

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ZOOTECNIA E ENGENHARIA DE ALIMENTOS

JOÃO VITOR BALIEIRO FLÓRIDI

**Desenvolvimento de revestimentos comestíveis ativos à base de pectina,
caracterização das propriedades reológicas e de superfície e aplicação em mamão
papaia (*Carica papaya* L.)**

Pirassununga

2023

JOÃO VITOR BALIEIRO FLÓRIDI

**Desenvolvimento de revestimentos comestíveis ativos à base de pectina,
caracterização das propriedades reológicas e de superfície e aplicação em mamão
papaia (*Carica papaya* L.)**

(Versão Corrigida)

Dissertação apresentada à Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Ciências do programa de Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais.

Área de Concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais Voltados à Agroindústria

Orientadora: Profa. Dra. Izabel Cristina Freitas Moraes

Pirassununga

2023

Ficha catalográfica elaborada pelo
Serviço de Biblioteca e Informação, FZEA/USP, com
os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

F636d Flóridi, João Vitor Balieiro
Desenvolvimento de revestimentos comestíveis
ativos à base de pectina, caracterização das
propriedades reológicas e de superfície e aplicação em
mamão / João Vitor Balieiro Flóridi ; orientadora
Izabel Cristina Freitas Moraes. -- Pirassununga,
2023.
105 f.

Dissertação (Mestrado - Programa de Pós-Graduação
em Engenharia e Ciência de Materiais) -- Faculdade
de Zootecnia e Engenharia de Alimentos,
Universidade de São Paulo.

1. Revestimentos comestíveis. 2. Biopolímeros. 3.
Pectina. 4. Propriedades de superfície. 5. Ensaios
reológicos. I. Moraes, Izabel Cristina Freitas,
orient. II. Título.

Dedico à minha mãe, Maristela, e ao meu avô, João Luiz, eternos pilares de minha jornada.

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Profa. Dra. Izabel Cristina Freitas Moraes, que confiou a mim a oportunidade de desenvolver esse trabalho. Serei eternamente grato pelos seus conselhos e orientações ao longo do caminho;

Aos professores, Paulo José do Amaral Sobral e António Vicente, por todas as correções, dicas e puxões de orelha;

Aos especialistas em laboratório, Alan Cleber Borim, Ana Mônica Barbosa Quinta Bittante, Carla Alves Monaco, Fabio Augusto Gallo, Leonardo Martins Pozzobon e Rodrigo Vinícius Lourenço, pelas análises realizadas e auxílio na operação dos equipamentos;

Aos meus companheiros do Laboratório de Tecnologia de Alimentos e do Laboratório de Tecnologia de Biopolímeros, Andresa, Camily, Daniel, David, Giselle, Larissa, Lía, Palmer e Paula, por todos os ensinamentos e bons momentos vividos;

À minha namorada, Camila, por toda paciência e carinho desde o primeiro dia;

À minha família, João Gabriel, João Luiz, Malu, Maristela e Wilson, pelo suporte inigualável durante todos os anos;

À Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, por proporcionar o desenvolvimento da dissertação;

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela bolsa concedida para o apoio da pesquisa.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

“Não devemos nos questionar porque algumas coisas nos acontecem e sim o que podemos fazer com o tempo que nos é dado.”

J. R. R. Tolkien

RESUMO

FLÓRIDI, J. V. B. **Desenvolvimento de revestimentos comestíveis ativos à base de pectina, caracterização das propriedades reológicas e de superfície e aplicação em mamão papaia (*Carica papaya* L.).** 2023. 105 f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA), Universidade de São Paulo (USP), Pirassununga, 2023.

Dentre as tecnologias que possibilitam prolongar a vida de prateleira de frutas e vegetais, os revestimentos comestíveis têm se destacado, pois além de serem de fácil replicação em larga escala, possuem a capacidade de carregar princípios ativos na formulação. Quando aplicado sobre a superfície do alimento, retarda o processo de amadurecimento e pode contribuir para a redução de perdas pós-colheita. Diante de tal contexto, essa dissertação teve como objetivo desenvolver um revestimento comestível à base de pectina, caracterizar as propriedades reológicas e de superfície das soluções formadoras de revestimento e por fim avaliar sua aplicação em mamão papaia. Tanto a formulação quanto o processo de produção da solução formadora de revestimento foram pautados em experimentações prévias em laboratório, utilizando o óleo essencial de laranja doce como bioativo, incorporado através de uma emulsão do tipo óleo-em-água. Na formulação controle não houve a incorporação da emulsão. Além disso, foram estudados dois métodos de aplicação das soluções de formulação selecionada: imersão e aspersão. Via impressão 3D, foi desenvolvido um aparato para facilitar a aplicação dos revestimentos pelo método de aspersão. A emulsão com o bioativo, as soluções e os filmes de revestimento foram caracterizados por análises físicas e químicas. O efeito do revestimento no mamão papaia foi avaliado através de análises de pH, teor de sólidos solúveis totais, acidez titulável, perda de massa, firmeza e cor das frutas no período de quinze dias a temperatura ambiente, e os dados obtidos foram comparados aos da fruta sem recobrimento. A emulsão desenvolvida foi caracterizada acerca da estabilidade física, diâmetro médio de gota, distribuição de partículas e potencial zeta, onde os resultados obtidos corroboraram a elaboração de um sistema que carrega de maneira confiável o componente ativo, posteriormente incorporado à formulação. Como consequência de observações experimentais, a concentração de 4% de pectina foi escolhida na formulação das soluções formadoras de revestimento. O comportamento reológico das soluções controle e com ativo emulsionado foram similares. Na análise dos gráficos obtidos dos ensaios em regime estacionário e oscilatório, foi possível perceber que a viscosidade manteve-se constante ao longo do tempo, com variações não significativas, indicando um comportamento pouco tixotrópico das soluções. Dentre os parâmetros matemáticos mais conhecidos para descrever o comportamento reológico de um fluido, os melhores ajustes foram obtidos para os modelos Newtoniano e Lei da Potência, com coeficientes de correlação maiores que 0,989 para as formulações de revestimento testadas. O valor da tensão crítica superficial da casca da papaia abaixo de 100 mN/m possibilitou a utilização do gráfico de Zisman para estimar as forças polar e dispersa atuantes na superfície da fruta. Aliado aos ensaios de gota pendente e ângulo de contato, as tensões superficiais da solução em contato com a fruta e o coeficiente de espalhamento foram calculados, indicando um aumento na molhabilidade das soluções com ativo emulsionado, bem como menor valor da tensão superficial se comparado com a solução controle. Através das micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura e microscopia de força atômica, foi possível constatar que a incorporação da emulsão ocasionou um aumento na rugosidade superficial dos revestimentos, além de um aumento na espessura média, fruto do aumento da porosidade devido à interação óleo-polímero. Os revestimentos com ativo incorporado apresentaram menor brilho, maior

barreira à luz ultravioleta/visível, maior elongação na ruptura e maior permeabilidade ao vapor de água. Durante o período de avaliação dos frutos, pôde-se constatar que os revestimentos desenvolvidos foram capazes de preservar algumas características físicas e químicas do mamão papaia. Em comparação com as frutas-controle, os mamões com revestimento apresentaram maior firmeza da casca e os parâmetros de cor indicaram contenção no processo de amadurecimento do fruto ao longo dos quinze dias. Os revestimentos também controlaram a taxa de transpiração das frutas, influenciando nos valores de pH, teor de sólidos solúveis e acidez titulável. De uma maneira geral, não foram observadas diferenças entre os métodos de aplicação no desempenho dos revestimentos. Ao fim do estudo, foi possível desenvolver um material que atendeu de maneira favorável às condições de trabalho impostas, com potencial para estender a vida-útil dos mamões.

Palavras-chave: biopolímeros; ensaios reológicos; pectina; propriedades de superfície; revestimentos comestíveis.

ABSTRACT

FLÓRIDI, J. V. B. **Development of pectin-based active edible coatings, characterization of rheological and surface properties and application in papaya (*Carica papaya* L.).** 2023. 105 p. M.Sc. Dissertation – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA), Universidade de São Paulo (USP), Pirassununga, 2023.

Among the technologies that make it possible to extend the shelf life of fruits and vegetables, edible coatings have stood out, because in addition to being easy to replicate on a large scale, they have the ability to carry active ingredients in the formulation. When applied to the food surface, it delays the ripening process and can contribute to the reduction of post-harvest losses. In this scenario, this dissertation aimed to develop a pectin-based edible coating, characterize the rheological and surface properties of coating-forming solutions and finally evaluate its application in papaya. Both the formulation and the development process of the coating-forming solutions were based on previous experiments in the laboratory, using orange essential oil as a bioactive, incorporated through an oil-in-water emulsion. For the formulation considered control, there was no emulsion incorporation. Furthermore, two application methods of selected formulation solutions were studied: immersion and aspersion. Via 3D printing, a rotating device was developed to facilitate the application of coatings by the aspersion method. Therefore, the solutions and samples of the coating films were characterized in terms of their mechanical, physical-chemical and microstructural properties. The effects of the coating on papaya were also evaluated through physical and chemical changes of the fruits in the period of fifteen days, using as control the fruits without coating. Developed emulsion was characterized regarding physical stability, average droplet size, particle distribution and zeta potential, where the results obtained corroborated for the elaboration of a system that reliably carries the active component, later incorporated into the formulation. As a consequence of experimental observations, the concentration of 4% pectin was chosen in the coating-forming solutions formulation. The rheological behavior of both control and emulsified active solution were similar, from the analysis of the graphics obtained in the steady-state and oscillatory tests, it was possible to notice that the viscosity remained constant over time, with insignificant variations, indicating a non-thixotropic behavior of the solutions. Among the most known mathematical models to describe the rheological behavior of a fluid, the Newtonian and Power Law achieved better fits, with quadratic ratios above 0.989 for both formulations tested. Since the value of the critical surface tension of the papaya peel was below 100 mN/m, it was possible to use the Zisman plot to estimate the polar and dispersed interactions acting on the surface of the fruit. Allied to the pendant drop and contact angle tests, the surface tensions of the solution and the wettability were calculated, indicating an increase in the wettability of the solutions with emulsified active, as well as a less prominent surface tension compared to the control solution. Through micrographs obtained by scanning electron microscopy and atomic force microscopy, it was possible to verify that the incorporation of the emulsion caused an increase in the surface roughness of the coatings, as well as an increase in the average thickness, as a result of the increase in porosity due to the oil-polymer interaction. Coatings with incorporated active showed lower gloss, greater barrier to ultraviolet/visible light, greater elongation at break and greater permeability to water vapor. During the evaluation period of the fruits, it could be verified that the developed coatings were able to preserve some physical and chemical characteristics of papaya. Compared to the control fruits, the coated papayas maintained their skin firmness and greenish pigmentation over the fifteen days. The coatings also controlled the

transpiration rate of the fruits, influencing the pH values, soluble solids content and titratable acidity. At the end of the study, both coating application methods proved to be efficient, allowing a uniform superposition of the solution along the papaya peel. Broadly, this work demonstrated the possibility of developing an easy-to-apply edible coating on papaya.

Keywords: biopolymers; edible coatings; pectin; rheological tests; surface properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Porcentagem de perda de frutas e vegetais em cada etapa do ciclo de vida	18
Figura 2 – Estrutura química geral da pectina	28
Figura 3 – Representação do processo de obtenção da pectina LMA	29
Figura 4 – Processo básico de aspersão	36
Figura 5 – Processo básico de imersão	36
Figura 6 – Fluxograma geral da fase experimental	38
Figura 7 – Filmes com concentrações de 1%, 2%, 3% e 4% de pectina	41
Figura 8 – Esquema do método da gota pendente	45
Figura 9 – Esquema do método da gota séssil	46
Figura 10 – Dispositivo para aplicação dos revestimentos via aspersão	53
Figura 11 – Índice de instabilidade da emulsão com diferentes concentrações de emulsificante	57
Figura 12 – Índice de instabilidade da emulsão sujeita à diferentes temperaturas de ensaio	57
Figura 13 – Perfis de transmissão do ensaio de estabilidade física	59
Figura 14 – Cubetas do teste de estabilidade física antes e depois do ensaio	60
Figura 15 – Distribuição do tamanho médio de partícula da emulsão	61
Figura 16 – Curvas de fluxo ajustadas para os modelos Newtoniano (A) e Lei da Potência (B) da PEC e SFR	63
Figura 17 – Gráfico da viscosidade ao longo do tempo de ensaio da PEC (A) e SFR (B)	64
Figura 18 – Região de viscoelasticidade linear da varredura de tensão para PEC e SFR	65
Figura 19 – Comportamento dos módulos G' e G'' do ensaio de varredura de frequência para PEC e SFR	66
Figura 20 – Regressão linear para estimar a tensão superficial crítica do mamão	67
Figura 21 – Gráfico de Zisman para a casca do mamão	68
Figura 22 – Amostras de PEC (A) e SFR (B) em suspensão durante ensaio pelo método da gota pendente	69
Figura 23 – Gráfico dos parâmetros da cinética do ângulo de contato ajustados aos pontos experimentais da PEC (A) e da SFR (B)	71
Figura 24 – Aspecto visual da PEC (esquerda) e da SFR (direita)	72
Figura 25 – Micrografias da PEC (A) e da SFR (B) obtidas por microscopia eletrônica de varredura	73
Figura 26 – Topografias 2D e 3D da microestrutura dos filmes PEC (A) e SFR (B)	74

Figura 27 – Espectros de difração de raios-X dos filmes PEC (A) e SFR (B)	75
Figura 28 – Espectros de absorção de infravermelho dos filmes PEC e SFR	77
Figura 29 – Espectro ultravioleta/visível dos filmes PEC e SFR	80
Figura 30 – Filmes PEC e SFR completamente solubilizados em água	83
Figura 31 – Gota de água milli-Q depositada sobre os filmes PEC (A) e SFR (B)	84
Figura 32 – Perda de massa fresca das frutas com diferentes tratamentos ao longo do período de avaliação	86
Figura 33 – Coloração das frutas ao longo dos quinze dias de avaliação	88
Figura 34 – Coloração da polpa das frutas sujeitas aos diferentes tipos de tratamento	88
Figura 35 – Mudança do pH da polpa das frutas sujeitas à diferentes tratamentos ao longo do período de avaliação	90
Figura 36 – Teor de sólidos solúveis totais da polpa das frutas ao longo do período de avaliação	91
Figura 37 – Acidez titulável da polpa das frutas ao longo do período de avaliação	92

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Trabalhos recentes sobre revestimentos comestíveis à base de pectina	29
Tabela 2 – Parâmetros reológicos para os fluidos Newtoniano, pseudoplástico, dilatante e plástico de Bingham como casos especiais do modelo de Herschel-Bulkley	42
Tabela 3 – Propriedades dos líquidos puros de referência	45
Tabela 4 – Classificação dos estágios de maturação da papaia segundo coloração da casca	52
Tabela 5 – Esquema organizacional das frutas avaliadas	54
Tabela 6 – Parâmetros reológicos obtidos das soluções PEC e SFR	62
Tabela 7 – Temperaturas de transição e módulos de armazenamento obtidos na varredura de temperatura	66
Tabela 8 – Dados obtidos na caracterização das propriedades de superfície	69
Tabela 9 – Parâmetros obtidos na análise da cinética do ângulo de contato	70
Tabela 10 – Parâmetros da análise de cor e opacidade	78
Tabela 11 – Valores de brilho dos filmes para os respectivos ângulos analisados	79
Tabela 12 – Dados da espessura e umidade dos filmes PEC e SFR	80
Tabela 13 – Dados do ensaio de tração uniaxial dos filmes PEC e SFR	82
Tabela 14 – Perda de massa (%) das frutas durante o período de avaliação	85
Tabela 15 – Valores das coordenadas CIELab e diferença total de cor das frutas ao longo do período de avaliação	87
Tabela 16 – Força necessária para perfurar a casca das frutas no primeiro e último dia de avaliação	89

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	18
2. OBJETIVOS	23
2.1. GERAL	23
2.2. ESPECÍFICOS	23
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	23
3.1. CARACTERÍSTICAS DA PAPAIA E SUA CONSERVAÇÃO.....	23
3.2. REVESTIMENTOS COMESTÍVEIS.....	25
3.2.1. Importância no aumento da vida útil de frutas e vegetais.....	26
3.2.2. Formulação e produção dos revestimentos comestíveis	27
3.2.2.1. <i>Pectina</i>	27
3.2.2.2. <i>Componentes ativos</i>	30
3.2.2.3. <i>Solução formadora de revestimento</i>	30
3.3. CARACTERIZAÇÕES REOLÓGICAS E DE SUPERFÍCIE.....	32
3.3.1. Importância dos ensaios para o desenvolvimento dos revestimentos.....	32
3.3.2. Ensaio reológico	32
3.3.3. Ensaio de superfície	33
3.4. MÉTODOS DE APLICAÇÃO DO REVESTIMENTO	35
3.4.1. Aspersão.....	35
3.4.2. Imersão.....	36
4. MATERIAL E MÉTODOS	37
4.1. MATERIAL.....	37
4.2. ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO EXPERIMENTAL.....	37
4.3. PRODUÇÃO DA EMULSÃO ÓLEO-EM-ÁGUA.....	38
4.4. CARACTERIZAÇÃO DA EMULSÃO.....	39
4.4.1. Estabilidade física.....	39
4.4.2. Potencial zeta.....	39
4.4.3. Distribuição do tamanho de gotas e determinação do tamanho médio	39
4.5. PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES FORMADORAS DE REVESTIMENTO.....	40
4.6. PROPRIEDADES REOLÓGICAS.....	41
4.6.1. Curvas de fluxo	42
4.6.2. Tixotropia.....	42

4.6.3. Testes em cisalhamento oscilatório	43
4.7. PROPRIEDADES DE SUPERFÍCIE	43
4.7.1. Tensão superficial crítica da casca do mamão	44
4.7.2. Tensão superficial das soluções	45
4.7.3. Ângulo de contato das soluções	46
4.7.4. Coeficiente de espalhamento.....	47
4.7.5. Análise da cinética do ângulo de contato.....	47
4.8. CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DE REVESTIMENTO	47
4.8.1. Aspecto Visual	47
4.8.2. Microestrutura e morfologia	48
4.8.2.1. <i>Microscopia eletrônica de varredura</i>	48
4.8.2.2. <i>Microscopia de força atômica</i>	48
4.8.3. Difração de raios-X	48
4.8.4. Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier	48
4.8.5. Análise de cor e opacidade.....	49
4.8.6. Análise de brilho.....	49
4.8.7. Propriedade de barreira à luz ultravioleta/visível.....	49
4.8.8. Espessura e umidade.....	50
4.8.9. Propriedades mecânicas do ensaio de tração uniaxial	50
4.8.10. Solubilidade em água.....	50
4.8.11. Permeabilidade ao vapor de água.....	51
4.8.12. Hidrofobicidade dos filmes	51
4.9. APLICAÇÃO DOS REVESTIMENTOS	51
4.10. AVALIAÇÃO DO EFEITO DO REVESTIMENTO NO MAMÃO PAPAIA	53
4.10.1. Mudanças físicas	54
4.10.1.1. <i>Perda de massa</i>	54
4.10.1.2. <i>Mudança de cor</i>	54
4.10.1.3. <i>Firmeza da casca</i>	55
4.10.2. Mudanças químicas	55
4.10.2.1. <i>pH</i>	55
4.10.2.2. <i>Sólidos solúveis totais</i>	55
4.10.2.3. <i>Acidez titulável</i>	55
4.11. ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	56

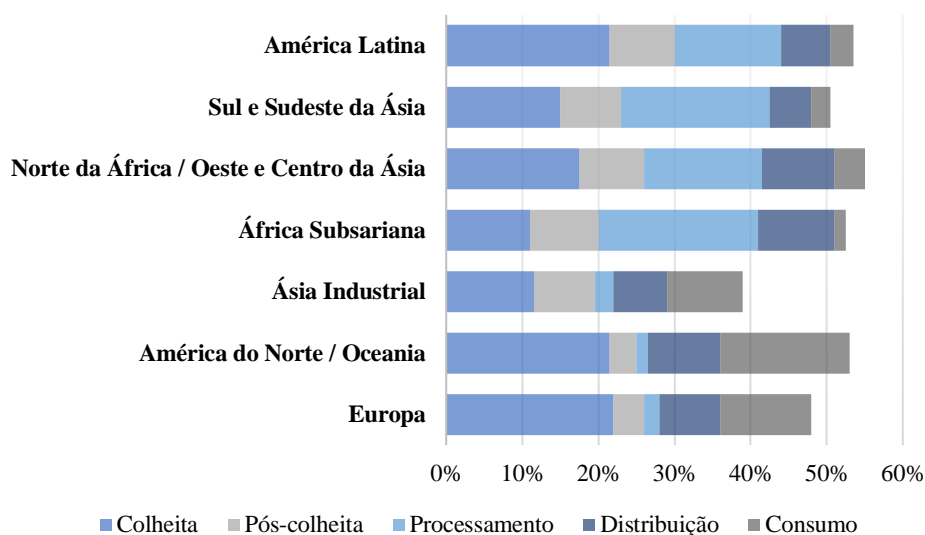
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	56
5.1. CARACTERIZAÇÃO DA EMULSÃO.....	56
5.1.1. Estabilidade física.....	56
5.1.2. Potencial zeta.....	60
5.1.3. Distribuição do tamanho de gotas e determinação do tamanho médio	61
5.2. PROPRIEDADES REOLÓGICAS.....	62
5.2.1. Curvas de fluxo	62
5.2.2. Tixotropia.....	64
5.2.3. Testes em cisalhamento oscilatório	65
5.3. PROPRIEDADES DE SUPERFÍCIE	67
5.3.1. Tensão superficial crítica da casca do mamão	67
5.3.2. Tensão superficial das soluções	68
5.3.3. Ângulo de contato das soluções	69
5.3.4. Coeficiente de espalhamento.....	69
5.3.5. Análise da cinética do ângulo de contato.....	70
5.4. CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DE REVESTIMENTO.....	71
5.4.1. Aspecto visual	71
5.4.2. Microestrutura e morfologia	72
5.4.2.1. <i>Microscopia eletrônica de varredura</i>	72
5.4.2.2. <i>Microscopia de força atômica</i>	74
5.4.3. Difração de raios-X	75
5.4.4. Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier	76
5.4.5. Análise de cor e opacidade.....	77
5.4.6. Análise de brilho.....	78
5.4.7. Propriedade de barreira à luz ultravioleta/visível.....	79
5.4.8. Espessura e umidade.....	80
5.4.9. Propriedades mecânicas do ensaio de tração uniaxial	81
5.4.10. Solubilidade em água.....	82
5.4.11. Permeabilidade ao vapor de água	83
5.4.12. Hidrofobicidade dos filmes	84
5.5. AVALIAÇÃO DO EFEITO DO REVESTIMENTO NO MAMÃO PAPAIA.....	85
5.5.1. Mudanças físicas	85
5.5.1.1. <i>Perda de massa</i>	85

5.5.1.2. <i>Mudança de cor</i>	86
5.5.1.3. <i>Firmeza da casca</i>	89
5.5.2. Mudanças químicas	90
5.5.2.1. <i>pH</i>	90
5.5.2.2. <i>Sólidos solúveis totais</i>	91
5.5.2.3. <i>Acidez titulável</i>	91
6. CONCLUSÕES	93
7. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	94
8. REFERÊNCIAS	94

1. INTRODUÇÃO

Dentre os inúmeros desafios encontrados na indústria de alimentos, a busca por novas tecnologias que possibilitem o prolongamento da vida-útil de frutas e vegetais, principalmente no período de pós-colheita, ascende nos meios científico, industrial e comercial. Frutas como o mamão papaia, o tomate e a ameixa degradam-se em uma velocidade acelerada, principalmente quando armazenadas em condições pouco favoráveis (SALAS-MÉNDEZ et al., 2019; THAKUR et al., 2016). Yousuf, Qadri e Srivastava (2018) citam a temperatura, o efeito da oxidação sobre a casca, a ação de fungos e as condições inadequadas de manuseio e armazenamento como exemplos de fatores que prejudicam parte considerável da produção do setor agrícola; que segundo levantamento feito por Porat et al. (2018) apresenta perda de 28% de toda a produção resultante da safra apenas nas etapas de tratamento, armazenagem e distribuição da fase pós-colheita. Em pesquisa realizada pela Organização das Nações Unidas para a Alimentação e a Agricultura (FAO) (2012), entidade responsável por monitorar a produção mundial de alimentos e atuar no combate à desnutrição, foi constatado que o índice de perdas de frutas e vegetais entre as fases pós-colheita e distribuição correspondem a uma parcela muito grande dentro do ciclo de vida geral desses alimentos (Figura 1), mesmo se comparado aos prejuízos da fase de colheita.

Figura 1 – Porcentagem de perda de frutas e vegetais em cada etapa do ciclo de vida



Fonte: Adaptado de FAO (2012).

O mamão é uma fruta com alto valor nutricional e grande teor de compostos bioativos relacionados à saúde, como antioxidantes. Com características sensoriais atraentes, mas também apresentando alta vulnerabilidade a possíveis perdas pós-colheita, devido ao aumento

da taxa respiratória associada ao desenvolvimento de fungos e à produção de etileno, essa fruta é muito cultivada em áreas tropicais e subtropicais do Brasil (MARINGGAL et al., 2020).

No caso específico do mamão papaia, cujo processo de maturação continua após a colheita, a comercialização e o armazenamento no mercado interno são majoritariamente praticados sob temperatura ambiente, ocasionando uma maior suscetibilidade ao aparecimento de doenças durante esse período. Cortes superficiais, abrasões e deformações por queda acabam por fragilizar ainda mais a fruta antes mesmo de chegar na mesa do consumidor (TABASSUM; KHAN, 2020).

A reação dos produtores em busca de um meio para controlar as perdas levou à utilização de componentes químicos inorgânicos nas culturas, tais como fungicidas sintéticos, a exemplo do hidróxido de cobre, e tratamentos químicos em ambientes controlados, a exemplo do 1-Metilciclopropeno. Métodos de preservação como esses acabam gerando resíduos indesejados nas frutas e vegetais, além de causar danos ao meio-ambiente muitas vezes irreparáveis. Uma forma de tratamento alternativo, de ágil aplicação e fácil implementação, é o uso das chamadas coberturas ou revestimentos superficiais comestíveis (TESFAY et al., 2017).

Tratamentos superficiais são utilizados em alimentos frescos desde a época da China ancestral, através do uso de ceras à base de óleos naturais que então eram pincelados na superfície dos alimentos logo após a colheita. Na última década, a quantidade de pesquisas para o desenvolvimento de revestimentos superficiais à base de biopolímeros têm crescido continuamente. Tais revestimentos possuem a capacidade de proteger o produto orgânico do meio externo, cobrindo toda a superfície de contato, aumentando a resistência à abrasão, regulando a troca de oxigênio e outros gases entre a superfície do alimento e a atmosfera, além de melhorar a textura visual e tátil da fruta ou do vegetal. Ademais, podem ser agregados agentes ativos na composição, inibindo a deterioração fúngica bem como atenuando o processo de oxidação. Visando atenuar o impacto econômico das perdas do estoque da produção ocorridas, empresas de pequeno e grande porte têm investido parte do capital em tecnologias capazes de reverter a situação. O grande desafio é o desenvolvimento de soluções formadoras de revestimento com uma composição bem definida, que proporcione uma boa adesão ao produto orgânico, ao mesmo tempo que não ocorra interferência no custo médio de produção e alteração no sabor do alimento em questão. É perceptível o aumento da produção científica na área de filmes para revestimento e aplicação no setor de alimentação, através da utilização de matéria-prima abundante, acarretando baixo custo de produção; oriunda de fontes renováveis, sendo eficaz em manter um avanço sustentável; e que é capaz de cumprir fisicamente, quimicamente e mecanicamente seu papel (RAGHAV; AGARWAL; SAINI, 2016).

Nesse contexto, Shit e Shah (2014) destacaram os polissacarídeos como o amido, a quitosana e a pectina como candidatos para aplicação como matriz biopolimérica no desenvolvimento de revestimentos biodegradáveis.

A pectina é um heteropolissacarídeo, concentrada na parede celular vegetal, e que biologicamente contribui para o enrijecimento da casca, o controle de porosidade da parede celular, bem como o amadurecimento das frutas. Pode ser extraída da casca ou do caroço de várias frutas e vegetais, como a maçã e os frutos cítricos, apresentando teores diferentes conforme sua origem. São constituídas majoritariamente por unidades repetidas (meros) de ácido galacturônico em sua cadeia linear principal, e dispõe dos açúcares ramnose, arabinose e galactose em sua composição. Pode ser classificada comercialmente em baixo grau de metoxilação e alto grau de metoxilação, dependendo da quantidade de ácidos galacturônicos presentes na forma esterificada com grupos metílicos (CHAICHI et al., 2017).

Países sul-americanos como o Brasil e a Argentina são responsáveis por grande parte da produção de fontes principais de obtenção da pectina, como a laranja e a maçã. Como todo produto orgânico de alta capacidade de produção, é inevitável que haja desperdício e descarte inadequado de matéria e, por essa razão, o desenvolvimento de materiais à base de pectina possibilita um caminho adequado para a utilização final desse produto, diminuindo o desperdício e gerando novos empregos em um setor em ascensão (SRIVASTAVA; MALVIYA, 2011).

Considerada como o polissacarídeo mais complexo da natureza, devido a suas inúmeras variações químicas estruturais, a pectina tem sido estudada e utilizada em campos diversificados da ciência: seja utilizada como ativador probiótico através da ação da microbiota colônica, fermentando pectina em ácidos graxos de cadeia curta, os quais geram efeitos anticâncer; ou empregada na indústria farmacêutica como material funcional excipiente, para liberação de medicamentos no organismo humano. Entretanto, a pectina vem sendo extensamente utilizada na indústria de alimentos desde longa data, principalmente por conta de sua capacidade de formação de gel e estabilização quando em solução ou aplicada a emulsões óleo-em-água (WUSIGALE; LIANG; LUO, 2020).

Pesquisas envolvendo a pectina como matriz em soluções para revestimento comestível de frutas e vegetais despertam atenção especial, tanto na comunidade científica quanto na indústria agrícola alimentícia, devido ao fato de ser um polissacarídeo de origem intimamente ligada ao objeto desses estudos. Tal fator gera uma afinidade natural intrínseca entre o revestimento com a fruta ou vegetal a ser revestido, fundamentando sua crescente utilização no cenário (WANG et al., 2018). É conveniente evidenciar a adição de substâncias ativas na

formulação de revestimentos à base de polissacarídeos, com intuito de incorporar e potencializar benefícios à integridade físico-química da fruta ou vegetal; a exemplo do óleo essencial de alecrim-pimenta agregado em revestimento de amido e quitosana, que, de acordo com ensaios laboratoriais realizados por Araújo et al. (2018), reduziu o teor de sólidos solúveis e perda de massa em tomates; e do extrato de semente de uva, que, quando incorporado em revestimentos à base de amido, atenuou o crescimento microbiano na casca de cenouras em estudo reportado por Lai, Chen e Lai (2013).

A base do desenvolvimento de revestimentos comestíveis são as soluções formadoras, cuja formulação necessita de rigoroso controle. Quando se opta por adicionar ingredientes ativos na formulação, o cuidado deve ser redobrado. Os óleos essenciais, componentes naturais de elevada volatilidade e que podem ser extraídos de uma diversidade de plantas, são utilizados como agentes bioativos na formulação de filmes e revestimentos, contudo, como uma de suas principais características, pode-se citar o caráter hidrofóbico, fator que dificulta a solubilização. Em razão disso, a incorporação de uma emulsão como meio condutor mostra-se como alternativa no desenvolvimento de soluções formadoras ativas, para a produção dos filmes e revestimentos. Emulsão pode ser definida como um sistema termodinamicamente instável, composto por dois líquidos imiscíveis – fase contínua e fase dispersa, que, com a adição de um emulsificante, possibilita a estabilização entre as fases. No caso de uma emulsão do tipo óleo-em-água, a fase dispersa é o óleo vegetal em que o ativo hidrofóbico pode ser solubilizado (HASAN; FERRENTINO; SCAMPICCHIO, 2020).

Tanto a técnica utilizada na formulação do revestimento quanto o método de aplicação influenciam diretamente no resultado final, impactando no comportamento da fruta ou vegetal revestido. A investigação das propriedades reológicas e de superfície do revestimento e de sua solução formadora possibilita a compreensão dos fatores que exercem influência em seu comportamento físico, químico e mecânico, permitindo otimizar sua aplicação (ELEY, 2019; SUHAG et al., 2020). Karbowski et al. (2006) e Pulla-Huillca et al. (2021) tiveram como objetivo principal caracterizar as propriedades de superfície de filmes para uma melhor previsão de seu comportamento frente a possíveis condições de uso, enquanto que Alexandre et al. (2016) utilizaram análises reológicas na caracterização das soluções formadoras de filmes à base de gelatina, visando seu uso na forma de embalagem alimentícia.

Justifica-se o devido estudo do tema à importância da produção mundial de frutas e vegetais para a alimentação da população global, que apresenta alto índice de perdas atreladas, juntamente com o histórico de pesquisas bem-sucedidas da USP-FZEA na concepção de materiais alternativos empregados no auxílio da tecnologia em favor da agroindústria brasileira.

