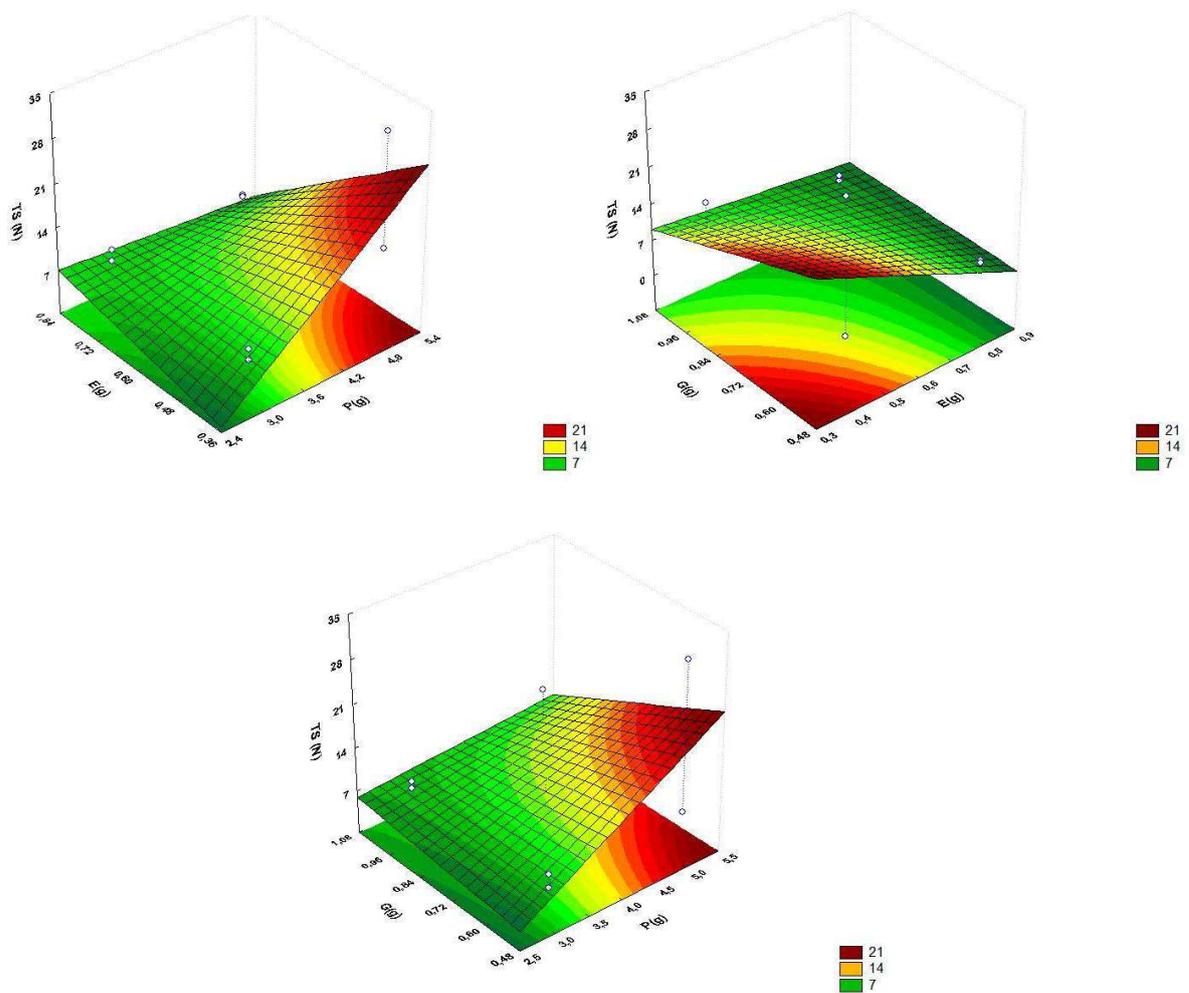


Figura 3 - Superfície de resposta da resistência a tração: a) teor de pectina e teor de extrato; b) teor de extrato e teor de glicerol; c) teor de pectina e teor de glicerol

Nas superfícies de resposta apresentadas nas Figuras 3a, 3b e 3c, verifica-se que a resistência à tração aumenta com o aumento do teor de pectina, enquanto o aumento do teor de extrato e glicerol parece ter um efeito menos evidente. Nas Figuras 3a e 3c, as maiores resistências a tração estão associadas a altos níveis de pectina e baixos níveis de extrato e glicerol. Enquanto na Figura 3b, a variação é similar, reforçando a tendência observada.

Com base nisso, a ferramenta das superfícies de resposta permite avaliar a robustez dos filmes, mostrando regiões de alta resistência à tração em diferentes combinações de componentes, o que indica que os filmes mantêm suas propriedades mecânicas mesmo com variações nos níveis dos componentes, um aspecto necessário para a produção em larga escala.

As superfícies de resposta apresentadas nas Figuras 4a, 4b e 4c ilustram que, ao alterar as concentrações das variáveis, há uma resposta significativa no comportamento mecânico dos filmes. Onde, na Figura 4a, nota-se que o aumento na concentração de pectina está associado a um aumento no alongamento de ruptura, enquanto a variação do extrato apresenta um efeito

menos significativo, sugerindo que a pectina desempenha um papel crucial na flexibilidade do filme, promovendo maior extensão antes da ruptura.

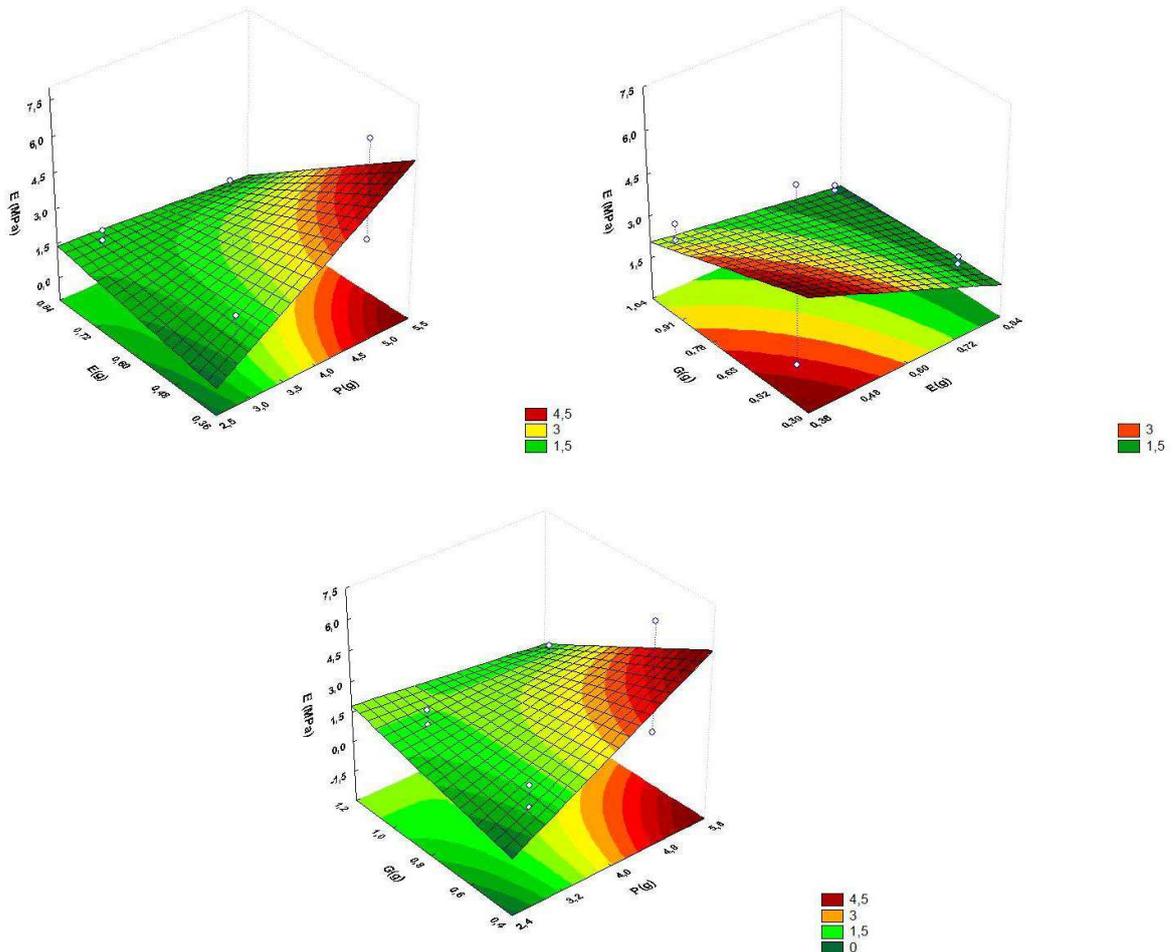


Figura 4 - Superfície de resposta do alongamento de ruptura: a) teor de pectina e teor de extrato; b) teor de extrato e teor de glicerol; c) teor de pectina e teor de glicerol

Na Figura 4b, observa-se a interação entre extrato e glicerol, sendo possível identificar que o aumento na concentração de glicerol tende a melhorar o alongamento de ruptura, especialmente quando combinado com níveis mais elevados de extrato, ou seja, o glicerol ao atuar como plastificante proporciona maior maleabilidade ao filme, facilitando a sua deformação. Já na Figura 4c, representando a interação entre pectina e glicerol, confirma que a combinação de altos níveis de pectina e glicerol resulta em um alongamento de ruptura significativamente maior, evidenciando a correlação entre esses componentes e sugerindo que a matriz polimérica formada por essas substâncias é mais coesa e resistente a fraturas.

3.7 Desejabilidade

A análise da desejabilidade do planejamento experimental, utilizada para otimizar o processo de produção dos filmes biodegradáveis de pectina é uma ferramenta capaz de converter cada resposta prevista em uma função de desejabilidade individual e geral, alinhando-se às prioridades e objetivos. No contexto deste estudo, a desejabilidade permite identificar os níveis ideais dos componentes (pectina, extrato e glicerol) para maximizar as propriedades desejadas dos filmes.

