

## Characterization of cellulose acetate film incorporated with cellulose nanocrystals and fruit salad aroma

### Caracterização de filme de acetato de celulose incorporado com nanocristais de celulose e aroma de salada de fruta

Article Info:

Article history: Received 2022-10-30 / Accepted 2022-12-02 / Available online 2022-12-02

doi: 10.18540/jcecv18iss10pp14856-01e



**Bárbara Teixeira Gomes**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7876-9539>

Universidade Federal de Viçosa, Brasil

E-mail: [barbara.gomes@ufv.br](mailto:barbara.gomes@ufv.br)

**Amanda Lélis de Souza**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6279-9407>

Universidade Federal de Viçosa, Brasil

E-mail: [amanda.souza1@ufv.br](mailto:amanda.souza1@ufv.br)

**Taila Veloso de Oliveira**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5444-9530>

Universidade Federal de Viçosa, Brasil

E-mail: [taila.oliveira@ufv.br](mailto:taila.oliveira@ufv.br)

**Nilda de Fatima Ferreira Soares**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9506-6130>

Universidade Federal de Viçosa, Brasil

E-mail: [nfsoares@ufv.br](mailto:nfsoares@ufv.br)

#### Resumo

O acetato de celulose (AC) é um polímero biodegradável hidrofóbico, derivado da celulose. Os biopolímeros geralmente apresentam desempenhos inferiores em relação aos polímeros derivados de petróleo. Dessa forma nanocristais de celulose (CNC) têm sido usados como reforço, para melhorar as suas propriedades. Atualmente as embalagens ativas com sistemas emissores, que incorporam substâncias a embalagem e estes são transferidos gradativamente para o alimento, como por exemplo o aromatizante, vem sendo solicitados e estudados. Desta forma o objetivo do trabalho foi caracterizar um filme de AC com CNC e aroma de salada de frutas (ASF) em relação à espessura, cor, transmitância e opacidade, para se estabelecer os requisitos necessários para esse filme, visando uma futura aplicação. Para avaliar os dados foi feita a análise de variância, seguida do teste t-Student ( $p < 0.01$ ). Os resultados da espessura mostram que a técnica e as condições utilizadas proporcionaram a obtenção de filmes finos. A adição de CNC e aroma não modificou a espessura quando comparado ao filme controle, mas influenciaram a opacidade do filme, levando a um incremento nessa característica e proporcionou uma maior barreira à transmissão de luz. O parâmetro de cor  $L^*$  indica a obtenção de filmes claros. Os valores de  $a^*$  negativos indica uma coloração mais próxima da região do verde e de  $b^*$  positivos mostram uma tendência para a cor amarela. O filme de AC com CNC e ASF se mostrou favorável para uma futura aplicação em salada de frutas.

**Palavras-chave:** Polímeros. Embalagens. Biodegradável. Flavor. Nanopartículas.

## Abstract

Cellulose acetate (AC) is a hydrophobic, biodegradable polymer derived from cellulose. Biopolymers generally present inferior performances in relation to polymers obtained from petroleum. Thus, cellulose nanocrystals (CNC) have been used as reinforcement, to improve their properties. Currently, active packaging with emitter systems, which incorporate substances into the packaging material and these are gradually transferred to the food, such as flavoring, has been requested and extensively studied. Thus, the objective of this work was to characterize an AC film with CNC and fruit salad aroma (ASF) in relation to thickness, color, transmittance and opacity, to establish the necessary requirements for this film, aiming at a future application. To evaluate the data, analysis of variance was performed, followed by the t-Student test ( $p < 0.01$ ). The thickness results show that the technique and the conditions used provided the obtaining of thin films. The addition of CNC and aroma did not modify the thickness when compared to the control film, but influenced the opacity of the film, leading to an increase in this characteristic and providing a greater barrier to light transmission. The color parameter  $L^*$  indicates obtaining clear films. Negative  $a^*$  values indicate a staining closer to the green region and positive  $b^*$  values show a tendency towards yellow color. The AC film with CNC and ASF proved to be favorable for a future application in fruit salad.

**Keywords:** Polymers. Packaging. Biodegradable. Flavor. Nanoparticles.

## 1. Introdução

Polímeros de base biológica e/ou biodegradáveis são considerados uma solução promissora para reduzir e/ou limitar o impacto ambiental em relação aos plásticos tradicionais derivados de fontes petrolíferas (Luzi et al., 2017). O acetato de celulose é um polímero biodegradável de caráter hidrofóbico, derivado da biomassa, celulose (Luzi et al., 2019). Os materiais obtidos da celulose não são tóxicos, são biodegradáveis, com excelente biocompatibilidade e facilmente disponíveis (Abo-Elseoud et al., 2018).

