UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ALIMENTOS CURSO SUPERIOR DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

NAIARA DE FREITAS CORDEIRO

"OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PELÍCULAS BIODEGRADÁVEIS DE AMIDO DE MANDIOCA INCORPORADOS COM CELULOSE BACTERIANA"

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

NAIARA DE FREITAS CORDEIRO

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PELÍCULAS BIODEGRADÁVEIS DE AMIDO DE MANDIOCA INCOPORADOS COM CELULOSE BACTERIANA

Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação, apresentado à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso II, do Curso Superior de Engenharia de Alimentos, do Departamento de Alimentos — DALIM— da Universidade Tecnológica Federal do Paraná — UTFPR — câmpus Campo Mourão, como requisito parcial para obtenção do título de Engenheira de Alimentos.

Orientador: Prof. Dra. Mirela Vanin Santos Lima

Co- Orientador: Prof. Dra. Fernanda Vitória

Leimann

CAMPO MOURÃO



Ministério da Educação Universidade Tecnológica Federal do Paraná Departamento Acadêmico de Alimentos



TERMO DE APROVAÇÃO

Obtenção e Caracterização de Películas Biodegradáveis de Amido de Mandioca incorporados com Celulose bacteriana

POR

Naiara de Freitas Cordeiro

Trabalho de Conclusão de Curso (TCC) apresentado em 30 de Novembro de 2015 às 14:00 horas, como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Alimentos. A candidata foi argüida pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho APROVADO.

| Prof ^a . Dr ^a . Mirela Vanin Santos Lima Orientadora | | |
|-------------------------------------------------------------------------------|--|--|
| Profa. Dr ^a . Angela Maria Gozzo | | |
| Membro da banca | | |
| | | |
| Profa. Dr ^a . Roberta de Souza Leone Membro da banca | | |

Nota: O documento original e assinado pela Banca Examinadora encontra-se na Coordenação do Curso de Engenharia de Alimentos da UTFPR *Campus* Campo Mourão.

AGRADECIMENTOS

Agradeço á Deus por estar sempre presente em minha vida e por me ajudar a não desistir nunca.

Agradeço aos meus pais Anísio Aparecido Cordeiro e Lenita Maria de Freitas por toda dedicação e amor que me deram em toda essa jornada. Sem vocês nada teria acontecido, essa vitória é nossa.

A minha orientadora Dra. Mirela Vanin Santos Lima por toda a ajuda e conhecimento compartilhado, e a minha co-orientadora Dra. Fernanda Vitória Leimann por sua contribuição no trabalho, através de seu conhecimento e suas ideias. Sou muita grata pela dedicação de vocês.

Agradeço também á Diego de Paula Cordeiro, por todo companheirismo e dedicação, compreendendo a minha ausência e me incentivando a prosseguir, isso contribui para meu êxito.

Por fim, agradeço minhas amigas, Suelen Yoshida, Luana Tabalipa, Jéssica Thais, Aline Verdelho, Jéssica Mayara, Luana Ferracini, por suas amizades e sempre estar do meu lado nas horas difíceis.

RESUMO

CORDEIRO, Naiara de Freitas. **Obtenção e Caracterização de Películas biodegradáveis de amido de mandioca incorporados com celulose bacteriana.** 2015. 34 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Curso Superior de Engenharia de Alimentos), Departamento de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Campo Mourão, 2015.

Um dos desafios da indústria de embalagens é a produção de filmes que utilizem como matéria-prima biopolímeros que sejam ao mesmo tempo biodegradáveis e derivados de fonte renovável. Neste contexto, o amido se destaca como potencial matéria-prima devido a sua abundância e baixo custo. Os filmes de amido são quebradiços devido a alta força intermolecular, esses filmes apresentam baixas resistências a tração, tornando um material de baixa qualidade, sendo não viável para produção de embalagens alimentícias. A impregnação de celulose bacteriana pode ser uma forma viável para aumentar à resistência a tração das películas biodegradáveis. Foi possível avaliar propriedades mecânicas e de permeabilidade. No presente trabalho foram produzidas películas biodegradáveis de amido de mandioca com incorporação de celulose bacteriana. A adição de celulose bacteriana em diferentes proporções (1 % e 5% em relação ao amido) apresentou diferença significativa nos resultados de solubilidade, umidade, resistência á tração, modulo de Young e nos testes de perfuração. O acréscimo de celulose bacteriana nos filmes conferiu as películas maior resistência a tração e modulo de Young, e decréscimo na solubilidade. As micrografias de MEV mostram um material denso, sugerindo que houve uma boa incorporação da celulose bacteriana na matriz do amido, e que com o aumento da concentração de celulose bacteriana aumentou a rugosidade. Estes resultados permitem sugerir que películas de amido incorporadas com celulose bacteriana podem ser uma alternativa para obtenção de embalagens biodegradáveis com boas propriedades mecânicas.

Palavras-chaves: Filmes biodegradáveis. Amido. Celulose bacteriana. Propriedades mecânicas. Análise morfológica.

ABSTRACT

CORDEIRO, Naiara de Freitas. **Obtaining and characterization of cassava starch biodegradable films incorporated with bacterial cellulose**. 2015. 34 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Curso Superior de Engenharia de Alimentos), Departamento de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Campo Mourão, 2015.

One of the of the packaging industry challenges is the production of films using as raw material biopolymers that are at the same time biodegradable and derived from renewable source. In this context, starch stands out as a potential raw material because of its abundance and low cost. Starch films are brittle due to high intermolecular force, these films have low resistance to traction, making a low quality material, being not viable for the production of food packaging. The impregnation of bacterial cellulose can be a viable way to increase the tensile strength of biodegradable films. It was possible to evaluate mechanical properties and permeability. In this work were produced biodegradable films from cassava starch with bacterial cellulose incorporation. It was possible to evaluate mechanical and barrier properties. The addition of bacterial cellulose in two concentrations (1% and 5% in relation to starch) presented significant difference in the results of solubility, moisture, tensile strength, Young's modulus and puncture test. The increase of bacterial cellulose amount at films formulation leaded to largest film tensile strength and Young's modulus. There was a decrease films in solubility with bacterial cellulose addition. The incorporation of bacterial cellulose leaded surface morphology. In this way, the produced films can be applied in the field of packaging for the food industry, using them as a secondary food packaging.

Keywords: Biodegradable films. Starch. Bacterial cellulose. Mechanical properties. Morphological characterization.

