

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO CEARÁ CAMPUS LIMOEIRO DO NORTE MESTRADO EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

GABRYELA SILVA BEZERRA

FILME A BASE DE GALACTOMANANAS DE Caesalpinia pulcherrima

COMO EMBALAGEM INTELIGENTE PARA FILÉS DE TILÁPIA

LIMOEIRO DO NORTE 2018

GABRYELA SILVA BEZERRA

FILME A BASE DE GALACTOMANANAS DE Caesalpinia pulcherrima COMO EMBALAGEM INTELIGENTE PARA FILÉS DE TILÁPIA

Dissertação apresentada ao curso de Mestrado em Tecnologia de Alimentos do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Ceará *campus* Limoeiro do Norte como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Daniele

Maria Alves Teixeira Sá

Coorientador: Prof. Dr. Bartolomeu

Warlene Silva de Souza

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Instituto Federal do Ceará - IFCE
Sistema de Bibliotecas - SIBI
Ficha catalográfica elaborada pelo SIBI/IFCE, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

B574f Bezerra, Gabryela Silva.

FILME A BASE DE GALACTOMANANAS DE Caesalpinia pulcherrima COMO EMBALAGEM INTELIGENTE PARA FILÉS DE TILÁPIA / Gabryela Silva Bezerra. - 2018. 67 f.: il. color.

Dissertação (Mestrado) - Instituto Federal do Ceará, Mestrado em Tecnologia de Alimentos, Campus Limoeiro do Norte, 2018.

Orientação: Profa. Dra. Daniele Maria Alves Teixeira Sá. Coorientação: Prof. Dr. Bartolomeu Warlene Silva de Souza.

Pescado, 2. Biofilmes, 3. Indicador de frescor, I. Titulo.

CDD 664

GABRYELA SILVA BEZERRA

FILME A BASE DE GALACTOMANANAS DE Caesalpinia pulcherrima COMO EMBALAGEM INTELIGENTE PARA FILÉS DE TILÁPIA

Dissertação apresentada ao curso de Mestrado em Tecnologia de Alimentos do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Ceará campus Limoeiro do Norte como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

Aprovado em 27/08/2018

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Danie	ele Maria Al	Ves Teive	eira Sá (Orier	ntadora)
Instituto Federal de Ed	lucação Ciênci	ia e Tecno	logia – IFCE Ca	ampus Sobra

Prof. Dr. Bartolomeu Warlene Silva de Souza
Universidade Federal do Ceará - UFC

Jastey Hory Danier

Prof.ª Dr.ª Marlene Nunes Damaceno
Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia – IFCE Campus Limoeiro do Norte

Prof. Dr. Mirla Dayanny Pinto Farias

Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia – IFCE Campus Sobral

Dr.ª Selene Daiha Benevides

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - Embrapa

Ao Autor da Vida Valdelice, Danyela e Nathalie

Dedico.

AGRADECIMENTOS

Ao Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Ceará - IFCE- Campus Limoeiro do Norte - CE pelo ensino e apoio.

À Fundação Cearense de Apoio ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico – Funcap, pela concessão da bolsa de estudos.

Às instituições de fomento à pesquisa.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq e Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES pelo financiamento à pesquisa.

Universidade de Fortaleza – Unifor, por todo o suporte fornecido.

Empresa Brasileira de Pesquisa e Agropecuária – Embrapa, por todo o suporte fornecido.

Universidade Federal do Ceará – UFC, por todo o suporte fornecido.

AGRADECIMENTOS

Ao *Criador* que me concedeu as capacidades intelectuais, por me guiar até aqui;

À minha orientadora Dr.ª *Daniele Teixeira Sá* pelo incentivo, orientação, confiança, paciência e liberdade a mim concedida. Muito obrigada por ser presente mesmo que geograficamente distante;

Ao meu coorientador Dr. *Bartolomeu Souza* por me receber no laboratório de processamento de pescado, possibilitando a realização desse trabalho:

Ao Dr. *Renato Moreira* por me adotar, fornecer sementes e permitir a extração da galactomananas no laboratório F-66;

Às Dr.^a Socorro Bastos e Dr.^a Selene Benevides por me receberem no laboratório de desenvolvimento de embalagens da Embrapa;

Aos meus professores Dr.ª Renata Braga, Dr.ª Marlene Damaceno, Dr.ª Sandra Maria, Dr. Pahlevi Augusto, Dr.ª Antônia Lucivânia, Dr. Belfort Dantas, Dr. Júlio Otávio pelo conhecimento compartilhado;

À minha amada mãe *Valdelice*, que mesmo de longe sempre me motivou e me influenciou a ser a melhor versão de mim;

À minha irmã *Danyela* e o melhor presente/sobrinha *Nathalie* pela motivação e torcida;

À minha nova família, meu namorado *Hugo Filho*, sua mãe *Ana Sylea* e seus pais *Paulo de Tarso* e *José Hugo*, muitíssimo obrigada! Primeiramente pelo filho maravilhoso e por todo o apoio pessoal, financeiro e emocional.

Às minhas amigas Nayanne Lima, Larissa Vianna, Milana Peixoto Adriana Martes, Nathane Oliveira pelos momentos leves que muito me ajudaram;

Ao meu amigo *Pedro Igor*, que me recebeu em sua casa em qualquer período aleatório em que eu precisasse ir à Limoeiro do Norte;

À Ana Maria que me recebeu em sua casa nas épocas de disciplinas do mestrado:

A todos meus colegas de turma, que foram uma grata surpresa de convivência e parceria;

A todos os técnicos, bolsistas e estudantes de pós-graduação; em especial a *Janaína Costa*, *William Araújo e Diego do Vale* que muito me ajudaram;

Aos colaboradores e colegas do Laboratório F-66, Laboratório de Tecnologia de Pescados, Laboratório de Tecnologia de Biomassa da Embrapa, Laboratório de Embalagens e Laboratório de Controle de Qualidade e Secagem de Alimentos pela realização de análises.

Muito obrigada!

Gabryela Silva Bezerra

Sou mais que um vencedor
Sendo que eu sempre fui o segundo
em tudo que eu vivi
E me chama amigo
Não sou mais estranho, eu sou um
filho, eu sou Teu

Os Arrais

RESUMO

Embalagens têm se aperfeiçoado, indo além de sua função básica de proteger químicas e alimento contra danos mecânicos e contaminações microbiológicas. Assim, para atender às exigências dos consumidores, estão sendo desenvolvidas novas tecnologias como as embalagens inteligentes que indicam modificações químicas às quais os alimentos estão passando, indicando alterações na qualidade do produto. O objetivo desse trabalho foi extrair, caracterizar e desenvolver filmes a base de galactomananas de Ceasalpinia pulcherrima com indicador de antocianinas e aplicá-los em filés de tilápias Oreochromis niloticus. Filmes foram formados com galactomananas de Caesalpinia pucherrima com 2% de glicerol como plastificante e 0,2% de óleo mineral adicionado de indicador de antocianinas extraído de casca de uva variedade Summer Royal. Os seguintes tratamentos foram aplicados em filés de tilápia A: filés cobertos com filme de PVC (controle); B: filés embalados em contato com o filme GalGliO7 (2; 2; 0,2) e cobertos com filme de Policloreto de Vinila - PVC; C: filés embalados com o filme GalGliO7 e D: controle da mudança de cor do filme GalGliO7. Os filés foram microbiologicamente e se encontraram dentro dos parâmetros definidos pela RDC 12 de janeiro de 2001. As análises físico-químicas Bases Voláteis Totais (BVT), pH, substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS) e cor foram realizadas nos filés e no filme durante o período de sete dias sob refrigeração ± 4°C. O filme GalGliO7 como embalagem inteligente, mostrou-se capaz de interagir com as mudanças do produto e quando utilizado como revestimento, auxiliou na manutenção das características do filé de tilápia Oreochromis niloticus, cumprindo assim o papel como embalagem.

PALAVRAS CHAVES: Pescado, Biofilmes, Indicador de frescor

ABSTRACT

Packaging has improved, going beyond its basic function of protecting food against mechanical damage and chemical and microbiological contaminations. To meet consumer demands, new technologies are being developed, such as intelligent packaging that indicates chemical modifications that foods are passing through, indicating changes in product quality. The objective of this work was to extract, characterize and develop films based on Ceasalpinia pulcherrima galactomannans with indicator of anthocyanins and apply them to fillets of tilapia Oreochromis niloticus. Films were formed with Caesalpinia pucherrima galactomannan with 2% of glycerol as plasticizer and 0.2% of mineral oil added with anthocyanins indicator extracted from grapevine variety Summer Royal. The following treatments were applied on A tilapia fillets: fillets covered with Polyvinyl chloride PVC film (control); B: fillets packed in contact with GalGliO7 (2; 2; 0.2) film and covered with PVC film; C: fillets packed with the GalGliO7 film and D: control of the color change of the GalGliO7. Tilapia fillets were microbiologically evaluated and found within the parameters defined by DRC January 12, 2001. The physico-chemical analyzes Total Volatile Bases (BVT), pH, thiobarbituric acid reactive substances (TBARS) and color were performed on the fillets and films during a seven day period under refrigeration ± 4°C. The film GalGliO7 as intelligent packaging proved to be capable of interacting with the product changes and when used as a coating aided in maintaining the characteristics of the Oreochromis niloticus fillet, thus fulfilling its role as packaging.

KEY WORDS: Fish, Biofilms, Freshness indicator

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura das galactomananas em solução aquosa
Figura 2 - Mudança na estrutura e cor das antocianinas de acordo com a
variação de pH
Figura 3 - Fluxograma obtenção das galactomananas de Caesalpinia
pulcherrima25
Figura 4 – Fluxograma de produção do filme de galactomananas 28
Figura 5 – Texturômetro utilizado para medição da força de ruptura 29
Figura 6 – Esquema do espaço de cor CIE L* a b* *C *h Croma e Luminosidade
30
Figura 7 – Galactomananas em pó antes e após passar pela peneira 100 mesh.
Figura 8 – Variação de cor de pH 1 a 14 do indicador de antocianinas de casca
de uva
Figura 9 – Solução filmogênica modelada sobre Mylar® e placa de vidro 38
Figura 10 – Resistência a tração dos filmes GalGliO
Figura 11 - Superfície de resposta para dureza dos filmes produzidos com
galactomananas, glicerol e óleo mineral (GalGliO)
Figura 12 - Gráfico de Pareto para dureza dos filmes produzidos com
galactomananas, glicerol e óleo mineral (GalGliO)
Figura 13 - Superfície de resposta para firmeza em função das quantidades de
glicerol e óleo mineral nos filmes
Figura 14 - Gráfico de pareto para firmeza de filmes produzidos com
galactomananas, glicerol e óleo mineral
Figura 15 - Filme de galactomananas GalGliO7 (2; 2; 0,2) com indicador de
antocianinas extraídas de uva Summer Royal44
Figura 16 - Termograma do filme GalGliO7 (2; 2; 0,2) com indicador de
antocianinas
Figura 17 - Curva do DSC do filme GalGliO7 (2; 2; 0,2) com indicador de
antocianinas
Figura 18 - Bandejas com os tratamentos aplicados aos filés de tilápia
Oreochromis niloticus

Figura 19 - Bases Voláteis Totais (BVT) presentes nos filés porcionados de
tilápia submetidas a diferentes tratamentos e estocadas por 7 dias a 4±1°C 48
Figura 20 - Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico presentes nos filés
porcionados de tilápía submetidas a diferentes tratamentos e estocadas por 7
dias a 4±1°C50
Figura 21 – Valores médios de pH dos filés de tilápia porcionados e submetidos
a diferentes tratamentos estocadas por 7 dias a 4±1 °C51
Figura 22 - Correlação entre os parâmetros de a* avaliados dos filés
porcionados de tilápia estocadas por 7 dias a 4±1°C e do filme inteligente com
indicador de antocianinas55
Figura 23 - Correlação entre os parâmetros de b* avaliados dos filés
porcionados de tilápia estocadas por 7 dias a 4±1°C e do filme inteligente com
indicador de antocianinas56

LISTAS DE TABELAS

Tabela 1 – Variáveis independentes e valores codificados e reais dos níveis
utilizados no planejamento experimental fatorial
Tabela 2 – Composição centesimal da galactomanana em pó
Tabela 3 - Análises permeabilidade, espessura e cor do filme GalGliO7 (2; 2;
0,2) com indicador de antocianinas43
Tabela 4 - Análises microbiológicas de Staphylococcus ssp. do armazenamento
de filés porcionados de tilápia submetidas a diferentes tratamentos e estocadas
por 7 dias a 4±1°C47
Tabela 5 – Variação da cor do filme GalGliO7 com filés de tilapia porcionados e
estocadas por 7 dias a 4±1°C e controle do filme 53

SUMÁRIO

RESUMO	6
ABSTRACT	7
LISTA DE FIGURAS	8
LISTAS DE TABELAS	10
SUMÁRIO	11
1 INTRODUÇÃO	13
2 OBJETIVOS	14
2.1 Objetivo geral	14
2.2 Objetivos específicos	14
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
3.1 Caesalpinia pulcherrima	15
3.2 Galactomananas	15
3.3 Filmes biodegradáveis	16
3.4 Embalagens inteligentes	18
3.5 Indicador de antocianinas	20
3.6 Tilápia – Consumo e alterações	21
4. METODOLOGIA	24
4.1 Extração e caracterização da galactomanana	24
4.2. Extração do indicador	26
4.2.1. Quantificação de antocianinas totais do indicador	26
4.3. Formulação dos filmes como embalagem inteligentes	26
4.3.1 Delineamento Experimental	26
4.3.2 Elaboração dos Filmes	28
4.4 Caracterização dos filmes	29
4.4.1 Resistência a tração	29
4.4.2 Permeabilidade ao vapor d'água (PVA)	29
4.4.3 Cor	30
4.4.4 Análise Termogravimétrica (TGA)	31
4.4.5 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	31
4.5 Aplicação dos filmes em filés de tilápias <i>Oreochromis niloticus</i>	31
4.6 Avaliação Microbiológica	31
4.6.1 Quantificação de Staphylococcus aureus	32
4.6.2 Pesquisa de Salmonella sp pelo método de placas PetrifilmTM 3M.	33

4.7 Bases Voláteis	33
4 8 Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS)	34
4.9 pH	34
4.10 Análise estatística	35
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	36
5.1 Extração e caracterização da galactomanana	36
5.2 Extração do Indicador	37
5.2.1 Quantificação de antocianinas totais	
5.3. Formulação dos filmes como embalagem inteligentes	
5.4 Caracterização dos filmes	39
5.4.1 Resistência a tração	39
5.5 Permeabilidade ao vapor d'água	
5.6 Cor	43
5.7 Análise Termogravimétrica (TGA)	44
5.8 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	
5.9 Aplicação dos filmes em filés de tilápia <i>Oreochromis niloticus</i>	46
5.9.1 Avaliação microbiológica	46
5.9.2 Bases Voláteis Totais (BVT)	48
5 9 3 Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS)	
5.9.4 pH	51
5.9.5 Variação de cor	52
5.10 Correlação entre parâmetros analisados	54
CONCLUSÃO	57
REFERÊNCIAS	58

1 INTRODUÇÃO

Em dez anos a produção de tilápia *Oreochromis niloticus* no Brasil cresceu cerca de 200%, com a modernização e intensificação da produção em tanques-redes, reservatórios e viveiros, alcançando 219.329 toneladas produzidas. Atualmente é a segunda espécie mais produzida no país, sendo as regiões Sul, Sudeste e Nordeste os maiores produtores (BARROSO; MUNOZ; LIMA, 2017).