Os polímeros de base biológica e/ou biodegradáveis apresentam características e desempenhos inferiores em relação aos polímeros tradicionais, que poderiam ser ajustados usando uma abordagem nanotecnológica (Luzi et al., 2019). CNC são amplamente utilizados e aplicados para formação de compósitos poliméricos (Luzi et al., 2019), suas características mecânicas conferem ao cristal de celulose o papel de um material de enchimento, eles têm o potencial de reforçar e fortalecer a matriz polimérica (Huq et al., 2012), apresentam alta resistência e rigidez, baixo peso, baixa densidade e biodegradabilidade (Luzi et al., 2019; Wang et al., 2017). No entanto, como para qualquer nanopartícula, o principal desafio está relacionado à sua dispersão homogênea dentro de uma matriz polimérica (Dufresne, 2010; Luzi et al., 2019).

A embalagem tem como objetivo garantir qualidade, integridade e segurança para os alimentos, proteger e contê-los (Kalpana et al., 2019). O futuro das embalagens de alimentos está em embalagens que fazem além disso, como as embalagens ativas (Kalpana et al., 2019). A embalagem ativa influencia ativamente o produto e possui aditivos que interagem com o produto de forma desejável, tendo como propósito prolongar a vida de prateleira e preservar as propriedades sensoriais (Suppakul et al., 2003). Os sistemas emissores, incorporam substâncias ao material da embalagem e estes são transferidos gradativamente para o alimento, como por exemplo o aroma (Suppakul et al., 2003).

A caracterização das propriedades dos filmes é de grande importância, pois é capaz de estabelecer os requisitos necessários para os filmes e auxiliar na aplicação (Assis, 2021).

Nesse sentido, esse trabalho teve como objetivo caracterizar o filme otimizado de acetato de celulose com CNC e aroma, visando uma futura aplicação em salada de frutas.

## 2. Metodologia

Os experimentos foram conduzidos no Laboratório de Embalagens da Universidade Federal de Viçosa. Os materiais utilizados foram o Acetato de Celulose, Glicerol, Aroma de Salada de Frutas e Nanocristais de celulose. Para avaliar os dados foi feita a análise de variância (ANOVA), seguida do teste t-Student ( $p < 0,01$ ), utilizando o software Excel.

### 2.1 Preparo dos filmes

Os filmes de acetato de celulose (AC) foram preparados utilizando o sistema solvente-casting. A proporção de acetato de celulose e a fase líquida da dispersão polimérica foi de 1:10 (m/v), sendo a acetona utilizada como solvente. Posteriormente, foi incorporado a esta solução 15% (m/m) do trietil citrato. No filme otimizado foram adicionados também a solução 0,01 gramas de ASF e 0,015 gramas de CNC. Em seguida foram espalhadas sobre placas de vidro com auxílio de aplicador (K Paint applicator). Após a evaporação do solvente ( $25 \pm 2$  °C), os filmes acondicionados em embalagens de polietileno/náilon até posterior utilização.

### 2.2 Caracterização dos filmes

O filme otimizado e o controle (sem nanopartículas e aroma) foram caracterizados em relação à espessura, cor, transmitância e opacidade.

Espessura: A espessura média dos filmes, em  $\mu\text{m}$ , foi determinada utilizando um micrômetro digital (modelo 547-401; Mitutoyo, Japão). Com medidas em 10 pontos aleatórios de cada corpo de prova ( $150 \times 25$ )  $\text{mm}^2$ , em 7 réplicas (Camilloto, 2009).

Opacidade: Os filmes foram caracterizados quanto ao atributo de opacidade por leitura direta, empregando a escala CIELab. Para a realização da análise, foi utilizado o colorímetro COLORQUEST® XE (modelo, HunterLab, USA), com fonte de luz D 65, ângulo visual de observação de  $10^\circ$ , e área de mensuração de 9,5 mm de diâmetro.

Cor: Os filmes foram caracterizados quanto ao atributo cor por leitura direta, empregando-se a escala CIELab, avaliando as coordenadas colorimétricas “L\*” (luminosidade), “a\*” (intensidade de verde a vermelho), “b\*” (intensidade de azul a amarelo). Para a realização da análise, foi utilizado o colorímetro COLORQUEST® XE (modelo, HunterLab, USA), com fonte de luz D 65, ângulo visual de observação de  $10^\circ$ , e área de mensuração de 9,5 mm de diâmetro.

