



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO, DE CIÊNCIAS EXATAS E EDUCAÇÃO
COORDENADORIA ESPECIAL DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

Tânia Laís Ferreira da Silva

Produção de nanopartículas de quitosana/amido/ β -caroteno e incorporação em filmes de amido termoplástico para aplicação em embalagens inteligentes

Blumenau

2025

Tânia Laís Ferreira da Silva

Produção de nanopartículas de quitosana/amido/ β -caroteno e incorporação em filmes de amido termoplástico para aplicação em embalagens inteligentes

Trabalho de Conclusão de Curso submetido ao curso de Engenharia de Materiais do Campus Blumenau da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Larissa Nardini Carli
Coorientadora: Me. Pâmela Rosa Oliveira

Blumenau

2025

Ficha catalográfica gerada por meio de sistema automatizado gerenciado pela BU/UFSC.
Dados inseridos pelo próprio autor.

Silva, Tânia Lais Ferreira da
Produção de nanopartículas de quitosana/amido/beta caroteno e incorporação em filmes de amido termoplástico para aplicação em embalagens inteligentes / Tânia Lais Ferreira da Silva ; orientadora, Larissa Nardini Carli, coorientadora, Pâmela Rosa Oliveira, 2025.
64 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) -
Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Blumenau,
Graduação em Engenharia de Materiais, Blumenau, 2025.

Inclui referências.

1. Engenharia de Materiais. 2. Embalagens inteligentes.
3. Polímero biodegradável. 4. Carotenóides. 5. Nanopartículas poliméricas. I. Carli, Larissa Nardini. II. Oliveira, Pâmela Rosa. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia de Materiais. IV. Título.

Tânia Laís Ferreira da Silva

Produção de nanopartículas de quitosana/amido/ β -caroteno e incorporação em filmes de amido termoplástico para aplicação em embalagens inteligentes

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de Bacharel e aprovado em sua forma final pelo Curso de Engenharia de Materiais.

Blumenau, 05 de dezembro de 2025.

Insira neste espaço
a assinatura

Tânia Laís Ferreira da Silva
Universidade Federal de Santa Catarina

Banca examinadora

Insira neste espaço
a assinatura

Prof.^a Dr.^a Larissa Nardini Carli
Universidade Federal de Santa Catarina

Insira neste espaço
a assinatura

Prof.^a Dr.^a Andrea Cristiane Krause Bierhalz
Universidade Federal de Santa Catarina

Insira neste espaço
a assinatura

Prof.^a Dr.^a Eveline Bischoff
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul

Blumenau, 2025

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por ter me dado toda a luz, a força e a sabedoria necessários para a conclusão dessa jornada.

À minha família, especialmente aos meus pais, Inês e Sebastião, ao meu irmão Vagner, aos meus avós, pelo apoio financeiro e emocional, e por todo o incentivo que foram essenciais em todos os momentos. Sou grata também ao meu padrasto João, por cada palavra de apoio e por cada oração nos momentos mais difíceis. Em especial, dedico meu agradecimento ao meu avô João Maria, a quem prometi chegar até aqui, ao meu avô Adélio e ao meu tio Amauri, que partiram antes de mim mas permanecem em minha memória.

Agradeço ao meu companheiro, Carlos, por estar ao meu lado em todos os momentos, por ser meu apoio nas horas difíceis e por comemorar comigo cada conquista.

Agradeço aos meus amigos e amigas, especialmente à Janaita, à Letícia, à Cinara e à Bárbara, que estiveram comigo em cada passo dessa caminhada, pelo apoio, pelas palavras e por todas as trocas que tornaram essa jornada mais leve.

Agradeço à minha orientadora, Profa. Dra. Larissa Nardini Carli, pela oportunidade de participar do grupo de pesquisa, e por todo o apoio, incentivo e ensinamentos ao longo da minha jornada acadêmica. Sua orientação foi essencial em cada etapa deste trabalho, e também para minha evolução e crescimento pessoal.

Agradeço à minha coorientadora, Me. Pâmela Rosa Oliveira, por seu apoio incondicional, paciência e dedicação em todas as etapas deste trabalho. Sua generosidade e conhecimento fizeram toda a diferença, e, acima de tudo, tê-la como amiga tornou esta jornada ainda mais especial.

Agradeço também aos demais colegas do grupo de pesquisa NanoBio e do laboratório (Andressa, Willian, Ana Carolina, Aline, Pamela, Eric e Júlia) pelo acolhimento e pelas trocas valiosas que contribuíram significativamente para o desenvolvimento deste trabalho. Cada troca e cada momento de colaboração foram fundamentais.

Agradeço à Pró-Reitoria de Assuntos Estudantis (PRAE) pelo apoio e pelas iniciativas de permanência, que contribuíram para que eu pudesse me dedicar integralmente aos estudos e tornaram possível a conclusão do curso.

Agradeço, finalmente, à Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) pelo ensino gratuito e de qualidade, que tornou possível minha formação acadêmica. Sou grata também aos laboratórios e à infraestrutura do campus Blumenau, que proporcionaram condições fundamentais para a realização deste trabalho.

RESUMO

As embalagens inteligentes, com funções indicadoras, possuem recursos integrados que resultam em um sistema de monitoramento do frescor e da qualidade dos alimentos em tempo real. O β -caroteno, que é um micronutriente com propriedades antioxidantes e responsivas ao pH, é um exemplo de composto que pode ser integrado na embalagem indicadora. No entanto, este composto apresenta algumas limitações, como a sensibilidade à luz UV e ao calor, o que prejudica sua aplicação em certas condições. Neste contexto, o encapsulamento do β -caroteno torna-se uma estratégia que pode melhorar sua estabilidade. Este trabalho teve como objetivo produzir filmes de amido termoplástico (TPS) contendo nanopartículas de quitosana/amido/ β -caroteno para aplicação em sistemas inteligentes e biodegradáveis. As nanopartículas foram produzidas utilizando uma metodologia que integra os métodos de dispersão e gelificação iônica, com duas variações (denominadas MA e MB), que se diferenciam pela ordem de adição do agente reticulante – tripolifosfato de sódio (TPP), e foram incorporadas (20% m/m) em filmes de TPS obtidos em solução (*solution casting*). A análise da morfologia indicou que as nanopartículas MA possuem formato esférico com β -caroteno aderido na superfície, enquanto que a amostra MB possui formato poliédrico com o composto incorporado homogeneamente. A eficiência de incorporação (EI) das amostras MA foi maior que MB ($81,5 \pm 4,1\%$ e $66,3 \pm 8,1\%$, respectivamente). A morfologia da superfície de fratura dos filmes de TPS com nanopartículas incorporadas apresentou rugosidade e o surgimento de microtrincas. As análises de permeabilidade ao vapor de água e absorção de água em imersão mostraram que a incorporação das nanopartículas nos filmes resultou no efeito de barreira, especialmente na amostra MA20%. Na avaliação da resposta ao pH, tanto o β -caroteno puro quanto os filmes apresentaram alterações de cor em pH ácido e básico, indicando o potencial deste material para a aplicação proposta.

Palavras-chave: Amido termoplástico, nanopartículas poliméricas, carotenóides, polímero biodegradável, embalagens inteligentes.

ABSTRACT

Smart packaging with indicator function has integrated features that result in a real-time monitoring system for food freshness and quality. β -carotene, a micronutrient with antioxidant and pH-responsive properties, is an example of a compound that can be integrated into indicator packaging. However, this compound has some limitations, such as sensitivity to UV light and heat, which hinders its application under certain conditions. In this context, encapsulation of β -carotene becomes a strategy that can improve its stability. This work aimed to produce thermoplastic starch (TPS) films containing chitosan/starch/ β -carotene nanoparticles for application in smart and biodegradable systems. The nanoparticles were produced using a methodology which integrate dispersion and ionic gelation methods, with two variations (called MA and MB), which differ on the order of addition of the crosslinking agent – sodium tripolyphosphate (TPP), and were incorporated (20% w/w) into TPS films obtained by solution casting. MA nanoparticles exhibited a spherical shape with β -carotene adhered to the surface, while the MB sample showed a polyhedral shape with the compound incorporated homogeneously. The incorporation efficiency (EI) of the MA particles was higher than MB ($81.5 \pm 4.1\%$ and $66.3 \pm 8.1\%$, respectively). The fracture surface morphology of the TPS films with incorporated nanoparticles presented some microtracks and a higher roughness when compared with pure TPS. Water vapor permeability and water absorption analyses showed that the incorporation of nanoparticles into the films resulted in a barrier property, especially in the MA20% sample. Finally, both pure β -carotene and the films showed color changes at acidic and basic pH, evidencing the potential of this material for the proposed application.

Keywords: Thermoplastic starch, polymeric nanoparticles, carotenoids, biodegradable polymer, smart packaging.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Inovações em embalagens de alimentos.....	15
Figura 2 – Classificação de polímeros biodegradáveis.....	18
Figura 3 – Estrutura química da (a) amilose e da (b) amilopectina.....	19
Figura 4 – Organização das moléculas no grânulo de amido.....	20
Figura 5 – Mecanismo de hidrólise do amido.....	23
Figura 6 – Processo de obtenção de quitosana a partir da quitina.....	23
Figura 7 – Método de gelificação iônica.....	25
Figura 8 – Estrutura química do β -caroteno.....	27
Figura 9 – Esquema ilustrativo da produção das nanopartículas pelo Método A.....	30
Figura 10 – Esquema ilustrativo da produção das nanopartículas pelo Método B.....	31
Figura 11 – Nanopartículas MA e MB antes da liofilização.....	31
Figura 12 – Nanopartículas (a) MA e (b) MB depois da liofilização.....	32
Figura 13 – Morfologia das nanopartículas (a) MA pura; (b) MA e (c) MB.....	38
Figura 14 – Espectro de FTIR normalizado do amido e do amido hidrolisado.....	39
Figura 15 – Espectro de FTIR da quitosana e das nanopartículas.....	41
Figura 16 – Gráfico de TGA e DTG do amido e quitosana puros.....	42
Figura 17 – Gráfico de TGA e DTG das nanopartículas.....	43
Figura 18 – Filme (a) espesso e (b) fino com nanopartículas incorporadas.....	44
Figura 19 – Imagens de MEV dos filmes (a) TPS puro; (b) MA20% e (c) MB20%.....	44
Figura 20 – Espectros de FTIR dos filmes.....	45
Figura 21 – Gráfico de TGA e DTG dos filmes.....	46
Figura 22 – Percentual de absorção de umidade dos filmes de TPS puro e com nanopartículas em função do tempo.....	48
Figura 23 – Gráfico do ganho de massa dos filmes em função do tempo.....	49
Figura 24 – Gráfico do percentual de absorção de água dos filmes de TPS puro e com nanopartículas em função do tempo.....	51
Figura 25 – Amostras de β -caroteno em soluções com variação de pH.....	52
Figura 26 – Amostras de β -caroteno em soluções com variação de pH.....	52

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Eficiência de incorporação.....	37
Tabela 2 – Valores de permeabilidade ao vapor de água dos filmes.....	50

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	12
1.1. OBJETIVOS.....	13
1.1.1. Objetivos gerais.....	13
1.1.2. Objetivos específicos.....	14
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	15
2.1. EMBALAGENS INTELIGENTES.....	15
2.2. POLÍMEROS BIODEGRADÁVEIS.....	17
2.2.1. Amido.....	19
2.2.1.1. Amido termoplástico.....	21
2.2.1.2. Amido hidrolisado.....	22
2.2.2. Quitosana.....	23
2.3. NANOPARTÍCULAS POLIMÉRICAS.....	24
2.4. CAROTENÓIDES.....	26
2.4.1. β -Caroteno.....	27
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	29
3.1. MATERIAIS.....	29
3.2. OBTENÇÃO DE AMIDO HIDROLISADO.....	29
3.3. PRODUÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS.....	29
3.3.1. Método A.....	30
3.3.2. Método B.....	31
3.3.3. Métodos A e B com variação no teor de TPP.....	32
3.4. PRODUÇÃO DOS FILMES DE AMIDO TERMOPLÁSTICO.....	32
3.5. CARACTERIZAÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS E DOS FILMES.....	33
3.5.1. Morfologia.....	33
3.5.2. Eficiência de incorporação.....	33
3.5.3. Caracterização química.....	34
3.5.4. Caracterização térmica.....	34
3.5.5. Resposta ao pH.....	34
3.5.6. Absorção de umidade.....	35
3.5.7. Absorção de água em imersão.....	35
3.5.8. Permeabilidade ao vapor de água.....	36
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	37
4.1. CARACTERIZAÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS.....	37
4.1.1. Eficiência de incorporação.....	37
4.1.2. Morfologia.....	38
4.1.3. Caracterização química.....	39
4.1.4. Caracterização térmica.....	41

4.2. CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DE TPS.....	43
4.2.1. Morfologia.....	43
4.2.2. Caracterização química.....	45
4.2.3. Caracterização térmica.....	46
4.2.4. Absorção de umidade.....	47
4.2.5. Permeabilidade ao vapor de água.....	49
4.2.6. Absorção de água em imersão.....	50
4.2.7. Resposta ao pH.....	51
5. CONCLUSÃO.....	54
REFERÊNCIAS.....	55

1. INTRODUÇÃO

Os métodos convencionais de controle de validade dos alimentos têm se tornado insuficientes, pois muitas vezes, nos prazos estipulados, não são considerados fatores como más condições de transporte e armazenamento. Isso resulta na deterioração e descarte desses alimentos, ou seja, os alimentos não são monitorados em tempo real. Portanto, a produção em massa de alimentos – principalmente com prazo de validade curta – em conjunto com más condições de armazenamento, resulta em um elevado desperdício e um potencial risco à saúde humana (Nami *et al.*, 2024). Esse cenário reflete em números preocupantes: estima-se que, no ano de 2022, 1,05 bilhão de toneladas de alimentos foram descartados em todo o mundo, de acordo com o Programa das Nações Unidas para o Meio Ambiente (PNUMA, 2024).

Diante disso, é necessário que sejam utilizados sistemas que auxiliem o consumidor a monitorar o frescor dos alimentos, incentivando o consumo dentro do prazo de validade e reduzindo o desperdício. Esses sistemas podem ser obtidos por meio de embalagens inteligentes, que possuem como característica a presença de um sensor que visa identificar e monitorar a qualidade dos alimentos, através da resposta ao meio em que está armazenado ou ao ambiente interno da embalagem. Nesses sistemas, podem ser incorporados compostos indicadores, que indicam visualmente e de forma qualitativa possíveis mudanças que ocorrem no ambiente, como, por exemplo, alterações de pH decorrentes da degradação do alimento (Nami *et al.*, 2024).

Um composto que pode ser utilizado como indicador é o β -caroteno, um carotenóide que, além de possuir propriedades como antioxidante e pró vitamina A, é um composto responsivo ao pH. Contudo, o β -caroteno possui algumas limitações quando aplicado diretamente em matrizes poliméricas. Condições como altas temperaturas e exposição à luz o torna suscetível à degradação por oxidação (Roy *et al.*, 2023). Em razão dessas limitações, métodos de encapsulamento vêm sendo estudados para promover a utilização do β -caroteno com menor risco de degradação (Gul *et al.*, 2015). O encapsulamento possui como objetivo proteger o composto encapsulado de agentes como luz e calor, e conseqüentemente permitir uma liberação controlada (Ezhilarasi *et al.*, 2012). Ainda, em um contexto ambiental, podem ser utilizados materiais biodegradáveis e de fontes naturais para a fabricação de nanocápsulas, como o amido e a quitosana. O amido hidrolisado é uma alternativa utilizada nesta aplicação, pois, segundo Lestari *et al.* (2020), esse material aumenta a estabilidade de armazenamento do β -caroteno quando encapsulado.

Na atualidade, as embalagens poliméricas destinadas ao setor de alimentos desempenham um papel fundamental, pois protegem os produtos de possíveis contaminações e aumentam seu tempo de armazenamento. Contudo, grande parte dessas embalagens são fabricadas a partir de polímeros convencionais à base de petróleo, que quando não são descartados corretamente, resultam em um acúmulo de resíduos no meio ambiente (Yao *et al.*, 2024). Segundo dados da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa), publicados no ano de 2025, o Brasil é o quarto maior produtor de resíduo plástico do mundo, sendo cerca de 1 milhão de toneladas ao ano, reciclando apenas 24,5% desse total.

Portanto, ainda são necessárias alternativas que visem minimizar o impacto ambiental. Uma alternativa viável são os polímeros biodegradáveis e obtidos a partir de fontes renováveis, como o amido e suas variações, como o amido termoplástico (TPS), por exemplo. O TPS é um polímero termoplástico, composto por amido, um polissacarídeo abundante na natureza, e um plastificante, como o glicerol. Essa combinação resulta em um material de baixo custo, com propriedades mecânicas adequadas para fabricação de filmes e embalagens e ainda com potencial para ser uma matriz para outros aditivos, como nanopartículas (Bangar *et al.*, 2021).

Portanto, soluções para questões relacionadas ao desperdício de alimentos e ao acúmulo de resíduos podem representar impactos positivos não só na preservação ambiental, por meio da redução da produção de resíduos nocivos ao meio ambiente, mas também em um contexto social. Em vista disso, o presente trabalho visa utilizar polímeros biodegradáveis – amido e quitosana – para a produção de nanopartículas contendo β -caroteno, e incorporá-las em filmes de TPS, para futura aplicação em embalagens inteligentes para alimentos.

1.1. OBJETIVOS

1.1.1. Objetivos gerais

Preparar e caracterizar nanopartículas de quitosana/amido/ β -caroteno, utilizando uma metodologia de síntese com duas variações, alterando a ordem de adição do agente reticulante, e incorporá-las em filmes de TPS visando obter embalagens inteligentes responsivas a variações de pH.

1.1.2. Objetivos específicos

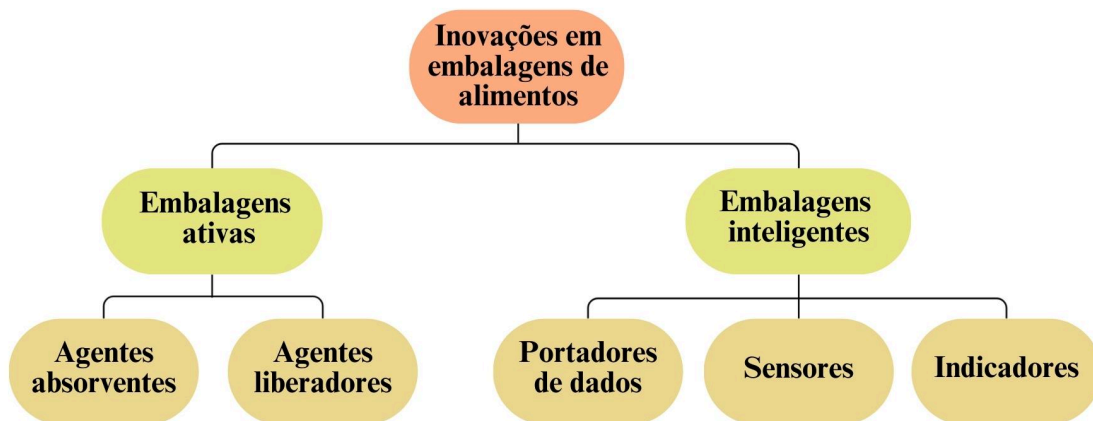
- Avaliar a eficiência de incorporação do β -caroteno nas nanopartículas produzidas em matriz de quitosana/amido, variando-se a concentração de TPP e a ordem de adição deste no processo de dispersão e gelificação iônica, visando estabelecer a condição com maior eficiência;
- Para a concentração selecionada, verificar o impacto da ordem de adição do agente reticulante na morfologia e propriedades químicas e térmicas das nanopartículas produzidas;
- Determinar a influência das nanopartículas obtidas nas propriedades físico-químicas dos filmes de TPS produzidos;
- Avaliar as propriedades dos filmes quanto à interação com água e a resposta ao pH visando à aplicação em embalagens inteligentes indicadoras para alimentos.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. EMBALAGENS INTELIGENTES

Na indústria alimentícia é comum a busca por embalagens poliméricas que promovam a segurança, a qualidade e a preservação dos alimentos. Contudo, com o crescimento populacional, junto ao aumento do desperdício e à demanda por alimentos frescos, as embalagens comuns estão se tornando insuficientes quando se trata de atender às expectativas do consumidor quanto à experiência de consumo (Schaefer; Cheung, 2018). Diante disso, as inovações em embalagens de alimentos, incluindo embalagens inteligentes e embalagens ativas, tornam-se alternativas para aumentar o tempo de prateleira, controlar a qualidade e aumentar a segurança do alimento (Rajan; Wani, 2025), conforme Figura 1.