Devido o pescado ser um alimento altamente perecível, são necessários cuidados desde a captura até chegar ao consumidor (PEREDA *et* al., 2005). A deterioração no músculo se instala logo após a morte e avança com o tempo. A velocidade das reações depende de fatores extrínsecos e intrínsecos, além de fatores exógenos como temperatura da água e do ambiente (OETTERER, 1998).

Para manter a qualidade do produto é recomendado seu armazenamento e comercialização mediante aplicação de frio, com a utilização de gelo ou equipamentos como refrigeradores e congeladores, pois é fator determinante para a vida de prateleira ou vida útil do pescado (PEREIRA; FONSECA, 2011).

O frescor do pescado pode ser mensurado pela quantidade de Nitrogênio das Bases Voláteis Totais (N-BVT). Durante o processo de deterioração são formados aminas como trimetilamina (TMA), dimetilamina (DMA) e amônia (FARAG, 2012). Mesmo durante o armazenamento congelado, enzimas autolíticas produzem amônia por desaminação de aminoácidos, catabolismo de nucleotídeos e outros compostos nitrogenados básicos voláteis associados à deterioração dos peixes (RODRIGUES et al., 2016).

Técnicas para manutenção da qualidade do produto e a segurança do consumidor, estão sendo desenvolvidas para esse tipo de alimento (SOARES et al., 2009). Uma delas é o uso de embalagens inteligentes que informam ao consumidor sobre o histórico e estado de consumo do alimento ou da sua interação com o ambiente (DE ABREU; CRUZ; LOSADA, 2012). Esse tipo de embalagem desempenha todas as funções de embalagem convencional, mas possui função extra de detectar alterações que podem ocorrer durante o armazenamento (FANG et al., 2017).

Essas tecnologias são importantes para satisfazer a crescente demanda pela segurança alimentar e favorecer para uma melhor gestão de estoque. Assim, o desenvolvimento de embalagens inteligentes pode contribuir para uma maior eficiência na redução do desperdício e reclamações dos varejistas e consumidores (REALINI; MARCOS, 2014).

Filmes e revestimentos comestíveis estão sendo cada vez mais utilizados por suas vantagens em relação a filmes sintéticos, principalmente por poderem ser consumidos com segurança juntamente com os produtos embalados (BOURTOOM, 2008).

Para aplicação em pescados os filmes podem fornecer uma barreira contra a migração de umidade e oxigênio. Além disso, permitem a incorporação de aditivos visando causar diferentes efeitos sobre as reações que possam ocorrer no produto (DEHGHANI; HOSSEINI; REGENSTEIN, 2018).

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

 Extrair, caracterizar e desenvolver filmes a base de galactomananas de Ceasalpinia pulcherrima com indicador de antocianinas e aplicá-los em filés de tilápias.

2.2 Objetivos específicos

- Extrair indicador de antocianinas de uva preta variedade Summer royal;
- Desenvolver e caracterizar filmes de galactomanana com indicador de antocianinas e aplicar como embalagem inteligente;
- Avaliar as alterações de cor da embalagem inteligente aplicadas em filés de tilápias porcionados.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Caesalpinia pulcherrima

Conhecida como flamboyanzinho, a *Caesalpinia pulcherrima* é um arbusto lenhoso que pode atingir até 4 metros de altura e é originária da América Central (CUNHA et al., 2017; LORENZI et al 2003).

O fruto da *Caesalpinia pulcherrima* é um legume deiscente, de coloração marrom escuro quando maduro, polispérmico, cuja deiscência dá-se no sentido longitudinal. Suas valvas se separam na região ventral mantendo-se unidas na base do fruto. As valvas, quando abertas, apresentam-se torcidas formando cachos. Essa torção lança as sementes para longe da planta mãe, caracterizando-se como fruto autocórico com dispersão balística, ou seja, que se abre e lança suas sementes sozinho (ARAÚJO NETO et al., 2014).

As sementes são oblongas-ovaladas, com base superior mais larga que a inferior. Sua coloração, quando madura é marrom, um pouco mais claro que o fruto. Apresentam dormência caracterizada como impermeabilidade do tegumento, o que pode dificultar a germinação (OLIVEIRA et al., 2010; ARAÚJO NETO et al., 2014). O endosperma das sementes de *Caesalpinia pulcherrima* representa 30% da semente íntegra e é rico em galactomananas (95%) (BRAGA et al., 2011).

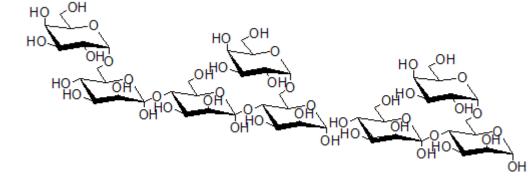
3.2 Galactomananas

Galactomananas são polímeros, carboidratos de reservas formados com manose e cadeias laterais de galactose ligadas na posição do carbono 6 (Figura 1). A distribuição molecular entre manose e galactose (M/G) irá variar de acordo com a fonte de vegetal das galactomananas e essas propriedades influenciam em sua aplicação (SCHERBURHIN; ANULOV 1999; CERQUEIRA et al., 2011; BURITI et al., 2014).

O principal interesse dos estudos realizados com galactomananas são suas diferentes aplicações industriais. Essa variedade de aplicações se deve ás propriedades reológicas das soluções aquosas, que formam soluções de alta viscosidade usando pequenas concentrações. As galactomananas podem ser utilizadas como agentes espessantes, estabilizantes, gelificantes, em alimentos como sorvetes, sopas, sucos, etc. Além disso, por não serem digeríveis, podem ser utilizadas para aumentar o teor de fibras em alimentos.

(SRIVASTAVA; KAPOOR, 2005; SANTOS, 2007; CERQUEIRA et al., 2011; PASSOS et al., 2016).

Figura 1 - Estrutura das galactomananas em solução aquosa.



Fonte: Elaborado pela autora.

A razão M/G relaciona a estrutura do polímero e sua propriedade em solução, pois sua capacidade de solubilização e interação molecular é afetada pelo grau de substituição de galactose ao longo da cadeia principal (DEA; MORRISON, 1975; AZERO; ANDRADE, 1999).

Outra importante diferença que a razão M/G promove são propriedades que variam de acordo com a espécie, isso pode ser causado pela estrutura fina destes polissacarídeos, pois a distribuição da manose pode variar em arranjo regular, aleatório ou ainda em bloco (DEA; MORRISON, 1975).

3.3 Filmes biodegradáveis

Os filmes e revestimentos biodegradáveis e comestíveis são definidos como a camada fina para a embalagem primária de alimentos, sendo seus componentes seguros para a ingestão. São películas formadas por solução de biopolímeros. Um dos métodos para produção da película é denominado *casting*, onde os filmes são formados pela evaporação de solvente. Uma solução filmogênica é formada pela dissolução da matriz polimérica e modelada em suporte para secagem por evaporação do solvente. Os filmes são preparados e aplicados aos alimentos, o que diferencia dos recobrimentos, processo no qual o alimento é geralmente submerso na solução de biopolímeros e seco na superfície do alimento (PINHEIRO et al., 2010; HASSAN et al., 2017; GENNADIOS, 2002).

Filmes biodegradáveis são produzidos geralmente a partir de ingredientes renováveis e, portanto, espera-se que se degradem mais

facilmente do que os materiais sintéticos. Os materiais utilizados possuem estruturas complexas e diversidade funcional podendo ser: polissacarídeos, proteínas e lipídeos ou misturas entre outros polímeros (BOURTOOM, 2008; PINHEIRO et al., 2010).

A propriedade de biodegradação é um processo natural e complexo onde compostos orgânicos através de mecanismos bioquímicos, são convertidos em compostos simples e redistribuídos no meio ambiente, através dos ciclos de carbono, nitrogênio e enxofre. Nos polímeros, é o processo pelo qual microrganismos e suas enzimas o consomem como fonte de nutrientes, em condições normais de umidade, temperatura e pressão. Os polímeros melhor adaptados à biodegradação completa são os naturais, aqueles hidrolisáveis a CO₂ e H₂O ou CH₄. (LIMA; LOH; BUCKERIDGE, 2004; SHIMAZU; MALI; VICTÓRIA, 2007). Os filmes poliméricos comestíveis e biodegradáveis tornam-se alternativas de embalagem primaria, pois ajudam a diminuir o acúmulo de resíduos plásticos no meio ambiente por serem de recursos renováveis e, seu ciclo de vida contribui com uma menor pegada de carbono do que os equivalentes de petróleo (SHIMAZU; MALI; VICTÓRIA, 2007; TONG; XIAO; LIM, 2013)

O uso de filmes baseados em polímeros naturais e em aditivos reconhecidos como seguros têm aumentado na indústria alimentar, podendo ser consumido em conjunto com o alimento. Estes são produzidos completamente a partir de componentes renováveis e seguros para o consumo (PINHEIRO et al., 2010; FALGUERA et al., 2011).

A formação de filmes que usam como base polissacarídeos exige, na maioria dos casos, a presença de um plastificante. São moléculas com baixa volatilidade que podem ser adicionadas a materiais poliméricos e modificam sua organização tridimensional, diminuindo as forças intermoleculares, aumentando o volume e mobilidade da cadeia. São adicionados a filmes para aumentar a extensibilidade e flexibilidade (ESPITIA et al., 2013). Sem plastificantes os filmes apresentam estrutura dura e frágil, causada pelas interações entre as moléculas do polímero. Os plastificantes são agentes de baixo peso molecular que quando incorporados ao filme polimérico se posicionam entre as moléculas do polímero, interferindo nas interações polímero-polímero e originando um aumento da flexibilidade e da capacidade

de processamento. O conhecimento dos efeitos das diferentes estruturas químicas nas propriedades de um polímero é importante para determinar as características desejadas para o filme (MILLER; KROCHTA, 1997; PINHEIRO et al., 2010).

Os filmes podem ser usados para evitar perdas de umidade, aromas de gás, ao mesmo tempo em que permite seletivamente a troca controlada de gases importantes, como oxigênio, dióxido de carbono, e etileno, que estão envolvidos na respiração dos produtos alimentares, além de poder conter aditivos, promovendo uma resposta funcional mais significativa na superfície do produto (BOURTOOM, 2008; REBELLO, 2009; EMBUSCADO & HUBER, 2009).

3.4 Embalagens inteligentes

Embalagens inteligentes são definidas como sistemas que monitoram as condições dos alimentos embalados para fornecer informações sobre a qualidade dos alimentos durante toda a cadeia de transporte e armazenamento. Diferenciam-se das embalagens ativas, que alteram a condição do alimento embalado, prolongando a vida útil ou melhorando suas propriedades sensoriais (DE KRUIJF et al., 2002). O sistema de embalagens inteligentes consiste em identificar mudanças cinéticas relacionadas à qualidade dos alimentos ou ao ambiente e comunicar esta informação ao consumidor. Portanto, para considerar um sistema de embalagem inteligente, é necessária a presença de um sensor ou indicador (ROBERTSON, 2006).

Além das funções primárias, as embalagens inteligentes podem detectar, rastrear, comunicar e aplicar a lógica científica para facilitar a tomada de decisão para prolongar a vida útil, melhorar a segurança e a qualidade. Essas embalagens fornecem informações e alertam sobre possíveis problemas, desempenham sua função após o ponto em que o conteúdo foi embalado, interagindo com ele para melhorar sua qualidade, vida de prateleira e segurança (REBELLO, 2009; FANG et al., 2017).

Na fabricação de uma embalagem inteligente é incorporado um componente externo. Pode ser indicador, que visa proporcionar mais conveniência e/ou informar os consumidores sobre a qualidade dos alimentos; portador de dados, como códigos de barras e etiquetas de identificação de

radiofrequência, especificamente destinado a fins de armazenamento, distribuição e rastreabilidade; e biosensores, que permitem a identificação de microrganismos. Na maioria das vezes, essas informações são exibidas por mudanças visuais (GHAANI et al., 2016).

O principal objetivo dos sistemas de embalagens inteligentes é fornecer informações mais precisas sobre a vida útil do produto, em vez de uma vida de prateleira predeterminada baseada em modelos teóricos desenvolvidos em condições bem controladas. As embalagens inteligentes são uma tecnologia em desenvolvimento que apresentam oportunidades comerciais para o futuro (YUCEL, 2016).

Os sistemas de monitoramento dos produtos podem ser divididos em: indicadores - de tempo-temperatura, de frescor e de fuga (DE KRUIJF et al., 2002; GHAANI et al., 2016)

Indicador é o meio para informar o consumidor sobre a presença ou ausência de uma substância, a propagação de uma reação entre duas ou mais substâncias ou a concentração de uma substância ou classe específica de substâncias (GHAANI et al., 2016).

Indicadores de tempo-temperatura são usados principalmente em produtos refrigerados e mostram se o produto ficou exposto a temperaturas acima ou abaixo da temperatura ideal (GHAANI et al., 2016).

Indicadores de frescor monitoram a qualidade dos alimentos embalados reagindo de uma forma ou de outra aos metabólitos gerados no produto alimentar fresco como resultado do crescimento microbiano ou do metabolismo (POYATOS-RACIONERO et al., 2018).

Indicadores de fuga são utilizados como um indicador de vazamento ou para verificar a eficiência de um eliminador de oxigênio, indicando que ocorreram reações químicas ou enzimáticas (DE KRUIJF et al., 2002).

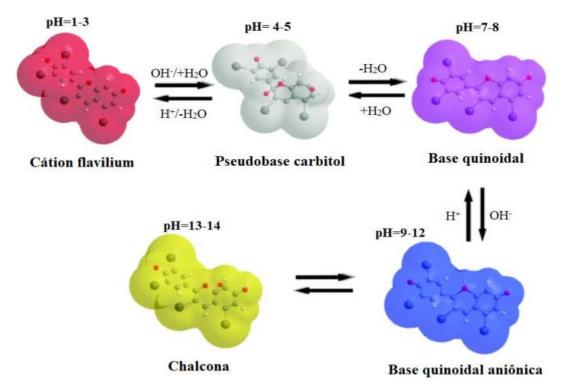
Embalagens inteligentes que usam indicadores de pH, possuem em sua formulação pigmentos sensíveis às mudanças de pH, traduzindo-as em mudança de cor. Pigmentos como antocianinas já estão sendo utilizados nesses materiais. Quando em pH alcalino, esses filmes apresentam coloração levemente rósea, e em pH ácido, tornam-se amarelados; um sinal claro para o consumidor de que o produto, muitas vezes ainda no prazo de validade, já apresenta início de deterioração (REBELLO, 2009).

3.5 Indicador de antocianinas

Antocianinas são pigmentos da classe dos flavonoides responsáveis pela coloração azul, violeta, vermelha e rosa presente em flores e frutos (GUIMARÃES; ALVES; ANTONIOSI, 2012). Eles representam um grande grupo de pigmentos naturais, hidrossolúveis e não tóxicos. Possuem varias funções fisiológicas nas células vegetais e sua biossíntese é influenciada por fatores de estresse bióticos e abióticos (ANANGA et al., 2013; YOSHIDA et al., 2014).

