



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PROCESSOS**



**PRODUÇÃO DE BIOFILME DE AMIDO DE SORGO ADITIVADO DE EXTRATO
DE PRÓPOLIS VERMELHA**

DANIELLE BRAGA TAVARES VASCONCELOS DA SILVA

CAMPINA GRANDE – PB

2023

DANIELLE BRAGA TAVARES VASCONCELOS DA SILVA

**PRODUÇÃO DE BIOFILME DE AMIDO DE SORGO ADITIVADO DE EXTRATO
DE PRÓPOLIS VERMELHA**

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos da Universidade Federal de Campina Grande, como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de Doutora em Engenharia de Processos.

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: Desenvolvimento de Bioprodutos

DOUTORANDA: Danielle Braga Tavares Vasconcelos da Silva

ORIENTADORES: Dr^a. Josivanda Palmeira Gomes

Dr. Osvaldo Soares da Silva

CAMPINA GRANDE – PB

2023

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA TESE DE DOUTORADO DE **DANIELLE BRAGA TAVARES VASCONCELOS DA SILVA**, APRESENTATA AO PROGRAMA DE ENGENHARIA DE PROCESSOS DO CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE.

Tese de doutorado apresentada e aprovada em 05 de julho de 2023.



Profa. Dra. Josivanda Palmeira Gomes
Orientadora - CCT/UFCG



Prof. Dr. Osvaldo Soares da Silva
Orientador - CTRN/UFCG



Dr. José Nildo Tabosa
Examinador externo - IPA – Instituto Agronômico de Pernambuco



Profa. Dra. Samirames do Nascimento Silva
Examinador externo - UFCG – Campus Pombal



Profa. Dra. Luiza Eugênia Mota Rocha Cirne
Examinador externo - CCT/UFCG



Prof. Dr. Alexandre José de Melo Queiroz
Examinador externo - CCT/UFCG

Campina Grande – PB

2023

S586p

Silva, Danielle Braga Tavares Vasconcelos da.

Produção de biofilme de amido de sorgo aditivado de extrato de própolis vermelha / Danielle Braga Tavares Vasconcelos da Silva. – Campina Grande, 2023.

101 f. : il. color.

Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2023.

"Orientação: Profa. Dra. Josivanda Palmeira Gomes, Prof. Dr. Osvaldo Soares da Silva".

Referências.

1. Desenvolvimento de Bioprodutos. 2. Sorgo – Produção de Biofilme. 3. Embalagem Biodegradável. I. Gomes, Josivanda Palmeira. II. Silva, Osvaldo Soares da. III. Título.

CDU 602.4(043)

Dedico

À Deus por todas as bênçãos, ao meu esposo Marcio José e nossa filha Maria Rita que sempre estiveram comigo sem nunca faltarem a nenhuma etapa dessa longa caminhada e a meus pais Maria Josefa Braga Tavares e José Benedito Rolim Tavares por todas as lições e orientações na educação doméstica para que todas as fases da educação formal fosse desenvolvida não apenas nos conhecimentos técnicos recebidos mas na base do respeito, do amor, da paciência e principalmente na fé. A vocês dedico mais essa conquista com muito amor pois são meus primeiros professores e doutores na vida e como um dia prometi que todos os esforços e orações dos meus pais me levariam ao último grau acadêmico e renovei esse voto ao meu esposo e a nossa filha, esse dia chegou e agora a princesa(barata) de painho e a menina de mainha, a princesa(professorinha) do meu esposo, a mamãe/princesa da minha filha chega a Dr^a Danielle.

Ofereço

Ao meu esposo(meu príncipe) Marcio José Vasconcelos da Silva pois sem ele essa etapa não existira pois é meu porto seguro, meu conselheiro e meu grande e verdadeiro orientador que estar comigo nessa conquista desde o momento da inscrição na seleção, matrículas, aulas, campos, laboratórios, escrita e em todas as etapas que me fez chegar até aqui acreditando sempre na minha capacidade com muita paciência, carinho, respeito, compreensão e muito muito amor sendo exemplo de um ser humano de muita luz. Meu amor te amo por tudo e por tanto e essa conquista é da nossa família.

À minha filha Maria Rita Braga Tavares Vasconcelos e grande amor dos meus dias e por ser essa luz que irradia, a doçura que encanta, a paz que renova, o amor que acolhe, a alegria que revigora, que chegou em nossas vidas durante essa conquista acadêmica como benção do Sagrado Coração de Jesus e que me acompanhou desde o ventre enfrentando longas viagens, sendo privada do convívio com familiares e abrindo mão sem nem imaginar de momentos da primeira infância mas sem perder a doçura e alegria de estar com mamãe e papai. A você filha todo meu amor e que você cresça com amor, fé, respeito, união e tudo de melhor pois você merece e estarei sempre ao seu lado. Mamãe te ama minha pequena e gigante doutora.

Caminhei e transformei dúvidas, desconfianças e exclusões em objetivos, métodos, resultados e discussões, concluindo minha jornada até aqui!

Dr^a Danielle Braga Tavares Vasconcelos da Silva

AGRADECIMENTOS

O momento que decidimos fazer um doutorado é também uma escolha de abdicar de muitas outras vivências mas também um período que vai além de aprendizado teórico, técnico e prático o que são aulas, laboratórios e no meu caso de muito campo. E nada disso pode ser feito sozinho e aqui nesse espaço pequeno mas não tão importante quanto o corpo de tese deixo meu registro de inúmeros agradecimentos:

Agradeço a meu bom Deus pelo dom da vida e por me conceder a cada instante saúde do corpo, da mente, da alma e do espírito e diante de todos os desafios me capacitar e derramar todas as bênçãos.

A minha mãe Nossa Senhora de Fátima por toda proteção, livramentos, abertura de portas e corações.

A minha amiga Santa Rita de Cássia por incondicional acolhimento, proteção e sinais de paciência e companhia.

Aos meus pais Maria Josefa Braga Tavares e José Benedito Rolim Tavares que abdicaram de tantas coisas ao longo de suas vidas por acreditar na educação como maior riqueza. A vocês minha eterna gratidão por acreditarem no meu potencial, pelos incentivos, pelo carinho e amor incondicional pois chegar ao último grau acadêmico é um caminho longo mas que os primeiros passos são dados ainda quando certamente precisei das mãos de vocês para rabiscar as primeiras letras, então aos meus primeiros professores/doutores meu muito obrigada.

Aos meus irmãos Dorgival e Deygles que em algum momento acreditaram no meu potencial acadêmico.

A minha avó Josefa Maria (D. Dade) por todo cuidado e preocupação com meu bem estar durante meus estudos e se aqui estivesse estaria feliz e ao meu avô Dorgival hoje com 98 anos mas que por muitas vezes lhe falta a memória cabe a mim hoje agradecer pelo orgulho que certamente sempre teve ao ver sua neta voar no mundo acadêmico, nas engenharias, nas salas de aula e no serviço público.

Aos meus avós paternos Cazuza e Laudicécia que não tiveram a chance de me conhecerem mas certamente se orgulhariam dessa minha conquista acadêmica e de onde estão nunca deixaram de me abençoar pois meu pai sempre pedi por isso e como não ouvir?

Aos meus sogros Maria do Carmo (D. Carmem) e S. Nelson por todos os conselhos, cuidado, carinho, alegria e acolhimento como se fosse uma filha e minha sogra se aqui estivesse com certeza estaria comemorando conosco.

À minha cunhada Cristina (kika) por todas as orações, carinho e confiança em meu potencial e a Wilka Karla (sobrinha postiça) por toda torcida e desejo de boa sorte nessa conquista acadêmica.

À Verônica Vasconcelos pelo acolhimento, tratamentos, orações, cuidados e atenção comigo e minha família que foram e são fundamentais.

Ao meu esposo, príncipe, e também Prof. Dr Marcio José Vasconcelos da Silva todo meu agradecimento que é minha inspiração como exemplo acadêmico, de pesquisador e servidor, e de ser humano de luz. O pai amoroso, cuidadoso e paciente que em família enfrentamos um momento pandêmico, fomos curados da Covid 19, nos isolamos com nossa recém nascida e com muita fé, esforço e principalmente amor diário conseguimos vencer e divido com você e nossa filha Maria Rita esse título de doutora.

À minha filha Maria Rita Braga Tavares Vasconcelos e grande amor dos meus dias. Sois vitoriosa pois enfrentastes viagens longas entre 3 estados, 4 cidades ainda no ventre, depois em meu colo assistisse aulas remotas, e aos primeiros passos já estava entre solos, sementes, plantas e muitos grãos de sorgo, e assim fostes crescendo entre as plantas e logo estávamos toda família entre laboratórios, plantios, viagens, salas de aulas, sem nunca faltar a nenhuma etapa até o grande dia de defesa de tese então esse título também é seu minha pequena doutora. Que sua alegria, paz, doçura, amor, inteligência seja guiada pelo Cristo Jesus em Seu Sagrado Coração com o amor da Virgem Maria, os anjos e nossa amiga Santa Rita.

Aos profs Drs Josivanda Palmeira e Osvaldo Silva pelo aceite de orientação.

Ao Dr José Nildo Tabosa pesquisador do Instituto de Pesquisa Agrônômica de Pernambuco – IPA pelas contribuições, elogios e reconhecimento do trabalho.

A profa Dr^a Luiza Cirne da UFCG pelo de reconhecimento da importância do trabalho, elogios, sugestões que enriqueceram.

Ao professor Dr Alejandro Pedro Ayala da Universidade Federal do Ceará - UFC pela simplicidade e disponibilidade nas análises físicas e valiosas contribuições.

Ao Instituto Federal de Ciência, Tecnologia e Educação de Alagoas – IFAL, Campus Piranhas no qual sou docente, pela liberação para pós graduação.

Ao Instituto Federal de Ciência, Tecnologia e Educação de Pernambuco _ IFPE, Campus Vitória de Santo Antão pelo uso das instalações e ao prof. Dr Eduardo Francisco pela contribuição nas análises microbiológicas

À Universidade Federal de Campina Grande por tornar possível a realização deste trabalho e ao prof. Dr Antônio Gilson, coordenador do programa de Engenharia de Processos pela simplicidade e por todas as orientações e disponibilidade.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	X
LISTA DE TABELAS.....	Xi
LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS.....	Xii
RESUMO	16
ABSTARCT	17
1 INTRODUÇÃO.....	18
2 OBJETIVOS.....	20
2.1 Objetivo geral.....	20
2.2 Objetivos específicos.....	20
3 REVISÃO DE LITERATURA.....	21
3.1 Embalagens alimentícias.....	21
3.2 Materiais biodegradáveis (biopolímeros).....	22
3.3 Revestimentos para alimentos.....	24
3.3.1 Filmes de amido.....	25
3.3.2 Agentes plastificantes.....	26
3.4 Amido.....	26
3.4.1 Modificação do amido por oxidação.....	27
3.5 Sorgo.....	28
3.6 Resíduos lignocelulósicos.....	30
3.6.1 Celulose.....	30
3.6.2 Hemicelulose.....	31
3.6.3 Lignina.....	32
3.7 Pré tratamento de material lignocelulósico.....	32
3.7.1 Hidrólise alcalina.....	33
3.8 Propólis.....	33
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	35
4.1 Local de trabalho.....	35
4.2 Matéria-prima.....	35
4.3 Características agrônômicas do sorgo granífero IPA1011.....	35
4.3.1 Produção de matéria verde (folha, colmo e panícula com sementes)	36
4.3.2 Produção de matéria seca (PMS).....	36
4.4 Obtenção do amido.....	36
4.4.1 Rendimento do processo de extração.....	37
4.4.2 Composição química do amido.....	37
4.5 Modificação amido de sorgo por oxidação.....	38
4.5.1 Determinação do conteúdo de carbonila dos amidos nativo e oxidado.....	38
4.5.2 Determinação do conteúdo de carboxila dos amidos nativo e oxidado.....	39
4.5.3 Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	39
4.5.4 Cristalinidade relativa dos amidos (DRX).....	40
4.5.5 Propriedades de pasta dos amidos.....	40
4.5.6 Textura dos géis de amido.....	40
4.6 Material lignocelulósico (bagaço da planta do sorgo)	41
4.6.1 Análise granulométrica.....	41

4.6.2	Pré tratamento básico do material lignocelulósico (bagaço da planta de sorgo granífero)	41
4.6.2.1	Pré-tratamento básico.....	41
4.6.3	Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	43
4.6.4	Cristalinidade relativa do bagaço pré tratado (DRX).....	43
4.7	Obtenção do extrato de própolis vermelha por extração convencional (etanólica)	44
4.8	Caracterização do extrato de própolis vermelha.....	44
4.8.1	Determinação dos compostos fenólicos totais.....	44
4.8.2	Determinação do teor de flavonoides totais.....	45
4.9	Elaboração dos filmes biodegradáveis.....	45
4.9.1	Delineamento experimental - elaboração dos filmes biodegradáveis	46
4.9.2	Preparo da solução de amido.....	46
4.9.3	Preparo com a solução pré-tratada.....	47
4.9.4	Mistura das soluções.....	47
4.10	Caracterização dos biofilmes.....	48
4.10.1	Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	48
4.10.2	Análise das dimensões (largura e espessura)	48
4.10.3	Propriedades Mecânicas.....	49
4.10.4	Permeabilidade ao vapor de água dos filmes.....	49
4.10.5	Solubilidade dos filmes em água	50
4.10.6	Análise microbiológica dos biofilmes.....	50
4.10.6.1	Potencial antimicrobiano do biofilme.....	50
4.10.6.2	Análise estatística.....	51
5	Resultado e discussão.....	52
5.1.	Caracterização agrônômica da planta de sorgo granífero IPA-1011.....	52
5.2.	Rendimento do processo de extração.....	52
5.3.	Composição química do amido.....	53
5.4.	Modificação do amido de sorgo por oxidação.....	54
5.5.	Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	55
5.6.	Cristalinidade relativa dos amidos (DRX).....	56
5.7.	Propriedades de pasta dos amidos.....	57
5.8.	Textura dos géis de amido	59
5.9.	Material lignocelulósico (bagaço da planta do sorgo)	59
5.9.1.	Análise granulométrica do bagaço.....	59
5.9.2.	Caracterização físico-química do bagaço.....	60
5.9.3	Cristalinidade relativa do bagaço pré-tratado (DRX).....	61
5.9.4.	Pré-tratamento básico.....	63

5.9.5.	Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura do bagaço (MEV).....	66
5.10.	Caracterização do extrato de própolis vermelha.....	68
5.10.1.	Determinação dos compostos fenólicos totais.....	68
5.11	Elaboração dos filmes biodegradáveis.....	69
5.11.1	Delineamento experimental para elaboração dos filmes biodegradáveis.....	69
5.11.2	Caracterização dos biofilmes.....	70
5.11.2.1	Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	70
5.11.2.2	Análise das dimensões (largura e espessura)	72
5.11.2.3	Propriedades mecânicas (tração).....	73
5.11.2.4	Permeabilidade ao vapor de água.....	76
5.11.2.5	Solubilidade dos filmes em água	77
5.11.2.6	Análise microbiológica dos biofilmes (Potencial antimicrobiano do biofilme)	78
6	Conclusãoe considerações finais.....	80
8	Referências bibliográfica.....	81

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1	Ciclo de vida ideal dos polímeros biodegradáveis provenientes de fontes renováveis.....	15
Figura 3.2	Capacidade instalada da indústria de bioplástico no mundo, por tipo, entre 2011 e 2024 (em mil toneladas)	17
Figura 3.3	Reação do amido com o hipoclorito de sódio formando grupos carbonila e carboxila.....	20
Figura 3.4.	Dados da fenologia da planta de sorgo.....	21
Figura 3.5	Bissecção longitudinal de um grão de sorgo de 10 μ m (Aumento de 22x e mancha de iodo)	23
Figura 3.6	Cadeia linear da celulose.....	24
Figura 3.7	Estrutura da hemicelulose.....	24
Figura 3.8	Compostos da lignina.....	25
Figura 4.1	Fluxograma do processo de obtenção do amido de sorgo.....	30
Figura 4.2	Fluxograma etapas de produção do biofilme ativo de amido de sorgo, reforçado com bagaço pré tratado e aditivado de solução etanólica de própolis vermelha.....	39
Figura 5.1	Grão de sorgo IPA-1011 e amido extraído.....	44
Figura 5.2	Amido in natura e amido modificado.....	45
Figura 5.3	Micrografia dos grânulos dos amidos de sorgo nativo.....	46
Figura 5.4	Difratograma de raios-X do grânulo do amido nativo de sorgo IPA1011.....	48
Figura 5.5	Difratograma de raios-X do grânulo do amido modificado de sorgo IPA-1011.....	49
Figura 5.6	Granulometria dos bagaços in natura da cultivar IPA-1011 (a).....	51
Figura 5.6	Granulometria dos bagaços pré-tratado da cultivar IPA-1011(b).....	52
Figura 5.7	Difratograma de raio X dos bagaços IPA-1011 na condição in natura.....	53
Figura 5.8	Difratograma de raio X dos bagaços IPA-1011 na condição pré-tratado.....	54
Figura 5.9	Diagrama de Pareto para pré-tratamento básico em bagaço de sorgo granífero IPA-1011.....	56
Figura 5.10	Superfície de resposta para porcentagem de lignina solubilizada em pré-tratamento de bagaço de sorgo granífero IPA-1011.....	57
Figura 5.11	Micrografia do bagaço in natura e pré-tratado.....	58
Figura 5.12	Ensaio do planejamento para elaboração dos filmes biodegradáveis.....	61
Figura 5.13	Micrografias da amostra 03 (superfície).....	62
Figura 5.14	Micrografias do ensaio 03 (transversal).....	63

Figura 5.15		
	Micrografias da amostra ponto central (superfície).....	63
Figura 5.16		
	Micrografias do ensaio ponto central (transversal).....	64
Figura 5.17		
	Curvas Tensão x Deformação da ensaio 03.....	66
Figura 5.18		
	Corpo de prova do filme bioativo de amido de sorgo (ensaio 03)	67
Figura 5.19		
	Curvas Tensão x Deformação da amostra pc.....	67
Figura 5.20		
	Corpo de prova do filme bioativo de amido de sorgo (ponto central)	68
Figura 5.21	Apresentam as placas do antibiograma com halos de inibição 1) 2) 3) e 4)	71

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1	Principais grupos de bioplásticos.....	16
Tabela 4.1	Níveis reais e codificados das variáveis de entrada no processo de pré-tratamento básico (NaOH).....	34
Tabela 4.2	Matriz de planejamento fatorial completo 2 ³ para o pré tratado com hidróxido de sódio (NaOH).....	35
Tabela 4.3	Níveis reais e codificados das variáveis de entrada no processo de elaboração dos biofilmes ativos	37
Tabela 4.4	Matriz de planejamento fatorial completo 2 ³ - elaboração dos biofilmes ativos.....	38
Tabela 5.1	Resultados para produção de matéria verde (PMV) e matéria seca (PMS) das folhas, colmo e panícula do sorgo IPA-1011.....	43
Tabela 5.2	Teores de carbonila e carboxila do amido de sorgo IPA-1011 na condição nativo e oxidado.....	45
Tabela 5.3	Propriedades de pasta e dureza dos géis dos amidos de sorgo nativo e oxidado.....	50
Tabela 5.4	Caracterização do material lignocelulósico (bagaço) in natura e pré-tratado da variedade de sorgo granífero IPA- 1011.....	52
Tabela 5.5	Matriz de planejamento fatorial completo 2 ³ para solubilização da lignina com hidróxido de sódio (NaOH) para variedade IPA-1011.....	55
Tabela 5.6	Análise de variância (ANOVA) para pré-tratamento básico na solubilização da lignina.....	57
Tabela 5.7	Teores de fenóis e flavonoides totais.....	60
Tabela 5.8	Matriz de planejamento fatorial completo 2 ³ elaboração dos biofilmes ativos.....	61
Tabela 5.9	Análise das dimensões (largura e espessura) das amostras 03 e ponto central (pc).....	65
Tabela 5.10	Propriedades mecânicas do filme bioativo de amido de sorgo (ensaio 03).....	66
Tabela 5.11	Propriedades mecânicas do filme bioativo de amido de sorgo (ensaio pc).....	67
Tabela 5.12	Permeabilidade do filme bioativo de amido de sorgo (ensaios 03 e pc).....	69
Tabela 5.13	Solubilidade do filme bioativo de amido de sorgo (ensaios 03 e pc).....	70
Tabela 5.14	Análise microbiológica dos filmes frente às bactérias <i>Enterococcus faecalis</i> , <i>Bacillus subtilis</i> , <i>Escherichia coli</i> e <i>Pseudomonas aeruginosa</i> . Controle disco de sensibilidade de 30mcg de amoxicilina.....	71

LISTA DE SIGLAS E ABREVIações

ANOVA - Análise de variância;
AR - Açúcares redutores;
ART - Açúcares redutores Totais;
ATM: atmosfera;
DRX Di-fração de Raio X (Determinação da cristalinidade);
TG - Termo gravimétrica (Comportamento térmico)
CONAB - Companhia Nacional de Abastecimento;
CASTING - Método contínuo de produção;
EMBRAPA: Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária;
FAO - Organização para a Alimentação e Agricultura;
ha: Hectares;
HMF - 5-Hidroximetilfurfural;
IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística;
IPA - Instituto de Pesquisas Agronômicas de Pernambuco;
MAPA: Ministério da Agricultura, Agropecuária e Abastecimento;
MEV - Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura;
MDIC - Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior;
MSR - Metodologia de Superfície de Resposta;
m/v - Relação massa/volume;
M - Molar;
Nm - nanômetros;
ONU: Organizações das Nações Unidas
PCL - Policaprolactona;
PBAT - Poli butileno adipato-co-tereftalato;
PBSA - Poli butileno succinato-co-adipato;
PE - Polietileno;
PP - Polipropileno;
PLA - Ácido polilático;
PHA - polihidroxialcanoato
PNUMA - Programa das Nações Unidas para o Meio Ambiente;
USDA - Departamento de Agricultura dos Estados Unidos;
UFC - Unidade Formadora de Colônia.

RESUMO

A partir da necessidade de encontrar alternativas para reduzir o impacto ambiental frente ao uso desenfreado do plástico e seus resíduos descartados, o presente estudo tem como objetivo desenvolver biofilme ativo de origem 100% biológico através da composição de amido modificado de sorgo granífero e material lignocelulósicos aditivado de própolis vermelha, sendo de grande interesse devido à disponibilidade da matéria prima e do seu baixo custo. A primeira etapa deste trabalho consistiu do plantio e obtenção de dados agronômicos da variedade de sorgo IPA-1011 apresentando o rendimento para produção de matéria verde $69,05 \pm 0,98$ e produção de matéria seca $19,88 \pm 0,47$ em t.ha. O amido extraído apresentou rendimento de 43% (b.s.). A segunda etapa do trabalho foi a modificação por oxidação do amido com solução de cloro ativo a 1,5%, gerando valores para carbonila (COO) $068^a \pm 0,07$ e carboxila (COOH) $0,131 \pm 0,06$. O material lignocelulósico em sua caracterização in natura e após pré-tratamento básico com objetivo de solubilizar a lignina utilizando planejamento de 2^3+3 pontos centrais, apresentou lignina para bagaço in natura $20,16 \pm 0,93$ e lignina para bagaço pré-tratado $3,54 \pm 0,28$. As análises de MEV para bagaço evidenciaram que após a etapa de pré-tratamento com NaOH as fibras ficaram mais expostas e a camada mais externa e rugosa foi removida, tornado a matriz mais porosa e assim proporcionando a biomassa uma melhor disponibilidade das fibras celulósicas. Na caracterização da própolis vermelha os teores de fenóis e flavonoides totais foram de 241,2 e 36,1 mg EQ/g, respectivamente. Após a produção dos filmes foram encontrados valores em sua caracterização que confirma ser um bom produto para produção em escala: análises mecânicas feitas nas duas amostras, denotam diferenças com relação a tensão e deformação na ruptura dos filmes, apresentando uma correlação direta entre ambas análises. Os valores da tensão no ensaio 03 foi de 0,145 mpa e deformação na ruptura de 17,26%; Os melhores resultados para solubilidade ao vapor de água encontra-se nas amostras do ponto central com a menor solubilidade em 31,24%; Quanto as análises antibiograma frente a quatro cepas de bactérias: *Enterococcus faecalis*, *Bacillus subtilis*, *Escherichia coli* e *Pseudomonas aeruginosa*, tiveram bom resultado inibitorio, visto que na composição do biofilme é adicionado própolis vermelha na concentração de 2,5% como aditivo, apresentando maior inibição no teste antibiograma frente a cepa de *Bacillus subtilis* com inibição de 9,4 mm.

Palavras-chave: embalagem ativa biodegradável, polímero, sustentabilidade, *Sorghum bicolor*.

ABSTRACT

Based on the need to find alternatives to reduce the environmental impact of the unrestrained use of plastic and its discarded waste, the present study aims to develop an active biofilm of 100% biological origin through the composition of modified starch from graniferous soybeans and lignocellulosic material with additives. of red propolis, being of great interest due to the availability of raw material and its low cost. The first stage of this work consisted of planting and obtaining agronomic data for the sorghum variety IPA-1011, with yield for green matter production 69.05 ± 0.98 and dry matter production 19.88 ± 0.47 in t. there is. The extracted starch showed a yield of 43% (b.s.). The second stage of the work was the oxidation modification of the starch with a 1.5% active chlorine solution, generating higher values for carbonyl (COO) $068a \pm 0.07$ and carboxyl (COOH) 0.131 ± 0.06 . The lignocellulosic material in its in natura characterization and after basic pre-treatment with the objective of solubilizing the lignin using a 23+3 central point planning, presented lignin for in natura bagasse 20.16 ± 0.93 and lignin for pre-treated bagasse 3.54 ± 0.28 . SEM analyzes for bagasse showed that after the pre-treatment step with NaOH, the fibers were more exposed and the outermost and roughest layer was removed, making the matrix more porous and thus providing the biomass with a better availability of cellulosic fibers. In the characterization of red propolis, the total phenol and flavonoid contents were 241.2 mg EAG/g and 36.1 mg EQ/g respectively. After the production of the films, values were found in its characterization that confirm that it is a good product for scale production: mechanical analyzes carried out on the two samples, denote differences in relation to tension and deformation in the rupture of the films, presenting a direct correlation between both analyses. The stress values in sample 03 were 0.145 mpa and strain at break 17.26%; The best results for water vapor solubility are found in the central point samples with the lowest solubility at 31.24%; As for the antibiogram analyzes against four strains of bacteria: *Enterococcus faecalis*, *Bacillus subtilis*, *Escherichia coli* and *Pseudomonas aeruginosa*, they had a good inhibitory result, since in the composition of the biofilm red propolis is added at a concentration of 2.5% as an additive, presenting greater inhibition in the antibiogram test against the strain of *Bacillus subtilis* with an inhibition of 9.4 mm.

Keywords: biodegradable active packaging, polymer, sustainability, *Sorghum bicolor*.

1. INTRODUÇÃO

Em mais de seis décadas, foram produzidas cerca de 9,2 bilhões de toneladas de plástico, isto é, mais do que uma tonelada de plástico por pessoa, representando uma média de 400 milhões de toneladas de plástico produzido ao ano, sendo que apenas 9% são recicladas (ZAMORA et al., 2020). Segundo a WWF-BRASIL (2019) a distribuição entre os países que mais produzem lixo plástico são: em primeiro lugar, os Estados Unidos, com aproximadamente 70,782 milhões de toneladas ao ano; depois a China, com 54,740; em terceiro lugar a Índia, com 19,311 milhões. O quarto lugar, com 11,3 milhões de toneladas de plástico produzidas ao ano é do Brasil. A maior parte destes resíduos plásticos se transformam em particulados, surgindo assim uma nova preocupação, que são os micropásticos e nanopásticos, classificados por seu tamanho, apresentando-se no geral, os micropásticos na faixa de tamanho entre 100 nm e 5 mm. Apresentam formatos variados, incluindo fragmentos, grânulos, fibras, esferoides e pellets (EFSA, 2016). Enquanto os nanopásticos são fragmentos em nanoescala, ou seja, variando de 1 a 100 nm, em conformidade com a International Organization for Standardization (ISO, 2015). A contaminação por micropásticos e nanopásticos, é um problema ambiental mundial, presentes nos ambientes como, oceanos, terrestre, causando males social e de saúde pública. O acúmulo de detritos plásticos pode ser um sintoma de deficiências anteriores na cadeia de gestão de uma comunidade (PRATA et al., 2021).

Os resíduos plásticos estão presentes nos ambientes terrestre, de água doce, costeiro e marinho, sendo que micropartículas e nanopartículas já foram encontrados em regiões remotas ao redor do mundo, como nos sedimentos marinhos a grandes profundidades no Oceano Pacífico (ZHANG et al., 2020). Estudos anteriores também já confirmaram a presença de partículas plásticas no sal comercial (KIM et al., 2018), leite (KUTRALAM-MUNIASAMY et al., 2020), cerveja (LIEBEZEIT; LIEBEZEIT, 2014), água mineral (ZUCCARELLO et al., 2019) e peixes (BARBOZA et al., 2020), representando um risco potencial à saúde humana.

Segundo relatório do PNUMA (2023) essa problemática apresentada que faz parte do nosso cotidiano, encontra-se na forma como produzimos, usamos e descartamos os plásticos durante séculos, poluindo e desestabilizando o clima, sendo necessário uma intervenção para reduzir a poluição plástica em 80% em todo o mundo até 2040, sendo necessário a eliminação de plásticos problemáticos e desnecessários para reduzir o tamanho do problema e posteriormente, a aplicação de três mudanças: reuso, reciclar, reorientar e diversificar novos produtos que sejam de fontes renováveis e compostáveis (bioplásticos).

Uma das linhas de pesquisa que vem ganhando grande destaque refere-se ao setor produtivo na área de polímeros, onde se observa atualmente a produção de bioplásticos usando matérias-primas classificadas como alternativas, que se apresenta como uma fonte viável para a substituição do

plástico proveniente de fonte não renovável (petróleo) (SANTANA; LIMA, 2009; RODRIGUES et al., 2015).

As embalagens ativas podem ter variadas funções, dentre elas a ação antimicrobiana, onde a principal função é inibir o crescimento de microrganismos que podem deteriorar os alimentos, conferindo segurança e estendendo assim o prazo de vida útil do alimento (SABERI et al., 2017).