Pode-se citar também a importância de um trabalho que compare métodos diferentes de aplicação do revestimento, bem como de um estudo aprofundado sobre o comportamento reológico de sistemas emulsionados.

Cabe ainda ressaltar a ascensão do uso de polímeros naturais de origem vegetal ou animal como agentes principais em soluções para o desenvolvimento de filmes amigáveis ao meio-ambiente, que, segundo Santana et al. (2019), vêm conquistando espaço no mercado tecnológico de materiais, além do processo de descarte do produto a ser estudado, oriundo de fontes biodegradáveis e passíveis de renovação, visando a sustentabilidade dentro de uma indústria propagadora de danos ao meio ambiente.

O presente estudo discorreu sobre o desenvolvimento, a caracterização do comportamento reológico, das propriedades de superfície e da técnica de aplicação de revestimentos biopoliméricos à base de pectina incorporada ou não com agente bioativo (óleo essencial de laranja), para estender a vida-útil do mamão papaia. Para tal fim, esse projeto foi norteado pelas seguintes perguntas:

- As propriedades reológicas e de superfície obtidas nos ensaios laboratoriais seriam capazes de definir os parâmetros de desenvolvimento dos revestimentos?
- Os métodos de imersão e aspensão empregados na aplicação do revestimento nas frutas trariam resultados satisfatórios e diferentes entre si?
- O revestimento desenvolvido seria efetivo na desaceleração das reações que promovem as perdas do mamão papaia?

Decorrente das indagações da pesquisa, as hipóteses consideradas para nortear o conteúdo foram:

- Acreditou-se que os dados obtidos através das caracterizações reológicas e de superfície iriam contribuir na definição de parâmetros para o desenvolvimento dos revestimentos.
- Estimou-se que os métodos escolhidos para aplicação do revestimento nas frutas apresentariam resultados satisfatórios, bem como diferentes entre si.
- Presumiu-se que o revestimento prolongaria a vida-útil do mamão papaia.

Visou-se, ao final do trabalho, obter dados acerca da resposta das soluções formadoras de revestimento e dos filmes de revestimento a partir de ensaios reológicos e de superfície, tais como curvas de fluxo, testes em cisalhamento oscilatório e gota séssil, caracterizando-os através de análises experimentais e comparando-os entre si. Diante dos resultados obtidos, projetou-se

avaliar o material polimérico desenvolvido frente ao regime de trabalho como revestimento comestível do mamão papaia, comparando a vida-útil às frutas sem cobertura.

2. OBJETIVOS

2.1. GERAL

Esta dissertação teve por objetivo desenvolver e caracterizar as propriedades reológicas e de superfície das soluções formadoras de revestimento à base de pectina com óleo essencial de laranja como bioativo, visando avaliar dois métodos de aplicação e a eficiência do revestimento para estender a vida útil do mamão papaia.

2.2. ESPECÍFICOS

Foram objetivos específicos da dissertação:

- Definir as melhores condições em termos de concentração da pectina e temperatura da solução formadora de revestimento para aplicação sobre a fruta, através de análises reológicas;
- Parametrizar uma metodologia experimental para a obtenção de dados úteis dentro da caracterização das propriedades de superfície;
- Caracterizar os filmes de revestimento quanto à morfologia, propriedades físico-químicas, de barreira e mecânica para análise de sua performance;
- Investigar diferentes métodos, imersão e aspersão, para o recobrimento das frutas;
- Avaliar a eficiência do revestimento para prorrogar a vida-útil do mamão papaia.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. CARACTERÍSTICAS DA PAPAIA E SUA CONSERVAÇÃO

O mamão papaia (*Carica papaya* L.), nativo das regiões centrais da América, apresenta casca com tons esverdeados ou amarelados, polpa de cor laranja vivo e sabor doce. É um fruto climatérico, com alta taxa de respiração e produção autocatalítica de etileno, o que promove

rápido ciclo de maturação e reflete em um ciclo de vida-útil curto após a colheita (MARTINS; COSTA, 2003).

Conforme levantamento anual da FAO (2019), o Brasil destaca-se como segundo maior produtor mundial de mamão, com 1.161.808 toneladas produzidas, das quais cerca de 40 mil toneladas são destinadas à exportação. A Bahia e o Espírito Santo lideram o *ranking* como principais estados brasileiros produtores de mamão papaia, responsáveis por mais da metade da produção nacional (IBGE, 2019).

O ciclo de vida do mamão tem início com a colheita, que deve ser realizada de quatro a seis meses após os primeiros indícios da floração. Mesmo depois de colhido, o mamão não para de amadurecer: as sementes tendem a clarear, a cor da casca passa de um verde-escuro para tons mais claros, para finalmente atingir as cores características amareladas/alaranjadas, além de aos poucos ocorrer uma diminuição da firmeza do fruto. O avanço do processo de maturação do mamão ocasiona o aumento dos teores de água e açúcar, o amolecimento da polpa e a redução da resistência do pericarpo, incidindo no aparecimento de doenças de origem patogênica (EMBRAPA, 2009).

Dentre os principais antagonistas dentro do ciclo de vida do mamão, pode-se citar o fungo *Colletotrichum gloeosporioides*, causador da antracnose, principal doença acometedora da fruta. Os sintomas podem aparecer em qualquer etapa da vida, porém a manifestação é mais comum em frutos já maduros, caracterizada inicialmente pelo surgimento de pontos pretos que gradativamente aumentam em tamanho, formando manchas envoltas em grandes halos multicoloridos de tecido aquoso. No estágio avançado da doença, as áreas afetadas coalescem, enraizando-se até a polpa e amolecendo o fruto (ZILLO et al., 2018).

Tendo em vista a importância econômica dessa fruta para toda região brasileira; juntamente com as suas características perecíveis que geram desvantagens quanto ao armazenamento e manuseio durante toda fase pós-colheita, ocasionando perdas decorrentes da falta de comercialização ou de consumo do produto em tempo hábil; métodos para a conservação do mamão têm sido desenvolvidos e revistos (PEREIRA et al., 2006).

Técnicas comuns como o uso de atmosfera controlada, onde o teor de oxigênio é reduzido enquanto eleva-se as concentrações de gás carbônico dentro de uma câmara monitorada, ou metodologias alternativas, como a utilização do ozônio como agente sanitizante para tratamento superficial, vêm sendo empregadas em uma tentativa de prolongar a vida-útil pós-colheita do mamão (KECHINSKI et al., 2012; TERCHAVUTHIPORN et al., 2003).

Contudo, a aplicação de revestimento comestível em frutas a exemplo do mamão papaia, tem direcionado grande parte de pesquisas recentes, visto que é uma técnica com resultados

contundentes ao mesmo tempo que não necessita de excessivo investimento econômico. Com o objetivo de prolongar a vida-útil do mamão papaia, Osorio et al. (2021) testaram a ação de revestimentos comestíveis ativos (óleo essencial de alecrim-pimenta), concluindo que em armazenamento à temperatura ambiente as frutas mantiveram a firmeza por mais tempo e a variação de cor da casca foi reduzida. Besinela et al. (2010) e Pimentel et al. (2011) também obtiveram resultados positivos quanto às propriedades sensoriais do mamão revestido, principalmente durante a primeira semana de acondicionamento.

Outra grande vantagem dos revestimentos comestíveis advém da possibilidade de incorporação de componentes bioativos, viabilizando efeitos antifúngicos e antimicrobianos que podem contribuir diretamente na prevenção de patógenos acometedores dos frutos (PEREIRA et al., 2006; PIMENTEL et al., 2011).

3.2. REVESTIMENTOS COMESTÍVEIS

Com o intuito de estender a vida útil de alimentos frescos dos mais variados tipos, retardando a ação da oxidação, umidade, microrganismos deteriorantes, dentre outros fatores indesejados, a aplicação de uma fina camada de material sobre a superfície da fruta ou vegetal tem sido utilizada ao longo da história da humanidade. Durante os séculos XII e XIII, os chineses recobriam as frutas cítricas recém-colhidas com ceras, pois notavam que esse procedimento diminuía a perda de água pelas frutas, processo que também passou a ser utilizado para prolongar a vida-útil de laranjas nos Estados Unidos a partir da década de 1930, utilizando parafinas e, mais tarde, cera de carnaúba e emulsões óleo-em-água (BALDWIN; HAGENMAIER; BAI, 2012).

Denominada revestimento ou cobertura comestível, pode ser definido como uma película de componentes comestíveis formados na superfície de alimentos com o intuito de preservá-los. Essa fina camada que recobre o alimento passou por transformações em sua formulação com o avançar da ciência. Atualmente, em sua maioria, os revestimentos comestíveis têm sua composição baseada em dois grandes grupos distintos: a base de lipídios, com características hidrofóbicas; a base de polissacarídeos e/ou proteínas, com características hidrofílicas. Por possuir formulação totalmente fundada em compostos naturais, os revestimentos podem ser consumidos juntamente com o alimento, resultando em proteção e praticidade simultâneas, além de prover propriedade biodegradável que possibilita o descarte apropriado sem impacto no ecossistema (RAGHAV; AGARWAL; SAINI, 2016).

Mesmo sem nenhuma regulamentação específica para revestimentos comestíveis em alimentos, Luvielmo e Lamas (2012) destacam que a Administração de Alimentos e Medicamentos dos Estados Unidos da América (FDA) e a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) consideram o revestimento como ingrediente (quando há acréscimo na qualidade nutricional do alimento) ou aditivo (quando não há alteração da qualidade nutricional), devendo obedecer a norma de aditivos e coadjuvantes de tecnologia na indústria alimentar.

3.2.1. Importância no aumento da vida útil de frutas e vegetais

A partir da colheita, cerca de metade da produção total de frutas e vegetais é perdida até o momento do consumo; entre os fatores principais estão a ação natural da umidade, as reações físico-químicas relacionadas com a troca gasosa entre a atmosfera e o alimento, a contaminação fúngica, a deterioração por bactérias/leveduras e a danificação mecânica da casca (HODGES; BUZBY; BENNETT, 2011).

Muitos métodos de controle podem ser encontrados na indústria alimentícia e utilizados em conjunto com os revestimentos comestíveis, a exemplo de câmaras de estocagem com temperatura controlada e atmosfera modificada, entretanto, a aplicação de procedimentos do tipo implica em custos elevados com mão de obra e manutenção. O revestimento funciona como uma película semipermeável para os gases presentes na atmosfera e no interior do alimento, filtrando principalmente os níveis de oxigênio (O_2) e dióxido de carbono (CO_2) que entram e saem, ocasionando um abrandamento da respiração e da senescência da fruta ou vegetal, resultando na redução do processo de amadurecimento (AMARANTE; BANKS, 2001; BALDWIN; HAGENMAIER; BAI, 2012).

De acordo com Janjarasskul e Krochta (2010), em uma fruta revestida com um material ideal, os níveis de oxigênio são suficientemente baixos para retardar o metabolismo ao mesmo tempo que não interfere na respiração aeróbica, e o acúmulo de dióxido de carbono é expelido até índices que não causem danos à matéria orgânica. Os resultados físico-químicos no ciclo biológico da fruta são o controle do teor de sólidos solúveis e da acidez titulável, o retardo na perda de água e o prolongamento da firmeza e cor.

Ainda segundo Janjarasskul e Krochta (2010), o revestimento comestível ideal deve ser capaz de manter a aparência e a textura originais do alimento, ao mesmo tempo que não influencie no sabor e na digestibilidade, como também não conter em sua formulação ingredientes tóxicos que possam ocasionar efeitos indesejados ao organismo após o consumo.

3.2.2. Formulação e produção dos revestimentos comestíveis

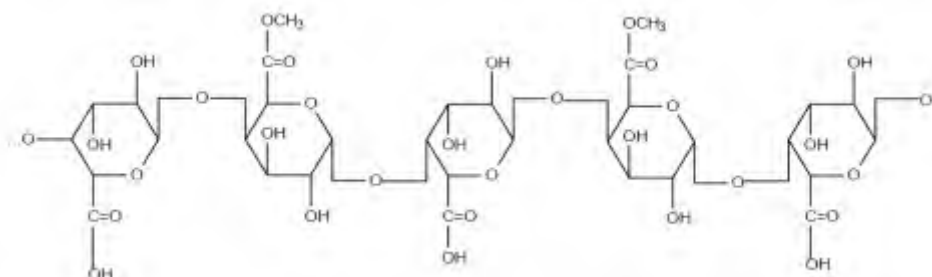
O princípio básico que difere os revestimentos dos filmes é o momento de sua aplicação no produto: enquanto os filmes são pré-formados antes da aplicação, a solução que dá origem ao revestimento é sobreposta diretamente no produto e estabelecida sobre a superfície da fruta ou vegetal em questão (AZEREDO, 2003).

Para que o desenvolvimento dos revestimentos aconteça de maneira adequada, a solução que dará origem ao revestimento precisa estar bem formulada, da mesma forma que a escolha do método de aplicação sobre o produto possibilite uma boa adesão ao longo de toda superfície útil. No caso de frutas e vegetais, o revestimento pode ser aplicado tanto no produto inteiro, descascado ou não, quanto dividido em pedaços (GUERREIRO et al., 2016).

Os componentes principais da formulação são a matriz biopolimérica, o agente plastificante e, em alguns casos, o composto ativo. A matriz é o alicerce da solução, geralmente de origem animal ou vegetal, categorizada em lipídios, polissacarídeos, proteínas ou uma blenda entre as três. Os plastificantes são elementos aditivos que agem entre as ligações moleculares, com intuito de prover uma maior flexibilidade às cadeias poliméricas (MARINGGAL et al., 2020).

3.2.2.1. *Pectina*

Palavra oriunda do grego *pichtos* (espesso), a pectina pode ser definida como um heteropolissacarídeo hidrofílico e aniônico encontrado na estrutura da parede celular vegetal, composto por complexas cadeias moleculares principalmente baseadas em homopolímeros de ácido galacturônico ligado em $\alpha(1\rightarrow4)$ ao longo da cadeia principal, com grau variável de grupos carboxilas metil-esterificados e presença de galactose, arabinose, ramnose e xilose nas cadeias laterais (CANTERI et al., 2012). A Figura 2 ilustra a estrutura básica da cadeia de pectina.

Figura 2 – Estrutura química geral da pectina

Fonte: Bobbio (1989).

Essa substância tem se tornado cada vez mais importante, principalmente devido a sustentabilidade de suas fontes renováveis. A pectina é encontrada em abundância na natureza, suas aplicações potenciais são numerosas e envolvem diferentes campos como fibras para a indústria têxtil, produtos médicos, cosméticos, bioimplantes, liberação de medicamentos, herbicidas e fungicidas (CABELLO et al., 2015).

Apesar de existir uma vasta gama de frutas e vegetais que apresentam esse polissacarídeo em diferentes concentrações e peculiaridades químico-estruturais, a principal fonte de obtenção da pectina provém das frutas cítricas e da maçã. Responsável por cerca de 40% de todo o resíduo oriundo da produção de suco, os bagaços de maçã e laranja são considerados os meios mais ricos de obtenção da pectina, ao mesmo tempo que seu uso promove o descarte adequado do subproduto industrial (PAGANINI et al., 2005).

De uma maneira geral, as etapas de produção industrial da pectina envolvem a extração em meio ácido sob aquecimento a partir dos resíduos industriais de sucos de fruta. Posteriormente, o extrato líquido concentrado é tratado com ajuda de solventes orgânicos, para obtenção da pectina em pó usualmente comercializada em larga escala (MARIC et al., 2018).

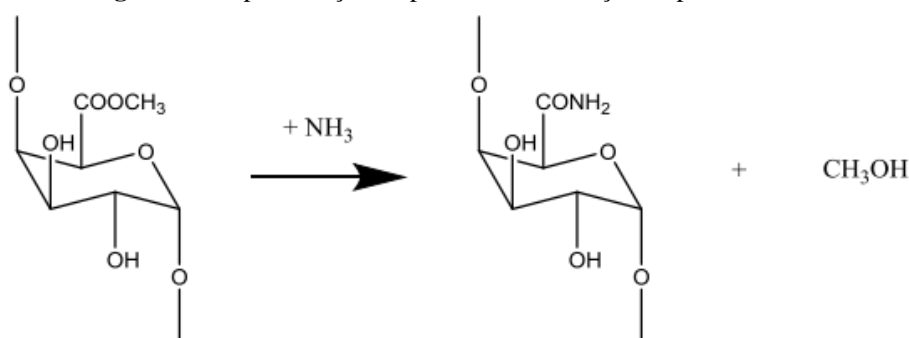
É importante observar o grau de metoxilação (GM) da pectina a ser utilizada, pois este configura a medida da porcentagem de grupos carboxílicos presentes na forma esterificada, isto é, o grau de esterificação (GE). As pectinas de alta metoxilação (HM) ($\geq 50\%$ GE) formam géis sob condições ácidas (pH 2,5-3,5) em meio aquoso e em elevados teores de açúcares (55-75%), ao passo que as pectinas de baixa metoxilação (LM) ($< 50\%$ GE) formam géis na presença de íons divalentes, como por exemplo o cálcio e o magnésio, sem a necessidade de adição de açúcar (CABELLO et al., 2015).

Pectinas que apresentam alto teor de metoxilas, ao serem utilizadas no processo de desenvolvimento de revestimentos comestíveis, manifestaram formação de géis mais rapidamente e em um pH menor, sem a necessidade de adição de cálcio na composição durante o processo de gelificação (CANTERI et al., 2012). As pectinas com baixo GM necessitam da interação de íons divalentes com os grupos carboxílicos para a formação de géis firmes,

contudo, possuem a capacidade de formação de géis estáveis e em uma maior faixa de pH (OMS-OLIU; SOLIVA-FORTUNY; MARTÍN-BELLOSO, 2008).

Comercialmente também é possível adquirir a pectina de baixo grau de metoxilação amidada (LMA), obtida através da desesterificação da pectina HM, por métodos químicos que empregam amônia em meio alcóolico, ocorrendo a formação de pectinas de baixo teor de metoxilação contendo grupos amídicos (Figura 3). As pectinas amidadas conferem maior termoreversibilidade aos géis e necessitam de menor quantidade de íons para gelificar, sendo amplamente utilizada na produção de soluções e emulsões (CHAN et al., 2017).

Figura 3 – Representação do processo de obtenção da pectina LMA



Fonte: Chan et al. (2017).

A pectina exerce papel crucial para os frutos em geral, garantindo adesão e resistência mecânica entre as células da parede vegetal. Em termos macroscópicos, a sua concentração na fruta contribui para uma melhor textura durante o processo de amadurecimento. É amplamente utilizada na indústria de alimentos, principalmente no preparo de molhos, geleias e iogurtes ou como agente emulsificante e texturizante, em função de seu caráter hidrofílico e consequente facilidade na produção de soluções viscosas (MOALEMIYAN; RAMASWAMY; MAFTOONAZAD, 2012).

Devido a essa estreita relação com os mais variados tipos de frutas, a pectina sobressai como um dos componentes base na produção de revestimentos comestíveis biodegradáveis. Pesquisadores de diversos países têm utilizado a pectina como matriz no desenvolvimento de revestimentos com o objetivo de prolongar a vida-útil de frutas frescas, alguns exemplos de estudos realizados nos últimos cinco anos são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Trabalhos recentes sobre revestimentos comestíveis à base de pectina

Bioativo	Aplicação	Referência
Nenhum	Tomate	Abebe, Tola e Mohammed (2017)
Óleo essencial de limão	Uvas de mesa	Breceda-Hernandez et al. (2020)
Nenhum	Limão	Maftoonazad e Ramaswamy (2019)
Nenhum	Cenoura fatiada	Ranjitha et al. (2017)
Ácido cítrico e nisina	Caqui fatiado	Sanchís et al. (2017)

Fonte: Própria autoria.

3.2.2.2. *Componentes ativos*

Juntamente com o biopolímero, podem ser acrescentados compostos ativos às soluções, de modo que propriedades específicas desejadas sejam realçadas. Apesar de não-essenciais para a formulação de um revestimento, componentes ativos têm efeito direto sobre um organismo vivo, tecido ou célula (BEHBAHANI; NOSHAD; JOOYANDEH, 2020).

Carotenoides e óleos essenciais são exemplos de substâncias naturais utilizadas em conjunto com os componentes-base para a formação de um revestimento comestível capaz de exercer atividade antimicrobiana, antiviral ou até mesmo antioxidante (VOLPE et al., 2015).

Os óleos essenciais são líquidos aromáticos voláteis e hidrofóbicos, provenientes de uma variedade de espécies vegetais, podem ser extraídos da raiz, semente, fruto, folha ou flor. Dentre os óleos essenciais encontrados na natureza, os de origem cítrica são os mais utilizados como agente ativo em revestimento, devido a sua abundância, menor custo e seus efeitos antioxidantes (JANTRAWUT et al., 2018). Acevedo-Fani et al. (2015) e Jantrawut et al. (2018) desenvolveram revestimentos comestíveis ativos utilizando óleos essenciais de capim-limão, sálvia e laranja para conter crescimento bacteriano, obtendo resultados positivos.

Além de apresentar as mesmas características convencionais de proteção e controle da taxa de respiração do alimento, um revestimento ativo possui a capacidade de interagir diretamente com o produto orgânico o qual reveste, liberando elementos que evitam a deterioração química e microbiológica (AVRAMESCU et al., 2020).

3.2.2.3. *Solução formadora de revestimento*

A qualidade final do revestimento é totalmente dependente da solução polimérica que a origina, por isso a formulação de cada componente necessita de um cuidadoso estudo, principalmente no que diz respeito ao efeito de diferentes concentrações de soluto (BALDWIN; HAGENMAIER; BAI, 2012).

De um modo geral, a solução que gera o revestimento é baseada em uma matriz polimérica dissolvida em meio aquoso e estabilizada mediante ajuda de agentes plastificantes, que com o auxílio de um agitador mecânico são misturadas a temperatura controlada (CHIUMARELLI; HUBINGER, 2014). Como plastificantes comumente utilizados em conjunto com a pectina para a formação de revestimentos comestíveis, pode-se citar o sorbitol

(MOALEMIYAN; RAMASWAMY; MAFTOONAZAD, 2010) e o glicerol (OMS-OLIU; SOLIVA-FORTUNY; MARTÍN-BELLOSO, 2008).

As forças de coesão e adesão regem o processo de formação da película de revestimento. Por esse motivo, as características das associações intermoleculares e intramoleculares, bem como o número de ligações cruzadas do polímero base definem o comportamento do revestimento. Convém ainda ressaltar fatores como a temperatura durante o processo de formação, concentração de plastificante, solvente utilizado e a adição de componentes ativos como influenciadores diretos do comportamento do revestimento comestível (BALDWIN; HAGENMAIER; BAI, 2012).

Em casos onde existem componentes de caráter hidrofóbico, a exemplo da adição de óleos essenciais como bioativos na formulação de revestimentos, não é possível obter uma solução, pois torna-se inviável alcançar miscibilidade suficiente entre os compostos. Uma maneira de contornar a falta de solubilização dos componentes ativos hidrofóbicos nas soluções ou suspensões aquosas é utilizando a emulsão como técnica formadora. Emulsões são dispersões de líquidos imiscíveis, no qual um é a fase dispersa (ou interna) e o outro a fase contínua (ou externa). Não são sistemas termodinamicamente estáveis, devido à tensão interfacial existente entre as fases dispersas e contínua, porém podem ser estabilizados com o uso de emulsificantes (HASAN; FERRENTINO; SCAMPICCHIO, 2020; MCCLEMENTS, 2005).

Emulsificantes são moléculas anfifílicas, necessários para a estabilização de uma emulsão, através da formação de uma interface entre a fase dispersa e a fase contínua, que tem atividade superficial e adsorvem em interfaces como nas superfícies das gotas. Os polisorbatos são tensoativos sintéticos eficazes que podem ser usados em produtos alimentícios. (MCCLEMENTS, 2005). Radi et al. (2018) e Kim et al. (2014) utilizaram microemulsões ou nanoemulsões do tipo óleo-em-água incorporadas à solução base, visando o desenvolvimento de revestimentos comestíveis com bioativos agregados para aplicação em frutas, obtendo emulsões estáveis além de realçar o efeito dos óleos essenciais utilizados como agentes ativos na formulação.

As emulsões possibilitam a encapsulação do líquido imiscível (fase dispersa), através de agitação controlada e adição de agentes emulsificantes, que, por sua vez, controlam a volatilidade e minimizam o impacto sensorial do componente ativo. Dessa maneira, é possível incorporar componentes hidrofóbicos na formulação, viabilizando o desenvolvimento de um revestimento ativo (HASAN; FERRENTINO; SCAMPICCHIO, 2020).

3.3. CARACTERIZAÇÕES REOLÓGICAS E DE SUPERFÍCIE

3.3.1. Importância dos ensaios para o desenvolvimento dos revestimentos

Análises do comportamento reológico e das propriedades de superfície são capazes de elucidar e prever a qualidade do revestimento, tanto no que diz respeito ao desenvolvimento pré-formação da película no alimento, quanto na escolha do processo de aplicação (NORTON; SPYROPOULOS; COX, 2011).

Compreender a variação da viscosidade da solução polimérica que dará origem ao revestimento comestível permite parametrizar as concentrações de plastificante/emulsificante, polímero e solvente, a fim de otimizar a melhor formulação para um determinado tipo de solução/emulsão (TABILO-MUNIZAGA; BARBOSA-CÁNOVAS, 2005).

Já a avaliação das propriedades de superfície possibilita a identificação de elementos-chave como a energia livre superficial dos sólidos, que por sua vez tem relação estreita com as operações tecnológicas de revestimento, influenciando nos mecanismos de molhabilidade e adesão interfacial (KARBOWIAK; DEBEAUFORT; VOILLEY, 2006).

3.3.2. Ensaios reológicos

A caracterização reológica compreende ensaios em regime estacionário e oscilatório, sempre com o objetivo de definir uma relação entre tensão e deformação no material polimérico durante o escoamento viscoelástico. Através do estudo dessa relação em função do tempo é possível obter um histórico de como a amostra ensaiada se comporta, parametrizando as respostas do material em questão quando submetido a uma tensão ou deformação/taxa de deformação durante um determinado período de tempo (TABILO-MUNIZAGA; BARBOSA-CÁNOVAS, 2005).

A viscoelasticidade de um material ou de misturas de componentes é resultado de reações químicas ou de estruturas e interações macromoleculares, funções da formulação. Um balanço adequado entre os componentes elástico e viscoso deve ser atingido, a fim de alcançar as propriedades viscoelásticas desejadas. As propriedades de escoamento e a viscoelasticidade de revestimentos biopoliméricos desempenham um papel fundamental na aplicação desses materiais. A caracterização reológica possibilita o entendimento e a previsão do comportamento viscoelástico dos componentes formadores do revestimento (MASIERO, 2018).

Para as análises reológicas das soluções poliméricas é necessário a definição da amplitude de oscilação de ensaio, além da padronização da geometria de ação. Em um reômetro do tipo cone-placa, o eixo desce até fazer contato com a base onde está a amostra de material (a lacuna formada entre a extremidade cônica móvel e a base fixa abriga o material de ensaio), o equipamento então tem capacidade de cisalhar a amostra em uma faixa continuamente ampla de tensões de cisalhamento e/ou taxas de cisalhamento. É possível realizar uma variada gama de bateria de testes, controlando fatores como a temperatura de ensaio e a frequência de oscilação da tensão de cisalhamento (SCHRAMM, 2006).

No ensaio estacionário, a exemplo da determinação de curvas de fluxo, as propriedades reológicas são mensuradas em regime permanente, com o objetivo de representar graficamente o comportamento característico de escoamento da amostra. Da análise do gráfico retiram-se informações como a viscosidade ou viscosidade aparente e a classificação reológica do fluido, possibilitando a modelagem matemática da amostra sujeita à relação tensão de cisalhamento e taxa de deformação (NORTON; SPYROPOULOS; COX, 2011).

Os testes oscilatórios são amplamente utilizados na engenharia de alimentos, pois permitem caracterizar materiais com comportamentos altamente complexos, como suspensões à base de polímeros naturais. Ensaios desse tipo são realizados em regime oscilatório e fornecem propriedades reológicas como o módulo de armazenamento em cisalhamento (G'), o módulo de perda em cisalhamento (G'') e o fator de perda ($\tan \delta$). Tais propriedades são capazes de definir se o comportamento da amostra ensaiada se assemelha mais com um líquido ou com um sólido (SONG; KUK; CHANG, 2006).

Segundo Schramm (2006), quatro tipos de ensaios oscilatórios podem ser conduzidos:

- i. Teste de varredura de tensão
- ii. Teste de varredura de frequência
- iii. Teste de varredura de tempo
- iv. Teste de varredura de temperatura

Em cada um dos testes, alguns parâmetros são fixados enquanto outros são submetidos a variações.

3.3.3. Ensaios de superfície

Conforme Karbowski, Debeaufort e Voilley (2006), não existe uma metodologia específica para determinar as propriedades de superfície de materiais como filmes ou

revestimentos, todavia, procedimentos indiretos foram elaborados com o tempo e atualmente são muito utilizados para este tipo caracterização.

O ângulo de contato pode ser definido como o ângulo formado entre a linha tangente na superfície da gota depositada e a superfície sólida. O procedimento mensura o conjunto de forças de interação responsáveis por manter a gota em uma área mínima ou fazer com que ela se espalhe pela superfície sólida. Matematicamente, é possível relacionar o ângulo de contato com as tensões superficiais em uma linha de contato das três fases líquido, sólido e vapor, permitindo estimar a energia livre superficial de um sólido a partir das medidas obtidas do ângulo de contato, como mostrado na Equação 1 (KARBOWIAK; DEBEAUFORT; VOILLEY, 2006).

$$\gamma_L \cdot \cos \theta = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} \quad (1)$$

Em que γ_L representa a tensão superficial da interação líquido-vapor (mN/m), γ_{SV} representa a tensão superficial da interação sólido-vapor (mN/m), γ_{SL} representa a tensão superficial da interação sólido-líquido (mN/m) e θ representa o ângulo de contato (°).

Outro parâmetro importante que permite caracterizar as propriedades de superfície de um revestimento é a molhabilidade, também denominada coeficiente de espalhamento. O índice de molhabilidade é dependente da intensidade das forças adesivas e coesivas. Quanto maior for a força adesiva, maior será a área de espalhamento do líquido sobre a superfície do sólido, por outro lado, se a força coesiva for maior que a força adesiva, ocorre uma contração na gotícula de líquido depositada sobre o sólido. Os valores do coeficiente de espalhamento de um líquido em um sólido estão sempre em um intervalo negativo até zero, este último indicando uma superfície com máxima molhabilidade. É possível ainda relacionar inversamente a molhabilidade com o ângulo de contato: se a superfície de um sólido estiver bem molhada por um líquido, o ângulo de contato será baixo, já quando a molhabilidade de um líquido em um sólido é baixa, o valor do ângulo de contato será alto (CASARIEGO et al., 2008).

De acordo com Andrade et al. (2014), os trabalhos de adesão e coesão são expressos pela Equação 2 e Equação 3 respectivamente, enquanto que o coeficiente de espalhamento é definido pela Equação 4.

$$W_a = \gamma_L \cdot (1 + \cos \theta) \quad (2)$$

$$W_c = 2 \cdot \gamma_L \quad (3)$$

$$S_e = W_a - W_c \quad (4)$$

Em que W_a representa o trabalho de adesão (mN/m), W_c representa o trabalho de coesão (mN/m), S_e representa o coeficiente de espalhamento (mN/m), γ_L representa a tensão superficial da interação líquido-vapor (mN/m) e θ representa o ângulo de contato ($^\circ$).

Mediante determinação de parâmetros provenientes da caracterização superficial, como o ângulo de contato, a molhabilidade e a energia livre superficial, é possível prever a aderência do material de revestimento, além de avaliar seu caráter hidrofóbico ou hidrofílico. A adesão do material simboliza um dos principais fatores que afetam a sinergia do revestimento sobre o produto durante o processo de recobrimento (KARBOWIAK; DEBEAUFORT; VOILLEY, 2006).

3.4. MÉTODOS DE APLICAÇÃO DO REVESTIMENTO

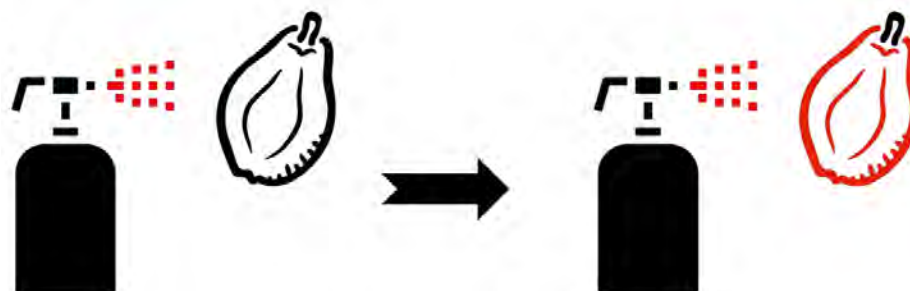
Em um panorama geral, os métodos utilizados para a aplicação do revestimento comestível em frutas são: aspersão, imersão, leito fluidizado e *panning*; que por sua vez geram resultados distintos quanto a adesão e a qualidade final do produto. Dentre as diversas técnicas, a aspersão e a imersão destacam-se pela agilidade, menor custo com equipamentos e resultados gerados (SUHAG et al., 2020).