LISTA DE FIGURAS

| Figura 1: Representação da estrutura da amilose. Fonte: TOMAZ (2012) | 13 |
|---------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 2: Representação da estrutura de amilopectina. Fonte: TESTER (2004) | 13 |
| Figura 3: Imagem de microscopia de varredura da película de amido F1 (0% de celulose | |
| bacteriana) | 30 |
| Figura 4: Imagem de microscopia de varredura da película de amido incorporado com | |
| celulose bacteriana, F2 (1% de Celulose Bacteriana) | 30 |
| Figura 5:Imagem de microscopia de varredura da película de amido incorporado com | |
| celulose bacteriana, F3 (5% de Celulose Bacteriana). | 31 |

LISTA DE TABELAS

| Tabela 1: Formulações das Películas biodegradáveis de amido de mandioca incorporado | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|----|
| com celulose bacteriana2 | 20 |
| Tabela 2: Resultados obtidos de espessura, gramatura e opacidade das películas F1(0% d | е |
| Cb), F2(1% de Cb), F3(5% de Cb) | 25 |
| Tabela 3: Resultados obtidos de Umidade e Solubilidade das Películas F1(0% de cb), | |
| F2(1% de CB), F3(5% de Cb) | 26 |
| Tabela 4: Resultados obtidos de Resistência a tração, Modulo de Young e Elongação na | |
| ruptura para películas F1(0% de Cb), F2 (1% de Cb), F3(5% de Cb) | 27 |
| Tabela 5: Resultados obtidos de Força maxima e deformação para películas F1(0% de Cb) |), |
| F2(1% de Cb), F3(5% de Cb) | 28 |

SUMÁRIO

| 1. | . INTRODUÇÃO | 9 |
|----|--------------------------------------------------|----|
| 2. | . OBJETIVOS | 11 |
| | 2.1 Objetivos Gerais | 11 |
| | 2.2 Objetivos específicos | 11 |
| 3. | . REVISÃO BIBLIOGRAFICA | 12 |
| | 3.1 Amido | 12 |
| | 3.2 Filmes de amido | 14 |
| | 3.3 Plastificantes | 15 |
| | 3.4 Celulose Bacteriana | 16 |
| | 3.5 Filmes incorporados com Celulose Bacteriana | 17 |
| 4 | MATERIAS E MÉTODOS | 19 |
| | 4.1 Materiais | 19 |
| | 4.2 Purificação e secagem da celulose bacteriana | 19 |
| | 4.3 Preparo dos Filmes | 19 |
| | 4.4 Caracterização dos filmes | 20 |
| | 4.4.1 Espessura | 21 |
| | 4.4.2 Gramatura | 21 |
| | 4.4.3 Opacidade | 21 |
| | 4.4.4 Solubilidade | 22 |
| | 4.4.5 Umidade | 22 |
| | 4.4.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) | 23 |
| | 4.4.8 Teste de Perfuração | 24 |
| | 4.4.9 Análises estatísticas | 24 |
| 5 | RESULTADOS E DISCUSSÃO | 25 |
| | 5.1 Caracterização das Películas | 25 |
| | 5.2 Microscopia eletrônica de varredura | 29 |
| 6 | CONCLUSÃO | 32 |
| R | FFFRÊNCIAS | 33 |

1. INTRODUÇÃO

As embalagens plásticas são geralmente confeccionadas por polímeros de origem petroquímica, que quando lançados ao meio ambiente degradam lentamente, aumentando assim a poluição ambiental (DIAS, 2008). Para minimizar esse problema há uma busca crescente pelo desenvolvimento de películas biodegradáveis. Nesta linha de pesquisa se encontra o desenvolvimento de películas biodegradáveis que estão relacionados com a crescente demanda por alimentos de alta qualidade, aliada com a preocupação com meio ambiente. Neste sentido, novos estudos e o desenvolvimento de novas tecnologias, têm proporcionado oportunidades para a criação de novos mercados para as matérias-primas formadoras de filmes, derivadas de produtos agrícolas. Essas biodegradáveis podem ainda, agregar elementos objetivando melhorar a textura, o aroma, o controle do crescimento microbiano e a qualidade geral de alimentos (HENRIQUE et al., 2008). Usualmente essas películas de polímeros biodegradáveis são elaborados através de polissacarídeos, proteínas, lipídios e derivados.

O amido é um dos polímeros biodegradáveis mais utilizados em películas , sendo um material de baixo custo e alta disponibilidade. A utilização de amido na preparação de películas biodegradáveis apresenta vantagem como a biodegrabilidade, porém em relação as suas propriedades, resulta em materiais quebradiços e higroscópios (DUFRESNE, 1998). Portanto, possui propriedades mecânicas inferiores aos filmes convencionais e alta permeabilidade ao vapor de água (YU et al., 2006).

O uso de compósitos poliméricos permite obter materiais com melhores propriedades físicas, pois combina as propriedades individuais de dois ou mais polímeros ao misturá-los (GARCIA et al, 2004). Desta maneira, misturas físicas de polímeros de alta massa molar em conjunto com um plastificante e um solvente tem se mostrado eficiente para obtenção de novos materiais poliméricos (LAURINDO e PELEG, 2007). A junção de biopolímeros para compor películas biodegradáveis apresenta grandes vantagens em suas características funcionais como propriedades mecânicas, resistência e flexibilidade, propriedades ópticas (cor e opacidade),

propriedades de barreira (permeabilidade ao vapor de água, ao O₂ e CO₂) e solubilidade em água (RIGO, 2006). Os plastificantes são usados melhorar as características de flexibilidade e processabilidade dos filmes, aumentando a resistência a tração destes. Vários materiais estão sendo utilizados para obtenção de compósitos poliméricos, como polissacarídeos, lipídeos, proteínas e derivados de celulose.

Além da celulose das plantas, a celulose pode ser produzida por bactérias, chamada de Celulose Bacteriana. A celulose de origem bacteriana é produzida por bactérias do gênero *Gluconacetobacter xylins*, é composta por unidades de glicose unidas por ligações glicosídicas β (1→4), formando cadeias lineares. A incorporação de celulose bacteriana em películas biodegradáveis de amido de mandioca melhora algumas características, como, diminuição da solubilidade, aumento da resistência a tração, ampliando assim a área de aplicação dessa películas de amido de mandioca e celulose bacteriana.

Nesse contexto, a incorporação de celulose bacteriana em filmes de amido se apresenta como uma alternativa para melhorar propriedades mecânicas e de barreiras.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivos Gerais

O presente trabalho teve como objetivo a obtenção e caracterização de películas de amido de mandioca com a incorporação de celulose bacteriana.

2.2 Objetivos específicos

- Purificação e secagem da Celulose Bacteriana;
- Preparo dos filmes de amido incorporados com celulose bacteriana;
- Caracterização da espessura, gramatura, opacidade, solubilidade, umidade;
- Caracterização das propriedades mecânicas dos filmes obtidos;
- Caracterização da microestrutura do filme por Microscopia Eletrônica de Varredura.

3. REVISÃO BIBLIOGRAFICA

Polímeros provenientes de fontes naturais renováveis tem sido foco de interesse para o desenvolvimento de novas tecnologias que visam a preservação ambiental e a busca de potencias alternativas de substituição de plásticos convencionais oriundos do petróleo (TEIXEIRA, 2007).

Neste sentido, o amido tem sido considerado um polímero com elevado potencial para produzir biofilmes, por ter baixo custo, alta disponibilidade e ser biodegradável.

3.1 Amido

O amido é o carboidrato mais abundante encontrados em plantas, estando presente nos tecidos na forma de grânulo. Existem varias espécies de fonte de amido tais como milho, mandioca, trigo, batata, arroz. As propriedades funcionais do amido podem depender da sua fonte botânica, e também pode se afetadas por modificações químicas, composição do sistema, pH e força iônica do meio (FAMA, et al.,2005). A estrutura química do amido apresenta os elementos de carbonos, hidrogênio e oxigênio, na proporção de 6:10:5, respectivamente, com forma molecular (C₆ H₁₀ O₅) (HAY,2002).