Os bioplásticos ou bioprodutos de fontes renováveis, vem sendo tema de pesquisas como forma de mitigar os problemas causados pelo plástico convencionais ao meio ambiente, tendo o grupo dos bioplásticos grande abrangência e uma ampla variedade de compostos com diferentes propriedades e aplicações, reunindo alternativas sustentáveis para muitos materiais convencionais (EUROPEAN BIOPLASTICS, 2016). O INNPROBIO (2015) define bioplástico sucintamente como aquele “produto total ou parcialmente derivado da biomassa”. Por sua vez, biomassa é um termo geral usado fazer referência a matérias-primas renováveis, como madeira, palha, açúcar, milho, mandioca, algas ou resíduos biológicos (INNPROBIO, 2015). Hogan et al. (2015), bem como Lackner (2015), citam que os bioplásticos são definidos como plásticos de base biológica ou biodegradáveis e, sobretudo, aqueles que apresentam ambas as características.

Este trabalho abordou o desenvolvimento de biofilme, oriundo de material 100% biológico e degradável em consonância com as pesquisas atuais voltadas para criar novos produtos que substitua o plástico convencional de forma renovável, limpa e segura, estando a pesquisa inserida nos objetivos de desenvolvimento sustentável (ODS) que é um apelo universal da Organização das Nações Unidas (ONU) à ação para acabar com a pobreza, proteger o planeta e assegurar que todas as pessoas tenham paz e prosperidade.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Produzir biofilme ativo de amido de sorgo granífero (*Sorghum bicolor*) modificado e reforçado com material lignocelulósico e aditivado de extrato de própolis vermelho.

2.2. Objetivos Específicos

- Produzir e caracterizar agronomicamente a variedade de sorgo IPA-1011;
- Obter o amido dos grãos do sorgo granífero genótipo IPA-1011;
- Modificar o amido de sorgo a partir da oxidação (hipoclorito de sódio);
- Analisar através da caracterização físico-química o amido nativo e modificado por oxidação;
- Determinar por meio da caracterização físico-química o percentual de umidade, cinzas, extrativos, celulose, hemicelulose e lignina dos bagaços dos colmos da planta do sorgo granífero in natura e pré-tratado básico;
- Realizar os pré-tratamentos básicos nos bagaços dos colmos da planta do sorgo granífero, utilizando planejamento experimental $2^3+3=11$ ensaios.
- Avaliar através da caracterização física: cristalinidade dos bagaços dos colmos da planta do sorgo granífero in natura e pré-tratado básico através de DRX e suas morfologias (MEV).
- Obter extrato hidroalcoólico da própolis vermelha e caracterizar físico-quimicamente amostras; caracterizar os extratos obtidos quanto à capacidade antioxidante, teor de compostos fenólicos totais e flavonoides;
- Produzir filmes biodegradáveis utilizando planejamento experimental $2^3+3=11$ ensaios;
- Avaliar as propriedades físicas e microbiológicas dos filmes biodegradáveis.m.

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1. Embalagens alimentícias

Segundo a ANVISA (2000) embalagem para alimento é o invólucro, recipiente ou qualquer forma de acondicionamento, removível ou não, destinada a cobrir, empacotar, envasar, proteger ou manter, especificamente ou não, matérias-primas, produtos semielaborados ou produtos acabados.

Atualmente as embalagens vêm sendo consideradas como parte indispensável do sistema econômico da sociedade, tornando seu uso imprescindível no dia a dia (RUIZ; FIGUEIREDO, 2012). Por causa de sua múltipla aplicação, as embalagens têm função básica, além de conter, preservar e proteger os produtos, também podem garantir qualidade e segurança, bem como prevenir contaminações químicas, físicas e microbiológicas (JORGE, 2013). Os materiais mais usados em embalagens hoje são polímeros sintéticos (MASILAMANI et al., 2017). Esses derivados de petróleo, como polietileno, polipropileno e cloreto de polivinila (PVC). Segundo a Associação Brasileira da Indústria Química (ABIQUIM, 2020), o Brasil produziu 406.874 ton de PVC em 2020, exportando nos cálculos da entidade, 58.187 toneladas comparado a um total de 45.468 em 2019, demonstrando assim um acréscimo da necessidade e uso deste material. Na maioria dos casos, os plásticos sintéticos para melhorar o desempenho da embalagem são revestidos ou compostos de diferentes polímeros. Essa complexa estrutura da matriz dificulta a coleta, identificação, triagem, transporte, limpeza e conversão, tornando a reciclagem economicamente inviável. Portanto, o impacto ambiental causado pela sua deposição é um fator que merece atenção (DAVIS; SONG, 2006; MITRUS; WOJTOWICZ; MOSCICKI, 2009).

A gestão de resíduos e a produção de plástico convencional continuam a seguir as tendências atuais com aumento de produção e consumo. Se não houver conscientização para investimentos em novas tecnologias sustentáveis, cerca de 12 bilhões de toneladas de resíduos plásticos serão depositados em aterros ou no ambiente natural até 2050, prejudicando todo ecossistema. (BORRELLE; ROCHEMAN; PROBENCHER et al., 2017).

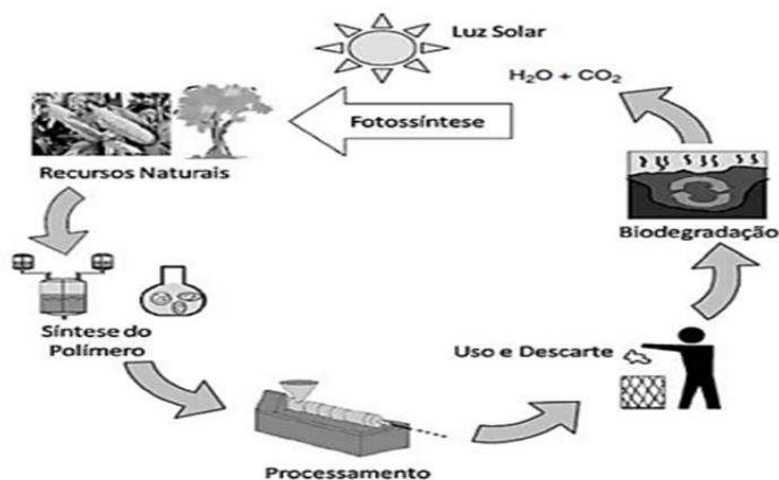
A gestão de subprodutos sólidos pode diminuir o impacto ambiental através de programas de reciclagem, incineração com reaproveitamento da energia gerada, reutilização e descartes em aterros sanitários. Visando reverter esse quadro, inúmeras pesquisas estão sendo desenvolvidas para incrementar e/ou desenvolver materiais biodegradáveis que possam substituir, em algumas aplicações, os polímeros sintéticos (ENGEL; AMBROSI; TESSARO, 2019; ZANELA et al., 2018; BALAKRISHNAN et al., 2017).

3.2. Materiais biodegradáveis (biopolímeros)

Os polímeros naturais ou biopolímeros são obtidos através de organismos vivos animais e vegetais, como por exemplo, a borracha, obtida pela extração de látex da seringueira, polissacarídeos como a celulose, amido que é encontrado em grãos e nas raízes de diversos vegetais, lã de carneiro, seda do bicho da seda e proteínas (ATOM Jr., 2020).

Segundo a Norma ASTM D 883 – testes plásticos, polímeros biodegradáveis são polímeros cuja degradação se dá através da ação de microrganismos de ocorrência natural (ASTM D883-19c, 2019). Os biopolímeros em condições favoráveis podem ser degradados em semanas ou meses (BRITO et al., 2011) portanto, a produção e o uso de biopolímeros têm surgido em aplicações adequadas para substituir alguns polímeros sintéticos. Dentre todas as alternativas conhecidas, as mais utilizadas são as diversas fontes biodegradáveis derivadas de amido, celulose e polissacarídeos, que são baratas e facilmente disponíveis (BASTIOLI, 2014). Além desses pontos, deve-se atentar também para as fontes de menor impacto ao meio ambiente, o saldo positivo relacionado ao dióxido de carbono (CO_2) após sua degradação e a possibilidade de fechamento do ciclo de vida (RAY; BOUSMINA, 2005), como ilustrado na Figura 3.1.

Figura 3.1. Ciclo de vida ideal dos polímeros biodegradáveis provenientes de fontes renováveis



Fonte: Adaptado de Mohanty et al. (2005).

Biopolímeros são polímeros ou copolímeros produzidos a partir de recursos renováveis (resíduos) como milho, cana-de-açúcar, celulose, quitina e outras matérias-primas (BRITO et al., 2011). Em comparação com os plásticos tradicionais, são utilizados para minimizar o impacto no meio ambiente (CHEN; PELTON; SMITH, 2016).

Segundo definição para bioplásticos ou plásticos verdes, a EUROPEAN BIOPLASTICS (2016), fazem referência aos plásticos de origem renovável (ou parcialmente renovável), biodegradáveis ou com ambas as características. A origem renovável pode ser proveniente, por exemplo, dos resíduos vegetais como da cana de açúcar, do milho ou da celulose.

Como produtos elaborados para minimizar os impactos ambientais, os bioplásticos são classificados quanto sua origem: natural ou fóssil, síntese química: convencional ou biossíntese e vida final: convencional, compostagem em condições industriais ou biodegradação em todas as condições, segundo Lagarón, Ocio e López-Rubio (2012). Os polímeros ao apresentar alguma dessas características recebe o termo “bio”. Na Tabela 3.1, encontram-se relacionados os principais grupos de bioplásticos de acordo com a definição descrita.

Tabela 3.1. Principais grupos de bioplásticos.

Fonte	Síntese	Degradação	Exemplo
Fóssil	Química	Biodegradável, compostável	PCL, PBAT, PBSA
Renovável	Química	Não – biodegradável Compostável	PE (fonte biológica), PP PLA
	Natural	Biodegradável, compostável	Polissacarídeos, proteínas, PHA's e etc.

PCL - Policaprolactona; PBAT Poli butileno adipato-co-tereftalato; PBSA - Poli butileno succinato-co-adipato; PE - Polietileno; PP - Polipropileno; PLA - Ácido polilático; PHA - Polihidroxialcanoato

Fonte: Adaptado de Lagarón, López-Rubio e José Fabra (2016).

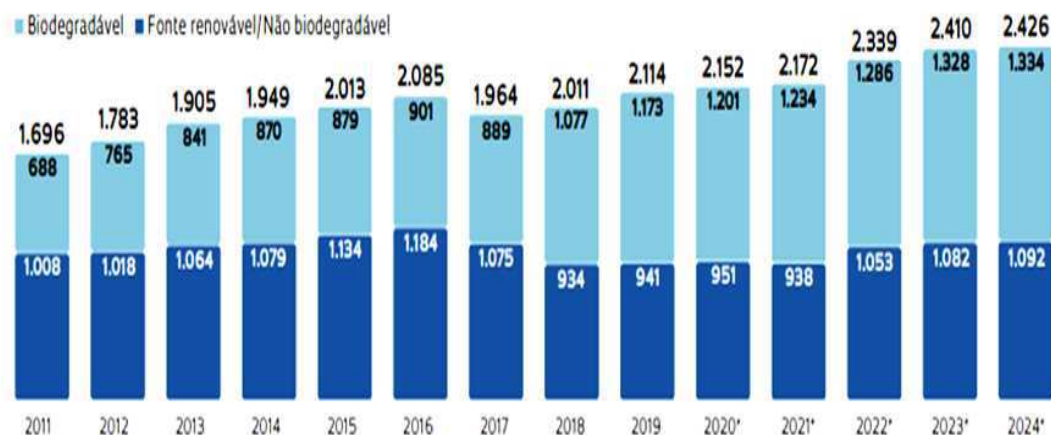
Dentre os principais bioplásticos apresentados na tabela 3.1, o mais predisposto seria aquele obtido de fonte renovável, síntese natural, e biodegradável, levando em consideração a questão ambiental, pois ampliam características de ser um polímero verde (LAGARÓN; LÓPEZ-RUBIO; JOSÉ FABRA, 2016).

Polímero verde é o termo normalmente utilizado para polímeros biodegradáveis (derivados de recursos biológicos ou combustíveis fósseis), e ainda se refere a polímeros produzidos a partir de recursos renováveis, não necessariamente biodegradáveis (OJJO; RAY, 2013). Sendo a partir destes polímeros o surgimento de pesquisas inovadoras em formular e produzir embalagens sustentáveis ou “embalagens verdes” criadas para reduzir os danos que são causados pelas embalagens descartáveis convencionais, as embalagens sustentáveis, são feitas de materiais orgânicos ou materiais recicláveis (ECYCLE, S/D, 2020).

Os biopolímeros, também chamados de bioplásticos, representam menos de 1% dos 359 milhões de toneladas de plásticos fabricados anualmente no mundo, segundo a associação European Bioplastics (FAPESP, 2020). A produção, no entanto, cresce ano a ano, entre 2018 e 2019, a expansão

da capacidade instalada foi de 5%, chegando a 2,1 milhões de toneladas. A expectativa da associação europeia é de que esse número continue evoluindo e chegue a 2,4 milhões de toneladas em 2024, observado na Figura 3.2, segundo dados da European Bioplastics (2020).

Figura 3.2. Capacidade instalada da indústria de bioplástico no mundo, por tipo, entre 2011 e 2024 (em mil toneladas)



Fonte: FAPESP (2020).

No Brasil, não há estatísticas relacionadas à produção ou à venda de bioplásticos, mas em compensação foram comercializados 6,6 milhões de toneladas de plásticos convencionais em 2018, mesmo assim o país tem um enorme potencial em se tornar grande produtor de bioplásticos, por ser um dos grandes na produção de polímeros de origem renovável do planeta, utilizando cana-de-açúcar e etanol (OLIVEIRA-FILHO et al., 2020).

Pesquisas vêm sendo desenvolvidas em instituições para produção de bioplásticos a nível nacional, exemplo a EMBRAPA que vem estudando novos materiais para serem transformados em embalagens ou mesmo ingredientes alimentícios, chamados pelos pesquisadores de bioplásticos ou biopolímeros e podem fazer parte também de embalagens biodegradáveis (MATTOSO, 2018).

3.3. Revestimentos para alimentos

Os revestimentos comestíveis para alimentos podem ser usados para reduzir a umidade, vapores de gases: oxigênio, dióxido de carbono, etileno, aromas e lipídeos, para o ambiente, diminuindo a taxa de respiração (redução do metabolismo) e alterações de textura, melhorando a integridade mecânica da aparência e física contra injúrias, podendo atuar como veículo para aditivos alimentícios, como antioxidantes e inibidores de microrganismos, melhorando assim as

características intrínsecas e a integridade dos vegetais recobertos (CHIEN; SHEU; YANG, 2007; FALGUERA et al., 2011; JACOMETTI; MENEGHEL; YAMASHITA, 2003).

Definido por ser uma fina película formada separadamente do alimento o filme é posteriormente aplicado sobre o mesmo, este caracterizado como uma solução filmogênica ou uma suspensão de compostos poliméricos (SOTHORNVIT; KROCHTA, 2000).

Os revestimentos classificados como comestíveis apresentam a matéria-prima biopolimé rica considerada como GRAS (*Generrally Recognized as Safe*) ou seja, não deve causar toxicidade ao alimento ou ao consumidor (ASSIS; BRITTO, 2014).

3.3.1. Filmes de amido

A aplicação do biopolímero proveniente de matéria-prima amiláceas utilizadas na produção de filmes se baseia nas propriedades químicas, físicas e funcionais da amilose para formar géis e na sua capacidade para formar filmes (MALI; GROSSMAN; YAMASHITA, 2010).

Para transformação do amido em um material termoplástico, é necessário que haja a destruição da matriz e organização dos grânulos de amido que ocorrem através de dois processos: gelatinização e fusão (JACOBS et al., 2020).

O processo de fusão acontece quando o amido é aquecido com pequenas quantidades de água, necessitando de temperaturas maiores para que ocorra, já o processo de gelatinização é a transformação irreversível do amido granular em uma pasta viscoelástica, ocorrendo na presença de excesso de água e leva a destruição da cristalinidade e da ordem molecular do grânulo através do rompimento das ligações de hidrogênio que, inicialmente mantinham a integridade deste (MALI et al., 2010). Segundo Assis e Britto (2014), o processo de produção e formação de filmes de amido pode ser baseado na quebra do biopolímero, onde as moléculas tomam nova forma em uma matriz de filme ou gel. Geralmente evapora-se um solvente criando uma ligação hidrofílica e hidrogenada e ou reticulação eletrolítica e iônica.

A metodologia de produção *casting*, elabora o biofilme a ser obtido de forma independente, em que o biopolímero é solubilizado e aquecido em processo de fundição, formando uma solução. Essa solução filmogênica é submetida à secagem em uma superfície ou molde. O filme obtido é utilizado para separar, cobrir, enrolar e encapar (GUILBERTT; CUQ; GONTARD, 1997).

A aplicação de filmes à base de biopolímeros (amido) é dificultada por sua hidrofília (afinidade com a água) e fragilidade, que pode ser melhorada combinando o amido com outros compostos biocompatíveis como os resíduos de lignocelulose como intensificador ou aplicação de quitosana (BOF et al., 2015).

3.3.2. Substâncias plastificantes para biofilme

As substâncias plastificantes como glicerol são capazes de garantir boa qualidade no plástico biodegradável a ser produzido, pois modifica a organização molecular da rede amilácea aumentando o volume livre na molécula, causando alterações no plástico biodegradável como o aumento de flexibilidade, extensibilidade e distensibilidade seguido por redução na resistência mecânica, temperatura de transição vítrea e barreira a gases e vapor de água, isso devido à higroscopicidade do plastificante e sua ação na quebra da rede amilácea aumentando assim as interações amido-plastificante que diminuem a densidade das interações e conseqüentemente a coesão da molécula (GROSSMAN; MALI; SHIMAZU, 2007).

Os agentes plastificantes quando adicionados a uma solução filmogênica a base de biopolímero amiláceo, alteram suas propriedades mecânicas e físicas para formação de filmes com as seguintes características: flexíveis, vítreos e com reduzida barreira a gases e vapor de água (ALLEONI; JACOMINO; ROSA, 2006).

Os tipos de plastificante que podem ser utilizados em formulações de biofilmes são: glicerina, sorbitol, alguns açúcares, aminoácidos e ácidos graxos (GARCÍA; MARTINO; ZARITZKY, 2000), sendo os três primeiros compatíveis com o amido. Alguns critérios de disponibilidade (plastificantes naturais e substâncias hidrofóbicas) devem ser critérios de seleção, geralmente utilizando-se de 10 a 60 gramas de plastificante por grama de matéria seca durante a formulação dos biofilmes (GONTARD; GUILBERT; CUQ, 1993).

3.4. Amido

Presente em grande quantidade nos vegetais como: tubérculo, raízes e cereais, o amido que é um polissacarídeo, se apresenta como uma das matérias primas mais promissoras para a produção de polímeros biodegradáveis, devido a sua abundância e seu baixo custo, e que na presença de plastificantes e sob ação de calor podem ser processados como um material termoplástico (MAYA, 2016).

Polissacarídeos orgânicos mais abundantes na natureza, o amido se apresenta como fonte promissora para produção de biofilmes (JANE et al., 1994), sendo os cereais a mais abundante. Esse polissacarídeo é acumulado em estruturas de reserva durante uma fase do ciclo de vida da planta para ser utilizado em outro momento, se constituindo a principal forma de armazenamento de carboidratos (SCHWARTZ; WHISTLER, 2009).

A estrutura molecular do amido se apresenta constituída por dois diferentes tipos de polímeros de glicose: a amilose e a amilopectina. A forma em que a amilose e a amilopectina estão dispostas,

formam regiões mais ou menos densas nos grânulos. A região mais densa ou cristalina, é onde se concentra a amilopectina, pois sua parte linear é responsável pela origem desta cristalinidade. As áreas amorfas são formadas por cadeias de amilose e ramificações da amilopectina (SANTOS et al., 2014).

De acordo com a Resolução-RDC N° 263, de 22 de setembro de 2005, amidos são produtos amiláceos extraídos de partes comestíveis de cereais, tubérculos, raízes ou rizomas (ANVISA, 2005).

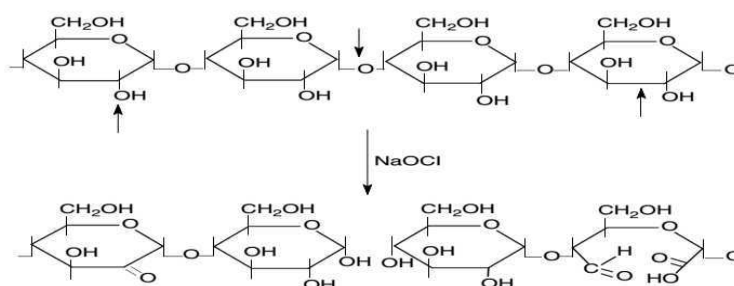
A estrutura do amido incluindo o formato e o tamanho é dependente da origem botânica (JANE et al., 1994; LIN et al., 2016). Seus grânulos podem ser encontrados no pólen, folhas, hastes, tecidos lenhosos, raízes, tubérculos, bulbos, rizomas, frutas, flores e pericarpo, cotilédones, embriões e endospermas de sementes (SCHWARTZ; WHISTLER, 2009).

3.4.1. Modificação do amido por oxidação

Os amidos oxidados são utilizados principalmente nas indústrias de papel e têxteis, por formarem filme e possuírem propriedades de adesão. No entanto, a aplicação de amidos oxidados na indústria de alimentos também apresenta grande importância, visto que estes amidos apresentam baixa viscosidade, elevada estabilidade e alta capacidade de formar géis claros. O amido oxidado normalmente é produzido pela reação do amido com um agente oxidante, como hipoclorito ou iodato de sódio, permanganato de potássio e peróxido de hidrogênio, sendo os dois primeiros os mais utilizados, sempre sob temperatura e pH controlados (WANG; WANG, 2003; SANDHU et al., 2008; ZAVAREZE et al., 2012, VANIER et al., 2012).

Durante o processo de oxidação, grupos hidroxila das moléculas de amido são oxidados a grupos carbonilas e carboxilas (Figura 3.3), contribuindo para a melhoria da estabilidade mecânica e física da pasta de amido. O número de grupos carboxilas e carbonila em amido oxidado indica o nível de oxidação, a qual ocorre principalmente nos grupos hidroxila nas posições C2, C3 e C6, em uma unidade de D-glicopiranosil (KUAKPETOON; WANG, 2001).

Figura 3.3. Reação do amido com o hipoclorito de sódio formando grupos carbonila e carboxila



Fonte: Xie, Liu e Cui (2005).

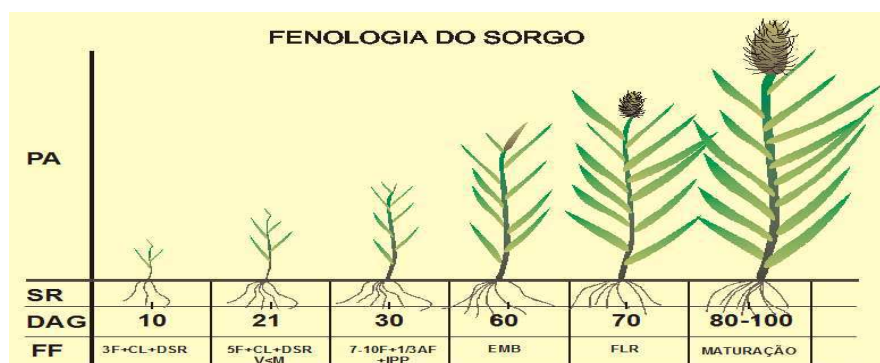
3.5. Sorgo

O sorgo [*Sorghum bicolor* (L.) Moench] é o quinto cereal mais consumido no mundo, sendo mais importante junto ao arroz, ao trigo, à cevada e ao milho (MAINA et al., 2018). Pertence à família da poaceae e tem origem na África onde é encontrada com maior variabilidade de espécies silvestres e cultivada, é conhecida mundialmente como cultura promissora na produção de energia e biomassa (ALVINO et al., 2012).

Caracterizada por sua elevada eficiência fotossintética, o sorgo é classificado como uma planta de metabolismo C₄ podendo ser adaptada em diferentes climas (temperados e tropicais) apresenta o amplo potencial de adaptação no mundo (DALVI et al., 2012).

A classificação agrônômica para os sorgos apresentam a divisão em 5 grupos: granífero, sacarino, forrageiro, vassoura e biomassa, sendo o primeiro grupo (granífero) com maior expressão econômica. O segundo grupo inclui tipos de porte alto apropriados para confecção de silagem e/ou como alternativa para produção de açúcar-de-açúcar e álcool, o forrageiro é utilizado principalmente para pastejo, complemento alimentar para gado, fenação e cobertura morta, e o grupo de sorgo vassoura é usado para confecção de vassouras além do grupo voltado para produção de biomassa que é destinado à produção de energia, com poder calorífico similar ao da cana, do eucalipto e do capim elefante. O ciclo de vida normal do sorgo vai de 90 a 120 dias, mas, assim como sua época de plantio, varia dependendo do genótipo e do local onde será implantado o cultivo (EMBRAPA, 2013). As fases de desenvolvimento (fenologia) da planta de sorgo esta apresentada na Figura 3.4, segundo Tabosa (2011).

Figura 3.4. Dados da fenologia da planta de sorgo.



PA - Parte aérea; SR – Sistema radicular; DAG - Dias após a germinação; FF - Fase fenológica; F - Folha; CL - Caulículo; DSR - Desenvolvimento do sistema radicular; V<M - até 21 dias, o sorgo apresenta menor vigor (V) que o milho (M); AF - Área foliar; IPP – Início do ponto de crescimento; BEM - Emborrachamento; FLR - Floração.

Fonte: Tabosa (2011).

De acordo com o Departamento de Agricultura dos Estados Unidos (USDA, 2020) estima que

a produção mundial de sorgo 2020/2021 foi estimada em 59,76 milhões de toneladas que representa um aumento de 2,27 milhões de toneladas ou 3,94% na produção de sorgo em todo o mundo, quando comparado à produção de sorgo em 2019 que foi de 57,50 milhões de toneladas, sendo o principal incremento deste aumento as mudanças climáticas.

No Brasil, a estimativa de produção do sorgo para safra em 2020, está 5,9% maior que a produção obtida em 2019, influenciada, principalmente, pelo aumento do rendimento médio, estimado em 5,2%. Diversas unidades da federação aumentaram as estimativas de produção, dentre elas: Ceará (150,0%), Pernambuco (104,9%), Bahia (22,7%), Mato Grosso (15,2%), Goiás (19,5%) e Distrito Federal (58,0%) IBGE (2020).

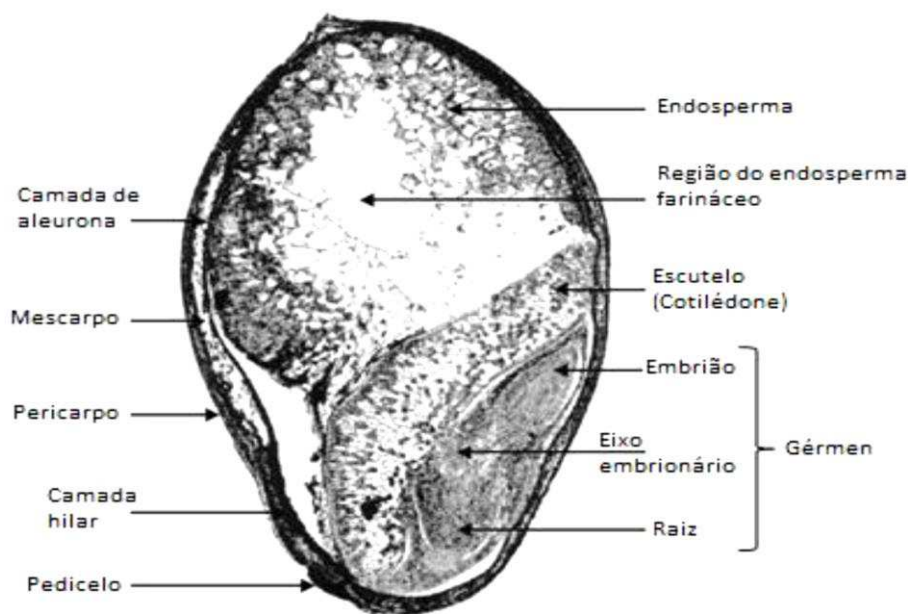
As múltiplas aplicações do sorgo estão na fabricação de biocombustíveis, bebidas, ração animal e de poder ser utilizado como aglutinante e integrante na formulação de comprimidos utilizado como veículo por não conter glúten (ALABI; SINGH; ODEKU, 2018; DESHPANDE; PANYA, 1986). Como alimento humano, na África Ocidental é de crucial importância para a segurança alimentar em áreas áridas e semiáridas, se constituindo uma importante fonte de nutrientes (ABDI et al., 2002; GUINDO et al., 2019). No Brasil, o maior uso dos grãos está na formulação de rações para pecuária (avicultura e suinocultura), sendo ofertado em menor proporção a bovinos, equinos e pequenos animais (KOBBLITZ, 2011).

As sementes de sorgo podem ter inúmeras colorações, se apresentando como brancas, vermelhas, amarelas ou marrons, essa variação de cores resulta de arranjos genéticos que envolvem a presença de pigmentos de antocianidina no pericarpo. O endosperma é composto quase que inteiramente de amido. Algumas camadas dos grãos contêm quantidades consideráveis de tanino, comumente produzido nos grãos de cor escura (vermelho, marrom e negro) (KARPER; QUINBY, 1947).

Segundo Koblitz (2011), o grão de sorgo é composto basicamente de 7,9% de testa (pericarpo), 9,8% de embrião (gérmen) e 82,3% de endosperma amiláceo. Sua estrutura está apresentada na Figura 3.5.

A composição química do grão de sorgo em geral apresenta: 11% de umidade, 70% de carboidratos, 12% de proteínas (devido ao perfil limitado de aminoácidos tem baixa biodisponibilidade), 4% de lipídios (presentes na forma de ácidos graxos poli-insaturados) e 2% de fibras. Além de nutricionalmente apresentarem consideráveis quantidades de compostos fenólicos, vitaminas (vitamina A, Riboflavina, Niacina, Piridoxina, Biotina, Ácido pantotênico e vitamina C) e minerais (Cálcio, Cloro, Cobre, Iodo, Ferro, Manganês, Potássio, Fósforo, Sódio e Zinco e etc.) (KOBBLITZ, 2011).

Figura 3.5. Bisseção longitudinal de um grão de sorgo de 10µm



Fonte: Adaptado de Schwartz e Whistler (2009).

3.6. Resíduos lignocelulósicos

Os resíduos lignocelulósicos são constituídos basicamente de carboidratos polimerizados (hemicelulose, celulose e lignina), com pequenas quantidades de sais minerais e extrativos. Sendo necessária a ruptura do complexo lignina-celulose-hemicelulose ou a remoção de cada fração por técnicas de pré-tratamento e deslignificação (ROCHA; SILVA, 2006).