Na Figura 5 observa-se que a desejabilidade é mais elevada em determinados intervalos de pectina, extrato e glicerol, sugerindo que esses parâmetros devem ser ajustados cuidadosamente para alcançar a performance ótima do filme biodegradável, sendo uma ferramenta crucial para definir os parâmetros ideais e garantir uma produção eficiente e eficaz, resultando em filmes com excelente qualidade mecânica e potencial aplicação em embalagens sustentáveis.

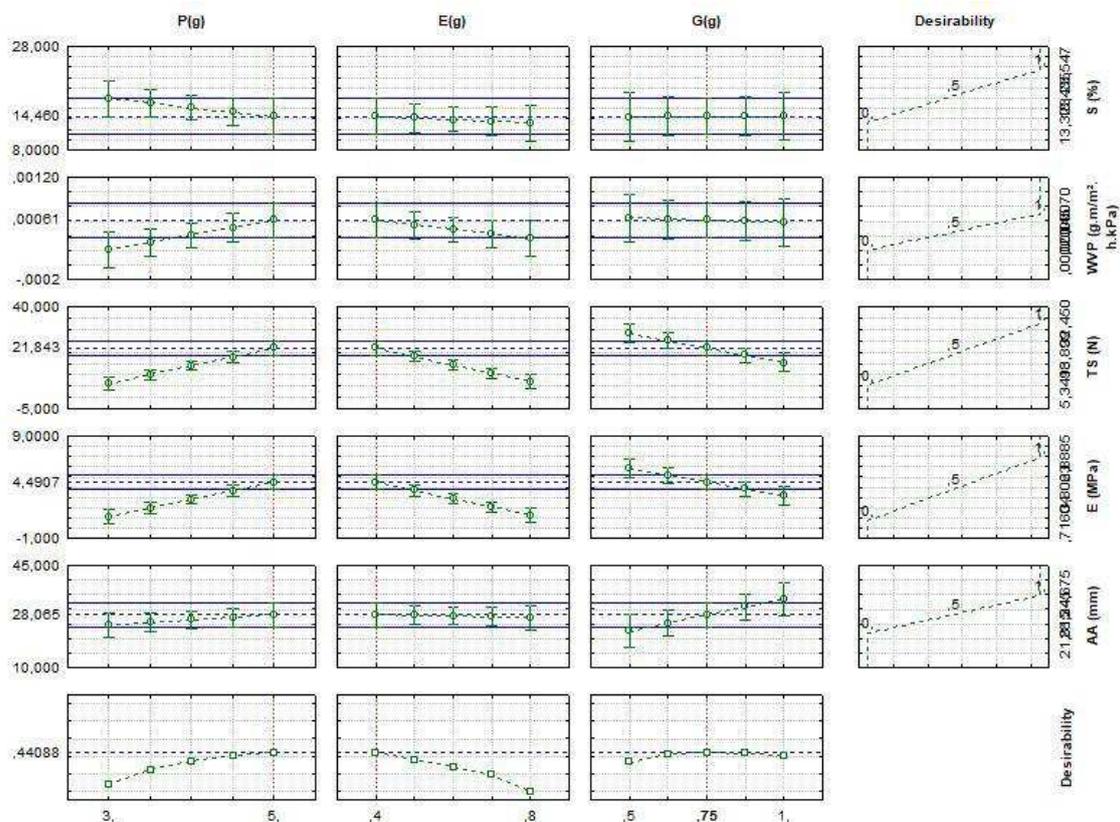


Figura 5 - Perfil da desejabilidade obtida

Os valores desejados são 5 g de pectina, 0,4 g de extrato e 0,75 g de glicerol, não resultando em um experimento em específico, pois o nível de glicerol desejado para níveis relevantes foi o do ponto central, contudo, ao observar a Figura 5 é possível constatar que os níveis de glicerol não trazem alterações fora da zona de significância, estando os três níveis estudados praticamente alinhados, resultando assim nos experimento 2 (com 0,5 g de glicerol) ou 6 (com 1,0 g de glicerol), mas a nível industrial é mais cabível buscar um menor gasto de insumos, ou seja, um menor nível de glicerol na produção do filme desejado.

3.8 Propriedades óticas dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca

A Tabela 6 apresenta as propriedades óticas de coloração dos filmes à base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca, sendo esse um parâmetro crítico, pois influencia diretamente na sua aplicação como embalagem, sendo importantes para a aceitação do produto pelos consumidores.

Tabela 6 - Propriedades óticas de coloração dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca

Exp.	L*	a*	b*
1	62,627 ± 0,021abc	8,85 ± 0,122a	21,18 ± 0,435abc
2	67,640 ± 0,809ab	8,07 ± 0,06a	19,693 ± 0,159cd
3	68,573 ± 2,751a	6,796 ± 0,983a	18,226 ± 1,403d
4	67,393 ± 5,586ab	7,463 ± 1,142a	21,223 ± 1,665abc
5	64,646 ± 0,968abc	8,45 ± 0,363a	21,176 ± 0,535abc
6	58,343 ± 0,537c	11,343 ± 0,197a	23,543 ± 0,436a
7	65,496 ± 0,081abc	8,686 ± 0,02a	21,14 ± 0,582bc
8	65,876 ± 0,434abc	8,98 ± 0,280a	21,53 ± 0,867abc
9	58,810 ± 0,353c	10,596 ± 1,785a	21,406 ± 0,587abc
10	60,226 ± 0,132bc	10,096 ± 0,295a	22,566 ± 0,720ab
11	63,536 ± 0,445abc	10,283 ± 0,331a	23,143 ± 0,170ab

Média ±Desvio Padrão. Resultados com as mesmas letras nas mesmas colunas não são estatisticamente diferentes ($p > 0,05$), segundo testes de Tukey a 5% de significância.

A luminosidade (L*) dos filmes, a amostra 6 apresentou menor valor (58,343) sendo composto por maior teor de pectina (5 g), menor teor de extrato (0,4 g) e maior de glicerol (1 g), já a amostra 3 apresentou maior valor de luminosidade (68,573), com condições contrárias,

ou seja, menor nível de pectina (3 g), maior de extrato (0,8 g) e menor de glicerol (0,5 g). Esses resultados indicam que a luminosidade dos filmes biodegradáveis é influenciada pela composição. A maior quantidade de pectina na amostra 6, associada à menor quantidade de extrato, pode resultar em uma matriz mais opaca, reduzindo a luminosidade, enquanto a amostra 3, com menor teor de pectina e maior teor de extrato, apresenta maior luminosidade, possivelmente devido à clareza intrínseca do extrato e à menor densidade da matriz polimérica, além disso, a menor quantidade de glicerol pode contribuir para uma estrutura menos densa e mais transparente, aumentando a luminosidade. Portanto, a composição específica de pectina, extrato e glicerol é determinante para a luminosidade dos filmes, influenciando suas propriedades óticas e, conseqüentemente, suas possíveis aplicações.

Ao relacionar a luminosidade (L^*) dos filmes com suas possíveis aplicabilidades, observa-se que filmes com alta luminosidade tendem a ser mais claros e transparentes, o que é desejável em muitas aplicações de embalagens, pois permite a visualização do produto. Essa característica de transparência é particularmente importante em embalagens de alimentos frescos, onde a visibilidade do conteúdo é um fator de qualidade (Nogueira; Martins, 2019). Contudo, filmes com menor luminosidade podem bloquear mais a luz, oferecendo proteção contra a degradação foto-oxidativa de produtos sensíveis à luz (Rodrigues et al., 2024), como certos alimentos e produtos farmacêuticos. Portanto, a luminosidade de filmes biodegradáveis desempenha um papel fundamental na estética, funcionalidade e na proteção dos produtos, além de influenciar diretamente na aceitação do consumidor e na eficácia da embalagem na preservação e apresentação do conteúdo.

Assim como na luminosidade os experimentos 3 e 6 apresentaram extremos de valores nos parâmetros $+a^*$ e $+b^*$, sendo ligados as cores vermelha e amarela, respectivamente (Yao ; Fostier; Santos, 2020). Isso sugere que a composição dos filmes, variando em termos de teor de pectina, extrato concentrado e glicerol, influencia significativamente na coloração dos biofilmes. A amostra 3, com menor teor de pectina e maior teor de extrato, apresentou os maiores valores de $+a^*$ e $+b^*$, indicando uma coloração mais intensa nas tonalidades vermelha e amarela; já a amostra 6, com maior teor de pectina e menor teor de extrato, apresentou os menores valores de $+a^*$ e $+b^*$, resultando em uma coloração menos intensa. Essas variações na coloração podem ser atribuídas às interações entre os componentes da matriz do filme, afetando a distribuição e a intensidade das cores percebidas. Como já citado anteriormente, entender o comportamento colorimétrico de filmes biodegradáveis é crucial para aplicações onde a estética e a percepção visual dos filmes são importantes, como em embalagens de alimentos, onde a cor pode influenciar a atratividade e a aceitação do produto pelo consumidor.

3.9 Propriedades mecânicas dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca

A Tabela 7 apresenta as propriedades mecânicas dos filmes à base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca. A avaliação dessas propriedades é essencial para entender como a composição dos filmes, incluindo diferentes concentrações de pectina, extrato concentrado e glicerol, afeta seu desempenho. Tais características mecânicas são determinantes para a aplicação prática dos filmes em embalagens e outros usos, como sua integridade estrutural e a capacidade de resistir a tensões mecânicas.