A cor das antocianinas varia de acordo com o número de grupos hidroxila ligados em suas moléculas, principalmente em seu terceiro anel. Ao aumentar a presença de grupos hidroxila, a cor visível da molécula inteira é alterada, assim como a presença de glicosídeos e ácidos alifáticos ou aromáticos que modificam a cor, estabilidade e solubilidade. Além disso, alterações no pH podem causar transformações reversíveis de cor nas moléculas (figura 2) (ANANGA et al., 2013).

Figura 2 – Mudança na estrutura e cor das antocianinas de acordo com a variação de pH.



Fonte: ANANGA et al., 2013.

Quando extraído de fontes naturais, as antocianinas aparecem na forma de sais flavílicos ligados a açúcares e quando livres, são encontradas na

forma de antocianinas (SOARES; CAVALHEIRO; ANTUNES, 2001). Estudos recentes relataram o potencial de corantes naturais como indicador de pH aplicados a sistemas inteligentes em embalagens de alimentos (CHOI et al., 2017).

Indicadores naturais de uva, jabuticaba, repolho roxo, extrato de violetas, rosas, pau-brasil, casca de feijão preto, amora, entre outros, são utilizados desde a antiguidade, sendo também importantes por sua maior facilidade de obtenção e baixo custo (MARQUES et al., 2011).

Uma das vantagens do uso desses indicadores naturais é o menor impacto ambiental quando descartados (GUIMARÃES; ALVES; ANTONIOSI, 2012).

3.6 Tilápia - Consumo e alterações

O Brasil conta com características favoráveis ao desenvolvimento de atividades aquícolas, possuindo 12% da água doce do planeta, 5,5 milhões de hectares de lâmina d'água em reservatórios públicos, litoral de 8.500 km, uma zona econômica exclusiva de 4,5 milhões de km², clima tropical na maior parte do território, e espécies com potencial zootécnico e mercadológico. Esses atributos credenciam o país a ser um dos poucos no mundo aptos a aumentar a oferta de pescado nos próximos anos (BRABO et al., 2016).

O relatório da Organização das Nações Unidas para a Alimentação e a Agricultura (FAO), projeta crescimento do setor pesqueiro. O país deve registrar crescimento de 104% na pesca e aquicultura até 2025. Segundo o estudo, o aumento na produção brasileira será o maior registrado na região (FAO, 2014).

Entre os peixes mais produzidos no Brasil temos destaque para a tilápia (*Oreochromis niloticus*) que corresponde a 45,5% da produção total (PORTAL BRASIL, 2017). A indústria brasileira de tilápia é voltada para o mercado interno - 99% da produção nacional são consumidos no país.

Na região Nordeste do Brasil a maioria da produção de pescados é proveniente de água doce. A piscicultura continental é dominada pela criação da tilápia em tanques-redes nos açudes (BRABO et al., 2016).

Apesar da diminuição do poder de compra dos brasileiros causada pela recessão econômica e da alta inflação, a demanda interna sobre os

produtos da tilápia é alta, com possibilidade de ser ampliada. Quando um produto é importante culturalmente ou pelo seu hábito de consumo, ainda que o poder de compra diminua, não se abandona o seu consumo. Neste sentido, o mercado de pescado nacional deve continuar utilizando estratégias de marketing para maior conscientização e aumento do consumo interno (MUNOZ et al., 2017).

As características físicas da tilápia, como sua carne branca de textura firme, sabor delicado, facilidade na filetagem, ausência de espinha em "Y" e ausência de odor, fazem com que esta espécie seja uma das preferidas pelos consumidores (DENA et al., 2007).

Devido as suas características nutricionais, o pescado é o alimento de origem animal com maior probabilidade de deterioração, isso se deve ao valor de pH próximo a neutralidade, à elevada atividade de água nos tecidos e ao alto teor de nutrientes facilmente utilizáveis pelos micro-organismos, acentuado teor de fosfolipídios e, a rápida ação destrutiva das enzimas presentes nos tecidos e nas vísceras do peixe (SOARES; GONÇALVES, 2012).

A vida útil de peixes como alimento é diretamente influenciada pelo manuseio, desde a sua captura até a estocagem. As transformações bioquímicas que ocorrem inicialmente estão associadas a compostos presentes na carne e consequente ocorrência do *rigor mortis* (MOURA et al., 2009).

A deterioração do pescado apresenta sinais sensoriais como a formação de odor característico, mudanças na textura e sabor, com a produção de gás. Estes indicadores de deterioração referem-se a uma variedade de mecanismos bioquímicos, microbianos, enzimáticos e físicos (FARAG, 2012).

Mesmo em condições refrigeradas algumas bactérias psicrotróficas participam diretamente do processo de deterioração, pelo fato de se multiplicarem bem nessas condições. Elas utilizam o pescado como substrato para realização de suas atividades metabólicas, produzindo substâncias que conferem aroma e sabor desagradável ao alimento (FRANCO; LANDGRAF, 2008).

As principais alterações dos pescados são causadas pela ação enzimática e bacteriana, que resultam na produção de compostos nitrogenados como a trimetilamina, amônia e os ácidos voláteis. O teor dessas substâncias é

medido pela determinação das Bases Volateis Totais (N-BVT) que aumenta à medida que o produto se deteriora (ALMEIDA et al., 2006).

Mesmo durante o armazenamento congelado, enzimas autolíticas produzem amônia por desaminação de aminoácidos, catabolismo de nucleotídeos e outros compostos nitrogenados básicos voláteis associados à deterioração dos peixes (RODRIGUES et al., 2016).

Segundo o Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA) do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), em relação às características físicas e químicas do pescado fresco, resfriado ou congelado, os valores de pH devem ser inferiores a 7,0; e os de B-NVT, inferiores a 30 mg N 100 g⁻¹ (BRASIL, 2017).

4. METODOLOGIA

4.1 Extração e caracterização da galactomanana

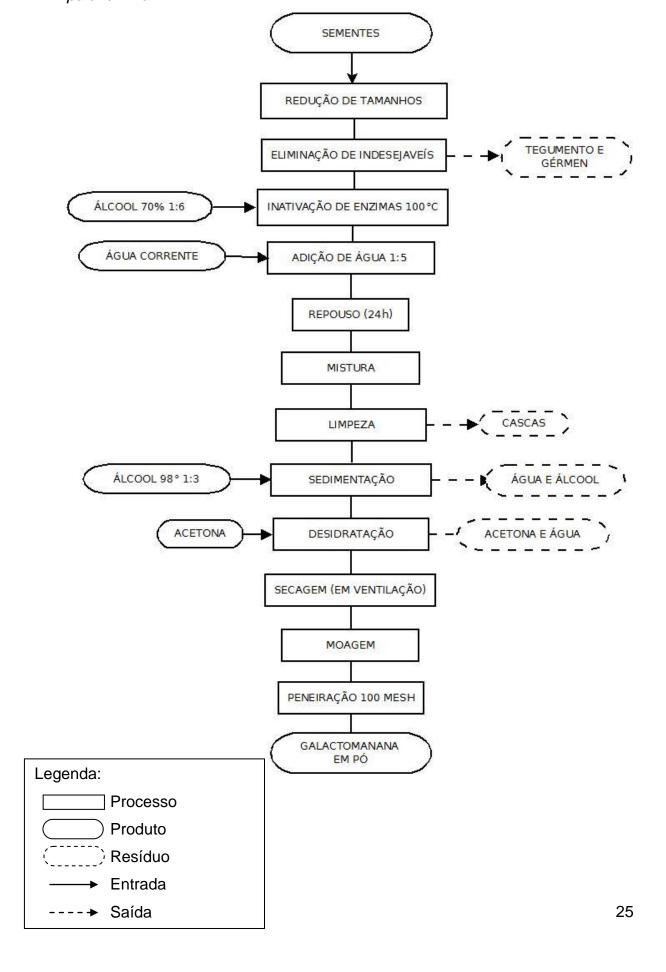
O polissacarídeo foi extraído usando a metodologia descrita por Mendes et al., (2017) (Figura 3). As vagens de Caesalpinia pulcherrima foram obtidas em uma chácara na cidade de Maranguape, e identificadas no Herbário Prisco Bezerra, com o número 563667. Foram debulhadas e as sementes passadas em moinho de lâmina. Os endospermas foram separados manualmente das cascas e do cotilédone e levados a inativação de enzimas em álcool 70% na proporção 1:6 a 100 °C por 20 minutos. Após o tempo de inativação foram lavados em água destilada corrente e armazenados em água destilada por 24 horas para intumescimento em refrigeração. Em seguida foram homogeneizados em água destilada na proporção 1:20 para formação do gel, que foi filtrado em malha de nylon para remoção de resíduos e posteriormente precipitados em álcool 1:3. O precipitado foi desidratado em acetona e o excesso desta, retirado. O material resultante foi seco em estufa de circulação de ar em aproximadamente 28 °C por 24 horas. Após a secagem, o material resultante galactomananas, foi moído e peneirado em 100 mesh.

Foram quantificadas umidade, cinzas, proteínas e lipídeos das galactomananas para avaliação da qualidade da sua extração segundo a AOAC, 2005. O rendimento foi calculado pela equação:

$$R = \frac{GP}{MS} \times 100 \tag{1}$$

R: rendimento, GP: massa de galactomanana em pó obtida, MS: massa da semente inteira.

Figura 3 – Fluxograma obtenção das galactomananas de Caesalpinia pulcherrima.



4.2. Extração do indicador

O indicador foi extraído de 500g de uvas pretas variedade Summer Royal descascadas e maceradas em solução extratora de álcool 70%, pH 2 corrigido com HCl concentrado na proporção 1:20 e a solução foi levada a repouso por 48 horas em refrigeração. Após, a mistura foi filtrada a vácuo e levada à concentração em banho-maria a 40 °C. O extrato foi armazenado em vidro âmbar sob refrigeração, seguindo metodologia adaptada de Costa (2017).

4.2.1. Quantificação de antocianinas totais do indicador

Para quantificar as antocianinas totais pesou-se 1 g de casca de uva e adicionou-se 30 mL da solução extratora (etanol:água-HCl 1,5 N). A amostra foi homogeneizada em agitador mecânico por 2 minutos e transferida para balão volumétrico de 50 mL, completado o volume com a solução extratora e em seguida o balão volumétrico foi envolto em papel alumínio. A solução foi mantida em repouso por 12 horas sob refrigeração. Posteriormente realizou-se a filtragem em papel filtro sob ausência de luz. O extrato foi analisado em espectrofotômetro Ultrospec 1100 pro UV-visível no comprimento de onda de 535 nm (absorção máxima para antocianinas), segundo Markakis (1982). A quantificação das antocianinas foi expressa em mg/100g de casca da uva, através equação 2.

$$A = \frac{Ab \, s \times f}{98.2} \tag{2}$$

A: quantidade de antocianinas, *Abs*: absorbância obtida, *f:* fator de diluição e, 98,2 o coeficiente de extinção molar (ε) da cianidina-3-glicosídeo, principal constituinte do extrato (NIKETIC-ALEKSIC e HRAZDINA, 1972).

4.3. Formulação dos filmes como embalagem inteligentes

4.3.1 Delineamento Experimental

As concentrações de galactomananas, glicerol e de óleo mineral foram estabelecidas como variáveis independentes. No delineamento experimental foram realizados dezesseis experimentos e os limites foram estabelecidos de acordo com a literatura. A tabela 1 mostra o planejamento

fatorial completo (3³) com pontos axiais e repetição nos pontos centrais, com valores reais e codificados. Todos os testes foram feitos em triplicata.

Tabela 1 – Variáveis independentes e valores codificados e reais dos níveis utilizados no planejamento experimental fatorial.

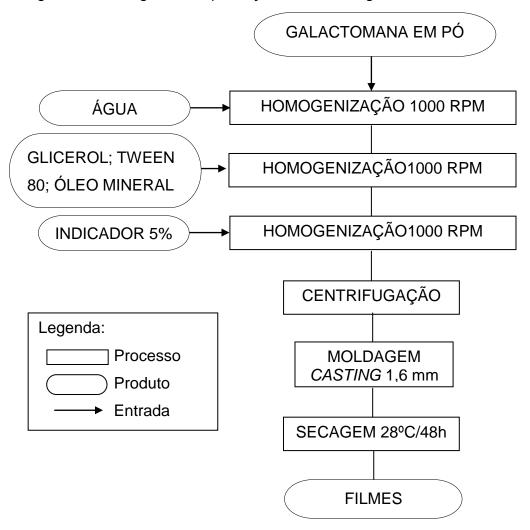
Tratamento	GAL(%)	Glicerol(%)	Óleo Mineral(%)
1	0,5(-1)	1,0(-1)	0,2(-1)
2	0,5(-1)	1,0(-1)	1,0(1)
3	0,5(-1)	2,0(1)	0,2(-1)
4	0,5(-1)	2,0(1)	1,0(1)
5	2,0(1)	1,0(-1)	0,2(-1)
6	2,0(1)	1,0(-1)	1,0(1)
7	2,0(1)	2,0(1)	0,2(-1)
8	2,0(1)	2,0(1)	1,0(1)
9	0,11(-1,68)	1,5(0)	0,6(0)
10	2,51(1,68)	1,5(0)	0,6(0)
11	1,25(0)	0,65(-1,68)	0,6(0)
12	1,25(0)	2,34(1,68)	0,6(0)
13	1,25(0)	1,5(0)	-0,07(-1,68)
14	1,25(0)	1,5(0)	1,27(1,68)
15	1,25(0)	1,5(0)	0,6(0)
16C	1,25(0)	1,5(0)	0,6(0)

Fonte: Elaborado pela Autora.

4.3.2 Elaboração dos Filmes

As soluções filmogênicas foram formuladas seguindo as concentrações determinadas no delineamento para a elaboração dos filmes conforme Figura 4.

Figura 4 – Fluxograma de produção do filme de galactomananas.



Além dos componentes presentes no delineamento, foi incorporado o surfactante *Tween* 80 que auxiliou na homogeneização. A quantidade variou de acordo com a concentração de óleo mineral presente na formulação. Primeiramente, foram preparadas as soluções de galactomanana (concentração codificada: -1, 0, 1), homogeneizadas em agitador por 60 minutos a 2000 rpm. Após a formação do gel foi adicionado os demais componentes da solução filmogênica com correção dos volumes. As soluções foram agitadas por mais 30 minutos a 2000 rpm, descansadas em temperatura de refrigeração por 12 horas e em seguidas foram centrifugados a 1000 rpm

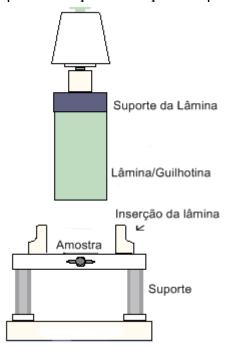
por 10 minutos para remoção de bolhas de ar. Os filmes GalGliO (galactomananas, glicerol e óleo) foram elaborados pela técnica *casting* convencional, secos em temperatura ambiente de 28 °C por 48 horas, resultando em 1,6 mm de espessura no Laboratório de Embalagens da Embrapa Agroindustrial Tropical.