O grânulo de amido é um carboidrato de reserva, constituído por uma mistura de dois polissacarídeos, amilose e amilopectina, em diferentes proporções dependendo sua origem botânica. Esses dois componentes se diferem entre si pelo peso molecular, grau de polimerização e a disposição no interior de grânulo (TESTER, et al., 2004).

A amilose é um polissacarídeo linear formando por unidades de D-glucopiranose, unidas por ligações glicosídicas alfa (1- 4), tendo uma estrutura helicoidal, como apresentado na Figura 1. Sua forma linear e suas ligações glicosídicas resultam em hélices com seu interior hidrofóbico que pode acomodar

algumas moléculas de ácidos graxos, iodo, dentre outras (KISTER;FENNEMA, 1986).

Figura 1: Representação da estrutura da amilose. Fonte: TOMAZ (2012).

Na Figura 2 é apresentada a estrutura da amilopectina, a amilopectina que é formada por unidades de alfa- D-glucopironose, com cerca de 20 a 25 repetições, unidas por ligações alfa (1-4) e as cadeias unidas por ligações entre si por ligações alfa (1-6) (DENARDIN; SILVA, 2009). A amilopectina apresenta estruturas helicoidais duplas, sendo estabilizadas por pontes de hidrogênio em agrupamentos hidroxila, que dão origem as regiões cristalinas dos grânulos. A região amorfa, é composta de cadeias de amilose e ramificações da amilopectina (SOUZA, 2000).

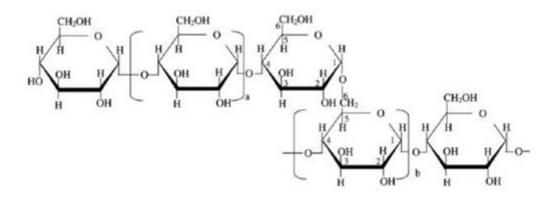


Figura 2: Representação da estrutura de amilopectina. Fonte: TESTER (2004).

O amido é insolúvel em água, devido as pontes de hidrogênio existentes entre a amilopectina e as cadeias lineares de amilose, formando regiões de micelas cristalinas. O grânulo de amido pode absorver 30% de água, e quando exposto a uma determinada temperatura e tempo, o volume dos grãos de amido aumentam, e começa a absorver agua em excesso, esse volume aumenta devido a ocorrência da

quebra das ligações mais fracas de ponte de hidrogênio entre as cadeias de amilose e amilopectina, então toda a água estará ligada entre as cadeias de amilose e amilopectina, transformando assim a água e o amido em uma pasta transparente e viscosa. A temperatura que ocorre essa transformação é chamada de temperatura de gelatinização, que pode mudar para diferentes origens botânicas do amido (BOBBIO, 1992).

Por outro lado pode ocorrer há fusão, que acontece quando o amido é aquecido na presença de pequenas quantidades de água. Isso indica o rompimento dos grânulos de amido e exige temperaturas maiores do que para a gelatinização (MALI, et al, 2010).

Após a gelatinização, ocorre a retrogradação, as moléculas de amido podem se reassociar, através de pontes de hidrogênio, tornando um estrutura mais ordenada, podendo formar uma estrutura cristalina. A retrogradação tem característica de envelhecer os filmes de amido, tornando em filmes rígidos e quebradiços (MALI, et al, 2010).

O amido de mandioca é também conhecido como fécula, polvilho doce ou goma, sendo um carboidrato extraído da raiz da mandioca. Possui cor branca, indolor e sem sabor (ARIENTE, et al, 2005). O amido de mandioca comum possui normalmente em sua composição 17% a 20% de amilose, 82% de amilopectina, 0,1% de proteínas, 0,1% de lipídios, 0,2% de cinzas e 0,02% de fósforo (ABAM, 2010).

3.2 Filmes de amido

O amido quando gelatinizado e em seguida o solvente sendo seco, tem propriedade de formar filme. A técnica mais utilizada para esse processamento é a casting, na qual são feitas dispersão, solubilização e gelatinização do amido em um solvente, geralmente a água, com formação de uma solução filmogênica. Após a formação da solução, esta é disposta em um suporte e é seca para a evaporação do solvente. Após a gelatinização térmica dos grânulos com excesso de água a amilose e amilopectina, se orientam paralelamente e se aproximam o suficiente para formar

ligações de hidrogênio entre as hidroxilas de polímeros adjacentes. O amido gelanitizado tem capacidade de formar filme devido há capacidade de romper sua estrutura cristalina. Assim se reorganizam formando uma matriz continua que dá origem os filmes (MALI, et al., 2004; MORAIS, 2009).

Filmes obtidos de amidos apresentam boas características de barreira ao oxigênio, entretanto, uma série de limitações é observada com relação às suas características hidrofílicas e permeabilidade ao vapor d'água (MATTA, et al., 2011).

As vantagens de filmes feitos de amido, são a biodegradabilidade, transparência e flexibilidade, e como desvantagem apresentam fragilidade e alta higroscopicidade. Os filmes somente de amido são quebradiços, devido a alta força intermolecular, sendo assim, as propriedades mecânicas dos filmes somente a base de amido são de baixa qualidade tendo baixas resistência mecânica, o que os tornam insatisfatórios para algumas aplicações, como sua utilização para embalagens, por exemplo (TÁPIA-BLÁCIDO et al., 2004; GHANBARZADEH et al., 2010).

Para melhorar a flexibilidade e processabilidade são empregados plastificantes, estes são aditivos com massa molar menor que a do polímero e juntos formam materiais mais flexíveis, macios e fáceis de processar (MILES, et., 1975).

As propriedades mecânicas dos filmes de amido podem ser consideradas as mais restritivas, pois, em geral, estes materiais devem ser resistentes à ruptura e à abrasão, para proteger e reforçar a estrutura dos alimentos e, ainda, devem ser flexíveis, para adaptar-se a possíveis deformações sem se romper (SOBRAL, 2000).

3.3 Plastificantes

Os plastificantes são compostos não voláteis de baixo peso molecular e são amplamente utilizados na indústria de polímeros como aditivos (VIEIRA et al. 2011) e diminuem as características do polímero como: tensão de deformação, dureza, densidade, viscosidade e cargas eletrostáticas; mas ao mesmo tempo

aumenta a flexibilidade das cadeias dos polímeros, resistência a fratura e a constante dielétrica (POMMET et al., 2003; POMMET et al., 2005; VIEIRA et al., 2011).

Os plastificantes atuam como solventes quando adicionados aos polímeros, as moléculas destes começam a penetrar na fase polimérica, modificando o arranjo conformacional. Quando o plastificante é compatível como o polímero utilizado na base do filme, as moléculas do plastificante se posicionam entre as macromoléculas, provocando a separação entre elas, aumentando a mobilidade das cadeias. Os grupos polares dos plastificantes interagem como os grupos polares do polímero, enquanto os grupos apolares atuam como espaçadores entre os dipolos, resultando em liberdade molecular e mantendo-se a coesão global de estrutura (CARR, 2007).

3.4 Celulose Bacteriana

A associação da celulose bacteriana com outros polímeros pode ser um método efetivo para aumentar suas características e estrutura, proporcionando novas aplicações industriais. Estudos recentes sobre o uso da celulose bacteriana na formação de compósitos pelo método de impregnação mostraram bom desempenho nas propriedades mecânicas dos filmes formados (ALMEIDA, 2010).