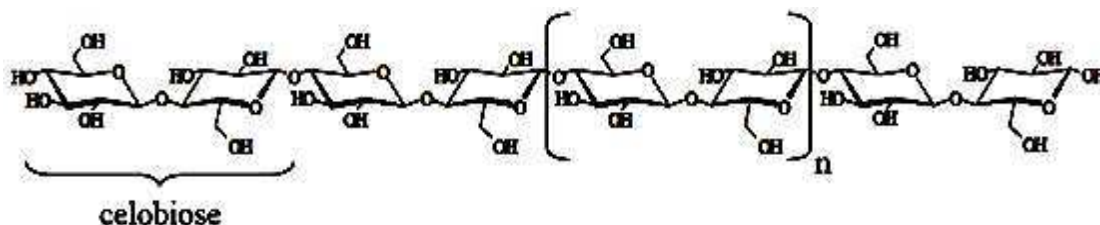
O emprego de polímeros biodegradáveis e compósitos biodegradáveis incorporados com fibras lignocelulósicas tem sido amplamente utilizado em diferentes aplicações devido a sua fácil processabilidade, custo-benefício e versatilidade de produtos que podem ser produzidos (KHARE; DESHMUKH, 2006; CAMPOS et al., 2011).

3.6.1. Celulose

A celulose ($C_6H_{10}O_5$) é o principal componente da parede celular das fibras vegetais, sendo o constituinte mais abundante é um homopolímero linear de elevado peso molecular contendo como unidade fundamental exclusivamente a β -D-glicose unida entre si, formando a estrutura dissacarídica chamada celobiose que são compostos de unidades repetidas em sua cadeia. Apresenta-se como estrutura microcristalina que dificilmente se dissolve ou hidrolisa em condições naturais (MUSSATO; TEIXEIRA, 2010). As cadeias de celulose estão interligadas por pontes de hidrogênio e Van der Waals, resultando em microfibrilas com alta resistência a tração, sendo assim as moléculas de celulose possuem diferentes orientações, levando a diferentes níveis de cristalinidades. A celulose consiste em

duas regiões, uma amorfa e outra cristalina. A cristalinidade da celulose pode ser medida pela técnica de DRX e quanto maior o índice de cristalinidade mais difícil será a biodegradação da celulose (ZHENG et al., 2014). A Figura 3.6, apresenta a estrutura da cadeia linear da celulose, formada por várias unidades consecutivas de celobiose.

Figura 3.6. Cadeia linear da celulose



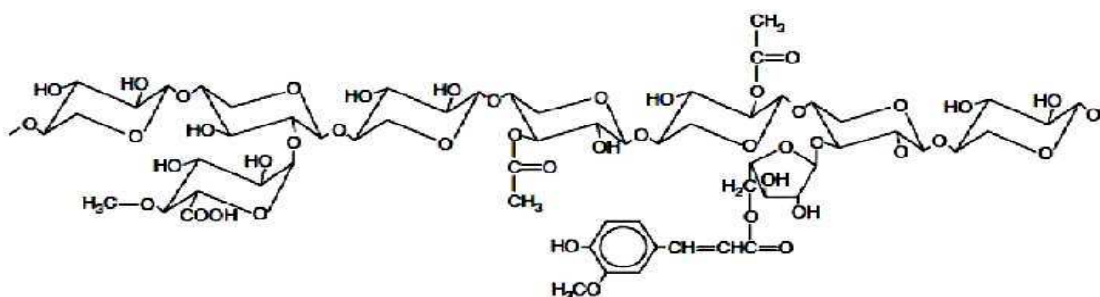
Fonte: Timár-Balázs e Eastop, (1998)

3.6.2. Hemicelulose

Diferentemente da celulose as hemiceluloses são mais amorfas e ramificadas, sendo mais susceptíveis aos tratamentos biológicos, químicos e físicos, são polissacarídeos heterogêneos aleatórios. As cadeias curtas e ramificadas das hemiceluloses ajudam a construir uma rede com as microfibrilas da celulose e integram com a lignina, tornando uma matriz extremamente rígida (ZANGH et al., 2014).

É o segundo componente em abundância de polissacarídeo no planeta, sendo um dos principais compostos estruturais da parede celular dos vegetais, tendo função conectora entre as fibrilas de celulose e a lignina, conferindo maior rigidez à rede estrutural (HENDRIKS; ZEEMAN, 2009). A Figura 3.7, apresenta a estrutura da hemicelulose (xilana) de plantas anuais e perenes.

Figura 3.7. Estrutura da hemicelulose



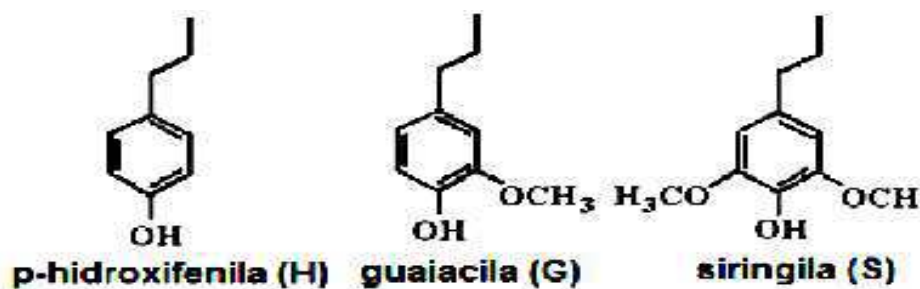
Fonte: Spiridon e Popa (2008).

3.6.3. Lignina

A lignina representa a macromolécula orgânica mais importante e abundante dentre as matérias lignocelulósicas, conferindo rigidez, impermeabilidade, resistência a degradação oxidativa e a ataques de microrganismos (AGBOR et al., 2011). Segundo Zheng et al. (2014) a lignina é considerado o segundo composto orgânico mais encontrado na natureza.

A lignina constitui 10-20% em peso da biomassa seca, é um polímero aromático que contém resíduos fenólicos, formada a partir de três precursores básicos: dos álcoois *p*cumarílico, coniferílico e sinapílico, a lignina é conforme ilustrado na Figura 3.8. Encontrada na parede celular de todas as plantas vasculares, sendo um polímero fenólico, derivada de álcoois aromáticos que têm por função em conferir rigidez, e impermeabilidade à água, além de conferir resistência mecânica e microbiológica aos tecidos vegetais (MORAIS, CAMPANELLA,; HAMAKER , 2010).

Figura 3.8. Compostos da lignina



Fonte: Mousdale (2008)

3.7. Pré-tratamento de material lignocelulósico

Com objetivo em remover a lignina e a hemicelulose, solubilizando e/ou degradando-os, reduzir a cristalinidade da celulose e aumentar a porosidade do material lignocelulósico o pré-tratamento é aplicado (MOSIER et al., 2005).

Segundo Debiagi et al (2012), a similaridade entre os materiais lignocelulosicos (fibras) adicionadas e o amido empregado, é o que possibilita uma forte rede entre as cadeias da matriz polimérica e as fibras empregadas no filme. Entretanto Franco, Faria e Bilck (2014), trabalhando com preparo e caracterização de filmes biodegradáveis reforçados com fibras de cana-de-açúcar sem tratamento prévio chegaram a uma condição em que filmes que contêm 20% fibras, a interação fibra/matriz de amido começa a enfraquecer, perdendo a rigidez, elasticidade e resistência máxima à

tração.

O tratamento prévio das fibras a ser adicionado como reforço na formação do filme biodegradável, evita que o torne quebradiço, uma vez que a lignina constitui 10-20% em peso da biomassa seca com a função de conferir rigidez (MORAIS; CAMPANELLA; HAMAKER, 2010). Após pré-tratamento, ocorre uma melhora nas propriedades mecânicas, devido à compatibilidade entre as fibras de celulose com o amido, o que possibilita maior adesão entre a matriz polimérica do amido e a fibra (DEBIAGI et al., 2012; SOUZA; SILVA; DRUZIAN, 2012).

3.7.1. Hidrólise alcalina

A utilização de soluções alcalinas em pré tratamentos de fibras lignocelulósicas, remove sensivelmente grande parte da lignina, por meio do rompimento das ligações estruturais, melhorando a reatividade dos polissacarídeos remanescentes (MOSIER et al., 2005), sendo o hidróxido de sódio um dos mais efetivos agentes alcalinos e tem sido utilizado para tratar diversos tipos de materiais lignocelulósicos (SOTO et al., 1994).

Efetivo na remoção de lignina, este tipo de pré-tratamento não hidrolisa a hemicelulose tão efetivamente quanto pré-tratamentos que utilizam ácidos (HIMMEL et al., 2008). A característica do pré-tratamento alcalino com NaOH auxilia na remoção da lignina sem afetar muitos outros componentes (BALAT; BALAT; CAHIDE, 2008). Segundo Nascimento (2011), em estudo utilizando pré-tratamento do bagaço de cana-de-açúcar (NaOH a 7% por 30 min em 120 °C) deslignificação do material, obteve resultado em 5% de lignina na biomassa.

Kim e Yun (2005) citam que a grande maioria dos estudos realizados com pré-tratamento empregando agentes básicos como o NaOH utilizaram temperaturas superiores a 100 °C. Entretanto, reagentes alcalinos como amônia, tem demonstrado serem mais promissores trabalhando com temperaturas mais baixas (55 °C), porém sendo requerido um maior tempo de processamento.

3.8. Própolis

A origem da palavra própolis deriva do grego, onde "pró" quer dizer à frente, antes ou defesa e "pólis" significa cidade, se referindo a defesa da colmeia. As abelhas (*Apis mellífera* L.) a utilizam para proteger a colmeia, reparar frestas, embalsamar a carcaça de invasores, reduzir as aberturas de acesso, evitando a entrada de predadores; revestir os alvéolos antes da postura da rainha, mantendo-os livres de agentes microbianos e patogênicos; evitando assim a contaminação por agentes patológicos e sua putrefação; também funcionando como isolante térmico (WAGH, 2013; APICULTURA, 2020).

A composição química da própolis, bem como suas características já descritas, está relacionada com a diversidade ecológica das regiões habitualmente exploradas pelas abelhas, e sofrendo influências das regiões geográficas, condições climáticas, variedade genética da colmeia, fonte vegetal, época do ano da coleta e diversificadas características fitogeográficas (KUROPATNICKI et al., 2013).

De forma geral, a composição da própolis inclui 55% de estruturas resinosas e bálsamos, 30% de cera, 10% de pólen, metabólitos secundários, incluindo flavonoides e ácidos fenólicos, além de microelementos e vitaminas que contribuem no enriquecimento nutracêutico, tais como alumínio, cálcio, estrôncio, ferro, cobre, manganês e pequenas quantidades de vitaminas B1, B2, B6, C e E, (ABDALLAH et al., 2012).

As propriedades de interesse biológico e terapêutico dos compostos encontrados na própolis possuem efeitos benéficos reconhecidos e comprovados cientificamente para a saúde, tais como atividade antimicrobiana (PICOLI et al., 2016), anti-inflamatória (MOURA et al., 2011), antiparasitária (SENA-LOPES et al., 2018).

Foram identificados 14 compostos na própolis vermelha, entre eles fenóis, triterpenoides, isoflavonas, benzofenonas preniladas e alguns componentes químicos foram determinados exclusivamente neste tipo de própolis, como a daidzeína, xantocimol, formonometina, neovestitol, vestitol, medicarpin, bioquianina A, liquiritigenina e isoliquiritigenina (BUENO-SILVA et al., 2017; ANDRADE et al., 2017).

Há relatos na literatura que reportam seu potencial com ação antimicrobiana, antioxidante, antitumoral, contra HIV (Human Immunodeficiency Virus) e até mesmo anticarcinogênica (BONAMIGO et al., 2017).

O extrato etanólico de própolis vermelha possui efeito citotóxico frente a diferentes células de leucemia humana, quando comparada ao extrato de própolis verde, se mostrando capaz de inibir o crescimento de células cancerígenas (FRANCHI Jr. et al., 2012). Testado por Jacob et al. (2015) seu potencial de auxílio na cicatrização de feridas, comprovando que o extrato etanólico da própolis vermelha brasileira conferiu um efeito estimulatório na migração e proliferação de células de fibroblasto. Em estudo sobre atividade antimicrobiana de extratos etanólicos e supercríticos de própolis vermelha, verde e marrom (MACHADO et al., 2015), avaliaram que todos os extratos foram capazes de inibir o crescimento das cepas gram-positiva *Staphylococcus aureus* e gram-negativa *Escherichia coli*, no entanto, o extrato que apresentou melhores resultados foi o extrato etanólico da própolis vermelha. Confirmando assim seu grande potencial biológico. Desta forma, o extrato de própolis vermelha apresenta um grande potencial para utilização como aditivo natural na conservação de alimentos por suas propriedades antimicrobianas e antioxidantes.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. Local de trabalho

Os experimentos foram conduzidos em duas fases distintas sendo a primeira o plantio das sementes do genótipo de sorgo granífero IPA-1011, no Instituto Federal de Educação Ciências e Tecnologia de Pernambuco – IFPE Campus Vitória para obtenção dos grãos e material lignocelulósico. Em um segundo momento, a fase laboratorial, foi desenvolvida e conduzida nos Laboratórios do IFPE Campus Vitória no departamento de Agroindústria: Processamento de Vegetais e Físico-Química, Universidade Federal de Pernambuco – UFPE/CAV – Universidade Federal de Pernambuco (Campus Vitória de S^{to} Antão) Departamento de Nutrição - Laboratório de bromatologia), LITPEG/UFPE Laboratório Integrado de Tecnologia em Petróleo, Gás e Biocombustíveis, UFC – Universidade Federal do Ceará, Departamento de Física – Laboratório de análises térmicas.

4.2. Matéria-prima

A matéria-prima utilizada nesta pesquisa são os grãos e o material lignocelulósicos (bagaço) produzidos a partir do plantio de sementes adquiridas no comércio local do município de Recife – PE, genótipo de sorgo granífero IPA 1011, cultivado no Instituto Federal de Educação Ciências e Tecnologia de Pernambuco – IFPE Campus Vitória.

4.3. Características agronômicas do sorgo granífero IPA-1011

A avaliação agronômica foi realizada no período da colheita entre 20 a 22 de setembro de 2021, à medida que as plantas se encontrarem na fase de maturação fisiológica do grão (fase de grão secos - umidade entre 12 a 14%). Seguindo metodologias descritas pelo IPA 2006, foram plantadas três áreas de vinte metros quadrados, sendo colheita as plantas da área útil (quatro metros centrais de cada área) descartando um metro das fileiras da bordadura, evitando com isso influências externas como possíveis polinizações indesejadas que possam acarretar contaminação das amostras, as quais foram pesadas em balança de campo. Todas elas foram identificadas e separadas, em amostra de 5 plantas.

4.3.1. Produção de matéria verde (folha, colmo e panícula com sementes)

Foram colhidas amostras de cultivar de sorgo granífero, 5 plantas da área útil de cada parcela, identificando separadamente cada parte (colmo, folha e panícula com sementes), para pesagem em balança digital, colocando as mesmas em sacos de papel, para obtenção do peso verde dos colmos, das folhas e das panículas com as sementes, logo após foram colocadas para secar em estufa de circulação forçada a 65 °C por 72 h até atingir peso constante (Boaretto et al., 1999), obtendo assim o peso seco, estimando-se o peso em tonelada por hectare, para produção de biomassa total de cada parcela.

4.3.2. Produção de matéria seca (PMS)

O teor de matéria seca (folha, colmo, panícula com sementes) foi determinado através da Equação 1, para cultivar:

$$\% \text{ M.S} = \frac{\text{Ms(g)}}{\text{Mu(g)}} \cdot 100 \quad (1)$$

Em que:

% M.S - Porcentagem de matéria seca;

Ms(g) - Massa seca da amostra;

Mu(g) - Massa úmida da amostra.

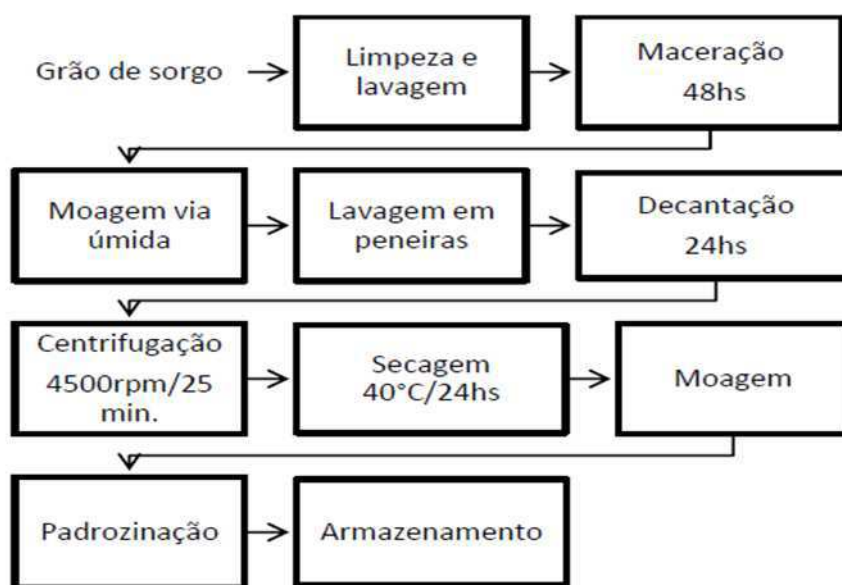
4.4. Obtenção do amido

O amido do sorgo foi obtido utilizando a metodologia descrita por Srebernich (1989), com algumas modificações, como demonstrado na Figura 4.1.

Os grãos foram lavados até a completa remoção das sujidades, em seguida, iniciou-se o processo de maceração em que os grãos do sorgo foram submersos em uma solução aquosa de metabissulfito de sódio na concentração de 0,15% p/v, em um volume de 1:2 (sorgo: solução) por um período de 48 horas. Após esta etapa, passaram por sucessiva lavagem com água destilada, até a água tornar-se límpida. Em seguida os grãos foram triturados com água destilada na proporção de 1:2 em liquidificador industrial, por três minutos. A massa obtida foi separada com auxílio de água em um processo de tamisação, utilizando três peneiras com abertura de 42, 120 e 250 mesh, respectivamente. A suspensão de amido obtida permaneceu em repouso por 24 horas para decantação. Em seguida iniciou-se a etapa de purificação, onde o material sobrenadante foi descartado e o sólido ressuspendido adicionando água destilada na proporção de 1:1 (v/v de amido: água). Essa solução

suspensa foi transferida para tubos *falcon* e centrifugada por 25 min/4500 rpm em uma centrífuga DT 4500 (Daiki, Seoul, Coréia). Em seguida, foi removido o sobrenadante e a borra formada na superfície do amido. Esta operação foi repetida até a obtenção do amido puro que seguiu para o processo de secagem em estufa de circulação mecânica de ar 320-SE (Fanem, Guarulhos, Brasil) a 40 °C por 18 h. Após a secagem, o amido foi desagregado em liquidificador industrial e passado em uma peneira de 100 mesh, para padronização. O produto final foi armazenado em recipiente de vidros esterilizados com tampa à temperatura ambiente.

Figura 4.1. Fluxograma do processo de obtenção do amido de sorgo



Fonte: Souza et al. (2018)

4.4.1. Rendimento do processo de extração

O rendimento do processo de extração do amido de sorgo, expresso em porcentagem, foi calculado pela Equação 2:

$$\% \text{ rendimento} = \frac{\text{Massa do amido}}{\text{massa do grão}} \cdot 100 \quad (2)$$

4.4.2. Composição química do amido

As determinações de carboidratos totais foram feitas por hidrólise drástica (Funed DIOM-DIVISa-SQ-LBQ-MET 0097), método adaptado do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2005). Os teores de umidade (método gravimétrico por secagem da amostra em estufa a 105°C até peso constante), cinzas (método gravimétrico por incineração em mufla à 550°C até peso constante), lipídeos (extração com éter etílico em equipamento Soxhlet) e proteínas (método de Kjeldahl, utilizando o fato de conversão

de 6,25), foram determinados conforme descrito pela Association of Official Analytical Chemists (AOAC, 2007), respectivamente. Todas as determinações foram realizadas em triplicata.

4.5. Modificação do amido de sorgo por oxidação

A oxidação do amido de sorgo foi realizada conforme descrito por Dias et al. (2011). Para realizar a reação de oxidação, a massa de amido 50 g/100 mL em água destilada foi aquecida a 38 °C com agitação constante formando uma pasta, seguida da adição de hipoclorito de sódio em concentração de cloro ativo (1,5%) e o pH foi ajustado e mantido em 9,5 com NaOH 1 Mol L⁻¹ e HCl 1 Mol L⁻¹. Após 50 min de reação, o amido oxidado foi lavado quatro vezes com água destilada e corrigido o pH para 7,0 e então foi filtrado e seco em estufa de ar a 40 °C por 18 h.

4.5.1. Determinação do conteúdo de carbonila dos amidos nativo e oxidado

O conteúdo de carbonila dos amidos foi determinado de acordo com método descrito por Smith (1967). Foram dispersos 3 g de amido em 100 mL de água destilada. As dispersões foram aquecidas em banho maria com agitação constante a temperatura de 100 °C por período de 1 h para a completa gelatinização do amido. As amostras gelatinizadas serão resfriadas a 40 °C, o pH foi ajustado para 3,2 com HCl 0,1 mol.L⁻¹ e adicionado as amostras 15 mL de solução de cloridrato de hidroxilamina às amostras. A seguir, as amostras foram seladas com parafilme e levadas ao banho a 40°C. Após 4 h, foi realizada a titulação com HCl 0,1 mol/L até pH 3,2. O teor de carbonila foi expresso em quantidade de grupos carbonilas por 100 unidades de glicose (CO/100GU) e calculado através da Equação 3.

$$\frac{CO}{100GU} = \frac{(V_{pb} - V_{am}) \times F \times 0,028 \times 100}{\text{massa da amostra (g)}} \quad (3)$$

Em que:

V_{pb} - Volume de HCl gasto na titulação da prova em branco (mL);

V_{am} - Volume de HCl gasto na titulação da amostra (mL);

F - Molaridade do HCl (0,1 mol.L⁻¹);

Fator de correção = 0,028.

Obs: A solução de hidroxilamina foi preparada no dia da avaliação, mediante a dissolução de 25 g de cloreto de hidroxilamina em 100 mL de hidróxido de sódio 0,5 mol/L e completando-se o volume do balão de 500 mL com água destilada.

4.5.2. Determinação do conteúdo de carboxila dos amidos nativo e oxidado

O teor de carboxila foi determinado segundo método descrito por Chattopadhyay, Singhal e Kulkarni (1998). Foram dispersos 3 g de amido em 25 mL de HCl 1 mol/L, com posterior agitação por 1 h. Na sequência, a dispersão foi filtrada em funil de Büchner em bomba a vácuo com papel filtro. O resíduo foi lavado com 400 mL de água destilada e transferido para um béquer. A seguir, foram adicionados 300 mL de água destilada e a dispersão aquecida em banho de água fervente com agitação contínua por 1 h até a completa gelatinização do amido. Com as amostras ainda quentes e sob agitação foi realizada a titulação utilizando o hidróxido de sódio 0,01 mol/L até pH 8,2. O teste em branco foi realizado com o amido nativo. O teor de carboxila foi expresso em quantidade de grupos carboxila em relação a 100 unidades de glicose (COOH.100GU-1) e calculado através da Equação 4.

$$\frac{\text{COOH}}{100\text{GU}} = \frac{[(V_{\text{am}} - V_{\text{pb}}) \times F \times 0,045 \times 100]}{\text{peso da amostra (g)}} \quad (4)$$

Em que:

V_{pb} - vVolume de NaOH gasto na titulação da prova em branco (mL);

V_{am} - Volume de NaOH gasto na titulação da amostra (mL);

F - Normalidade do NaOH (0,01 mol/L);

Fator de correção = 0,045.

4.5.3. Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura (MEV)

Para obtenção das imagens do amido nativo e modificado por oxidação, foram coletadas amostras a serem fixadas em suporte metálico com fita adesiva de carbono, metalizada e observada em microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (FIB – Quanta FEG 3D FEI, Oregon, Estados Unidos), analisado no Laboratório Integrado de Tecnologia em Petróleo, Gás e Biocombustíveis – LITPEG/UFPE.

4.5.4. Cristalinidade relativa dos amidos (DRX)

Os difratogramas de raios-X dos amidos foram obtidos com difratômetro de raios-X (XRD-6000, Shimadzu, Brasil) no Laboratório de Departamento de Física da Universidade Federal do Ceará - UFC, utilizando como fonte de radiação CuK α , tensão de 40 kV e corrente de 30 mA. A região de difração de varredura varia de 3° a 45°, com uma tensão de 30 kV, corrente de 30 mA e velocidade de varredura de 1° min⁻¹. A cristalinidade relativa (CR) dos grânulos de amido foi calculada conforme descrito por Rabek (1980) pela Equação 5.

$$CR (\%) = \left(\frac{A_c}{A_a} + A_a \right) * 100 \quad (5)$$

Em que:

A_c - Área cristalina

A_a - Área amorfa

4.5.5. Propriedades de pasta dos amidos

As propriedades de pasta dos amidos foram avaliadas de acordo com o método oficial da *American Association of Cereal Chemists* nº 76-33.01 (AACC, 2010), em Analisador Rápido de Viscosidade (RVA) (*Rapid Visco Analyser*, modelo RVA-4, Newport Scientific, Austrália), utilizando o perfil Standard Analysis 1. Uma amostra de 3,0 g de amido, corrigida para 14% de umidade adicionada de 25 mL de água destilada foi utilizada para esta avaliação. As amostras foram aquecidas a 50 °C em 1 min e, posteriormente, a 95 °C em 3,5 min, sendo mantidas a 95 °C durante 2,5 min. A seguir, foram resfriadas para 50 °C em 3,8 min, mantidas a 50 °C por 2 min. A velocidade de rotação foi mantida a 960 rpm durante 10 s e então mantida a 160 rpm durante o restante do processo. Foram avaliadas a temperatura de início de formação de pasta, a viscosidade máxima, a quebra da viscosidade, a viscosidade final e a tendência à retrogradação. Os resultados foram analisados utilizando o programa Statistica 7.0 (Statsoft, USA), e teste de comparação de médias (Tukey).

4.5.6. Textura dos géis de amido

As durezas dos géis de amido foram avaliadas através de Texturômetro (Texture Analyser TA.XTplus, Stable Micro Systems) segundo metodologia citada por Yoenyongbuddhagal e Noohorn (2002). Após a análise de RVA (item 3.5.5) os *canister* contendo as amostras foram seladas com parafilme e armazenadas a temperatura ambiente por 24 h. Os géis foram perfurados a 1,0 mm.s⁻¹ a

uma distância de 10 mm usando uma sonda cilíndrica de aço inoxidável de 20 mm de diâmetro (P/20). A força máxima foi reportada como a dureza de gel (altura do primeiro pico).

4.6. Material lignocelulósico (bagaço da planta do sorgo)

4.6.1. Análise granulométrica

A granulometria do bagaço in natura e pré-tratado, segue metodologia descrita pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT, 1984). Foram determinadas as granulometrias, pesando uma massa de 100 g de bagaço seco em peneira previamente pesadas em balança analítica e transferido para agitador, sob frequência de 50 RPM durante 30 minutos, utilizando o jogo de oito peneiras: 10; 16; 32 35; 48; 60; 70 e 100 mesh. O material retido em cada peneira foi pesado e os resultados expressos percentualmente em diâmetro médio em relação a massa do material original. Os cálculos do diâmetro médio da partícula D foi obtido utilizando a equação de Sauter, apresentada por Cremasco (2012) de acordo com equação 5.

$$D = \frac{1}{\sum_i \frac{\Delta x_i}{D_i}} \quad \text{Eq. (5)}$$

Em que:

Δx_i - Fração mássica retida sobre cada peneira;

D_i - Diâmetro médio de abertura das peneiras superiores e inferiores.

4.6.2. Caracterização físico-química (bagaço da planta do sorgo)

Na caracterização do material lignocelulósico (bagaço) in natura e pré-tratado da variedade de sorgo granífero IPA-1011 foi determinada os teores de umidade, cinzas, extrativos, lignina, celulose e hemicelulose, baseada na metodologia de procedimentos para análise de material lignocelulósicos, documento nº 236 EMBRAPA (MORAIS, CAMPANELLA; HAMAKER, 2010).

4.6.3. Pré-tratamento básico do material lignocelulósico (bagaço da planta do sorgo)

4.6.3.1. Pré-tratamento básico

A estrutura da lignina é modificada pela presença de substâncias alcalinas, um pré-tratamento

com hidróxido de sódio foi realizado nos bagaços de sorgo granífero, com o objetivo de remover a lignina presente no material, sem causar danos a cadeia celulósica para posterior processo.

Para o processo de deslignificação do material lignocelulósico foi empregada a técnica de extração alcalina, utilizando metodologia aplicada por Rueda (2010), através de um pré-tratamento alcalino com diferentes concentrações de hidróxido de sódio para solubilização de diferentes concentrações da lignina.

Para o estudo de deslignificação foi utilizado um planejamento fatorial 2^3+3 repetições no ponto central, estudando as variáveis independentes como o tempo de pré-tratamento, concentração de hidróxido de sódio e temperatura, totalizando onze ensaios. Para cada ensaio foram utilizados 5 g da amostra de bagaço e 50 mL de solução de NaOH, ou seja, uma relação de 1:10 (m/V). Durante o processo as concentrações variaram de 1,0 a 4,0%, as temperaturas de 100 a 140°C e o tempo entre 60 e 120 min. Os referidos valores escolhidos seguem metodologia aplicada por Rueda (2010).

Na Tabela 4.1, estão descritos os níveis reais e codificados das variáveis de entrada no processo de pré-tratamento básico do material lignocelulósico.

Tabela 4.1. Níveis reais e codificados das variáveis de entrada no processo de pré-tratamento básico (NaOH).

Variáveis codificadas	- 1	0	+ 1
Tempo de pré-tratamento (min.)	60	90	120
Concentração do NaOH (%)	1,0	2,5	4,0
Temperatura (°C)	100	120	140

Na Tabela 4.2, está descrita a matriz do planejamento fatorial completo 2^3+3 pontos centrais para o pré-tratado com hidróxido de sódio e as variáveis de entrada, concentração, temperatura e tempo.