Transmitância óptica: A transmitância foi medida em espectrofotômetro UV-Vis (modelo UV 1800, Shimadzu, Japão), conforme metodologia descrita por Tian et al. <sup>(2021)</sup>, com modificações. As amostras foram cortadas em formato retangular com dimensões de  $(3 \times 6)$   $\text{cm}^2$ . A varredura foi realizada em um intervalo de 200 a 800 nm, e como referência será utilizado o compartimento vazio. Os dados obtidos serão plotados em transmitância (u.a) por comprimento de onda (nm).

### 3. Resultados

A Tabela 1 apresenta os resultados da espessura dos filmes de acetato, observa-se que a técnica e as condições utilizadas proporcionaram a obtenção de filmes finos.

**Tabela 1 - Espessura dos filmes.**

Filme	Espessura / mm
Controle	0.040 ± 0.0006 a
Otimizado	0.050 ± 0.0036 a

Pares de médias seguidas de pelo menos uma mesma letra minúscula na vertical, não diferem entre si a 1% de significância, pelo teste t-Student.

Assis (2021) obteve espessura média de 0,0405 mm, independente do pigmento adicionado aos filmes de acetato de celulose, estando de acordo com os resultados obtidos. A adição de CNC e ASF não modificou a espessura dos filmes quando comparado ao filme controle.

A Tabela 2 apresenta o resultado da opacidade dos filmes, o filme controle e otimizado diferiram significativamente ( $p \leq 0,01$ ), ou seja, a presença de aroma e CNC influenciaram a opacidade do filme, levando a um incremento nessa característica.

**Tabela 2 - Opacidade dos filmes.**

Filme	Opacidade
Controle	5.49 ± 0.3062 b
Otimizado	7.58 ± 0.0566 a

Pares de médias seguidas de pelo menos uma mesma letra minúscula na vertical, não diferem entre si, a 1% de significância, pelo teste t-Student.

A obtenção de filmes biodegradáveis com barreira à luz, mais opacos, podem ser uma alternativa para manutenção da qualidade e estabilidade de produtos susceptíveis a fotodegradação, como por exemplo alimentos com alto teor de lipídeos (Assis, 2021).

Assis (2021) obteve uma maior opacidade nos filmes com adição carotenoides, confirmando que aditivos incorporados em filmes de acetato de celulose aumentam essa característica.

A Tabela 3 apresenta os resultados colorimétricos dos filmes, o parâmetro  $L^*$  indica a proximidade da cor para o branco, mostrando a obtenção de filmes claros, dada a natureza do acetato de celulose.

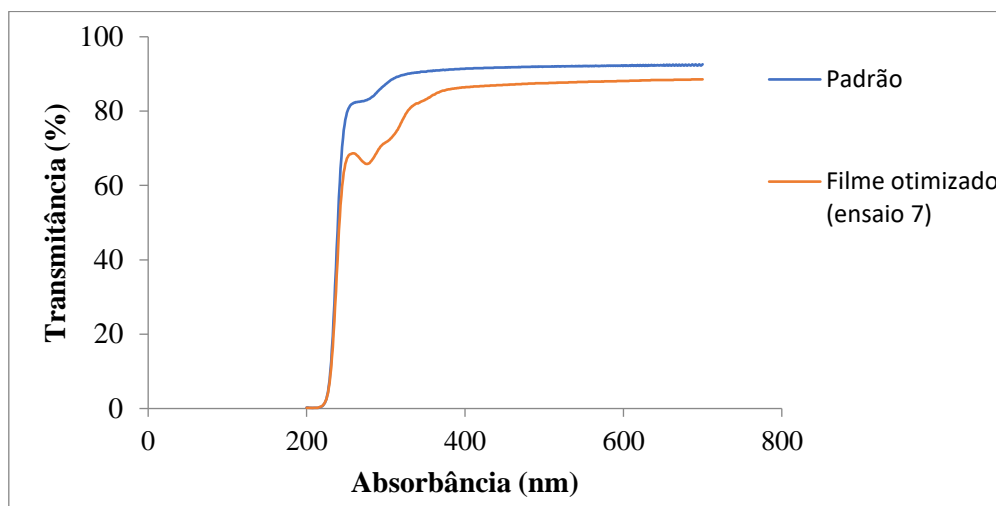
**Tabela 3 - Cor dos filmes.**

Filme	$L^*$	$a^*$	$b^*$
Controle	87.20 ± 0.2635 a	- 0.95 ± 0.0058 a	1.56 ± 0.0208 a
Otimizado	88.31 ± 0.5122 a	- 0.97 ± 0.0289 a	1.48 ± 0.0100 a

Pares de médias seguidas de pelo menos uma mesma letra minúscula na vertical, não diferem entre si, a 1% de significância, pelo teste t-Student.