4.4 Caracterização dos filmes

4.4.1 Resistência a tração

Os filmes GalGliO foram analisados em texturomêtro *TA.XT Express*, usando o conjunto de lâminas *Warner Bratzler* (Figura 5). Foi medida a força necessária para romper o filme. Os filmes foram cortados em tiras de 4 cm de largura por 8 cm de comprimento, cada amostra foi presa a mesa de suporte e, transpassada pela guilhotina que aplicou força constante em grama (g). A resistência a ruptura foi expressa em kg/s.

Figura 5 – Texturômetro utilizado para medição da força de ruptura.



Fonte: Guia de Aplicação Exponent Lite Express

4.4.2 Permeabilidade ao vapor d'água (PVA)

A análise de PVA foi realizada seguindo método gravimétrico ASTM E96-00 (ASTM, 2000). As amostras foram cortadas e medida a espessura (resolução de 0,001 mm) em cinco pontos diferentes. Foram fixadas entre os encaixes de células de permeação em acrílico contendo em seu interior 2 mL

de água . As células de permeação foram acondicionadas em um dessecador vertical e mantidas sob controle de temperatura (25 ± 5) e umidade relativa $(30 \pm 5\%)$ contendo em seu interior sílica gel. O peso das células foi verificado no intervalo mínimo de 1 hora em balança analítica. Foram realizadas oito pesagens no período de 24 horas. PVA é obtido pela Equação 3 e expresso como g.mm.kPa $^{-1}$.h $^{-1}$.m $^{-2}$.

$$PVA = TPVA \times \frac{e}{\Lambda P}$$
 (3)

Onde TPVA é a taxa de permeabilidade ao vapor de água, e é a espessura do filme, e ΔP é a diferença de pressão parcial de vapor de água entre as faces do filme.

4.4.3 Cor

A cor dos filmes GalGliO foi determinada utilizando-se um colorímetro Konica Minolta modelo CR-400 e as leituras foram realizadas em triplicatas. Os parâmetros obtidos foram L*, a*, b*, c* e h. L representa a luminosidade (0 – preto; 100 – branco), a* varia de vermelho (0°) a verde (90°), b* varia de amarelo (90°) a azul (270°) o c* representa a saturação e o h representa a tonalidade das cores (figura 6). A calibração do aparelho foi realizada por meio de placa de cerâmica branca. As leituras foram realizadas de forma direta e o equipamento foi colocado em contato direto com a superfície dos filmes.

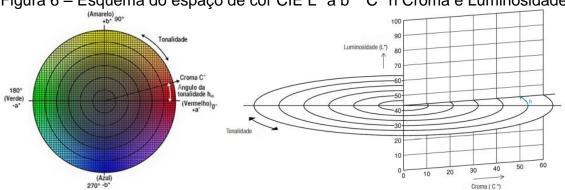


Figura 6 – Esquema do espaço de cor CIE L* a b* *C *h Croma e Luminosidade

Fonte: Adaptada de (MINOLTA KONICA, 2018)

4.4.4 Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) foi realizada em analisador térmico STA 6000 (PERKIN ELMER) no Laboratório de Tecnologia de Biomassa da Embrapa Agroindústria Tropical. A análise foi conduzida num intervalo de temperatura de 25 – 800 °C, sob atmosfera de nitrogênio, com taxa de fluxo de 50 ml.min⁻¹ utilizando cadinhos de alumina. Massas de aproximadamente 10 mg foram aquecidas a taxa constante de 10 °C.min⁻¹.

4.4.5 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

As medições de DSC foram realizadas em calorímetro diferencial de varredura Q20 Universal V4.7a (TA Instruments). Foi pesado 1 mg da amostra e em seguida realizado um primeiro ciclo de aquecimento de 10 °C até 105 °C para apagar a historia térmica prévia do material, e em seguida a amostra foi resfriada a -10 °C. Após, foi realizado um segundo de ciclo aquecimento até 400 °C a uma taxa de aquecimento de 10 °C.min⁻¹. Os experimentos foram realizados sob atmosfera de nitrogênio a uma taxa de fluxo de 50 mL.min⁻¹ e, foram utilizados cadinhos de alumínio hermeticamente fechados.

4.5 Aplicação dos filmes em filés de tilápias Oreochromis niloticus

O filme foi aplicado em filés de tilápias (*Oreochromis niloticus*). As amostras foram adquiridas na distribuidora SóPeixe Pescados no município de Fortaleza-CE e, transportadas em gelo para o Laboratório de Tecnologia de Pescados da Universidade Federal do Ceará. Os filés de tilápias foram porcionados e embalados em bandeja de isopor. As amostras foram separadas em seis tempos de análises (0, 3, 4, 5, 6, 7), três tratamentos (filés cobertos com filme GalGliO7 (2; 2; 0,5); filés embalados em contato com o filme GalGliO7 e cobertos com filme de Policloreto de Vinila – PVC; filés cobertos com filme de PVC, como controle) foi preparada também uma bandeja controle coberta com o filme GalGliO7 que teve sua alteração de cor avaliada durante os dias de armazenamento.

4.6 Avaliação Microbiológica

As análises microbiológicas foram realizadas no tempo zero e após 3 a 7 dias de armazenamento sob refrigeração (4 °C). As metodologias

utilizadas foram as descritas na Portaria nº 451 de 19 de setembro de 1997, do Ministério da Saúde, SVS (1997) para pescado *in natura*, fresco e refrigerado. A portaria indica análise de detecção para *Salmonella* sp e *Staphylococcus aureus*. As análises foram realizadas no Laboratório de Microbiologia do Laboratório de Tecnologia de Pescados - LATEP da Universidade Federal do Ceará – UFC. Ultilizando placas PetrifilmTM 3M, foram utilizadas seguindo o Método Oficial da Association of Official Analytical Chemists (AOAC, 2005).

4.6.1 Quantificação de Staphylococcus aureus

A placa Petrifilm Staph Express é um método de análise rápida que contém meio de cultura como agente geleificante solúvel em água fria. Esse meio cromogênico Baird-Parker modificado é seletivo e diferencial para *Staphylococcus aureus*. Colônias de vermelho-violetas na placa são indicativas de *Estafilococos* coagulase positiva.

O inócuo (1 mL) foi espalhado com difusor plástico, com leve pressão manual e, após solidificação do gel, as placas foram incubadas para desenvolvimento de colônias a 37 °C, 24 horas. Se as placas apresentaram colônias características no teste, o Disco Petrfilm Staph Express foi usado para identificar S. aureus entre as colônias suspeitas. O Disco Petrfilm Staph Express foi utilizado quando colônias diferentes das vermelho-violetas estavam presentes na placa (colônias pretas ou azuis-esverdeadas). As placas que continham o disco permaneceram de 1 a 3 horas em temperatura de 37 °C e foi realizada a contagem das colônias. O Petrfilm Staph Express contém um indicador e ácido desoxirribonucléico (DNA). Então, como o S. aureus produz desoxiribonuclease (DNase) e a DNase reage como indicador para formar halos rosados; quando o disco é inserido na placa, o S. aureus (e ocasionalmente Staphylococcus hyicus e Staphylococcus intermedius) produz um halo rosado e outros tipos de bactérias não produzem halos rosados. S. aureus, S. hyicus e S. intermedius compreendem a maioria do grupo de microrganismos comumente conhecidos como estafilococos coagulase positiva.

4.6.2 Pesquisa de Salmonella sp pelo método de placas PetrifilmTM 3M

O enriquecimento da amostra foi realizado de forma asséptica. A base para *Salmonella* da 3M foi preparada com o suplemento para o seu enriquecimento. Adicionou-se ao meio de enriquecimento 25 g da amostra e incubou-se a 41,5 °C por 24 horas. As placas foram hidratadas com água destilada estéril sobre uma superfície nivelada e plana. O filme superior foi levantado e, com a pipeta perpendicular, foram dispensados 2 mL do diluente estéril (água destilada) no centro da placa inferior. Baixou-se o filme superior delicadamente sobre o diluente para evitar o aprisionamento de bolhas de ar. Pressionou-se levemente o centro do difusor para distribuir o diluente homogeneamente, ele foi espalhado por toda a área de crescimento. As placas foram armazenadas em sob abrigo de luz, por até duas horas.

O meio de enriquecimento previamente incubado foi utilizado para inocular as placas, utilizando alça estéril para retirar cada amostra e foram feitas raias sobre o gel. Incubaram-se as placas a 41,5 °C por 24 horas em posição horizontal com o lado colorido para cima. As espécies presumivelmente positivas para *Salmonella* são colônias vermelhas e marrons com zona amarela ou bolhas de gás associadas, ou ambos. Para confirmação da presença de *Salmonella*, essas colônias devem ser marcadas com um pincel permanente na parte externa da placa e o disco de confirmação deve ser colocado e levado a incubadora a 41,5 °C por 4 horas. As colônias marcadas azuladas são positivas para presença de *Salmonella*.

4.7 Bases Voláteis

Para a quantificação do conteúdo de Nitrogênio das Bases Voláteis Totais (N-BVT) das amostras, seguiu-se a metodologia descrita abaixo conforme relatado em AOAC (2005). Os resultados foram expressos em mg de N/100 g.

Para a preparação do extrato foram pesados em balança analítica 20 g das amostras previamente trituradas em multiprocessador e adicionados 180 mL de ácido tricloroacético (TCA) a 7,5%. Inicialmente, essa mistura foi macerada por 1 minuto em almofariz de porcelana e em seguida, peneirada e filtrada em papel filtro quantitativo. Foram adicionados 25 mL de cada extrato e 5 mL de hidróxido de sódio 10% em tubos digestores de proteína. Em seguida

o tubo contendo a amostra foi conectado ao aparelho de destilação de proteína e o destilado recebido em erlenmeyer contendo 15 mL de ácido bórico a 2% e uma gota do indicador misto vermelho de metila e verde de bromocresol. A amostra foi destilada durante 25 minutos e o destilado foi então titulado com ácido sulfúrico a 0,05 N. A equação 4 foi utilizada para calcular os resultados.

$$BVT = \frac{V \times N \times 1400}{p} \tag{4}$$

Onde V é o volume do ácido gasto na titulação (mL), N a normalidade do ácido e p o peso da amostra (g).

4 8 Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS)

Foram pesadas 10,0 ± 0,1 gramas de amostra previamente triturada em multiprocessador e homogeneizada com 1 mL da solução de BHT e 40 mL da solução de TCA 7,5%. O extrato foi filtrado, transferido para balão volumétrico de 50 mL e o volume completado com solução de TCA 7,5%. Posteriormente, retirou-se 2 mL de cada balão que foram transferidos para tubos de ensaio com tampa. Após a adição de 2 mL da solução de TBA em cada um dos tubos, estes foram vedados, agitados e aquecidos em banhomaria fervente por 10 minutos. Em seguida, com o auxílio de um espectrofotômetro com comprimento de onda de 531 nm, procedeu-se à leitura das absorbâncias de cada uma das amostras. Os valores encontrados foram aplicados na equação 5 elaborada a partir da curva padrão de calibração anteriormente obtida e, cujos resultados foram novamente empregados na equação abaixo para calcular os níveis de TBARS das amostras.

$$TBARS = \frac{Abs - 0,0109}{0,2106} \tag{5}$$

Onde TBARS é dado em MDA/kg, *Abs* é a absorbância medida pelo espectrofotômetro.

4.9 pH

A determinação do pH foi realizada de acordo com a metodologia descrita pela AOAC (2005). Em balança analítica, foram pesadas 5 g da

amostra previamente triturada em multiprocessador e adicionados 50 mL de água destilada. Com o auxílio de um bastão de vidro, procedeu-se a homogeneização da mistura, a qual teve seu pH lido em potenciômetro.

4.10 Análise estatística

Os dados obtidos na caracterização dos filmes foram inseridos no programa STATISTICA 7, aplicado a ANOVA e, para comparação das médias, utilizou-se o teste de Tukey ($p \le 0.05$).

O Delineamento Composto Central Rotacional foi tratado no mesmo programa, com a ferramenta "Experimental Design".

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Extração e caracterização da galactomanana

extração das rendimento galactomananas obteve de aproximadamente 20% em relação à semente íntegra. Mendes et al (2017) ao extrairem galactomananas pelo mesmo método, obtiveram rendimento de 25%, ANDRADE et al (1999) também obtiveram 25% de rendimento. A metodologia seguida é vantajosa por não demandar tanto tempo de descanso em álcool e acetona, além da vantagem de filtragem em malhas, que retiram rapidamente os resíduos de casca do gel sem necessidade de centrifugação, economizando tempo e recursos. A secagem da galactomanana em estufa de circulação de ar garante a remoção total da acetona, sendo obtida uma galactomanana sem cheiro residual. Após a moagem e peneiração em peneira 100 mesh foram obtidos dois pós, um pó claro e leve e outro mais escuro. A figura 7 mostra o pó após moagem no mesh (A) e peneirado (B).

Figura 7 – Galactomananas em pó antes e após passar pela peneira 100 mesh.



Legenda: A: ao sair do moinho; B: após passar pela peneira.

Os resultados da composição centesimal estão demonstrados na tabela 2. O percentual de umidade da amostra está dentro do adequado para extração de galactomanana. O resultado foi similar ao encontrado para a galactomanana de *C. pulcherrima* isolada por Buriti *et al.*, (2014), que encontraram 11,11% para a galactomanana padrão e, 11,38% para galactomanana hidrolisada. A metodologia seguida foi similar para as duas pesquisas com exceção da etapa de secagem que foi realizada entre 28 °C a 30 °C nesse trabalho e no de Buriti *et al.*, (2014) secagem em ar quente (60 °C) o que pode explicar a menor percentual de umidade encontrado por eles. Ao caracterizar galactomananas, Thombre; Gide, (2013) encontraram valores de 10%, inferior ao encontrado no presente trabalho. O percentual de umidade

pode estar associado ao tempo de secagem em acetona e na estufa, ou a diferença no armazenamento.

Tabela 2 – Composição centesimal da galactomanana em pó.

	3
Parâmetros	Quantidade (%)
Umidade	12,34 ± 0,08
Cinzas	0.11 ± 0.07
Proteínas	0.5 ± 0.17
Lipídeos	$0,25 \pm 0,01$
*Carboidratos	86,8 ± 0,01

*Por diferença

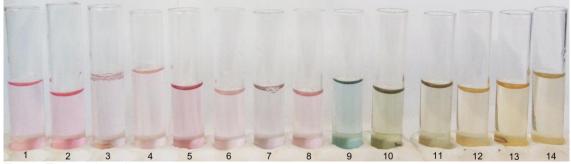
Fonte: Elaborado pela autora.

O percentual de cinzas encontrado também estava no adequado para galactomananas, mesmo sendo o dobro do encontrado por Thombre; Gide, (2013). O percentual de proteínas encontrado foi adequado, pois quantidades superiores a 1% em galactomananas de *C. pulcherrima* representa contaminação por seu cotilédone que é rico em proteínas. O percentual pequeno de proteínas é desejável, pois demonstra que o processo de extração foi bem sucedido para separar a parte de interesse. Ao caracterizar galactomananas Thombre; Gide (2013) encontraram 0,016 % de proteínas, porém a metodologia de extração usada foi diferente do presente trabalho, interferindo diretamente na eficiência da remoção das proteínas.

5.2 Extração do Indicador

Em teste com diferentes pH as mudanças de cores foram visíveis, variando do rosa ao amarelo (figura 8).

Figura 8 – Variação de cor de pH 1 a 14 do indicador de antocianinas de casca de uva.