Tabela 4.2. Matriz de planejamento fatorial completo 2^3 para o pré-tratado com hidróxido de sódio (NaOH)

Ensaio	Concentração NaOH (%)	Temperatura (°C)	Tempo (min)
01	1,0	100	60
02	4,0	100	60
03	1,0	140	60
04	4,0	140	60

05	1,0	100	120
06	4.0	100	120
07	1,0	140	120
08	4,0	140	120
09	2,5	120	90
10	2,5	120	90
11	2,5	120	90

Os processos de pré-tratamento básico foram realizados em Autoclave Vertical Digital - Linha Cs-a18 - Sem Pedal

Para otimização das condições utilizadas nos pré-tratamentos básico e nos resultados das análises estatísticas, será seguido metodologia descrita por Rodrigues e Iemma (2005), utilizado software Statistica™ 7.0.

4.6.4. Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura do bagaço (MEV)

Para obtenção das imagens do bagaço *in natura* e pré-tratado básico, foram coletadas amostras a serem fixadas em suporte metálico com fita adesiva de carbono, metalizada e observada em microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (FIB – Quanta FEG 3D FEI, Oregon, Estados Unidos), no Laboratório Integrado de Tecnologia em Petróleo, Gás e Biocombustíveis – LITPEG/UFPE.

4.6.5. Cristalinidade relativa do bagaço pré-tratado (DRX)

Foi realizada uma difração de Raio-X do bagaço do sorgo granífero *in natura* e após o emprego dos pré-tratamentos básico. As análises foram realizadas em um aparelho marca Shimadzu modelo XRD – 600, no laboratório do Departamento de Física da Universidade Federal do Ceará -UFC, utilizando como fonte de radiação CuK α , tensão de 40 kV e corrente de 30 mA. A velocidade a ser empregada de 2° min⁻¹ e uma faixa de varredura de 2 Θ = 10 a 50 °C, plano que apresenta a amostra foi colocada em um pequeno cadinho de alumina suspenso ao braço da balança por um fio de platina permanecendo até que toda massa sofra oxidação, para determinação da cristalinidade, segundo THYGESSEN et al. (2005). Equação 6.

$$I_c = \frac{(I_{002} - I_{am})}{I_{002}} \times 100 \quad \text{Eq. (6)}$$

Em que;

I_c - Índice de cristalinidade

I_{002} - Intensidade do pico no plano cristalino 002 ($2\Theta = 22,6^\circ\text{C}$)

I_{am} - Intensidade do pico na fase amorfa ($2\Theta = 19,0^\circ\text{C}$).

4.7. Obtenção do extrato de própolis vermelha por extração convencional (etanólica)

Os extratos etanólicos de própolis foram preparados a partir da adição de 15 mL de etanol à 70% em 2 g de própolis no estado bruto, triturada e homogeneizada (PARK et al., 2002). A extração foi realizada a 70°C por 30 min e sob agitação constante em uma incubadora Shaker (MA 420/Marconi–Brasil) a 710-rpm. Após esta etapa, o extrato passou por centrifugação (Centrifuge SIGMA 2–16 KL, EUA) a 8.800 rpm a 5°C por 10 min e o sobrenadante foi transferido para tubos de ensaio (15 x 160 mm). Ao resíduo foi adicionado mais 10 mL de etanol (80%), e a centrifugação repetida. Os sobrenadantes obtidos foram homogeneizados e mantidos em condições atmosféricas inertes (N_2) e a temperatura de 5°C para evitar a degradação.

4.8. Caracterização do extrato de própolis vermelha

4.8.1. Determinação dos compostos fenólicos totais

A determinação de compostos fenólicos totais dos extratos de própolis foi realizada de acordo com o método espectrofotométrico de Folin-Ciocalteu descrito por Woisky e Salatino (1998) usando ácido gálico como padrão. O etanol (95%) foi usado para dissolver os extratos, a fim de se obter uma concentração de 0,1 mg/mL. Em seguida, foram retirados 0,5 mL da alíquota do extrato e misturando com 2,5 mL de solução aquosa de Folin-Ciocalteu (10%) e 2,0 mL de carbonato de sódio a 7,5%. A solução foi colocada num banho com regulação térmica a 50°C durante 5 min (Marconi, M127, Brasil), e depois a absorbância foi medida num espectrofotômetro (Lambda 25 UV/vis Systems - Perkin Elmer, Washington, EUA) a 765 nm, utilizando cubeta de quartzo com caminho óptico de 10 mm e volume de 3,5 mL. Os resultados das concentrações de compostos fenólicos totais foram comparados a uma curva padrão de ácido gálico (equivalente ácido gálico) (mgGAE.g-1) nas mesmas condições. Todas as análises foram executadas em triplicata nas dependências da UFPE/CAV – Universidade Federal de Pernambuco (Centro Acadêmico de Vitória de Stº Antão) Departamento de Nutrição - Laboratório de bromatologia.

4.8.2. Determinação do teor de flavonoides totais

As determinações de flavonoides dos extratos foram realizadas de acordo com o método colorimétrico do cloreto de alumínio (MARCUCCI et al., 2001). Inicialmente, 2,0 mL de cada extrato (0,5 mg/mL) que foram transferidos para o tubo de ensaio e adicionados 2,0 mL de solução metanólica de cloreto de alumínio ($AlCl_3$) a 2%. As amostras homogeneizadas foram armazenadas sob o abrigo da luz por um período de 30 min. A absorbância das amostras foi medida em um espectrofotômetro (Lambda 25 UV/vis Systems – PerkinElmer, Washington-USA) a 415 nm. O mesmo procedimento foi realizado utilizando soluções conhecidas de padrão de quercetina para elaborar uma curva padrão. Além disso, uma amostra em branco foi preparada nas mesmas condições e a quantidade de teor de flavonoides então expressa como equivalentes de quercetina (EQ) (mg EQ/g). Todas as análises foram executadas em triplicata nas dependências da UFPE/CAV – Universidade Federal de Pernambuco (Centro Acadêmico de Vitória de Stº Antão) Departamento de Nutrição - Laboratório de bromatologia.

4.9. Elaboração dos filmes biodegradáveis

4.9.1. Delineamento experimental para elaboração dos filmes biodegradáveis

Os filmes foram desenvolvidos com base em um delineamento experimental 2^3+3 repetições no ponto central, com as variáveis independentes (amido oxidado; bagaço pré-tratado e extrato de própolis), gerando um total de 11 tratamentos. Os valores reais e codificados encontram-se na Tabela 4.3.

Tabela 4.3. Níveis reais e codificados das variáveis de entrada no processo de elaboração dos biofilmes ativos.

Variáveis codificadas	- 1	0	+ 1
Amido oxidado (g)	2,5	5	10
Bagaço pré tratado (%)	1	2,5	5
Extrato de própolis (%)	1	2,5	5

Na Tabela 4.4, encontra-se descrita a matriz do planejamento fatorial completo 2^3+3 pontos centrais para o processo de elaboração dos biofilmes com as variáveis de entrada, massa de amido oxidado, porcentagem de bagaço pré-tratado, utilizado como reforço na formulação do biofilme e

extrato de própolis utilizado como.

Tabela 4.4. Matriz de planejamento fatorial completo 2³ elaboração dos biofilmes ativos

Ensaio	Massa do amido oxidado (g)	Bagaço pré-tratado (%)	Extrato de própolis (%)
01	3	1	1
02	10	1	1
03	3	5	1
04	10	5	1
05	3	1	5
06	10	1	5
07	3	5	5
08	10	5	5
09	5	2,5	2,5
10	5	2,5	2,5
11	5	2,5	2,5

Foi proposto a utilização da metodologia de superfície de resposta para análise dos resultados, que foram calculadas seguindo metodologia descrita por Rodrigues e Iemma (2005), utilizando o software Statistica™ 7.0.

A elaboração da solução filmogênica composta por glicerol, amido oxidado, fibras do bagaço pré-tratado e solução hidroalcoólica de própolis vermelho, utilizando os valores determinados pelo estudo do planejamento experimental da tabela 4.4, segundo metodologia descrita por Moraes et al. (2013) com algumas modificações.

Os filmes foram elaborados pelo método de *casting*, utilizando glicerol como plastificante em concentração fixa de 30% em relação ao peso dos sólidos (amido e bagaço pré-tratado), seguindo as etapas (preparo da solução de amido, preparo da solução com bagaço pré-tratado e mistura) segundo metodologia descrita por Moras et al. (2014).

4.9.2. Preparo da solução de amido

A sequência de operações que seguiram o preparo da solução de amido apresenta-se descrita no fluxograma (Figura 4.2). As soluções de amido foram preparadas seguindo as concentrações determinadas no delineamento descrito na Tabela 4.4. As soluções foram homogêneas durante 5 min/1.300 rpm, utilizando o equipamento Ultra Turrax (UT) T25 Basic (IKA, Carolina do Norte, Estados Unidos). Em seguida, foi adicionado o agente plastificante (glicerol) e seguindo agitação por

mais 5 min/1.300 rpm. A solução, então, foi levada para aquecimento em banho metabólico Dubnoff (SOLAB – Piracicaba, Brasil) com temperatura inicial de 45 °C ao atingir a temperatura de 95 °C, foi mantida a agitação durante 1 h.

4.9.3. Preparo da solução com bagaço pré-tratado

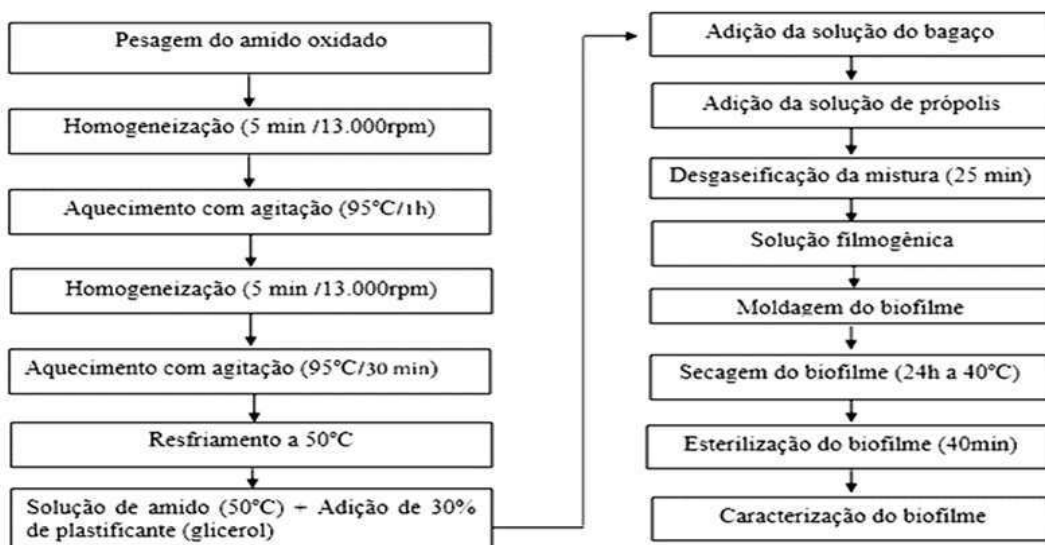
O bagaço pré-tratado nas concentrações determinadas pelo planejamento experimental foi utilizado na formulação de uma solução de suspensão, que foi preparada misturando (g) de bagaço pré-tratado com 300 mL de água destilada, durante 24 h, a fim de facilitar a incorporação destas fibras do bagaço na suspensão de amido. A suspensão das fibras do bagaço e água ficaram em agitação durante 10 min a 1.400 rpm em homogeneizador de bancada (SOLAB, Piracicaba, Brasil) antes da adição do amido e glicerol. As soluções após o tempo de agitação determinado foram armazenadas para utilização na próxima etapa de mistura.

4.9.4. Mistura

Ao atingir 50 °C, a solução de amido foi misturada com a solução de bagaço pré-tratado e aditivada de solução hidro alcoólica da própolis vermelha, utilizando um homogeneizador Ultra 80 (Ultra Stirrer). A proporção utilizada foi de 1:1 (v/v). E logo após seguiu para degaseificação por 25 min utilizando um sonicador ultra-sônica digital Soni Clean 2 (Sanders Medical, Santa Rita do Sapucaí, Brasil). Em seguida foi depositado volume de 50 mL de solução filmogênica em cada placa de petri de polipropileno, utilizada como molde e em seguida, foram submetidas à secagem em estufa de circulação de ar (Fanem, 320-SE, Guarulhos, Brasil) por 24 h/40 °C.

Os filmes secos foram colocados em capela de fluxo laminar submetido à radiação ultravioleta (esterilização) durante 40 min (20 min de irradiação em cada lado) e logo após armazenados em dessecador com 50% de UR (solução saturada de nitrato de cálcio), à temperatura de 23 ± 2 °C até a realização das análises.

Figura 4.2. Fluxograma etapas de produção do biofilme ativo de amido de sorgo, reforçado com bagaço pré-tratado e aditivado de solução etanólica de própolis vermelha



Fonte: Moras et al. (2014) com modificações.

4.10. Caracterização dos biofilmes

Todos os filmes foram caracterizados microscopicamente, quanto à espessura, propriedades mecânicas, permeabilidade ao vapor de água (propriedade de barreira), solubilidade e propriedades antimicrobiana.

4.10.1. Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura (MEV)

A morfologia da superfície e da seção transversal (fratura) dos filmes será examinada utilizando um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (FIB – Quanta FEG 3D FEI, Oregon, Estados Unidos) com feixes de elétrons de 5,0 kV e aumento de 500x para a seção transversal e 200x para a superfície. Para a análise da superfície dos filmes a amostra será fixada em suporte metálico com fita adesiva de carbono e metalizada para aumentar a condutividade da superfície das amostras. Para análise da seção transversal os filmes foram submetidos à fratura usando nitrogênio líquido e secagem em ponto crítico com CO₂, seguido posteriormente do mesmo procedimento utilizado para a análise da superfície.

4.10.2. Análise das dimensões (largura e espessura)

A determinação das dimensões dos filmes foram realizadas utilizando um micrômetro digital (resolução de 0,001 mm) MDC-25M (Mitutoyo, Kanagawa, Japan). Foram calculada como a média aritmética dos ensaios, realizadas nas extremidades (aproximadamente 1 cm de distância da borda),

pontos medianos e no centro, conforme o método descrito pela ASTM F2251-13 (ASTM, 2013).

4.10.3. Propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas dos filmes foram determinadas com base na norma ASTM D882-12, para tanto, utilizará a máquina universal de ensaios mecânicos Instron 5882 (Massachusetts, Estados Unidos), com célula de carga de 500 kg, separação inicial das garras de 100 mm e velocidade 5 mm.min⁻¹.

Os filmes foram cortados em retângulos de 15 mm de largura e 100 mm de comprimento. Para cada amostra foi cortada 3 corpos de prova. A tensão (Mpa) e a deformação (%) foram obtidas automaticamente pelo software Blue Hill versão 2.2 (Instron, Massachusetts, Estados Unidos), e o módulo de Young (Mpa) sendo determinado e calculado o coeficiente angular da parte linear da curva de tensão *versus* alongação. Para cada tratamento foram realizados ensaios e aqueles que apresentaram fratura na garra foram eliminados.

4.10.4. Permeabilidade ao vapor de água dos filmes

A permeabilidade ao vapor de água foi determinada pelo método E96 da ASTM (ASTM, 2014) a 25 °C. As amostras de filmes foram seladas com parafina em células de permeação de alumínio, contendo cloreto de cálcio (0% de umidade relativa). As células de permeação foram acondicionadas em dessecadores contendo solução salina saturada de cloreto de sódio em temperatura ambiente e 75% de umidade relativa. O ganho de massa do sistema foi medido no tempo de 48 hs e calculada através da Equação 7.

$$PVA = \Delta W / t \times X / A \Delta P$$

7

Onde:

PVA - Permeabilidade ao vapor de água

(g.mm/kPa/dia/m²);

ΔW - Ganho de massa (g);

X - Espessura do filme (mm);

T - Tempo (dias);

A - Área exposta (0,005420 m²);

ΔP - Diferença de pressão parcial (3,166 kPa).

4.10.5. Solubilidade dos filmes em água

Para determinação da solubilidade, os filmes foram recortados a partir de um molde de 20 mm de diâmetro, em seguida secos em estufa de secagem com circulação mecânica 320-SE (Fanem, Guarulhos, Brasil) a 105 °C por 24 h. Foram então pesados os filmes secos e em seguida adicionados de 50 ml de água destilada. Os béqueres contendo os filmes foram levados para mesa agitadora com inversor DT 4500 (Daiki Seoul, República da Korea) em temperatura ambiente durante 24 h, a água do sistema foi drenada e logo após os filmes foram secos (105 °C, por 24 h) (GONTARD; GUILBERT; CUQ, 1993). A solubilidade foi expressa em termos de massa seca dissolvida e calculada de acordo com a equação 8.

$$S = \frac{mi - mfl}{mi} \quad \text{Eq. 8}$$

Em que S é a solubilidade em água (% p/p); *mi* é a massa seca da amostra (g); e *mfl* é a massa final da amostra (g) após o período imerso em água e a secagem.

4.10.6. Análise microbiológica dos biofilmes

4.10.6.1. Potencial antimicrobiano do biofilme

Foram feitas análises microbiológicas (antibiograma) para observar a capacidade de proteção alimentícia do filme biodegradável contra a proliferação de microorganismos, seguindo metodologia descrita pela NCCLS (2005), a realização dos ensaios foram feitos com cepas de quatro bactérias, sendo duas do tipo gram negativa *Pseudomonas aeruginosa* e *Echerichia coli*, e duas gram positiva *Enterococcus faecalis* e *Bacillus subtilis*, na concentração de 10⁸ UFC/mL. As cepas das bactérias foram reativadas em caldo BHI, a 37 °C por 24 h, e a inoculação foi feita em meio de cultura ágar Mueller Hinton (MH), sendo utilizado para o preparo 36 g de pó em 1 L de água destilada, aquecida e homogeneizada até dissolver completamente, logo após esterilizada em autoclave a 121 °C por 15 min, foram separadas três placas de petri para cada microrganismo, logo após as placas foram inoculadas em superfície, sendo posteriormente adicionados os discos dos filmes e o disco de sensibilidade de 30 mcg de amoxicilina sobre a superfície das placas, sendo as mesmas incubadas a 37 °C por 24 h. O diâmetro de inibição dos halos foi medido utilizando paquímetro digital, considerando-se o diâmetro dos filmes. As cepas das bactérias cedidas e todo trabalho microbiológico desenvolvido foram de propriedade e nas instalações do laboratório de microbiologia dos alimentos

do IFPE Campus Vitória de Santo Antão.

4.10.6.2. Análise estatística para inibição microbiana

A média dos halos de inibição de extrato de própolis foram realizada com auxílio do programa *Assistat 7.5 beta*, aplicando a análise de variância (ANOVA), sendo a existência de diferenças significativas determinada pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância ($p < 0,05$).

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Caracterização agrônômica da planta de sorgo granífero IPA-1011

Os resultados para produção de matéria verde e matéria seca referente as folhas, colmo e panícula da cultivar de sorgo granífero IPA-1011, estão descritos na Tabela 5.1

Tabela 5.1. Resultados para produção de matéria verde (PMV) e matéria seca (PMS) das folhas, colmo e panícula do sorgo IPA-1011

Área	PMV (t.ha ⁻¹)	PMS (t.ha ⁻¹)	PMS (%)
01	55,10±0,94	15,15±0,97	27,5
02	69,05±0,98	19,88±0,47	28,9
03	59,66±0,73	16,70±0,52	28
04	35,24±0,86	7,85±0,90	22,3

A exploração desta cultivar por ter em seu percentual de matéria verde e seca características próximas as variedades forrageiras, são exploradas para silagem, desde que colhida na fase de grãos leitosos / pastosos. Em face disso, essa variedade é considerada de duplo propósito, de acordo com Tabosa et al. (2014), após a colheita dos grãos maduros (secos), colocar animais para pastejo direto visando a utilização do restolho. Em trabalho de avaliação do valor nutritivo das plantas e da silagem de sete genótipos de sorgo (Podium, Formoso, BRS-610, IPA-1011, IPA-467, SF-15 e SS-318), Quadros et al. (2021) encontraram valores para matéria seca variando entre 27,5 a 46,5%, resultados semelhantes foram encontrados na Tabela 6.1, variando entre 27,5 e 28,9%, quando comparadas as mesmas variedades. Em estudo sobre a produtividade do sorgo forrageiro variedade Agri 002E em função de doses de nitrogênio e manejo de cortes realizado por Theodoro et al. (2021), encontraram maior eficiência na referida pesquisa, por proporcionar as maiores produtividades de matéria verde com 96,6 t/ha e seca 37,9 ton/ha, valores estes superiores aos encontrados neste trabalho, podendo apresentar esta diferença devido ao propósito específico da cultivar e do tratamento utilizado.

5.2. Rendimento do processo de extração

O rendimento de amido de sorgo descrito no item 5.4.1, expresso em porcentagem, foi de 43% (b.s.) de amido in natura, valor este próximo aos encontrados em estudo desenvolvido por Nicoletti et al. (2012) que avaliando diferentes métodos para extração de amido de sorgo utilizando o NaHSO₃ nos tempos de 24 e 72 h, encontraram resultados de 45,57% (b.s.), e 47,80% (b.s.) respectivamente.

5.3. Composição química do amido

A partir dos grãos do sorgo IPA-1011 (a), obteve-se um amido de cor clara e com granulometria fina (b), aparentemente sem impurezas (Figura 5.1).

Figura 5.1. Grão de sorgo IPA-1011 e amido extraído



Fonte: Autora, 2022.

Os valores encontrados para umidade e cinzas (12,31 e 0,18% p/p) no amido de sorgo, estão em conformidade com o estabelecido pela legislação para amidos, cujos teores devem ser no máximo 15 e 0,20%, respectivamente (BRASIL, 2005), valores estes próximos aos encontrados por VIEIRA et al. (2020) que trabalhando com três variedades de sorgo granífero, encontraram para umidade valores entre 9,4 a 9,95% e para cinzas entre, 0,19 e 1,01%.

Os dados obtidos para carboidratos totais 77,97%, lipídios 0,85% e proteínas 1,85% neste trabalho, encontra-se próximos aos encontrados por VIEIRA et al. (2020) que ao trabalharem com a caracterização do amido isolado das cultivares da Embrapa BRS 305, BRS 310 e BR 501, obtiveram para carboidratos totais 89,36; 88,75 e 87,39%, para lipídio 0,40; 0,53 e 0,48% e para proteínas 0,64; 0,63 e 1,27% respectivamente. Ao comparar os dados encontrados neste trabalho aos valores encontrados em pesquisa desenvolvida na determinação da composição centesimal de cultivares comerciais de sorgo BRS 308, BRS 332, AG 1040 e DKB 551 para uso na alimentação humana desenvolvido por Queiroz et al. (2015) carboidratos totais 62,2; 62,1; 61,1 e 59,3%, para lipídios 3,47; 4,11; 3,97 e 3,98% e proteínas 11,2; 11,7; 10,9 e 12,8 respectivamente, é possível observar que os valores para carboidratos totais estão abaixo, evidenciando que quanto maior for estes teores mais rico em amido será o material a ser trabalhado. As variações nos conteúdos de carboidratos, cinzas e proteínas do amido de sorgo, comparados aos da literatura, podem ser atribuídas à variedade da cultivar do grão estudado e condições edafoclimáticas de cultivo, bem como ao método de extração do amido (ZHU, 2014).

5.4. Modificação do amido de sorgo por oxidação

A modificação do amido extraído do sorgo IPA-1011, apresentou granulometria fina e modificação na cor, amido in natura (c) amido modificado (d) Figura 5.2.

Figura 5.2. Amido in natura e amido modificado



Fonte: Autora, 2022.

Estão apresentados na Tabela 5.2 os teores de carbonila e carboxila do amido de sorgo IPA-1011 nas condições nativo e oxidado.

Tabela 5.2. Teores de carbonila e carboxila do amido de sorgo IPA-1011 na condição nativo e oxidado.

Modificações	Carbonila (CO.100 UG ⁻¹)	Carboxila (COOH.100 UG ⁻¹)
Nativo	0,041 ^b ±0,04	0,00
Oxidado	0,068 ^a ±0,07	0,131±0,06

Letras minúsculas distintas na mesma coluna representam diferença significativa entre as médias submetidas ao teste de Tukey a 5% de significância. UG - Unidades de glicose.

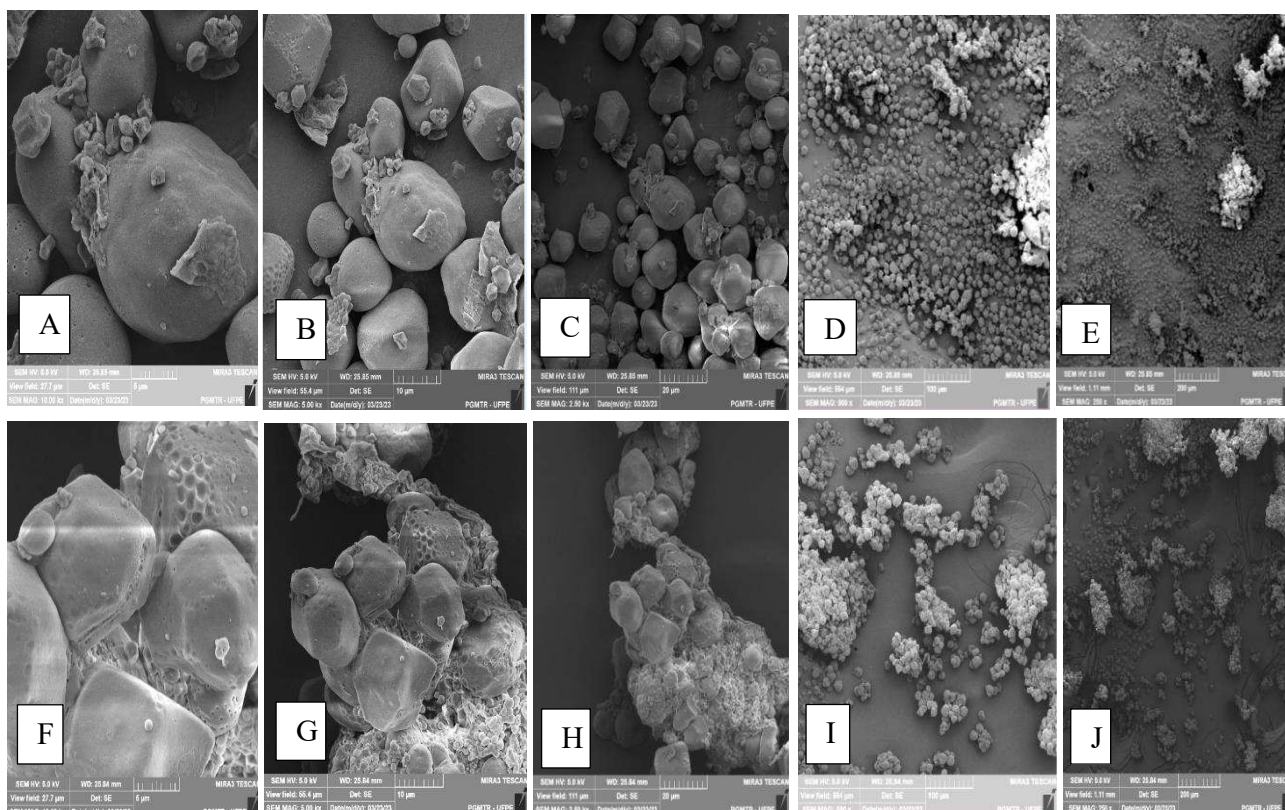
A intensidade de oxidação do amido é expressa no conteúdo de grupos de carbonila e carboxila, podendo este processo ser observado no amido modificado com concentração de 1,5% de cloro ativo que apresentou maior teor de carbonila quando comparado ao amido nativo, sendo o conteúdo de carboxila superior ao de carbonila, onde, os níveis de carbonila (CO) e carboxila (COOH) para 100 unidades de glicose (UG) nos amidos foram: nativo 0,041 e 0,00, oxidado 0,068 e 0,131, isto ocorre devido ao favorecimento de formação de carboxila em condições alcalinas (WÜRZBURG, 1986). Em trabalho realizado por Biduski et al. (2015) na produção de biofilme utilizando amido de sorgo oxidado por hipoclorito de sódio com diferentes concentrações de cloro ativo, encontraram níveis de carbonila (CO) e carboxila (COOH) para 100 unidades de glicose (UG) nos amidos: nativo 0,043 e 0,00, oxidado 0,072 e 0,139 com 1,5% de cloro ativo, valores estes próximos aos encontrados neste trabalho. O grau de modificação é normalmente representado pelo percentual de grupos que

foram substituídos da molécula original, sendo este denominado de grau de substituição (GS) (OJOGBO; OGUNSONA; MEKONNEN, 2020).

5.5. Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura (MEV)

A análise morfológica por microscopia de varredura, apresenta na Figura 5.3 as micrografias dos grânulos do amido nativo.

Figura 5.3. Micrografia dos grânulos dos amidos de sorgo nativo (A:5 μ m; B:10 μ m; C:20 μ m; D:100 μ m; E:200 μ m) e amidos de sorgo oxidado (F:5 μ m; G:10 μ m; H:20 μ m; I:100 μ m; J:200 μ m)



Fonte: Autora, 2023.