Louis Pasteur descreveu a celulose bacteriana como "uma película gelatinosa e escorregadia". Sua porção solida é semelhante a um gel, não contem lignina e nem outras substancias misturadas a celulose (IGUCHI, YAMANAKA, BUDHIONO, 2000).

A celulose bacteriana (CB) é um biopolímero obtido por fermentação a partir de meios ricos em sacarídeos através de rotas de biossíntese realizada por bactérias de alguns gêneros como: *Gluconacetobacter, Rhizobium, Sarcina, Agrobacterium, Alcaligenes* sendo que a forma de obtenção da celulose bacteriana, a torna livre de impurezas (KESHK, et al, 2006). A celulose bacteriana é composta por uma membrana gelatinosa extremamente hidratada (BARUD, 2010), que é

formada na interface ar/meio de cultura, contendo uma pureza maior que a celulose vegetal.

A celulose bacteriana ficou conhecida como a mãe do vinagre, uma película formada na superfície no meio de cultura durante a fermentação acética. Para a produção de celulose bacteriana, a fermentação ocorre em meio estático, com temperatura em torno de 28 a 30°C (IGUCHI, et al, 2000).

A celulose bacteriana é composta por moléculas de D- glucose unidas por ligações glicosídicas β (1-4), tendo assim cadeia linear. As fibrilas são formadas a partir de ligações de hidrogênio que ocorrem entre o agrupamento hidroxila adjacentes (ROSS; MAYER; BENZIMAN, 1991).

A formação da membrana de celulose bacteriana ocorre primeiramente como aumento da população de bactérias presentes no meio fermentativo, capta o oxigênio dissolvido no meio, produzindo assim celulose na fase liquida, deixando o meio turvo. O oxigênio no meio diminui, então somente as bactérias próxima a superfície continuam produzindo celulose, a sua produção atinge um equilíbrio, isso ocorre porque a população bacteriana não aumenta exponencialmente, as bactérias na parte inferior da película de celulose estão inativas e não "mortas". Entretanto, as bactérias podem ser reativadas e podem ser usadas novamente para novas produções. A espessura, a massa e produção de celulose aumentam bruscamente após o período de indução e diminui após 10 dias, isso acontece em relação ao crescimento da membrana em sistemas estáticos (IGUCHI, et al, 2000).

Segundo Hirai et al. (2002), a celulose bacteriana (CB) produzida pela bactéria do gênero *Acetobacter xylinum* possui características como resistência à tração, alta cristalinidade, elasticidade, elevada capacidade de absorção e retenção de água e durabilidade.

3.5 Filmes incorporados com Celulose Bacteriana

Alguns trabalhos têm sido realizados com celulose bacteriana adicionada como nanopartículas na obtenção de filmes, com a finalidade de agente de reforço.

Wan et al.(2009) estudaram a adição de celulose bacteriana em filmes de amido e glicerol. A quantidade de celulose adicionada foi 7,8, 15 e 22 % em peso. Estes autores observaram que os filmes com CB tiveram maior resistência à tração, porém menor alongamento na ruptura quando comparados com os filmes de amido nativo.

Martins et al. (2009) usaram celulose bacteriana como reforço em materiais compósitos com uma matriz de amido termoplástico. Celulose bacteriana (1 % e 5 % p/p) e glicerol foram adicionados. O módulo de Young aumentou em 30 vezes (com 5 % fibras de CB), enquanto que o alongamento na ruptura foi reduzido de 144 % para 24 % com o aumento do teor de fibras de celulose bacteriana.

Woehl et al. (2010) analisaram a adição de celulose bacteriana parcialmente hidrolisada e não tratada em filmes TPS (amido termo plástico). Estes autores obtiveram aumento na tensão na ruptura e módulo de Young dos filmes TPS com a adição de maiores concentrações de celulose bacteriana.

4 MATERIAS E MÉTODOS

4.1 Materiais

A celulose bacteriana utilizada foi produzida anteriormente por Anjo (2015) em desenvolvimento da obtenção de vinagre, o amido de mandioca da marca Indemil, glicerol da marca Vetec, Hidroxido de sódio da marca Vetec.

4.2 Purificação e secagem da celulose bacteriana

A celulose bacteriana foi purificada de acordo com metodologia descrita por ALMEIDA, 2010. As películas foram submetidas a sucessivas lavagens com água deionizada para retirada dos resíduos da fermentação, com posterior tratamento com NaOH 0,1N a 90°C por 30 minutos e novamente lavagens com água deionizada. Após purificação, a celulose foi desidratada em estufa com circulação de ar a 50°C ± 2°C por 24 horas.

4.3 Preparo dos Filmes

Os filmes foram preparados com componentes de amido, celulose bacteriana e glicerol, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1: Formulações das Películas biodegradáveis de amido de mandioca incorporado com celulose bacteriana.

| | | | (%) |
|----|------|-----|-----|
| F1 | 3,00 | 0,6 | 0% |
| F2 | 3,00 | 0,6 | 1% |
| F3 | 3,00 | 0,6 | 5% |

As soluções filmogênicas para cada formulação apresentada na Tabela 1, foram produzidas utilizando água como solvente à 85°C, cada formulação foi dispersa em homogeneizador ultra-turrax (Marcaonii) por 30 minutos a 2000 rpm. Após resfriamento, em temperatura ambiente, as películas foram aplicadas sobre um suporte (forma) com dimensões de 20 cm x 10 cm. A secagem ocorreu em estufa com circulação de ar forçado a 50°C ± 2°C por 24 horas. Os filmes foram mantidos em frascos hermético contendo solução saturada de brometo de sódio NaBr a 22°C, com 58% de umidade relativa (UR), até a realização das análises. Todas as formulações foram produzidas em triplicata.

4.4 Caracterização dos filmes

As películas foram caracterizadas por meio das propriedades físicas e de barreira, sendo, espessura, gramatura, opacidade, solubilidade, umidade, análise estrutural por microscopia eletrônica de varredura (MEV), teste de tração e teste de perfuração. Todos os tratamentos foram realizados em triplicata.

4.4.1 Espessura

De cada película foram cortados dez corpos-de-prova em dimensões de 5 x 1 cm, e medida a espessura com um micrômetro digital. De cada corpo-de-prova foi medido 3 pontos aleatórios, dos quais foi possível obter o resultado final calculando a média (BEHRENCHESEN, 2014).

4.4.2 Gramatura

A gramatura foi determinada segundo Sarantópoulos et al. (2002). Onde uma área de 2 cm² do filme foi pesada em balança analítica utilizando para determinação de massa da amostra (P) e calculada de acordo com a equação 1. Os resultados foram expressos em g. m⁻².

$$G = 1000 \frac{P}{A} \qquad (1)$$

Onde:

G=gramatura (g.m⁻²)

P= massa do filme (g)

A=área do filme (cm²)

4.4.3 Opacidade

A opacidade aparente dos filmes foram realizada segundo Park e Zhao (2004 apud ALMEIDA, 2010), em espectrofotômetro UV/Visível (Ocean Options US650UV). Os corpos de prova foram cortados em retângulos e aderidos à parede interna da cubeta de quartzo. Nessas condições, foi varrida a faixa de comprimento

de onda da luz visível em 600 nm. Os resultados foram apresentados como a razão entre a absorbância e a espessura do biofilme (mm) (Abs.600nm.mm⁻¹).