Fonte: Elaborado pela autora.

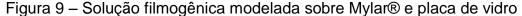
Ao extrair antocianinas de diversas fontes, Marques et al., (2011) obteve indicadores que mudaram de cor com a variação de pH de 1 a 13, variando de vermelho a amarelo, passando por roxo, azul e verde. As antocianinas mantiveram sua atividade indicadora de pH mesmo em temperatura de 60 °C e se mantiveram ativas durante o armazenamento por até 30 dias.

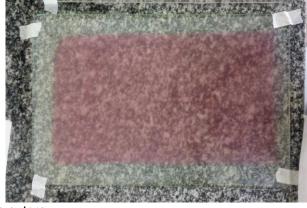
5.2.1 Quantificação de antocianinas totais

A quantidade de antocianinas presente na casca de uva *Summer Royal* foi de 138,6±0,2 mg/100g. O valor pode variar entre 30 a 750 mg/100g, essa variação tem relação com as condições de plantio e manejo das uvas, pois as antocianinas podem ser formadas transportadas e armazenadas nos vacúolos celulares (ANANGA et al., 2013; COSTA, 2017). Esse valor encontrado pode ser explicado pelo uso das cascas praticamente íntegras, pois foram agitadas mecanicamente sem o rompimento. Ao analisar diferentes variedades de uvas Bressan et al. (1988) encontrou resultados entre 480,2 a 831,5, acima do encontrado.

5.3. Formulação dos filmes como embalagem inteligentes

Os filmes GalGliO foram puxados em superfície plástica Mylar® sobre placas de vidro (figura 9) no Laboratório de Embalagens da Embrapa Agroindústria Tropical e os tratamentos foram codificados de T1 a T16.





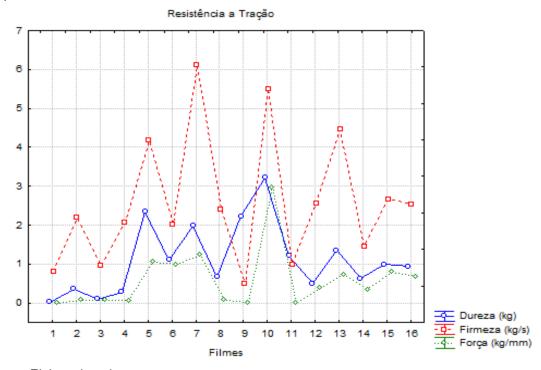
Fonte: Elaborado pela autora.

A formação dos filmes foi satisfatória quando secos em temperatura ambiente (28 °C) por 48h. Ao formular filmes comestíveis de galactomananas, Teixeira (2017) os obteve secos em estufas a 60 °C em apenas 18 horas.

5.4 Caracterização dos filmes

5.4.1 Resistência a tração

Os filmes GalGliO, após secos, foram levados ao laboratório de Bioquímica de Alimentos do IFCE campus Limoeiro do Norte, e sua resistência a tração foi avaliada. A resistência dos filmes foi demonstrada na figura 10. Figura 10 – Resistência a tração dos filmes GalGliO.



Fonte: Elaborado pela autora.

Os resultados foram dados pelo software em firmeza, dureza e força onde dureza é a massa necessária para o cisalhamento, firmeza é a massa máxima aplicada para romper a superfície dos filmes e a força é a massa aplicada para romper cada milímetro dos filmes. A tração é a força aplicada sobre um corpo numa direção perpendicular à sua superfície de corte e num sentido que provoque a sua ruptura.

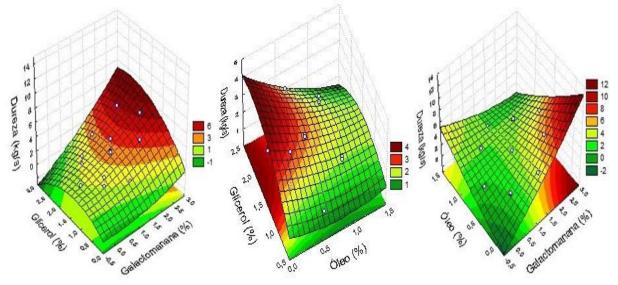
Podemos observar que os filmes que continham em sua formulação 0,5% de galactomananas possuem os menores valores para dureza e força quando comparadas às outras formulações (1,5 e 2% de galactomananas). Isso se deve ao fato que a presença de galactomananas torna a matriz dos

filmes mais coesa e firme, devido à maior quantidade de ligações intermoleculares na matriz polimérica (SANTOS, 2012).

A presença de glicerol e lipídeos na formulação reduz as interações moleculares da matriz, aumentando a mobilidade das cadeias e tornando os filmes menos resistentes e elásticos (SANTOS, 2012; OLIVEIRA, 2015). Mesmo com a presença desses componentes o filme se manteve solúvel em água.

A dureza dos filmes variou entre 0,492 a 6,106 kg/s. Ao avaliar a influência do glicerol e galactomananas na formulação dos filmes, observa-se que a relação é diretamente proporcional. Ao aumentar as quantidades de galactomananas e de glicerol também se aumenta a dureza dos filmes (figura 11).

Figura 11 – Superfície de resposta para dureza dos filmes produzidos com galactomananas, glicerol e óleo mineral (GalGliO).

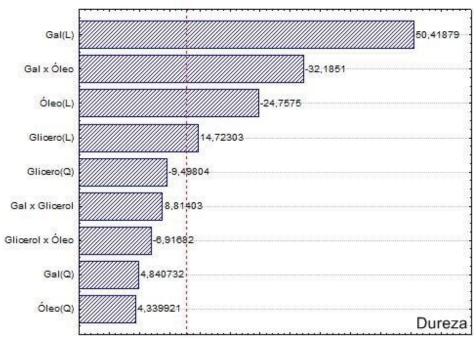


Ao avaliar as interações entre a quantidade de galactomananas e óleo mineral percebe-se que a quantidade de galactomananas é determinante para o aumento da dureza, pois filmes com quantidades maiores de galactomananas não diminuíram sua dureza ao ter suas quantidades de óleo aumentadas.

No gráfico de Pareto (figura 12) podemos ver todas as interações. As variáveis lineares foram significativas (p≤0,05), a quantidade de galactomananas desempenha função determinante para a dureza dos filmes, sua interação com a quantidade de óleo é significativa e inversamente proporcional. A quantidade de óleo mineral atua diminuindo a dureza dos

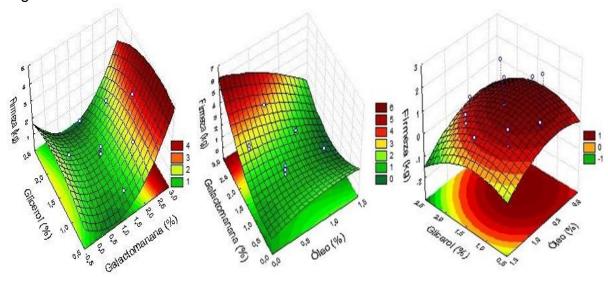
filmes. A quantidade de glicerol é significativa e diretamente proporcional a dureza, mas não é tão influente como a quantidade de galactomananas.

Figura 12 - Gráfico de Pareto para dureza dos filmes produzidos com galactomananas, glicerol e óleo mineral (GalGliO).



Os filmes apresentaram firmeza entre 0,1051 a 3,2195 kg. Na figura 13 podemos ver as interações das quantidades de glicerol e óleo mineral nos filmes. A quantidade de glicerol ajuda a diminuir os valores de firmeza, pois as funções desses dois componentes é fornecer características como flexibilidade e extensibilidade..

Figura 13 - Superfície de resposta para firmeza em função das quantidades de glicerol e óleo mineral nos filmes.

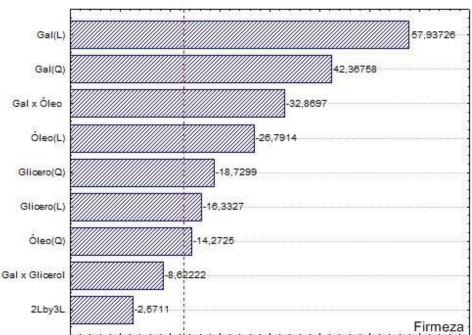


Na relação entre a quantidade de glicerol e de galactomananas podemos observar o aumento de firmeza à medida que a quantidade de galactomananas aumenta.

Na relação entre a quantidade de galactomananas e de óleo mineral, podemos observar que a firmeza aumenta apenas quando há o aumento da quantidade de galactomananas.

Podemos confirmar pelo gráfico de Pareto (figura 14) que apenas a quantidade de galactomananas é diretamente proporcional à firmeza. As demais variáveis também são significativas (p≤0,05), mas inversamente proporcionais.

Figura 14 – Gráfico de pareto para firmeza de filmes produzidos com galactomananas, glicerol e óleo mineral.



Dentre os tratamentos que apresentaram a maior força, estão o T GalGliO5 (2; 1; 0,2), GalGliO7 (2; 2; 0,2) e o GalGliO10 (2,51; 1,5; 0,6). Esses tratamentos são geralmente os que possuem maior concentração de galactomananas e uma quantidade menor de óleo mineral. Os filmes com menor força foram geralmente os que tiveram a menor quantidade de galactomananas. Apenas o GalGliO8 (2; 2;1) que apresentou força de 0,076, similar aos tratamentos com 0,5% de galactomananas. Isso pode se dever à quantidade de óleo que influencia inversamente a dureza e firmeza do filme.

O filme GalGliO7 (2; 2; 0,2) apresentou a maior firmeza e força entres os tratamentos. Já a sua firmeza foi intermediaria, pois a presença de

2% de glicerol ajudou a diminuir a dureza. A presença de 0,2% de óleo mineral também contribuiu para diminuição da firmeza desse tratamento, por isso foi escolhido para ser utilizado.

5.5 Permeabilidade ao vapor d'água

A permeabilidade ao vapor d'água foi de 1,7606 g-mm/kPa.h.m² (tabela 3), valor semelhante àqueles encontrados por Mendes et al., (2017) de 1,60 e 2,00 g-mm/kPa.h.m² para filmes com glicerol em sua formulação. O glicerol atua na melhora da interação de moléculas com a água, facilitando a permeabilidade e solubilidade dos filmes. Os filmes de fontes naturais como polissacarídeos, possuem geralmente alta permeabilidade ao vapor d'água, então, a adição de outros materiais como lipídios, podem auxiliar na redução da permeabilidade (WIHODO; MORARU, 2013). A presença do óleo mineral na formulação do filme pode ter contribuído para a redução da permeabilidade dos filmes. Os valores de PVA para filmes de galactomananas com a adição de colágeno e glicerol foi de 6,79 g-mm/kPa.h.m² e 4,07 g-mm/kPa.h.m² para filmes sem glicerol (Lima et al., 2010).

Tabela 3 – Análises permeabilidade, espessura e cor do filme GalGliO7 (2; 2; 0,2) com indicador de antocianinas.

Filme GalGliO7 (2; 2; 0,2)			
PVA (g-mm/kPa.h.m²)	1,760±0,2		
Espessura (mm)	0,037±1,06		
Cor			
L	74,677±1,9		
a*	4,047±2,1		
b*	6,197±1,7		

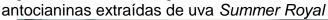
5.6 Cor

O sistema Cielab define espaços que incluem os espaços de cores CIE L*a*b* e CIE L*C*h para comunicar e expressar a cor dos objetos (MINOLTA KONICA, 2018).

De acordo com o sistema Cielab e a tabela 3 podemos observar que o valor de L de 74,677±1,9 indica que a luminosidade das amostras ficou na área superior do gráfico, pendendo para área clara do esquema. O valor de a* 4,047±2,1, corresponde justamente à cor visível roxo-lilás (figura 15) e valor de

b* de 6,197±1,7. Os valores de C* de 34,627±2,4 indicam a saturação da cor. Os valores de h indicam o ângulo da tonalidade foi 10,210±2,3.

Figura 15 – Filme de galactomananas GalGliO7 (2; 2; 0,2) com indicador de





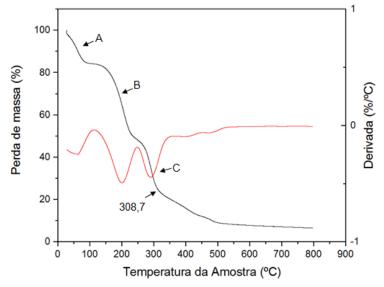
Fonte: Elaborado pelo autor.

Ao analisar a mudança de cor em filme de antocianinas Costa, (2017) obteve valores de 74,82 L, 2,13 a*, 11,93 b* para filmes testados como embalagens para peixe, mudando a cor para 66,5 L, 7,96 a*, -1,91 b* após dez dias de armazenamento em refrigeração (4 °C).

5.7 Análise Termogravimétrica (TGA)

As análises termogravimétricas foram realizadas de modo a compreender a estabilidade térmica do filme inteligente com antocianinas (figura 16).

Figura 16 – Termograma do filme GalGliO7 (2; 2; 0,2) com indicador de antocianinas.



Fonte: Elaborado pelo autor.

É possível observar que os eventos de perda de massa aconteceram gradativamente. A primeira perda de massa (A) foi de 15,5% quando a temperatura chegou a 88,28 °C, podendo ser explicada pela evaporação de água. Entre 88,28 °C e 126,82 °C a perda de massa se manteve estável.

O segundo evento (B) ocorreu entre 146,22°C a 226,22°C no qual a perda de massa foi de 32,13%, podendo ter relação com a decomposição térmica do glicerol. Entre 226,22 °C e 314,47 °C (C) houve perda de 22,34% da massa.

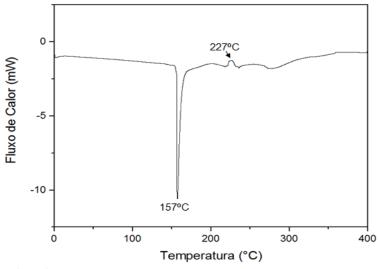
A presença de vários componentes no filme pode ter interferido na sua estabilidade térmica, pois a presença de impurezas pode diminuir a temperatura de degradação (CUNHA et al., 2007), visto que os eventos ocorrem até aproximadamente 300 °C. Os filmes de galactomananas analisados por Mendes (2015) tiveram perda de massa de 9,86 % próximo de 110 °C e de 28,99 % em aproximadamente 200 °C associado à degradação do glicerol.

Ao atingir 308 °C houve uma desaceleração na perda de massa de 20% do peso total da amostra para 9% ao atingir 500 °C.

5.8 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A figura 17 mostra que ocorreram dois eventos térmicos principais, uma endotérmica a 157 °C e outro exotérmico a 227 °C.

Figura 17 – Curva do DSC do filme GalGliO7 (2; 2; 0,2) com indicador de antocianinas



Fonte: Elaborado pelo autor.

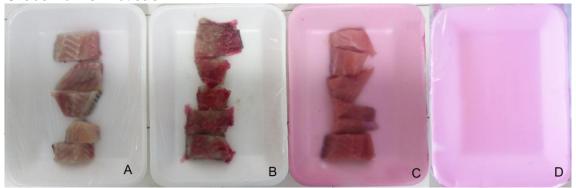
Eventos térmicos indicadores de fusão, perda de massa (vaporização de água, aditivos ou produtos voláteis de reação ou composição), dessorção e reação de redução são comuns em amostras de polímeros (CANEVAROLO, 2003).