Tabela 7 - Propriedades mecânicas dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca

Exp.	L (mm)	D (%)	T (MPa)	ME (%)
1	0,16 ± 0,01b	18,608 ± 2,752abc	0,222 ± 0,002ab	36,561 ± 1,043b
2	0,22 ± 0,01a	2,676 ± 0,936d	0,137 ± 0,011b	527,13 ± 1,177a
3	0,21 ± 0,01ab	19,575 ± 2,563abc	0,251 ± 0,190ab	43,344 ± 1,755b
4	0,21 ± 0,02a	13,328 ± 0,051abcd	0,155 ± 0,028b	52,015 ± 1,683b
5	0,16 ± 0,01b	9,523 ± 0,784bcd	0,169 ± 0,0246	37,828 ± 1,630b
6	0,226 ± 0,02a	21,886 ± 0,856ab	0,501 ± 0,019a	74,634 ± 1,523b
7	0,213 ± 0,02a	8,226 ± 0,164cd	0,086 ± 0,003b	40,335 ± 6,70b
8	0,21 ± 0,01a	25,134 ± 0,401a	0,301 ± 0,054ab	40,239 ± 1,096b
9	0,213 ± 0,01a	8,791 ± 0,384cd	0,029 ± 0,004b	46,298 ± 0,991b
10	0,22 ± 0,01a	8,013 ± 1,59cd	0,056 ± 0,001b	46,307 ± 1,118b
11	0,226 ± 0,02a	8,661 ± 0,823cd	0,033 ± 0,001b	46,423 ± 0,543b

Média ± Desvio Padrão. Resultados com as mesmas letras nas mesmas colunas não são estatisticamente diferentes ($p > 0,05$), segundo testes de Tukey a 5% de significância. D: Ductilidade; T: Tenacidade; ME: Módulo de elasticidade

O parâmetro espessura, apresentou variação de 0,16 a 0,226 mm, essa uniformidade pode ser devida à estrutura mais compacta devido à ligação H intramolecular dentro da mudança do polímero (Shivangi *et al.* 2021). Os experimentos 1 e 5 foram quantificados iguais e sem diferença estatística entre as amostras, tendo eles em comum a concentração de pectina (3 g) e a massa de extrato (0,4 g), variando apenas a massa de glicerol adicionada, 0,5 g no experimento 1 e 1 g no experimento 5. A constância da espessura entre os experimentos, apesar da variação na quantidade de glicerol, sugere que, dentro das quantidades testadas, o glicerol não exerce

uma influência significativa na espessura final dos filmes, indicando que a pectina e o extrato concentrado são os principais determinantes da espessura do filme.

Além disso, a concentração constante de pectina e extrato parece estabilizar a espessura do filme, possivelmente devido à formação de uma matriz polimérica uniforme. Isso sugere que o glicerol, nas proporções utilizadas, atua mais na modificação das propriedades mecânicas, como a flexibilidade, do que na espessura. O experimento 3 apresentou diferença estatisticamente significativa dos experimentos 1 e 5 e dos demais, sendo composto por 3g de pectina, 0,8 g de extrato e 0,5 g de glicerol, podendo esse aumento na concentração do extrato em paralelo com as demais variáveis ter contribuído para a formação de uma matriz polimérica mais espessa devido à presença de compostos bioativos que interagem com a pectina, aumentando a coesão e a densidade da estrutura do filme (Nogueira *et al.*, 2020; Shivangi *et al.*, 2021).

Sendo a ductilidade (D) a capacidade de um material de se deformar plasticamente sob tensão sem quebrar, torna-se uma propriedade de extrema importância ao se tratar de filmes biodegradáveis, pois determina a flexibilidade e a capacidade do filme de resistir a forças mecânicas durante o uso, ou seja, um filme com alta ductilidade pode ser esticado ou dobrado de maneira significativa antes de romper (Cao *et al.*, 2019). Nos filmes produzidos, observou-se variação de 2,676 a 25,143%, nos experimentos 2 e 8, respectivamente, tendo ambos o mesmo teor de pectina mais variando o teor de extrato (0,4 g no experimento 2 e 0,8 g no experimento 8) e de glicerol (0,5 g no experimento 2 e 1,0 g no experimento 8).

Esses resultados indicam que a variação na quantidade de extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca e de glicerol tiveram um impacto significativo na ductilidade dos filmes. O maior teor de extrato e glicerol no experimento 8 resultou em uma ductilidade maior, sugerindo que esses componentes aumentam a flexibilidade e a capacidade do filme de se deformar plasticamente sem romper (Scoconi *et al.*, 2020), já a menor quantidade de extrato e glicerol no experimento 2 contribuiu para uma menor ductilidade, possivelmente devido a uma matriz polimérica mais rígida, ordenada e cristalina, resultando em uma menor capacidade de acomodar deformações (Niu *et al.*, 2023).

A tenacidade (T) variou de 0,029 a 0,501 Mpa, sendo o extremo encontrado no experimento 6 ao qual se tinha nível mais elevado de pectina (5 g) e glicerol (1,0 g). As menores quantificações foram observadas nos pontos centrais (0,029; 0,056 e 0,033 Mpa, respectivamente). Segundo Di Donato *et al.* (2020) por se tratar de uma propriedade mecânica essencial que indica a capacidade de absorver energia e resistir à fratura sob carga de um filme, os altos índices de tenacidade são preferidos para aplicações que demandam resistência,

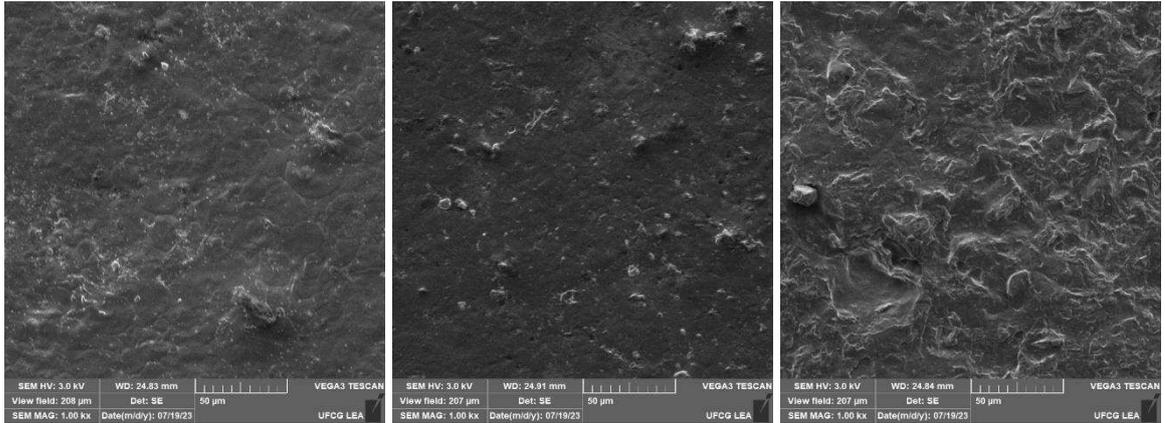
flexibilidade e durabilidade, garantindo a proteção eficaz dos produtos embalados e a segurança no uso diário. Por outro lado, ao observar as formulações nos pontos centrais que resultaram em tenacidade significativamente menor, com teores intermediários de pectina, extrato e glicerol, indicando que uma composição equilibrada desses componentes não é suficiente para maximizar a resistência ao impacto e a fratura dos filmes.

O módulo de elasticidade (ME), também conhecido como módulo de Young, de um filme biodegradável é uma medida da rigidez do material, quantificando a relação entre a tensão aplicada a um material e a deformação elástica resultante, dentro do limite elástico do material (La Fuente *et al.*, 2019; Gzyra-Jagięła *et al.*, 2021). Em outras palavras, o módulo de elasticidade indica a capacidade do filme de resistir a deformações quando submetido a forças ou tensões, assim, a escolha do material com o módulo de elasticidade adequado é essencial para garantir que os filmes biodegradáveis atendam às especificações mecânicas e funcionais necessárias.

No presente estudo a variação observada para o módulo de elasticidade foi elevada, havendo uma variação de 36,561% (experimento 1: 3 g de pectina, 0,4 g de extrato e 0,5 g de glicerol) a 74,634% (experimento 6: 5 g de pectina, 0,4 g de extrato e 1,0 g de glicerol) em dez dos onze experimentos, e 527,13% no experimento 2 (5 g de pectina, 0,4 g de extrato e 0,5 g de glicerol). Esses resultados indicam que a composição dos filmes, especialmente a concentração de pectina e glicerol, tem um impacto significativo na rigidez dos filmes biodegradáveis, além disso, o aumento do teor de pectina e glicerol tende a aumentar o módulo de elasticidade, tornando os filmes mais rígidos e resistentes à deformação. A variação extrema observada no experimento 2 sugere que há uma interação complexa entre os componentes da matriz do filme, resultando em uma rigidez muito maior do que a observada nas demais composições.

3.10 Microscopia eletrônica de varredura dos filmes a base de pectina aquosa extraída do córtex da raiz da mandioca

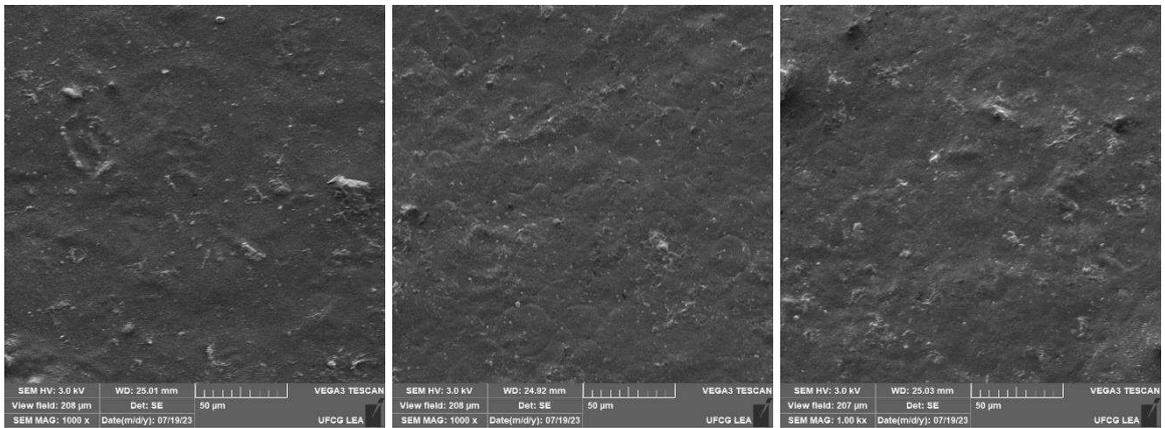
A superfície do filme, conforme mostra Figura 6, observada via microscopia eletrônica de varredura (MEV), apresenta uma morfologia que reflete a interação entre seus componentes, fundamental para suas propriedades mecânicas e funcionais, tornando-se uma análise essencial para entender a distribuição e a interação dos componentes na matriz do filme, bem como a uniformidade da superfície, a presença de poros, rachaduras ou aglomerados e como esses fatores influenciam diretamente nas propriedades mecânicas, como resistência à tração e alongamento, além das propriedades de barreira contra gases e vapores.