4.4.4 Solubilidade

A solubilidade em água foi determinada segundo Gontard et al. (1994 apud ALMEIDA, 2010), com corpos de prova de 2 cm². A massa seca inicial foi obtida em balança analítica, após secagem a 50°C ± 2°C por 2h. Os corpos de prova foram imersos em recipiente contendo 50 mL de água destilada e colocados sob agitação de 50 rpm, durante 24h, em temperatura de ambiente. A suspensão resultante foi filtrada e o resíduo foi seco à temperatura de 105°C por 24h. Após pesagem, foi determinada a quantidade de matéria seca não solubilizada. A solubilidade da película foi expressa em porcentagem de massa solubilizada em relação à massa inicial.

4.4.5 Umidade

A umidade foi determinada segundo metodologia do Instituto Adolfo Lutz (2008). Cápsulas de alumínio foram previamente limpas e secas em estufa a 105°C por 2 horas, resfriadas em dessecador e pesadas. Foi adicionado 1g da amostra, que estava mantidas em frascos herméticos contendo solução saturada de NaBr a 22°C, com 58% de umidade relativa (UR). As cápsulas de alumínio contendo as amostras foram colocadas em estufa e mantidas a 105°C durante 24h, até massa constante. Resfriadas em dessecador, foram pesadas e a umidade foi calculada pela Equação 2. Os resultados serão expressos em porcentagem (%).

Umidade =
$$\frac{A - B}{C}$$
. 100 (2)

Onde:

A = Massa inicial (cápsula + amostra) (g)

B = Massa final (cápsula + amostra após secagem) (g)

C = Massa da amostra (g)

4.4.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A análise de microestrutura das películas foram realizada em microscópio eletrônico de varredura (JEOL JSM 6360- LV) localizado na Central de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal do Paraná. As amostras foram cobertas com ouro em um *Sputter Coater*. Após este preparo, as amostras foram visualizadas em microscópio eletrônico de varredura para análise da superfície.

4.4.7 Teste de tração

Os testes de tração foram realizados conforme os métodos de *American Society for Testingand Material* (ASTM D-882-00, 2001) realizados em texturômetro(TA-XT Express Enhanced Stable Micro Systems) . As amostras cortadas em dimensões de 5 x 1 cm foram previamente condicionadas em dessecadores contendo solução salina saturada de nitrato de magnésio P.A. hexahidratado com Umidade Relativa de 53% pelo período de 48 horas. As películas foram ajustadas às garras pneumáticas do equipamento e a distância estabelecida entre as garras foram de 25 mm e a velocidade de tração de 1 mm/s. As propriedades determinadas foram resistência máxima a tração (MPa), alongamento na ruptura (%) e módulo de elasticidade ou de Young (MY).

4.4.8 Teste de Perfuração

Os testes de perfuração foram realizados conforme a metodologia descrita por Sarantópoulos *et al.* (2002). Os corpos de prova foram condicionados em dessecador contendo solução salina saturada de nitrato de magnésio P.A. hexahidratado, com Umidade Relativa de 53% pelo período de 48 horas e então analisadas. Os corpos-de-prova com dimensão 3 cm de diâmetro foram fixados em um suporte circular do texturômetro e uma sonda metálica de ponta esférica com diâmetro de 6,35 mm a uma velocidade de 25 mm/min realizando a perfuração nas películas. A deformação na ruptura (Δ L/L0)foi calculada utilizando a equação 3.

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \frac{[D^2 + L0^2]^{1/2} - L0]}{L_0} \times 100 \quad (3)$$

Onde:

D= deslocamento do probe (mm)

L0= diâmetro do corpo de prova (mm).

4.4.9 Análises estatísticas

Os resultados obtidos foram analisados quanto a variância (ANOVA) a 95% de significância e os resultados que apresentarem diferença significativa entre os tratamentos foram diferenciados pelo teste de Tukey. O *software* Statistica 7.0 foi utilizado para análise dos resultados.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização das Películas

Os valores médios obtidos para espessura, gramatura e opacidade para os filmes estão dispostos na Tabela 2.

Tabela 2: Resultados obtidos de espessura, gramatura e opacidade das películas F1(0% de Cb), F2(1% de Cb), F3(5% de Cb).

| Tratamento | Espessura (mm) | Gramatura (g/cm²) | Opacidade (Abs.600nm. mm ⁻¹) |
|------------|---------------------------|----------------------------|---------------------------------------------|
| F1 | 0,238 ^a ±0,020 | 24,703 ^a ±5,542 | 2,846 ^a ±0,460 |
| F2 | 0,218 ^a ±0,009 | 24, 933°±2,321 | 4,154 ^a ±0,387 |
| F3 | $0,222^{a} \pm 0,003$ | 25,548 ^a ±1,903 | $5,180^a \pm 1,535$ |

a,b Letras em uma mesa coluna não apresentam diferença significativa a p≤0,05, entre médias obtidas através do teste de Tukey.

Os valores de espessura, gramatura e opacidade na análise de variância não indicaram diferença significativa a 5% de significância, indicando um controle adequado do conteúdo de solução filmogênica depositada nas formas. As espessuras variaram de 0,218 a 0,238 mm, variações na espessura de um material implicam em problemas no seu desempenho mecânico e perda de barreira, que comprometem o desempenho da embalagem.

A gramatura variaram de 24,703 a 25,548 g/cm², sendo definida como a massa do material, sobre a área do mesmo. Essa variável está diretamente relacionada com a resistência mecânica e de barreiras dos filmes, sendo que maiores gramaturas oferecem maiores resistências mecânicas (SARANTÓPOULOS et al, 2002).

A opacidade pode variar entre valores baixos e altos, que indicam filmes transparentes e opacos, respectivamente. Os valores de opacidade oscilaram de 2,846 a 5,180 (Abs.600nm. mm⁻¹). A opacidade é uma propriedade importante para

filmes que serão usados em coberturas ou embalagens. A baixa opacidade indica filmes com maior transparência, mas essa propriedade não é um fator determinante para aplicação do mesmo (RIGO, 2006). A característica de cada filme pode estar influenciada pela morfologia e massa molar dos componentes utilizados. A estrutura da celulose bacteriana apresenta fitas ultrafinas na sua estrutura, formando uma estrutura densa reticulada sendo estabilizada por pontes de hidrogênios, apresentando alta cristalinidade (BIELECKI et al., 2005; CHÉVEZ – PACHECO et al., 2004).

Os resultados obtidos para as análises de umidade e solubilidade estão dispostos na Tabela 3.

Tabela 3: Resultados obtidos de Umidade e Solubilidade das Películas F1(0% de cb), F2(1% de CB), F3(5% de Cb).

| Tratamento | Umidade (%) | Solubilidade (%) |
|------------|-----------------------------|----------------------------|
| F1 | 12,628° ±0,393 | 100,00° ±0,000 |
| F2 | 10,574 ^b ±0,529 | 24,056 ^b ±0,093 |
| F3 | 11,469 ^{ab} ±0,843 | 34,383 ^b ±0,050 |

^{a,b} Letras em uma mesa coluna não apresentam diferença significativa a p≤0,05, entre médias obtidas através do teste de Tukey.