O primeiro evento pode se caracterizar pela transição de primeira ordem na qual apresenta uma variação de entalpia endotérmica a 157 °C indicando o início da fusão da amostra. Temperatura similar ao encontrado por Cerqueira et al., (2011) que encontrou resultados de 99°C a 224°C em filmes de galactomananas. Picos exotérmicos podem estar associados à decomposição de material orgânico (CUNHA, 2015), que pode ter sido a degradação dos componentes orgânicos do filme como o glicerol.

5.9 Aplicação dos filmes em filés de tilápia Oreochromis niloticus.

Os seguintes tratamentos foram aplicados A: filés cobertos com filme de Policloreto de Vinila - PVC (controle); B: filés embalados em contato com o filme GalGliO7 (2; 2; 0,2) e cobertos com filme PVC; C: filés embalados com o filme GalGliO7 e D: controle da mudança de cor do filme GalGliO7. As embalagens foram armazenadas durante sete dias em refrigeração (4 °C). Os tratamentos podem ser vistos na figura 18.

Figura 18 – Bandejas com os tratamentos aplicados aos filés de tilápia *Oreochromis niloticus*.



Fonte: Elaborado pelo autor.

5.9.1 Avaliação microbiológica

Os resultados das análises microbiológicas *Staphylococcus ssp.* estão demonstrados na tabela 4. As análises realizadas foram as determinadas pela Resolução RDC nº12 de 2 de Janeiro de 2001 (BRASIL, 2001).

Tabela 4 - Análises microbiológicas de *Staphylococcus ssp.* do armazenamento de filés porcionados de tilápia submetidas a diferentes tratamentos e estocadas por 7 dias a 4±1°C.

por / dias a 4±1°C			
	Staphylococcus	s ssp. (UFC.g-1)	
Amostra	Α	В	С
Dia 0	6,0 x 10 ⁻⁴	6,9 x 10 ⁻⁴	4,8 x 10 ⁻⁴
Dia 3	1,0 x 10 ⁻⁴	0.3×10^{-4}	1,8 x 10 ⁻⁴
Dia 4	3,6 x 10 ⁻⁴	4.8×10^{-4}	5,2 x 10 ⁻⁴
Dia 5	8,1 x 10 ⁻⁴	5,1 x 10 ⁻⁴	1,9 x 10 ⁻⁴
Dia 6	$0,4 \times 10^{-4}$	0,6 x 10 ⁻⁴	0.9×10^{-4}
Dia 7	0.8×10^{-4}	1,2 x 10 ⁻⁴	$4,2 \times 10^{-4}$
Sé	almonella spp (Ausêr	ncia/Presença em 25	g)
Amostra	А	В	С
Dia 0	Aus	Aus	Aus
Dia 3	Aus	Aus	Aus
Dia 4	Aus	Aus	Aus
Dia 5	Aus	Aus	Aus
Dia 6	Aus	Aus	Aus
Dia 7	Aus	Aus	Aus

Fonte: Elaborado pelo autor.

Não foi confirmada a presença de *Staphylococcus aureus* coagulase positivo durante todo o período de armazenamento dos filés de tilápia; uma vez que as colônias reagiram negativamente ao teste de coagulase. Os *Staphylococcus spp são* bactérias não aquáticas que estiveram presentes nos filés desde o primeiro dia de armazenamento. Sua contaminação se deve principalmente às etapas de manipulação como filetagem, porcionamento e embalagem, pois as mãos dos manipuladores são as principais fontes de contaminação (PEREIRA, 2006).

Foi possível observar que os tratamentos com o filme inteligente com indicador de antocianinas (B e C) apresentaram quase sempre valores acima do controle (A), exceto no quinto dia de armazenamento. Esse comportamento pode ser explicado pela presença de microrganismos também nos filmes, uma vez que são manuseados, diferentes de recobrimentos que podem ser esterilizados antes de serem aplicados. Ao aplicar recobrimentos de

quitosana com extrato de casca de romã em filés de tilápias Alsaggaf; Moussa; Tayel, (2017) avaliaram a presença de *Staphylococcus sp* e observaram comportamento do controle semelhante aos desse trabalho. Os filés que foram recobertos apenas com quitosana apresentaram diminuição da quantidade de microorganismos durante os primeiros oito dias de armazenamento em refrigeração.

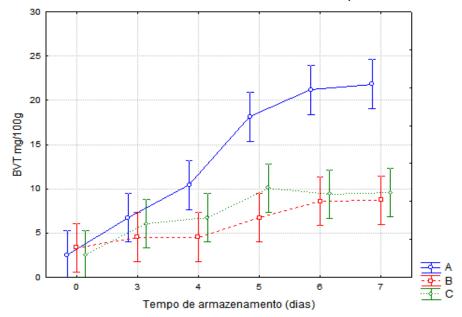
Na avaliação de *Salmonella spp* não foi detectada a presença nas amostras durante todos os dias de armazenamento. Esse resultado mostrou-se em conformidade com o parâmetro estabelecido pela legislação: ausência em 25 gramas de pescado fresco (BRASIL, 2001).

A Salmonella não faz parte da microbiota natural do pescado, sua presença neste alimento origina-se normalmente do manuseio ou contato com superfícies higienizadas inadequadamente. Sua presença é razão suficiente para que o pescado seja condenado para consumo humano (SANTOS, 2014).

5.9.2 Bases Voláteis Totais (BVT)

As bases voláteis foram quantificadas durante os dias de armazenamento e os resultados estão apresentados na figura 19. Foi possível observar que nos primeiros dias de armazenamento não houveram mudanças significativas (p≤0,05) entre as amostras, mas a partir do quarto dia, os valores de A (controle) começaram a se diferenciar dos de B e C.

Figura 19 - Bases Voláteis Totais (BVT) presentes nos filés porcionados de tilápia submetidas a diferentes tratamentos e estocadas por 7 dias a 4±1°C



Fonte: Elaborado pelo autor.

Segundo o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Peixe Fresco (Inteiro e Eviscerado) do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), em relação ao pescado fresco, resfriado ou congelado; os valores de BVT não devem ultrapassar 30 mg N/100g de carne (BRASIL, 1997), nossos resultados ultrapassaram o limite definido pela legislação durante os dias de armazenamento refrigerado a 4 °C.

O tratamento A foi o que mais se aproximou do valor limite, por ser o controle e não possuir o filme indicador, o tratamento B foi o que demonstrou maior proteção das amostras contra a degradação, mostrando que filmes e revestimentos podem contribuir para uma vida útil maior de produtos de pescado, principalmente quando possuem antioxidantes como as antocianinas.

Valores de BVT entre 5 a 15 mg N/100g em peixes são considerados bom indicador de frescor (NUNES, 2014), mas não devem ser o único fator a ser considerado. As Bases Volateis Totais são compostas principalmente por amônia e aminas primarias, secundarias e terciarias, geralmente seu aumento está relacionado com a atividade de bactérias deteriorantes e enzimas endógenas (FAN et al., 2009). Apesar dos valores baixos de BVT no terceiro dia os filés já apresentavam odor característico e aparência desagradável.

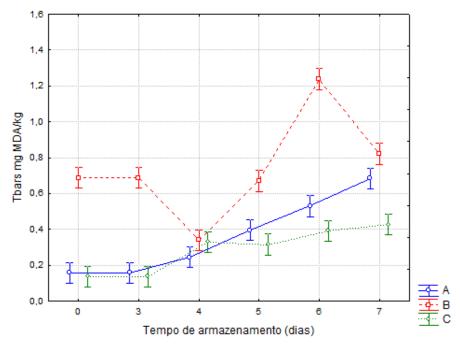
Estudo realizado por Ariestya et al., (2016) com filés de tilápias preservados em revestimento de fumaça líquida microencapsulada tiveram resultados entre 13,3 a 29,7 mg N/100g durante seis dias para os filés controle 12,7 a 25,9 mg N/100g; para files com 1% de de fumaça líquida microencapsulada e 10,7 a 24,2 mg N/100g para 1,5% de fumaça líquida.

5 9 3 Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS)

O conteúdo de substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico TBARS indica a oxidação lipídica; um importante índice de qualidade. Esta pode provocar ranço e *off-flavor* (NUNES, 2014). Os resultados para substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS) estão demonstrados na figura 20. Podemos observar que os tratamentos A e C apresentaram comportamentos

semelhantes sem diferença significativa (p≤0,05), e a partir do quinto dia apresentaram diferença.

Figura 20 – Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico presentes nos filés porcionados de tilápia submetidas a diferentes tratamentos e estocadas por 7 dias a 4±1°C.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os resultados de A e C não apresentaram diferença significativa (p≤0,05) até o dia 5 do armazenamento. O tratamento B apresentou diferença desde o primeiro dia de armazenamento, mas também se manteve dentro dos limites aceitáveis encontrados na literatura. Essa diferença pode estar associada a formulação do filme GalGliO7 que possui óleo mineral e estava em contado direto com os filés nesse tratamento, e a alteração da cor causada pelas antocianinas durante a realização das análises, tornando essa quantidade maior do que ela realmente é, uma vez que a análise é feita por colorimetria.

Ao avaliar revestimentos de quitosana em filés de tilpápias Alsaggaf; Moussa; Tayel (2017) não obtiveram resultados maiores que 0,15 mgMDA/kg durante os dez primeiros dias de armazenamento refrigerado (4 °C), sugerindo o limite máximo entre 1-2 mgMDA/kg.

Os produtos da oxidação lipídica podem ser iniciados e acelerados por vários mecanismos como produção de oxigênio singlete, geração enzimática e não enzimática de radicais livres e oxigênio ativo (TONGNUANCHAN; BENJAKUL; PRODPRAN, 2011).

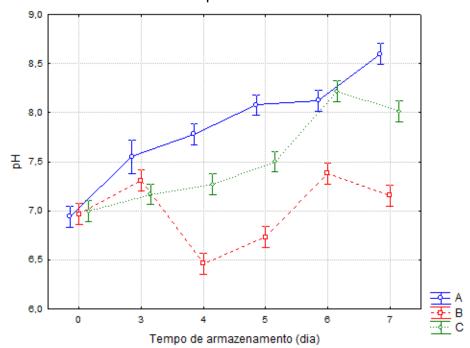
Os tecidos dos filés interferem na taxa de formação de malonaldeído. Tecidos da cavidade visceral são mais vulnerais a oxidação, tecidos brancos quando submetidos às mesmas condições podem apresentar valores bem menores que os de tecidos mais escuros (OSAWA et al., 2005). Isso pode explicar os valores baixos encontrados.

Não há valores máximos definidos de TBARS para pescados, mas é importante o conhecimento sobre estas quantidades, uma vez que na oxidação são formados compostos que podem ser tóxicos e cancerígenos, além de alterar o sabor e o cheiro do produto (OLIVO, 2006).

5.9.4 pH

Na figura 21 é possível observar a evolução do pH durante o armazenamento de filés de tilápia porcionados e embalados conforme tratamento.

Figura 21 – Valores médios de pH dos filés de tilápia porcionados e submetidos a diferentes tratamentos estocadas por 7 dias a 4±1 °C.



Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com o RIISPOA (BRASIL, 2017), o pH da carne do peixe não deve ultrapassar 7,0, tanto interno quanto externo. No tempo 0 (zero) de armazenamento os filés encontraram-se dentro do padrão determinado pela legislação (p≤0,05). Já ao terceiro dias de armazenamento, ultrapassaram os limites definidos pela legislação.

É possível observar que o tratamento B teve queda em seu pH a partir do quarto dia e se manteve abaixo dos valores de A e C até o fim das avaliações.

Os valores de pH encontrados por Ariestya et al.,(2016) em filés de tilápia armazenados sob refrigeração variou de 6,44 a 8,14 na amostra controle, de 6,27 a 7,73 para tratamento com 1% de fumaça líquida microencapsulada no revestimento e com 1,5% de fumaça líquida, variou de 6,09 a 7,33 em seis dias de armazenamento.

Os revestimentos geralmente apresentam resultados semelhantes aos encontrados para B, pois a ação das bactérias deteriorantes se dá nos aminoácidos presentes no músculo do peixe e induzem ao acúmulo de amônia, resultando no aumento do pH (CAMPOS et al., 2005). Ao proteger o músculo com um revestimento, o acesso das bactérias é dificultado resultando em diminuição do pH.

A redução no pH do pescado também pode estar relacionada com a rápida hidrólise do glicogênio, provocando acúmulo de ácido lático no músculo e reduzindo o pH (SOARES; GONÇALVES, 2012).

Nos primeiros dias de armazenamento refrigerado, geralmente as alterações são causadas por enzimas endógenas e depois a atividade bacteriana é predominante na deterioração. Esse ambiente propicia a proliferação de bactérias que se nutrem dos constituintes liberados e intensificam o processo de deterioração, ocorrendo mudanças na consistência da carne, o que favorece ainda mais a deterioração por bactérias (ARAÚJO; SOARES; GÓIS, 2010).

5.9.5 Variação de cor

A cor do tratamento C (filés embalados com o filme GalGliO7) foi avaliada no período de armazenamento, e comparada com o tratamento D (controle da embalagem) para determinar se outros fatores como luz, oxigênio e exposição ao ambiente causariam mudanças de cor. A cor dos filés dos tratamentos A e B também foram avaliadas. Os resultados das análises de cor podem ser vistos na tabela 5 através dos valores de L, a* e b*.