(a)

(b)

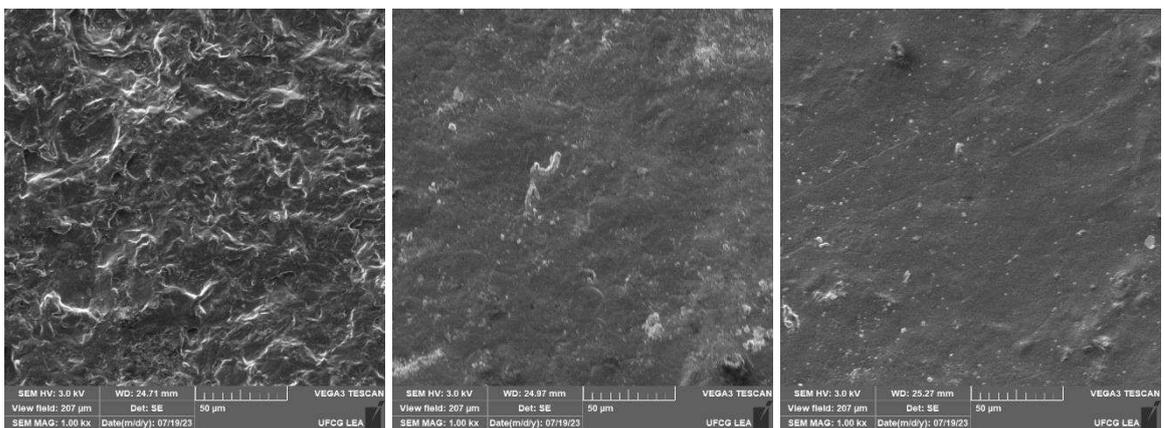
(c)



(d)

(e)

(f)



(g)

(h)

(i)

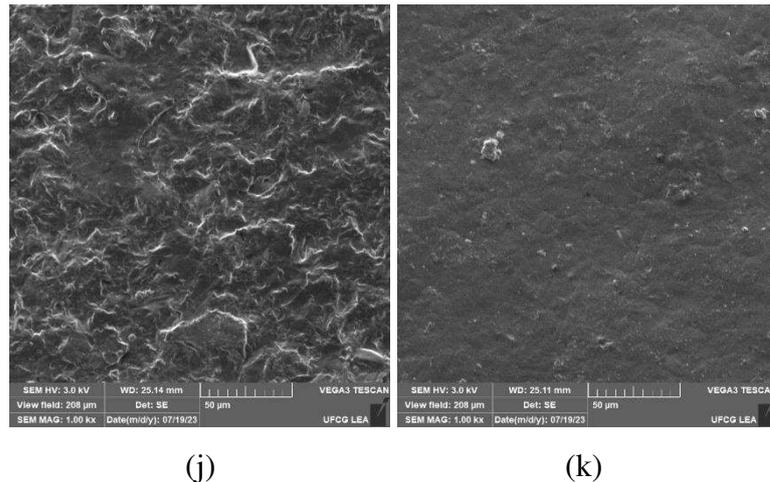


Figura 6 - Microscopia eletrônica de varredura dos filmes a base de pectina extraída do córtex da raiz da mandioca em uma ampliação de 1000x

A análise das micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), presentes nas Figuras 6a a 6k mostra a influência da composição especialmente do teor de pectina do córtex da raiz da mandioca, na morfologia dos filmes. Observando-se as diferentes formulações com ampliação de 1000x, as variações na quantidade de pectina, extrato e glicerol demonstram mudanças significativas na estrutura superficial dos filmes.

A amostra 1, Figura 6a, referente ao filme com 3 g de pectina, 0,4 g de extrato e 0,5 g de glicerol, apresenta a superfície com maior rugosidade e porosidade, evidenciando uma matriz menos densa, sendo considerado assim que a redução do teor de pectina resulta em uma menor coesão entre as moléculas poliméricas, levando a uma estrutura mais heterogênea e suscetível a defeitos. Já na Figura 6b, tem-se uma estrutura densa e homogênea na superfície do filme, com poucas irregularidades e porosidade mínima, indicando que um maior teor de pectina, encontrado no experimento 2 (5 g) promove uma matriz polimérica mais coesa e bem integrada, contribuindo para a uniformidade estrutural do filme. Na Figura 6c, referente a amostra 3, a morfologia apresentada é ainda mais porosa e irregular, podendo ser observado que aumentando o teor de extrato enquanto mantém baixo o teor de pectina há um efeito exacerbado de descontinuidade na matriz polimérica, sugerindo que a interação entre o extrato e a pectina não é suficiente para compensar a baixa quantidade de pectina na coesão estrutural.

O experimento 4, com 5 g de pectina, 0,8 g de extrato e 0,5 g de glicerol, demonstra uma superfície relativamente homogênea, embora ligeiramente mais irregular que a da amostra 2 (Figura 6b), ou seja, uma maior quantidade de extrato em presença de alta pectina proporciona uma matriz densa, porém com algumas regiões de variação na textura superficial, indicando que o extrato contribui para uma leve modificação na uniformidade estrutural. Na Figura 6e,

com a composição de 3g de pectina, 0,4g de extrato e 1 g de glicerol, observa-se uma estrutura superficial relativamente homogênea com poucas irregularidades e pequenas áreas de aglomeração, indicando uma matriz polimérica bem formada, com distribuição relativamente uniforme dos componentes, o que pode ser atribuído à menor quantidade de pectina, que facilita uma dispersão mais eficiente dos outros constituintes.

O experimento 6 mostra detalhes importantes sobre a influência da sua composição na morfologia do filme biodegradável, onde a presença de uma alta concentração de pectina, em combinação com uma quantidade moderada de extrato e um aumento significativo de glicerol, afeta diretamente a estrutura superficial do filme, resultando em uma matriz bem integrada, com uma redução nas irregularidades superficiais capazes de comprometer as propriedades mecânicas do filme, além disso o elevado teor de glicerol (1 g) resultou em uma menor tensão interna, o que pode ser observado na micrografia como uma superfície mais lisa e contínua, sem grandes irregularidades ou poros.

Já a Figura 6g (experimento 7) encontra-se uma superfície mais rugosa e com maiores aglomerações resultantes do aumento na quantidade de extrato, sendo esse um fator que parece contribuir para uma maior heterogeneidade estrutural, além de resultar em uma agregação menos controlada dentro da matriz polimérica. No experimento 8, referente ao filme com 5 g de pectina, 0,8 g de extrato e 1 g de glicerol, a morfologia mostra uma superfície ainda mais rugosa e com maiores áreas de aglomeração, indicando uma matriz polimérica menos uniforme, onde o aumento significativo da quantidade de pectina contribui para uma maior viscosidade da solução formadora do filme, o que pode dificultar a dispersão homogênea dos componentes, resultando em uma estrutura final com maiores heterogeneidades.

Nos pontos centrais (experimentos 9, 10 e 11) observa-se que a pectina proporciona uma matriz polimérica mais coesa, refletida em uma superfície mais uniforme e menos porosa, enquanto o extrato contribui para a homogeneidade da matriz promovendo uma superfície menos rugosa e com menos defeitos estruturais, provavelmente devido à compatibilidade entre os componentes e à sua capacidade de atuar como um plastificante secundário, já o glicerol, desempenha um papel crucial como plastificante principal, aumentando a flexibilidade do filme.

Contudo, mesmo tratando dos pontos centrais e de serem amostras com a mesma composição e tratamento, nota-se que o experimento 10 apresentou morfologia com uma distinção mais acentuada, podendo ser atribuída a vários fatores que influenciam na sua estrutura final, como pequenas diferenças no processo de preparação (como temperatura, tempo de secagem e taxa de resfriamento), variação na uniformidade na mistura dos componentes

antes da formação, interações intermoleculares entre os componentes, condições ambientais durante a formação e secagem, variações na espessura e a preparação da amostra para a microscopia eletrônica de varredura, portanto, a variação na morfologia dessa amostra, mesmo com a mesma composição, destaca a importância de controlar rigorosamente todas as etapas do processo de preparação e análise para garantir a consistência e a reprodutibilidade dos filmes biodegradáveis.

Em resumo, a principal alteração morfológica observada é a transição de superfícies uniformes e densas para superfícies mais porosas e menos coesas. A pectina é o ingrediente que mais influência essa mudança, devido à sua capacidade de formar uma rede polimérica robusta, o extrato do córtex da raiz da mandioca contribui para a homogeneidade e distribuição dos componentes, enquanto o glicerol atua como plastificante, aumentando a flexibilidade, mas também potencialmente a porosidade se não balanceado corretamente.

4 Conclusões

Com base nos resultados obtidos, conclui-se que a pectina extraída do córtex da raiz da mandioca apresenta um elevado potencial para a produção de filmes biodegradáveis. A extração em meio aquoso se destacou por promover maior teor de bioativos e atividade antimicrobiana, enquanto a extração em meio ácido conferiu maior integridade estrutural à pectina. A interação eficiente entre os polímeros na formulação aquosa resultou em filmes com menor solubilidade e alta resistência mecânica, características desejáveis para aplicações em embalagens. A baixa permeabilidade ao vapor de água observada nos filmes indica a viabilidade do uso como barreira protetora, essencial para a conservação de alimentos.