A análise de umidade apresentou resultados com diferença significativa (p>0,05), como pode ser observado na Tabela 3. O tratamento F1 (0% de celulose bacteriana) apresentou uma umidade maior que os tratamentos F2 (1% de Celulose bacterina) e F3 (5% de celulose bacteriana), Esse fato pode ser explicado por Funke et al. (1998), Dufresne e Vignon (1998), Avérous et al. (2001), que desenvolveram filmes de amido com fibras de celulose bacteriana. Eles observaram que fibras de celulose bacteriana em pequenas quantidades, diminui a afinidade com a água. Concordando com o resultado observado que sugere que a umidade decresce com o aumento da concentração de celulose bacteriana.

Foram observadas diferenças significativas (p \leq 0,05) nos valores da solubilidade entre os tratamentos, confirmadas pelo teste de Tukey. Os tratamentos que contem celulose bacteriana apresentaram solubilidade menor que o tratamento F1(controle 0% de celulose bacteriana).

Müller et al. (2009) e Curvelo et al. (2001), também observaram que a adição de fibras de celulose em filmes de amido de milho e mandioca diminui a solubilidade em água dos mesmos. Esses autores atribuíram os resultados à menor higroscopicidade das fibras em relação ao amido. Além disso, as fibras interagem com os sítios hidrofílicos do amido, o que substitui as ligações do amido com a água (AVÉROUS et al, 2001).

Os resultados das propriedades mecânicas em termos de resistência à tração, módulo de Young e elongação na ruptura dos filmes estão apresentados na Tabela 4.

Tabela 4: Resultados obtidos de Resistência a tração, Módulo de Young e Elongação na ruptura para películas F1(0% de Cb), F2 (1% de Cb), F3(5% de Cb).

| Tratamento | Resistencia á tração (MPa) | Modulo de Young (MPa) | Elongação na ruptura (%) |
|------------|-------------------------------|------------------------------|-----------------------------|
| F1 | 7,143°±4,390 | 40,725°±20,485 | 9,781 ^a ±4,209 |
| F2 | 19,992 ^b ± 1,338 | 394,569 ^b ±155,56 | $4,960^{a} \pm 0,573$ |
| F3 | 21,543 ^b ±3,540 | 469,584 ^b ±85,296 | $4,534^{a} \pm 0,821$ |

^{a,b,} Letras em uma mesa coluna não apresentam diferença significativa a p≤0,05, entre médias obtidas através do teste de Tukey.

A partir do teste de tração determinou-se a resistência à tração (T), o módulo de Young (MY) e a elongação na ruptura (€). As análises para resistência a tração e modulo de Young apresentaram resultados com diferença significativa (p ≤ 0,05) e confirmadas pelo teste de Tukey. Como pode ser observado na Tabela 4, os resultados de resistência á tração e módulo de Young variaram de 7,143 a 21,534 MPa e 40,725 á 469,584 MPa, respectivamente. As propriedades de tração são úteis para identificação e caracterização de filmes, avaliando a qualidade dos materiais aplicados (SARANTÓPOULOS, et. al., 2002). A celulose bacteriana foi eficaz no aumento a resistência á tração e modulo de Young, quando comparada com o controle F1(0% de celulose bacteriana), essa resistência á tração é medida pela força máxima de tração que o filme pode sustentar. Nos tratamentos F2 (1% de celulose bacteriana) e F3 (5% de celulose bacteriana), podemos verificar o aumento a resistência que a celulose bacteriana proporcionou a película.

O módulo de Young é um indicador de rigidez do filme, quanto maior o modulo mais rígido é o material (OLIVEIRA, et al. 1996). Isso pode ser verificado nos tratamentos F2 (1% de celulose bacteriana) e F3(5% de celulose bacteriana). Cao et

al., (2008) formularam e caracterizaram mecanicamente filmes biodegradáveis de amido termoplástico e nanocelulose de fibras de cânhamo como material de reforço. A resistência á tração aumentou de 3,9 MPa para 111,5 MPa quando o teor de nanocelulose passou de 0% para 30%. Para as mesmas concentrações de nanocelulose, o módulo de Young passou de 31,9 MPa para 823,9 MPa, respectivamente. Wan et al. (2009) obteve o aumento na resistência e módulo de Young de filmes de amido impregnados com celulose bacteriana.

Na analise de elongação na ruptura, a análise de variância não indicou diferença significativa a 5% de significância. A elongação na ruptura é a relação entre o alongamento do corpo de prova e seu comprimento inicial, podendo ser determinada para a situação de ruptura, ou seja mede a capacidade de esticar. A adição de celulose bacteriana não influenciou a elongação dos tratamentos F2 (1% de celulose bacteriana) e F3 (2% de celulose bacteriana) em relação ao controle F1(0% de celulose bacteriana).

Os resultados obtidos no teste de perfuração, estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5: Resultados obtidos de Força máxima e deformação para películas F1(0% de Cb), F2(1% de Cb), F3(5% de Cb).

| Tratamento | F Máx (N) | ΔL/L0 (mm) |
|------------|-----------------------------|-------------------------------|
| F1 | 13,999 ^a ±4,489 | 0,00428 ^a ±0,00173 |
| F2 | 12,678°±4,457 | 0,00181°±0,00096 |
| F3 | 17,216 ^a ± 5,646 | 0,00505°±0,00228 |

^{a,b}, Letras em uma mesa coluna não apresentam diferença significativa a p≤0,05, entre médias obtidas através do teste de Tukey.

Através do teste de perfuração determinou-se a Força máxima de perfuração e deformação na perfuração, a análise de variância não indicou diferença significativa a 5% de significância. A força máxima para romper o filme variou entre 13,999 á 17, 216 N. A deformação na perfuração é a distância que o *probe* percorre ate romper o filme. Os valores variaram de 0,00181 a 0,00505 mm.

5.2 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma ferramenta que permite a obtenção de informações estruturais das amostras como a homogeneidade ou a presença de rupturas e falhas. A presença de falhas pode afetar as propriedades mecânicas do material (ALMEIDA, 2010).

Na Figura 3, microscopia da película controle (0% de celulose bacteriana), pode observar que a película se apresenta mais lisa, com pouca rugosidade e algumas partículas. Essas partículas provavelmente podem ser grânulos insolúveis de amido, que na gelatinização não foram totalmente dispersos. De acordo com as micrografias da Figura 4 e Figura 5, com aumento do percentual de celulose bacteriana na película, houve um aumento na rugosidade na superfície. Houve uma boa incorporação das fibras de celulose bacteriana na matriz de amido, pois as micrografias apresentaram superfícies densas e continuas, não se observa fases ou diferenças de cores que indicam falta de homogeneidade entre as fases.

Meira (2012), reportou rugosidade e poros em filmes de acetado de amido e celulose bacteriana, o filme de acetado de amido apresentou-se superfície lisa e homogênea. Segundo Müller (2007), os filmes de amido de mandioca com adição de celulose bacteriana apresentaram-se cimentados, formando um mistura de amido e celulose bacteriana. Segundo Mali et al. (2004) a homogeneidade da matriz de um filme é um bom indicador da integridade de sua estrutura, bem como de suas propriedades mecânicas.