As imagens micrográficas, mostram a formação dos grânulos do amido do sorgo nativo (Figuras de A a E), podem ser evidenciados as formas geométricas predominantes ovais e elipsoides truncados ou ainda hemisféricos, apresentando os grânulos isolados na maioria das imagens. As micelas de amido podem ser observadas em sua superfície granulos liso, sem rugosidade ou porosidade superficial, muito próxima a do amido de milho (BELLO-PEREZ et al., 2006). Nas imagens do amido de sogo após oxidação (Figuras F a L) pode-se observar que raramente os grânulos aparecem isolados e sim agrupados, o que pode ser justificado pelo efeito do tratamento alcalino sobre os grânulos de amido, pois de acordo com Cardoso et al. (2007) as soluções alcalinas alteram as estruturas dos grânulos, isto ocorre devido ao favorecimento de formação de carboxila em condições

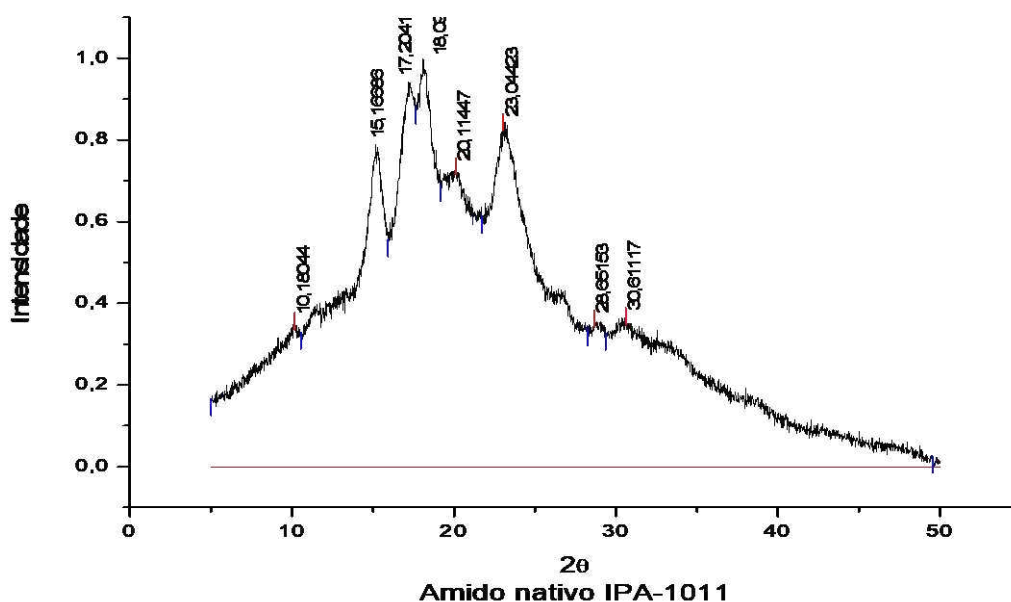
alcalinas (WÜRZBURG, 1986). As imagens micrograficas apresentadas corroboram mostrando a efetividade do processo de oxidação do amido nativo descrito no item 5.4.

5.6. Cristalinidade relativa dos amidos (DRX)

O difratograma de raios X do amido nativo do sorgo IPA-1011, está apresentado na Figura 5.4, mostrando a cristalinidade que tem relação com o comprimento das ramificações da amilopectina, com o empacotamento das moléculas no interior dos grânulos e com a presença de água (SAJILATA; SINGHAL; KULKARNI, 2006). Porém, moléculas podem ser muito ordenadas e não serem cristalinas (SUBRAMANIAN; HOSENEY; BRAMEL-COX, 1994).

A cristalinidade relativa do amido nativo encontrado neste trabalho foi de 24,53%. Essa estrutura é resultado da interação hidrofóbica e de ligações de hidrogênio para formar hélices e lamelas duplas dos grânulos de amido (JANE et al., 1994). O valor encontrado fica acima para amido de sorgo vermelho (16,32%) encontrado por Biduski et al. (2016) e próximo ao encontrado em sorgo nativo (26,2%) por Matalanis et al. (2009). Em geral, o padrão de difração de raios-X varia de acordo com a origem do amido bem como com as condições ambientais de crescimento da planta (WEBER; COLLARES-QUEIROZ; CHANG, 2009).

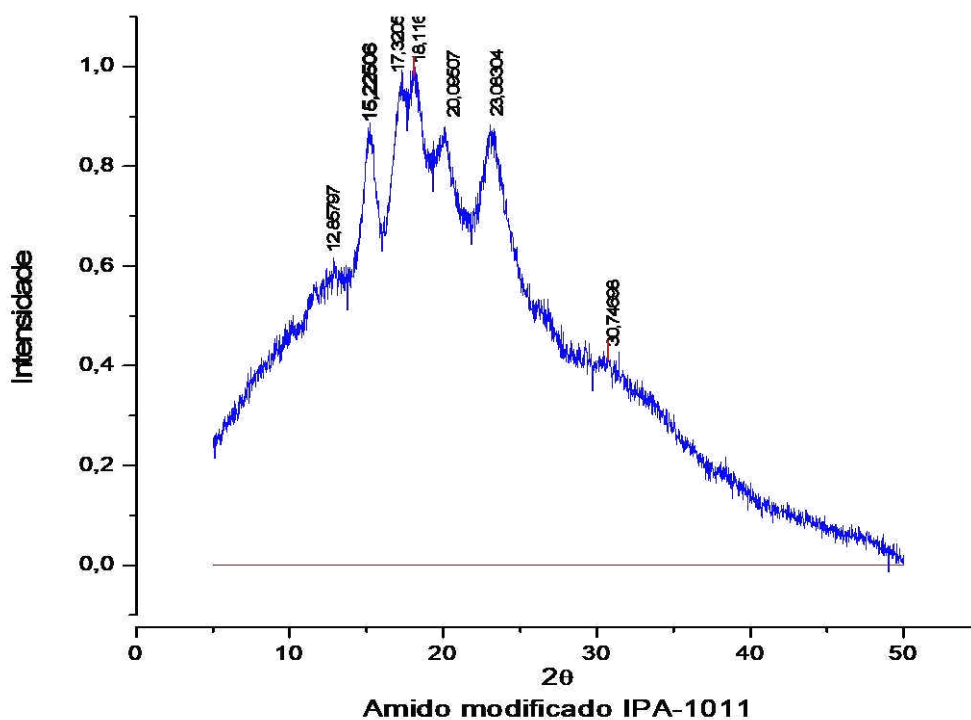
Figura 5.4. Difratograma de raios-X do grânulo do amido nativo de sorgo IPA1011



Os grânulos apresentaram um padrão cristalino do tipo A, encontrado comumente em cereais, com banda de intensidade média-forte no ângulo de difração 2θ entre 10,18 a 15,16°, forte em 17,20°, 18,09° e 23,04° e média em 20,11°. Resultado semelhante foi encontrado por Singh, Sodhi e Singh

(2012) no qual apresentou bandas de maior intensidade nos ângulos de difração 2θ em $15,3^\circ$, $17,1^\circ$, $18,2^\circ$ e $23,5^\circ$. Segundo Weber et al. (2009), o fator chave que determina o tipo polimórfico do amido é o comprimento da cadeia ramificada da amilopectina.

O difratograma de raios X do amido modificado do sorgo IPA-1011, está apresentado na Figura 5.5. **Figura 5.5.** Difratograma de raios-X do grânulo do amido modificado de sorgo IPA-1011



Os grânulos de difração do amido modificado, apresentaram um padrão cristalino do tipo A dos quais não tem diferenças significativas dos encontrados no amido nativo apresentado na figura 6.4, com banda de intensidade média-forte no ângulo de difração 2θ entre $12,85$ a $15,22^\circ$, forte em $17,32^\circ$, $18,11^\circ$ e $23,08^\circ$ e média em $20,09^\circ$, a mesma característica da manutenção do padrão de difração após o tratamento foi reportada no estudo de Gunaratne e Hoover (2002), no qual foi aplicada a modificação em amido de mandioca e taro e ambos mantiveram o mesmo padrão obtido no amido nativo.

5.7. Propriedades de pasta dos amidos

Na Tabela 5.3, estão apresentados os valores de propriedades de pasta e dureza dos géis dos amidos nativo e oxidado do sorgo. A oxidação reduziu a temperatura de pasta do amido, sugerindo que os grânulos de amidos oxidados incham mais facilmente devido ao enfraquecimento e desintegração das ligações das moléculas de amido promovido por modificações químicas,

requerendo uma temperatura menor para gelatinizar o grânulo do amido (KUAKPETOON; WANG, 2001).

Tabela 5.3. Propriedades de pasta e dureza dos géis dos amidos de sorgo nativo e oxidado

Parâmetros	Tratamentos	
	Nativo	Oxidado
Temperatura de pasta (°C)	86,45±0,04 ^a	78,32±0,07 ^b
Pico de viscosidade (RVU)	276,76±0,82 ^b	365,45±0,98 ^a
Quebra (RVU)	67,82±0,28 ^b	165,92±0,84 ^a
Viscosidade final (RVU)	281,67±0,56 ^a	279,62±0,62 ^a
Retrogradação (RVU)	108,21±0,81 ^a	107,96±0,96 ^a

* Letras minúsculas distintas, na mesma linha, representam diferença significativa entre as médias submetidas ao teste de Tukey a 5% de probabilidade de erro.

Os picos de viscosidade dos amidos (viscosidade máxima) do sorgo nativo com valor de 276,76±0,82, parâmetro que reflete o máximo intumescimento antes da desintegração do grânulo de amido, foram menores do que os que passaram pelo tratamento de oxidação com valor encontrado de 365,45±0,98, respectivamente indicando que o amido do sorgo nativo possui forças associativas intermoleculares nos seus grânulos com estruturas mais fortemente ligadas (forças coesivas mais fortes no seu interior), o que resulta em uma maior resistência ao inchaço quando comparado aos grânulos de amido oxidado, isso resulta em uma desintegração com menor facilidade (NOGUEIRA; FAKHOURI; OLIVEIRA, 2018). Segundo CHONG et al. (2013) o pico de viscosidade e a quebra aumentam com a oxidação em relação ao amido nativo, ou seja, a viscosidade mais elevada indica perturbações no grânulo ou menor tendência do amido resistir à força de cisalhamento durante o aquecimento.

Amidos com menor quebra de viscosidade, como o nativo que apresentou valor de 67,82±0,28, são preferíveis, segundo Pelissari et al. (2012), em alimentos que exijam alta estabilidade de pasta durante o cozimento prolongado e agitação, por exemplo em alimentos infantis esterilizados, ou como ingrediente em produtos lácteos. No entanto, por se tratar de amidos nativos, o tempo de gelatinização é consideravelmente maior quando comparado ao uso de amidos modificados (OMOREGIE; EGHAREVBA, 2020). Na retrogradação e na viscosidade final não houve diferenças significativas entre os amidos nativo e oxidado.

5.8. Textura dos géis de amido

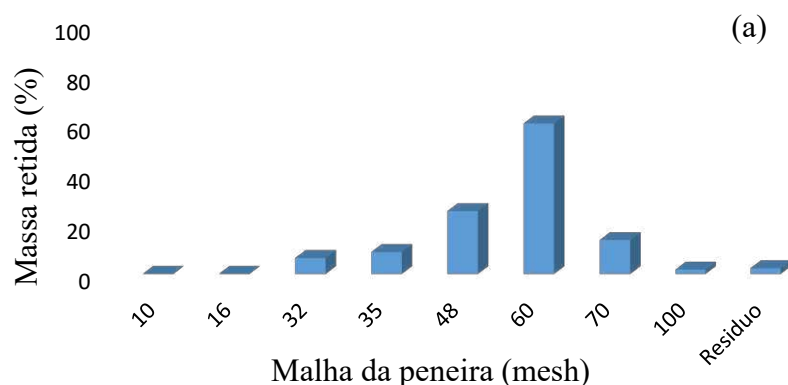
Segundo Kälviäinen, Roininen e Tuorila (2000), a dureza dos géis de amidos corresponde à força aplicada para que ocorra sua compressão. O gel de amido oxidado apresentou valor de $3,86 \pm 0,85$ (N) menor dureza quando comparado ao gel de amido nativo que foi de $6,21 \pm 0,10$ (N), o que pode ser atribuído ao enfraquecimento da estrutura interna dos grânulos de amido e a despolimerização das moléculas de amido que ocorre na oxidação (APLEIVICZ; DEMIATE, 2007). Madruga et al. (2015) trabalhando com propriedades de pasta e dureza de gel de amido de sorgo forrageiro nativo e oxidado, encontrou valores para dureza do amido nativo 5,95 e para amido oxidado 3,64, valores estes próximos aos encontrados neste trabalho. Segundo Benavent-Gil e Rosell (2018) após tratamento os amidos indicam que a resistência a pressão é menor, favorecendo aplicação em produtos pastosos que mantenha a característica sensorial de poder ser pego facilmente com uma colher, como sorvete, cremes e iogurtes. As propriedades texturais do gel de amido têm uma relação direta com as aplicações alimentares, uma vez que amidos com dureza de gel mais elevada dos amidos nativos, são interessantes economicamente pois permitem a rápida formação de géis com menores quantidades.

5.9. Material lignocelulósico (bagaço da planta do sorgo)

5.9.1. Análise granulométrica do bagaço

As análises das distribuições granulométricas dos bagaços na condição in natura estão apresentadas na figura 5.6 (a) e para os bagaços pré-tratados na Figura 5.6 (b).

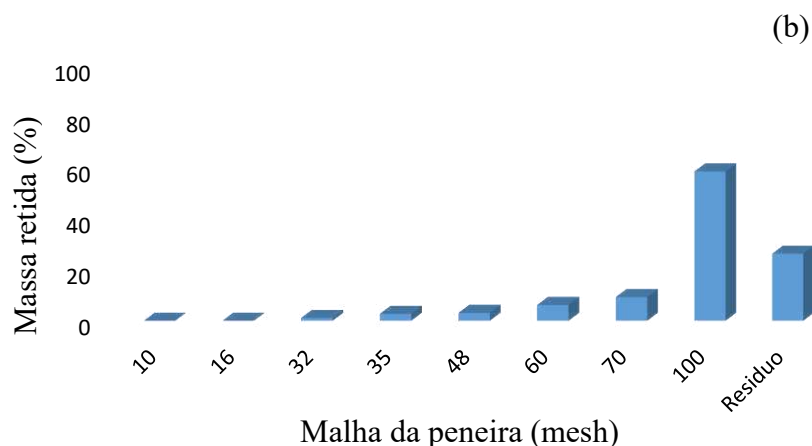
Figura 5.6. Granulometria dos bagaços in natura da cultivar IPA-1011



O diâmetro de Sauter encontrado para os bagaços in natura da cultivar IPA-1011 foi de 0,21 mm, percebendo-se que a maior concentração de partículas retidas foram evidenciadas na peneira de 60 mesh.

Após o processo de pré-tratamento básico no bagaço, foram obtidas distribuições granulométricas apresentadas na Figura 5.6. (b).

Figura 5.6. (b) Granulometria dos bagaços pré-tratado da cultivar IPA-1011



Na Figura (b) é perceptível a diminuição no tamanho das partículas evidenciadas no gráfico, ficando o bagaço retido em maior proporção nas peneiras 70, 100 e fundo que é caracterizado como resíduo da análise. O diâmetro de Sauter encontrado para os bagaços pré-tratado foi de 0,16 mm este valor evidencia a redução no tamanho das partículas após pré-tratamento básico. Valores próximos aos encontrados neste trabalho, foram encontrados por Silva (2017) que trabalhando com material lignocelulósico em duas variedades de sorgo sacarino para obtenção de etanol de 2ª geração, encontrou no material in natura um diâmetro de Suater entre 0,22 e 0,21 mm e após pré tratamento 0,16 e 0,18 mm. Campus et al. (2015) trabalhando com pré tratamento de bagaço de sorgo sacarino, encontraram valores granulométricos para diâmetro de Suater em material in natura e pré tratado entre 0,57 e 0,18mm.

5.9.2. Caracterização físico-química do bagaço

Estão descritos na Tabela 5.4 os resultados da caracterização do material lignocelulósico (bagaço) in natura e pré-tratado da variedade de sorgo granífero IPA- 1011, quanto aos teores de umidade, cinzas, extrativos, lignina, celulose e hemicelulose.

Tabela 5.4. Caracterização do material lignocelulósico (bagaço) in natura e pré-tratado da variedade de sorgo granífero IPA- 1011.

Parâmetros analisados	In natura (%)	Pré-tratado NaOH (%)
Umidade	6,76±0,70	5,52±0,42
Cinzas	4,60±0,35	2,76±0,54
Extrativos	7,68±0,20	5,65±0,65
Lignina	20,16±0,93	3,54±0,28
Celulose	32,52±0,45	71,45±0,41
Hemicelulose	28,28±0,45	11,08±0,79
Σ	100±0,84	100±0,72

Os parâmetros analisados para umidade no material in natura e pré tratado do bagaço de sorgo granífero, foram de 6,76 e 5,52 valores estes próximos aos encontrados por Oliveira e Vasconcelos (2011), que estudando a caracterização do bagaço de sorgo para produção de etanol de 2ª geração obtiveram teor de umidade entre 7,44 e 6,18. Silva (2017) ao pesquisar potencialidades do bagaço de sorgo sacarino de sete variedades para produção de etanol 2ª geração encontrou valores para o material in natura, umidade entre 9,39 a 6,16%; cinzas 2,63 e 4,60%; extrativos 7,04 e 11,69%; lignina 12,69 e 20,85%; celulose 23,16 e 41,07%; hemicelulose 20,97 e 39,78%, valores estes próximos aos encontrados neste trabalho, mesmo com diferenças nas metodologias empregadas e na aptidão das variedades de sorgo trabalhadas pelo autor.

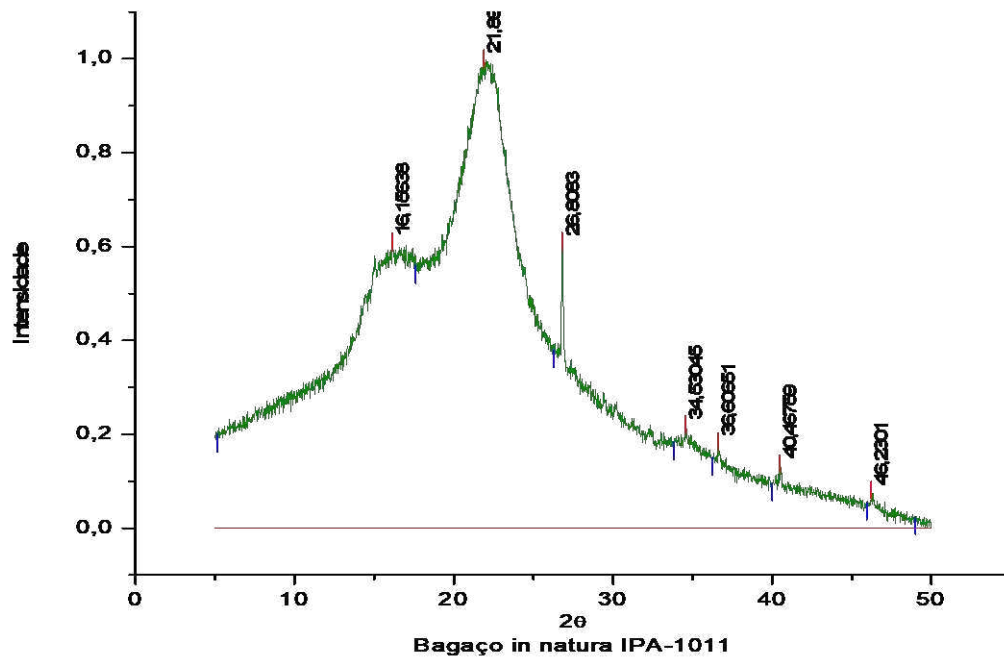
Os valores para o bagaço pré tratado, para cinzas 2,76; extrativos 5,65; lignina 3,54; celulose 71,45 e hemicelulose 11,08% estão próximos aos encontrados na literatura, onde após pre tratamentos para solubilização da lignina, há evidencia no teor de celulose e redução da hemicelulose, características esta encontrada por Philippine (2012) que aos estudar cinco variedades de cana-de-açúcar, encontrou percentual para lignina em torno de 20% e após tratamento obteve 15% e para celulose 40% e após tratamento 75%, já Pires et al. (2006) ao tratar bagaço de cana com hidróxido de sódio encontrou valores para lignina entre 2,5 e 7,5% e celulose entre 61,3 e 62,19%.

5.9.3. Cristalinidade relativa do bagaço pré-tratado (DRX)

As análises para difratogram de raio X, nos bagaços de sorgo granífero variedade IPA -1011 foram feitas nas condições in natura e pré tratado básico, visando obter índices de cristalinidade para cada material.

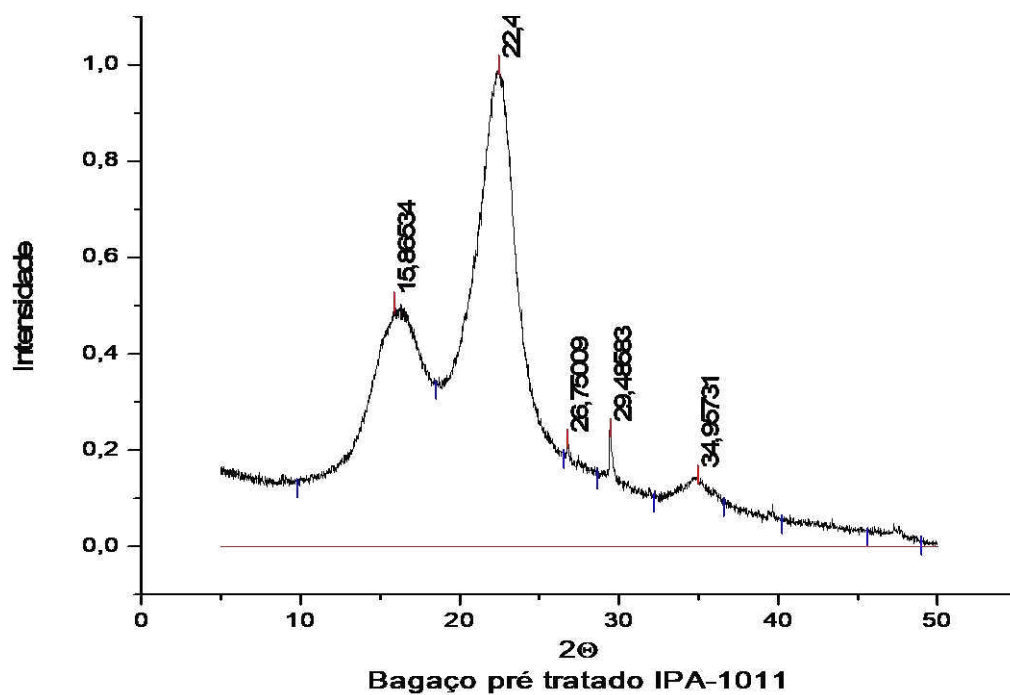
A Figura 5.7 mostra o difratograma de raio X, para os bagaços de osrgo granífero IPA-1011 na condição in natura.

Figura 5.7. Difratoograma de raio X dos bagaços IPA-1011 na condição in natura



A Figura 5.8 mostra o difratograma de raio X, para os bagaços de osrigo granífero IPA-1011 na condição pré-tratado.

Figura 5.8. Difratoograma de raio X dos bagaços IPA-1011 na condição pré-tratado



As Figuras 5.7 e 5.8 apresentam os picos cristalinos no difratograma de rio X para bagaço de sorgo na condição in natura e pré-tratado, onde o índice de cristalinidade atingiu o valor de 28,55% e na condição após pré-tratamento básico 99,09%, Segundo Zhao et al. (2009) a intensidade nos picos cristalinos ocorre por causa dos pré-tratamentos que fez a remoção da lignina e da hemicelulose as quais são estruturas amorfas, evidenciando a celulose, a grande maioria dos pré-tratamentos expõe a celulose e os picos cristalinos existente na mesma. Os valores encontrados por Campus (2015) ao trabalhar com pré-tratamento de deslignificação e solubilização de hemicelulose em bagaço de sorgo, obteve valores para índice de cristalinidade acima dos encontrados neste trabalho, com material in natura de 51,35% e após deslignificação 72%. Silva (2017) trabalhando com diferentes variedades de bagaço de sorgo sacarino, encontrou para índice de cristalinidade na condição in natura valores entre 31, 25 e 37,05% e após pré tratamento básico 75 e 88,25%.

Segundo Trindade et al. (2005), a não diminuição da cristalinidade indica que o processo não levou a degradação das cadeias de celulose.

5.9.4. Pré-tratamento básico

Os resultados para o planejamento do pré-tratamento básico utilizando três variáveis de entrada; tempo, concentração de hidróxido e temperatura, sendo 2^3+3 pontos centrais, totalizando onze ensaios, esta apresentado nas concentrações encontradas para solubilização de lignina na Tabela 5.5.

Tabela 5.5. Matriz de planejamento fatorial completo 2^3 para solubilização da lignina com hidróxido de sódio (NaOH) para variedade IPA-1011

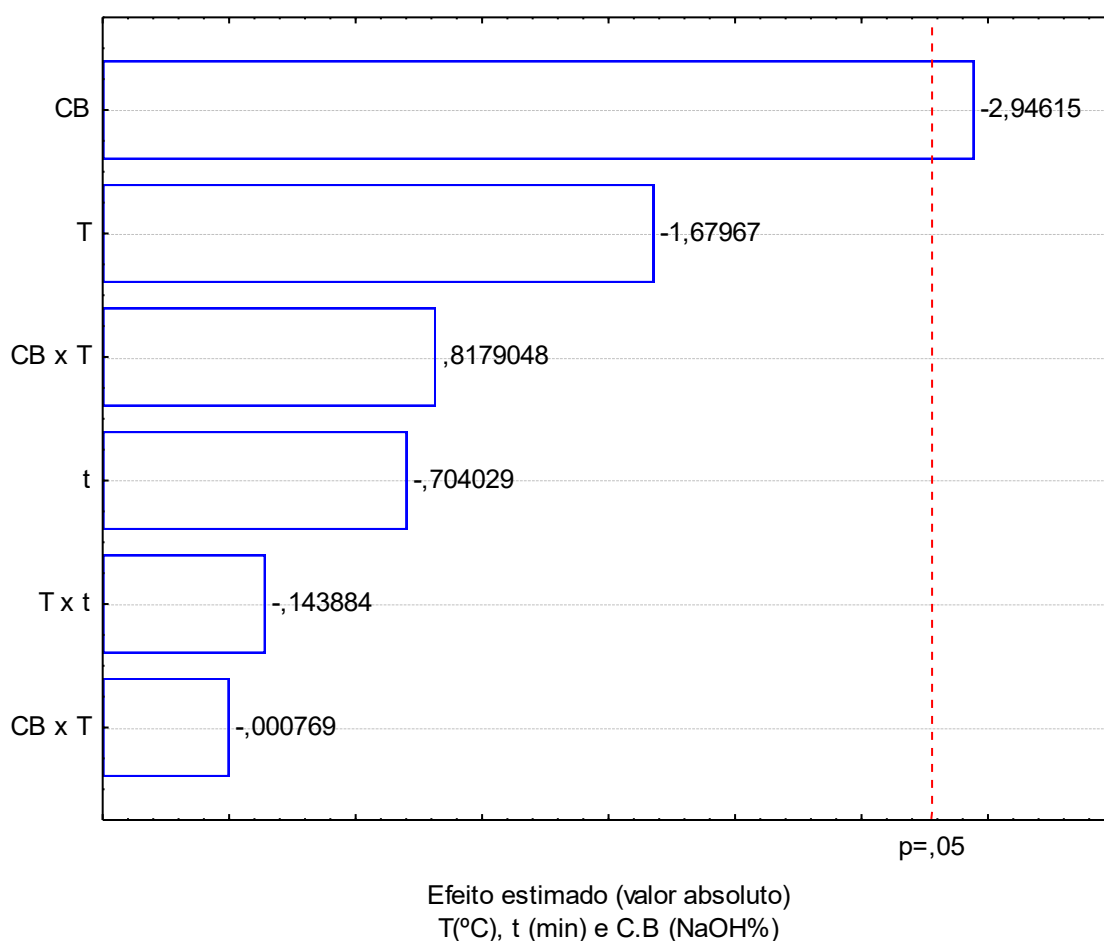
Ensaio	Concentração NaOH (%)	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Respostas (%) de lignina
01	1,0	100	60	19,12
02	4,0	100	60	7,60
03	1,0	140	60	12,18
04	4,0	140	60	4,56
05	1,0	100	120	18,01
06	4,0	100	120	5,07
07	1,0	140	120	8,72
08	4,0	140	120	2,51
09	2,5	120	90	3,54
10	2,5	120	90	3,57
11	2,5	120	90	3,50

Para analisar a significância dos fatores utilizados no planejamento experimental em relação aos dados obtidos para os percentuais de lignina solubilizada, utilizou-se da regressão linear dos dados experimentais com 95% de confiança.

Os valores codificados e reais na Tabela 5.5, para as variáveis de estudo e da resposta percentual de lignina após solubilização, variou do menor percentual encontrado que foi 2,51 a 19,12% maior valor encontrado nos experimentos 8 e 1 respectivamente, nos demais experimentos ocorreu uma variabilidade muito grande quanto as variáveis, apresentando uma repetibilidade nos pontos centrais 9,10 e 11 aumentando a margem de confiabilidade e redução nas variáveis de entrada tempo, temperatura e concentração de hidróxido de sódio.

O diagrama de Pareto é apresentado na Figura 5.9, para o pré-tratamento básico utilizando o planejamento 2^3+3 pontos centrais, com as variáveis T (°C), C.B (%) e t (min), bem como a interação entre essas variáveis influenciam aumentado a solubilização da lignina.

Os dados foram analisados em nível estatístico de 95% de confiança. **Figura 5.9.** Diagrama de Pareto para pré-tratamento básico em bagaço de sorgo granífero IPA-1011



É observado na Figura 5.9 que a variável de entrada concentração de hidróxido de sódio, foi a mais significativa em interações, em seguida a temperatura e as interações entre concentração de base e temperatura.

Na Tabela 5.6, estão descritos os dados estatísticos referentes a análise de variância (ANOVA) para pré-tratamento básico na solubilização da lignina.

Tabela 5.6. Análise de variância (ANOVA) para pré-tratamento básico na solubilização da lignina

Fonte da variação	GL	SQ	MQ	Teste F
Regressão	6	267,8612	44,643533	3,41
Resíduo	4	84,4561	21,114025	
Total	10	105,5701		
% R ²		76,028		
		F _{tabelado} =7,21	F _{calculado} =2,11	

GL – Grau de liberdade; SQ – Soma dos quadrados; QM – Quadrado médio dos desvios; Teste F – F calculado e F tabelado

Observa-se na Tabela 5.6, a análise de variância para o percentual de lignina considerando apenas os parâmetros que foram significativos. Este modelo apresenta 91,59% da variação obtida, que pode ser explicada pelo modelo e pela razão F calculado/F tabelado igual a 3,41 indicando que mesmo se apresenta estatisticamente significativo com 95% de confiança (RODRIGUES; IEMMA, 2005).

Com o modelo empírico de regressão dos dados experimentais da resposta percentual de lignina solubilizada é estatisticamente significativo, pode-se construir a superfície de resposta para a análise das influências das variáveis em estudo sobre a resposta.