A adição do extrato do córtex da raiz da mandioca foi um fator determinante para a melhoria da atividade antimicrobiana dos filmes, evidenciando seu papel como agente funcional, devido ao seu elevado teor de bioativos e elevada atividade antimicrobiana. A metodologia adotada, que incluiu a utilização de planejamento experimental, permitiu a otimização das variáveis independentes e a avaliação abrangente das propriedades dos filmes. Com isso, os resultados obtidos ressaltam a importância da valorização de resíduos agroindustriais, como o córtex da raiz da mandioca, e a aplicação de técnicas de extração verde para a produção de materiais sustentáveis. Dessa forma, a pectina aquosa se apresenta como uma alternativa promissora para o desenvolvimento de embalagens biodegradáveis, alinhando-se aos princípios de sustentabilidade e inovação tecnológica no setor de alimentos.

Referências Bibliográficas

A.O.A.C. Official Methods of Analysis of AOAC International (20th ed.). Rockville, Maryland, USA: AOAC International, 2016.

ALEXANDRE, E. M. et al. Antimicrobial activity of pomegranate peel extracts performed by high pressure and enzymatic assisted extraction. **Food Research International**, v. 115, p. 167-176, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.08.022>

ALMADA, L. F. A. et al. Embalagens ativas antioxidantes: uma estratégia para a conservação de alimentos com alto teor lipídico. **Research, Society and Development**, v. 11, n. 11, p. e562111134112, 2022. <https://doi.org/10.33448/rsd-v11i11.134112>

ASTM INTERNATIONAL. ASTM D882-12, Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting. ASTM International, 2012.

BAI, L. et al. The influence of extraction pH on the chemical compositions, macromolecular characteristics, and rheological properties of polysaccharide: The case of okra polysaccharide. **Food Hydrocolloids**, v. 102, p. 105586, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.10558>

BEN, Z. Y.; SAMSUDIN, H.; YHAYA, M. F. Glycerol: Its properties, polymer synthesis, and applications in starch based films. **European Polymer Journal**, v. 175, p. 111377, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2022.111377>

BERTAN, L. C. **Desenvolvimento e caracterização de biofilmes ativos à base de polímeros de fontes renováveis e sua aplicação no acondicionamento de pães de forma**. Tese de doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2008.

BHUIMBAR, M. V.; BHAGWAT, P. K.; DANDGE, P. B. Extraction and characterization of acid soluble collagen from fish waste: Development of collagen-chitosan blend as food packaging film. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 7, n. 2, p. 102983, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.102983>

BITTER, V.; MUIR, H. M. A modified uronic acid carbazole reaction. **Analytical Biochemistry**, v. 4, p. 330-334, 1962. [https://doi.org/10.1016/0003-2697\(62\)90071-6](https://doi.org/10.1016/0003-2697(62)90071-6)

BRADFORD, M. M. A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. **Analytical Biochemistry**, v. 72, n. 1, p. 248-254, 1976. [https://doi.org/10.1016/0003-2697\(76\)90527-3](https://doi.org/10.1016/0003-2697(76)90527-3)

BRASIL, Food Ingredients. Pectinas: propriedades e aplicações. **Food Ingredients Brazil**, p. 46-53, 2014.

BRASIL. MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO. SECRETARIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA. Instrução Normativa nº 20, de 21 de julho de 1999. Oficializa os métodos analíticos físico-químicos, para controle de produtos cárneos e seus ingredientes – sal e salmoura. Diário Oficial da União. Brasília, DF, 27 jul. 1999.

BUATHONGJAN, C. et al. Studies on chemical composition, rheological and antioxidant properties of pectin isolated from Riang (*Parkia timoriana* (DC.) Merr.) pod. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 164, p. 4575-4582, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.09.085>

CAO, Z. et al. Ductile and biodegradable poly (lactic acid) matrix film with layered structure. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 137, p. 1141-1152, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.07.074>

CHELLADURAI, S. J. S. et al. Optimization of process parameters using response surface methodology: A review. **Materials Today: Proceedings**, v. 37, p. 1301-1304, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.07.063>

CHEN, H.; FU, X.; LUO, Z. Properties and extraction of pectin-enriched materials from sugar beet pulp by ultrasonic-assisted treatment combined with subcritical water. **Food Chemistry**, v. 168, p. 302-310, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.07.082>

CHEN, L. et al. Tough and biodegradable gelatin-based film via the synergistic effect of multi-cross-linking. **ACS Applied Polymer Materials**, v. 4, n. 1, p. 357-368, 2021. <https://doi.org/10.1021/acsapm.0c01272>

CIRIMINNA, R. et al. Pectin: a long-neglected broad-spectrum antibacterial. **ChemMedChem**, v. 15, n. 23, p. 2228-2235, 2020. <https://doi.org/10.1002/cmdc.202000497>

- DI DONATO, P. et al Vegetable wastes derived polysaccharides as natural eco-friendly films: Development and characterization. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 153, p. 1204-1215, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.02.048>
- DRANCA, F.; VARGAS, M.; OROIAN, M. Physicochemical properties of pectin from *Malus domestica* 'Fălticeni' apple pomace as affected by non-conventional extraction techniques. **Food Hydrocolloids**, v. 100, p. 105383, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105383>
- ESTRADA-GIRÓN, Y. et al. Innovative edible films and coatings based on red color pectin obtained from the byproducts of *Hibiscus sabdariffa* L. for strawberry preservation. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 14, n. 6, p. 3371-3380, 2020. <https://doi.org/10.1007/s11694-020-00513-9>
- FERNANDES, M. R. V. et al. Antioxidant and antimicrobial activities of **Psidium guajava** L. spray dried extracts. **Industrial Crops and Products**, v. 60, p. 39-44, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.05.050>
- FERNANDES, R. V. B. et al. Otimização do processo de extração e caracterização química de pectina de cenoura. **MAGISTRA**, v. 26, n. 2, p. 115-123, 2017. <https://doi.org/10.1590/S0104-66322009000200006>
- FREITAS, C. M. P. et al. Structure and applications of pectin in food, biomedical, and pharmaceutical industry: A review. **Coatings**, v. 11, n. 8, p. 922, 2021. <https://doi.org/10.3390/coatings11080922>
- FREITAS, L. C. et al. From waste to sustainable industry: How can agro-industrial wastes help in the development of new products?. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 169, p. 105466, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2021.105466>.
- LUO, Q. et al. Gelatin-based composite films and their application in food packaging: A review. **Journal of Food Engineering**, v. 313, p. 110762, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2021.110762>
- LV, C. et al. Optimization of production yield and functional properties of pectin extracted from sugar beet pulp. **Carbohydrate Polymers**, v. 95, n. 1, p. 233-240, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.01.047>

- MOTELICA, L. et al. Biodegradable antimicrobial food packaging: Trends and perspectives. **Foods**, v. 9, n. 10, p. 1438, 2020. <https://doi.org/10.3390/foods9101438>
- MUHOZA, B. et al. Gelatin and pectin complex coacervates as carriers for cinnamaldehyde: Effect of pectin esterification degree on coacervate formation and enhanced thermal stability. **Food Hydrocolloids**, v. 87, p. 712-722, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.08.023>
- NASTASI, J. R. et al. Pectin-based films and coatings with plant extracts as natural preservatives: A systematic review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 120, p. 193-211, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.12.014>
- NGO, T. M. P. et al. Characteristics and antimicrobial properties of active edible films based on pectin and nanochitosan. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 21, n. 6, p. 2224, 2020. <https://doi.org/10.3390/ijms21062224>
- NISAR, T. et al. Characterization of citrus pectin films integrated with clove bud essential oil: Physical, thermal, barrier, antioxidant and antibacterial properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 106, p. 670-680, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.05.037>
- NIU, D. et al. Strong, ductile and durable Poly (glycolic acid)-based films by constructing crystalline orientation, entanglement network and rigid amorphous fraction. **Polymer**, v. 264, p. 125532, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2022.125532>
- NOGUEIRA, D.; MARTINS, V. G. Use of different proteins to produce biodegradable films and blends. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 27, p. 2027-2039, 2019. <https://doi.org/10.1007/s10924-019-01511-4>
- NOGUEIRA, G. F. et al. Methods of incorporating plant-derived bioactive compounds into films made with agro-based polymers for application as food packaging: A brief review. **Polymers**, v. 12, n. 11, p. 2518, 2020. <https://doi.org/10.3390/polym12112518>
- OMA, A. D. et al. Feasibility study on the use of carbonized cassava cortex as reinforcement in polymer-matrix composites. **Cogent Engineering**, v. 5, n. 1, p. 1545557, 2018. <https://doi.org/10.1080/23311916.2018.1545557>

- ORTEGA, F. et al. Biobased composites from agro-industrial wastes and by-products. **Emergent Materials**, v. 5, n. 3, p. 873-921, 2022. <https://doi.org/10.1007/s42247-022-00313-x>
- PANSERA, M. R. et al. Análises de taninos totais em plantas aromáticas e medicinais cultivadas no Nordeste do Rio Grande do Sul. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 13, n. 1, p. 17-22, 2003. <https://doi.org/10.1590/S0102-695X2003000100004>
- PAUDEL, S.; REGMI, S.; JANASWAMY, S. Effect of glycerol and sorbitol on cellulose-based biodegradable films. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 37, p. 101090, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2023.101090>
- PIACENZA, E. et al. Cross-linked natural IntegroPectin films from Citrus biowaste with intrinsic antimicrobial activity. **Cellulose**, v. 29, n. 10, p. 5779-5802, 2022. <https://doi.org/10.1007/s10570-022-04497-5>
- PIERCE, A. F. et al. Optical and mechanical properties of self-repairing pectin biopolymers. **Polymers**, v. 14, n. 7, p. 1345, 2022. <https://doi.org/10.3390/polym14071345>
- RANGARAJ, V. M. et al. Natural antioxidants-based edible active food packaging: An overview of current advancements. **Food Bioscience**, v. 43, p. 101251, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.fbiosc.2021.101251>
- RAWAT, M.; AHUJA, S. Design of water-based polyvinyl alcohol coatings using a drying modifier to minimize the residual solvent and coating defects. **Iranian Polymer Journal**, p. 1-13, 2022. <https://doi.org/10.1007/s13726-022-01213-2>
- REN, W.; QIANG, T.; CHEN, L. Recyclable and biodegradable pectin-based film with high mechanical strength. **Food Hydrocolloids**, v. 129, p. 107643, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2022.107643>
- RODRIGUES, P. V. et al. Blown film of PLA for packaging with green tea and fish industrial residues: An insight on their properties. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 43, p. 101283, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2024.101283>
- ROPARTZ, D.; RALET, M. Pectin structure. In: RALET, M.; ROPARTZ, D. (Eds.). Pectin: Technological and Physiological Properties. **Springer**, 2020. p. 17-36.