3.4.1. Aspersão

No método de aspersão, a solução é aspergida sobre a fruta com o auxílio de um instrumento borrifador. O princípio da técnica fundamenta-se em aumentar a superfície de contato da solução polimérica em estado líquido através do fracionamento em gotículas que então são esborrifadas sobre a fruta. Um dos fatores relevantes nesse processo é controlar o tamanho da gota fracionada. As dimensões das gotas dependem diretamente do modelo do bico do borrifador, temperatura ambiente no momento de aplicação, fluxo de ar e viscosidade da solução polimérica (SUHAG et al., 2020).

Utilizando a técnica de aspersão, Saberi et al. (2018) aplicaram revestimentos comestíveis à base de amido de ervilha e goma guar em laranjas com ajuda de uma pistola pulverizadora de tinta adaptada, obtendo resultados expressivos no que se refere ao controle da perda de água das frutas. A Figura 4 esquematiza o procedimento básico da técnica de aspersão.

Figura 4 – Processo básico de aspersão



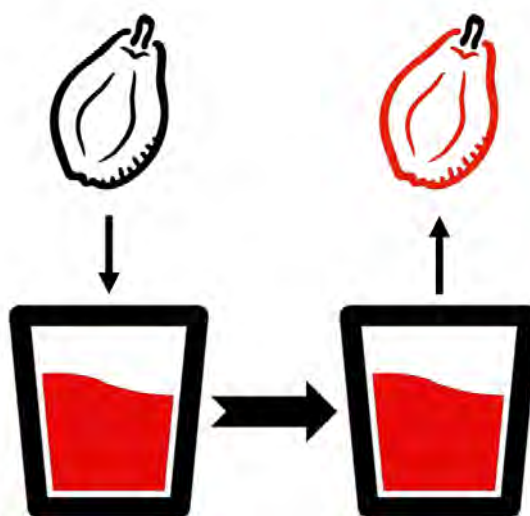
Fonte: Própria autoria

3.4.2. Imersão

O processo envolve três etapas essenciais: I) imersão da fruta dentro de um compartimento contendo a solução polimérica, até que toda fruta esteja recoberta; II) deposição da solução polimérica ao longo de toda a superfície da fruta imersa, resultando na formação de uma camada fina; III) evaporação do solvente e outros líquidos presentes na superfície da fruta, através de processos de secagem naturais ou forçados. É considerado um método ágil e econômico, podendo ser estabelecido em larga escala, além de facilitar a aplicação dos revestimentos em frutas com superfícies irregulares (SUHAG et al., 2020).

Parreidt, Schmid e Muller (2018) desenvolveram revestimentos comestíveis a base de alginato e estudaram sua aplicação em melões minimamente processados, baseado no método de imersão, concluindo que o processo de aplicação melhorou a firmeza da fruta e proporcionou consistência do revestimento ao longo de toda superfície da fatia de melão. A Figura 5 ilustra o procedimento básico de imersão.

Figura 5 – Processo básico de imersão



Fonte: Própria autoria

4. MATERIAL E MÉTODOS

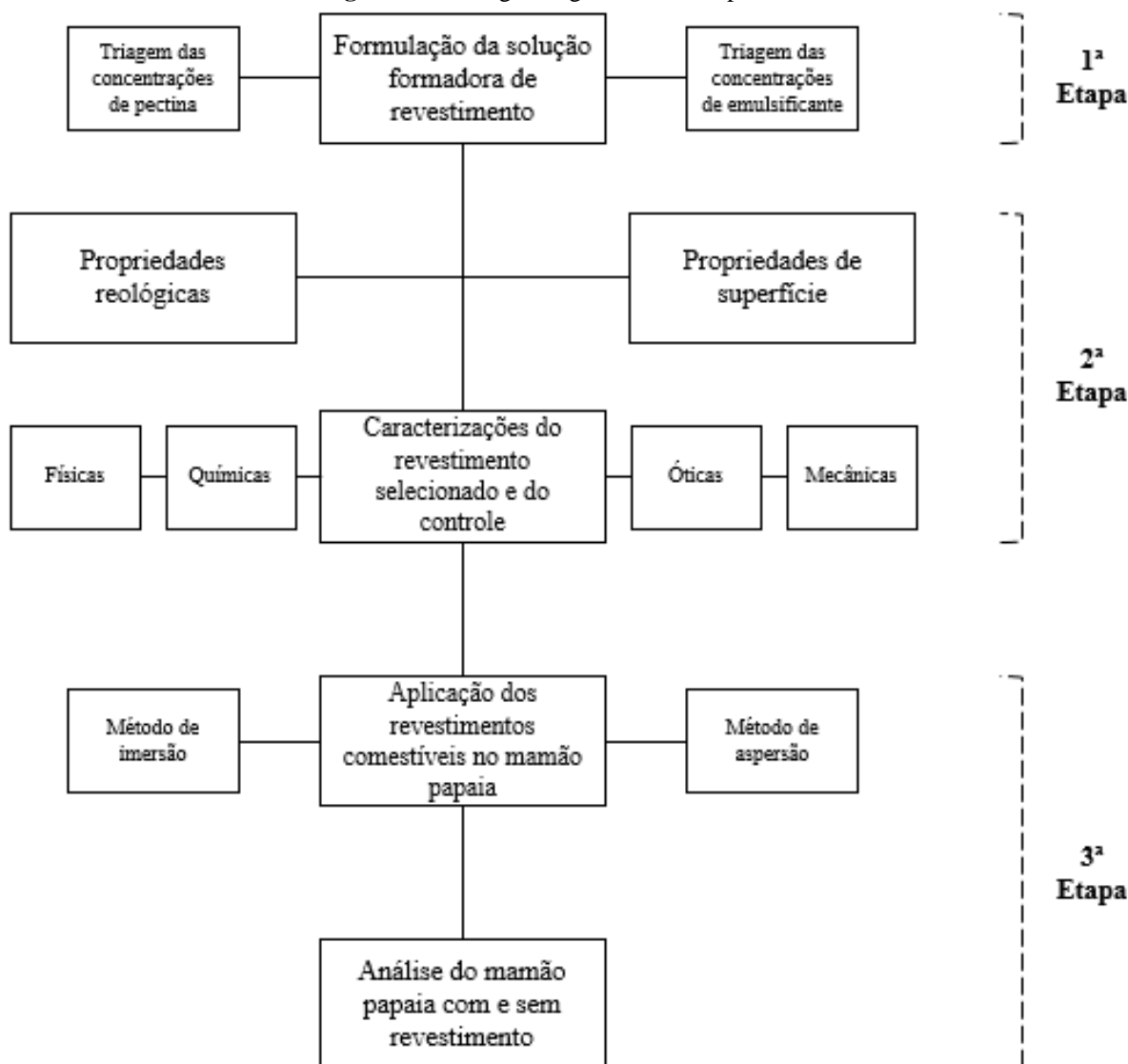
4.1. MATERIAL

Remessas de mamão papaia (*Carica papaya*) de mesmo lote de origem foram obtidas no comércio local da cidade de Ribeirão Preto/SP (Brasil). Pectina cítrica de baixa metoxilação (GENU® Type LM-102 AS-BNB) foi gentilmente fornecida pela CP Kelco (Limeira, SP, Brasil). O cloreto de cálcio e o glicerol foram utilizados como agente reticulante e como plastificante, respectivamente (LabSynth, Diadema, SP, Brasil). O bioativo incorporado nas soluções formadoras de revestimento foi o óleo essencial de laranja doce (*Citrus aurantium dulcis*) da marca Bioessência® (Jaú, SP, Brasil). Como agente emulsificante foi empregado o polisorbato-80 (Tween® 80, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, EUA). Todos os reagentes químicos utilizados nas análises de caracterização foram de grau analítico.

4.2. ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO EXPERIMENTAL

Experimentalmente, o trabalho foi dividido em três etapas principais, como explicitado na Figura 6.

Figura 6 – Fluxograma geral da fase experimental



Fonte: Própria autoria.

4.3. PRODUÇÃO DA EMULSÃO ÓLEO-EM-ÁGUA

Para a preparação da emulsão tipo óleo-em-água, estudos prévios foram tomados como base, com modificações pontuais decorrentes de experimentações preliminares em laboratório (NORCINO et al., 2020; XIONG et al., 2020). A fase aquosa consistiu em 1,5 g de Tween® 80/100 g de emulsão, dissolvido em água destilada sob agitação magnética a temperatura ambiente durante 1 hora. Tal concentração foi definida após ensaios de estabilidade física e análise do aspecto visual. Por sua vez, a fase lipídica foi composta por óleo de soja em uma concentração de 7 g/100 g de emulsão e óleo essencial de laranja doce em uma concentração de 3 g/100 g de emulsão. A razão entre fases aquosa e lipídica foi delimitada em 90/10.

A fase lipídica foi cuidadosamente adicionada à fase aquosa com auxílio de uma pipeta Pasteur e homogeneizada em ultra agitação em um homogeneizador rotor-estator (UltraTurrax® IKA T25, Labotechnik, Alemanha) a 7000 RPM durante a adição da fase óleo e, após a adição, a 18000 RPM durante 10 minutos em banho de gelo.

4.4. CARACTERIZAÇÃO DA EMULSÃO

A emulsão produzida foi caracterizada pelas análises de estabilidade física, do potencial zeta e pela determinação do tamanho médio e distribuição de tamanho de partículas.

4.4.1. Estabilidade física

Para a análise de estabilidade física da emulsão, foi utilizado o equipamento fotocentrífuga multi-amostra analítica LUMiSizer® (LUM GmbH, Berlim, Alemanha). Os parâmetros dos ensaios foram: capacidade da cubeta de 1,8 ml; comprimento de onda de 865 nm; tempo de ensaio de 3600 segundos por amostra; com três temperaturas de experimentação de 20 °C, 40 °C e 55 °C. Conforme escala padrão que varia de 0 a 1, indicativo da porcentagem de transmissão de luz através da amostra, os resultados foram expressos em um índice de instabilidade, por meio do *software* SEPView 6.3 (DAMMAK; SOBRAL, 2017).

4.4.2. Potencial zeta

Na avaliação da estabilidade da emulsão, o potencial zeta (ζ) das amostras foi determinado por mobilidade eletroforética pelo equipamento ZetaSizer Nano SZ (Malvern Instruments, Worcestershire, Inglaterra), baseado na experimentação de Burapapadh et al. (2010). As amostras foram diluídas 100 vezes em água deionizada, acomodadas em uma célula de imersão ZEN 1020 a 25 °C e a mobilidade eletroforética calculada pelo equipamento utilizando a equação de Helmholtz-Smoluchowski. A média e o desvio padrão dos valores mensurados foram baseados em três amostras de emulsão e dez corridas por emulsão.

4.4.3. Distribuição do tamanho de gotas e determinação do tamanho médio

A distribuição e determinação do tamanho de gota foi obtida através da técnica de espectroscopia de correlação de fótons, utilizando um equipamento dimensionador de partículas

por dispersão de luz ZetaSizer Nano SZ (Malvern Instruments, Worcestershire, Inglaterra). As amostras foram diluídas 100 vezes em água destilada e então submetidas a análise, a uma temperatura de 25 °C e por um período de testagem de 120 segundos por amostra, conforme descrito em Jantrawut et al. (2018). O processamento dos dados foi realizado pelo *software* do equipamento. O tamanho médio de partícula da emulsão foi expresso em função do diâmetro hidrodinâmico, através da equação de Stokes-Einstein e da função de correlação da intensidade de luz espalhada, indicado pela Equação 5 e Equação 6, respectivamente. O índice de polidispersividade (PDI) foi calculado automaticamente utilizando o *software* do equipamento. A média e o desvio padrão dos valores mensurados foram baseados em três amostras de emulsão com três repetições por amostra.

$$D(H) = \frac{k \cdot T}{3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot D} \quad (5)$$

$$G(\tau) = \exp\left(-D \cdot \left(\frac{4 \cdot \pi \cdot n}{\lambda} \sin \frac{\theta}{2}\right)^2 \cdot \tau\right) \quad (6)$$

Em que $D(H)$ é o diâmetro hidrodinâmico (nm), D é o coeficiente de difusão translacional (m^2/s), k é a constante de Boltzmann ($1,380649 \times 10^{-23} m^2 \cdot kg \cdot s^{-2} \cdot K^{-1}$), T é a temperatura (K), η é a viscosidade (m^2/s), $G(\tau)$ é a função de correlação, θ é o ângulo de espalhamento ($^\circ$), n é o índice de refração, λ é o comprimento de onda (nm) e τ é o incremento de tempo.

4.5. PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES FORMADORAS DE REVESTIMENTO

As soluções formadoras de revestimento com ativo emulsionado (SFR) foram preparadas conforme descrito em Acevedo-Fani et al. (2015) e Eça et al. (2015) com algumas modificações. A princípio, foram submetidas à triagem concentrações diferentes de pectina no intervalo de 1 a 8% (g de pectina/100 g de solução), culminando em uma concentração escolhida de 4% de biopolímero para o andamento do estudo. As soluções com concentrações inferiores a 4% de pectina mostraram-se pouco viscosas, fator que dificultava a aplicação como revestimento na superfície dos frutos. Já concentrações maiores do que 4% formavam géis espessos rapidamente, inviabilizando o processo de produção e aplicação das soluções, além de apresentarem coloração cada vez mais opaca (Figura 7), circunstância que prejudica a aceitação do público.

Figura 7 – Filmes com concentrações de 1%, 2%, 3% e 4% de pectina.



Fonte: Própria autoria.

Inicialmente foi feita a dissolução de pectina em água destilada a temperatura ambiente por 15 minutos. A solução foi então aquecida a 70 °C e o glicerol adicionado como plastificante, na concentração de 25 g/100 g de pectina, juntamente com 0,005 g de cloreto de cálcio anidro/g de pectina como agente reticulante. Essa solução foi homogeneizada com auxílio de um agitador magnético com controle de temperatura por 60 minutos. Para as soluções de pectina consideradas como controle (PEC), a formulação não contabiliza a etapa de incorporação da emulsão.

Após o resfriamento a temperatura ambiente até a solução atingir 35 °C, a emulsão ativa carregada com óleo essencial de laranja doce foi incorporada à solução de pectina, em uma razão de 80% de solução para 20% de emulsão, através de um agitador mecânico (MA039, Marconi, São Paulo, Brasil) a 500 RPM durante 15 minutos em uma temperatura de 35 °C, controlada por banho termostático (MA-184, Marconi, São Paulo, Brasil).

Em seguida, as soluções desenvolvidas foram submetidas a banho ultrassônico (1440 DA, Odontobrás, São Paulo, Brasil) durante 20 minutos para eliminação de bolhas. As propriedades reológicas e de superfície foram determinadas imediatamente após o preparo das soluções.

4.6. PROPRIEDADES REOLÓGICAS

Amostras da PEC e da SFR foram caracterizadas por ensaios reológicos em cisalhamento estacionário e oscilatórios. Os resultados dessas análises foram considerados para a seleção da concentração de pectina e da temperatura de aplicação das soluções sobre a superfície do mamão papaia. Nestes ensaios, foi utilizado um reômetro de tensão controlada (AR2000 Advanced Rheometer, TA Instruments, New Castle, DE, EUA), com geometrias tipo placas paralelas (diâmetro de 60 mm e *gap* de 1000 µm) ou cilindros concêntricos (raio externo de 17,54 mm, raio interno de 15,96 mm, altura de 54 mm e *gap* de 2000 µm), dependendo das características da amostra. As amostras foram cuidadosamente colocadas na geometria do reômetro e permaneceram em repouso por 5 minutos antes do início dos ensaios. Os resultados dos testes foram analisados com auxílio do *software Rheology Advantage Data Analysis V.5.3.1*

(TA Instruments, New Castle, DE, EUA). Nos intervalos entre testes as amostras permaneceram armazenadas em uma temperatura controlada de 40 °C. Todas as análises reológicas foram realizadas no mínimo em triplicatas.

4.6.1. Curvas de fluxo

Com intuito de obter o reograma das soluções produzidas, amostras das soluções foram avaliadas a partir da relação tensão de cisalhamento-taxa de cisalhamento, conforme metodologia de Toniazzo et al. (2014) com modificações. As curvas de fluxo foram obtidas variando a taxa de cisalhamento em rampas ascendente em um intervalo de 0,1 a 100 s⁻¹ e descendente, de 100 a 0,1 s⁻¹, sob temperatura constante de 40 °C, controlada por um sistema Peltier. Os modelos mais comuns da literatura (Tabela 2) foram ajustados aos pontos experimentais para descrever o comportamento reológico das amostras.

Tabela 2 – Parâmetros reológicos para os fluidos Newtoniano, pseudoplástico, dilatante e plástico de Bingham como casos especiais do modelo de Herschel-Bulkley

Fluido	σ_0	K	n
Herschel-Bulkley	> 0	> 0	$0 < n < \infty$
Newtoniano	0	> 0	1
Lei da Potência	0	> 0	$0 < n < 1$
Casson	> 0	> 0	$1 < n < \infty$
Plástico de Bingham	> 0	> 0	1

Em que σ_0 é a tensão de cisalhamento residual (Pa), K o índice de consistência (Pa.s) e n o índice de comportamento do escoamento (adimensional).

Fonte: Adaptado de Steffe (1996).

4.6.2. Tixotropia

O comportamento tixotrópico das soluções a 40 °C foi avaliado através do teste *peak hold*, em que a amostra foi submetida alternadamente a uma taxa de cisalhamento constante por 10 minutos nos valores de 1 s⁻¹ e de 100 s⁻¹, durante 40 segundos, para verificar a recuperação da estrutura. O intuito do teste foi verificar a viscosidade da amostra em função do tempo quando sujeita a uma taxa de cisalhamento constante. As curvas de fluxo obtidas previamente também foram utilizadas na avaliação da tixotropia das amostras, através da histerese, diferença

entre as áreas abaixo das curvas de subida e descida da taxa de cisalhamento, sendo que quanto maior essa diferença, maior é o indicativo do comportamento tixotrópico da amostra.

4.6.3. Testes em cisalhamento oscilatório

Os ensaios em cisalhamento oscilatório são úteis para a determinação do comportamento viscoelástico e da temperatura de transição SOL-GEL das amostras. Todos os ensaios foram realizados em varreduras de pequena amplitude de oscilação (SAOS), isto é, na região de viscoelasticidade linear. Esses ensaios foram realizados conforme descrito em Alexandre et al. (2016) e Lin et al. (2021) com algumas modificações. As propriedades reológicas obtidas nestes ensaios são os módulos de armazenamento (G') e de perda (G''), tangente do ângulo de fase ($\tan \delta$), módulo complexo (G^*) e viscosidade complexa (η^*).

- Varredura de tensão:

A frequência de oscilação do reômetro manteve-se constante em 1 Hz enquanto a tensão de oscilação sobre a amostra varia de 0,001 a 1 Pa, a uma temperatura de 40 °C. A varredura de tensão possibilitou a determinação do intervalo de viscoelasticidade linear das amostras, região em que G' e G'' são independentes da deformação. Os valores de tensão de oscilação obtidos dentro da região de viscoelasticidade linear foram utilizados nas outras varreduras.

- Varredura de temperatura:

As amostras foram aquecidas e em seguida resfriadas no intervalo de temperatura de 5 °C a 40 °C, a uma taxa de 2 °C/min, com a finalidade de determinar as temperaturas de transição SOL-GEL e GEL-SOL, bem como o comportamento dos módulos de armazenamento (G') e de perda (G'') em função da temperatura. A frequência do ensaio foi de 1 Hz.

- Varredura de frequência:

Os testes de varredura de frequência foram realizados no intervalo de 0,1 a 10 Hz a 40 °C, com um valor de tensão de oscilação dentro do intervalo de viscoelasticidade linear das amostras. Nesse ensaio obteve-se o espectro mecânico da amostra (G' e G'' em função da frequência).

4.7. PROPRIEDADES DE SUPERFÍCIE

Antes da análise, o mamão armazenado a temperatura ambiente foi lavado com água destilada. Porções finas da superfície externa (casca) da fruta de posições pré-determinadas

foram cortadas com uma faca e colocadas em uma placa de vidro para medidas do ângulo de contato, conforme descrito em Cerqueira et al. (2009). Foi determinada a tensão superficial crítica da superfície do mamão usando o método Zisman e a molhabilidade foi obtida determinando os valores do coeficiente de espalhamento (S_e) e os trabalhos de adesão (W_a) e coesão (W_c). Todos os ensaios do estágio de caracterização das propriedades de superfície foram realizados a temperatura de 25 ± 2 °C.

4.7.1. Tensão superficial crítica da casca do mamão

De acordo com Zisman (1964), em sistemas com uma tensão superficial menor que 100 mN/m (superfícies de baixa energia), o ângulo de contato formado pela gota do líquido sobre uma superfície sólida será uma função linear da tensão superficial do líquido γ_L . Para um líquido puro, se as interações polar (γ_L^p) e dispersiva (γ_L^d) são conhecidas, e se θ é o ângulo de contato entre esse líquido e um sólido, a interação pode ser descrita em termos de trabalho reversível de adesão (W_a), segundo a Equação 7:

$$W_a = W_a^p + W_a^d \leftrightarrow W_a = 2 \cdot \left(\sqrt{\gamma_S^p \cdot \gamma_L^p} + \sqrt{\gamma_S^d \cdot \gamma_L^d} \right) \leftrightarrow W_a = \gamma_L \cdot (1 + \cos \theta) \quad (7)$$

Em que γ_S^p e γ_S^d são as contribuições polares e dispersivas da superfície do sólido estudado. Rearranjando a equação anterior obtém-se a Equação 8:

$$\frac{1 + \cos \theta}{2} \cdot \frac{\gamma_L}{\sqrt{\gamma_L^d}} = \sqrt{\gamma_S^p} \cdot \sqrt{\frac{\gamma_L^p}{\gamma_L^d}} + \sqrt{\gamma_S^d} \quad (8)$$

Foram realizadas determinações do ângulo de contato de 3 líquidos puros: bromonaftaleno, formamida e água Milli-Q sobre a superfície do mamão. Essas medidas combinadas com os respectivos valores das componentes polar e dispersiva do líquido puro, permitiram o cálculo das variáveis independentes ($\sqrt{\frac{\gamma_L^p}{\gamma_L^d}}$) e dependentes ($\frac{1 + \cos \theta}{2} \cdot \frac{\gamma_L}{\sqrt{\gamma_L^d}}$) da Equação 6. A tensão superficial, bem como os componentes dispersivo e polar dos líquidos puros de referência estão representados na Tabela 3.

Tabela 3 – Propriedades dos líquidos puros de referência

Componente	Líquido Puro		
	Milli-Q	Bromonaftaleno	Formamida
γ_L	72,1	44,4	56,9
γ_L^d	19,9	44,4	23,5
γ_L^p	52,2	0	33,4

Valores de tensão superficial e componentes dispersa e polar em mN/m.

Fonte: Busscher et al. (1984).

A tensão superficial crítica (γ_C) foi estimada por extrapolação do gráfico de Zisman, como: $\gamma_C = \lim \gamma_L$ quando $\theta \rightarrow 0$.

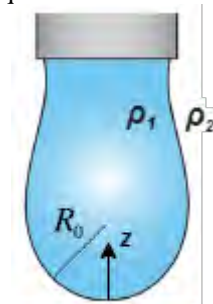
4.7.2. Tensão superficial das soluções

Para delimitar a tensão superficial das soluções, foi utilizado o método da gota pendente, onde uma gota (4 μ l) da amostra é suspensa na ponta da agulha enquanto a câmera do tensiômetro ótico (Attension Theta Lite, KSV Instruments, Finlândia) grava o formato geométrico (SONG; SPRINGER, 1996). A equação de Young-Laplace, explicitada pela Equação 9, foi aplicada nas imagens obtidas, através do *software OneAttension* (versão 4.1.9.8), para determinar os valores da tensão em função do formato das gotas em suspensão.

$$\gamma \cdot \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) = \Delta P \equiv \Delta P_0 - \Delta \rho \cdot g \cdot z \quad (9)$$

Em que γ é a tensão superficial (mN/m), R_1 e R_2 são os raios de curvatura da gota (m), ΔP é a diferença de pressão ao longo da interface da gota (kPa), ΔP_0 é a pressão de referência quando $z = 0$ (kPa), $\Delta \rho$ é a diferença de densidade entre as fases gota-ar (g/cm^3), g é a aceleração da gravidade terrestre ($9,81 \text{ m}/\text{s}^2$) e z é a altura da gota (m).

A Figura 8 esquematiza uma amostra suspensa durante ensaio pelo método da gota pendente.

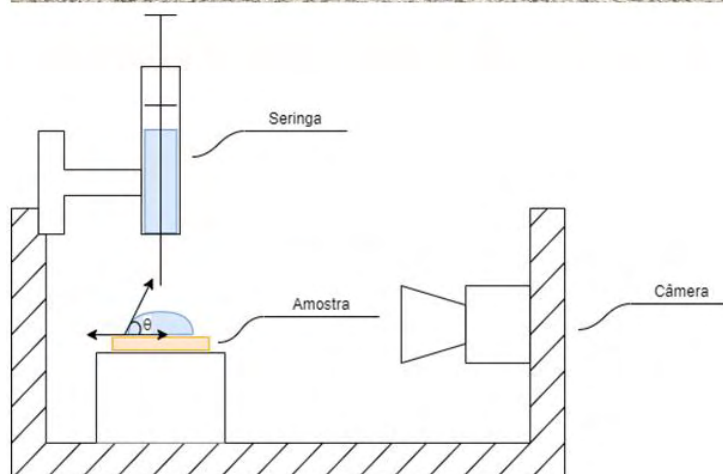
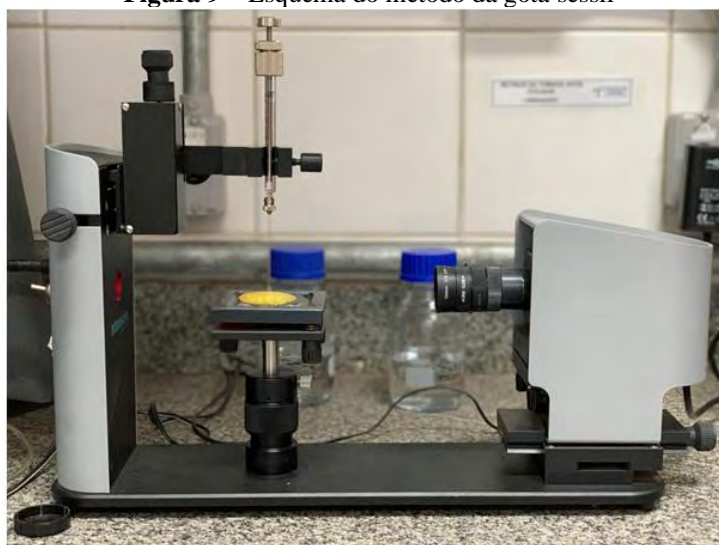
Figura 8 – Esquema do método da gota pendente

Fonte: Própria autoria.

4.7.3. Ângulo de contato das soluções

O ângulo de contato (AC) foi determinado pelo método da gota séssil, conforme Cerqueira et al. (2009) e Pulla-Huillca (2021), com modificações. O processo transcorreu através da deposição de uma gota da solução (4 μ l) sobre a superfície de uma porção fina da casca de mamão, com auxílio de uma microsseringa de precisão (Hamilton Gastight® Syringes, EUA), enquanto um tensiômetro ótico (Attension Theta Lite, KSV Instruments, Finlândia), controlado pelo *software OneAttention* (versão 4.1.9.8), realizava as medições do AC na superfície da fruta (casca). Essa análise foi executada em um tempo menor que 60 segundos à temperatura ambiente. A média de 20 medidas realizadas do AC exprimiram o valor final para cada amostra ensaiada. O valor do AC, a área de superfície e o volume da gota foram os dados experimentais obtidos diretamente, em função do tempo de análise, pelo método da gota séssil durante o ensaio. A Figura 9 ilustra o tensiômetro em regime de trabalho durante ensaio pelo método da gota séssil.

Figura 9 – Esquema do método da gota séssil



Fonte: Própria autoria.

4.7.4. Coeficiente de espalhamento

O coeficiente de espalhamento (S_e) exprime a molhabilidade do material e foi avaliado pelas medidas do AC por meio do método da gota séssil. Através dos dados obtidos durante o ensaio; AC (θ) e a tensão superficial da gota (γ_L); é possível utilizar a Equação 2 e a Equação 3 para calcular o trabalho de adesão e o trabalho de coesão, respectivamente.

Os resultados obtidos então podem ser utilizados na Equação 4 para calcular o coeficiente de espalhamento (S_e), que tem como valor máximo zero.

4.7.5. Análise da cinética do ângulo de contato

Com o intuito de investigar o comportamento cinético da gota das soluções durante o período de 60 segundos de ensaio, foi utilizado o método de modelagem semi-empírico com base em Farris et al. (2011), onde os parâmetros de análise estão contidos na Equação 10.

$$\theta_t = \theta_0 \exp(k \cdot t^n) \quad (10)$$

Em que θ_t exprime o ângulo de contato ($^\circ$) no tempo t (s), θ_0 o ângulo de contato inicial calculado ($^\circ$), k a medida da taxa de variação do ângulo de contato e n o parâmetro que pode variar de 0 a 1, no qual define efeito de absorção total (valor 0) ou difusão total (valor 1).

4.8. CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DE REVESTIMENTO

Depois de produzidas, as soluções PEC (controle) e SFR foram espalhadas em placas de acrílico e submetidas à secagem em estufa de circulação e renovação de ar (MA 037, Marconi, Piracicaba, SP, Brasil), à temperatura de 30 $^\circ\text{C}$ por um período de 24 horas, conforme descrito por Jantrawut et al. (2018). Após a secagem, os filmes de revestimento foram acondicionados em dessecadores contendo solução saturada de brometo de sódio (NaBr - 58% de umidade relativa) ou sílica gel, em função da análise de caracterização a ser realizada, por um período de 7 dias.

4.8.1. Aspecto Visual

O aspecto visual dos filmes foi examinado com base em fotografias, realizadas em um mesmo plano de fundo para ambas as amostras.

4.8.2. Microestrutura e morfologia

4.8.2.1. Microscopia eletrônica de varredura

A microestrutura superficial e interna dos filmes de revestimento foi analisada utilizando um microscópio eletrônico de varredura (SEM TM-3000, Hitachi, Tóquio, Japão) com faixa de ampliação de 15 a 30000x, as micrografias foram realizadas na seção transversal da superfície de secagem das amostras, com tensão de aceleração de 15 kV. Através de criofratura com nitrogênio líquido também foi analisada a estrutura interna do filme (BONILLA et al., 2018).

4.8.2.2. Microscopia de força atômica

A rugosidade quadrática R_q (nm) foi estimada utilizando um microscópio de força atômica (AFM Solver Next, NT-MDT, Moscou, Rússia) junto ao *software* Nova Px 3.2.5 Rev 1266, em modo semicontato e com uma velocidade de varredura de 0,3 Hz, conforme descrito em Alexandre et al. (2016). A área de cada amostra analisada foi de 2500 μm^2 , cortadas em pontos aleatórios dos filmes. Para cada formulação foram realizadas 5 repetições.

4.8.3. Difração de raios-X

O espectro de raios-X do filme foi obtido a 25 °C utilizando um difratômetro de raios-X (Rigaku Miniflex 600, Japão), operando a 40 kV e 15 mA. A análise foi realizada no intervalo 2θ de 2 a 60°, a uma velocidade de 2 °/min (NISAR et al., 2019).

4.8.4. Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier

Para as análises de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) foi utilizado um espectrofotômetro (Spectrum One, Perkin Helmer, Waltham, MA, EUA), operando na faixa espectral de 650 a 4000 cm^{-1} e com resolução de 4 cm^{-1} . Para fixar os filmes durante a leitura, foi utilizado o acessório *Universal Attenuator Total Reflectance* (UATR), permitindo a análise sem nenhum preparo prévio (BERGO; MORAES; SOBRAL, 2012). Foram realizadas 20 varreduras para cada espectro.

4.8.5. Análise de cor e opacidade

Seguindo a norma técnica ASTM D2244 (ASTM, 2002) em conjunto com padrão experimental proposto por García e Sobral (2005), a cor dos filmes de revestimento foi analisada operando um colorímetro (Miniscan XE, Hunterlab, Reston, EUA), utilizando o iluminante D₆₅ (luz do dia), ângulo visual de 10° e célula de medida com abertura de 3 cm. O instrumento foi calibrado com ajuda de uma placa branca padrão, que também serviu de suporte para as amostras. O espaço CIELab de coordenadas colorimétricas (L*, a*, b*) definido no ensaio teve como objetivo obter a diferença de cor através da Equação 11.

$$\Delta E^* = \sqrt{(L^* - L_0^*)^2 + (a^* - a_0^*)^2 + (b^* - b_0^*)^2} \quad (11)$$

Em que ΔE^* é a diferença de cor; L*, a* e b* são as coordenadas colorimétricas da amostra; enquanto L₀*, a₀* e b₀* são as coordenadas colorimétricas da placa branca de fundo.

Utilizando o mesmo aparelho da medida de cor, operando em modo de refletância, foi ainda calculado a opacidade dos revestimentos através do sistema CIE Y de coordenadas. Para tanto, as amostras foram colocadas em uma placa de superfície branca padrão e outra placa de superfície preta padrão, seguindo a Equação 12:

$$Y = \frac{Y_p}{Y_b} \cdot 100 \quad (12)$$

Em que Y é o valor da opacidade, Y_p é a coordenada medida no fundo preto e Y_b é a coordenada medida no fundo branco.