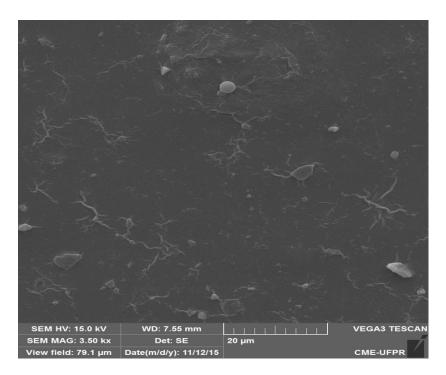


Figura 3: Imagem de microscopia de varredura da película de amido F1 (0% de celulose bacteriana).

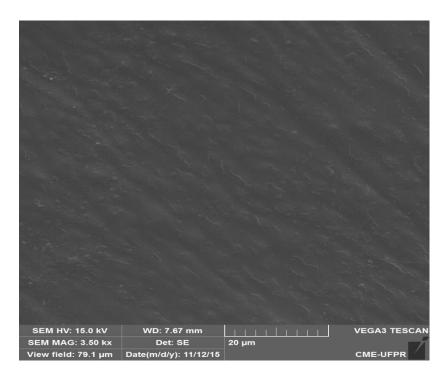


Figura 4: Imagem de microscopia de varredura da película de amido incorporado com celulose bacteriana , F2 (1% de Celulose Bacteriana).

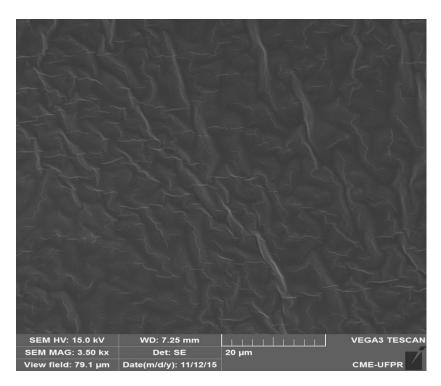


Figura 5:Imagem de microscopia de varredura da película de amido incorporado com celulose bacteriana , F3 (5% de Celulose Bacteriana).

CONCLUSÃO

Neste trabalho foi possível elaborar películas biodegradáveis de amido de mandioca incorporados com celulose bacteriana, pelo método de casting. As películas de amido de mandioca com celulose bacteriana apresentaram bons resultados em relação às propriedades mecânicas e solubilidade, sendo que o aumento da concentração de celulose bacteriana promoveu aumento na resistência a tração e modulo de Young, e diminuição na solubilidade e umidade. A espessura, gramatura e opacidade não apresentaram diferença significativa. MEV

A seleção da concentração ideal no tratamento da película, depende do uso específico e da técnica de aplicação.

Assim conclui-se que os resultados obtidos neste trabalho pode estimular vários campos de aplicação como, a área de embalagens para indústria alimentícia, podendo ser aplicado como embalagem secundaria de alimentos.

REFERÊNCIAS

ABAM – Associação Brasileira dos Produtores de Amido de Mandioca. Disponível em < www.abam.com.br>. Acesso em: 05/11/2015.

ALMEIDA, Denise M. de. Biofilme de Blenda de Fécula de Batata e Celulose Bacteriana na conservação de Fruta Minimamente Processada. 2010, 78-81-82-84-85 f. Tese (Doutorado em Processos Biotecnológicos Agroindustriais). Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2010. Disponível em: < http://dspace.c3sl.ufpr.br:8080/dspace/bitstream/handle/1884/25350/TESE.pdf?sequence=1 &isAllowed=y>. Acesso em: 15 de abril 2015.

ANJO, Fernando Antônio. Aplicação de Mel de abelhas africanizadas (*Apis melifera L*.) de diferentes Origens Florais na Elaboração de Fermentados acéticos.2015. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Curso Superior em Engenharia de Alimentos. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão,2015.

AMERCIAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. Standard test methods for tensile properties of thin plastic sheet. ASTM D882-00. Philadelphia, 9 p., 2001.

ARIENTE, M. et al. Competitividade na indústria de fécula de mandioca: estudo exploratório. Revista FAE, Curitiba, v. 8, n. 2, p. 53-60, jul./dez. 2005.

AVÉROUS, L.; FRINGANT, C.; MORO, L. Plasticized starch-cellulose interactions in polysaccharide composites. Polymer, v. 42, p. 6565-6572, 2001.

BARUD, Hernane Silva. Preparo e caracterização de novos compostos de celulose Bancteriana, 2010. Dissertação (Mestrado em Quimica) - Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2010. Disponivel em: < http://base.repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/105766/barud_hs_dr_araiq.pdf?sequ ence=1>.

BEHRENCHEN, Lais. Desenvolvimento de Filmes Biodegradáveis de amido Incorporados com Zeólita.2014,28 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Curso Superior em Tecnologia de Alimentos. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão,2014.

BIELECKI, S.; KRYSTYNOWICZ, A.; TURKIEWICZ, M.; KALINOWSKA, H. Bacterial Cellulose. Biotechnology of biopolymers, v.14 p.381, 2005.

BLANSHARD, J. M. V. Starch granule structure and function: a physicochemical approach, 1987. p. 16-54.

CAO, X.; CHEN, Y.; CHANG, P. R.; STUMBORG, M.; HUNEAULT, M. A. Green Composites Reinforcend with Hemp Nanocrystals in Plasticized Starch. Journal of pplied Polymer Science, v.109, p. 3804-3810, 2008.

CARR, Laura Gonçalves. Desenvolvimento de Embalagem Biodegradável tipo Espuma á partir de Fécula de Mandioca, 2007. Dissertação (Doutorado em Engenharia Quimica)-Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007.

CURVELO, A. A. S.; CARVALHO, A. J. F. AGNELLI, J. A. M. Thermoplastic starchcellulosic fibers composites: preliminary results. Carbohydrate Polymers, v. 45, p.183 –188, 2001.

CHÁVEZ-PACHECO, J.L.; YEE, S. M.; ZENTELLA, M. C.; MARVÁN, E. E. Celulosa Bacteriana en Gluconacetobacter xylinum: Biosíntesis y Aplicaciones. Revista Especializada en Ciencias Químico-Biológicas, vol.7, n.1, p. 18-25, 2004.

DERNADIN, Cristiane C.; SILVA, Leila P. Estrutura de Grânulos de Amido e sua relação com as propriedades físicas- químicas. Ciência Rural, Santa Maria- RS, 2008.

DIAS, Amanda Barbosa. Desenvolvimento e Caracterização de Filmes Biodegradáveis obtidos de Amido e de Farinha de Arroz, 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos)- Universidade Federal de Santa Catarina, Santa Catarina, 2008.

DUFRESNE, A.; VIGNON, M. R.; Biomacromolecules 1998.

FAMÁ, L., ROJAS, A.M., GOYANES S., GERSCHENSON, L. Mechanical Properties of Tapioca-starch Edible Films Containing Sorbates. LWT – Food Science and Technology, v.38, p.631-639, 2005.

FUNKE, U.; BERGTHALLER, W.; LINDHAUER, M. G. Processing and characterization of biodegradable products based on starch. Polymer Degradation and Stability, v. 59, p.293-296, 1998.

GARCÍA, M. A., A. PINOTTI, M. N. MARTINO, AND N. E. ZARITZKY. Characterization of composite hydrocolloid films. Carbohydrate Polymers, v. 56, p. 339-345, 2004.

GHANBARZADEH, B.; ALMASI, H.; ENTEZAMI, A. A. Physical Properties of Edible Modified Starch/CarboxymethylCellulose Films. Innovative Food Science and Emerging Technologies, v.11, p. 697-702, 2010.