ROSA, G. S. et al. Development of biodegradable films with improved antioxidant properties based on the addition of carrageenan containing olive leaf extract for food packaging applications. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 28, p. 123-130, 2020. <https://doi.org/10.1007/s10924-019-01508-8>

SAID, N. S.; OLAWIYI, I. F.; LEE, W. Y. Pectin hydrogels: Gel-forming behaviors, mechanisms, and food applications. **Gels**, v. 9, n. 9, p. 732, 2023. <https://doi.org/10.3390/gels9090732>

SALAZAR, A. S. S. et al. External factors and nanoparticles effect on water vapor permeability of pectin-based films. **Journal of Food Engineering**, v. 245, p. 73-79, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.10.017>

SCOPONI, G. et al. Highly biodegradable, ductile all-poly lactide blends. **Polymer**, v. 193, p. 122371, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2020.122371>

SEMIT, J. J. et al. Orange peel waste upstream integrated processing to terpenes, phenolics, pectin and monosaccharides: Optimization approaches. **Industrial Crops and Products**, v. 134, p. 370-381, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.04.018>

SHIVANGI, S. et al. Development and characterization of a pectin-based edible film that contains mulberry leaf extract and its bio-active components. **Food Hydrocolloids**, v. 121, p. 107046, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107046>

SOOD, A.; SAINI, C. S. Red pomelo peel pectin based edible composite films: Effect of pectin incorporation on mechanical, structural, morphological and thermal properties of composite films. **Food Hydrocolloids**, v. 123, p. 107135, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.107135>

SUDERMAN, N.; ISA, M. I. N.; SARBON, N. M. The effect of plasticizers on the functional properties of biodegradable gelatin-based film: A review. **Food Bioscience**, v. 24, p. 111-119, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2018.03.005>

TONG, W. Y. et al. Development of sodium alginate-pectin biodegradable active food packaging film containing cinnamic acid. **Chemosphere**, v. 336, p. 139212, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2023.139212>

WATERHOUSE, A. L. **Polyphenolics: Determination of total phenolics**. In: WROLSTAD, R. E. (Ed.). *Current Protocols in Food Analytical Chemistry*. New York: John Wiley & Sons, 2006.

XIE, Q. et al. Effect of curcumin addition on the properties of biodegradable pectin/chitosan films. *Molecules*, v. 26, n. 8, p. 2152, 2021. <https://doi.org/10.3390/molecules26082152>

YAO, J. Y.; FOSTIER, A. H.; SANTOS, E. B. In situ formation of gold and silver nanoparticles on uniform PDMS films and colorimetric analysis of their plasmonic color. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 607, p. 125463, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125463>

YEMM, E. W.; WILLIS, A. J. The estimation of carbohydrates in plant extracts by anthrone. *Biochemical Journal*, v. 57, n. 3, p. 508-515, 1954. <https://doi.org/10.1042/bj0570508>

ZDUNEK, A.; PIECZYWEK, P. M. The primary, secondary, and structures of higher levels of pectin polysaccharides. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, v. 20, n. 1, p. 1101-1117, 2021. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12656>

5. CONCLUSÕES GERAIS

- O córtex da raiz da mandioca, geralmente descartado como resíduo, mostrou-se uma fonte viável e promissora de pectina, contribuindo para a sustentabilidade e redução do desperdício na agroindústria;

- O uso do planejamento experimental para a extração da pectina usando diferentes solventes, no caso do presente estudo água e solução de ácido clorídrico, , permitiu a otimização das condições de extração, maximizando o rendimento e a qualidade das pectinas obtidas;

- As pectinas extraídas apresentaram variações significativas no grau de esterificação e no teor de ácido galacturônico, possibilitando a obtenção de pectinas com perfis de metoxilação distintos, adequados para diferentes aplicações industriais, mostrando que mesmo tratando-se da mesma fonte de matéria-prima, os resultados apresentados são distintos devido a capacidade extrativa de cada solvente;

- A secagem da pectina em leito de jorro, sob condições otimizadas de extração, resultou na escolha da pectina aquosa com propriedades adequadas, com maior atividade antimicrobiana e maior teor de bioativos, para a elaboração de filmes biodegradáveis;

- A produção de filmes utilizando a pectina extraída, glicerol e extrato concentrado do córtex da raiz da mandioca resultou em materiais com alta resistência mecânica, baixa solubilidade e significativa atividade antimicrobiana, demonstrando potencial para aplicações em embalagens alimentícias;

- A pesquisa promoveu a valorização de resíduos agroindustriais e a aplicação de técnicas de extração verde, contribuindo para o desenvolvimento de alternativas sustentáveis e inovadoras na conservação e segurança de alimentos embalados;

- Os resultados obtidos abrem caminho para estudos adicionais sobre a aplicação da pectina extraída do córtex da mandioca em outras áreas, como a farmacêutica e a cosmética, bem como para a exploração de outras fontes vegetais para a produção de biopolímeros e aplicação do filme biodegradável otimizado obtido.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADILAH, A. N. et al. Utilização de extratos de casca de manga em filmes biodegradáveis para embalagens ativas. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 16, p. 1-7, jan. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2018.01.006>

AKINJAYEJU, O.; EKE, L. A.; AKINPELU, A. A. Otimização de composições centesimais, perfis minerais, propriedades físico-químicas e antinutricionais de misturas de farinhas de trigo, feijão bóer e mandioca e córtex para produção de salgadinhos. **OSP Journal of Food Science and Nutrition Research**, v. 1, n. 1, p. 1-10, 2020.

AMID, B. T.; MIRHOSSEINI, H. Influência de diferentes métodos de purificação e secagem nas propriedades reológicas e no comportamento viscoelástico da goma de semente de durião. **Carbohydrate Polymers**, v. 90, n. 1, p. 452-461, maio 2012. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.05.065>

AOAC - Official Methods of Analysis of AOAC International, twentieth ed., AOAC international, Rockville, Maryland, USA, 2016.

ARAÚJO, C. S. et al. **Princípios da secagem de alimentos. Tópicos especiais em ciências e tecnologia de alimentos**, Editora EDUFES, Vitoria -ES, v.1, p.233-251, 2020.

ARNON, H. et al. Development of polysaccharides-based edible coatings for citrus fruits: A layer-by-layer approach. **Food Chemistry**, v.166, p. 465-472, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.06.061>

ASTM International. *ASTM D882-12, Standard test method for tensile properties of thin plastic sheeting*. ASTM International, 2012.

BEGUM, R. et al. Structural and functional properties of pectin extracted from jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*) waste: Effects of drying. **International Journal of Food Properties**, v.20, n. 1, p.190-201, 2017. <https://doi.org/10.1080/10942912.2017.1295054>

BELKHEIRI, A. et al. Extração, caracterização e aplicações de pectinas de subprodutos vegetais. **Applied Sciences**, v. 11, n. 14, p. 6596, jul. 2021. <https://doi.org/10.3390/app11146596>

BERTAN, L. **Desenvolvimento e caracterização de biofilmes ativos à base de polímeros de fontes renováveis e sua aplicação no acondicionamento de pães de forma**. Campinas: Universidade Estadual de Campinas, 2008.

BIERHALZ, A. C. K.; DA SILVA, M. A.; KIECKBUSCH, T. G. Natamycin release from alginate/pectin films for food packaging applications. **Journal of Food Engineering**, v. 110, n. 1, p. 18-25, jan. 2012. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.12.016>

BITTER, V.; MUIR, H. M. A modified uronic acid carbazole reaction. **Analytical Biochemistry**, v. 4, p.330-334, 1962.

BOCHEK, A. M.; ZABIVALOVA, N. M.; PETROPAVLOVSKII, G. A. Determination of the esterification degree of polygalacturonic acid. **Russian Journal of Applied Chemistry**, v.74, n.5, p.796-799, 2001. [https://doi.org/1070-4272/01/7405-0796\\$25.00](https://doi.org/1070-4272/01/7405-0796$25.00)

BRADFORD, M. M. A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. **Analytical Biochemistry**, v. 72, n. 1, p. 248–254, 7 maio 1976.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa nº 20, de 21 de jul. de 1999. Oficializa os métodos analíticos físico-químicos, para controle de produtos cárneos e seus ingredientes – sal e salmoura. Diário oficial da União. Brasília, DF, 27 jul. 1999.

BRITO, T. B. et al. Farinhas de resíduos de frutas e vegetais com diferentes faixas de granulometria como matéria-prima para preparação de filme biodegradável enriquecido com pectina. **Food Research International**, v. 121, p. 412-421, mar. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.03.058>

CANTERI, M. H. et al. Pectina: da matéria-prima ao produto final. **Polymers**, v. 22, p. 149-157, 2012. <https://doi.org/0.1590/S0104-14282012005000024>

CARVALHO, H. H.; JONG, E. V.; BELLÓ, R. M.; SOUZA, R. D.; TERRA, M. F. **Alimentos: métodos físicos e químicos de análise**. Porto Alegre: UFRGS, 2002.