4.8.6. Análise de brilho

Utilizando um glossímetro NGL 20/60, o brilho dos filmes foi determinado, em unidades de brilho GU, para os ângulos de abertura de 20° e de 60°, pautando-se na ASTM D2457 (VILLALOBOS et al., 2005). As medições foram realizadas na superfície de secagem, em 10 pontos aleatórios por amostra.

4.8.7. Propriedade de barreira à luz ultravioleta/visível

A propriedade de barreira à luz ultravioleta/visível foi determinada empregando um espectrofotômetro (LAMBDA 35 UV-Vis Spectrophotometer, Perkin Elmer, Waltham, MA, EUA) com comprimento de onda no intervalo de 200 a 800 nm (BONILLA; SOBRAL, 2016). Amostras dos filmes foram preparadas cortando-os em dimensões de 1,5 cm de largura por 4

cm de comprimento e colocando-os no lugar da cubeta, de maneira que o feixe de luz transpassasse. Os dados obtidos foram analisados qualitativamente, interpretando o gráfico de transmitância.

4.8.8. Espessura e umidade

Com auxílio de um micrômetro digital ($\pm 0,001$ mm, Mitutoyo Manufacturing, Tóquio, Japão), a espessura dos filmes de revestimento foi mensurada em dez pontos aleatórios ao longo de cada amostra. A espessura foi calculada como a média aritmética dessas medidas.

A umidade foi determinada gravimetricamente por secagem dos filmes de revestimento a uma temperatura de 105 °C, durante 24 horas (SOBRAL et al., 2001).

4.8.9. Propriedades mecânicas do ensaio de tração uniaxial

O ensaio de tração nos filmes foi realizado utilizando um texturômetro TA.XT2i (Stable Micro Systems, Haslemere, Surrey, Inglaterra), de acordo com a norma ASTM D882-02. Amostras dos filmes foram cortadas em tiras com largura de 1,5 cm por comprimento útil de 5 cm e fixadas em uma probe de grampos de tensão do texturômetro, com velocidade de separação de 1 mm/s. A resistência a tração (tensão na ruptura, τ_R , MPa; deformação na ruptura, ϵ_R , %) foi obtida diretamente das curvas de tensão *versus* deformação e o módulo elástico (ME, MPa) obtido pelo cálculo da inclinação da porção linear da curva (BONILLA; SOBRAL, 2016). Foram mensuradas dez amostras para cada formulação.

4.8.10. Solubilidade em água

A solubilidade em água dos filmes foi determinada de acordo com Gontard, Guilbert e Cuq (1992). Os filmes foram cortados em círculos de diâmetro de 2 cm, adicionados em 50 ml de água destilada e colocados para agitação em mesa agitadora orbital (MA-141, Marconi) a 25 °C durante 24 horas. Após a agitação, a massa de filmes não solubilizada foi seca em estufa a 105 °C por 24 horas para a determinação da umidade. A solubilidade em água (%) dos filmes foi calculada como sendo a razão da diferença das massas inicial e final (em base seca) pela massa inicial e o valor resultante multiplicado por 100.

4.8.11. Permeabilidade ao vapor de água

A permeabilidade ao vapor de água (PVA) dos filmes foi determinada de acordo com a norma técnica ASTM E96 (ASTM, 2000). Amostras circulares do filme foram fixadas na face superior de células cilíndrica de permeação de alumínio, contendo 50 g de sílica gel (UR = 0%, pressão de vapor de 0 kPa). As células foram colocadas dentro de um dessecador contendo água destilada (UR = 100%, pressão de vapor de 3,1691 kPa) e a variação da massa monitorada em intervalos de 24 horas durante um período de 7 dias. As análises foram realizadas mantendo a temperatura constante em 25 °C. Os resultados da PVA foram calculados a partir da Equação 13:

$$PVA = \frac{\Delta G}{\Delta t} \cdot \frac{d}{A \Delta P} \quad (13)$$

Em que $\Delta G/\Delta t$ representa a taxa de ganho de peso da célula (g/h), d a espessura do revestimento (mm), A corresponde à área de permeação da célula (0,003217 m²) e ΔP à diferença de pressão do vapor entre as superfícies do revestimento (3,1691 kPa).

4.8.12. Hidrofobicidade dos filmes

A hidrofobicidade dos filmes de revestimento foi determinada utilizando um tensiômetro ótico (Attension Theta Lite, KSV Instruments, Finlândia). Os filmes de revestimento foram fixados no suporte do equipamento e então uma gota (4 µl) de água Milli-Q foi depositada na superfície do filme, utilizando uma seringa de precisão. As medidas do ângulo de contato foram realizadas analisando a forma de cada gota depois de ter sido colocada sobre a superfície de secagem das amostras, durante o período de 30 segundos (VALENCIA et al., 2019).

4.9. APLICAÇÃO DOS REVESTIMENTOS

Os frutos de mamão papaia (*Carica papaya*), de mesmo lote e oriundos do extremo sul da Bahia, foram selecionados e classificados de acordo com o CODEX STAN 183 (1993), juntamente com a escala de notas de cor proposta por Ritzinger e Souza (2000), compreendida na Tabela 4. Anteriormente a serem recobertos, os mamões foram lavados em água corrente para eliminar as sujidades e depois sujeitos a borrifadas de hipoclorito de sódio a 100 mg/l.

Após a secagem, os frutos foram submetidos à aplicação das soluções, a fim de prolongar a vida útil da fruta e proteger sua superfície, por dois métodos diferentes: imersão ou aspersão.

Tabela 4 – Classificação dos estágios de maturação da papaia segundo coloração da casca

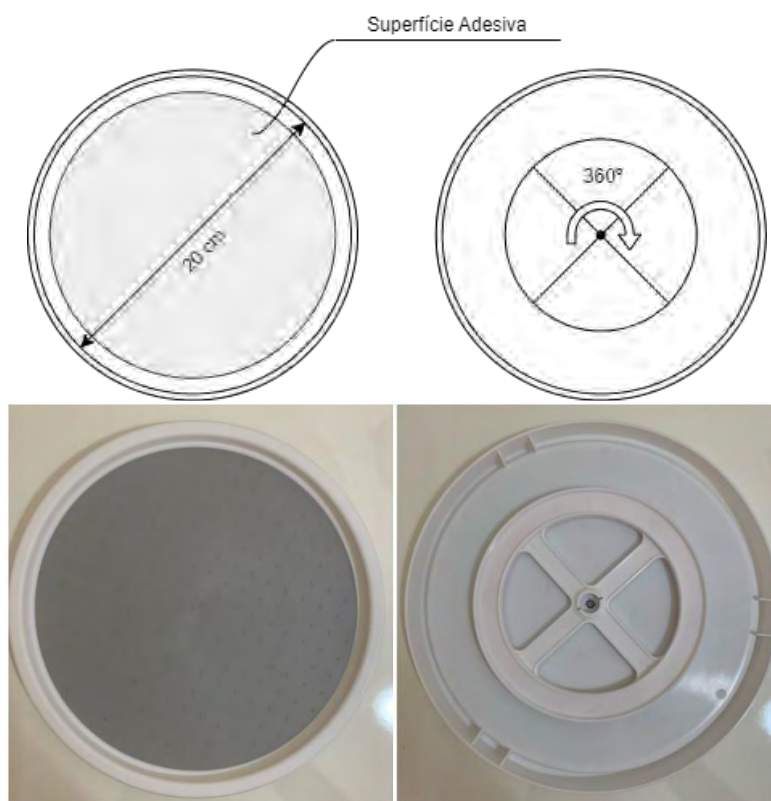
Escala	Descrição
0	Com 100% da superfície verde Fruto recém-desenvolvido
1	Até 15% da superfície amarela Fruto menos de 1/4 maduro
2	Até 25% da superfície amarela Fruto 1/4 maduro
3	Até 50% da superfície amarela Fruto 1/2 maduro
4	50-75% da superfície amarela Fruto 3/4 maduro
5	76-100% da superfície amarela Fruto completamente maduro

Fonte: Ritzinger e Souza (2000).

Para aplicação do revestimento pelo método de imersão, a fruta foi imersa nas soluções, durante 60 segundos e submetida a processo de secagem a temperatura ambiente.

Na técnica de aspersão as soluções foram aplicadas na fruta, sendo aspergida em toda superfície como pintura, utilizando uma pistola manual alimentada por um compressor de ar (Mazzilli Paint Easy, São Paulo, Brasil). Utilizando uma impressora 3D (Creality 3D SV-ENDER6, Alemanha), foi desenvolvido uma base giratória para facilitar a aplicação do revestimento pelo método de aspersão, como exibido na Figura 10. Após aplicação, as frutas foram submetidas a processo de secagem a temperatura ambiente.

Figura 10 – Dispositivo para aplicação dos revestimentos via aspersão



Fonte: Própria autoria.

4.10. AVALIAÇÃO DO EFEITO DO REVESTIMENTO NO MAMÃO PAPAIA

Com o intuito de avaliar o efeito dos revestimentos desenvolvidos sobre a vida-útil do mamão papaia, investigações visuais e físico-químicas foram executadas. As frutas foram submetidas a diferentes tipos de tratamento e o processo de recobrimento realizado por ambos os métodos propostos:

- Controle: as papaias não sofreram nenhum tipo de tratamento e nem foram revestidas, apenas imersas em água destilada por 60 segundos;
- Revestimento controle: as papaias foram recobertas com o revestimento à base de pectina (PEC);
- Revestimento ativo: as papaias foram recobertas com o revestimento à base de pectina e óleo essencial de laranja (SFR).

As frutas com e sem revestimento foram acondicionadas em temperatura ambiente durante 15 dias. Todas as avaliações foram feitas em triplicata, a cada 5 dias. A Tabela 5 explicita as diferentes amostras da papaia com os respectivos tratamentos.

Tabela 5 – Esquema organizacional das frutas avaliadas

Revestimento	Método de Aplicação	Código
Controle	Sem revestimento	C
Solução formadora de revestimento à base de pectina	Imersão	PEC.I
Solução formadora de revestimento à base de pectina	Aspersão	PEC.A
Solução formadora de revestimento à base de pectina com ativo emulsionado	Imersão	SFR.I
Solução formadora de revestimento à base de pectina com ativo emulsionado	Aspersão	SFR.A

Fonte: Própria autoria.

4.10.1. Mudanças físicas

4.10.1.1. Perda de massa

Foi avaliado a perda de massa (PM, %) durante o armazenamento, conforme Tabassum e Khan (2020), com modificações. Para tanto, foram utilizados 3 frutos por tratamento, sendo a PM (%) calculada com base na Equação 14.

$$PM = \left(\frac{M_i - M_t}{M_i} \right) \cdot 100 \quad (14)$$

Sendo que M_i expressa a massa inicial da fruta (g) e M_t a massa no tempo de análise pré-determinado (g).

4.10.1.2. Mudança de cor

As características da cor da casca dos mamões foram avaliadas utilizando as coordenadas colorimétricas CIELab, expressas por L^* (luminosidade), a^* (vermelho ou verde) e b^* (amarelo ou azul), usando um colorímetro (Miniscan XE, Hunterlab, Reston, EUA), placas cerâmicas nas cores preta e branca foram utilizadas na padronização do equipamento. A diferença de cor (ΔE^*) foi calculada pela Equação 11 (GUERRERO-BELTRÁN; SWANSON; BARBOSA-CÁNOVAS, 2005).

4.10.1.3. Firmeza da casca

A firmeza da casca das frutas foi analisada em um texturômetro TA.XT2i (Stable Micro Systems, Haslemere, Surrey, Inglaterra) com célula de carga de 50 kg. Para a análise foi utilizada uma probe cilíndrica, com área de contato de 7,07 mm², profundidade de perfuração de 6 mm e velocidade de perfuração de 1 mm/s. Foram realizadas três perfurações na região equatorial para cada fruta.

4.10.2. Mudanças químicas

Todas as análises químicas foram feitas usando a polpa do mamão, obtida através de um multiprocessador (Philips Walita), sem adição de água para a análise do teor de sólidos solúveis. A polpa da fruta foi diluída em água destilada (5 g/50 g de água) para as análises de pH e acidez titulável, realizadas de acordo com Pellá et al. (2020) e Tabassum e Khan (2020), com algumas modificações.

4.10.2.1. pH

O pH foi medido por meio de um pHmetro digital portátil (PG1400 Gehaka, São Paulo, SP, Brasil), previamente calibrado com soluções tampão de pH 4,0 e 7,0.

4.10.2.2. Sólidos solúveis totais

O teor de sólidos solúveis totais (SST) foi determinado utilizando um refratômetro digital portátil (AR200, Reichert, EUA). Os resultados foram expressos em porcentagem de sólidos solúveis (°Brix).

4.10.2.3. Acidez titulável

A acidez titulável (AT) foi determinada pela técnica da titulação volumétrica pelo método titulométrico, conforme metodologia da AOAC (1997). Foram usados 5 g de polpa mais 50 g de água destilada para a titulação com hidróxido de sódio (NaOH) a 0,1 N, utilizando-se como indicador a fenolftaleína (solução a 1%). Os resultados foram expressos em

porcentagem de ácido cítrico (g de ácido cítrico/100 g de fruta) e calculados usando a Equação 15.

$$AT = \frac{V \cdot f \cdot 10 \cdot C}{m} \quad (15)$$

Sendo que V é o volume da solução de NaOH gasto na titulação (ml), f é o fator de correção da solução de NaOH, C é a constante do ácido cítrico presente no mamão papaia (0,07005) e m é a massa da polpa do mamão (5 g).

4.11. ANÁLISE ESTATÍSTICA

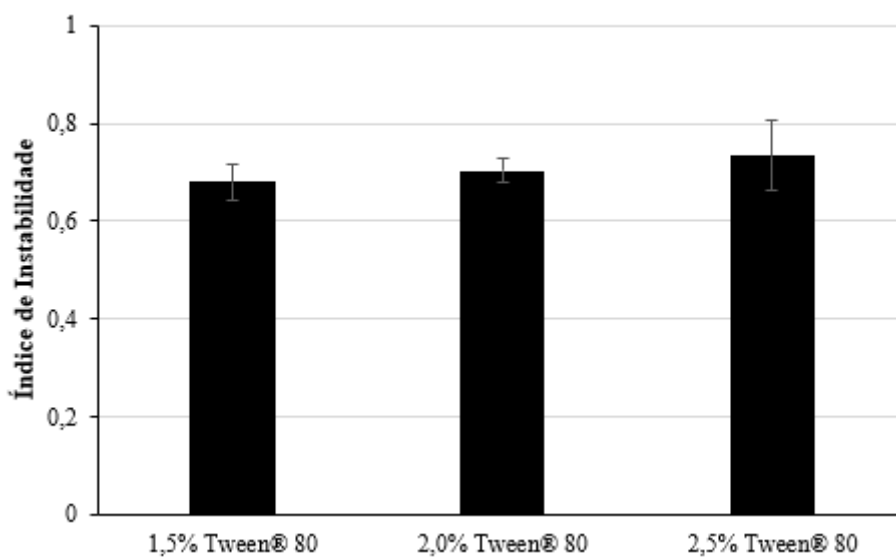
As análises de caracterização dos filmes foram realizadas em triplicatas. Os resultados experimentais foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e ao teste de Tukey, considerando nível de significância de 5%, através do *software Statistica 11* (StatSoft Inc., EUA). As regressões lineares e não-lineares foram calculadas utilizando Excel 2016 (Microsoft, Redmond, WA, EUA), juntamente com a extensão SOLVER.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. CARACTERIZAÇÃO DA EMULSÃO

5.1.1. Estabilidade física

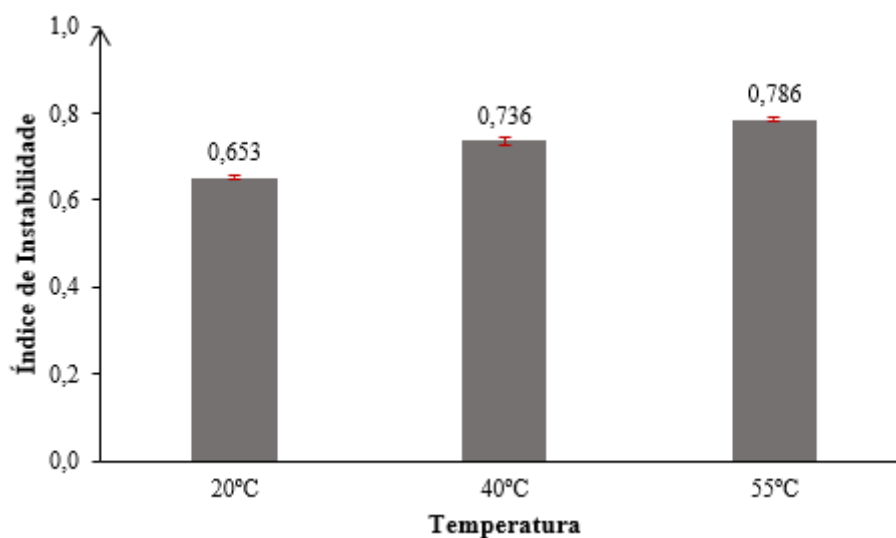
Em um primeiro momento, foram triadas as concentrações de emulsificante, Tween® 80, através de um ensaio de estabilidade física. As concentrações analisadas foram de 1,5%, 2,0% e 2,5%, como mostrado na Figura 11.

Figura 11 – Índice de instabilidade da emulsão com diferentes concentrações de emulsificante

Fonte: Própria autoria.

Além dos resultados serem estatisticamente não-significativos entre si ($p < 0,05$), foi levado em consideração estudo publicado por Chassaing et al. (2015), onde foi concluído que certos tipos de agentes emulsificantes, incluindo o utilizado neste trabalho, podem ser nocivos ao trato digestivo caso ingeridos em grandes quantidades. Justifica-se, assim, a concentração de 1,5% de Tween® 80 escolhida para a formulação da emulsão.

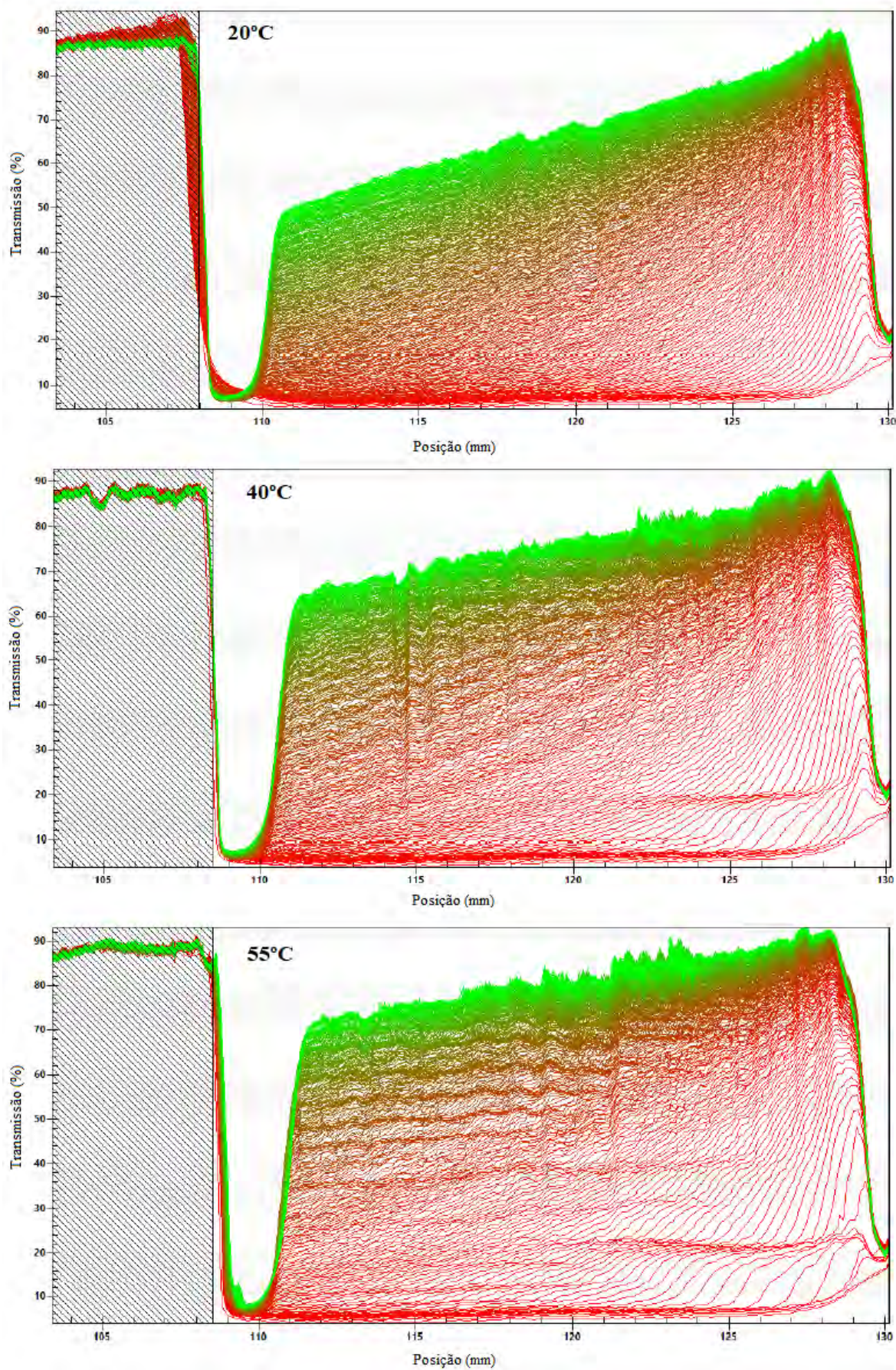
Com a concentração fixa de emulsificante a 1,5%, foi repetido o teste de estabilidade física, porém com a amostra sujeita a três temperaturas diferentes de ensaio: 20 °C, 40 °C e 55 °C. Foi observado um aumento expressivo do índice de instabilidade da emulsão com o aumento da temperatura, como relatado na Figura 12.

Figura 12 – Índice de instabilidade da emulsão sujeita à diferentes temperaturas de ensaio

Fonte: Própria autoria.

Na observação dos perfis de transmissão para as temperaturas de ensaio de 20 °C, 40 °C e 55 °C, ilustrado pela Figura 13, foi constatado um aumento na transmissão a partir da posição 110 mm, indicando separação entre fases. A fração cremosa, contendo as gotas de óleo, alocou-se no topo da cubeta, entre as posições 107 mm e 110 mm, caracterizando uma espessura de aproximadamente 3 mm da fase óleo separada no topo.

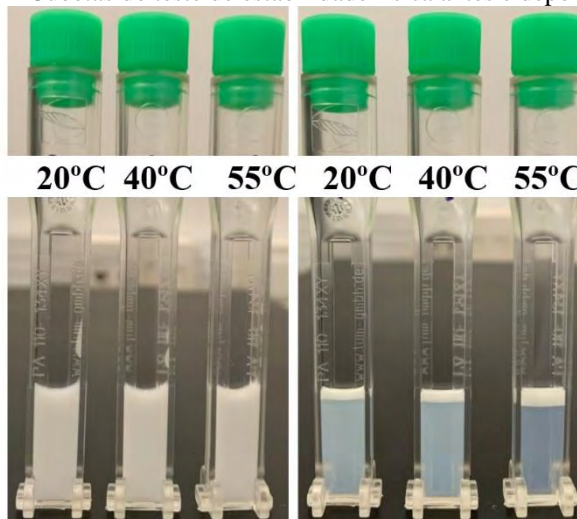
Figura 13 – Perfis de transmissão do ensaio de estabilidade física



Fonte: Própria autoria.

Foi possível observar (Figura 13 e Figura 14) que os mecanismos de separação de fases principais atuantes sobre a emulsão foram a cremação e a coalescência, onde as gotas de óleo migraram para a superfície e a fase contínua para o fundo da cubeta. O aumento da energia cinética do sistema, ocasionado pelo aumento da temperatura de ensaio, resulta em uma perturbação no equilíbrio termodinâmico, que, por sua vez, acelera a desestabilização da emulsão (FRANZOL; REZENDE, 2015).

Figura 14 – Cubetas do teste de estabilidade física antes e depois do ensaio



Fonte: Própria autoria.

5.1.2. Potencial zeta

A análise da variação do potencial elétrico das gotas é uma forma de aferir a estabilidade de uma emulsão, o potencial zeta (ζ) é um parâmetro que permite mensurar o nível de atração ou repulsão eletrostática entre as partículas de um sistema. Quando a componente de repulsão elétrica não é suficientemente intensa, as partículas tendem a agregar ou flocular, ocasionando uma instabilidade no sistema (ZHU et al., 2019).

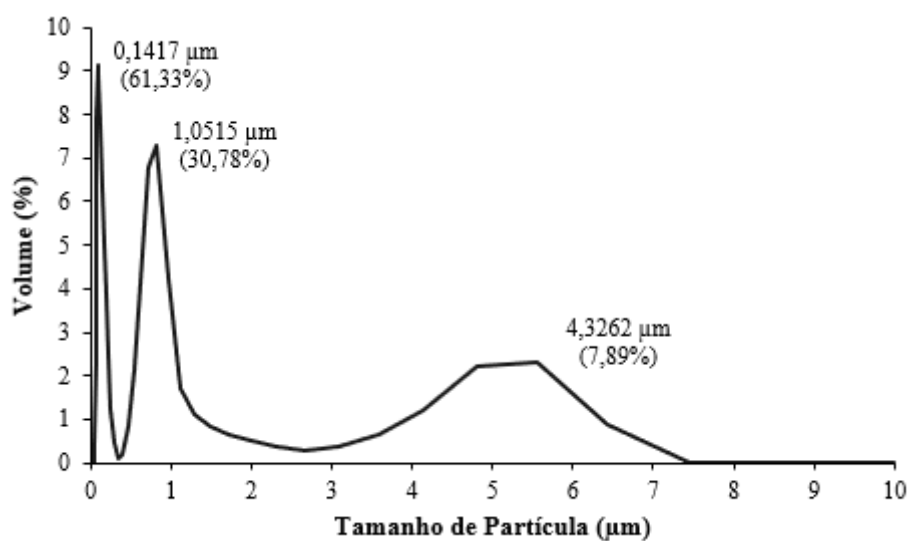
A emulsão óleo-em-água produzida apresentou valor de potencial ζ de $-24,3 \pm 1,4$ mV, bem próximo do que é considerado nível completamente estável durante longos períodos (< -30 mV ou > 30 mV), de acordo com Wiacek e Chibowski (1999). Apesar do valor obtido não estar de fato na zona de estabilidade ótima, o Tween® 80, emulsificante utilizado na formulação, permite que o processo de estabilização estérica ocorra. Isso acontece devido às grandes cadeias principais da rede polimérica contidas nesse tipo de emulsificante (ZHU et al., 2019).

5.1.3. Distribuição do tamanho de gotas e determinação do tamanho médio

Averiguar a distribuição e o tamanho médio das gotas possibilita a compreensão do comportamento da emulsão desenvolvida, pois tais fatores impactam diretamente nas propriedades mecânicas e de barreira dos filmes com a emulsão incorporada, bem como na estabilidade entre as fases óleo e água. Um menor índice de polidispersividade aliado a um menor tamanho médio de partícula refletem em uma emulsão mais estável (ACEVEDO-FANI et al., 2015).

As análises mostraram uma distribuição trimodal do tamanho de gotas, apresentando majoritariamente três picos com diferentes dimensões, como indicado no Figura 15. O tamanho médio das gotas foi micrométrico, com valor de $1,0342 \pm 0,0097 \mu\text{m}$, enquanto o PDI teve valor de $0,763 \pm 0,022$. A distribuição heterogênea dos diâmetros médios obtidos, caracterizada por parcelas nanométricas ($<0,2 \mu\text{m}$), submicrométricas ($<1 \mu\text{m}$) e micrométricas ($>1 \mu\text{m}$), está diretamente relacionada com o valor alto do PDI das amostras.

Figura 15 – Distribuição do tamanho médio de partícula da emulsão



Fonte: Própria autoria.

Considerando o método de produção das emulsões, com uma concentração baixa de emulsificante, os resultados das caracterizações de estabilidade se encontram dentro do esperado. A incorporação da emulsão nas soluções de revestimento ocorreu imediatamente após a sua produção, seguida da aplicação dos revestimentos ainda no mesmo dia, favorecendo o equilíbrio custo-tempo de produção.

5.2. PROPRIEDADES REOLÓGICAS

5.2.1. Curvas de fluxo

O ensaio reológico em regime estacionário é capaz de fornecer parâmetros importantes para determinar o comportamento da amostra em questão, dentre os quais estão a viscosidade (η), a tensão de cisalhamento inicial (σ_0), o índice de consistência (K) e o índice de comportamento do escoamento (n). Foram realizadas três rampas (ascendente, descendente e ascendente) de taxa de cisalhamento para as soluções formadoras de revestimento. Os resultados das propriedades reológicas obtidos pelo ajuste do modelo de Herschel-Bulkley aos pontos experimentais das respectivas rampas estão mostrados na Tabela 6. Como os valores das tensões de cisalhamento inicial foram muito baixos, esse modelo não foi adequado para caracterizar o comportamento reológico de ambas as formulações.

Tabela 6 – Parâmetros reológicos obtidos das soluções PEC e SFR

Amostra	Rampa	σ_0 (Pa)	K (Pa.s ⁿ)	n	E_p
PEC	1	0,0033 ± 0,0008 ^c	0,1102 ± 0,0142 ^a	0,9471 ± 0,0445 ^b	15,91 ± 1,04 ^b
	2	0,0109 ± 0,0011 ^b	0,0818 ± 0,0082 ^a	1,0082 ± 0,0292 ^a	11,25 ± 1,47 ^c
	3	0,0085 ± 0,0009 ^b	0,0913 ± 0,0126 ^a	0,9508 ± 0,0273 ^b	11,82 ± 1,02 ^c
SFR	1	0,0191 ± 0,0018 ^a	0,0686 ± 0,0243 ^b	1,0057 ± 0,0985 ^a	23,81 ± 3,75 ^a
	2	0,0108 ± 0,0010 ^b	0,0580 ± 0,0119 ^b	1,0116 ± 0,0131 ^a	17,63 ± 3,08 ^b
	3	0,0082 ± 0,0010 ^b	0,0768 ± 0,0184 ^a	0,9720 ± 0,0565 ^b	18,74 ± 2,66 ^b

Média ± desvio padrão (n=3). Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0,05).

Fonte: Própria autoria.

A rampa 2 foi escolhida para a análise dos dados reológicos, pelos menores erros padrões para ambas as formulações, homogeneidade no índice de comportamento do escoamento, além das amostras ensaiadas apresentarem estrutura quebrada após a primeira rampa, aumentando a confiabilidade dos resultados.

O comportamento reológico da solução controle (PEC) e da solução com o ativo emulsionado (SFR) foi similar e dentre os modelos propostos para descrever o comportamento reológico de fluidos, o Newtoniano (Equação 16) e a Lei da Potência (Equação 17) apresentaram os melhores ajustes, com coeficientes de correlação acima de 0,9895 para ambas as formulações testadas, como indicado na Figura 16.

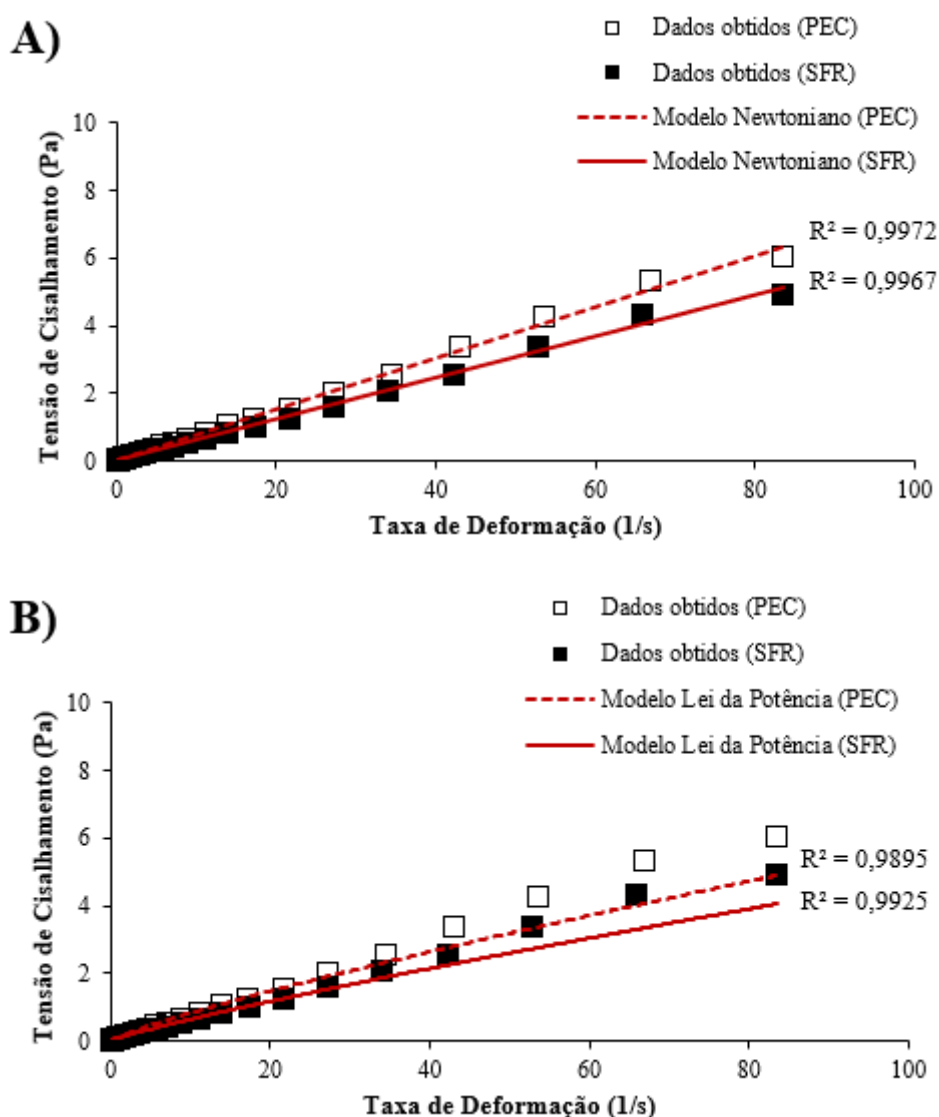
$$\sigma = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (16)$$

$$\sigma = K \cdot \dot{\gamma}^n \quad (17)$$

Em que σ é a tensão de cisalhamento (Pa), η é a viscosidade (Pa.s), K é o índice de consistência (Pa.sⁿ), $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento (1/s) e n é o índice de comportamento do escoamento (adimensional).