Figura 1 – Inovações em embalagens de alimentos.



Fonte: Adaptado de Rajan e Wani (2025).

Segundo Kerry, O'grady e Hogan (2006), embalagens ativas são aquelas que possuem aditivos incorporados na matriz polimérica, interna ou externamente, com o objetivo de manter ou aumentar o tempo de vida útil do produto e a qualidade de um determinado alimento, a partir da interação do aditivo – como ativos antioxidantes e antimicrobianos – com o produto. As embalagens ativas podem ser classificadas em embalagens com agentes absorvedores ou com agentes liberadores.

As embalagens com agentes absorvedores possuem a capacidade de remover componentes do ambiente interno da embalagem, como oxigênio e dióxido de carbono, e para

isso são incorporados na matriz polimérica compostos como sílica, permanganato de potássio, ou íons de ferro. Por exemplo, no estudo realizado por Çiğil e Birtane (2024), os autores analisaram embalagens feitas a partir de poli(ácido láctico) (PLA), com incorporação de nanotubos de haloisita, que se comportou como agente absorvedor, removendo etileno do ambiente e aumentando assim o tempo de vida útil de bananas. Nas embalagens com agentes liberadores, ocorre a liberação de determinadas substâncias que são responsáveis por inibir alguns processos, como o crescimento de microrganismos nocivos, sendo exemplos desses compostos o etanol, ácido sulfúrico e dióxido de carbono (Wyrwa; Barska, 2017). Por exemplo, Yun e Liu (2024) mostraram que a utilização de pó de casca de tangerina incorporado em filmes de alginato de sódio são agentes liberadores com alto potencial, pois apresentaram um bom desempenho em atividade antioxidante e antimicrobiana, evitando a oxidação do óleo de milho.

De acordo com Rajan e Wani (2025), embalagens inteligentes são aquelas nas quais estão incorporados compostos que integram um sistema de monitoramento do frescor, da qualidade e da segurança dos alimentos em tempo real. Além disso, a utilização de embalagens inteligentes permite um controle eficiente do tempo de prateleira dos alimentos, resultando em uma diminuição da geração de resíduos e em um decréscimo dos casos de doenças causadas por alimentos impróprios para o consumo (Nami *et al.*, 2024).

As embalagens inteligentes podem ser classificadas como portadores de dados, sensores ou indicadores. Os portadores de dados são dispositivos de identificação automática que estão relacionados com rastreabilidade e automação, e servem para um controle mais preciso dos alimentos ao longo da cadeia de suprimentos. Os sensores são compostos por duas partes, o componente de detecção, que está em contato com o meio e tem como função detectar os sinais, sejam eles elétricos, químicos, ópticos ou térmicos, e o componente transdutor, que converte os sinais em informações quantitativas. Os indicadores têm como função detectar a presença ou a ausência de compostos específicos, atividade microbiana ou mesmo mudar de cor quando em contato com o alimento, fornecendo ao consumidor informações sobre suas condições (Yao *et al.*, 2024). Compostos responsivos ao pH são exemplos de substâncias utilizadas em sistemas indicadores, baseando-se no fato de alguns alimentos sofrerem alteração no pH durante o processo de decomposição, resultado do crescimento de microrganismos (Dodero *et al.*, 2021). De modo geral, os compostos utilizados para essas funções podem ser aplicados em diversos tipos de embalagem, sendo mais comuns as embalagens com polímeros *commodities*. Contudo, esses polímeros, quando

descartados incorretamente, acarretam problemas ambientais devido ao acúmulo de resíduos. Portanto, os polímeros biodegradáveis podem ser uma alternativa para aplicação em embalagens inteligentes (Yao *et al.*, 2024). No estudo de Wang *et al.* (2024), a incorporação de antocianina em filmes de carragenana com carboximetilcelulose mostrou uma mudança de cor significativa em diferentes valores de pH, sendo uma propriedade promissora para indicar o frescor dos alimentos em embalagens inteligentes.

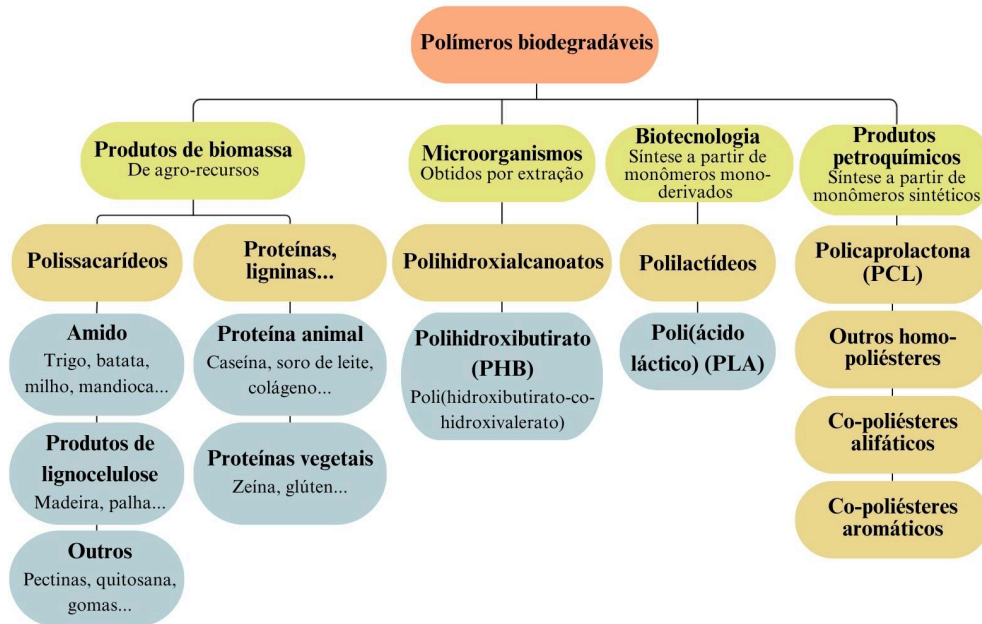
2.2. POLÍMEROS BIODEGRADÁVEIS

Os polímeros convencionais, que são inertes à degradação imediata de microorganismos, e em sua maioria derivados de fontes não renováveis, vêm sendo uma preocupação em questões ambientais devido ao processo de extração, ao descarte incorreto e ao acúmulo de resíduos sólidos. Portanto, estudos vêm sendo feitos na área de polímeros biodegradáveis e de fontes naturais, que se tornam uma alternativa para substituir materiais sintéticos e derivados do petróleo (Sun, 2013).

Os polímeros biodegradáveis podem ser classificados de várias maneiras. Uma delas é através do método de síntese, como mostrado na Figura 2. Esses polímeros podem ser obtidos a partir de recursos renováveis, onde se enquadram os produtos de biomassa (amido, produtos de lignocelulose, entre outros), aqueles obtidos a partir de microorganismos (polihidroxialcanoatos, sigla PHA). Além destes, ainda estão incluídos os polímeros obtidos por biotecnologia, ou seja, sintetizados quimicamente a partir de monômeros de origem natural (PLA, por exemplo). Os polímeros biodegradáveis também podem ser obtidos a partir de recursos fósseis, como é o caso da policaprolactona (PCL) (Avérous; Pollet, 2012).

A biodegradação, no caso dos polímeros biodegradáveis, pode ser definida como a decomposição do material através da ação de enzimas de microorganismos, que conseqüentemente afeta as propriedades físicas, químicas e mecânicas do polímero. Esse processo pode ser influenciado principalmente por fatores relacionados à composição do polímero (como a massa molar e a cristalinidade) e ao meio (como a temperatura, umidade, pH e nível de oxigênio) (Oliveira *et al.*, 2024).

Figura 2 – Classificação de polímeros biodegradáveis.



Fonte: Adaptado de Avérous e Pollet (2012).

A biodegradação é capaz de remover completamente um polímero do meio ambiente, transformando-o em outras substâncias – como água e dióxido de carbono, e consiste em duas etapas principais (Luckachan; Pillai, 2011). A primeira etapa da degradação ocorre quando enzimas extracelulares, fazem com que ocorra quebra de ligações e as cadeias longas sejam fragmentadas em cadeias menores, como em oligômeros e monômeros (Samir *et al.*, 2022; Mukherjee *et al.*, 2023; Oliveira *et al.*, 2024). A segunda etapa é chamada de biomineralização, que ocorre quando os microrganismos absorvem esses compostos com baixa massa molar, utilizam como fonte de energia, e como resultado são geradas substâncias simples, como metano, água, biomassa e dióxido de carbono. Nessa etapa, pode ocorrer tanto a degradação aeróbica, que ocorre na presença de oxigênio, quanto a anaeróbica, que ocorre na ausência de oxigênio (Samir *et al.*, 2022; Oliveira *et al.*, 2024).

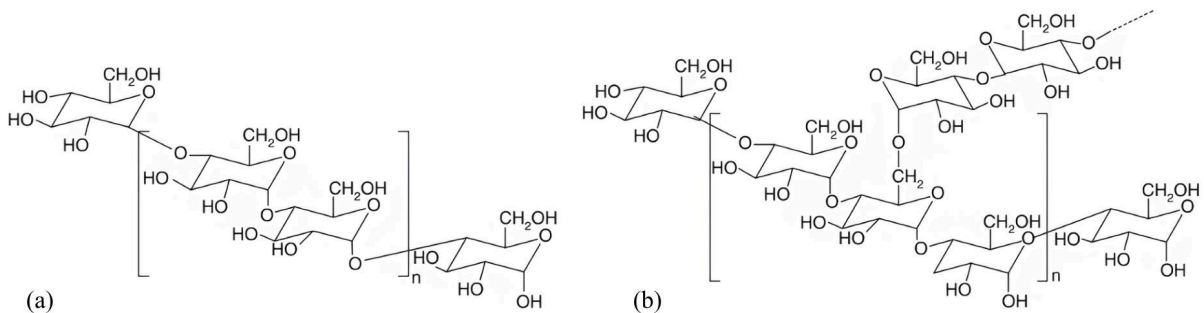
Além da capacidade de degradação, os polímeros biodegradáveis precisam cumprir alguns requisitos para serem aplicados em embalagens de alimentos e se tornarem alternativas viáveis aos polímeros convencionais. Esses polímeros precisam apresentar boas propriedades mecânicas, estabilidade química e propriedade de barreira. No caso de polímeros com componentes incorporados, estes precisam ser seguros para o consumo humano, considerando que as embalagens possuem contato direto com o alimento. O amido termoplástico (TPS) e a

quitosana são exemplos de polímeros biodegradáveis, que possuem propriedades adequadas para aplicação em embalagens, como filmes ou nanopartículas (Westlake *et al.*, 2023).

2.2.1. Amido

O amido é um polissacarídeo totalmente biodegradável que faz parte da classe dos carboidratos, compostos essenciais para todos os organismos vivos, sendo os polímeros mais abundantes encontrados na natureza (Apriyanto; Compart; Fettke, 2022). O amido é sintetizado naturalmente e encontrado em forma de grânulos, pois é utilizado como armazenamento de energia e se forma através da polimerização de moléculas de glicose, em um organelo chamado amiloplasto, presente em células vegetais (BeMiller; Whistler, 2009). Esse material é encontrado em diversas fontes vegetais na natureza, como em grãos e leguminosas, sendo o milho, o trigo, a batata, a mandioca e o arroz as principais fontes utilizadas industrialmente (Bastioli, 2020). A estrutura do amido é formada por dois homopolímeros, a amilose (Figura 3 (a)) e a amilopectina (Figura 3 (b)) (Janssen; Moscicki, 2009).

Figura 3 – Estrutura química da (a) amilose e da (b) amilopectina.



Fonte: Sun (2013).

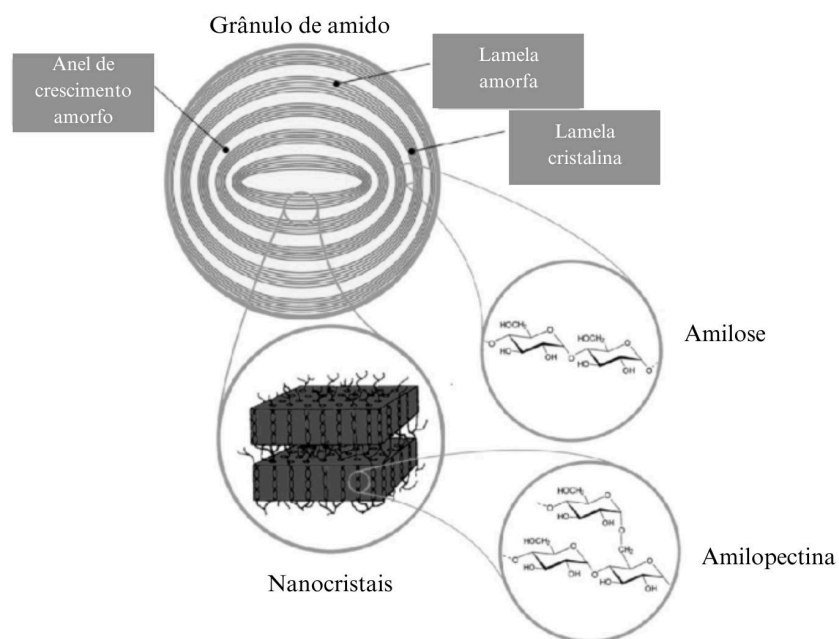
A amilopectina está presente em maior quantidade nos grânulos de amido, além de possuir uma massa molar maior que a amilose, podendo chegar a 70% da composição, mas essa proporção pode variar. A amilose possui uma estrutura linear e constitui a parte amorfa do amido, enquanto a amilopectina é alomórfica, ou seja, sua estrutura possui ramificações que permitem a formação de duplas hélices, que são a base para formar estruturas cristalinas (tipo A, B e C). Essas estruturas se diferenciam por sua estabilidade térmica, sendo o tipo A

mais estável que o tipo B, que possui moléculas de água dentro de sua estrutura, enquanto o tipo C é uma mistura dos outros dois tipos (Apriyanto; Compart; Fettke, 2022).

Devido a essas características, o amido que contém maior quantidade de amilopectina possui um maior grau de cristalinidade, que pode ser entre 15% e 50%, além de uma recristalização mais lenta. Isso ocorre devido à organização das moléculas de amilose e amilopectina nos grânulos, que formam uma estrutura semicristalina concêntrica, ou seja, possui regiões amorfas e cristalinas organizadas alternadamente (Figura 4).

O amido é muito hidrofílico, ou seja, tem alta capacidade de absorver água e umidade do ambiente, além de ser quimicamente neutro (Janssen; Moscicki, 2009; Sun, 2013; LeCorre; Bras; Dufresne, 2011). O amido em sua forma natural não possui propriedades de um termoplástico, como a capacidade de ser processado por fusão. Portanto, para sua utilização em aplicações que exigem propriedades mais específicas, como em embalagens de alimento, este polímero precisa ser aditivado com um plastificante, em temperaturas elevadas, para melhorar suas propriedades, obtendo assim o TPS (Henning *et al.*, 2022). Ainda, para ser utilizado em aplicações como nanocápsulas, o amido pode ser hidrolisado, gerando uma modificação em sua estrutura granular e melhorando suas propriedades, como a compatibilidade com outros polímeros (Wang; Copeland, 2015).

Figura 4 – Organização das moléculas no grânulo de amido.



Fonte: Adaptado de LeCorre, Bras e Dufresne (2011).

2.2.1.1. Amido termoplástico

Para melhorar suas propriedades mecânicas, diminuindo sua rigidez, o amido pode ser transformado em TPS através da adição de um agente plastificante como o glicerol. O plastificante age penetrando entre as moléculas, após a desestruturação dos grânulos de amido, alterando as interações polímero-polímero para polímero-plastificante, promovendo uma maior mobilidade das cadeias e resultando em um material com maior flexibilidade. O TPS pode ser obtido de duas principais maneiras: a partir da mistura no estado fundido, que ocorre em temperaturas entre 90 °C e 150 °C, sob cisalhamento, ou em solução, método também chamado de *solution casting*. Nesse método, a solução aquosa contendo amido e o plastificante é gelatinizada, podendo posteriormente ser moldada na forma de filme por deposição em um molde (Nafchi *et al.*, 2013; Jumaidin; Zainel; Sapuan, 2020). Assim, o amido é um dos únicos polímeros de origem natural que passa pelo processo de gelatinização, que consiste na quebra das ligações de hidrogênio entre as moléculas, e ocorre quando o amido é submetido ao aquecimento formando um material gelatinoso com estrutura predominantemente amorfa (Nafchi *et al.*, 2013; Bangar *et al.*, 2021).

A temperatura de transição vítrea (T_g) e a temperatura de fusão cristalina (T_m) do TPS podem variar de acordo com a proporção de amilose e amilopectina, com a quantidade ou o tipo de plastificante adicionado. No estudo de Róz *et al.* (2011), o TPS (obtido por mistura no estado fundido, com 30% m/m de glicerol) apresentou uma T_g de 92 °C, determinada através de análise dinâmico-mecânica (DMA), em uma amostra com 28% de amilose. Também podem ser encontradas na literatura faixas de temperatura de -75 °C a 10 °C (Bangar *et al.*, 2021).

O TPS pode ser uma alternativa para substituir os polímeros convencionais em muitas aplicações, como em embalagens, apesar de ter algumas limitações, como propriedades mecânicas inferiores e baixa estabilidade dimensional, comparado aos polímeros à base de petróleo (Jumaidin; Zainel; Sapuan, 2020). A hidroflicidade do TPS também é um fator importante a ser considerado, pois é considerado dependente do tempo, e pode ter variação de acordo com o tipo de plastificante utilizado e o percentual de umidade ao qual é submetido (Sun, 2013). Apesar das limitações, o TPS é um material biodegradável promissor para aplicações em embalagens, como mostrado no estudo de Tedeschi *et al.* (2021), que desenvolveu filmes de TPS contendo polialilamina e microalga *Tetradismus obliquus* como

agente antioxidante, que resultou em embalagens ativas, estáveis e com boas propriedades mecânicas.