Tabela 5 – Variação da cor do filme GalGliO7 com filés de tilápia porcionados e estocadas por 7 dias a 4±1°C e controle do filme.

stocadas poi 1	Tratam	ento A	
	L	a*	b*
Dia 0	$49,42 \pm 1,8^{a}$	$10,10 \pm 1,7^{a}$	$6,33 \pm 0.8^{b}$
Dia 3	$52,09 \pm 2,3^{a}$	$9,62 \pm 1,8^{a}$	$10,37 \pm 0,8^{a}$
Dia 4	$55,04 \pm 3,9^{a}$	$8,82 \pm 0,2^{a}$	11,88 ± 1,3 ^a
Dia 5	$54,87 \pm 2,1$ a	$7,49 \pm 1,0^{a}$	$12,46 \pm 1,6^{a}$
Dia 6	$53,89 \pm 1,3^{a}$	$7,21 \pm 1,2^{a}$	13,29 ± 2,1 ^a
Dia 7	$53,50 \pm 1,3^{a}$	$8,08 \pm 0,4^{a}$	$13,42 \pm 1,5^{a}$
	Tratam	ento B	
	L	a*	b*
Dia 0	$42,18 \pm 4,1^{a}$	$11,31 \pm 0,6^a$	$4,53 \pm 0,4^{c}$
Dia 3	$47,14 \pm 2,2^{a}$	$8,46 \pm 0,9^{b}$	$9,49 \pm 0,9^{a}$
Dia 4	$40,45 \pm 0,6^{a}$	$9,52 \pm 1,6^{a}$	$8,10 \pm 2,2^{b}$
Dia 5	$44,88 \pm 2,5^{a}$	$9,10 \pm 0,2^{a}$	$9,63 \pm 0,9^{a}$
Dia 6	$41,75 \pm 1,9^a$	$10,18 \pm 0,8^{a}$	$11,66 \pm 1,6^{a}$
Dia 7	$45,41 \pm 2,9^a$	$8,23 \pm 0,3^{b}$	$10,31 \pm 0,8^a$
	Tratam	ento C	
	L	a*	b*
Dia 0	$58,38 \pm 2,1^{a}$	19,17 ± 1,1 ^a	$0,41 \pm 0,4^{c}$
Dia 3	$62,49 \pm 2,8^a$	$6,79 \pm 7,8^{b}$	0.78 ± 1.0^{c}
Dia 4	$59,46 \pm 2,3^{a}$	$10,72 \pm 3,9^a$	0.96 ± 0.7^{c}
Dia 5	$60,21 \pm 2,3^a$	$6,30 \pm 4,1^{b}$	$2,45 \pm 0,6^{b}$
Dia 6	$63,12 \pm 0,6^{a}$	$1,20 \pm 0,1^{b}$	$3,93 \pm 0,1^a$
Dia 7	$62,67 \pm 1,2^a$	$0,94 \pm 0,1^{b}$	$4,25 \pm 0,6^{a}$
	Tratam	ento D	
	L	a*	b*
Dia 0	$58,11 \pm 0,9^a$	$7,91 \pm 0,3^{a}$	$5,15 \pm 0,1^a$
Dia 3	$59,83 \pm 0,9^a$	$8,57 \pm 0,6^{a}$	$5,35 \pm 0,5^{a}$
Dia 4	$59,01 \pm 0,8^a$	$8,30 \pm 0,2^{a}$	$5,22 \pm 0,1^{a}$
Dia 5	$56,93 \pm 1,0^{b}$	$7,74 \pm 0,2^{a}$	$4,91 \pm 0,1^a$
Dia 6	55,25 ± 1,5 ^b	8,16 ± 0,7aa	$5,45 \pm 0,7^{a}$
Dia 7	$54,28 \pm 0,1^{b}$	$7,51 \pm 0,4^{a}$	$4,67 \pm 0,1^a$

^{*}As letras representam as diferenças significativas entre os dias de armazenamento.

O tratamento A não apresentou diferença significativa (p≤0,05) para o parâmetro L e a* durante os dias de armazenamento. O parâmetro b* apresentou aumento do dia zero (0) para o terceiro dia e se manteve sem diferença significativa até o sétimo dia de armazenamento. Os valores para cor de filés foram similares aos de Rebouças et al., (2017) que encontrou L entre 53,33 ± 2,46; a* -0,39 ± 3,15 e b* 4,91 ± 5,39. Valores de a* acima de zero indicam tendência de coloração para o vermelho, valores de b* acima de zero indicam tendência para amarelo (STEINER, 2015).

O tratamento B não apresentou diferença significativa (p≤0,05) para o parâmetro L. a* e b* apresentaram mudanças durante os dias de armazenamento. Ao comparar os tratamentos A e B foi observada diferença significativa em L, e b*. Os valores de b* aumentaram durante o armazenamento possivelmente associado ao amarelamento natural nos filés de tilápia.

O tratamento C apresentou diminuição de a* durante o armazenamento. Isso pode indicar perda da pigmentação lilás-rosa. Já b* apresentou aumento que pode indicar o aumento de pigmentação azulada. Essa mudança pode ser associada à capacidade indicadora das antocianinas. Ao testar filmes com antocianinas como indicador, Costa (2017) encontrou diminuição do parâmetro a* e aumento de b*, causado justamente pela diminuição do pigmento vermelho pela mudança de cor.

O tratamento D apresentou mudança apenas no parâmetro L do quarto para o quinto dia de armazenamento refrigerado (4 °C), indicando que houve um leve escurecimento do filme GalGliO7. Choi et al. (2017) aplicou filmes com indicador de antocianinas extraídas de batata doce roxa em carne de porco e observou mudanças da cor rosa do filme com variação 73,70 para 81,55 no valor de L, 3,53 para 1,50 no valor de a* e de 12,39 para 8,29 em b* durante 72 horas de armazenamento.

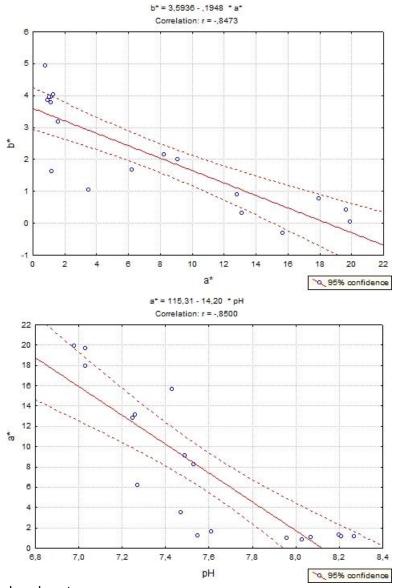
5.10 Correlação entre parâmetros analisados

Estatisticamente, duas variáveis se associam quando elas guardam semelhanças na distribuição dos seus escores, podendo se associar a partir da distribuição das frequências ou pelo compartilhamento de variância (PARANHOS et al., 2014). Dancey e Reidy (2005) apontam para uma

classificação onde r = 0.10 até 0.30 (fraco); r = 0.40 até 0.6 (moderado); r = 0.70 até 1 (forte).

Na correlação (figura 22) entre a* e b* é forte e inversamente proporcional, indicando que quando os pigmentos a* (rosado/avermelhado) foram diminuindo, os de b* (azul/amarelado) aumentaram. Entre a* e o pH (B) é uma correlação muito forte, inversamente proporcional, indicando que o aumento dos valores de pH degradaram os pigmentos do indicador nos filmes.

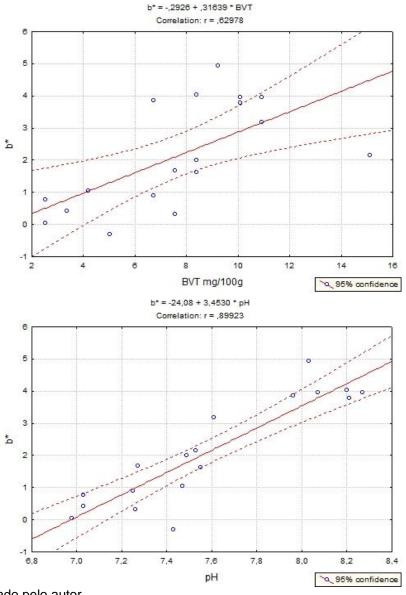
Figura 22 — Correlação entre os parâmetros de a* avaliados dos filés porcionados de tilápia estocados por 7 dias a 4±1°C e do filme inteligente com indicador de antocianinas.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Entre o b* e o BVT a correlação foi moderada (figura 23), diretamente proporcional. À medida que foi aumentando a presença de bases voláteis, aumentou a pigmentação azul/amarelada no filmes.

Figura 23 - Correlação entre os parâmetros de b* avaliados dos filés porcionados de tilápia estocadas por 7 dias a 4±1°C e do filme inteligente com indicador de antocianinas.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Entre b* e o pH, a correlação é muito forte, e indica que com o aumento de pH, aumentou também os pigmentos azul/amarelos.

Os filés de tilápias com etiqueta inteligente com indicador de repolho roxo, avaliados por Steiner (2015) apresentaram mudanças de coloração com a variação de pH durante o armazenamento refrigerado (4 °C). Os valores de a* e b* variaram indicando que a cor do filme mudou em função do valor de pH.

CONCLUSÃO

Filmes desenvolvidos com galactomananas de *Ceasalpinia* pulcherrima com indicador de antocianinas extraídas de uva variedade *Royal* Summer possuem potencial para serem utilizados como embalagem inteligente aplicados a filés de pescados como a tilápia.

O indicador de antocianinas extraído apresentou boa capacidade indicativa, variando de cor em pH de 1 a 14, e mantendo-se ativo quando adicionado ao filme.

O filme GalGliO7, escolhido para a utilização apresentou características inerentes a filmes de polissacarídeos. A adição de glicerol e óleo mineral na formulação conferiu melhora na estrutura do filme. O filme apesar de se amolecer quando em contato direto com os filés de tilápia, conseguiu ser eficiente como revestimento, protegendo quanto ao aumento da contaminação microbiana e do aumento de pH.

Como embalagem inteligente também demonstrou que a utilização de antocianinas como indicador de alterações de pH e BVT pode ser viável. Porém esses parâmetros nem sempre podem indicar as condições gerais de qualidade para consumo de pescados, sendo necessário o aprimoramento do mecanismo de detecção de mudanças intrínsecas.

As analises estatísticas permitiram relacionar a variação de pH e BVT com as mudanças de cor do filme. A embalagem controle apresentou escurecimento durante o armazenamento, mas manteve a coloração.

O filme como embalagem inteligente mostrou-se capaz de interagir com as mudanças do produto e quando em contato como revestimento atuou mantendo as características do produto, cumprindo assim o papel como embalagem.

O filme como embalagem inteligente mostrou-se capaz de interagir com as mudanças do produto e quando utilizado como revestimento auxiliou na manutenção das características do filé de tilápia *Oreochromis niloticus*, cumprindo assim seu papel de embalagem.

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, D.; MARIA, N.; BATISTA, M.; MARIA, S. Alterações post-mortem em tambaqui (Colossoma macropomum) conservados em gelo Post-mortem. **Ciência Rural**, v. 36, n. 4, p. 1288–1293, 2006.
- ALSAGGAF, M. S.; MOUSSA, S. H.; TAYEL, A. A. Application of fungal chitosan incorporated with pomegranate peel extract as edible coating for microbiological, chemical and sensorial quality enhancement of Nile tilapia fillets. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 99, p. 499–505, 2017.
- ANANGA, A.; GEORGIEV, V.; OCHIENG, J.; PHILLS, B.; TSOLOVA, V. Production of anthocyanin in grape cell cultures: A potential source of raw material for pharmaceutical, food, and cosmetic industries. In: **The Mediterranean Genetic Code Grapevine and Olive**. Tallahassee, FL: INTECH, 2013. p. 247–287.
- ANDRADE, C. T.; AZERO, E. G.; LUCIANO, L.; GONÇALVES, M. P. Solution properties of the galactomannans extracted from the seeds of Caesalpinia pulcherrima and Cassia javanica: Comparison with locust bean gum. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 26, n. 2–3, p. 181–185, 1999.
- ARAÚJO, D. A. F. V. de; SOARES, K. M. de P.; GÓIS, V. A. de. Características gerais, processos de deterioração e conservação do pescado. **PUBVET, Publicações em Medicina Veterinária e Zootecnia.**, v. 4, 2010.
- ARAÚJO NETO, J. C. de; DE ALBUQUERQUE CAMARA, C.; FERREIRA, V. M.; DA TRINDADE LESSA, B. F.; DE MELO OLIVEIRA, Y. Caracterização morfométrica, germinação e conservação de sementes de Caesalpinia pulcherrima (L.) SW. (Fabaceae: Caesalpinioidea). **Semina:Ciencias Agrarias**, v. 35, n. 4, p. 2287–2299, 2014.
- ARIESTYA, D. I.; SWASTAWATI, F.; SUSANTO, E. Antimicrobial Activity of Microencapsulation Liquid Smoke on Tilapia [Oreochromis niloticus (Linnaeus , 1758)] Meat for Preservatives in Cold Storage (\pm 5 C $^{\circ}$). Aquatic Procedia, v. 7, p. 19–27, 2016.
- AZERO, E. G.; ANDRADE, C. T. Extração e caracterização da galactomanana de sementes de caesalpinia pulcherrima. **Polímeros**, v. 9, n. 2, p. 54–59, 1999.
- BARROSO, R. M.; MUNOZ, A. E. P.; LIMA, D. M. O Mercado da Tilápia. **Informativo Mercado da Tilápia 10**, p. 10, mar. 2017.
- BOURTOOM, T. Review Article Edible films and coatings: characteristics and properties. **International Food Research Journal**, v. 15, n. 3, p. 237–248, 2008.
- BRABO, M. F.; PEREIRA, L. F. S.; SANTANA, J. V. M.; CAMPELO, D. A. V.; VERAS, G. C. Cenário atual da produção de pescado no mundo, no Brasil e no

- estado do Pará: ênfase na aquicultura. **Acta Fish. Aquat. Res.**, v. 4, n. 2357–8068, p. 50–58, 2016.
- BRAGA, R. C.; TEIXEIRA-SÁ, D. M. A.; RIBEIRO, A. F.; MIRANDA, R. L.; DE ALMEIDA, L. M.; HORTA, A. C. G.; MOREIRA, R. de A. Evaluation of Caesalpinia pulcherrima endospermic gum as affinity matrices for galactose-binding lectins interaction. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 54, n. 4, p. 283–292, 2011.
- BRESSAN, W.; CESAR, M. A. A.; FILHO; PRADO, L. G. do. Antocianinas em Uvas de Variedades Viníferas. v. 23, n. 11, 1988.
- BURITI, F. C. A.; DOS SANTOS, K. M. O.; SOMBRA, V. G.; MACIEL, J. S.; TEIXEIRA SÁ, D. M. A.; SALLES, H. O.; OLIVEIRA, G.; DE PAULA, R. C. M.; FEITOSA, J. P. A.; MONTEIRO MOREIRA, A. C. O.; MOREIRA, R. A.; EGITO, A. S. Characterisation of partially hydrolysed galactomannan from Caesalpinia pulcherrima seeds as a potential dietary fibre. **Food Hydrocolloids**, v. 35, p. 512–521, 2014.
- CAMPOS, C. A.; RODRÍGUEZ, Ó.; LOSADA, V.; AUBOURG, S. P.; BARROS-VELÁZQUEZ, J. Effects of storage in ozonised slurry ice on the sensory and microbial quality of sardine (Sardina pilchardus). **International Journal of Food Microbiology**, v. 103, n. 2, p. 121–130, 2005.
- CERQUEIRA, M. A.; SOUZA, B. W. S.; SIM??ES, J.; TEIXEIRA, J. A.; DOMINGUES, M. R. M.; COIMBRA, M. A.; VICENTE, A. A. Structural and thermal characterization of galactomannans from non-conventional sources. **Carbohydrate Polymers**, v. 83, n. 1, p. 179–185, 2011.
- CHOI, I.; LEE, J. Y.; LACROIX, M.; HAN, J. Intelligent pH indicator film composed of agar/potato starch and anthocyanin extracts from purple sweet potato. **Food Chemistry**, v. 218, p. 122–128, 2017.
- COSTA, L. A. da. ELABORAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS À BASE DE AMIDO DE SEMENTE DE JACA INCORPORADOS COM ANTOCIANINAS. 2017. Universidade Federal do Ceará, 2017.
- CUNHA, A. P. Caracterização e Modificação Química da Galactomanana de Caesalpinia Ferrea Mart ex. tul var ferrea: Estudo do Potencial Antiviral, Hipoglicemiante e Cicatrizante. 2015. Universidade Federal do Ceará, 2015.
- CUNHA, A. P.; RIBEIRO, A. C. B.; RICARDO, N. M. P. S.; OLIVEIRA, A. C.; DÁVILA, L. S. P.; CARDOSO, J. H. L.; RODRIGUES, D. C.; AZEREDO, H. M. C.; SILVA, L. M. A.; BRITO, E. S.; MENDES FILHO, J.; ROCHA, T. M.; LEAL, L. K. A. M.; RICARDO, N. M. P. S. Polysaccharides from Caesalpinia ferrea seeds Chemical characterization and anti-diabetic effects in Wistar rats. **Food Hydrocolloids**, v. 65, p. 68–76, 2017.
- CUNHA, P. L. R.; PAULA, R. C. M. De; FEITOSA, J. P. A. Purification of guar