O modelo estatístico codificado com as variáveis significativas é apresentado na Equação 9:

$$\text{Lignina (\%)} = 8,0345 - 4,7862 \cdot \text{CB} - 2,7287 \cdot \text{T} + 1,3287 \cdot \text{CB} \cdot \text{T} - 0,0012 \cdot \text{CB}^2 - 0,2337 \cdot \text{T}^2 + 0,1 \quad (09)$$

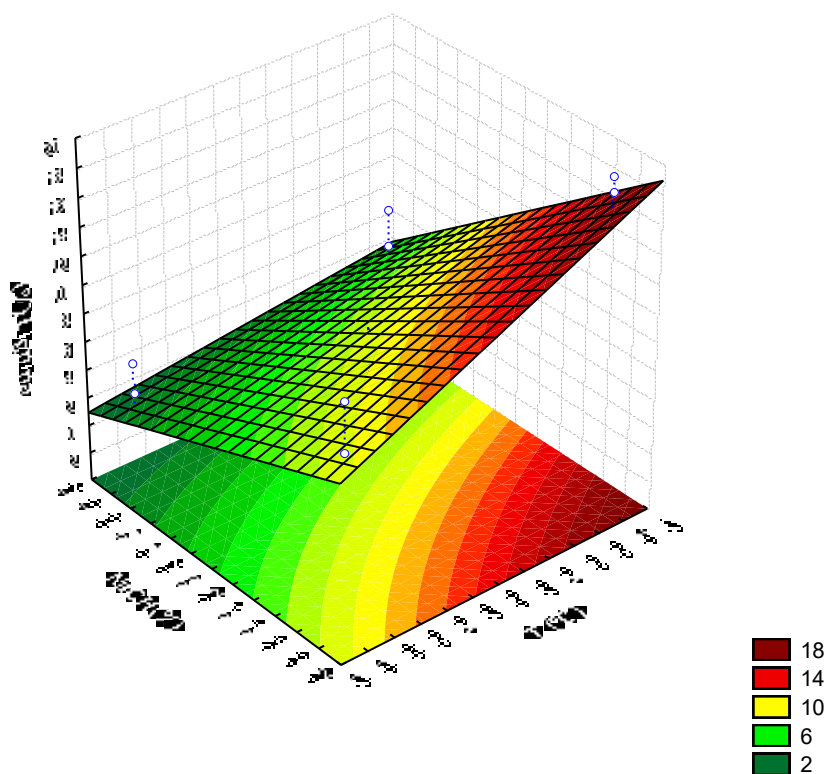
Em que:

CB - Concentração de base (NaOH);

T - Temperatura (°C)

A superfície de resposta Figura 5.10, foi gerada em relação aos efeitos das variáveis de entrada do planejamento experimental para etapa de pré-tratamento básico do bagaço de sorgo granífero IPA-1011.

Figura 5.10. Superfície de resposta para porcentagem de lignina solubilizada em pré-tratamento de bagaço de sorgo granífero IPA-1011

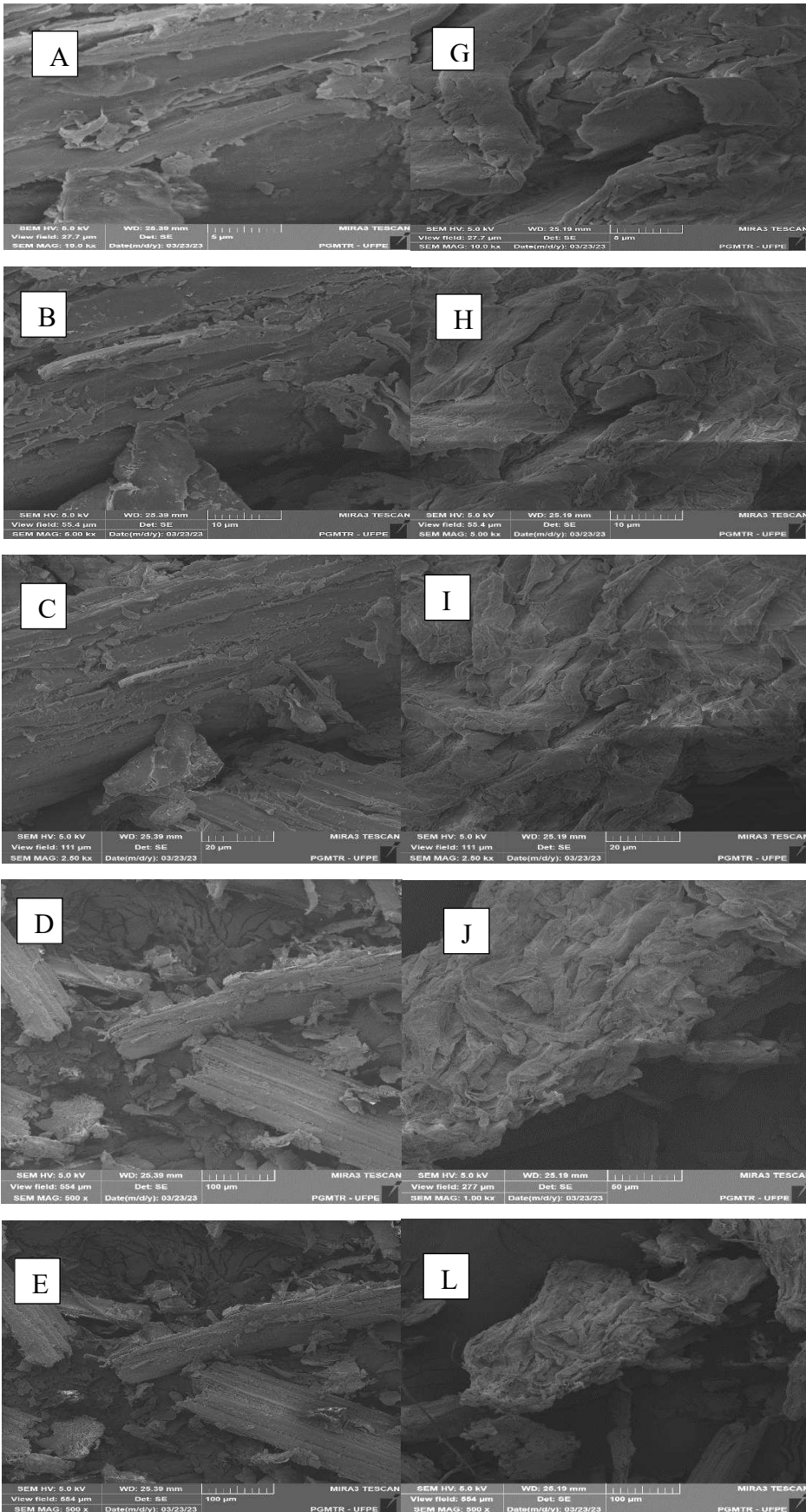


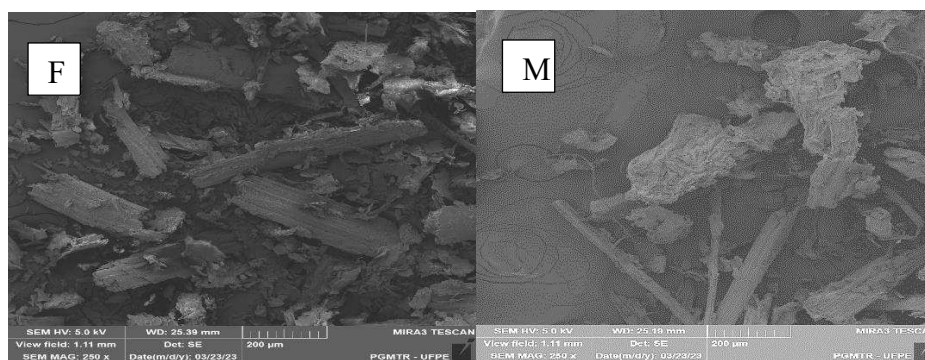
Pode ser observado na superfície de resposta para variável concentração de básico (NaOH), maior interação junto a solubilização da lignina em detrimento das variáveis tempo e temperatura.

5.9.5. Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura do bagaço (MEV)

As análises morfológicas por microscopia de varredura do bagaço in natura e pré-tratado estão presentes na Figura 5.11.

Figura 5.11. Micrografia do bagaço in natura (A:5 μ m; B:10 μ m; C:20 μ m; D:50 μ m; E:100 μ m F:200 μ m) e bagaço pré-tratado (G:5 μ m; H:10 μ m; I:20 μ m; J:50 μ m; L:100 μ m; M:200 μ m)





Fonte: Autora, 2022.

É observado na Figura 5.11 (A, B, C, D, E, F) as microestruturas físicas do bagaço do sorgo granífero in natura, onde observa-se as estruturas bastante rígidas e rugosas, coberta por uma camada opaca (extrativos). Segundo Pereira et al. (2010) a fibra é formada por listras paralelas e Cunha et al. (2011) afirmam que essa camada opaca vista no material in natura é característica dos extrativos. Continuando na Figura 4.11 (G, H, I, J, L, M) observa-se que após a etapa de pré-tratamento com NaOH as fibras ficaram mais expostas e a camada mais externa e rugosa foi removida, tornando a matriz mais porosa e assim proporcionando a biomassa uma melhor disponibilidade das fibras celulósicas a processos subsequentes, tais como reforço no preparo do biofilme. Segundo Ohgren et al. (2007), as micrografias corroboram com as análises físico-químicas, as quais evidenciam uma grande solubilização dos componentes, tornando assim as fibras mais expostas, aumentando assim a área superficial do material.

5.10. Caracterização do extrato de própolis vermelha

5.10.1. Determinação dos compostos fenólicos totais

Os teores de fenóis e flavonoides totais foram de 241,2 e 36,1 mg EQ/g respectivamente, descritos na Tabela 5.7. A literatura descreve que no própolis vermelho o teor de compostos fenólicos é encontrado como bastante variabilidade, sendo normalmente valores encontrados acima de 90 mg/g, como observado em estudos por Cabral et al. (2009) que encontraram valor de 257,98 mg EAG/g na determinação de fenólicos totais em própolis vermelha, Alencar et al. (2007) obteve valor de 426,31 mg EAG/g de flavonoides totais.

Tabela 5.7. Teores de fenóis e flavonoides totais

Análises	Concentração das amostras	Resultado (mg/g)	Resultado (%)
Fenóis totais	20µg/ml	241,22	24,12
Flavonoides totais	200µg/ml	36,16	3,61

*mg EAG/g - Equivalente de ácido gálico por g de própolis vermelha; mg EQ/g - Equivalente de quercetina de própolis vermelha.

É observado que o teor de flavonoides da própolis vermelha tende a ser baixo, quando comparado com teor de fenólicos totais. Daugh et al. (2007), encontraram valor de 32,91 mg EQ/g e Alencar et al. (2007) encontraram valor de 43 mg EQ/g de flavonoides. Os valores encontrados neste trabalho corroboram com os encontrados na literatura.

5.11. Elaboração dos filmes biodegradáveis

5.11.1. Delineamento experimental para elaboração dos filmes biodegradáveis

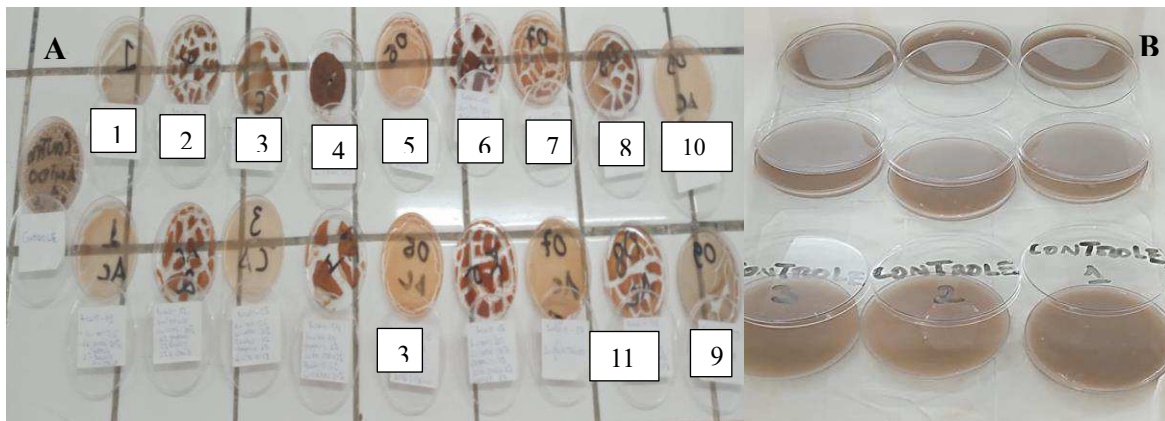
Para o processo de elaboração dos biofilmes foi elaborado um planejamento fatorial $2^3+3=11$ ensaios apresentado na Tabela 5.8, com as variáveis de entrada, massa de amido oxidado, porcentagem de bagaço pré-tratado, utilizado como reforço na formulação do biofilme e extrato de própolis utilizado como aditivo para reduzir possível carga microbiana.

Tabela 5.8. Matriz de planejamento fatorial completo 2^3 elaboração dos biofilmes ativos

Ensaio	Massa do amido oxidado (g)	Bagaço pré tratado (%)	Extrato de própolis (%)
01	3	1	1
02	10	1	1
03	3	5	1
04	10	5	1
05	3	1	5
06	10	1	5
07	3	5	5
08	10	5	5
09	5	2,5	2,5
10	5	2,5	2,5
11	5	2,5	2,5

A proposta de utilizar o planejamento foi realizada, contudo, nem todos os filmes nas concentrações utilizadas na tabela 5.8 (matriz do planejamento) não apresentaram estrutura e ou condições para as fases posteriores (análises dos filmes). A figura abaixo mostra a condição em que se apresentaram os filmes, sendo escolhidos entre os 11 ensaios apenas o ensaio 03 e os pontos centrais (pc) que obtiveram melhor resposta com relação a não craquelar e quanto a aparência

visual e tátil, após repetição dos ensaios (Figura 5.12) para que pudesse ser feita as análises subsequentes. Figura 5.12. Ensaio do planejamento para elaboração dos filmes biodegradáveis (A) / repetição ensaios 03 e ponto central (B)



Fonte: Autora, 2023.

5.11.2. Caracterização dos biofilmes

5.11.2.1. Análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura (MEV)

A avaliação dos resultados encontrados pela microscopia eletrônica por varredura se torna mais eficiente quando é utilizada para entender o resultado das características mecânicas dos filmes. Filmes mais espessos apresentam piores características mecânicas pela baixa homogeneidade, reticulação ineficiente e baixos níveis de plastificantes. Algumas evidências de partículas porosas ou irregulares podem ser justificadas pela presença de fragmentos de impurezas da matéria-prima utilizada para a confecção dos filmes.

As Figuras 5.13 a 5.16 a seguir apresentam as micrografias da superfície e corte transversal das amostras analisadas dos filmes elaborados dos ensaios 03 e ponto central (pc) da matriz do planejamento da Tabela 5.8.

Figura 5.13. Micrografias da amostra 03 (Superfície A: 500µm; B: 500 µm; C:400 µm; D: 400 µm)

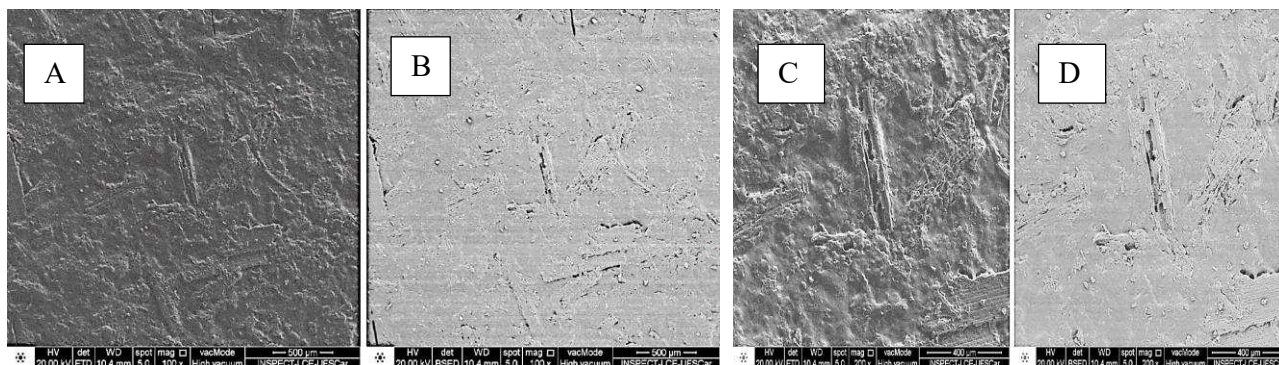


Figura 5.14, Micrografias da amostra 03 (corte transversal a: 500 μ m; b: 500 μ m; c:400 μ m; d: 400 μ m

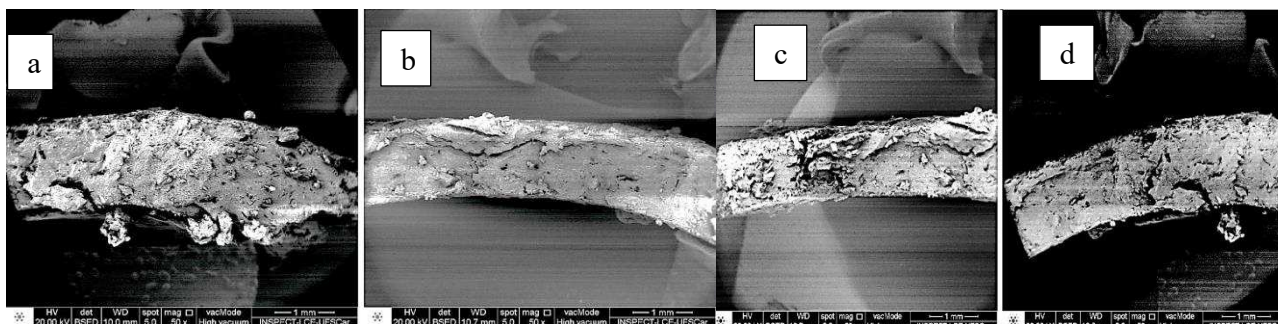


Figura 5.15. Micrografias da amostra ponto central (Superfície A: 500 μ m; B: 500 μ m; C:400 μ m; D: 400 μ m)

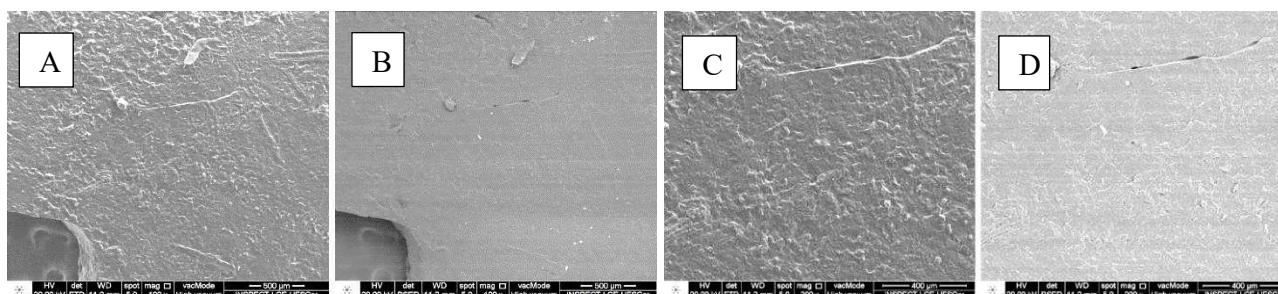
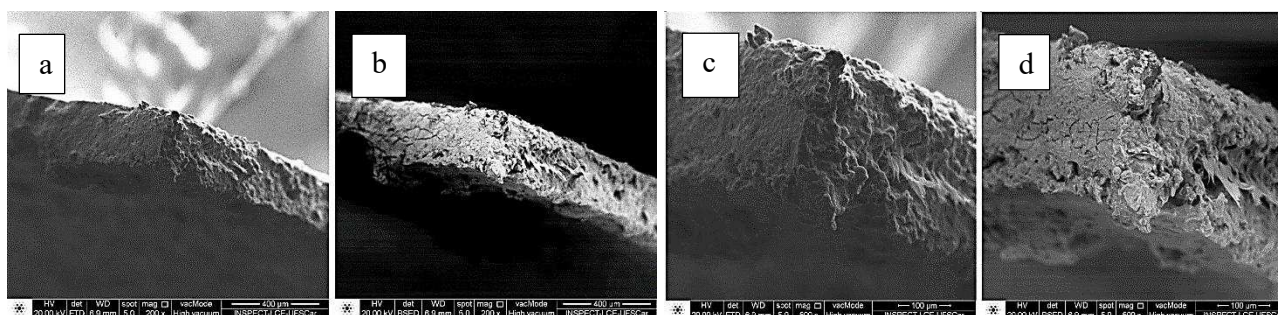


Figura 5.16. Micrografias do ensaio ponto central (transversal a: 400 μ m; b: 400 μ m; c:100 μ m; d: 100 μ m).



Fonte: Autora, 2022.

Os resultados das análises de MEV realizadas nas superfícies das amostras 03 e ponto central (pc) indicaram superfícies planas com a presença de algumas irregularidades. Em maiores ampliações, é possível notar um aspecto “crequelado” dessas superfícies, como pode ser observado nas Figuras c), d) da amostra 03 e a), f) para a amostra ponto central. Segundo Mendes et al. (2019) ao trabalharem com propriedades físico-químicas de filme de pectina reforçado com borra de café, evidenciou que esses aspectos de “craquelado” fica evidente ao observar agregados heterogêneos por, que podem estar associados à sedimentação de partículas durante a secagem dos filmes.

As micrografias obtidas na seção transversal (fratura) das amostras 03 e ponto central (pc) indicaram superfícies de fratura irregulares, onde também é possível observar um aspecto de craquelamento em diversas regiões. Além disso, também foi observado pontos com aspecto poroso na amostra 03, como destacado na Figura d).

A seção transversal mostra algumas fendas, que, em ambos os filmes, ficam mais evidentes quanto maior for o aumento da imagem. As ranhuras horizontais e alguns micro furos são pequenas e aparecem como um traço marcante na imagem de 400 e 500 vezes, conforme a figura a) b) d) da amostra 03 e b) d) do ponto central (pc).

A estrutura homogênea e compacta, sem pontos de fratura, pode estar relacionada ao módulo de elasticidade, que, quanto mais baixo, maior será a rigidez do filme e tendência a uma maior tensão máxima. Este comportamento pode ser explicado pela presença de glicerol, que exerce a função de preencher os espaços vazios da matriz e reduz os poros e rachaduras na superfície dos filmes, promovendo uma barreira à troca de gases (CHIUMARELLI; HUBINGER, 2012).

5.11.2.2. Análise das dimensões (largura e espessura)

As dimensões das amostras (largura e espessura) encontra-se na tabela 5.9, apresentando os valores que irão corroborar com as análises posteriores.

Tabela 5.9. Análise das dimensões (largura e espessura) das amostras 03 e ponto central (pc)

Dimensões	Amostra 03 (mm)	Ponto central (pc) (mm)
Largura	17,83 ± 1,31	20,30 ± 0,18
Espessura	0,0725 ± 0,182	0,0367 ± 0,015

O controle da espessura é extremamente importante, pois pode influenciar no resultado de solubilidade e permeabilidade ao vapor de água (HENRIQUE; CEREDA; SARMENTO, 2008). A espessura média dos filmes contendo amido de sorgo, glicerol, bagaço pré-tratado e solução etanólica de própolis vermelha foi de 0,072 mm para amostra 03 e de 0,036 mm para amostra pc. Essa elevação pode ser justificada pelo aumento no teor de sólidos totais presentes no material, como também verificado por outros autores. Shimazu, Mali e Grossmann (2007) verificaram que a espessura dos filmes de amido de mandioca variaram de 0,070 mm a 0,10 mm conforme o teor de plastificante (glicerol) foi elevado, atribuindo esse resultado ao incremento no teor de sólidos totais. Souza et al. (2009) ao trabalharem com propriedades mecânicas de filmes biodegradáveis de amido de mandioca adicionados de nanofibrilas de algodão obtiveram valores para espessura que variaram entre 0,1197 a 0,2403 mm, observando-se um aumento linear da espessura em função do aumento da

concentração de nanofibrila de algodão. Souza et al. (2012), produziram filmes de fécula de mandioca com adição de glicerol e partículas de argila e obtiveram espessuras que variaram 0,086 a 0,092 mm para as diferentes formulações estudadas. Al-Hassan e Norziah (2012) estudaram as propriedades mecânicas e de barreira de filmes obtidos a partir de uma combinação de amido de sagu e gelatina de peixe, plastificados com glicerol e sorbitol, e obtiveram espessuras que variaram de 0,050 a 0,070 mm para todas as formulações estudadas. Gomes e Borges (2022) trabalhando com desenvolvimento de biofilmes a base de amido de mandioca para embalagens de alimentos, obteve resultados 0,172, 0,295 e 0,345 mm, valores estes acima dos encontrados neste trabalho.

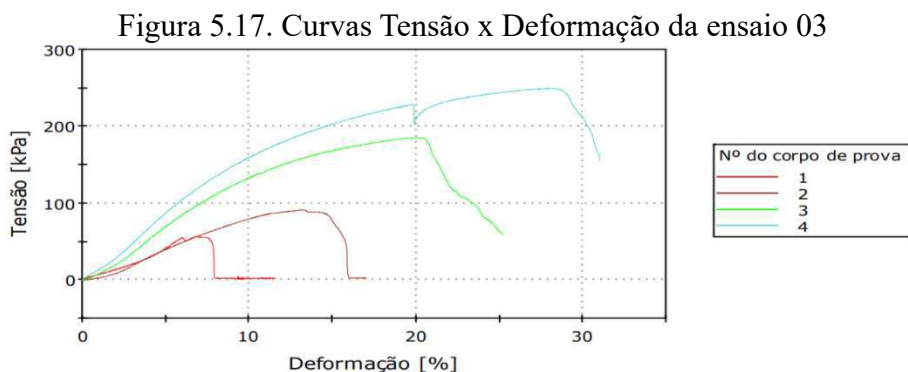
5.11.2.3. Propriedades mecânicas (tração)

As propriedades mecânicas dos filmes bioativo de amido de sorgo (ensaio 03), apresentados em termos de carga máxima (N), tensão na ruptura (kPa), deformação na ruptura (%) encontram-se na Tabela 5.10.

Tabela 5.10. Propriedades mecânicas do filme bioativo de amido de sorgo (ensaio 03)

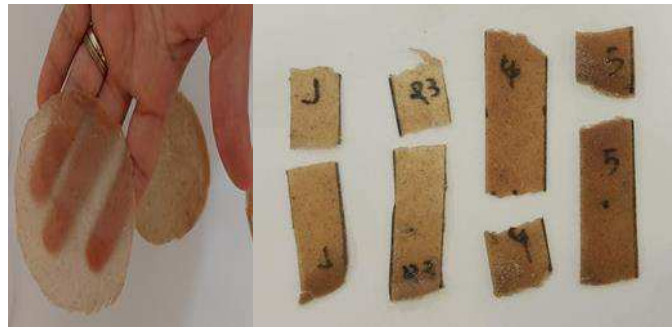
Amostra	C.P.	Carga Máxima (N)	Tensão na Ruptura (mpa)	Deformação na Ruptura (%)
Ensaio 03	1	0,50	0,05679	6,94
	2	0,97	0,09133	13,22
	3	2,98	0,18471	20,38
	4	4,19	0,2485	28,50
Média/D. padrão		2,16±1,73	0,145±0,087	17,26±9,29

A Figura 5.17, apresenta o gráfico com o comportamento das curvas de tensão x deformação para amostra do filme bioativo de amido de sorgo (ensaio 03).



A Figura 5.18, apresenta o corpo de prova do filme bioativo de amido de sorgo, após ter passado pela análise de tensão ou seja propriedades mecânicas.

Figura 5.18. Corpo de prova do filme bioativo de amido de sorgo (ensaio 03)



Fonte: Autora, 2023.

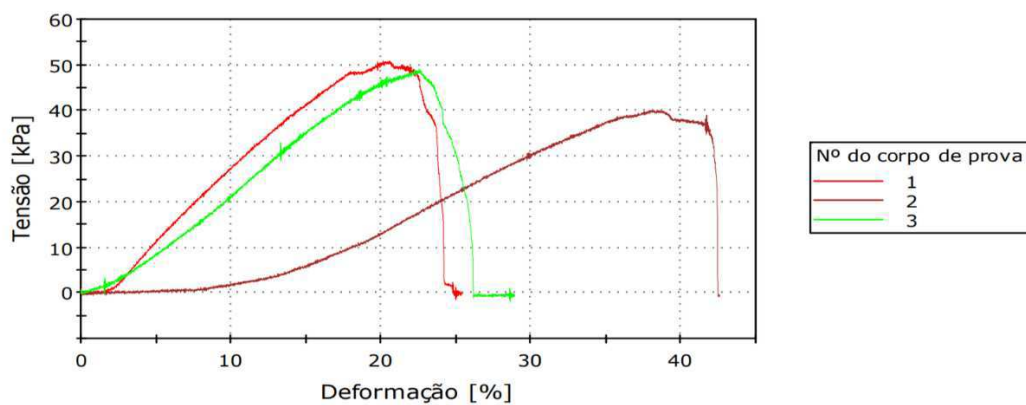
As propriedades mecânicas dos filmes bioativo de amido de sorgo (ensaio pc), apresentados em termos de carga máxima (N), tensão na ruptura (mpa), deformação na ruptura (%) encontram-se na Tabela 5.11.

Tabela 5.11. Propriedades mecânicas do filme bioativo de amido de sorgo (ensaio pc)

Amostra	C.P.	Carga Máxima (N)	Tensão na Ruptura (mpa)	Deformação na Ruptura (%)
Ensaio PC	1	0,36	0,05073	20,43
	2	0,31	0,04009	37,83
	3	0,37	0,04911	22,52
Média/D. padrão		0,35±0,03	0,046±5,73	26,93±9,5

A figura 5.19, gráfico que apresenta curvas de tensão X deformação para amostra do filme bioativo de amido de sorgo (ensaio pc)

Figura 5.19. Curvas Tensão x Deformação da amostra pc



A Figura 5.20, apresenta o corpo de prova do filme bioativo de amido de sorgo, após ter passado pela análise de tração ou seja propriedades mecânicas.

Figura 5.20. Corpo de prova do filme bioativo de amido de sorgo (ponto central)



Fonte: Autora, 2022.

A resistência do material à perfuração é classificada com a força (N) e nos filmes, este parâmetro variou no ensaio (03) de 0,50 a 4,19 N e para o ponto central (pc) de 0,36 a 0,37 N, estando a força de perfuração em seus menores valores presentes no ensaio do ponto central (pc). Queiroz et al. (2021) trabalhando com filme bioativo de amido de mandioca, encontrou valores para resistência a perfuração de 2,55 a 3,61 N, esses valores são justificados pela incorporação de plastificantes como o glicerol, que interfere na interação entre as cadeias de polímeros e na formação do produto, alterando as propriedades físicas do filme biodegradável.