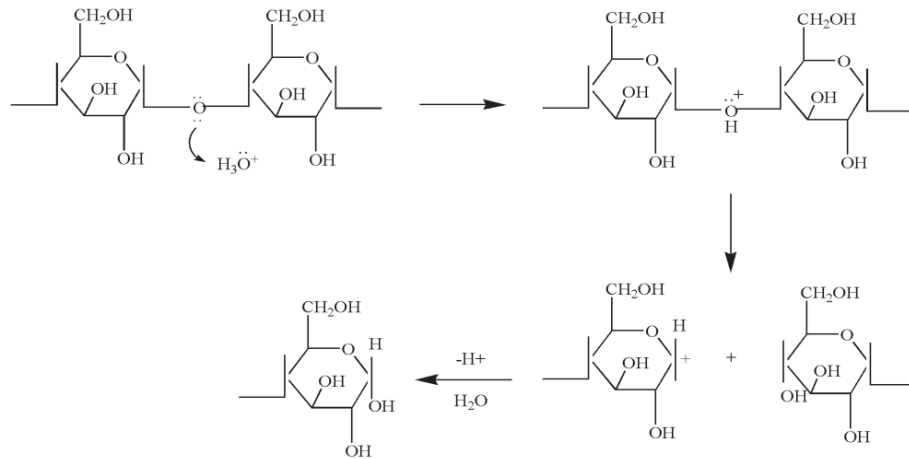
2.2.1.2. Amido hidrolisado

Além da mudança na estrutura intermolecular, causada pelo plastificante, o amido possui a versatilidade de ser utilizado de outras maneiras, com a possibilidade de modificar também as suas ligações intramoleculares. Existem diversas modificações que podem ser feitas para melhorar as propriedades do amido, como a modificação física (pré-gelatinização, sonicação, etc.), modificação enzimática e modificação química, que inclui processos como a oxidação e a hidrólise ácida (Wang; Copeland, 2015).

A hidrólise ácida do amido é feita a partir do tratamento dos grânulos de amido dispersos em uma solução, alcoólica ou aquosa, contendo um ácido, como ácido clorídrico (HCl) ou sulfúrico (H₂SO₄), sob temperatura elevada e tempo controlados. Geralmente, após essa acidificação, a dispersão é neutralizada com uma substância alcalina, seguido de lavagem e secagem (Wang; Copeland, 2015). O mecanismo da hidrólise, mostrado na Figura 5, inicia com a protonação do oxigênio, a partir do íon hidroxônio (H₃O⁺) formado pela mistura de água e ácido. Dessa forma, a ligação glicosídica enfraquece, e então ocorre a quebra de uma ligação carbono-hidrogênio, gerando um carbocátion instável (ácido de Lewis), que reage com a água (base de Lewis), resultando em um grupo hidroxila (-OH). Portanto, a ligação glicosídica é rompida e são formadas unidades de menor massa molar, chamados de monossacarídeos (Hoover, 2000).

Segundo Lestari *et al.* (2020) e Lokuwan (2007), o amido hidrolisado pode ser utilizado como agente de encapsulamento de compostos como o óleo de laranja e o β-caroteno, pois possui a capacidade de aumentar a estabilidade e aumentar seu tempo de armazenamento, evitando sua degradação por oxidação. Ainda, segundo Lestari, *et al.* (2020), para melhorar a capacidade de encapsulamento do amido, este pode ser combinado com outros polímeros compatíveis, como, por exemplo, a quitosana, que também é um polímero biodegradável, proveniente de fontes naturais e igualmente adequado para a aplicação abordada neste trabalho.

Figura 5 – Mecanismo de hidrólise do amido.

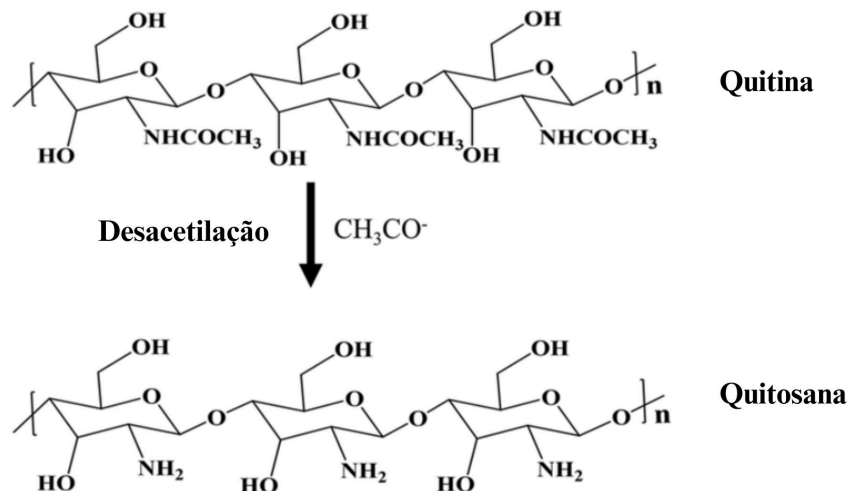


Fonte: Borba *et al.* (2021).

2.2.2. Quitosana

A quitosana é um polissacarídeo linear biodegradável e biocompatível, derivado da quitina, um polímero que pode ser encontrado em espécies eucarióticas como crustáceos, insetos e fungos (Kou; Peters; Mucalo, 2021; Lestari *et al.*, 2018). A obtenção da quitosana é feita a partir de algumas etapas, como a desmineralização, desproteínização e desacetilação parcial (Figura 6) da quitina realizada pela hidrólise dos grupos acetamida (C_2H_5NO), através de tratamento com um álcali forte (Thambiliyagodage *et al.*, 2023).

Figura 6 – Processo de obtenção de quitosana a partir da quitina.



Fonte: Adaptado de Liu *et al.* (2021).

Um parâmetro importante da quitosana é o grau de desacetilação, que é definida como a fração molar de unidades monoméricas que possuem grupos amino (NH_2) livres, enquanto o grau de acetilação, que é um valor proporcional, se refere à fração molar de unidades monoméricas que ainda possuem o grupo acetil (COCH_3), chamadas de unidades N-acetiladas. Algumas propriedades da quitosana estão diretamente relacionadas a esses parâmetros, como a solubilidade em água e os efeitos biológicos (atividade antimicrobiana, por exemplo), que são potencializados com o aumento do grau de desacetilação (Kou; Peters; Mucalo, 2022).

Além disso, outro parâmetro importante é a massa molar da quitosana, que implica na sua divisão em três tipos principais: baixa massa molar, alta massa molar e oligoquitosanas (Maliki *et al.*, 2022). De modo análogo ao grau de desacetilação, a quitosana com menor massa molar geralmente apresenta efeitos biológicos e solubilidade em água superiores à quitosana com maior massa molar (Kou; Peters; Mucalo, 2021).

A utilização da quitosana em diversas aplicações vem crescendo, principalmente devido a algumas de suas propriedades. Como citado anteriormente, a quitosana é biocompatível e possui propriedade antimicrobiana, além de atividade antioxidante e capacidade de degradar no corpo humano. Ainda, por conta de sua compatibilidade com amido e sua capacidade de ser reticulada com tripolifosfato de sódio (TPP), esse polímero pode ser utilizado em processo para nano ou microencapsulamento (Lestari *et al.*, 2020).

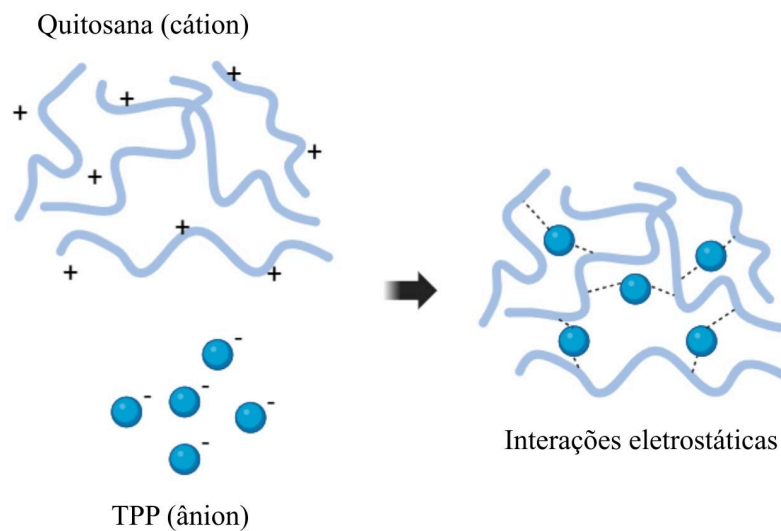
2.3. NANOPARTÍCULAS POLIMÉRICAS

De acordo com Mora-Huertas, Fessi e Elaissari (2010), nanopartículas poliméricas podem ser definidas como partículas coloidais sólidas que podem ter a forma de nanocápsulas ou nanoesferas. Contudo, para que estas se enquadrem na escala nano, precisam apresentar tamanhos de até 1000 nm, que pode ser definido na literatura também em faixas mais específicas, como entre 1 e 100 nm (Kumari *et al.*, 2023). As nanocápsulas podem ser definidas como sistemas nanovesiculares, ou seja, nanoestruturas do tipo núcleo-casca, que acondicionam uma substância (líquida ou sólida) confinada em seu núcleo, sendo rodeado por um revestimento composto por um polímero. Já as nanoesferas são sistemas onde o composto se encontra uniformemente disperso na matriz. O objetivo do nanoencapsulamento é proteger o composto encapsulado de agentes externos – luz e calor, por exemplo – em sua aplicação

e/ou para promover uma liberação controlada (Ezhilarasi *et al.*, 2012). Além disso, o nanoencapsulamento pode permitir uma melhor compatibilização do composto com a matriz, como mostrado no estudo de Assis *et al.* (2018), onde os autores desenvolveram filmes com nanocápsulas de β -caroteno e avaliaram a interação com a matriz polimérica, obtendo resultados promissores acerca do nanoencapsulamento.

A gelificação iônica é comumente utilizada na produção de nanopartículas de quitosana reticulada com TPP. Nesse método, uma solução aniônica de TPP é adicionada em uma solução aquosa de quitosana protonada (em meio ácido) (Figura 7). Essa combinação resulta em interações eletrostáticas entre o grupo amina protonado ($-\text{NH}_3^+$) da quitosana, carregado positivamente, e o grupo fosfato (PO_4^{3-}) do TPP, carregado negativamente, gerando uma agregação que é composta por três fases: solução, agregação e suspensão opalescente (Soleymanfallah *et al.*, 2022; Hoang *et al.*, 2022).

Figura 7 – Método de gelificação iônica.



Fonte: Adaptado de Liu *et al.* (2021).

As nanocápsulas podem ser aplicadas em diversos segmentos, como no ramo farmacêutico, em agroquímicos, e em embalagens de alimentos. No estudo realizado por Oh *et al.* (2023), o resultado do encapsulamento de um antioxidante (palmitato de retinila) em uma matriz de quitosana se mostrou promissor para aplicações biomédicas e cosméticas. Considerando a utilização de técnicas de nanoencapsulamento para promover estabilidade e evitar degradação de compostos sensíveis a certas condições ambientais (luz, calor, pH e

oxidação), compostos como os carotenóides podem ser nanoencapsulados para utilização em muitas aplicações (Guía-García *et al.*, 2022).

2.4. CAROTENÓIDES

Os carotenóides são uma classe de pigmentos que podem ser encontrados em uma variedade de organismos vivos, como em alguns animais, frutas, vegetais, folhas verdes, entre outros, e são responsáveis pelas cores amarelo, laranja e vermelho desses organismos (González-Peña *et al.*, 2023). Apesar disso, em alguns desses organismos, os carotenóides são encontrados por terem sido previamente consumidos, e não sintetizados, pois sua síntese só ocorre em bactérias, algas, fungos e plantas (organismos fototrópicos ou não fototrópicos) (Ashokkumar *et al.*, 2023).

Os carotenóides são um grupo de metabólitos isoprenoides, ou seja, possuem uma estrutura composta por oito unidades repetitivas de isopreno (C_5H_8), contendo estruturas cíclicas ou lineares nas extremidades das cadeias, que por sua vez podem se apresentar em isômeros *cis* ou *trans* (González-Peña *et al.*, 2023; Sun *et al.*, 2022). Esses compostos são divididos em dois grupos: carotenóides hidrocarbonetos (carotenos e licopenos) e carotenóides oxigenados (xantofilas), que são diferenciados pela presença ou ausência de grupos oxigenados, além de carbono e hidrogênio (Terao, 2023).

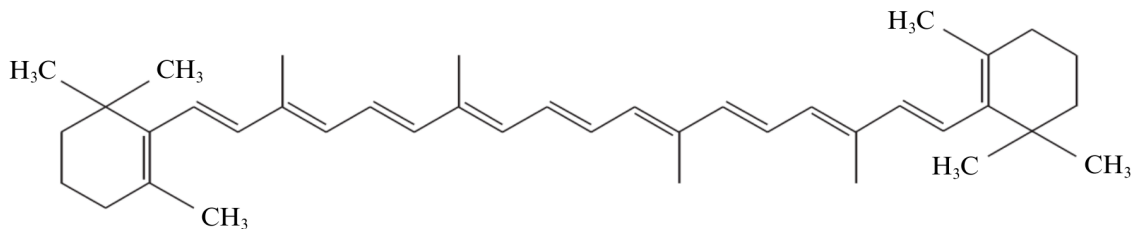
De modo geral, outros motivos pelos quais os carotenóides se diferenciam entre si é em razão da diferença de tamanhos de cadeia e a diferença entre os grupos presentes nas extremidades das cadeias. Além disso, as duplas ligações conjugadas envolvidas são responsáveis por absorver luz em uma faixa de 400 nm a 550 nm, o que confere aos carotenóides as cores características. Ainda, essa característica permite que os carotenóides tenham a capacidade de neutralizar radicais livres, conferindo propriedade antioxidante (Ashokkumar *et al.*, 2023; Crupi *et al.*, 2023).

Portanto, as duplas ligações conjugadas também conferem aos carotenóides a capacidade de mudança de cor, pois a mudança do pH do meio pode causar protonação/desprotonação em sua estrutura, interferindo na estabilidade e a absorção de luz (Mussagy *et al.*, 2024). Em síntese, os carotenóides são uma classe de compostos de grande destaque científico e comercial, sendo o β -caroteno, que se encontra no grupo dos carotenóides hidrocarbonetos, um dos mais utilizados.

2.4.1. β -Caroteno

O β -caroteno ($C_{40}H_{56}$) é um carotenóide hidrocarboneto, altamente lipofílico, que possui uma massa molar de 536 g/mol (Gul *et al.*, 2015). As principais fontes desse carotenóide são as plantas, especialmente a cenoura, e pode ser extraído através de métodos físico-químicos (transesterificação, choque osmótico, utilizando solventes orgânicos apolares, entre outros). Sua estrutura, mostrada na Figura 8, é composta por uma cadeia longa que possui 11 ligações duplas conjugadas e contém em suas extremidades anéis β -ionona (Singh; Sambyal, 2022).

Figura 8 – Estrutura química do β -caroteno.



Fonte: Adaptado de Uenojo *et al.* (2007).

O β -caroteno possui diversos benefícios para a saúde humana, como sua característica de precursor de vitamina A em razão dos grupos laterais cíclicos que quando se decompõem no organismo, resultando em moléculas de retinol. Ainda, assim como os outros carotenóides, possui a propriedade antioxidante, podendo neutralizar até 1000 radicais livres por molécula. Além disso, auxilia em outros fatores no organismo humano, como no combate a doenças oftalmológicas, metabólicas e cardiovasculares (Tufail *et al.*, 2024; Gul *et al.*, 2015). Em razão de sua versatilidade e benefícios à saúde humana, o β -caroteno possui muitas aplicações no setor alimentício (principalmente atuando como corante), farmacêutico, cosméticos e na indústria têxtil (Singh; Sambyal, 2022).

Este composto também vem sendo estudado para aplicações em embalagens de alimento, especialmente em embalagens inteligentes e ativas (Vasuki, Kadirvel, Narayana, 2023; Mussagy *et al.*, 2024). Além das propriedades biológicas e a atividade antioxidante, o β -caroteno possui capacidade de alteração na cor com a mudança do pH, intrínseca dos carotenóides, que ocorre principalmente em meio ácido, mas que também pode ocorrer em meio básico. Nessas condições, a formação de carbocátions é induzida, e devido à presença

das duplas ligações conjugadas, pode ocorrer isomerização cis-trans, alterando a absorção de luz e modificando a cor no espectro visível. Mecanismo semelhante pode ocorrer também em meios alcalinos, porém, em alguns casos, pode ocorrer degradação, o que também resulta na mudança de cor (Mussagy *et al.*, 2024).

Apesar de muitas propriedades favoráveis, o β -caroteno também possui algumas características que dificultam sua utilização. Esse composto é insolúvel em água e altamente instável, sendo suscetível à degradação quando exposto à luz, altas temperaturas ou oxigênio, o que pode resultar na perda de propriedades. Portanto, a técnica de encapsulamento, proposta neste trabalho, é uma alternativa para aumentar a estabilidade desse composto, e ainda aumentar sua compatibilidade com água através da utilização do amido termoplástico, que é altamente hidrofílico (Gul *et al.*, 2015).

As discussões apresentadas demonstram que há avanços significativos na utilização de polímeros biodegradáveis, porém, ainda é necessário que sejam desenvolvidos materiais funcionais que relacionem a sustentabilidade com a tecnologia. Portanto, o presente trabalho busca desenvolver e caracterizar nanopartículas de quitosana/amido/ β -caroteno e incorporá-las em filmes de amido termoplástico, produzidos através do método *solution casting* para aplicação em embalagens inteligentes.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. MATERIAIS

O amido solúvel foi fornecido pela Dinâmica Química Contemporânea Ltda., com pH entre 5,0 e 7,0 (sol. 2% m/v a 25 °C), 23,5% ± 0,2 % de amilose (determinado segundo a ISO 6647-1:2020) e densidade de 1,53 g/mL (estimado por picnômetro a gás (Anton Paar/ Ultracyc 500)). A quitosana de média massa molar, com grau de desacetilação de 76%, densidade de 1,42 g/mL (mensurado com picnômetro a gás (Anton Paar/ Ultracyc 500)), e o β -caroteno sintético, com 93% de pureza e densidade de 1,00 g/mL, foram adquiridos pela Sigma-Aldrich Brasil Ltda.. O tripolifosfato de sódio (TPP) foi obtido da Dinâmica Química Contemporânea Ltda., com 98% de pureza e uma massa molar de 367,76 g/mol. O ácido acético glacial PA foi fornecido da Êxodo Científica. A glicerina P.A. foi obtida pela Neon Comercial Reagentes Analíticos Ltda., com uma densidade de 1,26 g/cm³ e uma massa molar de 92,09 g/mol.

3.2. OBTENÇÃO DE AMIDO HIDROLISADO

O amido hidrolisado foi obtido conforme descrito por Lestari *et al.* (2020). Foram adicionados 18 g de amido em 90 mL de solução de HCl (0,15 mol/L), e mantidos em um agitador magnético por 8 h a 50 °C. Após a agitação, a dispersão passou por 3 ciclos de lavagem, onde em cada ciclo, 100 mL de água destilada foram adicionados, seguida da agitação magnética por 10 min, e deixado por 30 min sem agitação até o amido decantar. Por fim, o sobrenadante foi retirado. Após a lavagem, o amido foi colocado em placas de Petri e seco em estufa com circulação de ar (NOVA - NI 1511D) a 50 °C por 24 h.