- gum for biological applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 41, p. 324–331, 2007.
- DE ABREU, D. A. P.; CRUZ, J. M.; LOSADA, P. P. Active and Intelligent Packaging for the Food Industry. **Food Reviews International**, v. 28, n. 2, p. 146–187, 2012.
- DE KRUIJF, N.; VAN BEEST, M.; SIPILÄINEN-MALM, T.; PASEIRO LOSADA, P.; DE MEULENAER, B. Active and intelligent packaging: applications and regulatory aspects Active and intelligent packaging: applications and. **Food Additives and Contaminants**, v. 19, n. S1, p. 144–162, 2002.
- DEA, I. C. M.; MORRISON, A. Chemistry and interactions of seed galactomannans. **Advances in Carbohydrate Chemistry and Biochemistry**, v. 31, n. C, p. 241–312, 1975.
- DEHGHANI, S.; HOSSEINI, S. V.; REGENSTEIN, J. M. Edible films and coatings in seafood preservation: A review. **Food Chemistry**, v. 240, n. July, p. 505–513, 2018.
- DENA, L.; ZARA, R. F.; VISENTAINER, J. V.; MATSUSHITA, M.; SOUZA, N. E. De; LUIZA, M.; SOUZA, R. De. Sensory evaluation and yield of Tilapia (oreochromis niloticus) smoked fillets in rosemary (Rosmarinus officinalis) presence. **Ciênc. agrotec., Lavras**, v. 31, p. 406–412, 2007.
- ESPITIA, P. J. P.; DU, W.; AVENA-BUSTILLOS, R. J.; SOARES, N. de F. F.; MCHUGH, T. H. Food Hydrocolloids Edible fi Ims from pectin: Physical-mechanical and antimicrobial properties A review. **Food hydrocolloids**, 2013.
- FALGUERA, V.; QUINTERO, J. P.; JIMÉNEZ, A.; MUÑOZ, J. A.; IBARZ, A. Edible films and coatings: Structures, active functions and trends in their use. **Trends in Food Science and Technology**, v. 22, n. 6, p. 292–303, 2011.
- FAN, W.; SUN, J.; CHEN, Y.; QIU, J.; ZHANG, Y.; CHI, Y. Effects of chitosan coating on quality and shelf life of silver carp during frozen storage. **Food Chemistry**, v. 115, n. 1, p. 66–70, 2009. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.11.060.
- FANG, Z.; ZHAO, Y.; WARNER, R. D.; JOHNSON, S. K. Active and intelligent packaging in meat industry. **Trends in Food Science and Technology**, v. 61, n. 2, p. 60–71, 2017.
- FAO. Relatório destaca o crescente papel do peixe na alimentação mundial.

 Disponível

 em: http://www.fao.org/news/story/pt/item/232037/icode/>. Acesso em: 4 jun. 2018.
- FARAG, H. E. M. Sensory and chemical changes associated with microbial flora of Oreochromis niloticus stored in ice. **International Food Research Journal**, v. 19, n. 2, p. 447–453, 2012.
- GHAANI, M.; COZZOLINO, C. A.; CASTELLI, G.; FARRIS, S. An overview of the intelligent packaging technologies in the food sector. **Trends in Food**

- Science and Technology, v. 51, p. 1–11, 2016.
- GUIMARÃES, W.; ALVES, M. I. R.; ANTONIOSI, N. R. F. Antocianinas em extratos vegetais: Aplicação em titulação ácido-base e identificação via cromatografia líquida/espectrometria de massas. **Quimica Nova**, v. 35, n. 8, p. 1673–1679, 2012.
- HASSAN, B.; CHATHA, S. A. S.; HUSSAIN, A. I.; ZIA, K. M.; AKHTAR, N. Recent advances on polysaccharides, lipids and protein based edible films and coatings: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, 2017.
- LIMA, Á. M.; CERQUEIRA, M. A.; SOUZA, B. W. S.; CARLOS, E.; SANTOS, M.; TEIXEIRA, J. A.; MOREIRA, R. A.; VICENTE, A. A. New edible coatings composed of galactomannans and collagen blends to improve the postharvest quality of fruits Influence on fruits gas transfer rate. **Journal of Food Engineering**, v. 97, n. 1, p. 101–109, 2010.
- LIMA, D. U.; LOH, W.; BUCKERIDGE, M. S. Xyloglucan-cellulose interaction depends on the sidechains and molecular weight of xyloglucan. **Plant Physiology and Biochemistry**, v. 42, n. 5, p. 389–394, 2004.
- MARKAKIS, P. Anthocyanins as Food Colors. [s.l.] Academic Press, 1982.
- MARQUES, J. A.; BIAZOTO, K.; BIASI, L. H. De; DOMINGUINI, L. Estudo Do Comportamento De Antocianinas Como Indicadores Naturais. **1º Seminário de Pesquisa, Extensão e Inovação do IF-SC, Campus Criciúma**, p. 42–44, 2011.
- MENDES, F. R. da S. Blendas E Filmes De Galactomanana E Xiloglucana: Francisco Rogênio Da Silva Mendes Blendas E Filmes De Galactomanana E Xiloglucana: Caracterização Físico-Química. 2015. Universidade Federal do Ceará, 2015.
- MENDES, F. R. S.; BASTOS, M. S. R.; MENDES, L. G.; SILVA, A. R. A.; SOUSA, F. D.; MONTEIRO-MOREIRA, A. C. O.; CHENG, H. N.; BISWAS, A.; MOREIRA, R. A. Preparation and evaluation of hemicellulose films and their blends. **Food Hydrocolloids**, v. 70, p. 181–190, 2017.
- MILLER, K. S.; KROCHTA, J. M. Oxygen and aroma barrier properties of edible films: A review. **Trends in Food Science and Technology**, v. 8, n. 7, p. 228–237, 1997.
- MINOLTA;; KONICA. **Compreendendo o Espaço de Cor CIE L* C* h***. Disponível em: http://sensing.konicaminolta.com.br/2015/08/compreendendo-o-espaco-de-cor-cie-lch/. Acesso em: 14 ago. 2018.
- MOURA, M. A. M.; GALVÃO, J. A.; HENRIQUE, C. M.; SILVA, L. K. S. de; OETTERER, M. Caracterização físico-química e de frescor de filés de tilápia do Nilo (Oreochromis niloticus) oriundas da pesca extrativista no médio Rio Tietê/SP, Brasil. **Boletim do Instituto de Pesca**, v. 35, n. 3, p. 487–495, 2009.

- MUNOZ, A. E. P.; BARROSO, R. M.; RIOS, J. L. O Mercado da Tilápia 4° trimestre de 2015. **Informativo Mercado da Tilápia 06**, p. 10, 2017.
- NUNES, E. M. S. Efeito do revestimento de quitosana na vida útil de filé de pargo (Lutjanus purpureus) armazenados sob congelamento. p. 1–71, 2014.
- OLIVEIRA, L. M. de; BRUNO, R. de L. A.; GONÇALVES, E. P.; DE LIMA JÚNIOR, A. R. Tratamentos pré-germinativos em sementes de caesalpinia pulcherrima (L.) Sw.-leguminosae. **Revista Caatinga**, v. 23, n. 1, p. 71–76, 2010.
- OLIVEIRA FILHO, R. D. INCORPORAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE MANJERICÃO EM FILMES BIODEGRADÁVEIS À BASE DE GALACTOMANANA E ÓLEO CANOLA. 2015. Universidade Federal do Ceará, 2015.
- OSAWA, C. C.; EDUARDO, P.; FELÍCIO, D.; AP, L.; GONÇALVES, G. TESTE DE TBA APLICADO A CARNES E DERIVADOS: MÉTODOS TRADICIONAIS, MODIFICADOS E ALTERNATIVOS Cibele Cristina Osawa*, Pedro Eduardo de Felício e Lireny Ap. Guaraldo Gonçalves. v. 28, n. 4, p. 655–663, 2005.
- PARANHOS, R.; FIGUEIREDO FILHO, D. B.; ROCHA, E. C. da; SILVA JÚNIOR, J. A. Da; NEVES, J. A. B.; SANTOS, M. L. W. D. Desvendando os Mistérios do Coeficiente de Correlação de Pearson: o Retorno. **Leviathan (São Paulo)**, v. 18, n. 8, p. 66, 2014.
- PASSOS, A. A. C.; SÁ, D. M. A. T.; MORAIS, G. M. D. de; CHACON, L. S. da S.; BRAGA, R. C. Evaluation of incorporating galactomannan from *Caesalpinia pucherrima* into ice cream and comparison with commercial stabilizers. **Revista Ciência Agronômica**, v. 47, n. 2, p. 275–282, 2016.
- PEREIRA, K. S. IDENTIFICAÇÃO E VERIFICAÇÃO DO POTENCIAL ENTEROTOXIGÊNICO DE STAPHYLOCOCCUS spp. COAGULASE NEGATIVA ISOLADOS A PARTIR DE SALAMES BRASILEIROS INDUSTRIALIZADOS E AVALIAÇÃO DA QUALIDADE MICROBIOLÓGICA DO PRODUTO. 2006. Universidade Estadual de Campinas, 2006.
- PEREIRA, L. A. R.; FONSECA, V. V. Controle De Qualidade De Pescados Com Verificação Dos Seus Pcc'S Em Um Restaurante No Município De Volta Redonda. **Iterbio**, v. 5, n. 1981–3775, p. 21–28, 2011.
- PINHEIRO, a C.; CERQUEIRA, M. a; SOUZA, B. W. S.; MARTINS, J. T.; TEIXEIRA, J. a; VICENTE, a a. Utilização de revestimentos/filmes edíveis para aplicações alimentares. **Boletim da Biotecnologia**, v. Outubro, p. 18–29, 2010.
- POYATOS-RACIONERO, ELISA; ROS-LIS, JOSE VICENTE; JOSÉ-LUIS, VIVANCOS; MARTÍNES-MÁÑEZ, R. Journal of Cleaner Production. **Journal of Cleaner Production journal**, v. 172, n. August, p. 3398–3409, 2018.
- REALINI, C. E.; MARCOS, B. Active and intelligent packaging systems for a modern society. **Meat Science**, v. 98, n. 3, p. 404–419, 2014.

- REBELLO, F. D. F. P. Revisão Novas Tecnologias Aplicadas Às Embalagens De Alimentos. **Revista Agrogeoambiental**, v. 1, n. 3, 2009.
- REBOUÇAS, L. O. S.; FIGUEIREDO, A. C. N.; SANTOS, J. J.; ASSIS, A. P. P.; CAMÊLO, M. C. S.; SILVA, J. B. A.; LIMA, P. O. Qualidade física e sensorial da tilápia. **Bol. Ind. Anim**, v. 74, p. 116–121, 2017.
- RODRIGUES, T. P.; MARSICO, E. T.; ROBSON, M. F.; PEREIRA MELLO SILVIA, C. ccedil atilde o R.; IVONE, C. S.; NATALIA, O. C. Z.; MONICA, Q. de F. Quality index method (QIM) and quantitative descriptive analysis (QDA) of Nile tilapia (Oreochromis niloticus) quality indices. **African Journal of Agricultural Research**, v. 11, n. 3, p. 209–216, 2016.
- SANTOS, E. C. M. PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E TOXICOLÓGICA DE FILMES COMESTÍVEIS DE COLÁGENO-GALACTOMANANA PARA REVESTIMENTO DE FRUTOS TROPICAIS. 2007. Universidade Federal do Ceará, 2007.
- SANTOS, E. C. M. FILMES BIODEGRADÁVEIS DE GALLACTOMANANA: USO NA CONSERVAÇÃO DE FRUTOS. 2012. UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ, 2012.
- SANTOS, F. M. da S. TILÁPIA DO NILO (Oreochromis niloticus) E NA PREPARAÇÃO DE FILMES INCORPORADOS COM ÓLEOS ESSENCIAIS. 2014. Universidade Federal de Pernambuco, 2014.
- SHIMAZU, A. A.; MALI, S.; VICTÓRIA, M. V. E. Efeitos plastificante e antiplastificante do glicerol e do sorbitol em filmes biodegradáveis de amido de mandioca Plasticizing and antiplasticizing effects of glycerol and sorbitol on biodegradable cassava starch films. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 28, n. 1, p. 79–88, 2007.
- SOARES, K. M. de P.; GONÇALVES, A. A. Qualidade e segurança do pescado Seafood quality and safety. **Revista do Instituto Adolfo Lutz (Impresso)**, v. 71, n. 1, p. 1–10, 2012.
- SOARES, M. H. F. B.; CAVALHEIRO, É. T. G.; ANTUNES, P. A. Aplicação de extratos brutos de flores de quaresmeira e azaléia e da casca de feijão preto em volumetria ácido-base. um experimento para cursos de análise quantitativa. **Quimica Nova**, v. 24, n. 3, p. 408–411, 2001.
- SOARES, N.; SILVA, W.; PIRES, A.; CAMILLOTO, G.; SILVA, P. Novos desenvolvimentos e aplicações em embalagens de alimentos. **Revista Ceres**, v. 56, n. 4, p. 370–378, 2009.
- SRIVASTAVA, M.; KAPOOR, V. P. Seed galactomannans: An overview. **Chemistry and Biodiversity**, v. 2, n. 3, p. 295–317, 2005.
- STEINER, A. D. Universidade Federal do Rio Grande do Sul Instituto de Química Programa de Pós-Graduação em Química. 2015.
- TEIXEIRA, S. A. FILME COMESTÍVEL DE GALACTOMANANA (Caesalpinia

pulcherrima) E ÓLEO DE BURITI (Mauritia flexuosa L.) PARA CONSERVAÇÃO DE ALIMENTOS. 2017. Universidade Federal do Piauí, 2017.

THOMBRE, N. A.; GIDE, P. S. Rheological characterization of galactomannans extracted from seeds of Caesalpinia pulcherrima. **Carbohydrate Polymers**, v. 94, n. 1, p. 547–554, 2013.

TONG, Q.; XIAO, Q.; LIM, L. T. Effects of glycerol, sorbitol, xylitol and fructose plasticisers on mechanical and moisture barrier properties of pullulan-alginate-carboxymethylcellulose blend films. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 48, n. 4, p. 870–878, 2013.

TONGNUANCHAN, P.; BENJAKUL, S.; PRODPRAN, T. Food Hydrocolloids Roles of lipid oxidation and pH on properties and yellow discolouration during storage of fi Im from red tilapia (Oreochromis niloticus) muscle protein. **Food hydrocolloids**, v. 25, n. 3, p. 426–433, 2011.

WIHODO, M.; MORARU, C. I. Physical and chemical methods used to enhance the structure and mechanical properties of protein films: A review. **Journal of Food Engineering**, v. 114, n. 3, p. 292–302, 2013.

YOSHIDA, C. M. P.; MACIEL, V. B. V.; MENDONÇA, M. E. D.; FRANCO, T. T. Chitosan biobased and intelligent films: Monitoring pH variations. **LWT - Food Science and Technology**, v. 55, n. 1, p. 83–89, 2014.

YUCEL, U. Intelligent Packaging. [s.l.] Elsevier, 2016.