O índice de comportamento de escoamento foi de aproximadamente 1 e a viscosidade apresentou diferença significativa ($p < 0,05$) entre as duas soluções formadoras de revestimento, com um decréscimo de aproximadamente 29% quando a emulsão foi incorporada à solução de pectina, indicando comportamento menos viscoso para essa amostra.

Figura 16 – Curvas de fluxo ajustadas para os modelos Newtoniano (A) e Lei da Potência (B) da PEC e SFR



Fonte: Própria autoria.

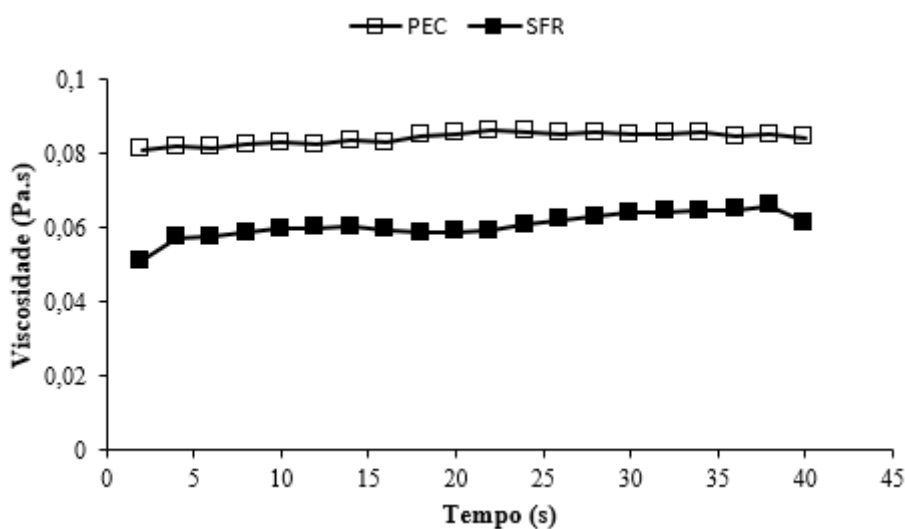
As propriedades reológicas das soluções de revestimentos são importantes para prever a espalhabilidade (“*spreading*”) e uniformidade sobre a superfície fruta/vegetal, além de peculiaridades na microestrutura e espessura dos filmes. Em geral, soluções altamente viscosas

retêm bolhas de ar no processo de *casting* e soluções pouca viscosas dificultam a aplicação por imersão (QUINTANA et al., 2020).

5.2.2. Tixotropia

Ambas as formulações de solução formadora de revestimento não apresentaram comportamento tixotrópico, pois não foi observado na Figura 17 uma redução da viscosidade em função do tempo de cisalhamento a taxa de deformação constante. As amostras apresentaram praticamente o mesmo valor de viscosidade quando a taxa de deformação foi alterada de 1 s^{-1} para 100 s^{-1} (Figura 17), o que caracteriza um fluido independente do tempo.

Figura 17 – Gráfico da viscosidade ao longo do tempo de ensaio da PEC e SFR



Fonte: Própria autoria.

Como observado nos ensaios das curvas de fluxo, a viscosidade das soluções com emulsão incorporada (SFR) apresentaram menores valores de viscosidade quando comparados à solução controle (PEC). Apesar de tal diferença, ambas as formulações apresentaram continuidade no valor da viscosidade ao longo do tempo de ensaio.

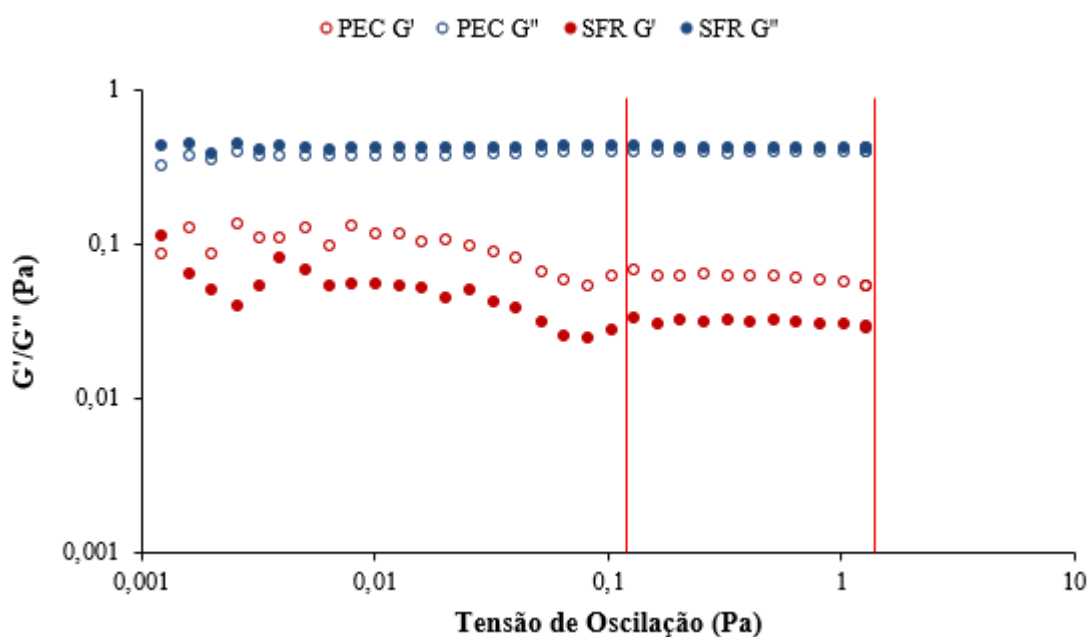
A maior viscosidade da solução PEC possivelmente acarreta na formação de uma camada mais espessa sobre a superfície do fruto, mesmo com um controle do volume de solução depositada. Tal aspecto pode condicionar características de barreira diferentes entre os revestimentos formados.

5.2.3. Testes em cisalhamento oscilatório

O estudo das propriedades viscoelásticas de soluções de revestimento é relevante para obter informação sobre entrelaçamentos moleculares e formação de rede molecular durante a secagem (PERESSINI et al., 2003).

Exemplos das curvas obtidas para o ensaio de varredura de tensão são apresentadas na Figura 18. A partir dessas curvas foi possível identificar a região de viscoelasticidade linear das soluções formadoras de revestimento, em que G' e G'' são constantes com a tensão de oscilação. O valor de 0,2 Pa foi fixado como constante para os ensaios em cisalhamento oscilatório de varredura de frequência e de temperatura. Esse valor é muito próximo do obtido por Quintana et al. (2020) (0,1 Pa), quando avaliaram o comportamento viscoelástico de soluções de revestimentos à base de quitosana (2%) sem e com extrato de alcaçuz.

Figura 18 – Região de viscoelasticidade linear da varredura de tensão para PEC e SFR



Fonte: Própria autoria.

O efeito da temperatura sobre os módulos viscoelásticos foi avaliado. Nesse ensaio, foram determinadas as temperaturas de transição SOL-GEL e GEL-SOL para ambas as soluções formadoras de revestimento, como o ponto em que $G' = G''$, e também o valor do módulo elástico (G') nesse ponto (Tabela 7). Os valores de T_{S-G} e T_{G-S} foram maiores para a PEC do que para a SFR.

Tabela 7 – Temperaturas de transição e módulos de armazenamento obtidos na varredura de temperatura

Amostra	T _{S-G} (°C)	G' (Pa)	T _{G-S} (°C)	G' (Pa)
PEC	16,1 ± 1,49 ^a	7,209 ± 0,19 ^a	26,4 ± 1,41 ^a	3,976 ± 0,01 ^b
SFR	15,3 ± 1,22 ^b	5,873 ± 0,65 ^b	21,9 ± 1,32 ^b	4,036 ± 0,52 ^a

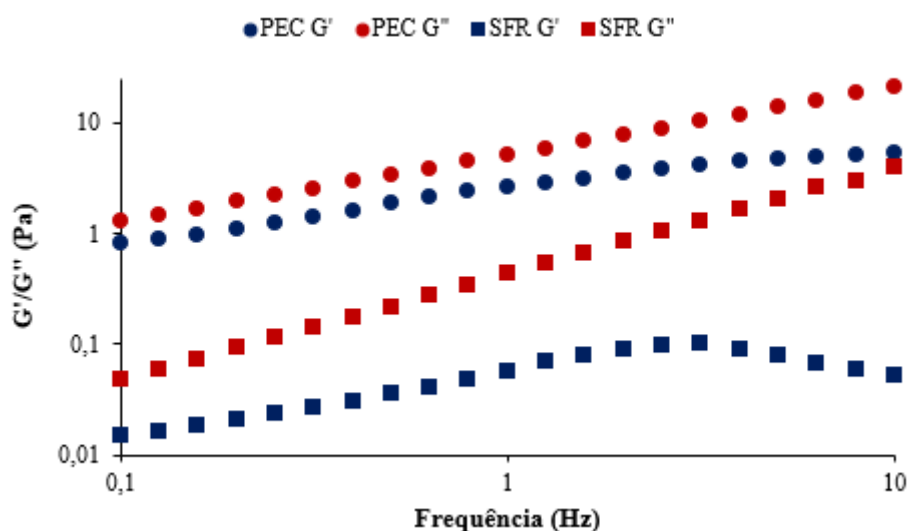
Média ± desvio padrão (n=3). Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0,05).

Fonte: Própria autoria.

A verificação da faixa das temperaturas de transição é importante para delinear as condições de aplicação do revestimento sobre a fruta, bem como prognosticar o processo de gelificação do biopolímero utilizado na formulação das soluções.

Foi constatado, para a temperatura de 40 °C padronizada nos ensaios reológicos, um comportamento SOL dominante nas varreduras de frequência (realizadas dentro da faixa de viscoelasticidade linear), onde os valores de G'' são sempre maiores que G', sem tendência de interseção no gráfico (Figura 19).

A Figura 19 mostra a dependência dos módulos G' e G'' com a frequência para ambas as soluções de revestimento (PEC e SFR), no intervalo de 0,1 a 10 Hz. Nessa figura foi observado que G' e G'' aumentam com o aumento da frequência angular. Os valores de G'' foram maiores que o de G' para ambas formulações de revestimento, indicando que as soluções comportam-se como líquidos viscosos a 40 °C, e que não há entrelaçamentos entre as cadeias das estruturas do polímero em solução.

Figura 19 – Comportamento dos módulos G' e G'' do ensaio de varredura de frequência para PEC e SFR

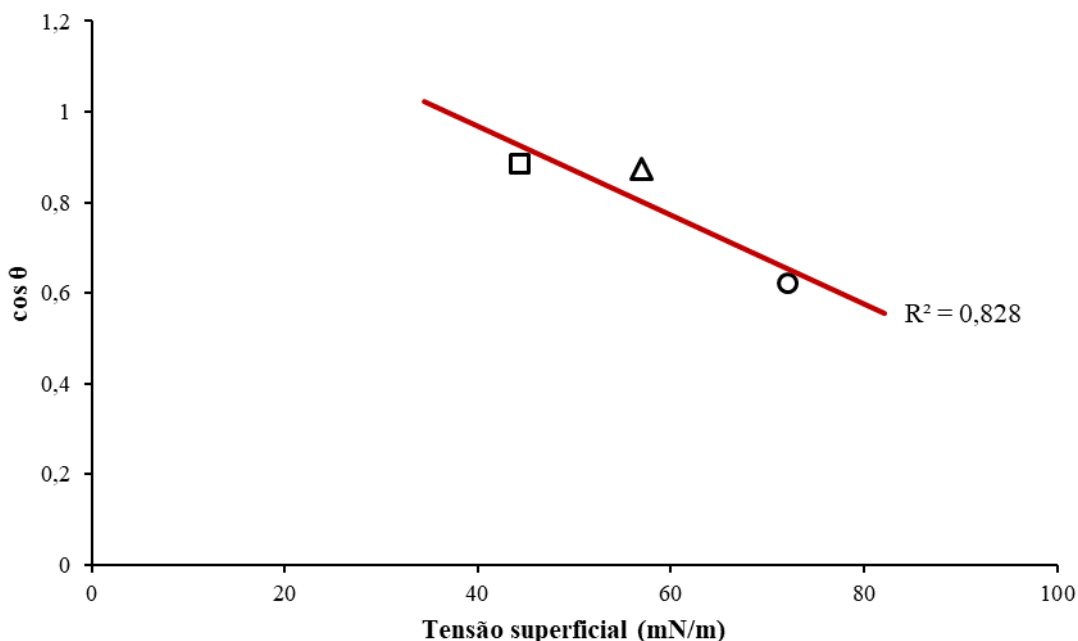
Fonte: Própria autoria.

5.3. PROPRIEDADES DE SUPERFÍCIE

5.3.1. Tensão superficial crítica da casca do mamão

A metodologia de Zisman é possível ser aplicada apenas em casos onde a tensão superficial crítica da fruta tenha um valor máximo de 100 mN/m. Utilizando três líquidos puros de referência de tensão superficial conhecida na literatura, foi mensurado o ângulo de contato sobre a superfície da casca dos mamões. Através da plotagem de um gráfico (Figura 20) que relaciona os valores do ângulo de contato obtido e da tensão superficial já conhecida, foi possível, através de uma regressão linear, estimar o valor da tensão superficial crítica da casca da fruta.

Figura 20 – Regressão linear para estimar a tensão superficial crítica do mamão

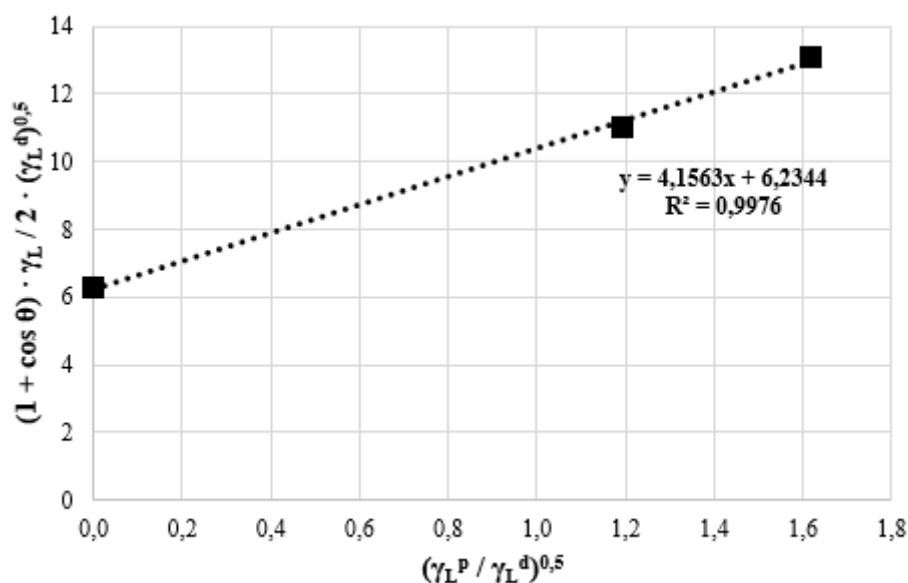


*Líquidos puros de referência: água milli-Q (círculo), formamida (triângulo) e bromonaftaleno (quadrado).

Fonte: Própria autoria.

Como a tensão superficial crítica do mamão papaia obtida é um valor abaixo de 100 mN/m (aproximadamente 38 mN/m), o gráfico de Zisman pôde ser traçado para estimar (coeficiente de correlação igual a 0,9976) as interações polar e dispersiva agindo sobre a superfície da fruta, como indicado na Figura 21.

Outros autores obtiveram resultados de tensão superficial crítica semelhantes em estudos envolvendo outras variedades de frutas: 22,7 mN/m para manga (CERQUEIRA et al., 2009), 18,8 mN/m para morango (RIBEIRO et al., 2007) e 20,3 mN/m para caqui (SAPPER et al., 2019).

Figura 21 – Gráfico de Zisman para a casca do mamão

Fonte: Própria autoria.

Baseando-se nos valores obtidos com auxílio do gráfico, foi possível calcular o valor da componente polar (17,27 mN/m) e dispersa (38,87 mN/m), que resultou em uma tensão superficial de 56,14 mN/m atuante sobre a casca do mamão papaia.

A razão quadrática ($R^2 = 0,9976$) confere ao resultado forte correlação linear, onde 99,76% da variação do cosseno do ângulo pode ser explicada pelo modelo matemático obtido.

Os resultados obtidos indicam, em concordância com Rulon e Rorbert (1993), que a superfície da maioria das frutas que apresentam casca grossa são de baixa energia. Camadas com baixa energia de superfície interagem com os líquidos sobretudo através de forças de dispersão (Van der Waals).

Esse princípio pode explicar o porquê de mesmo utilizando soluções não-aquosas, Choi et al. (2002) obtiveram bons coeficientes de espalhamento em maçãs, fruta caracterizada por também apresentar casca espessa.

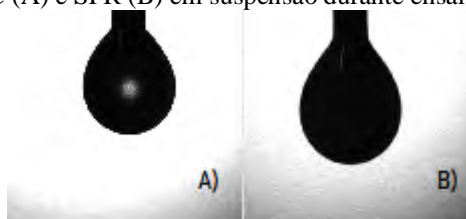
5.3.2. Tensão superficial das soluções

Para o cálculo da tensão superficial da PEC e da SFR foi utilizado o método da gota pendente, possibilitando mensurar o comportamento de ambas as soluções em suspensão.

Houve uma diminuição de 13% no valor da tensão superficial com a incorporação do óleo essencial de laranja via emulsão, passando de $39,09 \pm 2,93$ mN/m (PEC) para $34,02 \pm 4,20$ mN/m (SFR). Tal fato possivelmente está atrelado à influência do emulsificante Tween® 80 na

composição. A Figura 22 mostra, lado a lado, as gotas das soluções em suspensão durante o ensaio.

Figura 22 – Amostras de PEC (A) e SFR (B) em suspensão durante ensaio pelo método da gota pendente



Fonte: Própria autoria.

5.3.3. Ângulo de contato das soluções

Após as definições das tensões superficiais da casca da fruta a ser recoberta e das soluções formadoras de revestimento, gotas de ambas as soluções foram depositadas sobre a casca do mamão papaia, pelo método da gota séssil, a fim de investigar o comportamento da solução logo após o contato com a fruta.

O ângulo de contato obtido para as amostras da PEC, no valor de $61,53 \pm 8,15^\circ$, foi significativamente ($p < 0,05$) maior que o obtido para a SFR, no valor de $42,02 \pm 4,78^\circ$. Esses valores representam a média ($n = 20$) durante os 60 segundos de ensaio (1 quadro por segundo).

5.3.4. Coeficiente de espalhamento

A partir dos resultados dos ensaios de gota pendente e gota séssil foi possível determinar a molhabilidade das soluções formadoras de revestimento desenvolvidas. Utilizando as Equações 2 e 3 o trabalho de adesão e o trabalho de coesão foram calculados. Desse modo, torna-se possível a determinação do coeficiente de espalhamento (Equação 4), que exprime numericamente a molhabilidade de um líquido em um sólido. Na Tabela 8 estão contidos os dados numéricos obtidos durante toda etapa de caracterização das propriedades de superfície.

Tabela 8 – Dados obtidos na caracterização das propriedades de superfície

Revestimento	θ ($^\circ$)	γ (mN/m)	W_a (mN/m)	W_c (mN/m)	S_e (mN/m)
PEC	$61,53 \pm 8,15^a$	$39,09 \pm 2,93^a$	$58,13 \pm 7,09^a$	$78,18 \pm 5,86^a$	$-20,04 \pm 5,41^b$
SFR	$42,02 \pm 4,78^b$	$34,02 \pm 4,20^b$	$59,38 \pm 7,92^a$	$68,04 \pm 8,41^b$	$-8,66 \pm 2,25^a$

Média \pm desvio padrão ($n=20$). Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa ($p < 0,05$).

Fonte: Própria autoria.

É importante salientar que a diferença expressiva ($p < 0,05$) entre os coeficientes de espalhamento da PEC ($S_e = -20,04$ mN/m) e da SFR ($S_e = -8,66$ mN/m) impactam diretamente

na uniformidade e no mecanismo de deposição dos revestimentos sobre a fruta, principalmente se o método de aspersão é o utilizado na aplicação. Teoricamente, a solução com ativo emulsionado apresenta maior facilidade na aplicação devido à sua maior molhabilidade.

5.3.5. Análise da cinética do ângulo de contato

Com o intuito de analisar a variação na geometria das gotas depositadas sobre a fruta com o progredir do tempo de ensaio, a Equação 10, proposta por Farris et al. (2011), foi ajustada aos pontos dos gráficos que relacionam o ângulo de contato ($^{\circ}$) com o tempo de cada teste (60 s). O parâmetro “k” da equação permite dimensionar a variação do ângulo de contato ao decorrer do tempo, enquanto o parâmetro “n” determina a intensidade dos fenômenos de absorção e espalhamento da gota sobre a superfície. Constam na Tabela 9 os valores desses parâmetros obtidos.

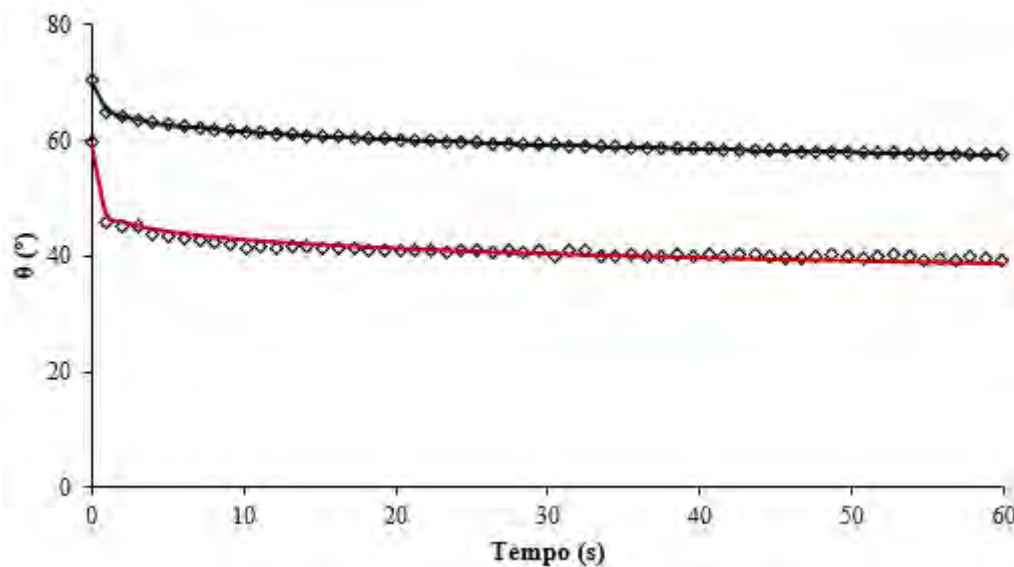
Tabela 9 – Parâmetros obtidos na análise da cinética do ângulo de contato

Amostra	Parâmetros		
	k	n	R ²
PEC	-0,079	0,23	0,985
SFR	-0,232	0,15	0,960

Fonte: Própria autoria.

Pôde-se averiguar que o parâmetro “k” variou significativamente ($p < 0,05$) entre as soluções testadas, o que demonstra uma diferença no padrão do comportamento do ângulo de contato nos 60 segundos iniciais a deposição. Já o parâmetro “n” apresentou maior valor para a PEC, indicando um mecanismo de absorção mais intenso quando há incorporação da emulsão óleo-em-água. A Figura 23 apresenta as regressões não-lineares ajustadas de acordo com os parâmetros delimitados.

Figura 23 – Gráfico dos parâmetros da cinética do ângulo de contato ajustados aos pontos experimentais da PEC (azul) e da SFR (vermelho)



Fonte: Própria autoria.

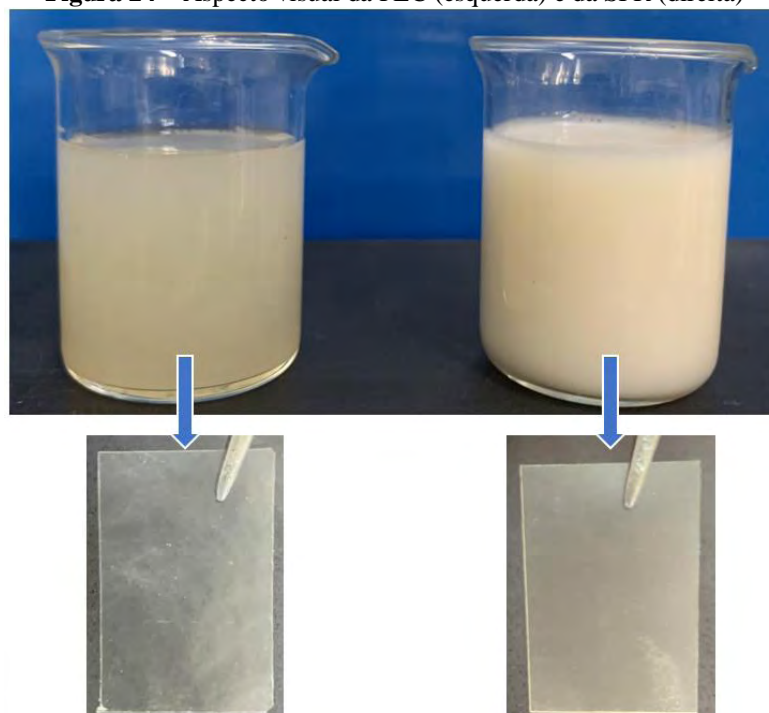
5.4. CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DE REVESTIMENTO

5.4.1. Aspecto visual

As soluções apresentaram coloração nitidamente diferentes entre si, enquanto a PEC exibiu coloração bege acinzentada, a SFR apresentou aspecto leitoso, devido a incorporação da emulsão no processo de formulação.

Os filmes, por sua vez, apresentaram diferença principalmente na opacidade, onde as amostras da SFR apresentaram uma maior translucidez, como mostrado na Figura 24. De maneira geral, os filmes sem e com o bioativo incorporado apresentaram boa aparência, foram homogêneos e de fácil manuseio.

Figura 24 – Aspecto visual da PEC (esquerda) e da SFR (direita)



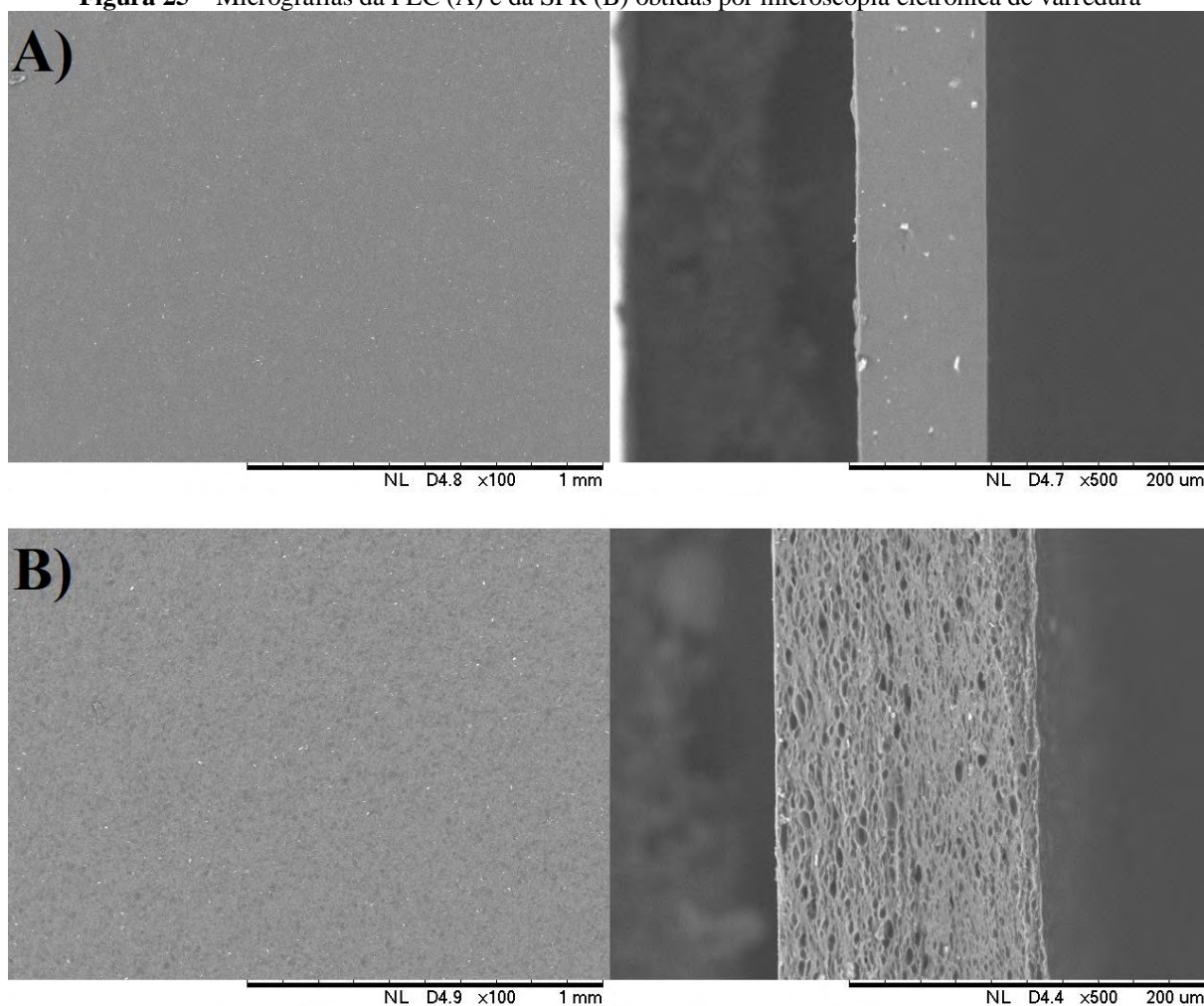
Fonte: Própria autoria.

5.4.2. Microestrutura e morfologia

5.4.2.1. *Microscopia eletrônica de varredura*

A partir das micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (Figura 25), foi possível observar uma maior heterogeneidade na superfície dos filmes com emulsão incorporada (SFR). A superfície dos filmes PEC, por sua vez, apresentou um aspecto mais homogêneo, indicando que a incorporação do óleo afetou a matriz de pectina.

As imagens obtidas das amostras criofraturadas (Figura 25) indicaram a presença de poros nos filmes SFR, presumivelmente fruto do alojamento do óleo na estrutura e/ou surgimento de bolsões de ar, consequentes do processo de incorporação da emulsão à solução através de agitação mecânica.