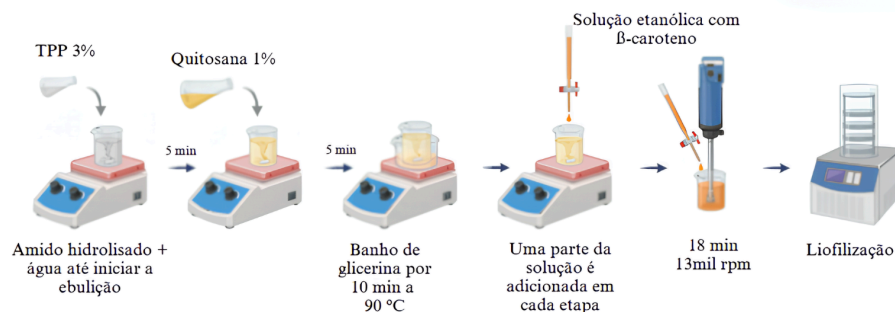
3.3. PRODUÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS

As nanopartículas foram produzidas a partir da metodologia de nanodispersão e gelificação iônica, variando-se a concentração do agente reticulante – TPP e a ordem na qual este foi adicionado. As variações utilizadas foram denominadas como Método A (MA) e Método B (MB), descritas a seguir.

3.3.1. Método A

A produção das nanopartículas MA (Figura 9) foi realizada conforme descrito por Lestari *et al.* (2020), com algumas modificações. Uma solução de 78,8 mL de água destilada com 0,788 g de amido hidrolisado foi colocada sob agitação magnética e aquecimento até gelatinizar e iniciar a ebulição, que ocorre em aproximadamente 90 °C. Após a gelatinização do amido, foram adicionados 26 mL de solução de TPP (3% m/v), mantidos sob agitação magnética por 5 min. Em seguida, foram adicionados 180 mL de solução de quitosana (1% m/v) em ácido acético (1% v/v) previamente filtrada, permanecendo sob agitação por 5 min. Posteriormente, o recipiente contendo a amostra foi colocado em banho de glicerina a 90 °C sob agitação magnética por 10 min, e então transferido para um banho de água à temperatura ambiente, ainda sob agitação, para iniciar o resfriamento. Após, 156 mL de uma solução etanólica de β -caroteno (0,009% m/v) foram adicionados gota a gota. Já em temperatura ambiente, a amostra foi homogeneizada em um equipamento Ultra-Turrax® (IKA/T 18 digital), com rotação de 13000 rpm por 18 min, a fim de desaglomerar e obter cápsulas menores. Ao mesmo tempo, 100 mL da solução etanólica foram adicionados gota a gota, totalizando 256 mL de solução etanólica de β -caroteno. Em seguida, a amostra foi centrifugada a 3000 rpm por 10 min e o sobrenadante foi removido. A amostra foi lavada com água destilada e centrifugada novamente sob os mesmos parâmetros. Após retirado o segundo sobrenadante, as nanopartículas foram liofilizadas em um equipamento Lyotech - Série LS.

Figura 9 – Esquema ilustrativo da produção das nanopartículas pelo Método A.



Fonte: Elaborado pela autora através da plataforma BioRender (2025).

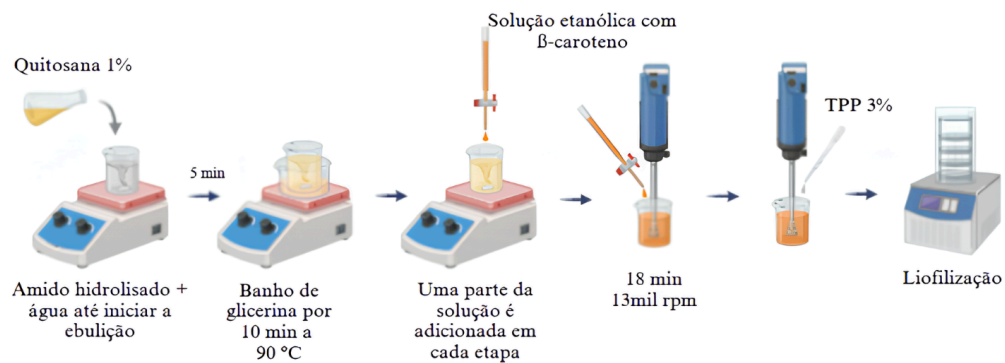
Além das nanopartículas com β -caroteno, foram produzidas nanopartículas sem o composto (MA pura), para fins de comparação durante a caracterização. Essas nanopartículas

foram produzidas com o mesmo procedimento do método A descrito anteriormente, apenas utilizando etanol 99% sem adição de β -caroteno.

3.3.2. Método B

A produção das nanopartículas MB (Figura 10) é semelhante à metodologia das nanopartículas MA, apenas com a alteração na ordem de adição do TPP. Nessa metodologia, o TPP 3% (m/v) é adicionado gota a gota na etapa de dispersão no Ultra-Turrax®, após a adição da segunda parte da solução etanólica, seguindo os mesmos parâmetros descritos anteriormente.

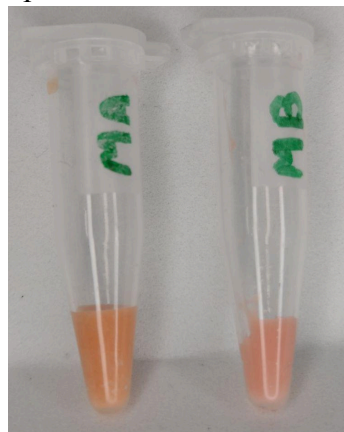
Figura 10 – Esquema ilustrativo da produção das nanopartículas pelo Método B.



Fonte: Elaborado pela autora através da plataforma BioRender (2025).

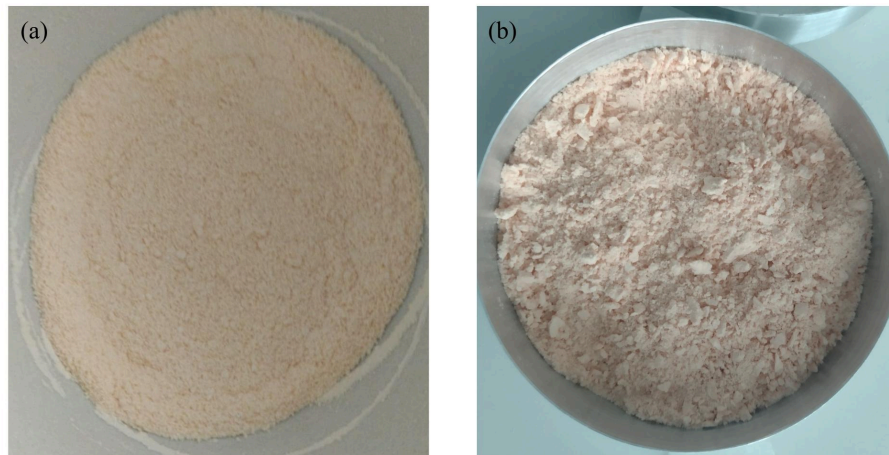
A imagem das nanopartículas MA e MB antes da liofilização estão mostradas na Figura 11, e depois da liofilização na Figura 12 (a e b)

Figura 11 – Nanopartículas MA e MB antes da liofilização.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Figura 12 – Nanopartículas (a) MA e (b) MB depois da liofilização.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

3.3.3. Métodos A e B com variação no teor de TPP

Adicionalmente, foram produzidas nanopartículas com alteração na concentração de TPP, para que fosse avaliada a influência deste composto na eficiência de incorporação do β -caroteno nas nanopartículas. Foram produzidas nanopartículas diminuindo a concentração de TPP para 2,25% (m/v) utilizando os métodos A e B, sendo as nanopartículas produzidas denominadas como MA_2,25 e MB_2,25.

3.4. PRODUÇÃO DOS FILMES DE AMIDO TERMOPLÁSTICO

Foram produzidos filmes de TPS através de mistura em solução contendo nanopartículas em duas diferentes proporções de MA e MB, sendo 10% e 20% (m/m). Contudo, com o objetivo de otimizar os resultados da influência das nanopartículas nos filmes, foram utilizados para as análises apenas os filmes com 20% (m/m) de nanopartículas (Eslami; Grady; Mekonnen, 2022). Primeiramente, 8,8 g de amido foram misturados com 3 mL de glicerol (30% m/m), que age como plastificante para a formação de amido termoplástico (TPS) em 90 mL de água destilada. A mistura foi aquecida em banho de glicerina a 85 °C e mantida sob agitação mecânica até ocorrer a gelatinização (aproximadamente 40 min). Após essa etapa, o recipiente foi colocado em banho de água fria e mantido sob agitação mecânica até resfriar. Uma solução contendo 10% ou 20% m/m de

nanopartículas (em relação ao amido) em 10 mL de água destilada previamente homogeneizada em banho de ultrassom por 10 min (Elmasonic/Elma S40H) foi adicionada à mistura, que permaneceu sob agitação mecânica até completa homogeneização. No caso do filme de TPS puro, apenas a água foi adicionada, na ausência de nanopartículas. Após finalizar o processo de mistura, as amostras foram pesadas (25 g para os filmes espessos e 12,5 g para os filmes finos) e colocadas em moldes de silicone (diâmetro de 7 cm) e secas em estufa com circulação de ar a 40 °C por 4 h e a 50 °C por 44 h. Para a realização das análises, foram produzidos 6 filmes, sendo 2 filmes espessos (com espessura média de $1,1 \pm 0,1$ mm) após secos e 4 filmes mais finos (com espessura média de $0,5 \pm 0,1$ mm) após secos.

3.5. CARACTERIZAÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS E DOS FILMES

3.5.1. Morfologia

A morfologia das nanopartículas obtidas foi analisada por microscopia eletrônica de transmissão (MET) em um equipamento JEOL JEM-101, disponível no Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME) – UFSC Florianópolis, com uma tensão de aceleração de 80 kV. A amostra foi preparada com a dispersão das nanopartículas em etanol, através de banho de ultrassom por 15 min, seguida da deposição em *grid* de cobre de 300 mesh revestido com filme de carbono.

A morfologia e a dispersão das nanopartículas nos filmes foram analisadas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um equipamento JEOL NeoScope JCM-7000, operando a 5kV – com detector de elétrons secundários (SE), disponível no Laboratório Multiusuário de Caracterização Avançada (LCMA) – UFSC Blumenau. As amostras foram previamente fraturadas em nitrogênio líquido e as superfícies transversais foram fixadas em um porta-amostra com fita de carbono e metalizadas com ouro.

3.5.2. Eficiência de incorporação

A eficiência de incorporação (EI) foi determinada segundo o método de Lestari *et al.* (2020), com algumas modificações. Para realizar a análise, uma solução contendo 5 mg de nanopartículas e 1 mL de solução de HCl 2 mol/L foi aquecida em banho de glicerina a 75 °C por 3 min. Em seguida, a solução foi resfriada até temperatura ambiente. Então, foram

adicionados 2 mL de etanol e 3 mL de hexano na solução. A mistura foi agitada em um vórtex (Warmnest VX-28-BI) por 3 vezes seguidas para completar a extração. Posteriormente, a mistura foi centrifugada a 3000 rpm por 10 min e o sobrenadante (fase hexano mais β -caroteno) foi coletado e a absorvância da solução foi medida em um espectrofotômetro de UV-Vis 1800 (Shimadzu) a 450 nm, disponível na UFSC Blumenau. Todas as análises foram feitas em triplicata. A concentração do β -caroteno foi determinada a partir da curva de calibração padrão correspondente. A eficiência de incorporação foi determinada a partir da Equação 1, onde m_E corresponde à massa de composto encapsulado (mg), e m_T corresponde à massa teórica de composto (mg).

$$EI (\%) = \frac{m_E}{m_T} * 100 \quad (1)$$

3.5.3. Caracterização química

A caracterização química das amostras produzidas foi realizada através de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier por reflectância total atenuada (FTIR-ATR), em um espectrômetro PerkinElmer Frontier disponível na UFSC Blumenau. A análise foi realizada utilizando como parâmetros a faixa de número de onda de 4000 a 450 cm^{-1} , com uma resolução de 4 cm^{-1} e com 16 varreduras.

3.5.4. Caracterização térmica

A caracterização térmica das nanopartículas e dos filmes foi realizada através da análise termogravimétrica (TGA). A análise foi realizada utilizando um equipamento PerkinElmer TGA 8000, disponível na UFSC Blumenau, sob atmosfera de argônio com vazão de 20 mL/min, a uma taxa de aquecimento de 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e uma faixa de temperatura de 30 $^{\circ}\text{C}$ a 700 $^{\circ}\text{C}$.

3.5.5. Resposta ao pH

O β -caroteno puro e os filmes contendo nanopartículas foram avaliados quanto à mudança de cor em meios com diferentes valores de pH, conforme realizado por Rammak *et*

al. (2024), com algumas adaptações. Para o β -caroteno puro, foi utilizada uma solução etanólica com 10,5 mg de β -caroteno em um balão de 100 mL (0,01 % m/v), e para o ajuste de pH foram feitas soluções de HCl (0,1 mol/L) e NaOH (0,1 mol/L). A partir disso, foram obtidas soluções com pH 3, 5, 7, 10 e 13. A análise qualitativa da resposta dos filmes ao pH foi realizada conforme Cho *et al.* (2021), com algumas adaptações. As amostras com dimensões de 1 cm x 1 cm foram imersas em soluções de HCl (0,1 mol/L) e NaOH (0,1 mol/L) para pH 3 e 7 e em água destilada para pH 7, e então foram registradas imagens fotográficas após 24 h e 72 h.

3.5.6. Absorção de umidade

A análise de absorção de umidade dos filmes foi realizada segundo Magalhães e Andrade (2013), com algumas modificações. As amostras com dimensões 1 cm x 1 cm foram colocadas em placas de Petri e mantidas em um dessecador contendo um recipiente com solução salina de NaBr em água (0,36 g/mL), gerando um ambiente com umidade relativa de 55%, mantido a uma temperatura de 22 °C. As amostras foram pesadas periodicamente por 7 dias em balança analítica com precisão de 0,0001 g. A partir disso, foi determinado o percentual de absorção de umidade através da Equação 2, sendo M_f a massa (g) medida em cada tempo, e M_0 a massa inicial (g) da amostra.

$$Abs. Umidade (\%) = \frac{M_f - M_0}{M_0} \times 100 \quad (2)$$

3.5.7. Absorção de água em imersão

A absorção de água dos filmes em imersão foi realizada a partir da adaptação da norma ASTM D570 - 22. As amostras com dimensões de 1 cm x 1 cm foram imersas em 30 mL de água destilada, retiradas e pesadas periodicamente por 13 dias. Para a realização de cada pesagem as amostras foram retiradas da imersão, superficialmente secas e pesadas em balança analítica com precisão de 0,0001 g. A absorção de água (Abs. água) das amostras foi calculada a partir da Equação 3, onde M_i é a massa inicial (g), M_f é a massa medida após cada

retirada (g), e M_0 a massa do filme totalmente seco (até massa constante) ao final da análise (g).

$$Abs. \text{ \u00e1gua (\%)} = \frac{M_f - M_0}{M_i} \times 100 \quad (3)$$

3.5.8. Permeabilidade ao vapor de \u00e1gua

A an\u00e1lise de permeabilidade ao vapor de \u00e1gua foi realizada segundo a norma ASTM E96/E96M - 24, utilizando o m\u00e9todo dessecante. Foram utilizados frascos com abertura de 4,10 cm de di\u00e2metro, onde a amostra \u00e9 posicionada. Em cada frasco, foi colocada uma quantidade de CaCl_2 (dessecante) tal qual fique a uma dist\u00e2ncia de 6 mm da amostra. As amostras foram mantidas em um dessecador contendo uma solu\u00e7\u00e3o saturada de NaCl, de modo a manter a umidade relativa em 72% a uma temperatura de 22 \u00b0C. As amostras foram pesadas periodicamente por 7 dias em balan\u00e7a anal\u00edtica com precis\u00e3o de 0,0001 g.

A partir da pesagem das amostras, foi calculada a taxa de transmiss\u00e3o de vapor de \u00e1gua (WVTR) (Equa\u00e7\u00e3o 4), onde G/t \u00e9 o coeficiente angular da reta no gr\u00e1fico de ganho de massa em fun\u00e7\u00e3o do tempo (g/h m^2) e A \u00e9 a \u00e1rea em que ocorre a permea\u00e7\u00e3o (m^2). A partir deste resultado, foi calculada a permeabilidade ao vapor de \u00e1gua atrav\u00e9s da Equa\u00e7\u00e3o 5, onde S \u00e9 a press\u00e3o de vapor de satura\u00e7\u00e3o da \u00e1gua na temperatura teste (Pa), R_1 \u00e9 a umidade relativa no dessecador (72%) e R_2 \u00e9 a umidade relativa do dessecante (0%).

$$WVTR = \frac{G}{t \times A} \quad (4)$$

$$Permeabilidade = \frac{WVTR}{S \times (R_1 - R_2)} \times espessura \quad (5)$$

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. CARACTERIZAÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS

4.1.1. Eficiência de incorporação

A eficiência de incorporação das amostras foi calculada, e o resultado é mostrado na Tabela 1. Essa análise foi realizada nas nanopartículas preparadas com duas variações de concentração de TPP, a fim de entender a influência do TPP na incorporação do β -caroteno.

Tabela 1 – Eficiência de incorporação.

Amostra	EI (%)
MA (TPP 3%)	81,5 \pm 4,1
MB (TPP 3%)	66,3 \pm 8,1
MA_2,25 (TPP 2,25%)	14,8 \pm 2,1
MB_2,25 (TPP 2,25%)	18,6 \pm 0,8

Fonte: Elaborado pela autora (2025).

As amostras MA e MB, contendo TPP com concentração de 3%, mostraram valores de eficiência mais altos (81,5 \pm 4,1% e 66,3 \pm 8,1%, respectivamente), sendo MA a amostra que apresentou um valor superior. Esses valores são consideravelmente altos se comparados ao resultado obtido por Lestari *et al.* (2020) (34,64%), cujo estudo foi utilizado como base para a produção das nanopartículas. De acordo com Lokuwan (2007), a modificação ácida prévia do amido permite que a amilose solúvel livre forme uma rede contínua de ligações de hidrogênio, resultando em uma estrutura de gel que aprisiona o β -caroteno nessa estrutura, promovendo assim altos valores de incorporação.

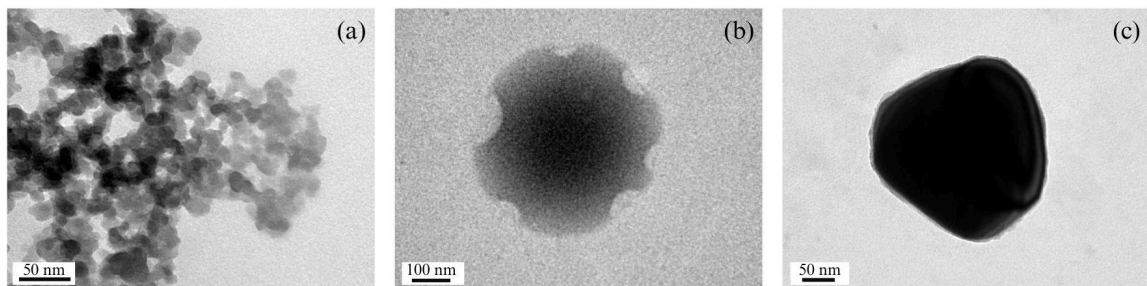
Contudo, as nanocápsulas não são produzidas apenas com amido hidrolisado, sendo a quitosana o polímero em maior quantidade, o que implica na sua maior influência. Considerando o método utilizado, o TPP como agente reticulante em menor concentração influenciou na diminuição da EI, pois conforme descrito por Anand *et al.* (2018), a interação iônica entre o TPP e o grupo amina ($-\text{NH}_3^+$) resultam em uma estrutura cristalina, que leva à formação das nanopartículas. Portanto, por mais que as amostras MA_2,25 e MB_2,25

tenham apresentado certo percentual de eficiência, a diminuição do TPP resultou em uma perda significativa. Sendo assim, é possível concluir que, nesse caso, a influência do amido hidrolisado na estrutura da nanopartícula, descrito por Lokuwan (2007) não foi suficiente para manter uma boa eficiência de incorporação. Portanto, a partir dos resultados obtidos com as duas concentrações de TPP, foi escolhido o percentual de 3% (MA e MB) para seguir com as demais análises deste trabalho.