HAY, ME. The. Extent of Gelatinisation and Change to the Microstructure of Starch as a Result of Extrusion Processing. 64p, 2002. Trabalho de acadêmico. Universidade de Queensland (Departamento de Engenharia Química), 2002.

HENRIQUE, Celina Maria; CEREDA, Mareney Pascoli; SARMENTO, Silene Bruder.S. Características físicas de filmes biodegradáveis produzidos a partir de amidos modificados de mandioca. Ciências e tecnologia de alimentos. Campinas, março, 2008. Disponível em:http://www.scielo.br/pdf/cta/v28n1/32.pdf>. Acesso em: 13 maio 2015.

HIRAI, A.; TSUJI M., HORII, F., Cellulose, 9, 105-113, JUN, 2002.

IAL - INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos químicos e físicos para análise de alimentos, 4. ed. v. 4. São Paulo: IMESP, 2008.

IGUCHI, M.; YAMANAKA, S.; BUDHIONO, A. Bacterial cellulose – a masterpiece of nature's arts. Journal of Materials Science, v. 35, p. 261-270, 2000.

KESHK, S. M. A.S.; RAZERK,T.M.A. ;SAMESHIMA,K.Bacterial celulose production from beet molasses. African Journal of bioterchnology, v.5, n.17,p.1519-1523,2006.

KESTER, J.J. & FENNEMA O. R. Edible films and coatings: a review. Food Technology, 40, 47-59, 1986.

LAURINDO, J. B.; PELEG, M. Mechanical measurements in puffed Rice cakes. Journal of Texture Studies, v.38, p.619-634, 2007.

MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E.; GARCIA, M. A.; MARTINO, M. N.; ZARITZKY, N. E. Barrier, mechanical and optical properties of plasticized yam starch films. Carbohydrate Polymers, v. 56, n. 2, 129-135, 2004.

MARTINS, I.M.G.; MAGINA, S.P.; OLIVEIRA, L.; FREIRE, C.S.R.; SILVESTRE A. J.D., NETO, C.P.; GANDINI, A. New biocomposites based on thermoplastic starch and bacterial cellulose. Composites Science and Technology, 69, 2163–2168, 2009.

MATTA, Manoel D.; SARMENTO, Sirlene B. S.; SARANTÓPOULOS, Claire I. G. L.; ZOCCHI, Silvio S. Propriedade de Barreira e Solubilidade de Filmes de Amido de Ervilha Associado com Goma Xantana e Glicerol. ESALQ/ITAL/ USP, Piracicaba, 2011.

MILES, D. C. & Briston, J. H. - "Tecnologia de Polímeros", Editora Polígono S.A, São Paulo, 1975.

MORAES, J. O. Propriedades de Filmes de Amido Incorporados de Nanoargilas e Fibras de Celulose. 2009. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico (CTC). Florianópolis, 2009.

MÜLLER C.M.O., LAURINDO J.B., YAMASHITA F. Effect of cellulose fibers addition on the mechanical properties and water vapor barrier of starch-based films. Food Hydrocolloids, v. 23, 2009.

NUNES, Luciano Bastos; SANTOS, Wilton de Jesus; CRUZ, Renato de Souza. Rendimento de Extração e Caracterização Química e Funcional de Féculas de Mandioca da região do Semi-árido. Bahia,2009. Universidade Estadual de Feira de Santana – UEFS. Disponível em: < http://serv-bib.fcfar.unesp.br/seer/index.php/alimentos/article/viewFile/955/782>. Acesso em: 15 de maio 2015.

OLIVEIRA, LM.; ALVES,M.R.V.; SARANTÓPOULOS, C.I.G.L.; PADULA. M.;GARCIA, E.C.;COLTRO, L. Ensaios para Avaliação de Embalagens plásticas flexíveis. Centro de Tecnologia de Embalagem. CETEA. Campinas, 1996.

RIGO, L. N. Desenvolvimento e Caracterização de filmes Comestíveis. 2006.130f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões- URI, campus de Erechim. 2006. Disponível em: < http://www.uricer.edu.br/eal_hp/DissertPDF/Turma2004/DissertLisandraRigo2006.pdf>. Acesso em: 12 de maio 2015.

SARANTÓPOULOS, C.I.G.L; OLIVEIRA, L.M. de; PADULA, M.; et al. Embalagens plásticas flexíveis: principais polímeros e avaliação das propriedades. CETEAI/ITAL, Campinas. 2002.

SOUZA, R. C. R.; ANDRADE, C. T. Investigação dos processos de gelatinização e extrusão de amido de milho. Polímeros: Ciência e Tecnologia, São Paulo, v.10, n.1, p.24-30, 2000.

POMMET, M.; REDL, A.; MOREL, M. H.; GUILBERT, S. Study of wheat gluten plasticization with fatty acids. Polymer, v. 44, n. 1, p. 115-122, 2003.

POMMET, M.; REDL, A.; GUILBERT, S.; MOREL, M. H. Intrinsic influence of various

plasticizers on functional properties and reactivity of wheat gluten thermoplastic material. Journal of cereal science, v. 45, n. 1, p. 81-91, 2005.

TÁPIA-BLÁCIDO, D.; SOBRAL, P. J.; MENEGALLI, F. C. Development and characterization of biofilms based on Amaranth flour (Amaranthus caudatus). Journal of Food Engineering, v.67, p. 215-223, 2004.

TEIXEIRA, E. M. - "Utilização de amido de mandioca na preparação de novos materiais termoplásticos", Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos, Brasil (2007).

TESTER, R.F.; KARKALAS, J.; QI, X. Starch-composition, fine structure and architecture. Journal of Cereal Science, v.39, p.151-165, 2004.

THOMAS, David J.; ATWELL, William A. Starches. Disponível em: http://www.foodesource.org/ContIng/starches.asp. Acesso em: 05 jun. 2014.

VICENTINI, N. M. Elaboração e caracterização de filmes comestíveis à base de fécula de mandioca para uso em pós-colheita. 2003. 198f. Tese (Doutorado em Agronomia) – Faculdade de Ciências Agronômicas, Universidade Estadual Paulista, Botucatu, 2003.

WAN, Y.Z.; LUO, H.; HE F.; LIANG, H.; HUANG, Y.; LI, X. L. Mechanical, moisture absorption, and biodegradation behaviours of bacterial cellulose fibre-reinforced starch biocomposites. Composites Science and Technology, v. 69, 1212–1217, 2009.

WILHELM, H.M.; SIERAKOWSKIA, M.R.; SOUZAB, G.P.; WYPYCHC, F.; Starch films reinforced with mineral clay. Carbohydrate Polymers, v. 52, p. 101–110, 2003.

WOEHL, M. A.; CANESTRARO, C. D.; MIKOWSKI, A.; SIERAKOWSKI, M. R.; RAMOS, L. P.; WYPYCH, F. Bionanocomposites of thermoplastic starch reinforced with bacterial cellulose nanofibres: Effect of enzymatic treatment on mechanical properties. Carbohydrate Polymers, 80, 866–873, 2010.

YU, L.; DEAN, K.; LI, L.; Polymer blends and composites from renewable resources. Prog. Polym. Sci; v.31; p. 576–602; 2006.