CHAHARBAGHI, E.; KHODAIYAN, F.; HOSSEINI, S. S. Optimization of pectin extraction from pistachio green hull as a new source. **Carbohydrate Polymers**, v. 173, p. 107-113, maio 2017. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.05.047>

CHAN, S. Y. et al. Pectina como modificador de reologia: Origem, estrutura, produção comercial e reologia. **Carbohydrate Polymers**, v. 161, p. 118-139, dez. 2016. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.12.033>

CHEN, H. M.; FU, X.; LUO, Z. G. Propriedades e extração de materiais enriquecidos com pectina da polpa de beterraba sacarina por tratamento assistido por ultrassom combinado com água subcrítica. **Food Chemistry**, v. 168, p. 302-310, jul. 2014. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.07.078>

CHEN, H.; FU, X.; LUO, Z. Properties and extraction of pectin-enriched materials from sugar beet pulp by ultrasonic-assisted treatment combined with subcritical water. **Food Chemistry**, v. 168, p. 302–310, 1 fev. 2015. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.07.078>

CHRYSARGYRIS, A.; NIKOU, A.; TZORTZAKIS, N. Effectiveness of Aloe vera gel coating for maintaining tomato fruit quality. **New Zealand Journal of Crop and Horticultural Science**, v. 44, n.3, p. 203-217, 2016. <https://doi.org/10.1080/01140671.2016.1181661>

CORDEIRO, N. K. et al. Gestão de resíduos agrícolas como forma de redução dos impactos ambientais. **Revista de Ciências Ambientais**, v. 14, n. 2, p. 23-34, 2020. <https://doi.org/10.18316/rca.v14i2.5593>

COSMO, B. M. N. et al. Melhoramento da mandioca. **Revista Agronomia Brasileira**, v. 4, 2020.

CUTRIM, F. M. et al. Estudo da composição química e hidrólise enzimática de resíduos orgânicos sólidos de sistemas agrossilvipastoris. **Revista da Sociedade Brasileira de Química**, v. 30, p. 1955-1963, 2019. <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20190110>

DE ARAGÃO SOUZA, F. V. et al. Resíduos da mandioca em agroindústrias familiares no nordeste do Pará. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 14, n. 1, 2019. <https://doi.org/10.18378/rvads.v14i1.5777>

DRANCA, F.; OROIAN, M. Extraction, purification and characterization of pectin from alternative sources with potential technological applications. **Food Research International**, v. 113, p. 327-350, jun. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.06.065>

ESTRADA-GIRÓN, Y. et al. Innovative edible films and coatings based on red color pectin obtained from the byproducts of Hibiscus sabdariffa L. for strawberry preservation. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v.14, n.6, p. 3371-3380, 2020.

FAI, A. E. C. et al. Produção de revestimento comestível à base de resíduo de frutas e hortaliças: aplicação em cenoura (*Daucus carota* L.) minimamente processada. **Scientia Agropecuaria**, v.6, n.1, p.59-68, 2015. <https://doi.org/10.17268/sci.agropecu.2015.01.06>

FERNANDES, M. R. V. et al Antioxidant and antimicrobial activities of Psidium guajava L. spray dried extracts. **Industrial Crops and Products**, v. 60, p. 39-44, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.05.049>

FERNANDES, R. V. B. et al. Otimização do processo de extração e caracterização química de pectina de cenoura. **Magistra**, v.26, n.2, p.115-123, 2017.

FERREIRA, M. S. Avaliação bromatológica dos resíduos da industrialização da mandioca e seu aproveitamento em ração para animais ruminantes. **Revista Brasileira de Agropecuária Sustentável**, 2013. <https://doi.org/10.21206/rbas.v3i1.195>

FERREIRA, V.L.P. **Princípios e aplicações da colorimetria em alimentos**. Campinas: ITAL, Instruções Técnicas, 19., 85 p, 1981.

FRANCIS, F. J. Analysis of anthocyanins. **Anthocyanins as Food Colors**,v. 1, p. 181-207, 1982.

GIANNONI, J. A. et al. Aproveitamento de resíduos orgânicos para o desenvolvimento de "beijinho" a base de mandioca amarela e rosada. Revista da Associação Brasileira de Nutrição - **RASBRAN**, v. 8, n. 2, p. 50-57, 2017.

GOBI, J. R.; ANDRÉ, R. F. A.; MICHELLON, E. Análise espacial da produtividade da mandioca nos municípios Paranaenses nos anos 2009, 2013 e 2017. **Revista Estudo & Debate**, v.27, n.3, 2020.

GOUVEIA, T. I; et al. Uma nova abordagem para desenvolver filmes biodegradáveis à base de pectina termoplástica. **Hidrocoloides Alimentares**, v. 97, 105175, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105175>

GRISI, C. V. B. et al. Potencial antioxidante e estabilidade do bioaditivo de jucá (*Libidibia ferrea*). **Research, Society and Development**, v. 9, n. 7, p. e945975224–e945975224, 2020. <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v9i7.5224>

HENRIQUE, C. M.; CEREDA, M. P.; SARMENTO, S. B. S. Physical characteristics of cassava modified starch films. **Food Science and Technology**, v. 28, p. 231-240, 2008.

HUANG, J. et al. Pectin-based active packaging: A critical review on preparation, physical properties and novel application in food preservation. **Trends in Food Science & Technology**, v. 118, p. 167-178, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.09.026>

HUANG, L. et al. Preparation and Properties of Cassava Residue Cellulose Nanofibril/Cassava Starch Composite Films. **Nanomaterials**, v.10, n.4, p.755, 2020. <https://doi.org/10.3390/nano10040755>

HUANG, S. et al. Spray drying of probiotics and other food-grade bacteria: A review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 63, p. 1-17, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.02.007>

HUANG, X.; LI, D.; WANG, L. J. Caracterização da pectina extraída da polpa de beterraba sacarina sob diferentes condições de secagem. **Journal of Food Engineering**, v. 211, p. 1-6, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.04.022>

HULLEMAN, S. H. D. et al. Origins of B-type crystallinity in glycerol-plasticised, compression-moulded potato starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 39, n. 4, p. 351–360, 1 ago. 1999. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.02.007>

JHA, A.; KUMAR, A. Biobased technologies for the efficient extraction of biopolymers from waste biomass. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, v. 42, p. 1893-1901, 2019. <https://doi.org/10.1007/s00449-019-02199-2>

JIANG, J. et al. Characterization of PLA-P3,4HB active film incorporated with essential oil: Application in peach preservation. **Food Chemistry**, v. 313, p. 126134, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.126134>

JOVANOVIĆ, J. et al. Filmes e revestimentos à base de quitosana e pectina com componentes ativos para aplicação em embalagens antimicrobianas de alimentos. **Progress in Organic Coatings**, v. 158, p. 106349, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2021.106349>

KAZEMI, M.; KHODAIYAN, F.; HOSSEINI, S. S. Eggplant peel as a high potential source of high methylated pectin: Ultrasonic extraction optimization and characterization. **LWT**, v. 105, p. 182-189, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.01.060>

KHAN, A. S.; SOUZA, J. D. S. Taxa de retorno social do investimento em pesquisa na cultura da mandioca no Nordeste. **Revista de Economia e Sociologia Rural**, v. 29, n. 4, p. 411-426, 2020.

KOBLITZ, M. G. B. Matérias-primas alimentícias: composição e controle de qualidade. **Grupo Gen-Guanabara Koogan**, 2000.

KUMAR, V. et al. Effect of hot air oven drying on the moisture kinetics and drying rate of osmo-dried papaya (*Carica papaya* L.) Slices. **Int. J. Curr. Microbiol. App. Sci**, v. 8, n. 2, p.1945-1951, 2019. <https://doi.org/10.20546/ijemas.2019.802.226>

LANDAU, E. C.; DA SILVA, G. A.; ROCHA, M. S. Evolução da produção de mandioca (*Manihot esculenta*, Euphorbiaceae). **N/A**, 2020.

LARA-ESPINOZA, C. et al. Pectin and pectin-based composite materials: Beyond food texture. **Molecules**, v.23, n.4, p.942, 2018. <https://doi.org/10.3390/molecules23040942>

LEÃO, D. P. et al. Potencial das cascas de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) como fonte de pectinas altamente esterificadas obtidas por extração assistida por micro-ondas. **LWT**, v. 87, p. 575-580, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.09.037> .

LIANG, L.; LUO, Y. Caseína e pectina: Estruturas, interações e aplicações. **Trends in Food Science & Technology**, v. 97, p. 391-403, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.01.027>

LUO, S. J. et al Investigação da influência das estruturas da pectina nas propriedades de pasta do amido de arroz por regressão múltipla. **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 580-584, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.10.016>

LV, C. et al. Optimization of production yield and functional properties of pectin extracted from sugar beet pulp. **Carbohydrate Polymers**, v. 95, n. 1, p. 233-240, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.02.062>

MAKAREMI, M. et al. Efeito da morfologia e tamanho de nanotubos de haloisita em bionanocompósitos funcionais de pectina para aplicações em embalagens de alimentos. **ACS Applied Materials & Interfaces**, v. 9, n. 20, p. 17476-17488, 2017. <https://doi.org/10.1021/acsami.7b04297>

MAO, G. et al. Reconsiderando métodos convencionais e inovadores para extração de pectina de resíduos de frutas e vegetais: Targeting ramnagalacturonan I. **Trends in Food Science & Technology**, v. 94, p. 65-78, 2019.