4.1.2. Morfologia

A análise de MET revelou nanopartículas com diferentes morfologias e tamanhos. A Figura 13 (a) mostra um grande agregado formado por muitas nanopartículas puras, onde cada uma individualmente apresenta morfologia poliédrica e em escala nanométrica, com tamanho de partícula médio de $15 \text{ nm} \pm 4 \text{ nm}$, semelhante à morfologia registrada por Iswanti *et al.* (2019), que produziu nanopartículas baseadas em quitosana. A amostra MA (Figura 13 (b)) exibiu uma nanopartícula com morfologia esférica com β -caroteno aderido na superfície, com tamanho médio de $532 \text{ nm} \pm 163 \text{ nm}$. O fato do composto estar predominantemente distribuído na superfície deve-se à adição do agente reticulante ter ocorrido nos momentos iniciais da síntese, não permitindo sua difusão para o interior da estrutura, formando assim uma complexação entre o polímero e o composto ativo ao invés da encapsulação. Lestari *et al.* (2020), que utilizou a mesma metodologia descrita e obteve nanocápsulas, concluiu que a parte mais escura é composta pela matriz de quitosana/amido/TPP. Ainda, o mesmo autor destaca que a estrutura descrita pode indicar que há compatibilidade entre o amido e a quitosana na formação de matrizes de encapsulamento.

Figura 13 – Morfologia das nanopartículas (a) MA pura; (b) MA e (c) MB.



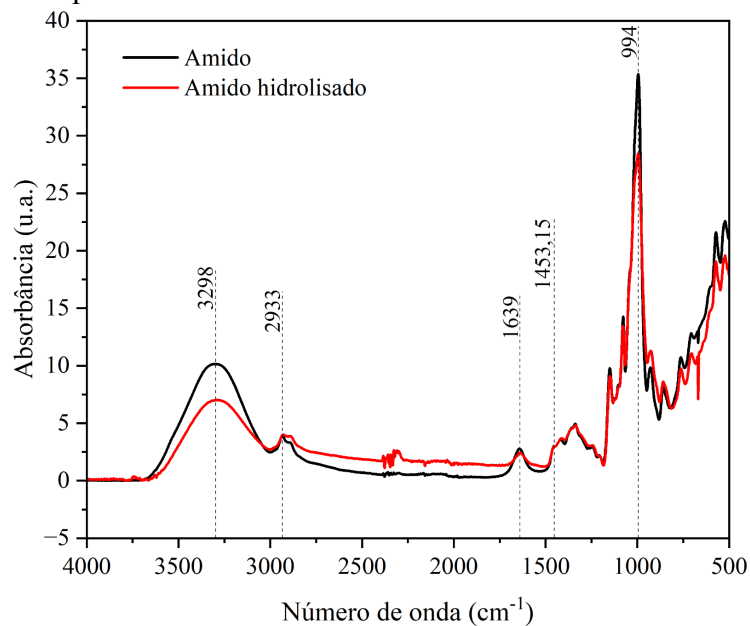
Fonte: Elaborado pela autora (2025).

A Figura 13 (c) mostra a morfologia da nanopartícula MB com morfologia poliédrica irregular com extremidades arredondadas e superfície lisa, com tamanho médio de $187 \text{ nm} \pm 83 \text{ nm}$. De acordo com os estudos de Gan *et al.* (2005), a formação de morfologia poliédrica é uma confirmação de que ocorreu nucleação por meio de gelificação iônica seguida pela formação e crescimento de semicristais. Considerando a metodologia das nanopartículas MB, a morfologia sugere que tenham sido formadas nanopartículas, onde o β -caroteno ficou disperso no interior da estrutura, uma vez que a reticulação ocorreu ao final do procedimento.

4.1.3. Caracterização química

As alterações químicas que ocorreram no processo de hidrólise ácida do amido podem ser observadas no espectro de FTIR normalizado (utilizando como referência a banda $1453,15 \text{ cm}^{-1}$, referente a ligação CH_2 , que não sofre alterações no processo) apresentado na Figura 14 (Castaño *et al.*, 2014).

Figura 14 – Espectro de FTIR normalizado do amido e do amido hidrolisado.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

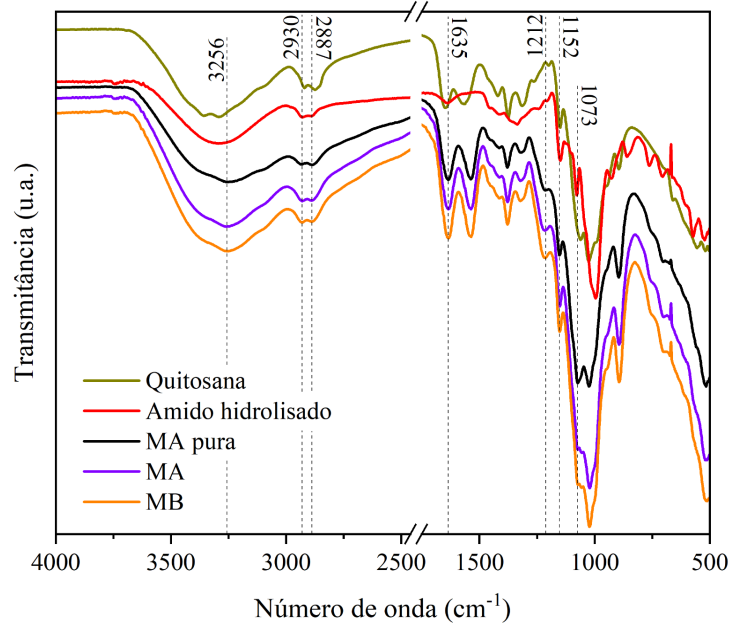
Ambas as amostras (amido puro e hidrolisado) apresentam bandas em 3298 cm^{-1} , correspondentes ao estiramento nos grupos hidroxila ($-\text{OH}$), e bandas em 2933 cm^{-1} correspondentes ao estiramento simétrico e assimétrico entre carbono e hidrogênio (C-H), sendo ligações características presentes na estrutura do amido (Amaraweera *et al.*, 2021). É

possível observar uma diminuição na intensidade da banda 1639 cm^{-1} , correspondente a deformação da ligação O-H presente na água fisicamente adsorvida, do amido hidrolisado quando comparado ao amido. Isso pode indicar que há uma redução no teor de água adsorvida após o tratamento de hidrólise ácida. Resultado similar foi encontrado por Amaraweera *et al.* (2021) e por Govindaraju *et al.* (2020). Além disso, é possível observar uma diminuição nítida da intensidade da banda 994 cm^{-1} corresponde às vibrações de estiramento da ligação C-O do grupo éter. Essa diminuição foi ocasionada pelo rompimento da ligação glicosídica, característico do mecanismo de hidrólise, que leva à formação de unidades de menor massa molar e resulta na redução da cristalinidade do amido (Castaño *et al.*, 2014; Hoover, 2000). Segundo Mendez-Montealvo *et al.* (2022), essa banda pode ser relacionada com a cristalinidade pois bandas entre $900\text{-}100\text{ cm}^{-1}$ são sensíveis a mudanças estruturais, como o aumento de regiões amorfas.

A partir dos espectros de FTIR na Figura 15, é possível observar algumas bandas características da quitosana pura e dos materiais que compõem as nanopartículas. Primeiramente, é possível visualizar as bandas relacionadas ao amido nos espectros das nanopartículas, como em 3256 cm^{-1} , correspondentes ao estiramento do grupo hidroxila (-OH), e em 1152 cm^{-1} , correspondentes a vibração de estiramento da ligação entre carbono e oxigênio (C-O). Ainda relacionado ao amido, são visíveis as bandas em 2887 cm^{-1} e 2930 cm^{-1} , que correspondem ao estiramento da ligação entre carbono e hidrogênio (C-H) (Subramanian; Francis; Devasena, 2014).

Com relação à quitosana, o espectro das nanopartículas apresenta bandas próximas a 3256 cm^{-1} , relacionadas à sobreposição dos grupos hidroxila (-OH) e grupos de amina simétricos (-NH_2). Ainda, as bandas em 1635 cm^{-1} podem estar relacionadas ao grupo carbonila da amida I (C=O), que está presente nas moléculas devido à desacetilação parcial da quitina, além de corresponder à presença de água nas nanopartículas (Ratajk *et al.*, 2025). As bandas características citadas podem ser observadas também no espectro da quitosana pura, que por ser o componente em maior quantidade nas nanopartículas, foi o material que apresentou bandas mais evidentes nos outros espectros. Por fim, a reticulação com TPP pode ser confirmada através da presença de uma banda em 1212 cm^{-1} , relacionada à ligação de estiramento da ligação dupla do grupo fosfato (P=O) (Duarte *et al.*, 2022).

Figura 15 – Espectro de FTIR da quitosana e das nanopartículas.



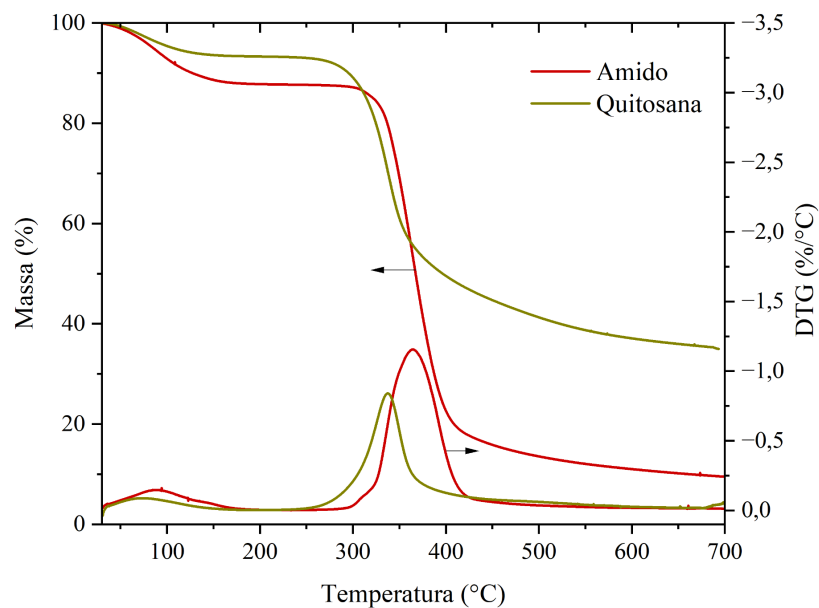
Comparando o espectro da amostra MA pura com MA e MB, não houve surgimento de novas bandas. Isso é um indicativo de que o β -caroteno não reage quimicamente através de ligações primárias com os demais componentes das nanopartículas. Entretanto, foi observado a diminuição de uma banda em 1073 cm⁻¹, correspondente à ligação C-O presente no amido hidrolisado, o que pode ter ocorrido devido à interação química do β -caroteno com o amido hidrolisado, resultando na sobreposição dessa banda (Govindaraju *et al.*, 2020).

4.1.4. Caracterização térmica

O comportamento térmico da quitosana e do amido foram avaliados por TGA, e as temperaturas de máxima taxa de degradação determinadas por DTG (Figura 16). A quitosana, sendo a maior constituinte para formação das nanopartículas, apresentou a primeira perda de massa de 7%, em 73 °C, relacionada à presença de água, e a segunda perda de massa de 48%, como pico de máxima degradação em 337 °C, atribuída à pirólise de polissacarídeos. Esta temperatura pode ser considerada alta se comparada aos valores encontrados na literatura, próximos de 300 °C (Ratajk *et al.*, 2025). O amido puro também apresentou duas perdas de massa, sendo a primeira perda de 12% em 89 °C, que corresponde à evaporação de água fisicamente adsorvida, e a segunda perda de massa de 78% relacionada à degradação térmica do amido, com temperatura de máxima degradação de 364 °C. Contudo, o amido hidrolisado

tende a apresentar uma resistência térmica mais baixa, devido à diminuição na massa molar causada pela hidrólise. O estudo de Lacerda *et al.* (2008) constatou que o amido que foi hidrolisado por 3 h apresentou uma diminuição na estabilidade térmica em relação ao amido não tratado, passando de 317 °C para 300 °C. Considerando que neste trabalho o amido foi hidrolisado por 8 h, é esperado que esse constituinte contribua para um pico de degradação abaixo de 300 °C para as nanopartículas (Figura 17).

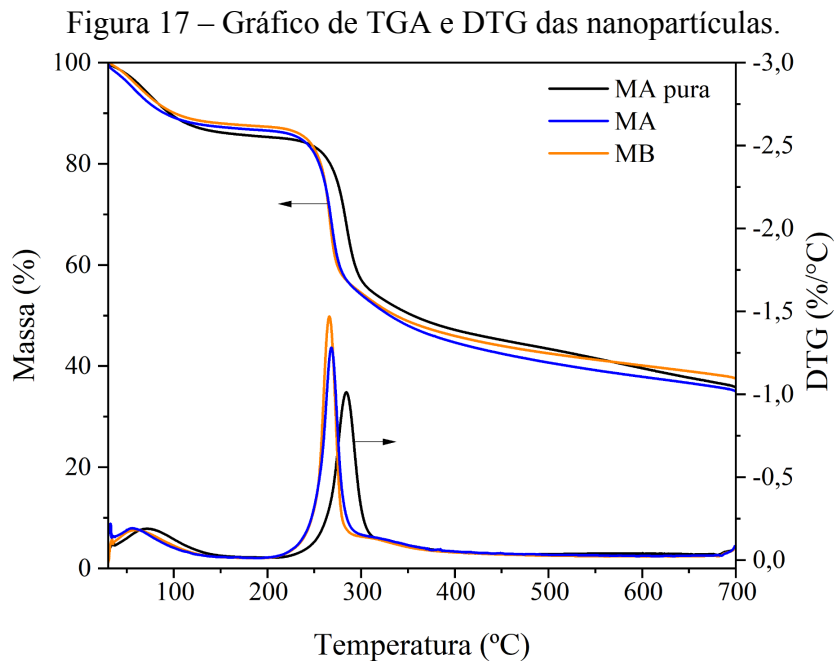
Figura 16 – Gráfico de TGA e DTG do amido e quitosana puros.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

O comportamento térmico das nanopartículas foi avaliado por TGA, sendo a taxa máxima de degradação de cada amostra determinada por DTG (Figura 17). É possível notar que todas as amostras (MA pura, MA e MB) apresentaram três eventos térmicos. A primeira perda de massa de aproximadamente 14%, com temperatura de degradação máxima próxima de 65 °C, corresponde à presença de água. A amostra MA pura apresentou, no segundo evento térmico, uma temperatura de máxima taxa de degradação em 283 °C, com perda de massa de 28%, enquanto as amostras MA e MB apresentaram temperaturas próximas a 260 °C, e com perda de massa também próximo de 28%. Esse evento corresponde à degradação térmica da quitosana, que ocorre antes do amido (conforme Figura 16). Essa diminuição na temperatura de degradação das amostras MA e MB em relação à MA pura indica que a estabilidade térmica diminuiu, o que segundo Puebla-Duarte *et al.* (2025) pode ser devido ao β -caroteno iniciar a degradação em temperaturas mais baixas, próximas a 117 °C. Outro estudo relata que

o β -caroteno inicia a degradação em temperaturas próximas de 200 °C (Wu *et al.*, 2023). Contudo, sabendo da sensibilidade térmica do β -caroteno e observando as temperaturas máximas de degradação das nanopartículas, é possível concluir que o encapsulamento melhorou a estabilidade térmica do composto, pois nesse caso sua degradação ocorreu em temperaturas mais altas junto com os outros componentes. Por fim, a terceira perda de massa de 9% em 320 °C, pode ser relacionada à degradação térmica do amido.



4.2. CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DE TPS

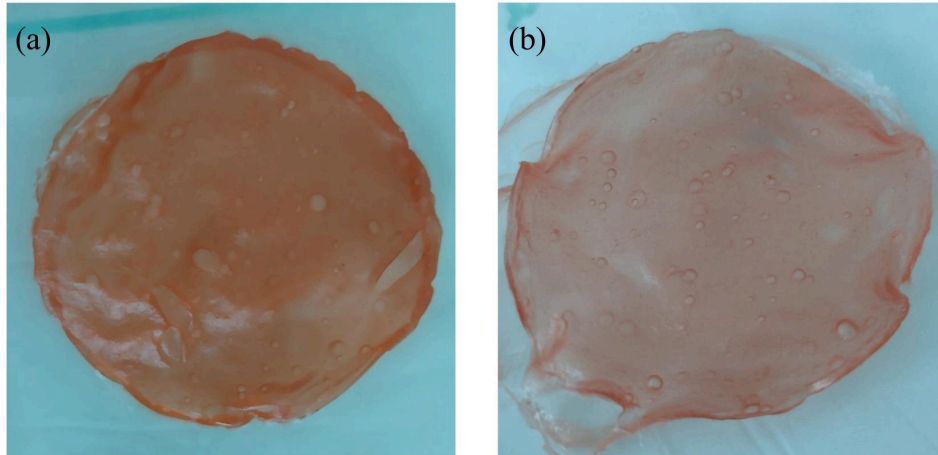
4.2.1. Morfologia

Os filmes MA20% e MB20% finos e espessos foram produzidos e ficaram com aparência semelhante, mostrados na Figura 18.

A morfologia da superfície de fratura dos filmes foi analisada através de MEV, e as imagens obtidas estão na Figura 19. Na superfície do filme TPS puro (Figura 19 (a)) é possível observar a presença de rugosidades e microtrincas (indicadas por setas), além de algumas regiões parcialmente lisas. Estas irregularidades correspondem a grânulos de amido que não foram plastificados durante o processamento. Segundo Montero *et al.* (2017), superfícies que não apresentam grânulos ou vazios podem confirmar a efetividade do

plastificante, ou seja, a presença desses grânulos significa que o plastificante não adentrou completamente em toda a estrutura do filme.