As análises mecânicas feitas nas duas amostras, denotam diferenças com relação a tensão e deformação na ruptura dos filmes, apresentando uma correlação direta entre ambas análises. Os valores da tensão na amostra 03 foi de 0,145 mpa e deformação na ruptura de 17,26%, significativamente proporcionais, diferente dos encontrados na amostra do pc, apresentando para deformação na ruptura bem menor com valor de 0,046 mpa e deformação na ruptura de 26,93, valor esse maior quando comparado a amostra 03. Essas diferenças podem ser justificadas pelas diferenças nas formulações de ambas visto na matriz do planejamento apresentada na Tabela 4.7, onde há uma maior concentração de fibras (bagaço pré-tratado) na formulação do ensaio 03, conferindo maior resistência ao filme.

De acordo com Andrade (2013), os filmes com propriedades mecânicas ideais devem ser resistentes à ruptura para que possam proteger os produtos nos quais são aplicados, e flexíveis, para que possam se adaptar a possíveis deformações e resistirem à possíveis fraturas. Bodini et al. (2013) também observaram o mesmo desempenho, onde houve uma redução da tensão na ruptura em filmes baseados em gelatina adicionados de extrato de própolis. Conforme Araújo (2014), uma justificativa para esse comportamento é a de que os filmes contendo extrato possuem ceras em sua composição,

as quais podem ter atuado como possíveis plastificantes, aumentando dessa forma a mobilidade da estrutura da matriz polimérica, tornando os filmes menos rígidos.

Para os resultados da deformação ou alongação na ruptura o desempenho sugere que a presença do extrato não influencia significativamente na alongação dos filmes considerado positivo para esse caso. Martiny et al. (2021) validaram a mesma informação em seus estudos envolvendo filmes biopoliméricos, onde a porcentagem de alongação não foi, ou foi alterada minimamente na presença de compostos naturais. Conforme Chang-Bravo et al. (2014) evidenciaram na incorporação de extratos naturais de própolis e erva-mate afetou o comportamento mecânico dos filmes formulados com matrizes biopoliméricas de amido e carragenana, onde a inserção do extrato de própolis ocasionou em um maior alongamento de ruptura quando comparado a erva-mate. Jun, Hanry e Surugau (2020) avaliaram os efeitos de diferentes concentrações do plastificante glicerol nas características de biofilmes feitos a partir de carragenana semi-refinada e encontraram valores entre 4,48 e 8,58% para porcentagem de alongação na ruptura, evidenciando que o aumento da concentração do plastificante utilizado torna o material mais resistente.

5.11.2.4. Permeabilidade ao vapor de água

Determinar a permeabilidade ao vapor de água é imprescindível para a aplicação dos filmes de amido, pois define a possível aplicação do filme (Tabela 5.12). Um material com alta permeabilidade, que é caso dos filmes a base de amido, poderá ser indicado para embalagem de vegetais frescos, enquanto que um filme com baixa permeabilidade poderá ser indicado para produtos desidratados (MALI et al., 2010).

Tabela 5.12. Permeabilidade do filme bioativo de amido de sorgo (ensaios 03 e pc)

Permeabilidade de vapor de água (g.mm/m ² .h.Kpa)		
Amostras	Ensaio 03	Ponto central (pc)
01	1,9284 ± 0,0423c	0,1284 ± 0,0523c
02	1,8812 ± 0,0141a	0,1912 ± 0,0611a
03	1,9385 ± 0,0430a	0,1985 ± 0,0430a

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem ao nível de $p \leq 0,05$

Pode-se verificar na formulação que apresentou maior resistência ao vapor de água foi a do ponto central (pc), pois possui em sua composição maior quantidade de amido, menor teor de fibra (bagaço pré-tratado) e maior concentração de própolis vermelha em comparação com a o ensaio 03, o que pode ter colaborado para o aumento da hidrofobicidade dos biofilmes, dificultando a passagem das moléculas de água através do filme, ou seja, a permeabilidade de vapor de água. Desta forma,

quanto menor o teor destes componentes da formulação, maior será a permeabilidade e menos resistente ao vapor de água será o biofilme (KESTER; FENEMA, 1986).

Sabe-se que a própolis possui substâncias hidrofóbicas em sua composição, alterando a interação da água com a matriz polimérica e conseqüentemente reduzindo a higroscopicidade dos filmes, visto que os valores de permeabilidade foram menores, ainda que não de forma relevante. Dessa forma, busca-se o desenvolvimento de filmes biopoliméricos que possuam baixo valor de PVA (ou de alta barreira) para aplicações alimentícias, com o intuito de manter as propriedades biológicas dos alimentos na ausência de gases ou vapores, fator que pode ocasionar no aceleração da vida útil do produto, ou ainda, favorecer à degradação por bactérias ou fungos (ZAVAREZE et al., 2012). Em trabalho desenvolvido por Gomes et al. (2022) foram encontrados em três formulações na produção de biofilme de amido de mandioca valores de 0,6284; 0,5912 e 0,3985 para barreira em relação vapor de água, ficando o menor valor com maior barreira. Biduski et al. (2015) trabalhando com incorporação de argila em filme biodegradável de amido de sorgo nativo e oxidado, obtiveram valores variando entre 3,94 a 2,97 para nativo e 2,93 a 2,81 para oxidado, apresentando menor permeabilidade ao vapor de água aos biofilmes oxidados e adicionados de nanoargila, apresentado desta forma uma boa interação entre sua composição.

5.11.2.5 Solubilidade dos filmes em água

A solubilidade em água dos filmes avalia a sua integridade a em determinados ambientes úmidos e, conseqüentemente, a sua aplicação em embalagens definido que tipo de alimento deverá ser utilizado. Segundo Rocha et al. (2009) os filmes com alta solubilidade podem ser destinados para embalagens de alimentos desidratados que devam sofrer uma hidratação prévia no consumo, já os alimentos com alta afinidade pela água demandam embalagens resistentes à água.

Tabela 5.13. Solubilidade do filme bioativo de amido de sorgo (ensaios 03 e pc)

Solubilidade de vapor de água (%)		
Amostras	Ensaio 03	Ponto central (pc)
01	58,78 ± 0,0423c	31,24 ± 0,0523c
02	74,15 ± 0,0141ab	36,42 ± 0,0611a
03	75,17 ± 0,0430a	36,31 ± 0,0430a

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem ao nível de $p \leq 0,05$

Os melhores resultados para solubilidade ao vapor de água encontra-se nas amostras do ponto central com a menor solubilidade em 31,24%, quanto as amostras do ensaio 03 ocorreu uma maior

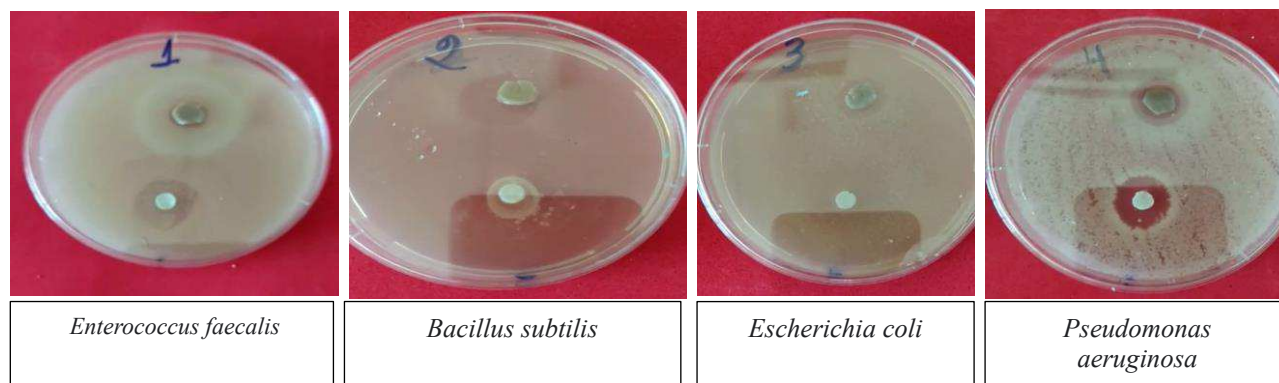
solubilidade, tendo a maior no valor de 75,17%, estes resultados corroboram com os valores da análise de permeabilidade. Segundo Carissimi (2017) de uma forma geral, a análise de solubilidade para biofilmes a base de amido devem ser tão baixa quanto possível para reduzir a transferência de umidade entre o alimento e o meio.

5.11.2.6. Análise microbiológica dos biofilmes (Potencial antimicrobiano do biofilme)

As análises microbiológicas, foram feitas apenas no ensaio ponto central (pc) do planejamento experimental para elaboração do biofilme de amido de sorgo aditivado de própolis vermelha, uma vez que o ensaio 03 deste planejamento não obteve resultado satisfatório para as análises de solubilidade e permeabilidade ao vapor de água.

Foram feitas análises microbiológicas (antibiograma) para observar a capacidade de proteção alimentícia do filme biodegradável contra a proliferação de microorganismos. A realização dos ensaios foram feitos com seis bactérias do tipo gram negativa *Pseudomonas aeruginosa*, *Echerichia coli* e gram positiva, *Enterococcus faecalis* e *Bacillus subtilis*. A Figura 5.21 a) b) c) d) apresentam as placas do antibiograma com os halos de inibição. Como controle foi utilizado disco de sensibilidade de 30mcg de amoxicilina sobre a superfície das placas.

Figura 5.21. Apresentam as placas do antibiograma com halos de inibição 1) 2) 3) e 4)



Fonte: Autora, 2023.

Encontra-se apresentado os valores na Tabela 5.14 para os antibiogramas dos filmes frente as cepas de bactérias gram negativa *Pseudomonas aeruginosa*, *Echerichia coli* e gram positiva, *Enterococcus faecalis* e *Bacillus subtilis*.

Tabela 5.14. Análise microbiológica dos filmes frente às bactérias *Enterococcus faecalis*, *Bacillus subtilis*, *Escherichia coli* e *Pseudomonas aeruginosa*. Controle disco de sensibilidade de 30mcg de amoxicilina

Cepa	Halo de inibição (mm)	Controle amoxicilina 30mcg (mm)
<i>Enterococcus faecalis</i>	3,2±0,32 ^c	9,4±0,37 ^{ba}
<i>Bacillus subtilis</i>	9,4±0,43 ^a	5,2±0,43 ^c
<i>Escherichia coli</i>	6,1±0,12 ^b	0,0±0,0
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	8,3±0,51 ^b	10,2±0,21 ^a

Os dados relatados são valores médios e \pm desvio médio. Letras diferentes representam diferenças significativas nas colunas ($p < 0,05$) pelo teste de Tukey.

Conforme o exposto, percebe-se que frente à cepa de *Enterococcus faecalis*, foi o menor valor de inibição quando comparado as outras cepas, e o controle com amoxicilina obtendo inibição com 9,4 mm. Pode ser observado que todos os filmes em sua composição tiveram extrato etanólico de própolis vermelha na concentração de 2,5% em sua formulação. A maior inibição no teste antibiograma foi frente a cepa de *Bacillus subtilis* com inibição de 9,4 mm, sendo o controle com antibiótico amoxicilina 5,2 mm. Pobiega et al. (2019) analisaram a ação antimicrobiana apenas do extrato de própolis e puderam constatar halos de inibição que variaram entre 9,66 e 25,3 mm para extratos obtidos por extração convencional e halos de 9,95 à 26,89 mm para extratos obtidos por meio da extração ultrassônica. Bastos et al. (2011) avaliaram a atividade antibacteriana da própolis marrom frente à *Escherichia coli* e observaram halos de inibição que variaram entre 10 e 11,3 mm. Segundo os autores Siripatrawan, Vitchayakitti e Sanguandeeikul (2013), o extrato etanólico de própolis age de forma mais eficaz contra as bactérias Gram-positivas do que contra as Gram-negativas, onde as bactérias Gram-negativas possuem além da membrana celular, uma membrana da camada externa que consiste em fosfolipídios, proteínas e polissacarídeos, dificultando a permeabilidade.

6. CONCLUSÕES E CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os aspectos agronômicos da cultivar de sorgo granífero IPA-1011, demonstram que a exploração desta cultivar por ter em seu percentual de matéria verde e seca características próximas as variedades forrageiras, são exploradas para silagem, desde que colhida na fase de grãos leitosos/pastosos, não sendo comum o uso deste grão como fonte de alimento humano no Brasil, desta forma o objetivo em produzir filmes biodegradáveis a partir desta cultura, não concorre diretamente com a produção de alimento humano, como muitas das diversas culturas amiláceas;

O rendimento de amido de sorgo descrito no item 3.4, expresso em porcentagem, obteve o resultado de 43% (b.s.) de amido in natura, valor este próximo aos encontrados na literatura, mostrando o potencial desta cultivar para produção de amido em substituição na indústria de alimentos a outras culturas amiláceas que necessitam de maior quantidade de água;

Quanto a caracterização físico-química do amido de sorgo IPA-1011 e modificação química os dados obtidos para carboidratos totais 77,97%, lipídio 0,85% e proteína 1,85% neste trabalho, onde os valores encontrados neste trabalho apresentam-se próximos aos encontrados na literatura. A modificação por oxidação do amido corrobora para conferir maior resistência aos biofilmes apresentando baixa (permeabilidade e solubilidade);

As análises de MEV tanto para o amido nativo e oxidado quanto para o bagaço in natura e pré-tratado evidenciam nas imagens micrográficas a eficiência de ambos tratamentos;

Quanto a característica mecânica do amido de sorgo trabalhado nesta pesquisa, é evidenciado no poder de inchamento, viscosidade e retrogradação características próximas a variedades com alta produtividade;

Quanto as características do filme produzido, MEV apresentou imagens micrográficas tanto na projeção plana quanto transversal com algumas irregularidades quando a imagem aumentada em 400 e 500µm, comum aos biofilmes por causa de sua composição e formulação.

Quanto a estrutura mecânica do filme de amido de sorgo produzido: as características de permeabilidade e solubilidade do ensaio ponto central foi mais efetiva que o ensaio 03, apresentando resultado satisfatório para um bom filme biológico para uso comercial, uma vez que ambas características apresetadas evitam absorção de água e conseqüentemente menor perecibilidade dos alimentos embalados pelo mesmo;

O potencial antimicrobiano do biofilme produzido frente as cepas de bactérias *Enterococcus faecalis*, *Bacillus subtilis*, *Escherichia coli* e *Pseudomonas aeruginosa* estas, comuns em contaminações cruzadas em alimentos, mostra que mesmo com apenas 2,5% de própolis vermelha em sua composição houve inibição em todas, mesmo apresentando baixa inibição frente *Enterococcus faecalis* não ocorrendo a falta de inibição.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AACC - AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. **Approved Methods of Analysis**. 11^a. ed., 2010. AACC International, St. Paul, MN, U.S.A.

ABDI, A.; BEKELE, E.; ASFAW, Z.; TESHOME, A. Patterns of morphological variation of sorghum (*Sorghum bicolor* (L.) Moench) landraces in qualitative characters in North Shewa and South Welo, Ethiopia. **Hereditas**, v.137, n.3, p.161-172, 2002.

ABU-MELLAL, A.; KOOLAJI, N.; DUKE, R. K.; TRAN, V. H.; DUKE, C. C. Prenylated cinnamate and stilbenes from Kangaroo Island propolis and their antioxidant activity. **Phytochemistry**, p. 251-259, 2012.

ABIQUIM - Associação Brasileira da Indústria de Química e de Produtos Derivados, DESEMPENHO DA INDÚSTRIA QUÍMICA BRASILEIRA EM 2020. Disponível em: https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/6542532/mod_resource/content/3/O%20Desempenho%20da%20Ind%20%C3%BAstria%20Qu%20%C3%ADmica%20Brasileira%20ABIQUIM%20%202020.pdf

AGBOR, V. B.; CICK, N.; SPARLING, R.; BERLIN, A.; LEVIN, D. B. Biomassas pretreatment: Fundamentals toward application. **Biotechnology Advances**, v.29, n.6, p.675-685, 2011.

ALABI, C. O.; SINGH, I.; ODEKU, O. A. Evaluation of natural and pregelatinized forms of three tropical starches as excipients in tramadol tablet formulation. **Journal of Pharmaceutical Investigation**, v.48, n.3, p.333–340, 2018.

ALLEONI, A. C. C.; JACOMINO, A. P.; ROSA, A. S. Recobrimento de laranja —Pêra || com filme de concentrado protéico de soro de leite associado a plastificantes. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.41, n.8, p.122112-26, 2006.

AL-HASSAN, A. A.; NORZIAH, M. H. Starch-gelatin edible films: Water vapor permeability and mechanical properties as affected by plasticizers. **Food Hydrocolloids**, v.26, n.1, p.108-117, 2012.

ASTM E96 / E96M-14, **Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014, www.astm.org

ASTM D883-19c, **Standard Terminology Relating to Plastics**, ASTM International, West

Conshohocken, PA, 2019, DOI: 10.1520/D0883-19C. Disponível em: <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?D883-19c>.

ANDRADE, J. K. S.; DENADAI, M.; OLIVEIRA, C. S.; NUNES, M. L.; NARAIN, N. Evaluation of Bioactive Compounds Potential and Antioxidant Activity of Brown, Green and Red Propolis from Brazilian Northeast Region. *Food Research International*, v. 101, n.1, p. 129-138, 2017.

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resoluções embalagens para alimentos**, 2000. <http://antigo.anvisa.gov.br/embalagens>. Acesso em 06/07/2020.

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. - **Regulamento técnico para produtos de cereais, amidos, farinhas e farelos**. Resoluções - nº 263, de 22 de setembro de 2005. https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2005/rdc0263_22_09_2005.html. Acesso em 06/05/2022.

ASTM D883-19c, **Standard Terminology Relating to Plastics**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2019, DOI: 10.1520/D0883-19C. Disponível em: <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?D883-19c>. Acesso em: 22/11/2020.

ATOM Jr. **Polímeros: entenda o que são e como são classificados**. Disponível em: <https://www.atomjr.com.br/post/pol%C3%ADmeros-entenda-o-que-s%C3%A3o-e-como-%C3%A3o-classificados>. Acesso em 30/06/2020.

AOAC - Association of Official Analytical Chemists. **Official methods of analysis of the AOAC Internacional**. 18 eds. Rev ed. Gaithersburg, Maryland: [s.n.], 2007.

COMPOSIÇÃO QUÍMICA E ATIVIDADE BIOLÓGICA ANTIMICROBIANA - APICULTURA. <www.breyer.ind.br/apicultura_propolis.htm>. Acesso em Julho de 2020.

ASSIS, O. B. G.; BRITTO, D. Revisão: coberturas comestíveis protetoras em frutas: fundamentos e aplicações. **Brazilian Journal Food Technology**, v.17, n.2, p.87-97, 2014.

ALENCAR, S. M.; OLDONI, T. L. C.; CASTRO, M. L.; CABRAL, I. S. R.; COSTA NETO, C. M.; CURY, J. A.; ROSALEN, P. L.; IKEGAKI, M. Chemical composition and biological activity of a new type of Brazilian propolis: Red propolis. **Journal of Ethnopharmacology**, v.113, n.2, p.278-283, 2007.

ALVINO F. C. G.; WANDERLEY, J. A. C.; BRITO, M. E. B.; BARRETO, C. F.; FERNANDES, P. D.; LEITE, D. T. Rendimento de fitomassa do sorgo sacarino sob sistema de captação de água “in situ”. **Agropecuária Científica no Semiárido**, v.8, p.54-59, 2012.

BALAKRISHNAN, P.; SREEKALA, M. S. B.; MATJAZ, K; HUSKIC, M.; SABU, T. Morphology, transport characteristics and viscoelastic polymer chain confinement in nanocomposites based on thermoplastic potato starch and cellulose nanofibers from pineapple leaf. **Carbohydrate Polymers**, v. 169, p. 176-188, 2017.

BALAT, M.; BALAT, H.; CAHIDE, O. Progress in bioethanol processing. **Progress in Energy and Combustion Science**, v.34, p.551- 573, 2008.

BASTIOLI, C. **Handbook of biodegradable polymers**. Shawbury: Rapra Technology Limited, 2^a Ed. 2014.

BASTOS, E.M.A.F.; GALBIATI, C; LOUREIRO, E.M; SCOARIS, D.O. Physico-chemical indicators and antibacterial activity of brown propolis against *Escherichia coli*. 2011.

BASTOS, V. D. Biopolímeros e polímeros de matérias-primas renováveis alternativos aos Petroquímicos. **Revista do BNDES**, v.14, n.28, p.201-234, 2007. Disponível em: <https://web.bndes.gov.br/bib/jspui/handle/1408/11834>. Acesso em: 08 set. 2022.

BARBOZA, L. G. A.; LOPES, C.; OLIVEIRA, P.; BESSA, F.; OTERO, V.; HENRIQUES, B.; RAIMUNDO, J.; CAETANO, M.; VALE, C.; GUILHERMINO, L. Microplastics in wild fish from North East Atlantic Ocean and its potential for causing neurotoxic effects, lipid oxidative damage, and human health risks associated with ingestion exposure. **Science of The Total Environment**, v. 717, p. 134625, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.134625>.

BENAVENT-GIL, Y.; ROSELL, C. M. Technological and nutritional applications of starches in gluten-free products. Em: **Starches for Food Application: Chemical, Technological and Health Properties**. [s.l.] Elsevier, 2018. p.333–358.

BIDUSKI, B.; TAVARES, F. S.; MADRUGA, K.; HALAL, S. L. M.; PINTO, V. Z.; TAKIMI, A.; DIAS A. R. G.; ZAVAREZE, E. R. Incorporação de nanoargila em filmes biodegradáveis de amido de sorgo nativo e oxidado. In: Congresso de Alimentos, **Anais...** v.9, p.1-6, 2015.

BIDUSKI, B.; SILVA, F. T. da; SILVA, W. M. da.; MELLO, S. L.; PINTO, V. Z.; DIAS, A. R. G.; ZAVAREZE, E. da R. Impact of acid and oxidative modifications, single or dual, of sorghum starch on biodegradable films. **Food Chemistry**, v.24, n. 53-56, 2016.

BOF, M. J.; BORDAGARAY, V. C.; LOCASO, D. E.; GARCIA, M. A. Chitosan molecular weight effect on starch-composite film properties. **Food Hydrocolloids**, v.51, p.281–294, 2015.

BONAMIGO, T; CAMPOS, L J. F; OLIVEIRA, A. S; TORQUATO, H. F. V; BALESTIERI, J. B. P; CARDOSO, C. A. L; PAREDES-GAMERO, E. J; SOUZA, K. P; SANTOS, E. I. Antioxidant and cytotoxic activity of propolis of *Plebeia droryana* and *Apis mellifera* (Hymenoptera, Apidae) from the Brazilian Cerrado biome. **Plos One**, v.12, n.9, p.e0183983, 2017.

BORRELLE, S. B. ; ROCHEMAN, C. M. ; PROBENCHER, J. Opinion: Why we need an international agreement on marine plastic pollution. **Proceedings of the National Academy of Sciences**, v.114, n.38, p.9994–9997, 2017.

BRITO, G. V. et al. Biopolímeros, Polímeros Biodegradáveis e Polímeros Verdes. Departamento de Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande. Paraíba. 2011. BUENO-SILVA, B.; KAWAMOTO, D.; ANDO-SUGUIMOTO, E. S.; CASARIN, R. C. V.; ALENCAR, A. M.; ROSALEN, P. L.; MAYER, M. P. A. Brazilian red propolis effects on peritoneal macrophage activity: Nitric oxide, cell viability, pro-inflammatory cytokines and gene expression. **Journal of Ethnopharmacology**, v.207, p.100–107, 2017.

CABRAL, I. S. R; OLDONI, T. L. C; PRADO. A; BEZERRA, R. M. N.; ALENCAR, S. M. Composição fenólica, atividade antibacteriana e antioxidante da Própolis Vermelha brasileira. **Química Nova**, v.32, n.6, p.1523-1527, 2009.

CAMPOS, A. de; TEODORO, K. B. R.; MARCONCINI, J. M.; MATTOSO, L. H. C.; MARTINS-FRANCHETTI, S. M. Efeito do tratamento das fibras nas propriedades do biocompósito de amido termoplástico/policaprolactona/sisal, **Polímeros**, v.21, n.3, p.217-222, 2011.

CAMPUS, D. B. C.; CONRADO, L. S.; MORAIS, C. R. S. Physical-chemistry characterization of sweet sorghum bagasse in nature and delignificate with NaOH to produce bioethanol. **Defects and Diffusion Forum**, v.365, p.219-225, 2015.

CARISSIMI, M. **Desenvolvimento e aplicação de filmes biodegradáveis a partir de amido de mandioca e microalga verde**. 2017. Porto Alegre, SP.

CHATTOPADHYAY, S.; SINGHAL, R. S.; KULKARNI, P. R. Optimisation of conditions of synthesis of oxidised starch from corn and amaranth for use in film-forming applications. **Carbohydrate Polymers**, v.34, p.203–212, 1998.

CHANG-BRAVO, L.; LÓPEZ-CÓRDOBA, A.; MARTINO, M. Biopolymeric matrices made of carrageenan and corn starch for the antioxidant extracts delivery of Cuban red propolis and yerba mate. **Reactive and Functional Polymers**, v.85, p.11-19, 2014.

CHEN, L.; PELTON, R. E. O.; SMITH, T. M. Comparative life cycle assessment of fossil and bio-based polyethylene terephthalate (PET) bottles. **Journal of Cleaner Production**, v.137, p.667–676, 2016.

CHIEN, P. J.; SHEU, F.; YANG, F. H. Effects of edible chitosan coating on quality and shelf life of sliced mango fruit. **Journal of Food Engineering**, v.78, n.1, p.225-229, 2007.

CHIUMARELLI, M.; HUBINGER, M. D. Stability, solubility, mechanical and barrier properties of cassava starch–Carnauba wax edible coatings to preserve fresh-cut apples. **Food Hydrocolloids**, v.28, n.1, p.59-67, 2012.

CHONG, W. T.; UTHUMPORN, U.; KARIM, A.A.; CHENG, L.H. The influence of ultrasound on the degree of oxidation of hypochlorite-oxidized corn starch. **LWT - Food Science and Technology**, v.50, n.2, p.439-443, 2013.

CUNHA, J. A.; PEREIRA, M. M.; VALENTE, L. M. M.; PISCINA, P. R. de la; HOMS, N.; SANTOS, M. R. L. Waste biomass to liquids: Low temperature conversion of sugarcane bagasse to bio-oil. The effect of combined hydrolysis treatments. **Biomass and Bioenergy**, 35, p.2106-2116, 2011.

DAVIS, G.; SONG, J. H. Biodegradable packaging based on raw materials from crops and their impact on waste management. v. 23, p. 147–161, 2006

DALVI, U. S.; CHAVAN, U. D.; SHINDE, M. S.; GADAKH, S. R. Effect of Staggered Planting on Stalk Yield, Sugar Content and Ethanol Yield of Sweet Sorghum for Increasing Harvest Window. **Sugar Technology**, v.14, n.2, p.144–147, 2012.

DEBIAGI, F. A.; IVANO, L. R. F. M.; NASCIMENTO, P. HENRIQUE A.; MALI, Suzana. Starch biodegradable packaging reinforced with lignocelulosic fibers from agroindustrial wastes. **Biochemistry and Biotechnology Reports**, v.1, n.2, P.57-67, 2012,

DESHPANDE, A. V.; PANYA, L. B. Evaluation of sorghum starch as a tablet disintegrant and binder. **Journal of Pharmacy and Pharmacology**, v.39, n.1, p.495–496, 1986.

DAUGSH, A. **A própolis vermelha do nordeste do Brasil e suas características químicas e biológicas**. Tese de Doutorado. Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, p.72-74. 2007.

ECYCLE. **Embalagens sustentáveis: o que são exemplos e vantagens**. S/D, Disponível em: <https://www.ecycle.com.br/6316-embalagens-sustentaveis.html>. Acesso em: 12/10/2020.

EMBRAPA – Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Jornal Eletrônico da Embrapa Milho e Sorgo (Sete Lagoas-MG)**, Ano 07 – Ed. 43, 2013. Acesso em: 08/09/2020.

ENGEL, J. B.; AMBROSI, A.; TESSARO, I. C. Development of a cassava starch-based foam incorporated with grape stalks using an experimental design. **Journal of Polymers and the Environment**, v.27, n.12, p.2853-2866, 2019.

EFSA - European Food Safety Authority. Panel on Contaminants in the Food Chain, 2016. Presence of microplastics and nanoplastics in food, with particular focus on seafood. EFSA J. 14, e04501. <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2016.4501>.

EUROPEAN BIOPLASTICS Driving the evolution of plastics. Disponível em: https://docs.european-bioplastics.org/2016/association/EUBP_image_brochure.pdf

Food and Agriculture Organization of the United Nations - FAO. Disponível em: <http://www.fao.org/es/faodef/fdef01e.htm>. Acesso em: 20 out. 2019.

FALGUERA, V.; QUINTERO, J. P.; JIMÉNEZ, A.; MUÑOZ, A.; IBARZ, A. Edible films and coatings: structures, active functions and trends in their use. **Trends Food Science and Technology**, v.22, p.291-303, 2011.

FAPESP - **A promessa dos bioplásticos**. 2020. Disponível em: <https://revistapesquisa.fapesp.br/a-promessa-dos-bioplásticos/> Acesso em 15/11/2021.

FRANCHI Jr., G. C.; MORAES, C. S.; TORETI, V. C.; DAUGSCH, A.; NOWILL, A. E.; PARK, Y. K. Comparison of effects of the ethanolic extracts of brazilian propolis on human leukemic cells as assessed with the MTT Assay. **Evidence - Based Complementary and Alternative Medicine**, v. 2012, n.1, p.1-6, 2012.

FRANCO, P. C. I.; FARIA, M. L.; BILCK, A. P. **Preparo e caracterização de filmes biodegradáveis reforçados com fibras de cana-de-açúcar**. In: SANTOS, C. C. Estudos interdisciplinares nas ciências exatas e da terra e engenharias 3 2014. p.1-9.

GARCÍA, M. A.; MARTINO, M. N.; ZARITZKY, N. E. Microstructural Characterization of Plasticized Starch-Based Films. **Starch/Staerke**, v.52, n.4, p.118–124, 2000.

GOMES, C. J. V.; BORGES, N. S. Desenvolvimento de biofilmes a base de amido de mandioca para embalagens de alimentos. **Revista Técnico-Científica do CREA-PR**, n.especial, p.1-29, 2022.

GONTARD, N.; GUILBERT, S.; CUQ, J. -L. Water and Glycerol as Plasticizers Affect Mechanical and Water Vapor Barrier Properties of an Edible Wheat Gluten Film. **Journal of Food Science**, v. 58, n. 1, p. 206–211, 1993.