Os valores de  $a^*$  negativos indica uma coloração mais próxima da região do verde e valores de  $b^*$  positivos mostram uma tendência para a cor amarela. Não houve diferença significativa a 1% de probabilidade nos parâmetros de cor em relação à adição de CNC que apresentam coloração esbranquiçada e ASF que possuem uma coloração levemente amarelo esverdeado.

A Figura 1 apresenta o resultado da transmitância dos filmes, observa-se uma maior barreira à transmissão de luz quando se adicionou aroma e CNC ao filme de acetato de celulose. Isto está associada à obtenção de filmes com maior opacidade, paralela à redução da transmissão de luz entre 200 nm e 700 nm (Assis, 2021).



**Figura 1 – Transmitância dos filmes.**

## 5. Conclusão

O acetato de celulose é um biopolímero capaz de conferir a obtenção de filmes finos e claros. A presença de ASF e CNC na matriz polimérica, não trouxe nenhuma perda de qualidade do filme, mantendo a espessura e cor favoráveis do filme de acetato de celulose, além disso, provocaram melhora nas características do filme de acetato de celulose, por meio do aumento na opacidade e redução na transmissão de luz. O filme de acetato de celulose com CNC e ASF se mostrou favorável para uma futura aplicação em salada de frutas.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à Universidade Federal de Viçosa (UFV) e ao Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA) pelo suporte institucional. À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG). À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001 e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro.

## Referências

- Abo-Elseoud, W. S., Hassan, M. L., Sabaa, M. W., Basha, M., Hassan, E. A., & Fadel, S. M. (2018). Chitosan nanoparticles/cellulose nanocrystals nanocomposites as a carrier system for the controlled release of repaglinide. *International Journal of Biological Macromolecules*, *111*, 604–613. <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2018.01.044>
- Assis, R. Q. (2021). *Filmes ativos à base de acetato de celulose com adição de licopeno, norbixina ou zeaxantina*. Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil.
- Camilloto, G. P. (2009). *Desenvolvimento e avaliação de embalagem ativa incorporada com produto à base de triclosan para aplicação em carne bovina*. Dissertação de Mestrado,

- Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, Brasil.
- Dufresne, A. (2010). Processing of polymer nanocomposites reinforced with polysaccharide nanocrystals. *Molecules*, *15*(6), 4111–4128. <https://doi.org/10.3390/molecules15064111>
- Huq, T., Salmieri, S., Khan, A., Khan, R. A., Le Tien, C., Riedl, B., Frascini, C., Bouchard, J., Uribe-Calderon, J., Kamal, M. R., & Lacroix, M. (2012). Nanocrystalline cellulose (NCC) reinforced alginate based biodegradable nanocomposite film. *Carbohydrate Polymers*, *90*(4), 1757–1763. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2012.07.065>
- Kalpana, S., Priyadarshini, S. R., Maria Leena, M., Moses, J. A., & Anandharamakrishnan, C. (2019). Intelligent packaging: Trends and applications in food systems. *Trends in Food Science & Technology*, *93*(October 2018), 145–157. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.09.008>
- Luzi, F., Fortunati, E., Giovanale, G., Mazzaglia, A., Torre, L., & Balestra, G. M. (2017). Cellulose nanocrystals from *Actinidia deliciosa* pruning residues combined with carvacrol in PVA-CH films with antioxidant/antimicrobial properties for packaging applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, *104*, 43–55. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.05.176>
- Luzi, F., Torre, L., Kenny, J. M., & Puglia, D. (2019). Bio- and fossil-based polymeric blends and nanocomposites for packaging: Structure-property relationship. *Materials*, *12*(3). <https://doi.org/10.3390/ma12030471>
- Suppakul, P., Miltz, J., Sonneveld, K., & Bigger, S. W. (2003). Active Packaging Technologies with an Emphasis on Antimicrobial Packaging and its Applications. *Journal of Food Science*, *68*(2). <https://doi.org/10.1017/S014338571100109X>
- Tian, B., Li, W., Wang, J., & Liu, Y. (2021). Functional polysaccharide-based film prepared from chitosan and  $\beta$ -acids: Structural, physicochemical, and bioactive properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, *181*, 966–977. <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2021.04.100>
- Wang, W., Jung, J., & Zhao, Y. (2017). Chitosan-cellulose nanocrystal microencapsulation to improve encapsulation efficiency and stability of entrapped fruit anthocyanins. *Carbohydrate Polymers*, *157*, 1246–1253. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2016.11.005>