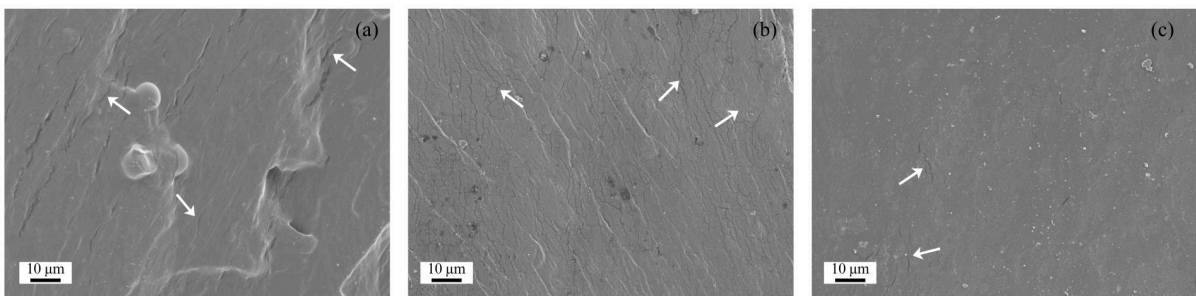
Figura 18 – Filme (a) espesso e (b) fino com nanopartículas incorporadas.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Nas Figuras 19 (b) e (c), correspondentes aos filmes MA20% e MB20%, é possível visualizar superfícies com rugosidades mais suaves e também com a presença de microtrincas (indicadas por setas). Estas microtrincas podem indicar certa fragilidade no filme, que pode ser causada por fatores como a umidade, por exemplo, considerando a hidroflicidade da matriz.

Figura 19 – Imagens de MEV dos filmes (a) TPS puro; (b) MA20% e (c) MB20%.



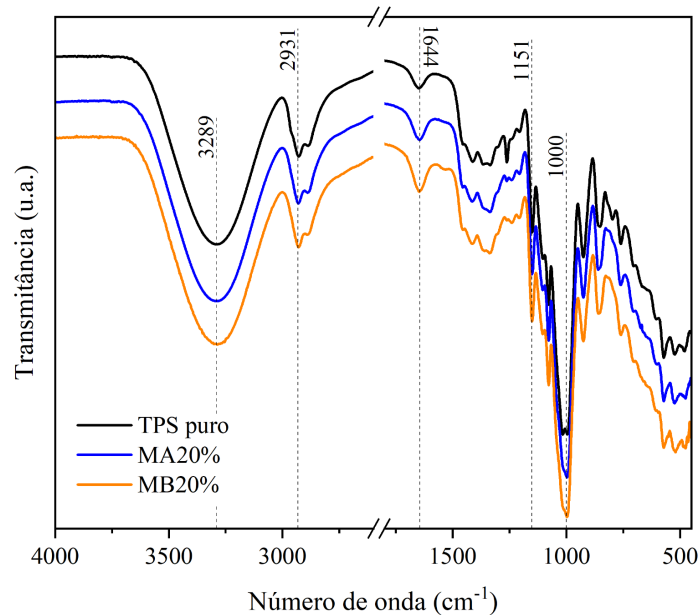
Fonte: Elaborado pela autora (2025).

4.2.2. Caracterização química

A caracterização química dos filmes foi realizada através de FTIR, com o objetivo de avaliar a influência das nanopartículas na estrutura química dos filmes. O espectro está apresentado na Figura 20.

Nos espectros das amostras dos filmes podem ser observadas as bandas características do amido e do glicerol. As bandas em 3289 cm^{-1} correspondem ao estiramento dos grupos hidroxila (-OH), que estão diretamente relacionados às ligações de hidrogênio entre a amilose e a amilopectina e à estrutura do glicerol, enquanto as bandas em 2931 cm^{-1} correspondem à ligação entre carbono e hidrogênio (C-H). Além disso, as bandas em 1644 cm^{-1} estão relacionadas às moléculas de água adsorvidas no material, ou seja, corresponde à umidade presente no amido (Yang *et al.*, 2023). Por fim, as bandas em 1000 cm^{-1} e em 1151 cm^{-1} correspondem ao estiramento da ligação entre carbono e oxigênio (C-O) da estrutura do amido (Menossi *et al.*, 2022). No filme MB20%, houve o aparecimento de apenas uma banda em 1537 cm^{-1} , que corresponde à banda do grupo amida II presente na quitosana, componente das nanopartículas (Ratajk *et al.*, 2025). O fato de não ter mais mudanças entre os espectros pode ser devido às nanopartículas estarem espalhadas no interior dos filmes, e não necessariamente na superfície, onde a análise é realizada.

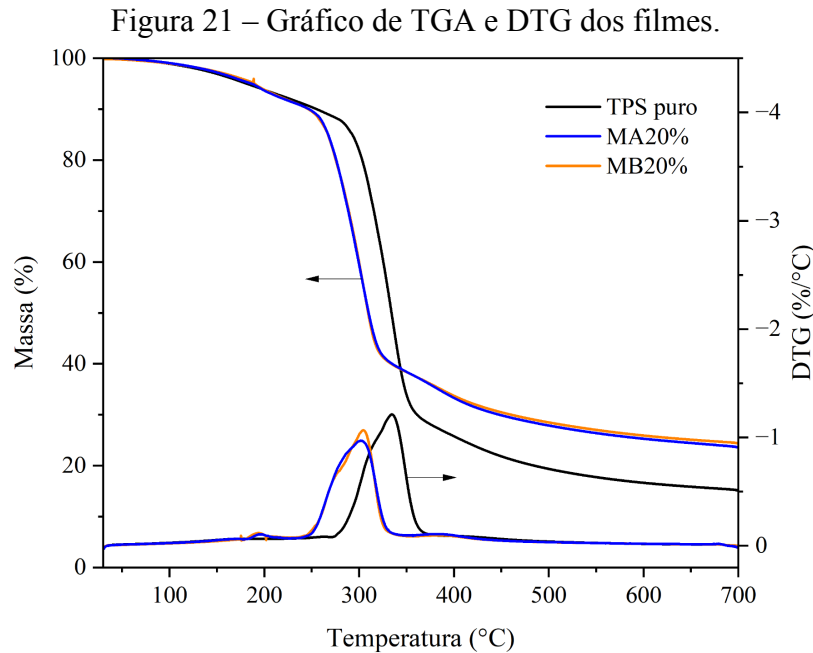
Figura 20 – Espectros de FTIR dos filmes.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

4.2.3. Caracterização térmica

A análise de TGA foi realizada com o objetivo de avaliar a influência das nanopartículas na estabilidade térmica dos filmes (Figura 21).



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

É possível observar que as três amostras apresentaram dois eventos térmicos de perda de massa, sendo a primeira referente à perda de umidade dos filmes. A amostra TPS puro apresentou uma perda principal maior (85%), enquanto as amostras MA20% e MB20% apresentaram aproximadamente 76% de perda, que pode ser devido à presença da quitosana nas nanopartículas, pois como já constatado anteriormente na Figura 17, esse polímero puro apresenta uma perda de massa entre 65 e 70%. Em relação às temperaturas máximas de degradação, é possível observar que as nanopartículas diminuíram a estabilidade térmica dos filmes, pois a amostra TPS puro apresentou temperatura de máxima taxa de degradação em 334 °C, enquanto as amostras MA20% e MB20% apresentaram temperaturas em 301 °C e 304 °C, respectivamente. Essa diminuição é esperada, uma vez que as nanopartículas MA e MB também se degradam em temperaturas inferiores. Além disso, a amostra TPS puro apresentou uma temperatura de pico mais baixa em comparação com o pico de degradação do amido (364 °C) mostrado na Figura 17, o que pode ser atribuído à presença do plastificante, que reduz a estabilidade térmica (Altayan; Darouich; Karabet, 2020). A redução na

estabilidade térmica dos filmes pode ser um ponto negativo, pois durante o processamento das embalagens no estado fundido pode ocorrer degradação em temperaturas mais baixas.

É possível observar que as três amostras apresentaram dois eventos térmicos de perda de massa, sendo a primeira referente à perda de umidade dos filmes. A amostra TPS puro apresentou uma perda principal maior (85%), enquanto as amostras MA20% e MB20% apresentaram aproximadamente 76% de perda, que pode ser devido à presença da quitosana nas nanopartículas, pois como já constatado anteriormente na Figura 17, esse polímero puro apresenta uma perda de massa entre 65 e 70%. Em relação às temperaturas máximas de degradação, é possível observar que as nanopartículas diminuíram a estabilidade térmica dos filmes, pois a amostra TPS puro apresentou temperatura de máxima taxa de degradação em 334 °C, enquanto as amostras MA20% e MB20% apresentaram temperaturas em 301 °C e 304 °C, respectivamente. Essa diminuição é esperada, uma vez que as nanopartículas MA e MB também se degradam em temperaturas inferiores. Além disso, a amostra TPS puro apresentou uma temperatura de pico mais baixa em comparação com o pico de degradação do amido (364 °C) mostrado na Figura 17, o que pode ser atribuído à presença do plastificante, que reduz a estabilidade térmica (Altayan; Darouich; Karabet, 2020). A redução na estabilidade térmica dos filmes pode ser um ponto negativo, pois durante o processamento das embalagens no estado fundido pode ocorrer degradação em temperaturas mais baixas.

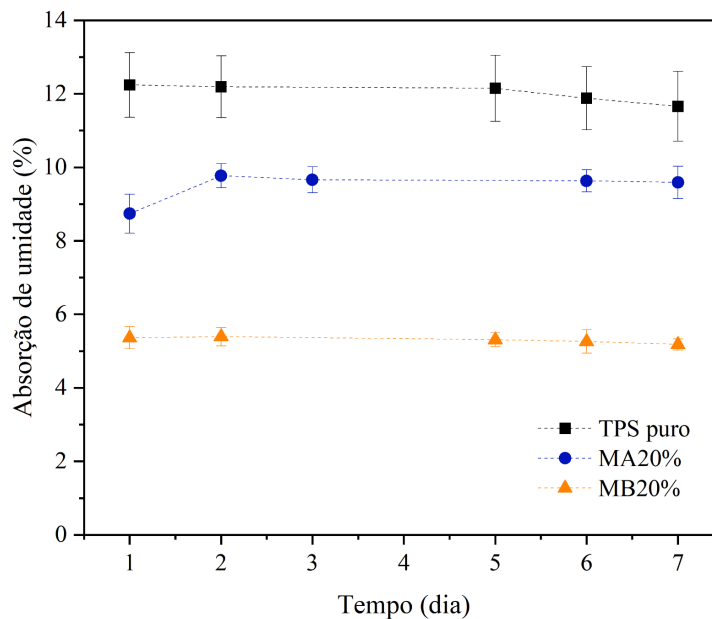
4.2.4. Absorção de umidade

Um fator crucial a ser considerado nos filmes, visando sua aplicação em embalagens de alimentos, é a absorção de umidade. Quanto menor a capacidade do material em absorver a umidade do meio, maior é sua efetividade na preservação do alimento. A capacidade dos filmes de absorver umidade do meio está representada no gráfico da Figura 22.

É possível observar que a amostra TPS puro foi a que mais absorveu umidade, resultando em uma absorção de 11,7% após 7 dias. Resultados equivalentes foram observados por Almeida *et al.* (2023), que produziram filmes de TPS através de metodologia semelhante, mas com 20% de glicerol, e obtiveram uma absorção de 8,9% de umidade após 72 h. Essa diferença pode ser atribuída ao percentual de plastificante. Segundo Shapi'i *et al.* (2022), a adição de plastificante aumenta a sensibilidade do amido à umidade. Esse aumento ocorre porque as ligações de hidrogênio entre o glicerol e o amido não são tão fortes se comparado a outros plastificantes (como o sorbitol), o que resulta em mais grupos disponíveis para

interagir com a água (Sanyang *et al.*, 2015). Além disso, o plastificante possui como princípio a separação das cadeias poliméricas, que também potencializa esse efeito, pois assim há um maior espaço para a difusão das moléculas de água. O comportamento das três amostras ao longo do tempo indica um aumento mais significativo no percentual de absorção no primeiro dia, seguido de um platô, evidenciando que as amostras atingiram o limite máximo de absorção de umidade e atingiram um estado de equilíbrio já nas primeiras 24 h, nas condições em que a análise foi realizada.

Figura 22 – Percentual de absorção de umidade dos filmes de TPS puro e com nanopartículas em função do tempo.



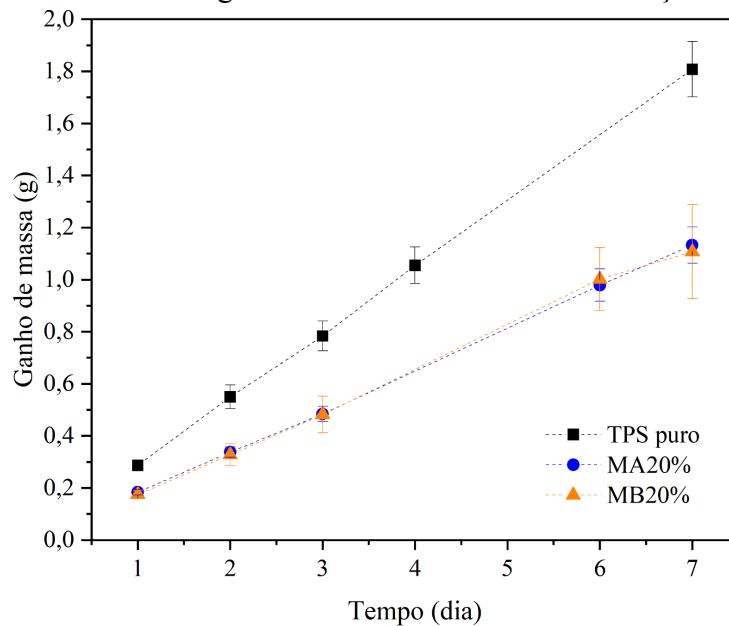
Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Os filmes contendo nanopartículas apresentaram percentuais de absorção mais baixos, sendo as amostras MA20% e MB20% com 9,6% e 5,2% de absorção, respectivamente, após 7 dias. Relacionando com os aspectos de morfologia (seção 4.1.2.), os filmes contendo nanopartículas MA (que possuem múltiplos núcleos de β -caroteno na superfície) tendem a ter uma maior propriedade de barreira quando comparado a MB (β -caroteno incorporado de forma homogênea e não concentrado na superfície), em razão da hidrofobicidade do composto. Porém, como as nanopartículas estão incorporadas mais na parte interior dos filmes, o TPS pode ter absorvido a umidade somente na superfície, o que impede que a propriedade de barreira tenha algum efeito.

4.2.5. Permeabilidade ao vapor de água

A capacidade dos filmes de controlar o transporte de vapor de água foi avaliada pelo ensaio de permeabilidade. Em algumas aplicações em embalagens de alimentos não deve haver passagem de vapor de água entre o sistema interno da embalagem e o ambiente, já que alguns tipos de alimentos precisam ser protegidos da umidade para controlar sua degradação (Zhang; Rempel; Liu, 2014). No caso de alimentos como frutas e vegetais frescos, é necessário que a embalagem tenha certa permeabilidade para facilitar a troca de gases, que continua ocorrendo após a colheita (Siracusa, 2012; Xue *et al.*, 2023). Na Figura 23 é possível observar que ambos os filmes tiveram um ganho de massa linear entre o 1º dia até o 7º dia, e isso mostra que a permeabilidade através das amostras ocorre gradualmente ao longo do tempo.

Figura 23 – Gráfico do ganho de massa dos filmes em função do tempo.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Os valores de permeabilidade foram calculados e estão apresentados na Tabela 2. É possível confirmar que o filme TPS puro foi a amostra em que ocorreu uma maior permeação do vapor de água. No estudo de Tanpichai, Thongdonson e Boonmahitthisud (2023), que também produziu TPS através do método de solução, foi encontrado um valor de permeabilidade de 0,4763 ng/s m Pa, que é um valor semelhante ao encontrado neste trabalho. Contudo, é possível perceber que as amostras apresentaram valores muito próximos,

considerando o desvio padrão, o que indica que as nanopartículas não geraram efeitos negativos na permeabilidade. Resultado oposto foi obtido por Chhoden *et al.* (2025), que produziu filmes de TPS puro e filmes contendo nanocápsulas de poli- ϵ -caprolactona (PCL) com β -caroteno, onde as nanocápsulas causaram um aumento na permeabilidade dos filmes, se comparados aos filmes sem nanocápsulas.

Apesar dos resultados estarem próximos, ainda é perceptível que a amostra MA20% apresentou o valor mais baixo entre as três. Essa variação pode ser justificada pela morfologia (seção 4.1.2.), pois no caso das nanopartículas MA, o β -caroteno concentrado na superfície torna a nanopartícula mais hidrofóbica, o que aumenta o efeito de barreira. Ainda, em razão do caráter mais hidrofílico das nanopartículas MB, em conjunto com a matriz, também hidrofílica, há uma maior disponibilidade de grupos hidroxila para ligação com as moléculas de água, permitindo que resulte em um valor de permeabilidade semelhante ao TPS puro (Chhoden *et al.*, 2025).

Tabela 2 – Valores de permeabilidade ao vapor de água dos filmes.

Nomenclatura	Permeabilidade (ng/s m Pa)
TPS puro	0,41 \pm 0,04
MA20%	0,34 \pm 0,07
MB20%	0,40 \pm 0,02

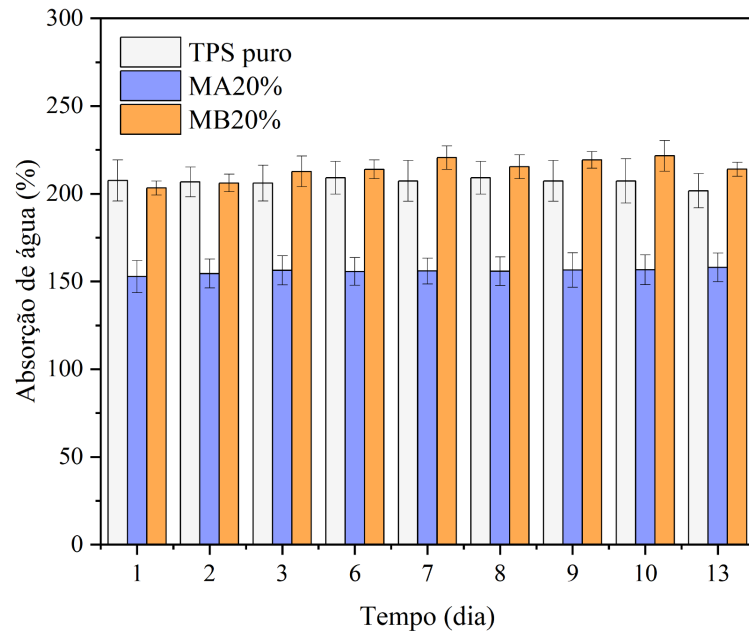
Fonte: Elaborado pela autora (2025).

4.2.6. Absorção de água em imersão

A absorção dos filmes imersos em água foi avaliada e o resultado está apresentado na Figura 24. É possível observar que as amostras TPS puro e MB20% apresentaram níveis altos de absorção, com valores de aproximadamente 200% já nas primeiras 24 h de imersão. Já a amostra MA20% apresentou absorção de aproximadamente 150% já nas primeiras 24 h, mantendo o mesmo percentual ao longo do tempo. O principal motivo dos valores obtidos para as três amostras estarem acima de 100% é a hidrofilicidade do TPS, ou seja, possui alta capacidade de absorver água, especialmente quando está totalmente em contato com a água, como é o caso da imersão (Yang *et al.*, 2023). Considerando a avaliação do ensaio de

permeabilidade ao vapor de água (seção 4.2.5.), o resultado (MB20% com maior absorção que MA20%) está dentro do esperado, já que nesse caso, a menor hidroflicidade das partículas MA pode estar contribuindo para uma menor absorção de água no volume de material.

Figura 24 – Gráfico do percentual de absorção de água dos filmes de TPS puro e com nanopartículas em função do tempo.