GROSSMAN, M. V. E.; MALI, S.; SHIMAZU, A. A. Efeitos plastificante e antiplastificante do glicerol e do sorbitol em filmes biodegradáveis de amido de mandioca. **Semina: Ciências Agrárias**, v.28, n.1, p.79-88, 2007.

GUNARATNE, A.; HOOVER, R. Effect of heat-moisture treatment on the structure and physicochemical properties of tuber and root starches. **Carbohydrate Polymers**, v.49, p.425-437, 2002.

GUILBERT, S.; CUQ, B.; GONTARD, N. Recent innovations in edible film and/or biodegradable packaging materials. *Food Additives and Contaminants*, v.14, n.6-7, p.741-751, 1997.

GUINDO, D.; TEME, N.; VAKSMANN, M.; DOUMBIA, M.; VILMUS, I.; GUITTON, B.; SISSOKO, A.; MESTRES, C.; DAVRIEUX, D.; FLIEDEL, G.; KOURESSY, M.; COURTOIS, B.; RAMI, J. Quantitative trait loci for sorghum grain morphology and quality traits: Toward breeding for a traditional food preparation of West-Africa. **Journal of Cereal Science**, v.85, p.256–272, 2019.

HENDRICKS, A. T.; ZEEMAN, G. Pretreatments to enhance the digestibility of lignocellulosic biomass. **Bioresource Technology**, v.100, p.10-18, 2009.

HIMMEL, M. E.; FOUST, T. D.; IBSEN, K. N.; DAYTON, D. C.; HESS, J.; KENNEY, K. E. **The biorefinery**. In: *Biomass Recalcitrance: Deconstructing the Plant Cell Wall for Bioenergy*. Edited by Himmel ME. London: Blackwell, 2008.

Hogan, O ., JayaSuriya, R ., Uppala, S ., Holgate, L ., & Skero, N . (2015) . The future potential economic impacts of a bio-plastics industry in the UK (Relatório de Pesquisa/2015) . Londres, UK, Centre for Economics and Business Research.

IAL - Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. **Determinações e Procedimentos Gerais - Glicídios - Técnica 040/IV**. In: *Métodos físico-químicos para análise de alimentos*. 4a edição ed. Brasília: [s.n.]. p. 1.1018p.

IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Previsão de safra de sorgo**. Disponível em: <https://agenciadenoticias.ibge.gov.br>. Acesso em 17 de outubro de 2020.

INNPROBIO - Forum for Bio-Based Innovation in Public Procurement. 2015. Acesso em: <https://cordis.europa.eu/project/id/652599>

IPA - Instituto Agronômico do Pernambuco, 2006. O cultivo do sorgo no semiárido de Pernambuco: **Aspectos gerais e recomendações básicas de plantio**. Revista agricultura. 25 de março de 2006.

ISO - International Organization for Standardization. Cleanrooms, and Associated Controlled Environments - Part 1: Classification of Air Cleanliness by Particle Concentration (ISO 14644-1:2015). Geneva: International Organization for Standardization, ISO, 2015.

JACOB, A.; ABHISHEK, P.; PAU, A.; AMALRAJ, F. D. The effects of Malaysian propolis and Brazilian red propolis on connective tissue fibroblasts in the wound healing process. **BMC Complementary and Alternative Medicine**, v.15, p.1-10, 2015.

JACOBS, V.; SOUZA, F. S.; HAMM, J. B. S.; MANCILHA, F. S. Produção e caracterização de biofilmes de amido incorporados com polpa de acerola Universidade La Salle, Canoas, Rio Grande do Sul. 2020.

JACOMETTI, G. A.; MENEGHEL, R. F. A.; YAMASHITA, F. Aplicação de revestimentos comestíveis em pêsego (*Prunus persica*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.23, n.1, p.95-100, 2003.

JANE, J. L.; KASEMSUWAN, T.; LEAS, S.; ZOBEL, H.; ROBITY, J. R. Anthology of starch granule morphology by scanning electron microscopy, **Starke**, v.46, n.5, p.121-129, 1994.

JUN, E. C. H.; HANRY, E. L.; SURUGAU, N. Effects of different plasticizer concentration on characteristics of biofilms made from semirefined carrageenan (*Kappaphycus alvarezii*) **Transactions on Science and Technology**, v.7, n.3-2, p.113-120, 2020.

KARPER, R.E., QUINBY, J.R. Sorghum—Its production, utilization and breeding. *Econ Bot* **1**, 355–371 (1947). <https://doi.org/10.1007/BF02858895>.

KÄLVIÄINEN, N.; ROININEN, K.; TUORILA, H. Sensory characterization of texture and flavor of high viscosity gels made with different thickeners. **Journal of Texture Studies**, v. 31, n. 4, p. 407-420, 2000.

JORGE, N. EMBALAGENS PARA ALIMENTOS. São Paulo: Cultura Acadêmica, 2013. 194 p. Disponível em: <<http://www.santoandre.sp.gov.br/pesquisa/ebooks/360234.PDF>>.

KESTER, R.; FENNEMA, O. R. Edible films and coatings: A review. **Food Technology**. 1986.

KOBLITZ, M. G. **Matérias primas alimentícias: composição e controle de qualidade**. Rio de Janeiro: [s.n.]. 2011.

KHARE, A.; DESHCUKH, S. Studies toward production eco-friendly plastics. **Journal of plastic film & Sheeting**, v.22, p.192-211, 2006.

KIM, J.; YUN, S. Discovery of cellulose as a smart material. **Macromolecules**, v.39, n.12, p.4202-4206, 2005.

KIM, J. S.; LEE, H. J.; KIM, S. K.; KIM, H. J. Global pattern of microplastics (MPs) in commercial food-grade salts: Sea salt as an indicator of seawater MP pollution. **Environmental Science and Technology**, v.52, n.21, p.12819–12828, 6 nov. 2018. <https://doi.org/10.1021/acs.est.8b04180>.

KUROPATNICKI, A. K.; SZLISZKA, E.; KROL, W. Historical aspects of propolis research in modern times historical aspects of propolis research in modern times. **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine**, n.4, 2013.

KUTRALAM-MUNIASAMY, G.; PEREZ-GUEVARA, F.; ELIZALDE-MARTINEZ, I; SHRUTI, V. C. Branded milks – Are they immune from microplastics contamination? **Science of The Total Environment**, v.714, p.136823, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.136823>

KUAKPEETON, D., WANG, Y. Characterization of different starches oxidized by hypochlorite. **Starch/Stärke**, v.53, p.211-218, 2001.

KUAKPETOON, D.; WANG, Y. Internal structure and physicochemical properties of corn starches as revealed by chemical surface gelatinization. **Carbohydrate Research**, v.342, p.2253-2263, 2007.

LAGARÓN, J. M.; LÓPEZ-RUBIO, A.; JOSÉ FABRA, M. Bio-based packaging. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 133, n. 2, 2016.

LAGARÓN, J. M.; OCIO, M. J.; LÓPEZ-RUBIO, A. Antimicrobial Packaging Polymers. A general introduction. In: LAGARÓN, J. M.; OCIO, M. J.; LÓPEZ-RUBIO, A. (Eds.). **Antimicrobial Polymers**. New Jersey: A John Wiley & Sons, Inc., Publication, 2012. p. 1–23.

LACKNER, M. (2015) Bioplastics: biobased plastics as renewable and/or biodegradable alternatives to petroplastics. In: Standen, A. (Ed.). Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology (Cap. 6). 6 Ed. <https://doi.org/10.1002/0471238961.koe00006>

LEACH, H. W., MCCOWEN, L. D., SCHOCH, T. J. Structure of the starch granule. I. Swelling and solubility patterns of various starches. **Cereal Chemistry**, v.36, p.534-544, 1959.

LIEBEZEIT, G., LIEBEZEIT, E. Synthetic particles as contaminants in German beers. **Food Additives & Contaminants: Part A**, v.31, n.9, p.1574-1578, 2014. <https://doi.org/10.1080/19440049.2014.945099>.

LIN, L.; GUO, D.; HUANG, J.; ZHANG, X.; ZHANG, L.; WEI, C. Molecular structure and enzymatic hydrolysis properties of starches from high-amylose maize inbred lines and their hybrids. **Food Hydrocolloids**, v. 58, p. 246–254, 2016.

MACHADO, B. A. S.; BARRETO, G. de A.; COSTA, A. S.; COSTA, S. S.; SILVA, R. P. D.; SILVA, D. F. da; BRANSÃO, H. N.; ROCHA, J. L. C. da; NUNES, S. B.; UMSZA-GUEZ, M. A.; FRANCINE, F. P. Determination of parameters for the supercritical extraction of antioxidant compounds from green propolis using carbon dioxide and ethanol as co-solvent. **Plos One**, v. 10, p. e 0134489, 2015.

MADRUGA, K. M.; BIDUSKI, B.; SILVA, F. T.; SANTETTI, G. S.; ZAVAREZE, E. R.; DIAS, A. R. G. **Propriedades de pasta e dureza de gel de amido de sorgo nativo e oxidado**. UFP – 2015. Pelotas – RS.

MAINA, F.; BOUCHT, S.; MARLA S. R.; HU, Z.; WANG, J.; MAMADOU, A.; ABDOU, M.; SAÏDO, ABDOUL-AZIZ; MORRIS, G. P. Population genomics of sorghum (*Sorghum bicolor*) across diverse agroclimatic zones of Niger 1. **Genome**, v.61, n.4, p.223–232, 2018.

MALI, S.; GROSSMAN, M. V.; YAMASHITA, F. Filmes de amido: produção, propriedades e potencial de utilização. **Semina: Ciências, Agrárias**, v.31, n.1, p.137, 2010.

MARTINY, T. R.; RAGHAVAN, V. G. S.; MORAES, C. Optimization of green extraction for the recovery of bioactive compounds from Brazilian olive crops and evaluation of its potential as a natural preservative. **Journal of Environmental Chemical Engineering**. v. 9, 2 ed, 2021.

MATALANIS, A. M.; CAMPANELLA, O. H.; HAMAKER, B. R. Storage retrogradation behavior of sorghum, maize and rice starch pastes related to amylopectin fine structure. **Journal of Cereal Science**, v.50, n.1, p.74–81, 2009.

MASILAMANI, D.; SRINIVASAN, V.; RAMCHANDRAN, R. K.; GOPINATH, A.; MADHAN, B.; SARAVANAN, P. Sustainable packaging materials from tannery trimming solid waste: A new paradigm in wealth from waste approaches. **Journal of Cleaner Production**, v.164, p.885–891, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.06.200>

MAYA, N. V. L. P. **Produção e caracterização de blendas poliméricas com poli (3-Hidroxibutirato) (Phb) E Amido De Milho para produção de plástico biodegradável**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos. Florianópolis, SC, 2016.

MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F. Filmes de amido: produção, propriedades e potencial de utilização. 2010. Departamento de Bioquímica e Biotecnologia, Centro de Ciências Exatas, da Universidade Estadual de Londrina. Londrina, PR. 2010.

MATTOSO, L. H. C. Frutas e legumes são matéria-prima de plásticos que protegem alimentos e são comestíveis. Pesquisa FAPESP, 2018. Disponível em: <https://revistapesquisa.fapesp.br/2016/04/19/embalagens-verdes/>. Acesso em: 22/06/04/2020.

MENDES, J. F.; MARTINS, J. T.; MANRICH, A.; SENA NETO, A. R.; PINHEIRO, A. C. M.; MATTOSO, L. H. C.; MARTINS, M. A. Development and physical-chemical properties of pectin film reinforced with spent coffee grounds by continuous casting. **Carbohydrate Polymers**, v.210, p.92-99, 2019.

MITRUS, M.; WOJTOWICZ, A.; MOSCICKI, L. 1 Biodegradable Polymers and Their Practical Utility. [s.l: s.n.]. 2009.

MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. T.; SELKE, S. E.; HARTE, B. R.; HINRICHESEN, G. **Natural fibers, biopolymers, and biocomposites: An 61 introduction**. In: Mohanty, A. K.; Misra, M.; Drzal, L. T. *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites*. Boca Raton: Taylor & Francis, 2005, 11p.

MOSIER, N.; WYMAN, C.; DALE, B.; ELANDER, R.; LEE, Y. Y.; HOLTZAPPLE, M.; LADISCH, M. Features of promising technologies for pretreatment of lignocellulosic biomass. **Bioresource Technology**, v.96, p.673-686, 2005.

MORAES, J. O.; RESZKA, A; LAURINDO, J. B. Espalhamento e secagem de filme de amido-glicerol-fibra preparado por “tape-casting”. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v.49, n.2, p.136-143, fev. 2014..

MORAIS, J. P. S; ROSA, J. M; MARCONCINI, M. F. **Procedimento para análise lignocelulósica**. Campina Grande: Embrapa algodão, Documento, v. 236, 54p, 2010.

MOUSDALE, D. M. **Biofuels: Biotechnology, chemistry, and sustainable development**, CRC Press, 2008.

MOURA, S. A. L.; FERREIRA, M. A. N.; ANDRADE, S. P. ; REIS, M. L. C. ; NOVIELLO, M. de L. Brazilian green propolis inhibits inflammatory angiogenesis in a murine sponge model. **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine**, v. 8, n. 1, p.1-7, 2011.

MUSSATO, S. I.; TEIXEIRA, J. A. Lignocellulose as raw material in fermentation processes. **Applied Microbiology and Microbial Biotechnology**, p.897-907, 2010.

NCCLS - National Committee for Clinical Laboratory Standards. **Methods for dilution antimicrobial susceptibility tests for bacteria that grow aerobically (M100-S10 (M7)**). 5^aed. Approved standard. Wayne, PA: NCCLS; 2000.

NICOLETTI, A.; PINTO, V. Z.; CRUZ, D.B.; COLUSSI, R.; AMARAL, J.; DIAS, A. R. G. Avaliação de diferentes métodos para extração de amido de sorgo. In: Encontro de Pós-Graduação, 16, **Anais...UFPEL** - Universidade Federal de Pelotas, 2014.

OHGREN, K.; BURA, R.; SADDLER, J.; ZACCHI, G. Effect of hemicellulose and lignin removal on enzymatic hydrolysis of steam pretreated corn stover. **Bioresource Technology**, v.98, p.2503–2510, 2007.

OJJO, V.; RAY, S. S. Processing strategies in bionanocomposites. **Progress in Polymer Science**, v. 38, n. 10–11, p. 1543–1589, 2013.

OJOGBO, E.; OGUNSONA, E. O.; MEKONNEN, T. H. Chemical and physical modifications of starch for renewable polymeric materials. **Materials Today Sustainability**, v.7–8, p.100028, 2020.

OLIVEIRA, T. L. C.; SOARES, R. de A.; RAMOS, E. M.; CARDOSO, M. das G.; ALVES, E.; PICOCOLI, R. H. Antimicrobial activity of *Satureja montana* L. essential oil against *Clostridium perfringens* type A inoculated in mortadella-type sausages formulated with different levels of sodium nitrite. **International Journal of Food Microbiology**, v.144, n.3, 2011.

OLIVEIRA-FILHO, E. R.; SILVA, J. G. P.; MACEDO, M. A. de; TACIRO, M. K.; GOMEZ, J. G.; SILVA, L. F. Investigating nutrient limitation role on improvement of growth and poly(3-hydroxybutyrate) accumulation by *Burkholderia sacchari* IMG 19450 from xylose as the sole carbon source. **Frontiers in Bioengineering and Biotechnology**. v. 7, 416. 2020.

OLIVEIRA, M.; VASCONCELOS, Y. Revolução no canavial: Novas usinas, variedades mais produtivas e pesquisas genéticas. **Revista FAPESP**, v.122, 2011.

OMOREGIE EGHAREVBA, H. Chemical properties of starch and its application in the food industry. **Chemical Properties of Starch**. [s.l.] IntechOpen, 2020.

PELISSARI, F. M.; ANDRADE-MAHECHA, M. M.; SOBRAL, P. J. do A.; MENEGALLI, F. C. Isolation and characterization of the flour and starch of plantain bananas (*Musa paradisiaca*). **Starch/Stärke**, v.64, n.5, p.382–391, 2012.

PEREIRA, A. L. S.; CORDEIRO, E. M. S.; NASCIMENTO, D. M.; MORAIS, J. P. S.; SOUSA, M. S. M.; ROSA, M. F. Extração e caracterização de nanocelulose de fibras do pseudocaule da bananeira. In: Congresso Norte-Nordeste de Pesquisa e Inovação. **Anais... CONNEPI**, 2010.

PICOLI, T.; PETER, C. M.; HOFFMANN, J. F.; LATOSINSKI, G. S.; ZANI, J. L.; VARGAS D'ÁVILA, G.; HÜBNER, S.O.; E FISCHER, G. Caracterização química e ação antibacteriana de extrato de própolis marrom da região sul do Brasil. **Brazilian Journal of Veterinary Medicine**, v.38, n.4, p.365-371, 2016.

PNUMA/ONU - Programa das Nações Unidas para o Meio Ambiente, Relatório 2023. Disponível em: <https://www.unep.org/pt-br/noticias-e-reportagens/comunicado-de-imprensa/relatorio-da-onu-aponta-solucoes-para-reduzir>

POBIEGA, K.; KRASNIEWSKA, K.; DEREWIAKAL, D.; GNIEWOSZ. Comparison of the antimicrobial activity of propolis extracts obtained by means of various extraction methods. **Journal of Food Science and Technology**, v.56, n.12, p.5386–5395, 2019.

PHILIPPINI, R. R. Variedades híbridas de bagaço de cana-de-açúcar: Caracterização química e hidrólise enzimática em condições de pré-tratamento diferenciado, São Paulo. 2012.

PRATA, J. C.; COSTA, J. P. da.; LOPES, I.; ANDRADY, A. L.; DUARTE, A. C.; ROCHA-SANTOS, T. A One Health perspective of the impacts of microplastics on animal, human and environmental health. **Science of the Total Environment**, v.777, p.1-13, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.146094>.

QUEIROZ, E. L.; ARAÚJO, G. S.; ALMEIDA, T. B.; MARTINEZ, E. A.; SOUZA, S. M. A. Chemical and mechanical properties of cassava starch bioactive film with jambolan (*Syzygium cumini* L.) extract addition. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.24, e2020216, 2021. <https://doi.org/10.1590/1981-6723.21620>.

QUADROS, D. G. de; CHAGAS, T.; SANTOS, T. C. L. H. B. dos; TELES, E. B. de S.; ANDRADE, A. P.; BATISTA, P. B. Valor nutritivo de genótipos comerciais de sorgo forrageiro cultivados no oeste da Bahia. **Revista Agrária Acadêmica**, v.4, n.3, p.1-10, 2021.

RABEK, J. F. **Experimental methods in polymer chemistry: applications of wide-angle X-ray diffraction (WAXD) to the study of the structure of polymers**. Wiley Interscience, Chichester, 1980.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos**. 1ª ed. Campinas, SP, 2005. 326p.

RODRIGUES, D.C.; CUNHA, D.; OLIVEIRA, W. Q.O.; AZEREDO, H. M. C.; GALLÃO, M. I. Extração e caracterização de galactomanana extraída a partir de sementes de *Prosopis juliflora*. Anais do 13º Congresso Brasileiro de Polímeros, Natal, 2015.

ROCHA, O. G. Obtenção e caracterização de filmes biodegradáveis a partir de misturas de amido de mandioca e extrato protéico de soja. UFRRJ: Rio de Janeiro, 2009.

RAY, S. S.; BOUSMINA, M. Biodegradable polymers and their layered silicate nanocomposites: In greening the 21st century materials world. **Progress in Materials Science**, v. 50, n. 8, 2005.

RUEDA, S. M. G. Pré-tratamento e hidrólise enzimática do bagço de cana-de-açúcar. Unicamp. 2010.

RUIZ, G. J.; FIGUEIREDO, L. F. Gestão de design: Estratégia no desenvolvimento de embalagens para sustentabilidade. 2012 Disponível em: https://ngd.ufsc.br/files/2012/12/gilson_luiz_vf.pdf. Acesso em: 14/12/2020.

SABERI, B.; CHOCKCHASAWASDEE, S.; GOLDING, J. B.; SCARLETT, C. J.; STATHOPOULOS, C. E. Characterization of pea starch-guar gum biocomposite edible films enriched by natural antimicrobial agents for active food packaging. **Food and Bioprocess Processing**, v.105, p.51-63, 2017.

SAJILATA, M. G.; SINGHAL, R.; KULKARNI, P. R. Starch. A Review. v. 5, n. Figure 2, 2006. <https://doi.org/10.1111/j.1541-4337.2006.tb00076.x>

SANDHU, K. S., KAUR, M., SINGH, N., & LIM, S.-T. (2008). A comparison of native and oxidized normal and waxy corn starches: Physicochemical, thermal, morphological and pasting properties. *LWT - Food Science and Technology*, 41, 1000–1010.

SANTANA, A. A.; LIMA, H. S. Extração e caracterização físico-química dos polissacarídeos de *Leucaena leucocephala* (lam.) de Wit. **Pesquisa em Foco**, v.17, n.1, p.22-30, 2009.

SANTOS, B.; COELHO, T. M.; NASSID FILHO, N. Produção de plástico biodegradável a base de amido modificado. In: Encontro de Produção Científica e Tecnológica, IX Campo Mourão, PR. **Anais...** UNESPAR, 2014.

SENA-LOPES, A.; BEZERRA, F. S. B.; NEVES, R. N.; PINHO, R. B.; SILVA M. T. O.; SAVEGNAGO, L.; SEIXAS, T. C.; BEGNINI, F. K.; HENRIQUES, J. A. P.; ELY, M. R.; RUFATTO, L. C.; MOURA, S.; BARCELLOS, T.; PADILHA, F.; DELLAGOSTIN, O.; BORSUK, S. Chemical composition, immunostimulatory, cytotoxic and antiparasitic activities of the essential oil from Brazilian red própolis. 2018.

SCHEIBE, A. S. **Produção e caracterização de embalagem biodegradável de amido de mandioca e fibras utilizando a técnica de tape-casting**. 2012. 131 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.

SCHWARTZ, D.; WHISTLER, R. L. **Starch chemistry and technology. 3rd Edition**. third ed. Indiana: [s.n.]. v. 1, 2009.

SHIMAZU, A. A.; MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E. Efeitos plastificante e antiplastificante do glicerol e do sorbitol em filmes biodegradáveis de amido de mandioca. *Semina: Ciências Agrárias*, v.28, n.1, p.79-88, 2007.

SILVA, S. H. T. **Confecção e caracterização físico-química e da atividade antimicrobiana de biofilmes nanocompósitos à base de alginato contendo nanopartículas de ZNO**. 130 f. 2017. Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2017.

SILVA, M. J. V. **Avaliação do potencial de diferentes cultivares de sorgo sacarino para produção de etanol de 1ª e 2ª geração**. Universidade Federal de Campina Grande-PB. 163 f. 2017.

SIRIPATRAWAN, U.; VITCHAYAKITTI, W.; SANGUANDEEKUL, R. Antioxidant and antimicrobial properties of Thai propolis extracted using ethanol aqueous solution. **International Journal of Food Science and Technology**, v.48, p.22–27, 2013. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1365-2621.2012.03152.x>. Acesso em: 22 fev. 2023.

SMITH, R. J. **Characterization and analysis of starches**. In: WHISTLER, R. L.; PASCHALL, E. F. (Eds.), *Starch: Chemistry, technology*. New York: Academic Press, 1997.

SOTO, M. L.; DOMÍNGUEZ, H.; NÚÑEZ, M. J.; LEMA, J. M. Enzymatic saccharification of alkali-treated sunflower hulls. **Bioresource Technology**, v.49, p.53–59, 1994.

SOTHORNVIT, R.; KROCHTA, J. M. Plasticizer effect on oxygen permeability of β lactoglobulina films. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v.48, n.12, p.:6298-6302, 2000.

SOUZA, L. G. V.; CARVALHO, C. W. P.; MARCONCINI, J. M.; ASCHERI, J. L. R. Propriedades mecânicas de filmes biodegradáveis de amido de mandioca adicionados de nanofibrilas de algodão, In: Congresso Brasileiro de Polimeros, 10, **Anais...** CPB, 2009.

SOUZA, C. O. de; SILVA, L. T.; DRUZIAN, J. I. Estudo Comparativo da Caracterização de Filmes Biodegradáveis de Amido de Mandioca Contendo Polpas de Manga e de Acerola. **Química Nova**, v.35, n.2, p. 262-267, 2018.

SOUZA, A. C.; BENZE, R.; FERRÃO, E. S.; DITCHFIELD, C.; COELHO, A. C. V.; TADINI, C.C. Cassava starch biodegradable films: Influence of glycerol and clay nanoparticles content on tensile and barrier properties and glass transition temperature. **LWT - Food Science and Technology**, v.46, p.110-117, 2012.

SPIRIDON, L.; POPA, V. I. **Hemicelluloses: major sources, properties and applications**. In: BELGACEM, M. N.; GANDINI, A. (Ed.). *Monomers, polymers and composites from renewable resource*. Amsterdam: Elsevier, 2008, p.289-304.

STATSOFT, Inc. **STATISTICA (data analysis software system)**, version 8.0. Informação disponível em: www.statsoft.com. Statsoft, Inc., 2005.

SUBRAMANIAN, V.; HOSENEY, R. C.; BRAMEL-COX, P. **Shear thinning properties of sorghum and corn starches**. p. 272–275, 1994.

TABOSA, J. N.; BARROS, A. H. C.; BRITO, A. R. de M. B.; SIMPLÍCIO, J. B. *Cultivo do sorgo no semiárido brasileiro: potencialidades e utilizações*, 2014.

TABOSA, J. N. **Fenologia da planta de sorgo**. Recife: Instituto Agrônômico de Pernambuco-IPA,

2011. 1p.

TÍMAR-BALÁZSY, A.; EASTOP, D. **Chemical principles of textile conservation**. Butterworth Heinemann, Oxford. UK: Butterworth-Heinemann, 1998.

THEODORO, G. de F.; RIBEIRO, M. M.; PACHCO, F. B. S.; MIYAKE, A. W. A. Produtividade do sorgo forrageiro em função de doses de nitrogênio e manejo de cortes. **Research, Society and Development**, v.10, n.11, p.1-13, 2021.

THYGESEN, A.; ODDERSHEDE, J.; LILHOLT, H.; THOMSEN, A.B.; STAHL, K. On the determination of crystallinity and cellulose content in plant fibres. **Cellulose**, v.12, p.565-567, 2005.

TRINDADE, W. G.; MEGIATTO, W.; REZWRA, J.; CASTELLAN, D.; FROLLIN, A. T. Polpação de carauá visando posterior sacarificação. **Biomacromolecules**, v.6, p.2485-2496, 2005.

USDA - World Agricultural Production. **Circular Series June 2020**, p.1–29, 2020.

VANIER, N. L., DA ROSA ZAVAREZE, E., PINTO, V. Z., KLEIN, B., BOTELHO, F. T., DIAS, A. R. G., & ELIAS, M. C. (2012). Physicochemical, crystallinity, pasting and morphological properties of bean starch oxidized by different concentrations of sodium hypochlorite. *Food Chemistry*, 131, 1255–1262.

YOENYONGBUDDHAGAL, S.; NOOHORM, A. Effect of physicochemical properties of high-amylose Thai rice flours on vermicelli quality. *Cereal Chemistry*, v. 79, n. 4, p. 481–485, 2002.

WANG, Y. J.; WANG, L. E. Physicochemical properties of common and waxy starches oxidized by different levels of sodium hypochlorite. **Carbohydrate Polymers**, v.52, p.207–217, 2003.

WAGH, V. D. Propolis: a wonder bees product and its pharmacological potentials. **Adv. Pharmacology Science**, v.2013, p.308249, 2013.

WEBER, F. H.; COLLARES-QUEIROZ, F. P.; CHANG, Y. K. Caracterização físico-química, reológica, morfológica e térmica dos amidos de milho normal, ceroso e com alto teor de amilose. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.29, n.4, p.748–753, 2009.

WWF-BRASIL - A partir de dados primários do relatório what a waste 2.0 do banco mundial, Universidade Harvard e The Ocean Clean UP, 2017.

WÜRZBURG, O. B. **Modified starches: Properties and uses**. Boca Ratón: CRC, Press, p. 277, 1986.

XIE, S. X.; LIU, Q.; CUI, S. W. **Starch Modification and Applications**. In S. W. Cui (Ed.), Food carbohydrate: Chemistry, Physical Properties, and Applications, p.357–405) 2005.

ZANELA, J.; BILCK, A. P.; CASAGRANDE, M.; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F. Oat fiber as reinforcement for starch/polyvinyl alcohol materials produced by injection molding. **Starch-Stärke**, v.70, 1700248, 2018.

Juliano Zanela, Ana P. Bilck, Maira Casagrande, Maria V. E. Grossmann, Fabio Yamashita

ZAMORA, A. M. et al. Atlas do plástico. Fatos e números sobre o mundo dos polímeros sintéticos. Fundação Heinrich Boll Stiftung. 2020. Disponível em: <https://br.boell.org/pt-br/2020/11/29/atlas-do-plastico>.

ZAVAREZE, E. R.; PINTO, V. Z.; KLEIN, B.; HALAL, S. L. M. El, Elias, M. C., Prentice-Hernández, C., & Dias, A. R. G. (2012). Development of oxidised and heat–moisture treated potato starch film. **Food Chemistry**, v. 132, p.344–350, 2012.

ZHANG, D.; LIU, X.; HUANG, W.; LI, J.; WANG, C.; ZHANG, D.; ZHANG, C. Microplastic pollution in deep-sea sediments and organisms of the Western Pacific Ocean. **Environmental Pollution**, v.259, p.113948, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.113948>.

ZHAO, X. B.; WANG, L.; LUI, D. H. Paracetic acid pretreatment of sugarcane bagasse of enzymatic hydrolysis: a continued work. **Journal of chemical Technology and Biotechnology**, v.83, p.950-956, 2009.

ZHENG, Y.; ZHAO, J.; XU, F.; LI, Y. Pretreatment of lignocellulosic biomass for enhanced biogas production. **Progress in Energy and Combustion Science**, v.42, p.35-53, 2014.

ZHU, F. Structure, physicochemical properties, modifications, and uses of sorghum starch. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v.13, p.597-610, 2014.

ZUCCARELLO, P.; FERRANTE, M.; CRISTALDI, A.; COPAT, C.; GRASSO, A.; SANGREGORIO, D.; FIORI, M.; CONTI, G. O. Exposure to microplastics (<10 µm) associated to plastic bottles mineral water consumption: The first quantitative study. **Water Research**, v.157, p.365–371, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2019.03.091>