Figura 25 – Micrografias da PEC (A) e da SFR (B) obtidas por microscopia eletrônica de varredura

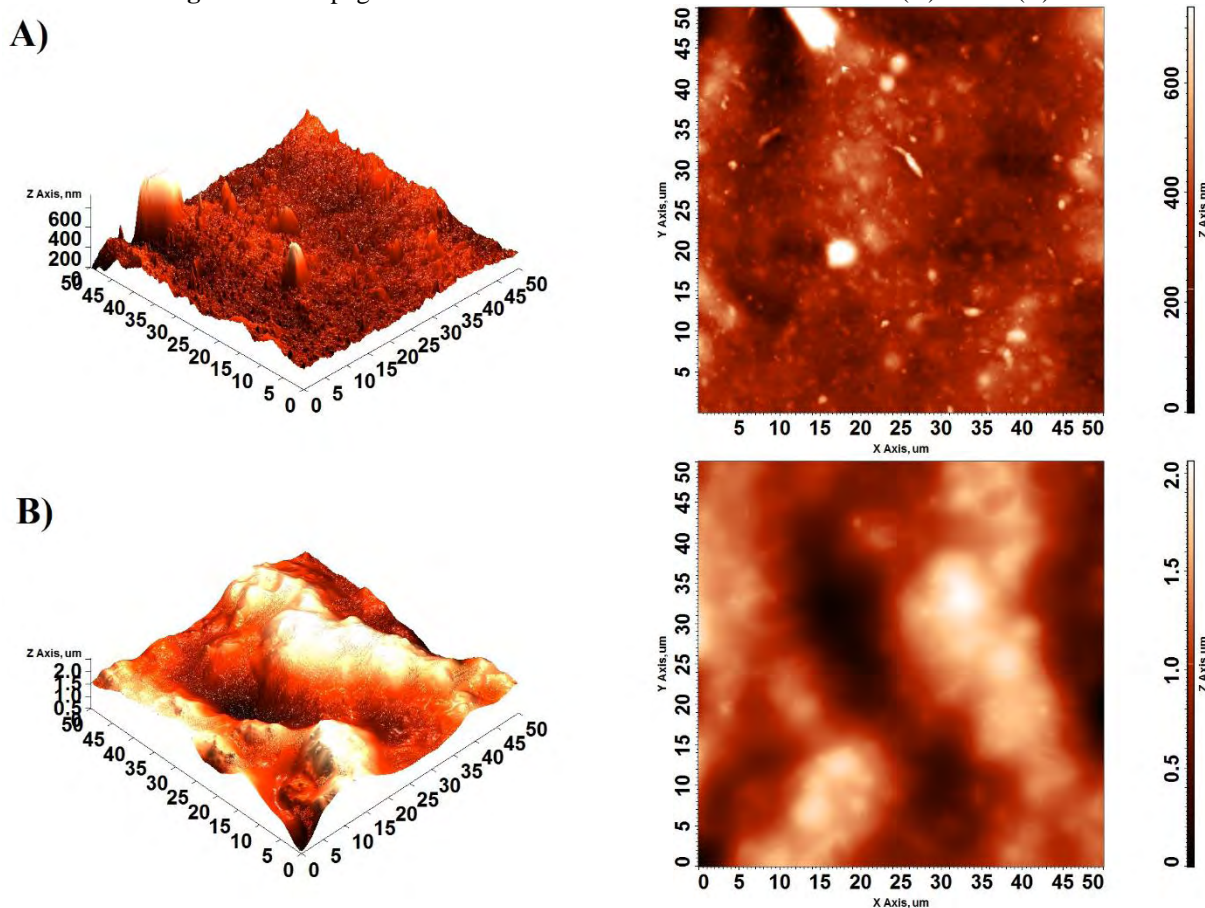
Fonte: Própria autoria.

Resultados semelhantes foram obtidos por Nisar et al. (2018), averiguando que, quando incorporado em concentração superior a 1% nos filmes de pectina, o óleo essencial de cravo provocou descontinuidades estruturais nas imagens obtidas. Segundo os autores, esse comportamento está relacionado à formação de duas fases (óleo e polímero) na matriz do filme quando utilizado óleo em maiores quantidades. Uma maior concentração de óleo acarreta em um aumento da concentração de gotas interagindo com a matriz polimérica, facilitando a coalescência das gotas lipídicas durante o fenômeno de secagem, resultando na formação dos poros observados. Ojagh et al. (2010) também observaram comportamento similar em filmes à base de quitosana com óleo essencial de canela.

5.4.2.2. Microscopia de força atômica

As topografias dos filmes PEC e SFR apresentaram diferenças marcantes entre si, principalmente no que se diz respeito à irregularidade superficial da face de secagem. Com a observação das micrografias 3D (Figura 26) de ambos os filmes, fica nítido a maior variação nas dimensões topográficas ao longo da extensão dos filmes com emulsão incorporada, com grandes picos de escala micrométrica. As micrografias 2D (Figura 26) validam esta constatação, pois os pontos claros na imagem também são indicativo de grandes variações na topografia de uma superfície.

Figura 26 – Topografias 2D e 3D da microestrutura dos filmes PEC (A) e SFR (B)



Fonte: Própria autoria.

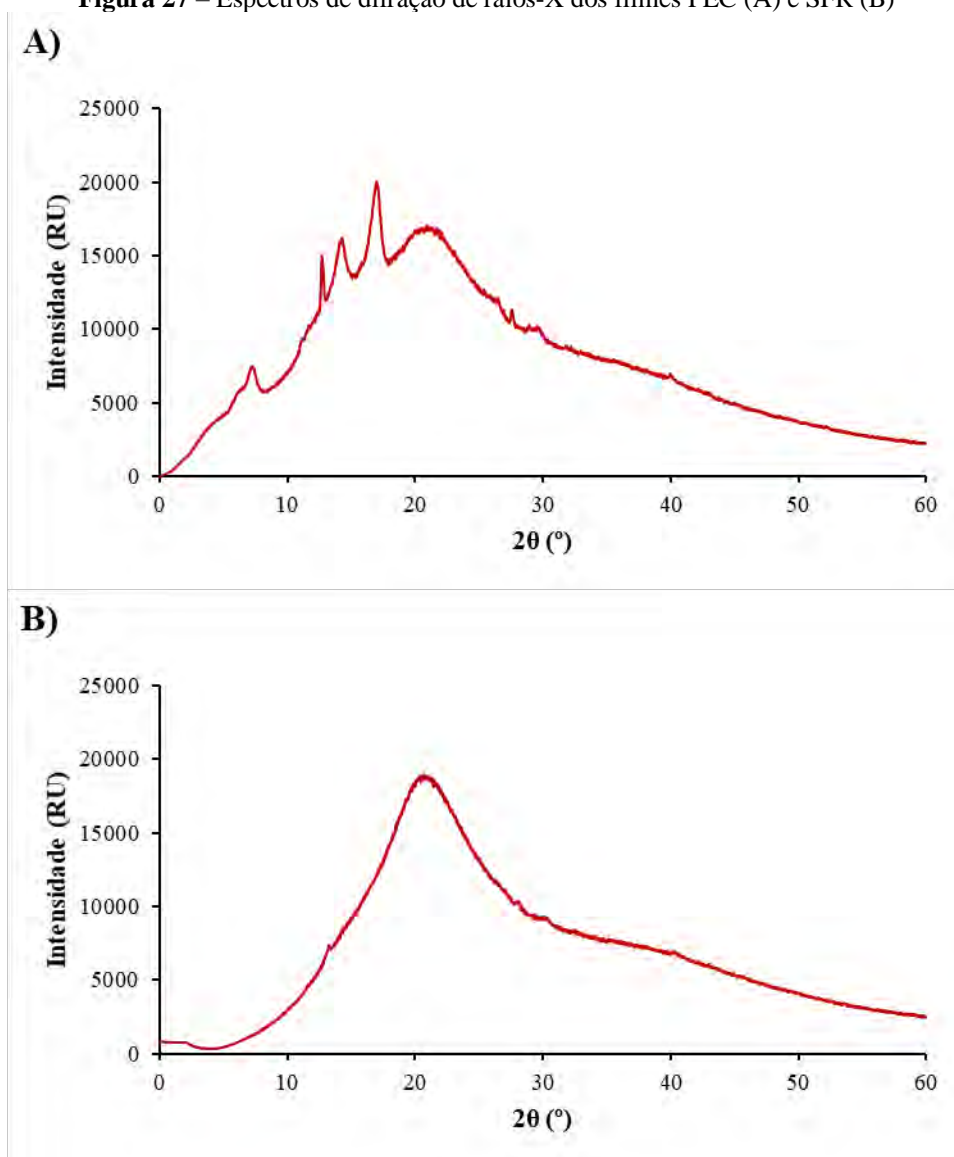
A rugosidade quadrática, calculada a partir das imagens topográficas, foi expressivamente maior para os filmes com ativo emulsionado (SFR; $360,40 \pm 37,66$ nm), corroborando a observação das micrografias 2D e 3D. A rugosidade quadrática média obtida para o filme PEC ($70,04 \pm 16,92$ nm) indica que a incorporação do óleo essencial de laranja na matriz biopolimérica, via emulsão do tipo óleo-em-água, provocou irregularidade na topografia dos filmes.

Seguindo os mesmos indícios encontrados nessa dissertação, Khah et al. (2021) constataram que a incorporação de uma emulsão contendo azeite, óleo de semente de uva e óleo essencial de segrelha aumentou o valor da rugosidade quadrática de 23,86 nm para 57,72 nm em filmes à base de pectina/gelatina.

5.4.3. Difração de raios-X

Houve uma diminuição no grau de cristalinidade dos filmes com a incorporação da emulsão, visto que o pico correspondente a região amorfa ($2\theta = 20^\circ$) intensificou-se para os filmes SFR, como ilustrado na Figura 27.

Figura 27 – Espectros de difração de raios-X dos filmes PEC (A) e SFR (B)



Fonte: Própria autoria.

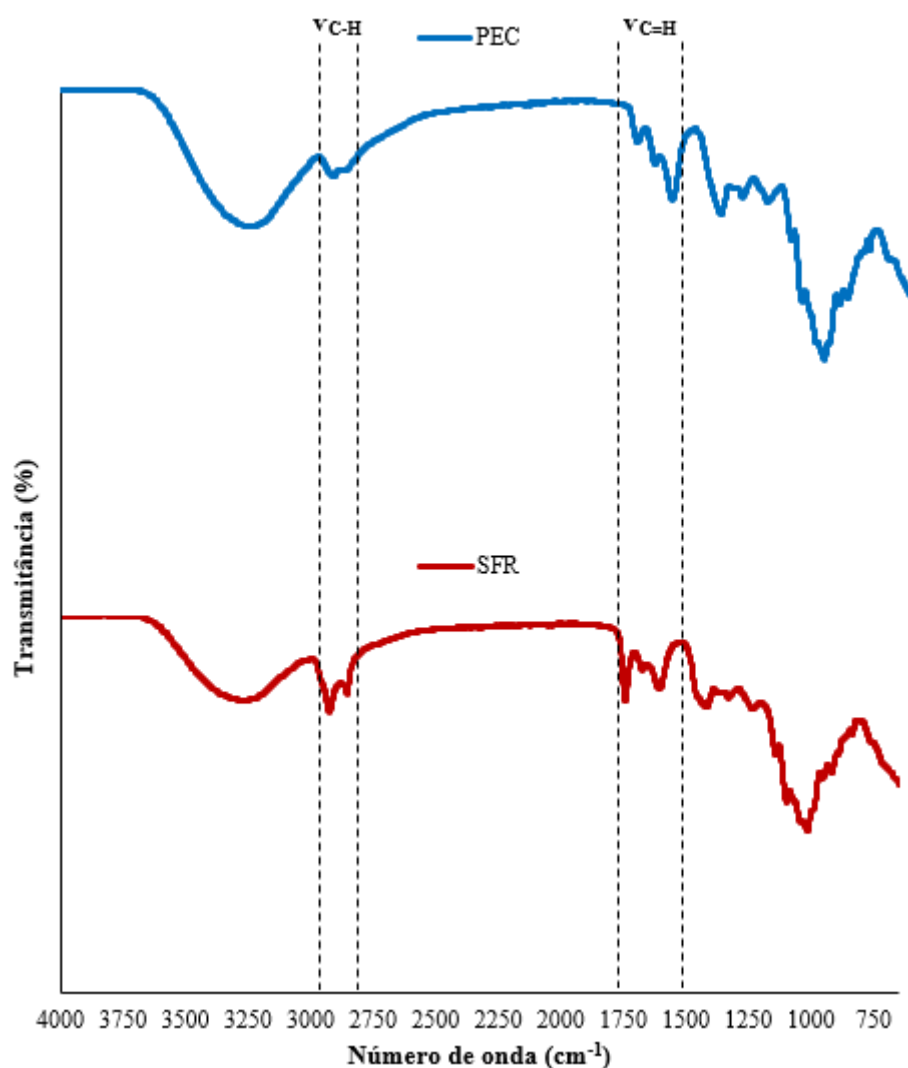
Picos bem definidos de grande intensidade foram encontrados nas mesmas regiões $12,72^\circ$, $16,30^\circ$, e $18,45^\circ$ de 2θ em estudo realizado por Nisar et al. (2018). Essa faixa está relacionada com a cristalinidade dos filmes puramente à base de pectina.

Os difratogramas ainda evidenciaram que a incorporação da emulsão ao filme diminuiu a intensidade na região $2\theta \approx 13^\circ$, coincidindo com os resultados de Kalajahi et al. (2022), o que é indício de um decréscimo na cristalinidade do material. O óleo fica retido no emaranhado de macromoléculas da pectina, aumentando o volume livre ao mesmo tempo que diminui as interações entre as cadeias poliméricas (MARANGONI et al., 2021).

5.4.4. Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier

A partir dos espectros obtidos (Figura 28) da espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier, foi possível identificar os grupos funcionais presentes nos filmes, a nível molecular. Diante da comparação entre os espectros do filme PEC e do filme SFR, foram identificadas duas regiões com diferença marcante: a primeira indicou um maior estiramento das ligações C-H para o filme SFR; a segunda região apresentou picos mais intensificados na região de onda entre 1800 cm^{-1} e 1650 cm^{-1} para o filme SFR, denotando a presença de ésteres de ácido graxo (C=H), oriundos da fase lipídica da emulsão incorporada.

Figura 28 – Espectros de absorção de infravermelho dos filmes PEC e SFR



Fonte: Própria autoria.

Ainda foi possível identificar um pico acentuado na região de 1600 cm^{-1} para o filme SFR, indicando a presença de anéis aromáticos (C=C) existentes no limoneno, substância química abundante na composição do óleo essencial de laranja. Comportamentos similares foram reportados em filmes à base de pectina quando incorporados com óleo essencial de cravo (NISAR et al., 2018), indicando a presença de anéis aromáticos oriundos do composto cariofileno, e extrato de própolis verde (MARANGONI et al., 2022), indicativo da existência de anéis aromáticos presentes nos flavonoides.

5.4.5. Análise de cor e opacidade

Com a incorporação da emulsão houve mudança significativa ($p < 0,05$) na diferença de cor (ΔE^*) dos filmes, ao passo que o nível de luminosidade (L^*) não foi alterado. A emulsão

incorporada à matriz biopolimérica também ocasionou um aumento na opacidade dos filmes. Todos os parâmetros da análise de cor e opacidade estão compilados na Tabela 10.

Tabela 10 – Parâmetros da análise de cor e opacidade

Revestimento	Coordenadas Colorimétricas			ΔE^*	Y
	L*	a*	b*		
PEC	89,97 ± 0,50 ^a	-0,83 ± 0,03 ^a	5,34 ± 0,48 ^b	5,47 ± 0,64 ^b	3,5 ± 0,5 ^b
SFR	89,19 ± 0,95 ^a	-0,95 ± 0,16 ^b	8,26 ± 0,83 ^a	8,30 ± 0,98 ^a	5,1 ± 0,7 ^a

Média ± desvio padrão (n=27). Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0,05).

Fonte: Própria autoria.

Maior valor da diferença total de cor (ΔE^*) para as amostras SFR indicaram filmes mais coloridos com a incorporação da emulsão, apresentando maiores diferenças de cor em relação ao padrão branco. Contudo, os valores apresentados por ambas as formulações (5,47±0,64 e 8,30±0,98) ainda podem ser considerados baixos, pois estão próximos de zero.

Nisar et al. (2018) também constataram maiores transparências e menor diferença total de cor quando não houve incorporação de emulsão com óleo essencial à solução de pectina, atribuindo esse comportamento ao efeito da coalescência, espalhamento de luz e formação de creme provocado pela distribuição de partículas lipídicas durante o processo de secagem dos filmes.

5.4.6. Análise de brilho

Para os ângulos de 20° e 60° analisados, a incorporação da emulsão acarretou diminuição do brilho dos filmes (Tabela 11). Pode-se traçar um paralelo entre a rugosidade quadrática e o nível de brilho das amostras, onde menores valores de brilho estão diretamente relacionados aos maiores níveis de rugosidade quadrática média obtidos.

Tabela 11 – Valores de brilho dos filmes para os respectivos ângulos analisados

Ângulo	Revestimento	Brilho (GU)
20°	PEC	9,95 ± 2,32 ^a
	SFR	3,37 ± 0,30 ^b
60°	PEC	35,71 ± 1,45 ^a
	SFR	18,83 ± 1,52 ^b

Média ± desvio padrão (n=10). Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0,05).

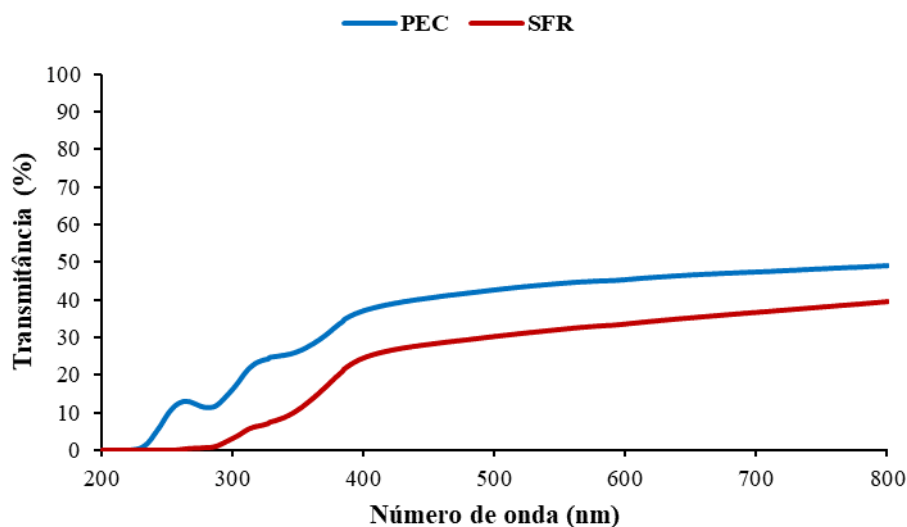
Fonte: Própria autoria.

Sharma et al. (2021) esclarecem que a incorporação de óleos essenciais à matriz polimérica é o fator responsável pelo aumento da rugosidade superficial, ocasionado pela migração e dispersão de gotículas de óleo na superfície dos filmes durante a secagem, o que reduz a reflectância especular na interface ar-filme e aumenta a rugosidade.

O mesmo padrão de comportamento foi constatado para filmes à base de quitosana (SÁNCHEZ-GONZÁLEZ et al., 2011) e gelatina (BONILLA et al., 2018) quando incorporados com diferentes tipos de óleo essencial.

5.4.7. Propriedade de barreira à luz ultravioleta/visível

Outra propriedade essencial para os revestimentos, a barreira à luz ultravioleta/visível protege o alimento da luz externa, promovendo um retardo da oxidação lipídica. Uma baixa transmitância significa uma maior capacidade de barreira à luz. Os dois filmes apresentaram transmitância abaixo de 50% ao longo de todo o comprimento de onda do ensaio, indicando alta barreira tanto à luz visível quanto à luz ultravioleta, como ilustrado na Figura 29.

Figura 29 – Espectro ultravioleta/visível dos filmes PEC e SFR

Fonte: Própria autoria.

Sharma et al. (2020) observaram comportamento semelhante ao constatado nesta dissertação, em que com a incorporação de óleo essencial de cravo, os filmes à base de poliácido láctico apresentaram um aumento na barreira à luz ultravioleta/visível. Ainda segundo os autores, esse comportamento pode estar relacionado à presença de alguns compostos fenólicos na composição dos óleos essenciais, que possuem capacidade de absorver a luz.

5.4.8. Espessura e umidade

Os valores de espessura e umidade encontrados estão contidos na Tabela 12. Foi possível observar que os filmes PEC obtidos mostraram-se 27% mais finos do que os filmes SFR, mesmo com controle da massa de solução filmogênica depositada nas placas de Petri para secagem. Teoricamente, tal fator pode implicar em uma diferença do controle da taxa respiratória dos frutos revestidos com diferentes formulações.

Apesar da concentração de plastificante ter sido mantida permanente para as ambas formulações, houve diferença significativa ($p < 0,05$) na umidade entre os filmes PEC e SFR.

Tabela 12 – Dados da espessura e umidade dos filmes PEC e SFR

Revestimento	Espessura (mm)	Umidade (%)
PEC	$0,0911 \pm 0,0063^b$	$26,10 \pm 1,77^a$
SFR	$0,1255 \pm 0,0164^a$	$20,62 \pm 0,47^b$

Média \pm desvio padrão ($n=10/n=3$). Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa ($p < 0,05$).

Fonte: Própria autoria.

O fato da formulação SFR produzir filmes mais espessos, em comparação com filmes controle, pode ser atribuído principalmente ao aumento do teor de sólidos em soluções formadoras contendo emulsão, levando à filmes secos com diferentes valores de espessura após o processo de evaporação da água durante a secagem. Lorevice et al. (2016) observaram o mesmo padrão na variação da espessura de filmes à base de pectina sem ($25,80 \pm 7,99 \mu\text{m}$) e com ($36,55 \pm 2,19 \mu\text{m}$) a adição de nanopartículas de quitosana.

Ainda é possível observar, através das micrografias realizadas por microscopia eletrônica de varredura (Figura 25), áreas de porosidade nos filmes SFR, fato que, segundo Zuo et al. (2017), tem relação direta com maiores valores de espessura nos filmes.

Durante as análises de umidade, Nisar et al. (2018) observaram comportamento similar em filmes de pectina quando há incorporação de óleo essencial de cravo, e elucidaram que a mudança na umidade dos filmes com a adição de óleo essencial se dá devido à interação dos componentes do óleo com os grupos hidroxila da matriz filmogênica, o que pode limitar a interação dos grupos hidroxila com as moléculas de água devido à sua menor disponibilidade, levando conseqüentemente à formação de um filme mais resistente à água.

5.4.9. Propriedades mecânicas do ensaio de tração uniaxial

A resistência à tração é o principal indicativo da resistência mecânica de filmes e revestimentos, e pode ser atribuída à coesão entre a matriz das cadeias poliméricas. O alongamento na ruptura é uma medida da plasticidade do filme, ou seja, sua capacidade de esticar (em comparação com a dimensão original) antes do rompimento. O módulo de Young ou módulo elástico, por sua vez, é a razão entre a tensão aplicada sobre a deformação elástica sofrida, estando relacionado diretamente com a rigidez do material (CUQ et al., 1995).

Quando os filmes são submetidos a um estresse mecânico, as redes poliméricas absorvem energia de diferentes maneiras. Parte dessa energia é absorvida pelo alongamento das ligações, que permite o alinhamento das cadeias polissacarídicas sem quebras. A outra parte da energia absorvida é evidenciada pela quebra das interações secundárias (intermoleculares) entre as cadeias poliméricas (LOREVICE et al., 2016).

A resistência mecânica de filmes à base de pectinas de baixo teor de metoxilação, como no caso deste trabalho, tende a ser superior quando comparado à pectinas com maiores graus de metoxilação, o que, segundo Moreira et al. (2013), pode ser atribuído à maior ocorrência de grupos polares na pectina de baixa metoxilação, possivelmente levando a um maior volume de pontes de hidrogênio e, portanto, a formação de uma rede mais compacta.

Quando um ou mais componentes são agregados à solução polimérica, as interações intermoleculares das cadeias são alteradas: a exemplo tanto da adição de nanopartículas de quitosana à matriz biopolimérica, que, espalhadas entre as cadeias adjacentes, fortaleceram as interações intermoleculares, diminuindo a mobilidade da cadeia e, assim, produzindo filmes mais resistentes (LOREVICE et al., 2016); quanto da incorporação de óleo essencial à solução de pectina através de uma emulsão, que provocou descontinuidades estruturais induzidas pela fase oleosa, diminuindo consideravelmente a resistência à tração enquanto realçava a ductilidade do filme (JAHROMI; NIAKOUSARI; GOLMAKANI, 2022).

A incorporação do óleo essencial de laranja via emulsão provocou uma diminuição da resistência mecânica (τ_R), de $15,61 \pm 2,26$ MPa para $11,60 \pm 1,26$ MPa, e do módulo elástico (ME) dos filmes, de $4,10 \pm 0,53$ MPa para $1,14 \pm 0,24$ MPa, ao mesmo tempo que aumentou expressivamente a alongação (ϵ_R), de $6,80 \pm 1,67\%$ para $32,08 \pm 3,67\%$, como explicitado na Tabela 13.

O efeito plastificante do óleo de soja, presente na fase lipídica da emulsão, foi possivelmente o responsável por esse comportamento, tornando os filmes mais flexíveis e consequentemente menos rígidos (RAMOS et al., 2012).

Tabela 13 – Dados do ensaio de tração uniaxial dos filmes PEC e SFR

Revestimento	τ_R (MPa)	ϵ_R (%)	ME (MPa)
PEC	$15,61 \pm 2,26^a$	$6,80 \pm 1,67^b$	$4,10 \pm 0,53^a$
SFR	$11,60 \pm 1,26^b$	$32,08 \pm 3,67^a$	$1,14 \pm 0,24^b$

Média \pm desvio padrão (n=10). Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa ($p < 0,05$).

Fonte: Própria autoria.

Analogamente aos resultados obtidos nessa dissertação, Hosseini et al. (2016), Zúñiga et al. (2012) e Han e Gennadios (2014) relataram que a adição de óleo essencial à formulação reduziu a resistência mecânica dos filmes desenvolvidos, levando a uma diminuição das forças de coesão dentro da estrutura.

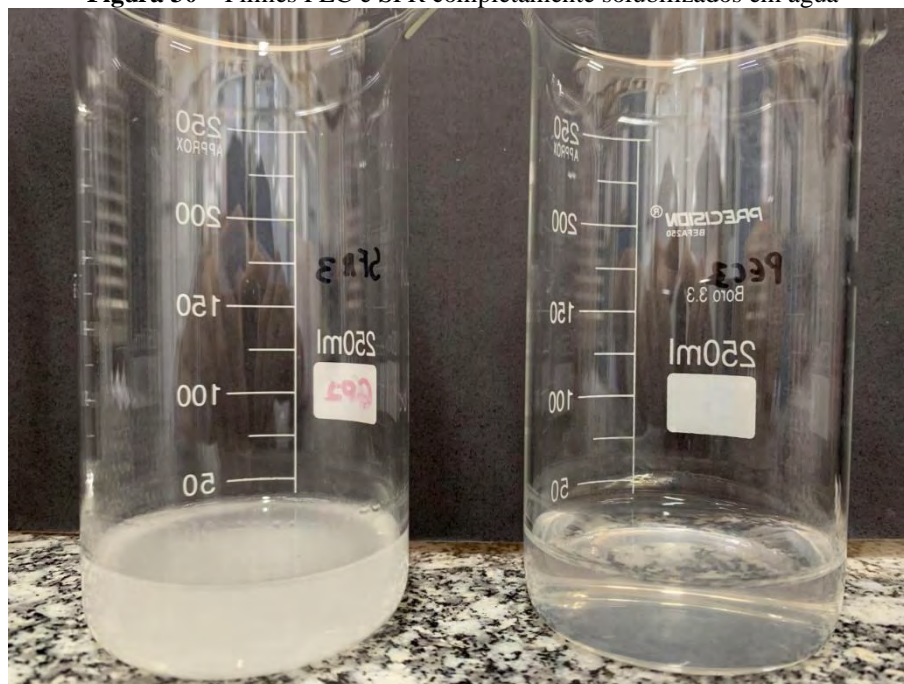
5.4.10. Solubilidade em água

Foi averiguado que tanto o filme PEC quanto o filme SFR são totalmente solúveis em água, como demonstrado pela Figura 30, majoritariamente pelo fato de ambos possuírem como matriz biopolimérica a pectina.

Batista (2004) enfatiza que o caráter altamente higroscópico da pectina pode dificultar sua aplicação individual como matriz em filmes e revestimentos. Como alternativa para

contornar a alta solubilidade, é possível utilizar outro biopolímero com característica hidrofóbica, em uma blenda.

Figura 30 – Filmes PEC e SFR completamente solubilizados em água



Fonte: Própria autoria.

5.4.11. Permeabilidade ao vapor de água

Particularmente para o objetivo dos revestimentos, conhecer a permeabilidade ao vapor de água é de extrema importância, pois o controle da taxa de respiração e transpiração das frutas é um dos principais fatores atrelados ao prolongamento da vida de prateleira.

A permeabilidade ao vapor de água teve aumento nos filmes com emulsão incorporada (SFR), passando de um valor de $0,37 \pm 0,01$ g.mm/m².h.kPa dos filmes controle para uma média de $0,49 \pm 0,03$ g.mm/m².h.kPa dos filmes ativos.

Tal aumento possivelmente está vinculado ao caráter altamente hidrofílico do emulsificante utilizado na formulação da emulsão incorporada aos revestimentos SFR, que influencia na polaridade da matriz polimérica e eleva a quantidade de água adsorvida na superfície (PHAN THE et al., 2009); juntamente com as maiores áreas de imperfeição (bolhas e poros) identificadas nas micrografias (Figura 25), que acabam facilitando a passagem do vapor de água, mesmo que a espessura do revestimento seja maior.

Com a incorporação de óleo essencial de *Zataria multiflora* em uma concentração de 8% m/m gelatina, Kavooosi et al. (2014) obtiveram um aumento significativo da permeabilidade ao vapor de água de filmes à base de gelatina bovina, de $0,22 \pm 0,014$ g.mm/kPa.m².h para

$0,31 \pm 0,026$ g.mm/kPa.m².h, em conformidade com os resultados obtidos para a formulação à base de pectina.

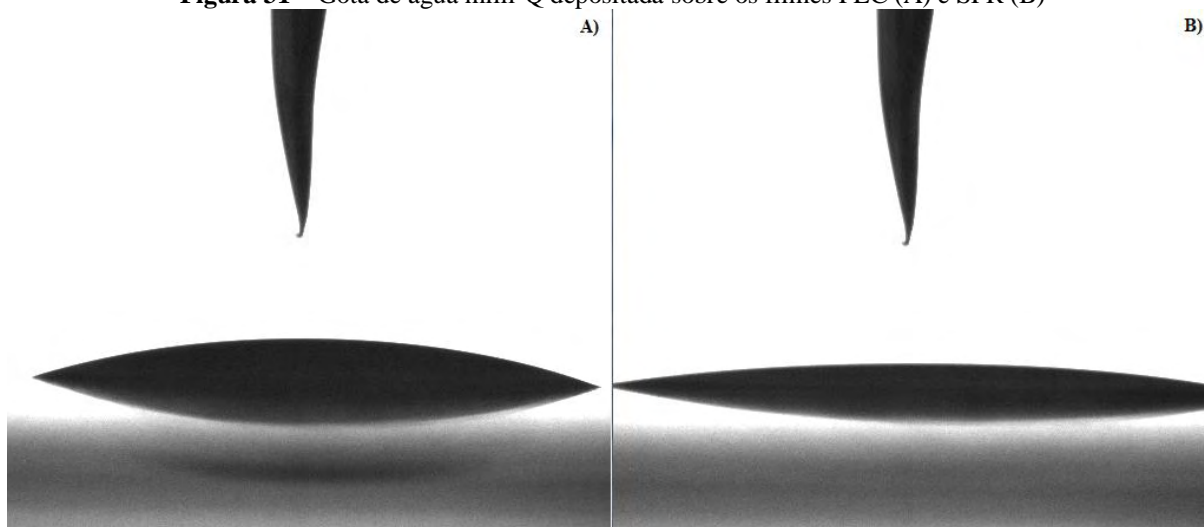
5.4.12. Hidrofobicidade dos filmes

Devido à matriz biopolimérica fortemente hidrofílica, fruto da presença de uma alta quantidade de ligações éter e grupos hidroxila livres, os valores de ângulo de contato obtidos foram, de uma maneira geral, baixos (Figura 31). Os filmes PEC ($16,40 \pm 1,67^\circ$) mostraram comportamento mais hidrofóbico em relação aos filmes SFR ($9,94 \pm 1,53^\circ$).

Era esperado que, com a adição do óleo essencial, componente de caráter hidrofóbico, o valor do ângulo de contato aumentasse. Contudo, os dados obtidos mostraram comportamento contrário, que pode ser explicado pela presença do emulsificante Tween® 80 apenas na formulação do revestimento SFR.

Mesmo utilizando em menor concentração na formulação, Younis e Zhao (2019) compararam os valores do ângulo de contato da água sobre a superfície de filmes de pectina (1,5%), quitosana (1,5%) e uma blenda entre os dois, identificando os menores valores justamente para os filmes à base de pectina ($31,69 \pm 0,72^\circ$).

Figura 31 – Gota de água milli-Q depositada sobre os filmes PEC (A) e SFR (B)



Fonte: Própria autoria.

Analisando os resultados obtidos neste trabalho, pode-se traçar um paralelo entre a permeabilidade ao vapor de água e a hidrofobicidade dos filmes, onde quanto maior são os ângulos de contato obtidos, menor será a permeabilidade. Uma possível justificativa para esse comportamento associado parte do pressuposto de que, com uma capacidade de espalhamento maior na superfície do filme SFR, as gotículas de água contidas no vapor são mais facilmente absorvidas entre as faces do filme. É sugerido um estudo mais aprofundado e com um número

maior de variáveis para identificar as eventuais causas desse padrão de comportamento, pois até o momento da conclusão do presente trabalho não foram encontrados dados na literatura para potenciais fundamentações.

5.5. AVALIAÇÃO DO EFEITO DO REVESTIMENTO NO MAMÃO PAPAIA

Todas as frutas selecionadas para as avaliações das mudanças físicas e químicas enquadravam-se na escala 1 de notas de cor para identificação do estágio de amadurecimento, de acordo com classificação proposta por Ritzinger e Souza (2000), vide Tabela 4.