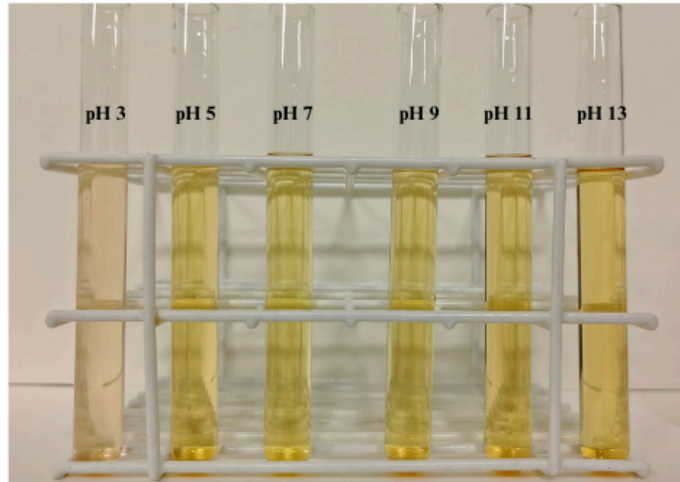


Fonte: Elaborado pela autora (2025).

4.2.7. Resposta ao pH

O β -caroteno puro e os filmes foram analisados quanto à mudança de cor de acordo com o pH. As soluções contendo β -caroteno, mostradas na Figura 25, apresentam diferenças de coloração de acordo com o pH. Esta mudança é mais evidente para valores de pH = 3, onde a solução passa de um tom amarelado para um tom rosado. Além disso, em valores mais altos de pH, a solução também altera sua cor, passando para tom amarelado mais escuro.

Figura 25 – Amostras de β -caroteno em soluções com variação de pH.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Portanto, a partir da análise do β -caroteno puro (sem estar incorporado em nanopartículas), é possível confirmar que esse composto é responsivo ao pH, especialmente em pH ácido. A interação com pH foi analisada também nos filmes, que estão mostrados na Figura 26.

Figura 26 – Amostras de β -caroteno em soluções com variação de pH.

TPS puro			MA20%			MB20%			
									0 h
									24 h
									72 h
pH 3	pH 7	pH 13	pH 3	pH 7	pH 13	pH 3	pH 7	pH 13	

Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Em comparação às amostras em meio neutro ($\text{pH} = 7$), a amostra MA20% apresentou uma mudança de coloração já nas primeiras 24 h, em pH 3, onde passou de um alaranjado

mais claro para um tom mais escuro e em pH 13, onde passou para um tom mais rosado. Em ambos os valores de pH, essa mudança se manteve ao longo do tempo após 72 h. Com relação aos filmes MB20%, as amostras em pH 3 e 13 mudaram o tom de alaranjado mais escuro para um alaranjado claro. Assim como no MA20%, após 72 h de ensaio a mudança na coloração para filmes MB 20% se mantiveram. Esse resultado mostra que a aplicação dos filmes em alimentos pode ser promissora, como em alimentos que aumentam o pH ao longo da maturação e degradação (melão, por exemplo) (Beaulieu; Lea, 2007).

5. CONCLUSÃO

Neste trabalho, nanopartículas de quitosana/amido/ β -caroteno foram obtidas com sucesso a partir de uma metodologia com duas variações, alterando a ordem de adição do agente reticulante. As nanopartículas MA e MB apresentaram valores altos de incorporação do composto, confirmando que os materiais de partida são eficientes na compatibilidade com o β -caroteno, sendo que a utilização de TPP em maior concentração (3% m/v) foi mais efetiva na formação e retenção do composto ativo. A morfologia das nanopartículas mostrou que as nanopartículas MA possuem o composto distribuído na sua superfície, enquanto nas nanopartículas MB, o β -caroteno está distribuído de forma homogênea no interior da estrutura. Portanto, a ordem de adição do agente reticulante possui influência na distribuição do composto ativo nas cápsulas formadas. A sensibilidade ao calor intrínseca do β -caroteno diminuiu com a sua incorporação nas nanopartículas, pois sua degradação ocorreu junto aos demais componentes. Entre MA e MB, também não houve alterações significativas em relação às propriedades químicas e térmicas das nanopartículas, ou seja, ambas mostraram resultados semelhantes. As diferenças foram notadas, porém, nos filmes de TPS contendo as diferentes nanopartículas.

A incorporação das nanopartículas resultou em alterações na superfície de fratura, especialmente na amostra MA20%, que apresentou a formação de microtrincas associadas à umidade presente nos filmes, confirmada pelos maiores valores de absorção. Os filmes de TPS puro apresentaram maior permeabilidade e absorção de água em imersão, enquanto que os filmes MB20% obtiveram valores mais altos que MA20%, o que comprova a ocorrência do efeito de barreira mais evidente em MA20%, considerando que as nanopartículas MA possuem uma superfície mais hidrofóbica.

Por fim, a presença de β -caroteno proporcionou uma mudança de coloração do material em resposta à variação de pH do meio após 24 h de exposição, especialmente em valores de pH ácido (pH = 3) para os filmes contendo MA20%. Portanto, foi possível confirmar que a adição das nanopartículas teve efeito positivo nas propriedades dos filmes, o que mostra que o potencial do material produzido para aplicações em embalagens de alimento inteligentes com função indicadora.

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, Tânia; KARAMYSHEVA, Anna; VALENTE, Bruno F.A.; SILVA, José M.; BRAZ, Márcia; ALMEIDA, Adelaide; SILVESTRE, Armando J.D.; VILELA, Carla; FREIRE, Carmen S.R.. **Biobased ternary films of thermoplastic starch, bacterial nanocellulose and gallic acid for active food packaging**. Food Hydrocolloids, v. 144, p. 108934, 2023. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2023.108934>.
- ALTAYAN, Mhd. Mazen; DAROUICH, Tammam Al; KARABET, Francois. **Thermoplastic starch from corn and wheat: a comparative study based on amylose content**. Polymer Bulletin, v. 78, p. 3131-3147, 2020. <http://dx.doi.org/10.1007/s00289-020-03262-9>.
- AMARAWEEERA, Sumedha M.; GUNATHILAKE, Chamila; GUNAWARDENE, Oneesha H. P.; FERNANDO, Nimasha M. L.; WANNINAYAKA, Drashana B.; MANAMPERI, Asanga; DASSANAYAKE, Rohan S.; RAJAPAKSHA, Suranga M.; GANGODA, Mahinda; FERNANDO, C. A. N.. **Preparation and characterization of biodegradable cassava starch thin films for potential food packaging applications**. Cellulose, v. 28, p. 10531-10548, 2021. <http://dx.doi.org/10.1007/s10570-021-04199-6>.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D570 - 22: **Standard Test Method for Water Absorption of Plastics**. Astm, 2022.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E96/E96M - 24: **Standard Test Methods for Gravimetric Determination of Water Vapor Transmission Rate of Materials**. Astm, 2024.
- ANAND, M.; SATHYAPRIYA, P.; MARUTHUPANDY, M.; BEEVI, A. Hameedha. **Synthesis of chitosan nanoparticles by TPP and their potential mosquito larvicidal application**. Frontiers In Laboratory Medicine, v. 2, p. 72-78, 2018. <http://dx.doi.org/10.1016/j.flm.2018.07.003>.
- APRIYANTO, Ardha; COMPART, Julia; FETTKE, Joerg. **A review of starch, a unique biopolymer – Structure, metabolism and in planta modifications**. Plant Science, v. 318, p. 111223-111223, 2022. <http://dx.doi.org/10.1016/j.plantsci.2022.111223>.
- ASHOKKUMAR, Veeramuthu; FLORA, G.; SEVANAN, Murugan; SRIPRIYA, R.; CHEN, W.H; PARK, Jeong-Hoon; BANU, J. Rajesh; KUMAR, Gopalakrishnan. **Technological advances in the production of carotenoids and their applications– A critical review**. Bioresource Technology, v. 367, p. 128215, 2023. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2022.128215>.
- ASSIS, Renato Queiroz; PAGNO, Carlos Henrique; COSTA, Tania Maria Haas; FLÔRES, Simone Hickmann; RIOS, Alessandro de Oliveira. **Synthesis of biodegradable films based on cassava starch containing free and nanoencapsulated β -carotene**. Packaging Technology And Science, v. 31, p. 157-166, 2018. <http://dx.doi.org/10.1002/pts.2364>.
- AVÉROUS, Luc; POLLET, Eric. **Biodegradable Polymers**. Green Energy And Technology, p. 13-39, 2012. http://dx.doi.org/10.1007/978-1-4471-4108-2_2.

BANGAR, Sneha Punia; WHITESIDE, William Scott; ASHOGBO, Adeleke Omodunbi; KUMAR, Manoj. **Recent advances in thermoplastic starches for food packaging: a review.** *Food Packaging And Shelf Life*, v. 30, p. 100743, 2021. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fpsl.2021.100743>.

BASTIOLI, Catia (Ed.). **Handbook of biodegradable polymers.** Walter de Gruyter GmbH & Co KG, 2020.

BEAULIEU, John C.; LEA, Jeanne M.. **Quality Changes in Cantaloupe During Growth, Maturation, and in Stored Fresh-cut Cubes Prepared from Fruit Harvested at Various Maturities.** *Journal Of The American Society For Horticultural Science*, v. 132, n. 5, p. 720-728, 2007. <http://dx.doi.org/10.21273/jashs.132.5.720>.

BEMILLER, James; WHISTLER, Roy. **Starch: chemistry and technology.** United States of America: Elsevier Inc., 2009.

BORBA, Verônica Simões de; SILVEIRA, Cinthia Ortiz; ALVES, Janáina Barreto; GROPELLI, Victória Marques; BADIALE-FURLONG, Eliana. **MODIFICAÇÕES DO AMIDO E SUAS IMPLICAÇÕES TECNOLÓGICAS E NUTRICIONAIS.** *Ciência e Tecnologia de Alimentos: pesquisa e práticas contemporâneas*, p. 428-457, 2021. <http://dx.doi.org/10.37885/210504724>.

CASTAÑO, J.; RODRÍGUEZ-LLAMAZARES, S.; CONTRERAS, K.; CARRASCO, C.; POZO, C.; BOUZA, R.; FRANCO, C.M.L.; GIRALDO, D.. **Horse chestnut (*Aesculus hippocastanum* L.) starch: basic physico-chemical characteristics and use as thermoplastic material.** *Carbohydrate Polymers*, v. 112, p. 677-685, 2014. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.06.046>.

CHHODEN, Tenzin; SINGH, Arashdeep; AGGARWAL, Poonam; KAUR, Sukhpreet. **Enhancing the functionality of corn starch-based edible films through carotenoid emulsions prepared from yellow carrot pomace: implications on structural, morphological and thermal properties.** *Journal Of Thermal Analysis And Calorimetry*, v. 150, p. 6049-6067, 2025. <http://dx.doi.org/10.1007/s10973-025-14153-4>.

CHO, Tong-Fei; YASSORALIPOUR, Ali; LEE, Yee-Ying; TANG, Teck-Kim; LAI, Oi-Ming; CHONG, Li-Choo; KUAN, Chee-Hao; PHUAH, Eng-Tong. **Evaluation of milk deterioration using simple biosensor.** *Journal Of Food Measurement And Characterization*, v. 16, p. 258-268, 2021. <http://dx.doi.org/10.1007/s11694-021-01145-9>.

ÇİĞİL, Aslı Beyler; BIRTANE, Hatice. **Development of films containing polylactic acid/halloysite nanotubes in banana active packaging.** *Proceedings - The Twelfth International Symposium Grid 2024*, p. 455-464, 2024. <http://dx.doi.org/10.24867/grid-2024-p49>.

CRUPI, Pasquale; FAIENZA, Maria Felicia; NAEEM, Muhammad Yasir; CORBO, Filomena; CLODOVEO, Maria Lisa; MURAGLIA, Marilena. **Overview of the Potential Beneficial Effects of Carotenoids on Consumer Health and Well-Being.** *Antioxidants*, v. 12, p. 1069, 2023. <http://dx.doi.org/10.3390/antiox12051069>.

DODERO, Andrea; ESCHER, Andrea; BERTUCCI, Simone; CASTELLANO, Maila; LOVA, Paola. **Intelligent Packaging for Real-Time Monitoring of Food-Quality: current and future developments.** Applied Sciences, v. 11, p. 3532, 2021. <http://dx.doi.org/10.3390/app11083532>.

DUARTE, Larissa G. R.; FERREIRA, Natália C. A.; FIOCCO, Ana Clara T. R.; PICONE, Carolina S. F.. **Lactoferrin-Chitosan-TPP Nanoparticles: antibacterial action and extension of strawberry shelf-life.** Food And Bioprocess Technology, v. 16, p. 135-148, 2022. <http://dx.doi.org/10.1007/s11947-022-02927-9>.

EMBRAPA. Artigo – **Poluição por plástico: um desafio global.** Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/101194207/artigo--poluicao-por-plastico-um-desafio-global>. Acesso em: 07 set. 2025.

ESLAMI, Hormoz; GRADY, Mark; MEKONNEN, Tizazu H.. **Biobased and compostable trilayer thermoplastic films based on poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) (PHBV) and thermoplastic starch (TPS).** International Journal Of Biological Macromolecules, v. 220, p. 385-394, 2022. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.08.079>.

EZHILARASI, P. N.; KARTHIK, P.; CHHANWAL, N.; ANANDHARAMAKRISHNAN, C.. **Nanoencapsulation Techniques for Food Bioactive Components: a review.** Food And Bioprocess Technology, v. 6, p. 628-647, 2012. <http://dx.doi.org/10.1007/s11947-012-0944-0>.

GAN, Quan; WANG, Tao; COCHRANE, Colette; MCCARRON, Paul. **Modulation of surface charge, particle size and morphological properties of chitosan-TPP nanoparticles intended for gene delivery.** Colloids And Surfaces B: Biointerfaces, v. 44, p. 65-73, 2005. <http://dx.doi.org/10.1016/j.colsurfb.2005.06.001>.

GONZÁLEZ-PEÑA, Marco Antonio; ORTEGA-REGULES, Ana Eugenia; PARRODI, Cecilia Anaya de; LOZADA-RAMÍREZ, José Daniel. **Chemistry, Occurrence, Properties, Applications, and Encapsulation of Carotenoids—A Review.** Plants, v. 12, p. 313, 2023. <http://dx.doi.org/10.3390/plants12020313>.

GOVINDARAJU, Indira; PALLEEN, Sparsha; UMASHANKAR, Suchitta; MAL, Sib Sankar; MELANTHOTA, Sindhoora Kaniyala; MAHATO, Dhani Ram; ZHUO, Guan-Yu; MAHATO, Krishna Kishore; MAZUMDER, Nirmal. **Microscopic and spectroscopic characterization of rice and corn starch.** Microscopy Research And Technique, v. 83, p. 490-498, 2020. <http://dx.doi.org/10.1002/jemt.23437>.

GUÍA-GARCÍA, Jorge L.; CHARLES-RODRÍGUEZ, Ana V.; REYES-VALDÉS, M. Humberto; RAMÍREZ-GODINA, Francisca; ROBLEDO-OLIVO, Armando; GARCÍA-OSUNA, Hermila T.; CERQUEIRA, Miguel A.; FLORES-LÓPEZ, María L.. **Micro and nanoencapsulation of bioactive compounds for agri-food applications: a review.** Industrial Crops And Products, v. 186, p. 115198, 2022. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.115198>.

GUL, Khalid; TAK, Afshan; SINGH, A. K.; SINGH, Preeti; YOUSUF, Basharat; WANI, Ali Abas. **Chemistry, encapsulation, and health benefits of β -carotene - A review.** Cogent Food & Agriculture, v. 1, p. 1018696, 2015. <http://dx.doi.org/10.1080/23311932.2015.1018696>.

HENNING, Fernanda Gabriela; ITO, Vivian Cristina; DEMIATE, Ivo Mottin; LACERDA, Luiz Gustavo. **Non-conventional starches for biodegradable films: a review focussing on characterisation and recent applications in food packaging.** Carbohydrate Polymer Technologies And Applications, v. 4, p. 100157, 2022.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.carpta.2021.100157>.

HOANG, Nguyen Huy; THANH, Toan Le; SANGPUEAK, Rungthip; TREEKOON, Jongjit; SAENGCHAN, Chanon; THEPBANDIT, Wannaporn; PAPATHOTI, Narendra Kumar; KAMKAEW, Anyanee; BUENSANTEAI, Natthiya. **Chitosan Nanoparticles-Based Ionic Gelation Method: a promising candidate for plant disease management.** Polymers, v. 14, p. 662, 2022. <http://dx.doi.org/10.3390/polym14040662>.

HOOVER, R.. **Acid-treated Starches.** Food Reviews International, v. 16, p. 369-392, 2000. <http://dx.doi.org/10.1081/fri-100100292>.

ISWANTI, Febriana Catur; NURULITA, Indah; DJAUZI, Samsuridjal; SADIKIN, Mohamad; WITARTO, Arief Budi; YAMAZAKI, Tomohiko. **Preparation, characterization, and evaluation of chitosan-based nanoparticles as CpG ODN carriers.** Biotechnology & Biotechnological Equipment, v. 33, p. 390-396, 2019.

<http://dx.doi.org/10.1080/13102818.2019.1578690>.

IYISAN, Banu; LANDFESTER, Katharina. **Modular Approach for the Design of Smart Polymeric Nanocapsules.** Macromolecular Rapid Communications, v. 40, p. 1-25, 2018. <http://dx.doi.org/10.1002/marc.201800577>.

JANSSEN, Leon P.B.M.; MOSCICKI, Leszek (ed.). **Thermoplastic Starch: a green material for various industries.** Weinheim: Wiley-Vch, 2009.

JUMAIDIN, Ridhwan; ZAINEL, Siti Nuraishah Mohd; SAPUAN, S.M.. **Processing of Thermoplastic Starch.** Advanced Processing, Properties, And Applications Of Starch And Other Bio-Based Polymers, p. 11-19, 2020.

<http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-12-819661-8.00002-0>.

KERRY, J.P.; O'GRADY, M.N.; HOGAN, S.A.. **Past, current and potential utilisation of active and intelligent packaging systems for meat and muscle-based products: a review.** Meat Science, v. 74, p. 113-130, 2006. <http://dx.doi.org/10.1016/j.meatsci.2006.04.024>.

KOU, Shijie (Gabriel); PETERS, Linda M.; MUCALO, Michael R.. **Chitosan: a review of sources and preparation methods.** International Journal Of Biological Macromolecules, v. 169, p. 85-94, 2021. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.12.005>.

KOU, Shijie (Gabriel); PETERS, Linda; MUCALO, Michael. **Chitosan: a review of molecular structure, bioactivities and interactions with the human body and micro-organisms.** Carbohydrate Polymers, v. 282, p. 119132, 2022.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119132>.

KUMARI, Swati; RATUR, Sakshi; KULSHRESTHA, Saurabh; CHAUHAN, Kartik; DHINGRA, Sunil; ANDRÁS, Kovács; THU, Kyaw; KHARGOTRA, Rohit; SINGH, Tej. A comprehensive review on various techniques used for synthesizing nanoparticles. Journal Of

Materials Research And Technology, v. 27, p. 1739-1763, 2023.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.09.291>.