MARIĆ, M. et al. Uma visão geral das abordagens tradicionais e inovadoras para extração de pectina de resíduos e subprodutos de alimentos vegetais: extração assistida por ultrassom,

micro-ondas e enzimas. **Tendências em Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 76, p. 28-37, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.03.022>

MARTINS, H. F. et al. Maracujá-amarelo (*Passiflora edulis* f. Flavicarpa): cinética da secagem artificial e natural da casca/Yellow passion fruit (*Passiflora edulis* f. Flavicarpa): kinetics of artificial and natural drying of the peel. **Brazilian Journal of Development**, v.5, n.11, p. 23234-23245, 2019. <https://doi.org/10.34117/bjdv5n11-043>

MELLINAS, C. et al. Tendências recentes no uso de pectina de resíduos agrícolas como biopolímero de base natural para aplicações em embalagens de alimentos. **Materiais**, v. 13, n. 3, p. 673, 2020. <https://doi.org/10.3390/ma13030673>

MILLER, G. L. Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. **Analytical Chemistry**, v.31, n.3, p.426 - 428, 1959.

MISRA, N. N.; YADAV, S. K. Extração de pectina do bagaço de cenoura preta utilizando micro-ondas intermitente, ultrassom e aquecimento convencional: cinética, caracterização e economia do processo. **Hidrocolóides Alimentares**, v. 102, p. 105592, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105592>

MÜLLER-MAATSCH, J. et al. Conteúdo e composição de pectina em diferentes fluxos de resíduos alimentares. **Química Alimentar**, v. 201, p. 37-45, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.01.012>

NEŠIĆ, A. et al. Caracterização de filmes antifúngicos à base de pectina cítrica para potencial aplicação agrícola. **Culturas e Produtos Industriais**, v. 204, p. 117386, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2023.117386>

NOR, S. M.; DING, P. Trends and advances in edible biopolymer coating for tropical fruit: A review. **Food Research International**, v. 134, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109208>

NORCINO, L. B. et al. Filmes de pectina carregados com nanoemulsões de óleo de copaíba para uso potencial como embalagens de ativos de base biológica. **Hidrocolóides Alimentares**, v. 106, p. 105862, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.105862>

NUNES, L. E. **Estudo de interações “in vitro” entre extratos hidroalcoólicos de plantas medicinais e drogas antimicrobianas sobre linhagens multirresistentes de Staphylococcus sp.** Monografia (Graduação em Farmácia)–Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, 2011.

OMAH, A. D. et al. Estudo das propriedades do compósito córtex/epóxi carbonizado de mandioca para isolamento elétrico., v. 104, p **O Jornal Internacional de Tecnologia de Fabricação Avançada**. 1285-1292, 2019. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04062-w>

OMAH, C. E.; OKAFOR, G. I. Produção e avaliação da qualidade de biscoitos a partir de blends de farinha composta de milheto-guandu e córtex de mandioca. **Jornal de Ciência de Recursos Alimentares**, v. 4, n. 2, p. 23-32, 2015. <https://doi.org/10.3923/jfrs.2015.23.32>

PANSERA, M. R. et al. Análises de taninos totais em plantas aromáticas e medicinais cultivadas no Nordeste do Rio Grande do Sul. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 13, n. 1, 17-22, 2003.

PASANDIDE, B. et al. Otimização da extração aquosa de pectina da casca de Citrus medica. **Polímeros de Carboidratos**, v. 178, p. 27-33, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.08.098>

PEIXOTO, T. S.; RESCH, S. Resíduos de mandioca: um estudo sobre a destinação da massa de mandioca pelas fecularias brasileiras. **Encontro Internacional de Gestão, Desenvolvimento e Inovação (EIGEDIN)**, v.2, n.1, 2018.

PEREIRA, T. N.; AGUIAR, A. A.; GERRE, E. B. Obtenção biotecnológica de xilitol a partir da casca de mandioca (Manihot esculenta). **Journal of Biotechnology and Biodiversity**, v. 8, n. 3, p. 187-191, 2020. <https://doi.org/10.20873/jbb.uft.cemaf.v8n3.pereira>

PETKOWICZ, C. L.; WILLIAMS, P. A. Pectinas de resíduos alimentares: Caracterização e propriedades funcionais de uma pectina extraída do caule de brócolis. **Hidrocolóides Alimentares**, v. 107, p. 105930, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.105930>

PRATES, C. J. N. et al. Caracterização morfológica de genótipos de mandioca (Manihot esculenta Crantz). **Scientia Plena**, v. 13, n. 9, 2017. <https://doi.org/10.14808/sci.plena.2017.090201>

PROSAPIO, V.; NORTON, I. Influence of osmotic dehydration pre-treatment on oven drying and freeze drying performance. **LWT**, v. 80, p. 401-408, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.03.012>

QIANG, T.; REN, W.; CHEN, L. Filme plástico biodegradável, de alta resistência mecânica e ecológico à base de pectina. **Hidrocolóides Alimentares**, v. 149, p. 109539, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2023.109539>

RAJI, Z. et al. Extraction optimization and physicochemical properties of pectin from melon peel. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 98, p. 709-716, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.01.146>

RENALDI, G.; SAMAKRADHAMRONGTHAI, R. S. Optimization of pectin extraction from green mature *Garcinia atroviridis* rind using response surface methodology. **Optimization**, v. 18, p. 20, 2020.

RIVA, S. C.; OPARA, U. O.; FAWOLE, O. A. Recent developments on postharvest application of edible coatings on stone fruit: A review. **Scientia Horticulturae**, v. 262, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.scienta.2019.109074>

ROY, S. et al. Recent progress in pectin extraction, characterization, and pectin-based films for active food packaging applications: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 124248, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124248>

RUFINO, M. D. S. M. et al. **Metodologia científica: determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical livre DPPH**. EMBRAPA Agroindústria Tropical – Comunicado técnico 127 (Infoteca – E), 2007.

SADADEKAR, A. S. et al. 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. <https://doi.org/10.1007/s13197-021-05333-9>

SADEGHIZADEH-YAZDI, J. et al. Application of edible and biodegradable starch-based films in food packaging: a systematic review and meta-analysis. **Current Research in Nutrition and Food Science**, v. 7, n. 3, p. 624-637, 2019. <https://doi.org/10.12944/CRNFSJ.7.3.03>

SAKARE, P. et al. Infrared Drying of Food Materials: Recent Advances. **Food Engineering Reviews**, v.12, n.3, p.381-398, 2020. <https://doi.org/10.1007/s12393-020-09237-w>

SALEHI, F. Edible coating of fruits and vegetables using natural gums: A review. **International Journal of Fruit Science**, v.20(sup2), p. S570-S589 ,2020. <https://doi.org/10.1080/15538362.2020.1746730>

SEROWIK, M. et al. Drying characteristics and properties of microwave– assisted spouted bed dried semi– refined carrageenan. **Journal of food engineering**, v. 221, p. 20-28, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.09.023>

SILVA, D. C. et al. Physical properties of films based on pectin and babassu coconut mesocarp. **International journal of biological macromolecules**, v.130, p.419-428, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.02.151>

SILVA, D. C. O. et al Curvas de crescimento de plantas de mandioca submetidas a doses de potássio. **Amazonian Journal of Agricultural and Environmental Sciences**, v. 60, n. 2, p. 158-165, 2017. <https://doi.org/10.4322/rca.2468>

SILVA, J. A. et al. **Aproveitamento de casca de mandioca e palha de milho para produção de goma xantana**. Processos Químicos e Biotecnológicos, Editora Poisson, Belo Horizonte – MG, v 1, 2019.

SONAR, C. R. et al. Avaliação de desempenho de filmes de base biológica/biodegradáveis para pasteurização térmica em embalagem. **Ciência Alimentar Inovadora e Tecnologias Emergentes**, v. 66, p. 102485, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2020.102485>

SOUZA, C. B. et al. Caracterização e digestibilidade in vitro de subprodutos da indústria alimentícia brasileira: bagaço de mandioca, bagaço de laranja e casca de maracujá. **Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre**, v. 16, p. 90-99, ago. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.bcdf.2018.08.001>

SOUZA, C. B. et al. Characterization and in vitro digestibility of by-products from Brazilian food industry: Cassava bagasse, orange bagasse and passion fruit peel. **Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre**, v. 16, p. 90–99, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.bcdf.2018.08.001>

SOUZA, D. L et al. Desenvolvimento e construção de leite de jorro para recobrimento de partículas de ureia. **Revista Brasileira de Ciência, Tecnologia e Inovação**, v. 4, n. 1, p.32-45, 2019.

SUN, X.; CAMERON, R. G.; BAI, J. Effect of spray-drying temperature on physicochemical, antioxidant and antimicrobial properties of pectin/sodium alginate microencapsulated carvacrol. **Food Hydrocolloids**, v.100, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105420>

TOSELLO, A. Ensaio sobre a secagem dos produtos agrícolas (pelo ar quente). **Bragantia**, v.6, n. 2, p.39-107, 1946.

VINOD, A. et al. Materiais de base biológica renováveis e sustentáveis: Uma avaliação sobre biofibras, biofilmes, biopolímeros e biocompósitos. **Jornal de Produção Mais Limpa**, v. 258, p. 120978, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.120978>

WATERHOUSE, A. L. Polyphenolics: Determination of total phenolics. In R. E. Wrolstad (Ed.), **Current protocols in food analytical chemistry**. New York: John Wiley & Sons. 2006.

WONGKAEW, M. et al. Características dos frutos, composição nutricional da casca e suas relações com a qualidade da pectina da casca da manga. **Plantas**, v. 10, n. 6, p. 1148, 2021. <https://doi.org/10.3390/plants10061148>

YEMM, E. W.; WILLIS, A. J. The estimation of carbohydrates in plant extracts by anthrone. **Biochemical Journal**, v.57, n.3, p.508-515, 1954.

ZAIDEL, D. A. et al. Optimization of sweet potato pectin extraction using hydrochloric acid. **In: IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 736, n. 2, p. 022042, 2020. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/736/2/022042>

ZANELLA, K.; TARANTO, O. P. Influência das condições operacionais de secagem nas características químicas das pectinas extraídas com ácido cítrico do albedo e flavedo da laranja 'pera' (*Citrus sinensis* L. Osbeck). **Jornal de Engenharia de Alimentos**, v. 166, p. 111-118, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.05.033>