5.5.1. Mudanças físicas

5.5.1.1. Perda de massa

As frutas sem nenhum revestimento apresentaram uma maior perda de massa fresca ao fim da avaliação (Tabela 14), provavelmente justificada pela ausência do efeito de barreira da cobertura, que controla a taxa de transpiração e consequente perda de umidade para o ambiente externo.

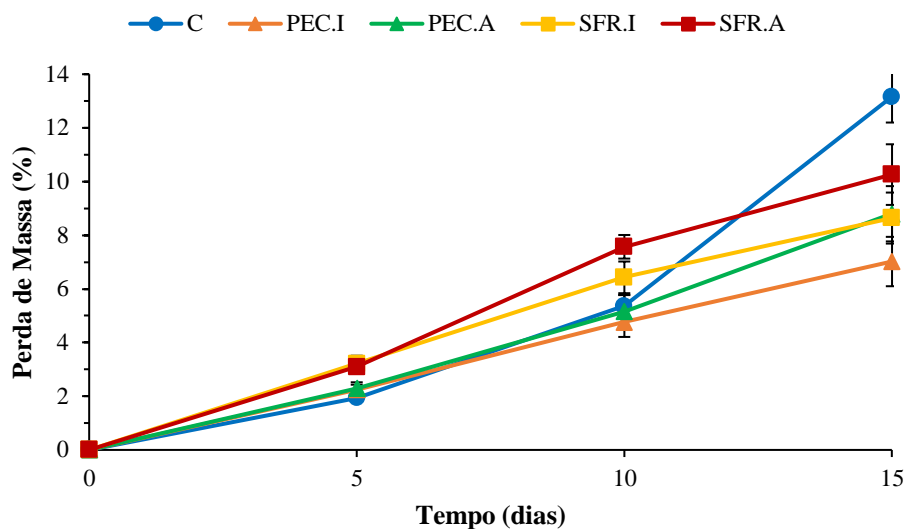
Tabela 14 – Perda de massa (%) das frutas durante o período de avaliação

Tempo (dias)	Perda de Massa (%)				
	C	PEC.I	PEC.A	SFR.I	SFR.A
0	0,00 ± 0,00 ^a	0,00 ± 0,00 ^a	0,00 ± 0,00 ^a	0,00 ± 0,00 ^a	0,00 ± 0,00 ^a
5	1,94 ± 0,11 ^b	2,25 ± 0,18 ^b	2,30 ± 0,22 ^b	3,21 ± 0,30 ^a	3,09 ± 0,24 ^a
10	5,36 ± 0,42 ^c	4,76 ± 0,55 ^c	5,16 ± 0,61 ^c	6,43 ± 0,59 ^b	7,57 ± 0,44 ^a
15	13,16 ± 0,96 ^a	7,02 ± 0,92 ^d	8,80 ± 1,03 ^c	8,64 ± 0,95 ^c	10,26 ± 1,13 ^b

Média ± desvio padrão (n=3). Letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferença significativa (p<0,05).

Fonte: Própria autoria.

Entre o décimo e o décimo-quinto dia, observou-se uma diminuição expressiva nos valores de massa fresca das frutas sem revestimento em comparação com as frutas revestidas com as soluções PEC e SFR, como ilustrado na Figura 32.

Figura 32 – Perda de massa fresca das frutas com diferentes tratamentos ao longo do período de avaliação

Fonte: Própria autoria.

Constatou-se que, ao fim do período de avaliação, o revestimento à base de pectina sem ativo emulsionado, aplicado pelo método de imersão, foi o mais eficiente no controle da massa fresca do mamão. A menor permeabilidade ao vapor de água do revestimento PEC demonstravelmente controlou de maneira mais efetiva a transpiração do fruto, fazendo com que houvesse menor transferência de água para o ambiente. Faz-se necessário também citar que o método de imersão pode ter estabelecido uma maior homogeneidade na distribuição da cobertura sobre a superfície da fruta.

Maqbool et al. (2011) também obtiveram êxito no controle da massa fresca do mamão papaia em armazenamento refrigerado, reduzindo em até 19% a perda ao vigésimo oitavo dia, através do recobrimento com revestimentos biopoliméricos incorporados com óleo essencial de capim-limão.

5.5.1.2. Mudança de cor

Na Tabela 15 estão contidos os valores das coordenadas colorimétricas e da diferença total de cor das frutas avaliadas. A mudança na coloração das frutas sem revestimento tornou-se rapidamente evidente, mesmo a partir do quinto dia de avaliação. A análise da coordenada a^* , correspondente às cores verde (<0) e vermelho (>0), permite afirmar que em todos os intervalos de avaliação, a partir do quinto dia, o mamão papaia sem revestimento apresentou sempre valores positivos, indicativo de coloração mais distante do esverdeado.

O revestimento levou a uma manutenção da cor da casca durante os 15 dias de avaliação, preservando a coloração verde na maioria da área superficial das frutas. Por sua vez, as frutas-

controle rapidamente apresentaram mudança na coloração, do verde para o amarelo, indicando maturação, e, por fim, um tom alaranjado, característico da etapa final do estágio de amadurecimento.

Tabela 15 – Valores das coordenadas CIELab e diferença total de cor das frutas ao longo do período de avaliação

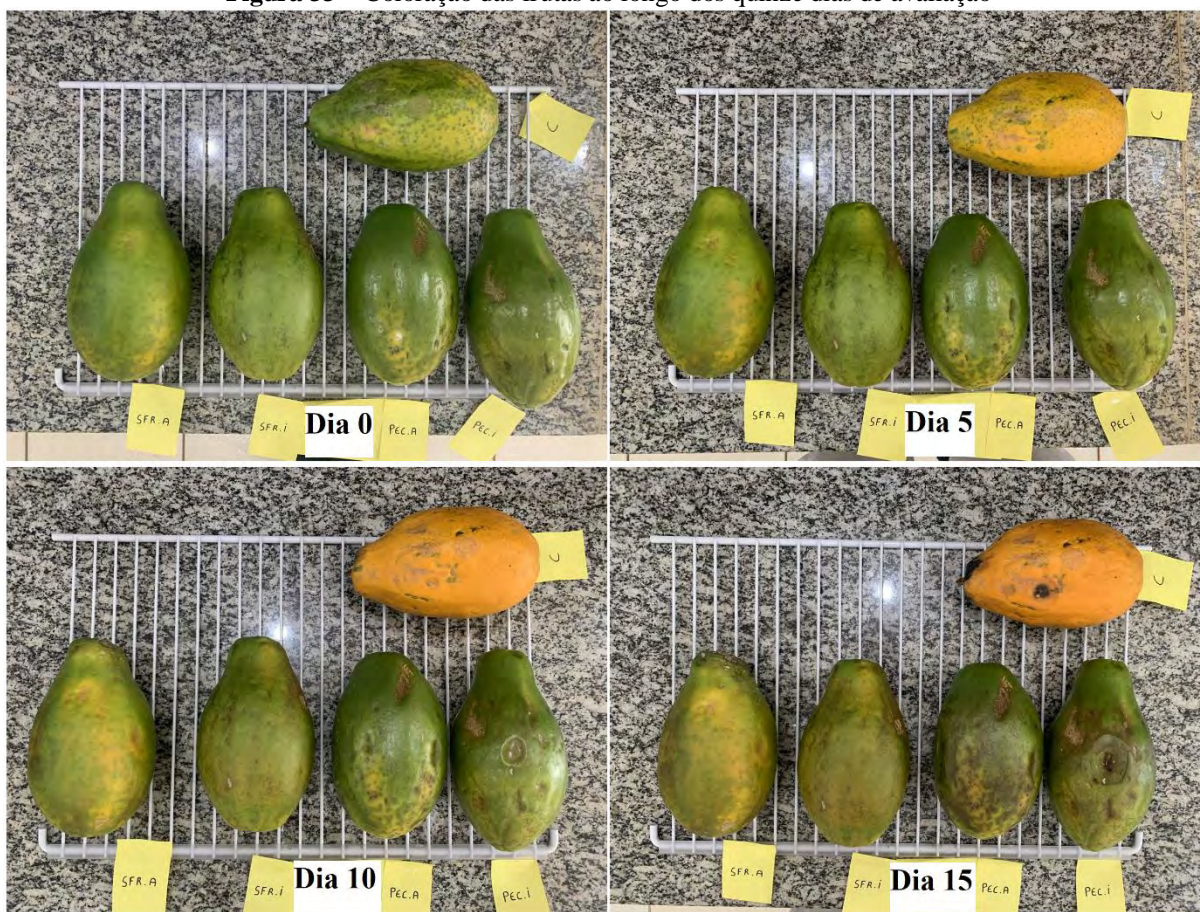
Dia	Tratamento	Coordenadas Colorimétricas			ΔE^*
		L*	a*	b*	
0	C	47,16 ± 1,76 ^a	-7,35 ± 1,91 ^a	39,12 ± 4,13 ^a	0,00 ± 0,00 ^a
	PEC.I	42,64 ± 5,26 ^c	-9,90 ± 1,96 ^b	39,14 ± 5,33 ^a	0,00 ± 0,00 ^a
	PEC.A	42,79 ± 1,66 ^c	-10,58 ± 1,33 ^c	37,27 ± 4,24 ^b	0,00 ± 0,00 ^a
	SFR.I	46,53 ± 2,38 ^a	-8,44 ± 0,70 ^b	38,05 ± 3,79 ^b	0,00 ± 0,00 ^a
	SFR.A	44,44 ± 3,29 ^b	-11,12 ± 1,60 ^c	38,60 ± 1,52 ^b	0,00 ± 0,00 ^a
5	C	60,62 ± 1,45 ^a	12,13 ± 3,83 ^a	59,72 ± 2,40 ^a	31,38 ± 2,21 ^a
	PEC.I	46,94 ± 3,93 ^c	-8,59 ± 2,37 ^c	42,79 ± 5,58 ^b	5,79 ± 0,30 ^b
	PEC.A	45,33 ± 4,23 ^c	-8,65 ± 2,57 ^c	39,93 ± 9,76 ^c	4,15 ± 0,19 ^b
	SFR.I	47,96 ± 2,68 ^c	-7,81 ± 0,64 ^b	38,17 ± 2,27 ^c	1,57 ± 0,25 ^c
	SFR.A	50,03 ± 3,15 ^b	-7,93 ± 2,89 ^b	42,47 ± 1,49 ^b	7,51 ± 0,17 ^b
10	C	62,71 ± 0,68 ^a	22,03 ± 1,67 ^a	62,17 ± 2,50 ^a	40,45 ± 2,03 ^a
	PEC.I	45,84 ± 4,13 ^c	-7,87 ± 2,45 ^c	41,85 ± 5,78 ^b	4,66 ± 0,18 ^b
	PEC.A	42,37 ± 1,90 ^c	-9,86 ± 1,49 ^d	37,20 ± 4,58 ^c	0,84 ± 0,22 ^c
	SFR.I	48,17 ± 2,43 ^b	-5,70 ± 1,86 ^b	37,70 ± 5,04 ^c	3,21 ± 0,10 ^b
	SFR.A	47,66 ± 3,65 ^b	-6,49 ± 1,15 ^b	37,74 ± 3,28 ^c	5,70 ± 0,45 ^b
15	C	61,32 ± 1,50 ^a	26,86 ± 1,21 ^a	59,69 ± 0,92 ^a	42,36 ± 2,34 ^a
	PEC.I	46,44 ± 4,92 ^c	-6,80 ± 2,85 ^c	40,84 ± 6,87 ^b	5,19 ± 0,29 ^c
	PEC.A	45,52 ± 6,95 ^c	-7,08 ± 5,95 ^c	38,33 ± 9,47 ^c	4,56 ± 0,42 ^c
	SFR.I	46,95 ± 1,34 ^c	-3,75 ± 1,35 ^b	36,16 ± 2,09 ^d	5,07 ± 0,16 ^c
	SFR.A	49,29 ± 1,38 ^b	-4,55 ± 4,85 ^b	39,65 ± 1,14 ^b	8,23 ± 0,22 ^b

Média ± desvio padrão (n=3). Letras minúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0,05).

Fonte: Própria autoria.

As frutas tratadas com ambas as formulações do revestimento retardaram o processo de pigmentação alaranjada vívida (Figura 33), indicando redução nos processos de degradação da clorofila e síntese de carotenoides, naturais desse tipo de fruto nos estágios finais de maturação, em decorrência à exposição oxidativa ao ambiente externo (MARTINS et al., 2016).

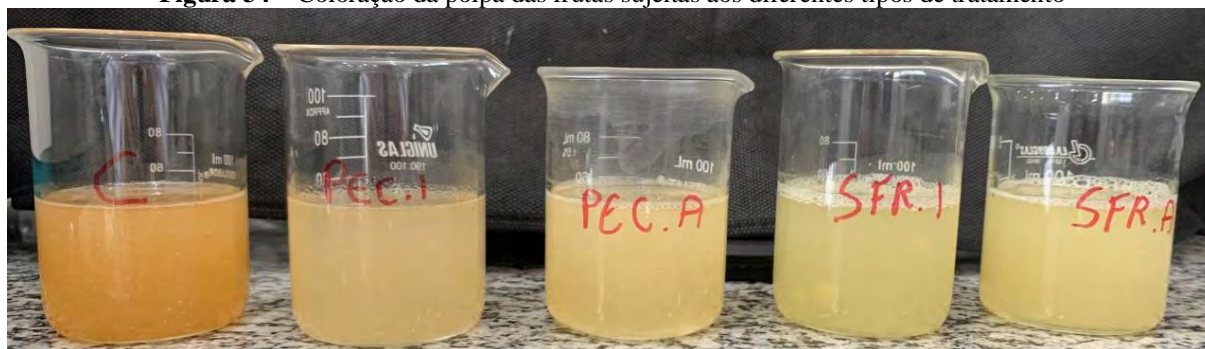
Figura 33 – Coloração das frutas ao longo dos quinze dias de avaliação



Fonte: Própria autoria.

A coloração da polpa das frutas seguiu comportamento parecido, onde o mamão controle já apresentava suco em um tom laranja intenso no décimo dia de avaliação, como indicado na Figura 34.

Figura 34 – Coloração da polpa das frutas sujeitas aos diferentes tipos de tratamento



Fonte: Própria autoria.

Nesse quesito, foi possível constatar que os revestimentos SFR obtiveram os melhores resultados quanto à preservação visual da fruta. Pois além de manter a cor esverdeada da casca, com uma menor presença de áreas escurecidas, também conservou a coloração suave da polpa.

Muito provavelmente, os dois principais fatores responsáveis pelo desempenho mais efetivo dos revestimentos SFR, no que se refere à preservação visual das frutas, foram a maior

capacidade molhável da formulação, comprovada pelos valores de coeficiente de espalhamento próximos a zero, além do fator antimicrobiano proveniente do óleo essencial de laranja.

5.5.1.3. Firmeza da casca

O revestimento manteve a firmeza da casca ao longo do período de avaliação, sendo que ao décimo-quinze dia as frutas-controle apresentavam superfície flácida, necessitando apenas de uma baixa força de perfuração, como indicado na Tabela 16. O revestimento PEC, aplicado pelo método de aspersão, obteve os melhores resultados na manutenção da firmeza da casca, com uma redução de apenas 24% da força necessária para perfuração entre a primeira e a última avaliação, contra 92% das frutas-controle.

A firmeza da casca do mamão papaia está diretamente relacionada com o estágio de amadurecimento do mesmo. Frutos com uma maior firmeza correspondem a um mamão menos maduro, além de proteger a fruta contra ocasionais danos mecânicos e refletir em uma maior aceitação do público no momento da compra (TABASSUM; KHAN, 2020).

Tabela 16 – Força necessária para perfurar a casca das frutas no primeiro e último dia de avaliação

Tempo (Dias)	Tratamento				
	C	PEC.I	PEC.A	SFR.I	SFR.A
0	35,47 ± 4,82 ^{b,A}	31,18 ± 3,51 ^{c,A}	37,10 ± 3,40 ^{a,A}	38,35 ± 5,66 ^{a,A}	37,08 ± 3,38 ^{a,A}
15	2,83 ± 0,27 ^{c,B}	12,54 ± 0,75 ^{b,B}	28,17 ± 4,15 ^{a,B}	11,77 ± 1,07 ^{b,B}	10,23 ± 0,50 ^{b,B}

Média ± desvio padrão (n=3). Letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferença significativa (p<0,05). Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa (p<0,05).

Fonte: Própria autoria.

Segundo Braga et al. (2020), cujo estudo de mamões recobertos com revestimentos à base de quitosana e óleo essencial de hortelã resultou em dados similares, a redução na perda de firmeza no mamão revestido com PEC ou SFR pode ser resultado da diminuição da atividade enzimática na fruta, como consequência da redução da produção endógena de etileno e da taxa respiratória.

O vínculo entre os resultados obtidos nas avaliações da perda de massa e firmeza da casca com a capacidade de barreira à luz visível/ultravioleta dos revestimentos, indicados pela baixa transmitância aos raios ultravioleta em ambas as formulações desenvolvidas, confirma o efeito benéfico de proteção das películas sobre o mamão. Tanto o amolecimento da superfície do fruto quanto a mudança rápida de coloração são evidências da ação da luz ultravioleta sobre a fruta, o que de acordo com Aziz e Salama (2022), são efeitos perigosos ocasionados pela

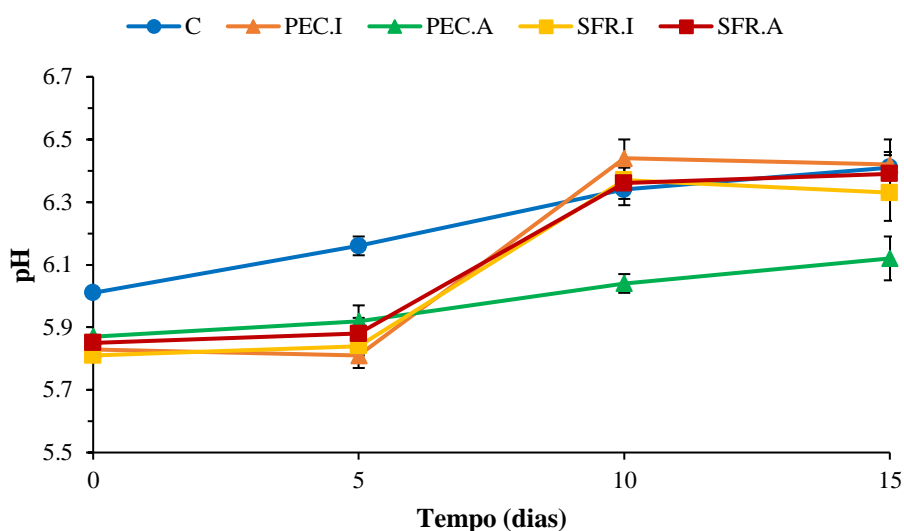
incidência desses raios nos alimentos, levando à produção de radicais livres que geram danos aos nutrientes presentes no fruto.

5.5.2. Mudanças químicas

5.5.2.1. pH

Os revestimentos mantiveram a acidez da polpa do mamão papaia estável até o quinto dia de avaliação, onde, a partir desse período, houve diminuição da acidez das frutas sujeitas aos diferentes tipos de tratamento (Figura 35). Ao décimo-quinto dia de avaliação, a fruta-controle apresentou pH de $6,41 \pm 0,04$; enquanto as frutas revestidas apresentaram valores de $6,42 \pm 0,08$ (PEC.I), $6,12 \pm 0,07$ (PEC.A), $6,33 \pm 0,09$ (SFR.I) e $6,39 \pm 0,07$ (SFR.A).

Figura 35 – Mudança do pH da polpa das frutas sujeitas à diferentes tratamentos ao longo do período de avaliação



Fonte: Própria autoria.

Quando analisados os valores de pH com o decorrer do tempo estatisticamente entre si, apenas as frutas recobertas com o revestimento à base de pectina, sem ativo emulsionado, e aplicada por aspersão (PEC.A) demonstraram um controle significativo do pH da polpa durante todo o período de armazenamento. Hipoteticamente, não há explicação lógica para justificar esse comportamento, necessitando de um estudo específico mais aprofundado.

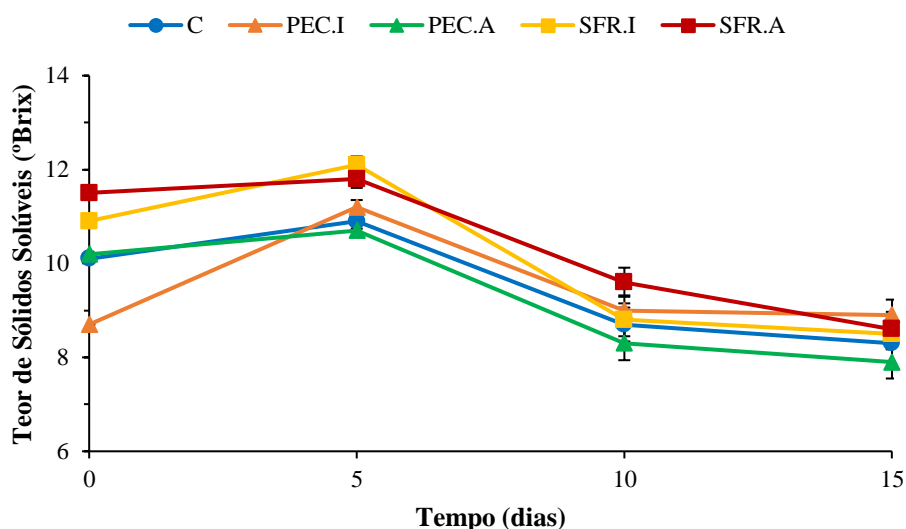
Vieira et al. (2020) obtiveram padrão semelhante nos resultados da análise de pH do mamão papaia revestido, obtendo diferença significativa apenas na comparação entre diferentes dias de armazenamento e não entre valores de diferentes frutas tratadas. Com o avanço do processo de maturação, é natural que o pH das frutas climatéricas aumente, pois, segundo

Kelebek et al. (2015), esse comportamento está diretamente associado à conversão de ácidos orgânicos em glicose.

5.5.2.2. Sólidos solúveis totais

O teor de sólidos solúveis do mamão papaia variou de 8,0 °Brix a 12,0 °Brix, em média. Houve uma tendência de aumento desse parâmetro após cinco dias de armazenamento. Na Figura 36 pode-se observar que o teor de sólidos solúveis da polpa do mamão diminuiu com o tempo de armazenamento e que, ao final de 15 dias, não foi possível observar diferença significativa nesse parâmetro em função dos tratamentos. Esse resultado corrobora o de Osorio et al. (2021).

Figura 36 – Teor de sólidos solúveis totais da polpa das frutas ao longo do período de avaliação



Fonte: Própria autoria.

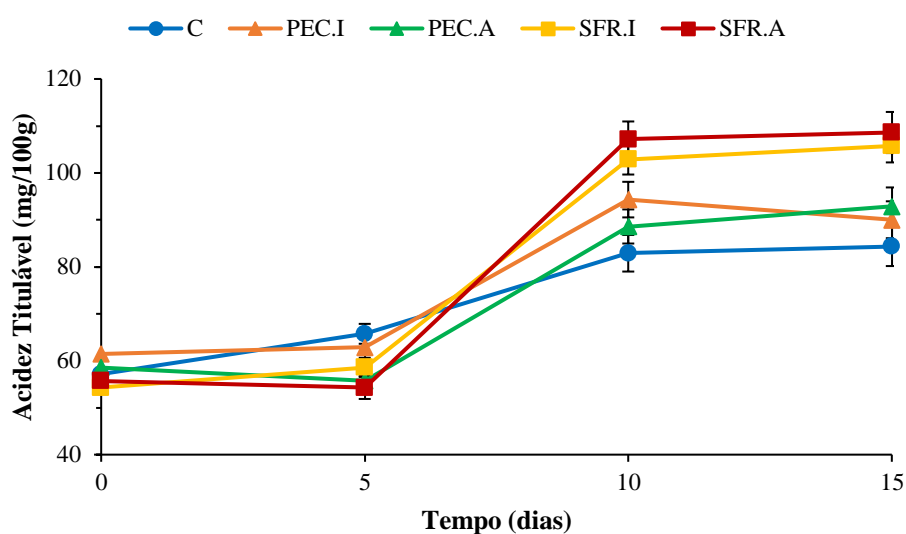
As frutas sujeitas aos tratamentos testados tiveram um comportamento decrescente em relação ao teor de sólidos solúveis totais a partir do quinto dia (Figura 36), indicando uma redução da taxa metabólica dos mamões papaia armazenados. De acordo com Vieira et al. (2020), tal redução acaba por retardar o processo de decomposição dos carboidratos presentes nos frutos, principalmente a conversão do amido em açúcares solúveis por meio de hidrólise.

5.5.2.3. Acidez titulável

Os dados acerca da variação da acidez titulável das frutas ao longo do período de avaliação estão contidos na Figura 37. Até o quinto dia os revestimentos atenuaram o aumento da acidez titulável da polpa das frutas, porém, a partir do décimo dia de avaliação observou-se

um aumento significativo da acidez titulável nas frutas revestidas. Na avaliação do quinto dia, os valores obtidos foram $65,73 \pm 2,12$ mg para o tratamento C, $62,87 \pm 2,66$ mg para o tratamento PEC.I, $55,73 \pm 2,71$ mg para o tratamento PEC.A, $58,59 \pm 2,04$ mg para o tratamento SFR.I e $54,30 \pm 2,44$ mg para o tratamento SFR.A, para cada 100 g de polpa analisada. Na avaliação do décimo-quinto dia, os valores obtidos foram $84,31 \pm 4,15$ mg para o tratamento C, $90,02 \pm 3,93$ mg para o tratamento PEC.I, $92,88 \pm 4,02$ mg para o tratamento PEC.A, $105,74 \pm 3,51$ mg para o tratamento SFR.I e $108,60 \pm 4,38$ mg para o tratamento SFR.A, para cada 100 g de polpa analisada.

Figura 37 – Acidez titulável da polpa das frutas ao longo do período de avaliação



Fonte: Própria autoria.

De maneira geral, as frutas perdem a acidez durante a maturação, mas em alguns casos, como nas frutas com os tratamentos SFR.I e SFR.A, pode ocorrer o processo inverso, o que poderia justificar as variações no pH de ambos os casos (MENDY et al., 2019).

Durante o período de armazenamento das frutas climatéricas, após o estágio de colheita, os ácidos orgânicos presentes na polpa, a exemplo do ácido galacturônico, são utilizados como substratos em um processo de síntese proveniente da degradação da parede celular, o que acaba por diminuir sua concentração (FERNANDES et al., 2010). Logo, constatou-se que, a partir do quinto dia de avaliação, as frutas revestidas com as diferentes formulações tiveram um impacto positivo no controle da taxa de respiração dos mamões papaia, com destaque para o revestimento SFR aplicado tanto pelo método de imersão, quanto pelo método de aspensão.

Os resultados encontrados estão em concordância com Vieira et al. (2020), que, para todos os tratamentos estudados, observaram aumento significativo da acidez titulável ao longo dos quatorze dias de armazenamento.

6. CONCLUSÕES

A emulsão com óleo essencial de laranja (componente ativo) apresentou estabilidade suficiente para possibilitar sua incorporação na solução formadora de revestimento à base de pectina. Diante de atividades experimentais e levando em consideração o limite de operação dos equipamentos disponíveis, a concentração ótima de pectina estabelecida na formulação foi de 4%.

A caracterização das propriedades reológicas das soluções formadoras de revestimento permitiu conhecer as temperaturas de transição SOL-GEL e GEL-SOL, os valores de viscosidade, bem como parametrizar o comportamento das diferentes formulações baseando-se em modelos reológicos conhecidos, possibilitando uma previsão da atuação do revestimento em contato com o alimento.

Com a caracterização das propriedades de superfície, pôde-se compreender em alto grau a capacidade molhável das soluções em contato com o alimento estudado, além de comensurar o impacto da incorporação da emulsão nos valores de tensão superficial e coeficiente de espalhamento dos revestimentos.

As micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura e microscopia de força atômica possibilitaram constatar que a incorporação da emulsão ocasionou um aumento na rugosidade superficial dos revestimentos, bem como um aumento na espessura média, fruto do aumento da porosidade devido à interação óleo-polímero. Os revestimentos com ativo incorporado apresentaram menor brilho, maior barreira à luz ultravioleta/visível, maior capacidade de alongação até a ruptura e maior permeabilidade ao vapor de água.

Através de avaliações físico-químicas, foi possível determinar o efeito dos revestimentos na vida de prateleira das frutas. Os mamões papaia com ambas as formulações de revestimento desenvolvidas apresentaram maior firmeza ao décimo-quinto dia de armazenamento, além de uma coloração majoritariamente esverdeada, fato que indica conservação no processo de maturação do fruto. A porcentagem de perda de massa fresca nos mamões papaia não revestidos foram maiores, consequência do controle da taxa respiratória/transpiratória das frutas. A influência dos revestimentos no ciclo de vida também refletiu nas características químicas das frutas, cujos valores de pH e de acidez titulável configuraram prolongamento da vida-útil em comparação com os frutos sem tratamento.

De modo geral, não foi identificado impacto significativo dos métodos de aplicação propostos no desempenho dos revestimentos, visto que para cada análise realizada um método diferente obteve melhor resultado. O mesmo ocorreu para ambas as formulações do

revestimento, a exemplo da PEC, que obteve melhores resultados no controle do pH da polpa, enquanto a SFR obteve melhor desempenho na conservação visual das frutas.

7. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Visando o enriquecimento e uma possível continuidade do trabalho apresentado, os seguintes tópicos são sugeridos:

- Investigar novos processos de reticulação da pectina para posterior formação de filmes e revestimentos;
- Utilizar reagentes indicadores de cor na formulação dos revestimentos para análise de homogeneidade da cobertura sobre a fruta;
- Analisar a permeabilidade ao oxigênio dos revestimentos com o intuito de averiguar seu impacto na taxa de respiração dos frutos;
- Avaliar a atividade antimicrobiana dos revestimentos;
- Aplicar metodologia de análise sensorial das frutas recobertas.

8. REFERÊNCIAS

ABEBE, Z.; TOLA, Y. B.; MOHAMMED, A. Effects of edible coating materials and stages of maturity at harvest on storage life and quality of tomato (*Lycopersicon Esculentum* Mill.) fruits. **African Journal of Agricultural Research**, v. 12, p. 550-565, 2017.

ACEVEDO-FANI, A.; SALVIA-TRUJILLO, L.; ROJAS-GRAÜ, M. A.; MARTÍN-BELLOSO, O. Edible films from essential-oil-loaded nanoemulsions: Physicochemical characterization and antimicrobial properties. **Food Hydrocolloids**, v. 47, p. 168-177, 2015.

ALEXANDRE, E. M. C.; LOURENÇO, R. V.; BITTANTE, A. M. Q. B.; MORAES, I. C. F.; SOBRAL, P. J. A. Gelatin-based films reinforced with montmorillonite and activated with nanoemulsion of ginger essential oil for food packaging applications. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 10, p. 87-96, 2016.

AMARANTE, C.; BANKS, N. H. Postharvest physiology and quality of coated fruits and vegetables. **Horticultural Reviews**, v. 26, p. 161-238, 2001.

ANDRADE, R.; SKURTYYS, O.; OSORIO, F.; ZULUAGA, R.; GAÑÁN, P.; CASTRO, C. Wettability of gelatin coating formulations containing cellulose nanofibers on banana and eggplant epicarps. **LWT - Food Science and Technology**, v. 58, n. 1, p. 158-165, 2014.

AOAC. **Official Methods of Analysis**. Association of Official Analytical Chemists, Gaithersburg: Patricia Cunniff, 1997.

ARAÚJO, J. M. S.; DE SIQUEIRA, A. C. P.; BLANK, A. F.; NARAIN, N.; SANTANA, L. C. L. A. A cassava starch-chitosan edible coating enriched with *Lippia sidoides* cham. essential oil and pomegranate peel extract for preservation of italian tomatoes (*Lycopersicon esculentum* mill.) stored at room temperature. **Food and Bioprocess Technology**, v. 11, p. 1750-1760, 2018.

ASTM D2244-02. **Standard Practice for Calculation of Color Tolerances and Color Differences from Instrumentally Measured Color Coordinates**. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2002.

ASTM E96-00. **Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials**. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2000.

AVRAMESCU, S. M.; BUTEAN, C.; POPA, C. V.; ORTAN, A.; MORARU, I.; TEMOCICO, G. Edible and functionalized films/coatings: Performances and perspectives. **Coatings**, v. 10, p. 1-45, 2020.

AZEREDO, H. M. C. Películas comestíveis em frutas conservadas por métodos combinados: potencial da aplicação. **Boletim do Centro de Pesquisa e Processamento de Alimentos**, v. 21, n. 2, p. 267-278, 2003.

AZIZ, M. S. A.; SALAMA, H. E. Development of alginate-based edible coatings of optimized UV-barrier properties by response surface methodology for food packaging applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 212, p. 294-302, 2022.

BALDWIN, E. A.; HAGENMAIER, R.; BAI, J. **Edible Coatings and Films to Improve Food Quality**. 2 ed. New York: CRC Press, 2012.

BATISTA, J. A. **Desenvolvimento, caracterização e aplicações de biofilmes a base de pectina, gelatina e ácidos graxos em bananas e sementes de brócolos**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, 2004.