LACERDA, Luiz Gustavo; AZEVEDO, Jayme Augusto Menegassi; CARVALHO FILHO, Marco Aurélio da Silva; DEMIATE, Ivo Mottin; SCHNITZLER, Egon; VANDENBERGHE, Luciana Porto de Souza; SOCCOL, Carlos Ricardo. **Thermal characterization of partially hydrolyzed cassava (*Manihot esculenta*) starch granules**. Brazilian Archives Of Biology And Technology, v. 51, p. 1209-1215, 2008.
<http://dx.doi.org/10.1590/s1516-89132008000600016>.

LECORRE, Déborah; BRAS, Julien; DUFRESNE, Alain. **Evidence of Micro- and Nanoscaled Particles during Starch Nanocrystals Preparation and Their Isolation**. Biomacromolecules, v. 12, p. 3039-3046, 2011. <http://dx.doi.org/10.1021/bm200673n>.

LESTARI, Agnes Dyah Novitasari; MUDASIR; SISWANTA, Dwi; MARTIEN, Ronny. **Preliminary study on microprecipitation of β -carotene in starch/chitosan/TPP (tripolyphosphate) matrices: effects of weight ratio of starch/chitosan**. Aip Conference Proceedings, v. 2049, p. 020045, 2018. <http://dx.doi.org/10.1063/1.5082450>.

LESTARI, Agnes Dyah Novitasari; SISWANTA, Dwi; MARTIEN, Ronny; MUDASIR, Mudasir. **Synthesis, Characterization, and Stability Evaluation of β -Carotene Encapsulated in Starch-Chitosan/Tripolyphosphate Matrices**. Indonesian Journal Of Chemistry, v. 20, p. 929, 2020. <http://dx.doi.org/10.22146/ijc.50449>.

LIU, Xiao-Qi; ZHAO, Xin-Xin; LIU, Yan; ZHANG, Ting-An. **Review on preparation and adsorption properties of chitosan and chitosan composites**. Polymer Bulletin, v. 79, p. 2633-2665, 2021. <http://dx.doi.org/10.1007/s00289-021-03626-9>.

LOKSUWAN, J. **Characteristics of microencapsulated β -carotene formed by spray drying with modified tapioca starch, native tapioca starch and maltodextrin**. Food Hydrocolloids, v. 21, p. 928-935, 2007. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2006.10.011>.

LUCKACHAN, Gisha E.; PILLAI, C. K. S.. **Biodegradable Polymers- A Review on Recent Trends and Emerging Perspectives**. Journal Of Polymers And The Environment, v. 19, p. 637-676, 2011. <http://dx.doi.org/10.1007/s10924-011-0317-1>.

MAGALHÃES, Natália F.; ANDRADE, Cristina T. de. **Properties of melt-processed poly(hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate)/starch 1: 1 blend nanocomposites**. Polímeros Ciência e Tecnologia, v. 23, p. 366-372, 2013. <http://dx.doi.org/10.4322/polimeros.2013.034>.

MALIKI, Soundouss; SHARMA, Gaurav; KUMAR, Amit; MORAL-ZAMORANO, María; MORADI, Omid; BASELGA, Juan; STADLER, Florian J.; GARCÍA-PENÑAS, Alberto. **Chitosan as a Tool for Sustainable Development: a mini review**. Polymers, v. 14, p. 1475, 2022. <http://dx.doi.org/10.3390/polym14071475>.

MENDEZ-MONTEALVO, Guadalupe; VELAZQUEZ, Gonzalo; FONSECA-FLORIDO, Heidi A.; MORALES-SANCHEZ, Eduardo; SOLER, Adrian. **Insights on the acid hydrolysis of achira (*Canna edulis*) starch: crystalline and double-helical structure changes impacting functionality**. Lwt, v. 153, p. 112509, 2022.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2021.112509>.

MENOSSI, Matías; SALCEDO, Florencia; CAPIEL, Julieta; ADLER, Margarita; ALVAREZ, Vera A.; LUDUEÑA, Leandro N.. **Effect of starch initial moisture on thermoplastic starch film properties and its performance as agricultural mulch film.** Journal Of Polymer Research, v. 29, 2022. <http://dx.doi.org/10.1007/s10965-022-03150-y>.

MONTERO, Belén; RICO, Maite; RODRÍGUEZ-LLAMAZARES, Saddy; BARRAL, Luis; BOUZA, Rebeca. **Effect of nanocellulose as a filler on biodegradable thermoplastic starch films from tuber, cereal and legume.** Carbohydrate Polymers, v. 157, p. 1094-1104, 2017. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.10.073>.

MORA-HUERTAS, C.e.; FESSI, H.; ELAISSARI, A.. **Polymer-based nanocapsules for drug delivery.** International Journal Of Pharmaceutics, v. 385, p. 113-142, 2010. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijpharm.2009.10.018>.

MUKHERJEE, Chandrapaul; VARGHESE, Dissa; KRISHNA, J.s.; BOOMINATHAN, T.; RAKESHKUMAR, R.; DINESHKUMAR, S.; RAO, C.V.s. Brahmananda; SIVARAMAKRISHNA, Akella. **Recent advances in biodegradable polymers – Properties, applications and future prospects.** European Polymer Journal, v. 192, p. 112068, 2023. <http://dx.doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2023.112068>.

MUSSAGY, Cassamo U.; OLIVEIRA, Grazielle; AHMAD, Mushtaq; MUSTAFA, Ahmad; HERCULANO, Rondinelli D.; FARIAS, Fabiane O.. **Halochromic properties of carotenoid-based films for smart food packaging.** Food Packaging And Shelf Life, v. 44, p. 101325, 2024. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fpsl.2024.101325>.

NAFCHI, Abdorreza Mohammadi; MORADPOUR, Mahdiyeh; SAEIDI, Maliheh; ALIAS, Abd Karim. **Thermoplastic starches: properties, challenges, and prospects.** Starch - Stärke, v. 65, p. 61-72, 2013. <http://dx.doi.org/10.1002/star.201200201>.

NAMI, Mohammad; TAHERI, Mahtab; SIDDIQUI, Junaid; DEEN, Imran A.; PACKIRISAMY, Muthukumaran; DEEN, M. Jamal. **Recent Progress in Intelligent Packaging for Seafood and Meat Quality Monitoring.** Advanced Materials Technologies, v. 9, 2024. <http://dx.doi.org/10.1002/admt.202301347>.

OH, Hyeryeon; LEE, Jin Sil; KIM, Sunghyun; LEE, Jeung-Hoon; SHIN, Yong Chul; CHOI, Won Il. **Super-Antioxidant Vitamin A Derivatives with Improved Stability and Efficacy Using Skin-Permeable Chitosan Nanocapsules.** Antioxidants, v. 12, p. 1913, 2023. <http://dx.doi.org/10.3390/antiox12111913>.

OLIVEIRA, Pâmela Rosa; MENDOZA, Pamela Xavier; CRESPO, Janaina da Silva; DAITX, Tales da Silva; CARLI, Larissa Nardini. **Biodegradation study of poly(hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate)/halloysite/oregano essential oil compositions in simulated soil conditions.** International Journal Of Biological Macromolecules, v. 277, p. 133768, 2024. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.133768>.

PNUMA. **Relatório do Índice de Desperdício de Alimentos 2024.** Nairóbi: Programa das Nações Unidas para o Meio Ambiente, 2024.. Disponível em: <https://www.unep.org/resources/publication/food-waste-index-report-2024>. Acesso em: 25 de Novembro de 2025.

PUEBLA-DUARTE, Andrés Leobardo; BERNAL-MERCADO, Ariadna Thalía; SANTOS-SAUCEDA, Irela; ACOSTA-ELIAS, Mónica; FERNÁNDEZ-QUIROZ, Daniel; BURRUEL-IBARRA, Silvia Elena; ORNELAS-PAZ, José de Jesús; PÉREZ-CABRAL, Ingrid Daniela; RODRÍGUEZ-FÉLIX, Francisco; ITURRALDE-GARCÍA, Rey David. **The Characterization and Antioxidant and Erythroprotective Effects of β -Carotene Complexed in β -Cyclodextrin**. *International Journal Of Molecular Sciences*, v. 26, n. 8, p. 3902, 2025. <http://dx.doi.org/10.3390/ijms26083902>.

PUROHIT, Deepika; JALWAL, Pawan; MANCHANDA, Deeksha; SAINI, Sapna; VERMA, Ravinder; KAUSHIK, Deepak; MITTAL, Vineet; KUMAR, Manish; BHATTACHARYA, Tanima; RAHMAN, Md. Habibur. **Nanocapsules: an emerging drug delivery system**. *Recent Patents On Nanotechnology*, v. 17, p. 190-207, 2023. <http://dx.doi.org/10.2174/1872210516666220210113256>.

RAJAN, Sneha Soundara; WANI, Khalid Mehmood. **A review of smart food and packaging technologies: revolutionizing nutrition and sustainability**. *Food And Humanity*, v. 4, p. 100593, 2025. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foohum.2025.100593>.

RAMMAK, Thitirat; BOONSUK, Phetdaphat; CHAMPOOCHANA, Nidanut; HUTAMEKALIN, Pilaiwanwadee; KAEWTATIP, Kaewta. **Effect of kaolin impregnated with calico plant extract on properties of starch films**. *International Journal Of Biological Macromolecules*, v. 254, p. 127927, 2024. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.127927>.

RATAJK, Andressa Luíza; ANDRADE, Ana Livia de; CRESPO, Janaina da Silva; GIOVANELA, Marcelo; TEIXEIRA, Cristiano da Silva; CARLI, Larissa Nardini. **Chitosan-based hybrid materials as efficient catalysts for the degradation of dyes from aqueous solutions**. *Journal Of Molecular Liquids*, v. 437, p. 128363, 2025. <http://dx.doi.org/10.1016/j.molliq.2025.128363>.

ROY, Swarup; DESHMUKH, Ram Kumar; TRIPATHI, Shefali; GAIKWAD, Kirtiraj K.; DAS, Sabya Sachi; SHARMA, Devanshi. **Recent Advances in the Carotenoids Added to Food Packaging Films: a review**. *Foods*, v. 12, p. 4011, 2023. <http://dx.doi.org/10.3390/foods12214011>.

RÓZ, Alessandra L. da; ZAMBON, Márcia D.; CURVELO, Antonio A. S.; CARVALHO, Antonio J.F. **Thermoplastic starch modified during melt processing with organic acids: the effect of molar mass on thermal and mechanical properties**. *Industrial Crops And Products*, v. 33, p. 152-157, 2011. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.09.015>.

SALAÜN, F.. **Microencapsulation technology for smart textile coatings**. *Active Coatings For Smart Textiles*, p. 179-220, 2016. <http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-08-100263-6.00009-5>.

SAMIR, Aya; ASHOUR, Fatma H.; HAKIM, A. A. Abdel; BASSYOUNI, Mohamed. **Recent advances in biodegradable polymers for sustainable applications**. *Npj Materials Degradation*, v. 6, 2022. <http://dx.doi.org/10.1038/s41529-022-00277-7>.

SANYANG, M. L.; SAPUAN, S. M.; JAWAID, M.; ISHAK, M. R.; SAHARI, J.. **Effect of plasticizer type and concentration on physical properties of biodegradable films based**

on sugar palm (arenga pinnata) starch for food packaging. Journal Of Food Science And Technology, v. 53, p. 326-336, 2015. <http://dx.doi.org/10.1007/s13197-015-2009-7>.

SCHAEFER, Dirk; CHEUNG, Wai M.. **Smart Packaging: opportunities and challenges.** Procedia Cirp, v. 72, p. 1022-1027, 2018. <http://dx.doi.org/10.1016/j.procir.2018.03.240>.

SHAPI'I, Ruzanna Ahmad; OTHMAN, Siti Hajar; BASHA, Roseliza Kadir; NAIM, Mohd Nazli. **Mechanical, thermal, and barrier properties of starch films incorporated with chitosan nanoparticles.** Nanotechnology Reviews, v. 11, p. 1464-1477, 2022. <http://dx.doi.org/10.1515/ntrev-2022-0094>.

SINGH, Rahul Vikram; SAMBYAL, Krishika. **An overview of β -carotene production: current status and future prospects.** Food Bioscience, v. 47, p. 101717, 2022. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fbio.2022.101717>.

SIRACUSA, Valentina. **Food Packaging Permeability Behaviour: a report.** International Journal Of Polymer Science, v. 2012, 2012. <http://dx.doi.org/10.1155/2012/302029>.

SOLEYMANFALLAH, Sepideh; KHOSHKHOO, Zhaleh; HOSSEINI, Seyed Ebrahim; AZIZI, Mohammad Hossein. **Preparation, physical properties, and evaluation of antioxidant capacity of aqueous grape extract loaded in chitosan-TPP nanoparticles.** Food Science & Nutrition, v. 10, p. 3272-3281, 2022. <http://dx.doi.org/10.1002/fsn3.2891>.

SUBRAMANIAN, Sindhuja Bala; FRANCIS, Arul Prakash; DEVASENA, Thiyagarajan. **Chitosan–starch nanocomposite particles as a drug carrier for the delivery of bis-desmethoxy curcumin analog.** Carbohydrate Polymers, v. 114, p. 170-178, 2014. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.07.053>.

SUN, Tianhu; RAO, Sombir; ZHOU, Xuesong; LI, Li. **Plant carotenoids: recent advances and future perspectives.** Molecular Horticulture, v. 2, 2022. <http://dx.doi.org/10.1186/s43897-022-00023-2>.

SUN, Xiuzhi Susan. **Overview of Plant Polymers. Handbook Of Biopolymers And Biodegradable Plastics.** 2013. <http://dx.doi.org/10.1016/b978-1-4557-2834-3.00001-x>.

TANPICHAI, Supachok; THONGDONSON, Kasidit; BOONMAHITTHISUD, Anyaporn. **Enhancement of the mechanical properties and water barrier properties of thermoplastic starch nanocomposite films by chitin nanofibers: biodegradable coating for extending banana shelf life.** Journal Of Materials Research And Technology, v. 26, p. 5617-5625, 2023. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.08.244>.

TEDESCHI, Anna Martina; CAPRIO, Fabrizio di; PIOZZI, Antonella; PAGNANELLI, Francesca; FRANCOLINI, Iolanda. **Sustainable Bioactive Packaging Based on Thermoplastic Starch and Microalgae.** International Journal Of Molecular Sciences, v. 23, p. 178, 2021. <http://dx.doi.org/10.3390/ijms23010178>.

TERAO, Junji. **Revisiting carotenoids as dietary antioxidants for human health and disease prevention.** Food & Function, v. 14, p. 7799-7824, 2023. <http://dx.doi.org/10.1039/d3fo02330c>.

THAMBILYAGODAGE, Charitha; JAYANETTI, Madara; MENDIS, Amavin; EKANAYAKE, Geethma; LIYANAARACHCHI, Heshan; VIGNESWARAN, Saravanamuthu. **Recent Advances in Chitosan-Based Applications—A Review**. *Materials*, v. 16, p. 2073, 2023. <http://dx.doi.org/10.3390/ma16052073>.

TUFAIL, Tabussam; BADER UL AIN, Huma; NOREEN, Sana; IKRAM, Ali; ARSHAD, Muhammad Tayyab; ABDULLAHI, Muhammed Adem. **Nutritional Benefits of Lycopene and Beta-Carotene: a comprehensive overview**. *Food Science & Nutrition*, v. 12, p. 8715-8741, 2024. <http://dx.doi.org/10.1002/fsn3.4502>.

UENOJO, Mariana; MARÓSTICA JUNIOR, Mário Roberto; PASTORE, Gláucia Maria. **Carotenóides: propriedades, aplicações e biotransformação para formação de compostos de aroma**. *Química Nova*, v. 30, p. 616-622, 2007. <http://dx.doi.org/10.1590/s0100-40422007000300022>.

VASUKI, Mithulesh Thirupathi; KADIRVEL, Vijayasri; NARAYANA, Gururaj Pejavara. **Smart packaging—An overview of concepts and applications in various food industries**. *Food Bioengineering*, v. 2, p. 25-41, 2023. <http://dx.doi.org/10.1002/fbe2.12038>.

WANG, Cuntang; LU, Yueyi; AN, Xuanzhe; WANG, Yuqing; WANG, Ning; SONG, Yang; HU, Nan; REN, Manni. **Preparation, characterization, and application of pH-responsive biodegradable intelligent indicator film based on rose anthocyanins**. *Lwt*, v. 200, p. 116156, 2024. <http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2024.116156>.

WANG, Shujun; COPELAND, Les. **Effect of Acid Hydrolysis on Starch Structure and Functionality: a review**. *Critical Reviews In Food Science And Nutrition*, v. 55, p. 1081-1097, 2015. <http://dx.doi.org/10.1080/10408398.2012.684551>.

WESTLAKE, Jessica R.; TRAN, Martine W.; JIANG, Yunhong; ZHANG, Xinyu; BURROWS, Andrew D.; XIE, Ming. **Biodegradable biopolymers for active packaging: demand, development and directions**. *Sustainable Food Technology*, v. 1, p. 50-72, 2023. <http://dx.doi.org/10.1039/d2fb00004k>.

WU, Chunyu; OUYANG, Xuwen; ZHOU, Xiaoya; LI, Xiaofei; LI, Hongbo; LI, Wenying; WAN, Cuixiang; YU, Bo; EL-SOHAIFY, Sobhy; WU, Zhihua. **Dry Nutrition Delivery System Based on Defatted Soybean Particles and Its Application with β -Carotene**. *Molecules*, v. 28, p. 3429, 2023. <http://dx.doi.org/10.3390/molecules28083429>.

WYRWA, Joanna; BARSKA, Anetta. **Innovations in the food packaging market: active packaging**. *European Food Research And Technology*, v. 243, p. 1681-1692, 2017. <http://dx.doi.org/10.1007/s00217-017-2878-2>.

XUE, Wenhui; ZHU, Junxiang; SUN, Pengdong; YANG, Faming; WU, Hao; LI, Wenxiang. **Permeability of biodegradable film comprising biopolymers derived from marine origin for food packaging application: a review**. *Trends In Food Science & Technology*, v. 136, p. 295-307, 2023. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tifs.2023.05.001>.

YANG, Na; GAO, Wei; ZOU, Feixue; TAO, Haiteng; GUO, Li; CUI, Bo; LU, Lu; FANG, Yishan; LIU, Pengfei; WU, Zhengzong. **The relationship between molecular structure and film-forming properties of thermoplastic starches from different botanical sources**.

International Journal Of Biological Macromolecules, v. 230, p. 123114, 2023.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.123114>.

YAO, Qing-Bo; HUANG, Fang; LU, Yun-Hui; HUANG, Jie-Ming; ALI, Murtaza; JIA, Xiang-Ze; ZENG, Xin-An; HUANG, Yan-Yan. **Polysaccharide-based food packaging and intelligent packaging applications: a comprehensive review**. Trends In Food Science & Technology, v. 147, p. 104390, 2024. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tifs.2024.104390>.

YUN, Dawei; LIU, Jun. **Preparation, Characterization and Application of Active Food Packaging Films Based on Sodium Alginate and Twelve Varieties of Mandarin Peel Powder**. Foods, v. 13, p. 1174, 2024. <http://dx.doi.org/10.3390/foods13081174>.

ZHANG, Yachuan; REMPEL, Curtis; LIU, Qiang. **Thermoplastic Starch Processing and Characteristics—A Review**. Critical Reviews In Food Science And Nutrition, v. 54, p. 1353-1370, 2014. <http://dx.doi.org/10.1080/10408398.2011.636156>