BEHBAHANI, B. A.; NOSHAD, M.; JOOYANDEH, H. Improving oxidative and microbial stability of beef using Shahri Balangu seed mucilage loaded with Cumin essential oil as a bioactive edible coating. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 24, 2020.

BERGO, P.; MORAES, I. C. F.; SOBRAL, P. J. A. Effects of moisture and content on structural and dielectric properties of cassava starch films. **Starch**, v. 64, p. 835-839. 2012.

BERGO, P.; SOBRAL, P. J. A.; GUEVARA, V. C. I.; VADALA, A. C. S. Semi crystalline behaviour of cassava starch films plasticized with glycerol. **Materials Science Forum**, v. 636-637, p. 745-752, 2010.

BESINELA, E.; MONARIM, M. M. S.; CAMARGO, M.; MAHL, C. R. A.; SIMÕES, M. R.; SILVA, C. F. Efeito de diferentes biopolímeros no revestimento de mamão (*Carica papaya* L.) minimamente processado. **Varia Scientia Agrárias**, v. 1, n. 1, p. 131-142, 2010.

BOBBIO, F. O.; BOBBIO, P. A. **Introdução à química de alimentos**. 2 ed. São Paulo: Varela, 1989. 223 p.

BONILLA, J.; POLONI, T.; LOURENÇO, R. V.; SOBRAL, P. J. A. Antioxidant potential of eugenol and ginger essential oils with gelatin/chitosan films. **Food Bioscience**, v. 23, p. 107-114, 2018.

BONILLA, J.; SOBRAL, P. J. A. Investigation of the physicochemical, antimicrobial and antioxidant properties of gelatin-chitosan edible film mixed with plant ethanolic extracts. **Food Bioscience**, v. 16, p. 17-25, 2016.

BRAGA, S. P.; MAGNANI, M.; MADRUGA, M. S.; GALVÃO, M. S.; MEDEIROS, L. L.; BATISTA, A. U. D.; DIAS, R. T. A.; FERNANDES, L. R.; MEDEIROS, E. S.; SOUZA, E. L. Characterization of edible coatings formulated with chitosan and Mentha essential oils and their use to preserve papaya (*Carica papaya* L.). **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 65, 2020.

BRECEDA-HERNANDEZ, T. G.; MARTÍNEZ-RUIZ, N. R.; SERNA-GUERRA, L.; HERNÁNDEZ-CARRILLO, J. G. Effect of a pectin edible coating obtained from orange peels with lemon essential oil on the shelf life of table grapes (*Vitis vinifera* L. var. Red Globe). **International Food Research Journal**, v. 27, n. 3, p. 585-596, 2020.

BURAPAPADH, K.; KUMPUGDEE-VOLLRATH, M.; CHANTASART, D.; SRIAMORNSAK, P. Fabrication of pectin-based nanoemulsions loaded with itraconazole for pharmaceutical application. **Carbohydrate Polymers**, v. 82, p. 384-393, 2010.

BUSSCHER, H. J. et al. The effect of surface roughening of polymers on measured contact angles of liquids. **Colloids and Surfaces**, v. 9, n. 4, p. 319-331, 1984.

CABELLO, S. D. P.; TAKARA, E. A.; MARCHESI, J.; OCHOA, N. A. Influence of plasticizers in pectin films: Microstructural changes. **Materials Chemistry and Physics**, v. 162, p. 491-497, 2015.

CANTERI, M. H. G.; MORENO, L.; WOSIACKI, G.; SCHEER, A. P. Pectina: da matéria-prima ao produto final. **Polímeros**, v. 22, n. 2, p. 149-157, 2012.

CASARIEGO, A.; SOUZA, B. W. S.; VICENTE, A. A.; TEIXEIRA, J. A.; CRUZ, L.; DÍAZ, R. Chitosan coating surface properties as affected by plasticizer, surfactant and polymer concentrations in relation to the surface properties of tomato and carrot. **Food Hydrocolloids**, v. 22, n. 8, p. 1452-1459, 2008.

CERQUEIRA, M.A., LIMA, Á.M., TEIXEIRA, J.A., MOREIRA, R.A., VICENTE, A.A. Suitability of novel galactomannans as edible coatings for tropical fruits. **Journal of Food Engineering**, v. 94, n. 3-4, p. 372-378, 2009.

CHAICHI, M.; HASHEMI, M.; BADI, F.; MOHAMMADI, A. Preparation and characterization of a novel bionanocomposite edible film based on pectin and crystalline nanocellulose. **Carbohydrate Polymers**, v. 157, p. 167-175, 2017.

CHAN, S. Y.; CHOO, W. S.; YOUNG, D. J.; LOH, X. J. Pectin as a rheology modifier: Origin, structure, commercial production and rheology. **Carbohydrate Polymers**, v. 161, p. 118-139, 2017.

CHASSAING, B.; KOREN, O.; GOODRICH, J.; POOLE, A.; SRINIVASAN, S.; LEY, R. E.; GEWIRTZ, A. T. Dietary emulsifiers impact the mouse gut microbiota promoting colitis and metabolic syndrome. **Nature**, v. 519, p. 92-96, 2015.

CHIUMARELLI, M.; HUBINGER, M. D. Evaluation of edible films and coatings formulated with cassava starch, glycerol, carnauba wax and stearic acid. **Food Hydrocolloids**, v. 38, p. 20-27, 2014.

CHOI, W. Y.; PARK, H. J.; AHN, D. J.; LEE, J.; LEE, C. Y. Wettability of chitosan coating solution on fuji apple skin. **Journal of Food Science**, v. 67, n. 7, p. 2668-2672, 2002.

CODEX STAN 183. **Codex Standard for Papaya**. Codex Alimentarius, p. 1-4, 1993.

CUQ, B.; GONTARD, N.; GUILBERT, S. Edible films and coatings as active layers. **Active Food Packaging**, p. 111-142, 1995.

DAMMAK, I.; SOBRAL, P. J. A. Formulation and stability characterization of rutin-loaded oil-in-water emulsions. **Food Bioprocess Technology**, v. 10, p. 926-939, 2017.

EÇA, K. S.; MACHADO, M. T. C.; HUBINGER, M. D.; MENEGALLI, F. C. Development of active films from pectin and fruit extracts: Light protection, antioxidant capacity and compounds stability. **Journal of Food Science**, v. 80, n. 11, p. 2389-2396, 2015.

ELEY, R. R. Applied rheology and architectural coating performance. **Journal of Coatings Technology and Research**, v. 16, p. 263-305, 2019.

EMBRAPA. **A cultura do mamão**. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2009. 119 p.

FAO GLOBAL STATISTICAL YEARBOOK; FAO REGIONAL STATISTICAL YEARBOOKS. **Annual papaya production quantity**, 2019. Disponível em: <<http://www.fao.org/faostat>>. Acesso em: 10 mar. 2021.

FARRIS, S.; INTROZZI, L.; BIAGIONI, P.; HOLZ, T.; SCHIRALDI, A.; PIERGIOVANNI, L. Wetting of biopolymer coatings: Contact angle kinetics and image analysis investigation. **Langmuir**, v. 27, n. 12, p. 7563-7574, 2011.

FERNANDES, P. L. O.; AROUCHA, E. M. M.; SOUZA, P. A.; ELLEN, A.; SOUSA, D. Qualidade de mamão Formosa produzido no RN e armazenado sob atmosfera passiva. **Revista Ciência Agrônômica**, v. 41, n. 4, p. 599-604, 2010.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS (FAO). **Global food losses and food waste: Extent, causes and prevention**. Rome: Save food initiative, 2012.

FRANZOL, A.; REZENDE, M. C. Estabilidade de emulsões: um estudo de caso envolvendo emulsionantes aniônico, catiônico e não-iônico. **Polímeros**, v. 25, p. 1-9, 2015.

GARCÍA, F. T.; SOBRAL, P. J. A. Effect of the thermal treatment of the filmogenic solution on the mechanical properties, colour and opacity of films based on muscle proteins of two varieties of Tilapia. **LWT - Food Science and Technology**, v. 38, n. 3, p. 289-296, 2005.

GUERREIRO, A. C.; GAGO, C. M. L.; FALEIRO, M. L.; MIGUEL, M. G. C.; ANTUNES, M. D. C. Edible coatings enriched with essential oils for extending the shelf-life of 'Bravo de Esmolfe' fresh-cut apples. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 51, p. 87-95, 2016.

GUERRERO-BELTRÁN, J. A.; SWANSON, B. G.; BARBOSA-CÁNOVAS, G. V. Shelf life of HHP-processed peach puree with antibrowning agents. **Journal of Food Quality**, v. 28, p. 479-491, 2005.

HAN, J.; GENNADIOS, A. Edible films and coatings: A review. **Innovations in Food Packaging**, v. 2, p. 213-255, 2014.

HASAN, S. M. K.; FERRENTINO, G.; SCAMPICCHIO, M. Nanoemulsion as advanced edible coatings to preserve the quality of fresh-cut fruits and vegetables: A review. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 55, p. 1-10, 2020.

HODGES, R. J.; BUZBY, J. C.; BENNETT, B. Postharvest losses and waste in developed and less developed countries: Opportunities to improve resource use. **Journal of Agricultural Science**, v. 149, p. 37-45, 2011.

HOSSEINI, S. F.; REZAEI, M.; ZANDI, M.; FARAHMANDGHAHI, F. Development of bioactive fish gelatin/chitosan nanoparticles composite films with antimicrobial properties. **Food Chemistry**, v. 194, p. 1266-1274, 2016.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA – IBGE. **Produção agrícola municipal**: tabelas, 2019. Disponível em: <<https://sidra.ibge.gov.br/pesquisa/pam/tabelas>>. Acesso em: 11 mar. 2021.

JAHROMI, M.; NIAKOUSARI, M.; GOLMAKANI, M. T. Fabrication and characterization of pectin films incorporated with clove essential oil emulsions stabilized by modified sodium caseinate. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 32, 2022.

JANJARASSKUL, T.; KROCHTA, J. M. Edible packaging materials. **Annual Review of Food Science and Technology**, v. 1, p. 415- 448, 2010.

JANTRAWUT, P.; BOONSERMSUKCHAROEN, K.; THIPNAN, K.; CHAIWARIT, T.; HWANG, K. M.; PARK, E. S. Enhancement of antibacterial activity of orange oil in pectin thin film by microemulsion. **Nanomaterials**, v. 8, n. 7, 2018.

KALAJAHI, S. M.; ALIZADEH, A.; HAMISHEHKAR, H.; ALMASI, H.; ASEFI, N. Orange juice processing waste as a biopolymer base for biodegradable film formation reinforced with cellulose nanofiber and activated with nettle essential oil. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 30, p. 258-269, 2022.

KARBOWIAK, T.; DEBEAUFORT, F.; CHAMPION, D.; VOILLEY, A. Wetting properties at the surface of iota-carrageenan-based edible films. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 294, n. 2, p. 400-410, 2006.

KARBOWIAK, T.; DEBEAUFORT, F.; VOILLEY, A. Importance of surface tension characterization for food, pharmaceutical and packaging products: A review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 46, n. 5, p. 391-407, 2006.

KAVOOSI, G.; RAHMATOLLAHI, A.; DADFAR, S. M. M.; PURFARD, A. M. Effects of essential oil on the water binding capacity, physico-mechanical properties, antioxidant and antibacterial activity of gelatin films. **LWT - Food Science and Technology**, v. 57, n. 2, p. 556-561, 2014.

KECHINSKI, C. P.; MONTERO, C. R. S.; GUIMARÃES, P. V. R.; NOREÑA, C. P. Z.; MARCZAK, L. D. F.; TESSARO, I. C.; BENDER, R. J. Effects of ozonized water and heat treatment on the papaya fruit epidermis. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, p. 118-122, 2012.

KELEBEK, H.; SELLI, S.; GUBBUK, H.; GUNES, E. Comparative evaluation of volatiles, phenolics, sugars, organic acids and antioxidant properties of Sel-42 and Tainung papaya varieties. **Food Chemistry**, v. 173, p. 912-919, 2015.

KHAH, M. D.; GHANBARZADEH, B.; NEZHAD, L. R.; OSTADRAHIMI, A. Effects of virgin olive oil and grape seed oil on physicochemical and antimicrobial properties of pectin-gelatin blend emulsified films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 171, p. 262-274, 2021.

KIM, I. H.; OH, Y. A.; LEE, H.; SONG, K. B.; MIN, S. C. Grape berry coatings of lemongrass oil-incorporating nanoemulsion. **LWT - Food Science and Technology**, v. 58, n. 1, p. 1-10, 2014.

LAI, T. Y.; CHEN, C. H.; LAI, L. S. Effects of tapioca starch/decolorized Hsian-Tsao leaf gum-based active coatings on the quality of minimally processed carrots. **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, p. 249-258, 2013.

LIN, Y.; AN, F.; HE, H.; GENG, F.; SONG, H.; HUANG, Q. Structural and rheological characterization of pectin from passion fruit (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) peel extracted by high-speed shearing. **Food Hydrocolloids**, v. 114, 2021.

LOREVICE, M. V.; OTONI, C. G.; MOURA, M. R.; MATTOSO, L. H. C. Chitosan nanoparticles on the improvement of thermal, barrier, and mechanical properties of high- and low-methyl pectin films. **Food Hydrocolloids**, v. 52, p. 732-740, 2016.

LUVIELMO, M. M.; LAMAS, S. V. Revestimentos comestíveis em frutas. **Estudos Tecnológicos em Engenharia**, v. 8, n. 1, p. 8-15, 2012.

MAFTOONAZAD, N.; RAMASWAMY, H. S. Application and evaluation of a pectin-based edible coating process for quality change kinetics and shelf-life extension of lime fruit (*Citrus aurantifolium*). **Coatings**, v. 9, p. 1-14, 2019.

- MAQBOOL, M.; ALI, A.; ALDERSON, P. G.; MOHAMED, M. T. M.; SIDDIQUI, Y.; ZAHID, N. Postharvest application of gum arabic and essential oils for controlling anthracnose and quality of banana and papaya during cold storage. **Postharvest Biology and Technology**, v. 62, p. 71-76, 2011.
- MARANGONI, L.; GONÇALVES, S. A.; SILVA, R. G.; MARTINS, J. T.; VICENTE, A. A.; ALVES, R. M. V.; VIEIRA, R. P. Effect of green propolis extract on functional properties of active pectin-based films. **Food Hydrocolloids**, v. 131, 2022.
- MARANGONI, L.; RODRIGUES, P. R.; SILVA, R. G.; VIEIRA, R. P.; ALVES, R. M. V. Sustainable packaging films composed of sodium alginate and hydrolyzed collagen: Preparation and characterization. **Food and Bioprocess Technology**, v. 14, n. 12, p. 2336-2346, 2021.
- MARIC, M.; GRASSINO, A. N.; ZHU, Z.; BARBA, F. J.; BRNCIC, M.; BRNCIC, S. R. An overview of the traditional and innovative approaches for pectin extraction from plant food wastes and by-products: Ultrasound, microwaves, and enzyme-assisted extraction. **Trends in Food Science & Technology**, v. 76, p. 28-37, 2018.
- MARINGGAL, B.; HASHIM, N.; TAWAKKAL, I. S. M. A.; MOHAMED, M. T. M. Recent advance in edible coating and its effect on fresh/fresh-cut fruits quality. **Trends in Food Science & Technology**, v. 96, p. 253-267, 2020.
- MARTINS, D. S.; COSTA, A. F. S. **A cultura do mamoeiro: tecnologias de produção**. Vitória, ES: Incaper, 2003. 497 p.
- MARTINS, G. F.; FABI, J. P.; MERCADANTE, A. Z.; ROSSO, V. V. The ripening influence of two papaya cultivars on carotenoid biosynthesis and radical scavenging capacity. **Food Research International**, v. 81, p. 197-202, 2016.
- MASIERO, T. S. **Desenvolvimento e caracterização de adesivos biodegradáveis sensíveis à pressão**. 2018. 178 p. Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, SP.
- MCCLEMENTS, D. J. Theoretical analysis of factors affecting the formation and stability of multilayered colloidal dispersions. **Langmuir**, v. 21, p. 9777-9785, 2005.
- MENDY, T. K.; MISRAN, A.; MAHMUD, T. M. M.; ISMAIL, S. I. Application of Aloe vera coating delays ripening and extend the shelf life of papaya fruit. **Scientia Horticulturae**, v. 246, p. 769-776, 2019.
- MOALEMIYAN, M.; RAMASWAMY, H. S.; MAFTOONAZAD, N. Pectin-based edible coating for shelf-life extension of 'Ataulfo' mango. **Journal of Food Process Engineering**, v. 35, p. 572-600, 2012.
- MOREIRA, F. K. V.; CAMARGO, L. A.; MARCONCINI, J. M.; MATTOSO, L. H. C. Nutraceutically inspired pectin-Mg(OH)₂ nanocomposites for bioactive packaging applications. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 61, p. 7110-7120, 2013.

- NISAR, T.; WANG, Z.; YANG, X.; TIAN, Y.; IQBAL, M.; GUO, Y. Characterization of citrus pectin films integrated with clove bud essential oil: Physical, thermal, barrier, antioxidant and antibacterial properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 106, p. 670-680, 2018.
- NORCINO, L. B.; MENDES, J. F.; NATARELLI, C. V. L.; MANRICH, A.; OLIVEIRA, J. E.; MATTOSO, L. H. C. Pectin films loaded with copaiba oil nanoemulsions for potential use as bio-based active packaging. **Food Hydrocolloids**, v. 106, p. 1-12, 2020.
- NORTON, I. T.; SPYROPOULOS, F.; COX, P. **Practical Food Rheology: An Interpretive Approach**. Chichester, UK: Wiley-Blackwell, 2011.
- OJAGH, S. M.; REZAEI, M.; RAZAVI, S. H.; HOSSEINI, S. M. H. Development and evaluation of a novel biodegradable film made from chitosan and cinnamon essential oil with low affinity toward water. **Food Chemistry**, v. 122, n. 1, p. 161-166, 2010.
- OMS-OLIU, G.; SOLIVA-FORTUNY, R.; MARTÍN-BELLOSO, O. Using polysaccharide-based edible coatings to enhance quality and antioxidant properties of fresh-cut melon. **LWT - Food Science and Technology**, v. 41, p. 1862-1870, 2008.
- OSORIO, P. R. A.; COSTA, P. F.; DALCIN, M. S.; MOURÃO, D. S. C. Medicinal plant essential oils associated with biofilm to protect papaya fruits. **Food Science and Technology**, v. 41, 2021.
- PAGANINI, C.; NOGUEIRA, A.; SILVA, N. C.; WOSIACKI, G. Aproveitamento de bagaço de maçã para a produção de álcool e obtenção de fibras alimentares. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 29, n. 6, p. 1231-1238, 2005.
- PARREIDT, T. S.; SCHMID, M.; MULLER, K. Effect of dipping and vacuum impregnation coating techniques with alginate based coating on physical quality parameters of cantaloupe melon. **Journal of Food Science**, v. 83, p. 929-936, 2018.
- PELLÁ, M. C. G.; SILVA, O. A.; PELLÁ, M. G.; BENETON, A. G.; CAETANO, J.; SIMÕES, M. R.; DRAGUNSKI, D. C. Effect of gelatin and casein additions on starch edible biodegradable films for fruit surface coating. **Food Chemistry**, v. 309, 2020.
- PEREIRA, M. E. C.; SILVA, A. S.; BISPO, A. S. R.; SANTOS, D. B.; SANTOS, S. B.; SANTOS, V. J. Formosa papaya ripening with edible coating of cassava starch. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 30, n. 6, p. 1116-1119, 2006.
- PERESSINI, D.; BRAVIN, B.; LAPASIN, R.; RIZZOTTI, C.; SENSIDONI, A. Starch-methylcellulose based edible films: rheological properties of film-forming dispersions. **Journal of Food Engineering**, v. 59, n. 1, p. 25-32, 2003.
- PHAN THE, D.; DEBEAUFORT, F.; VOILLEY, A.; LUU, D. Biopolymer interactions affect the functional properties of edible films based on agar, cassava starch and arabinoxylan blends. **Journal of Food Engineering**, v. 90, n. 4, p. 548-558, 2009.

PIMENTEL, J. D. R.; SOUZA, D. S.; OLIVEIRA, T. V.; OLIVEIRA, M. C.; BASTOS V. S.; CASTRO, A. A. Estudo da conservação de mamão Havaí utilizando películas comestíveis a diferentes temperaturas. **Scientia Plena**, v. 7, n. 10, p. 1-6, 2011.

PIRES, C.; RAMOS, C.; TEIXEIRA, B.; BATISTA, I.; NUNES, L.; MARQUES, A. Hake proteins edible films incorporated with essential oils: Physical, mechanical, antioxidant and antibacterial properties. **Food Hydrocolloids**, v. 30, n. 1, p. 224-231, 2013.

PORAT, R.; LICHTER, A.; TERRY, L. A.; HARKER, R.; BUZBY, J. Postharvest losses of fruit and vegetables during retail and in consumers' homes: quantifications, causes and means of prevention. **Postharvest Biology and Technology**, v. 139, p. 135-149, 2018.

PULLA-HUILLCA, P. V.; GOMES, A.; BITTANTE, A. M. Q. B.; LOURENÇO, R. V.; SOBRAL, P. J. A. Wettability of gelatin-based films: The effects of hydrophilic or hydrophobic plasticizers and nanoparticle loads. **Journal of Food Engineering**, v. 297, 2021.

QUINTANA, S. E.; LLALLA, O.; GARCÍA-ZAPATEIRO, L. A.; GARCÍA-RISCO, M. R.; FORNARI, T. Preparation and Characterization of Licorice-Chitosan Coatings for Postharvest Treatment of Fresh Strawberries. **Applied Sciences**, v. 10, n. 23, 2020.

RADI, M.; AKHAVAN-DARABI, S.; AKHAVAN, H. R.; AMIRI, S. The use of orange peel essential oil microemulsion and nanoemulsion in pectin-based coating to extend the shelf life of fresh-cut orange. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 42, n. 2, 2018.

RAGHAV, P. K.; AGARWAL, N.; SAINI, M. Edible coating of fruits and vegetables: A review. **International Journal of Scientific Research and Modern Education**, v. 1, p. 188-204, 2016.

RAMOS, M.; JIMÉNEZ, A.; PELTZER, M.; GARRIGÓS, M. C. Characterization and antimicrobial activity studies of polypropylene films with carvacrol and thymol for active packaging. **Journal of Food Engineering**, v. 109, n. 3, p. 513-519, 2012.

RANJITHA, K.; RAO, D. V. S.; SHIVASHANKARA, K. S.; OBEROI, H. S.; ROY, T. K.; BHARATHAMMA, H. Shelf-life extension and quality retention in fresh-cut carrots coated with pectin. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 42, p. 91-100, 2017.

RIBEIRO, C.; VICENTE, A. A.; TEIXEIRA, J. A.; MIRANDA, C. Optimization of edible coating composition to retard strawberry fruit senescence. **Postharvest Biology and Technology**, v. 44, p. 63-70, 2007.

RITZINGER, C. H. S. P.; SOUZA, J. S. **Mamão: Fitossanidade**. Cruz das Almas: EMBRAPA, 2000. 91 p.

RULON, E. J.; ROBERT, H. D. **Wetting of low-energy surfaces**. Nova Iorque: Marcel Dekker, 1993. 73 p.

SABERI, B.; GOLDING, J. B.; MARQUES, J. R.; PRISTIJONO, P.; CHOCKCHASAWASDEE, S.; SCARLETT, C. J.; STATHOPOULOS, C. E. Application of biocomposite edible coatings based on pea starch and guar gum on quality, storability and shelf life of 'Valencia' oranges. **Postharvest Biology and Technology**, v. 137, p. 9-20, 2018.

SALAS-MÉNDEZ, E. J.; VICENTE, A.; PINHEIRO, A. C.; BALLESTEROS, L. F.; SILVA, P.; RODRÍGUEZ-GARCÍA, R.; HERNÁNDEZ-CASTILLO, F. D.; DÍAZ-JIMÉNEZ, M. L. V.; FLORES-LÓPEZ, M. L.; VILLARREAL-QUINTANILLA, J. A.; PEÑA-RAMOS, F. M.; CARRILLO-LOMELÍ, D. A.; RODRÍGUEZ, D. J. Application of edible nanolaminate coatings with antimicrobial extract of *Flourensia cernua* to extend the shelf-life of tomato (*Solanum lycopersicum L.*) fruit. **Postharvest Biology and Technology**, v. 150, p. 19-27, 2019.

SÁNCHEZ-GONZÁLEZ, L.; CHIRALT, A.; GONZÁLEZ-MARTÍNEZ, C.; CHÁFER, M. Effect of essential oils on properties of film forming emulsions and films based on hydroxypropylmethylcellulose and chitosan. **Journal of Food Engineering**, v. 105, n. 2, p. 246-253, 2011.

SANCHÍS, E.; GHIDELLI, C.; SHETH, C. C.; MATEOS, M.; PALOU, L.; PÉREZGAGO, M. B. Integration of antimicrobial pectin-based edible coating and active modified atmosphere packaging to preserve the quality and microbial safety of fresh-cut persimmon (*Diospyros kaki* Thunb. cv. Rojo Brillante). **Journal of the Science of Food Agriculture**, v. 97, p. 252-260, 2017.

SANTANA, J. S., CARVALHO COSTA, E. K., RODRIGUES, P. R., CORREIA, P. R. C., CRUZ, R. S.; DRUZIAN, J. I. Morphological, barrier, and mechanical properties of cassava starch films reinforced with cellulose and starch nanoparticles. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 136, n. 4, 2019.

SAPPER, M.; BONET, M.; CHIRALT, A. Wettability of starch-gellan coatings on fruits, as affected by the incorporation of essential oil and/or surfactants. **LWT – Food Science and Technology**, v. 116, p. 1-8, 2019.

SCHRAMM, G. **Reologia e Reometria: Fundamentos Teóricos e Práticos**. São Paulo: Artliber, 2006.

SHARMA, S.; BARKAUSKAITE, S.; DUFFY, B.; JAISWAL, A. K.; JAISWAL, S. Characterization and antimicrobial activity of biodegradable active packaging enriched with clove and thyme essential oil for food packaging application. **Foods**, v. 9, n. 8, 2020.

SHARMA, S.; BARKAUSKAITE, S.; JAISWAL, A. K.; JAISWAL, S. Essential oils as additives in active food packaging. **Food Chemistry**, v. 343, 2021.

SHIT, S. C.; SHAH, P. M. Edible polymers: Challenges and opportunities. **Journal of Polymers**, p. 1-13, 2014.

SOBRAL, P. J. A.; MENEGALLI, F. C.; HUBINGER, M. D.; ROQUES, M. A. Mechanical, water vapor barrier and thermal properties of gelatin based edible films. **Food Hydrocolloids**, v. 15, n. 4-6, p. 423-432, 2001.

SONG, B.; SPRINGER, J. Determination of interfacial tension from the profile of a pendant drop using computer-aided image processing. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 184, p. 64-76, 1996.

SONG, K. W.; KUK, H. Y.; CHANG, G. S. Rheology of concentrated xanthan gum solutions: Oscillatory shear flow behavior. **Korea-Australia Rheology Journal**, v. 18, n. 2, p. 67-81, 2006.

SRIVASTAVA, P.; MALVIYA, R. Sources of pectin, extraction and its applications in pharmaceutical industry – An overview. **Indian Journal of Natural Products and Resources**, v. 2, p. 10-18, 2011.

STEFFE, J. F. **Rheological methods in food process engineering**. East Lansing, MI, EUA: Freeman Press, 1996.

SUHAG, R.; KUMAR, N.; PETKOSKA, A. T.; UPADHYAY, A. Film formation and deposition methods of edible coating on food products: A review. **Food Research International**, v. 136, p. 1-16, 2020.

TABASSUM, N.; KHAN, M. A. Modified atmosphere packaging of fresh-cut papaya using alginate based edible coating: Quality evaluation and shelf life study. **Scientia Horticulturae**, v. 259, p. 1-9, 2020.

TABILO-MUNIZAGA, G.; BARBOSA-CÁNOVAS, G. V. Rheology for the food industry. **Journal of Food Engineering**, v. 67, p. 147-156, 2005.

TERCHAVUTHIPORN, C.; KYU, K. L.; KANLAYANARAT, S. Quality changes in shredded green papaya under controlled atmosphere storage. **Acta Horticulturae**, v. 599, p. 377-382, 2003.

TESFAY, S. Z.; MAGWAZA, L. S.; MBILI, N.; MDITSHWA, A. Carboxyl methylcellulose (CMC) containing moringa plant extracts as new postharvest organic edible coating for avocado (*Persea americana Mill.*) fruit. **Scientia Horticulturae**, v. 226, p. 201-207, 2017.

THAKUR, R.; PRISTIJONO, P.; GOLDING, J. B.; STATHOPOULOS, C. E.; SCARLETT, C. J.; BOWYER, M.; SINGH, S. P.; VUONG Q. V. Development and application of rice starch based edible coating to improve the postharvest storage potential and quality of plum fruit (*Prunus salicina*). **Scientia Horticulturae**, v. 237, p. 59-66, 2018.

TONIAZZO, T.; BERBEL, I. F.; CHO, S.; FÁVARO-TRINDADE, C. S.; MORAES, I. C. F.; PINHO, S. C. β -carotene-loaded liposome dispersions stabilized with xanthan and guar gums: Physico-chemical stability and feasibility of application in yogurt. **LWT - Food Science and Technology**, v. 59, n. 2, p. 1265-1273, 2014.

VALENCIA, G. A.; LUCIANO, C. G.; LOURENÇO, R. V.; BITTANTE, A. M. Q. B.; SOBRAL, P. J. A. Morphological and physical properties of nano-biocomposite films based on collagen loaded with laponite. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 19, p. 24-30, 2019.

VIEIRA, A. C. F.; FONSECA, J. M.; MENEZES, N. M. C.; MONTEIRO, A. R.; VALENCIA, G. A. Active coatings based on hydroxypropyl methylcellulose and silver nanoparticles to extend the papaya (*Carica papaya L.*) shelf life. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 164, p. 489-498, 2020.

VILLALOBOS, R.; CHANONA, J.; HERNANDEZ, P.; GUTIÉRREZ, G.; CHIRALT, A. Gloss and transparency of hydroxypropyl methylcellulose films containing surfactants as affected by their microstructure. **Food Hydrocolloids**, v. 19, p. 53-61, 2005.

VOLPE, M. G.; SIANO, F.; PAOLUCCI, M.; SACCO, A.; SORRENTINO, A.; MALINCONICO, M.; VARRICCHIO, E. Active edible coating effectiveness in shelf-life enhancement of trout (*Oncorhynchus mykiss*) fillets. **LWT - Food Science and Technology**, v. 60, p. 615-622, 2015.

WANG, D.; YEATS, T. H.; ULUISIK, S.; ROSE, J. K. C.; SEYMOUR, G. B. Fruit softening: Revisiting the role of pectin. **Trends in Plant Science**, v. 23, p. 302-310, 2018.

WIACEK, A.; CHIBOWSKI, E. Zeta potential, effective diameter and multimodal size distribution in oil/water emulsion. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 159, p. 253-261, 1999.

WUSIGALE; LIANG, L.; LUO, Y. Casein and pectin: Structures, interactions, and applications. **Trends in Food Science & Technology**, v. 97, p. 391-403, 2020.

XIONG, Y.; LI, S.; WARNER, R. D.; FANG, Z. Effect of oregano essential oil and resveratrol nanoemulsion loaded pectin edible coating on the preservation of pork loin in modified atmosphere packaging. **Food Control**, v. 114, p. 1-10, 2020.

YOUNIS, H. G. R.; ZHAO, G. Physicochemical properties of the edible films from the blends of high methoxyl apple pectin and chitosan. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 131, p. 1057-1066, 2019.

YOUSUF, B.; QADRI, O. S.; SRIVASTAVA, A. K. Recent developments in shelf-life extension of fresh-cut fruits and vegetables by application of different edible coatings: A review. **LWT - Food Science and Technology**, v. 89, p. 198-209, 2018.

ZHU, Z.; WEN, Y.; YI, J.; CAO, Y.; LIU, F.; MCCLEMENTS, D. J. Comparison of natural and synthetic surfactants at forming and stabilizing nanoemulsions: Tea saponin, Quillaja saponin and Tween 80. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 536, p. 80-87, 2019.

ZILLO, R. R.; SILVA, P. P. M.; OLIVEIRA, J.; GLÓRIA, E. M.; SPOTO, M. H. F. Carboxymethylcellulose coating associated with essential oil can increase papaya shelf life. **Scientia Horticulturae**, v. 239, p. 70-77, 2018.

ZISMAN, W. A. Relation of the equilibrium contact angle to liquid and solid constitution. **Advances in Chemistry**, v. 43, p. 1-51, 1964.

ZÚÑIGA, R. N.; SKURTYS, O.; OSORIO, F.; AGUILERA, J. M.; PEDRESCHI, F. Physical properties of emulsion-based hydroxypropyl methylcellulose films: Effect of their microstructure. **Carbohydrate Polymers**, v. 90, n. 2, p. 1147-1158, 2012.

ZUO, G.; SONG, X.; CHEN, F.; SHEN, Z. Physical and structural characterization of edible bilayer films made with zein and corn-wheat starch. **Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences**, v. 18, n. 3, p. 324-331, 2019.