

NATALIE STEPHANIE SAWADA NUNES

**Obtenção de compostos fenólicos em pó por liofilização a partir da torta residual
de pequi**

ASSIS

2020

NATALIE STEPHANIE SAWADA NUNES

Obtenção de compostos fenólicos em pó por liofilização a partir da torta residual de pequi

Dissertação apresenta à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Ciências e Letras, Assis, para a obtenção do título de Mestra em Biociências (Caracterização e Aplicação da Biodiversidade)

Orientadora: Cassia Roberta Malacrida Mayer

Bolsista: Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001

ASSIS

2020

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Laura Akie Saito Inafuko - CRB 8/9116

N972o Nunes, Natalie Stephanie Sawada
Obtenção de compostos fenólicos em pó por liofilização a partir da torta residual de pequi / Natalie Stephanie Sawada Nunes. Assis, 2020.
51 f. : il.

Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Ciências e Letras, Assis
Orientadora: Dra. Cassia Roberta Malacrida Mayer

1. Secagem por congelamento. 2. Ultrassom. 3. Compostos bioativos. 4. Fenóis. I. Título.

CDD 664



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Assis



CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: Obtenção de compostos fenólicos em pó por liofilização a partir da torta residual de pequi

AUTORA: NATALIE STEPHANIE SAWADA NUNES

ORIENTADORA: CASSIA ROBERTA MALACRIDA MAYER

COORIENTADORA: CASSIA ROBERTA MALACRIDA MAYER

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de Mestra em BIOCÊNCIAS, área: Caracterização e Aplicação da Diversidade Biológica pela Comissão Examinadora:

Profa. Dra. CASSIA ROBERTA MALACRIDA MAYER
Departamento de Biotecnologia / UNESP/Assis

Profa. Dra. IVANISE GUILHERME BRANCO
Departamento de Ciências Biológicas / UNESP/Assis

Profa. Dra. POLIANA MOSER
UNESP/São José do Rio Preto

Assis, 28 de fevereiro de 2020

AGRADECIMENTOS

Ao budismo, por proporcionar sabedoria e determinação em todos os momentos, principalmente nos adversos.

À orientadora deste trabalho, Dra. Cassia Roberta Malacrida Mayer, pela oportunidade e confiança depositada em mim, por toda dedicação e esforço na aquisição dos materiais necessários para execução desta pesquisa.

Aos companheiros do laboratório de Química de alimento que estiveram presentes durante o desenvolvimento deste trabalho.

À minha mãe, Misae Sawada, minha eterna gratidão pelo carinho, educação, apoio durante todos esses anos.

À minha prima, Mônica Akemi Viola Barbetta, por sua dedicação, apoio e confiança depositada em mim.

Aos outros familiares.

Às minhas amigas, Jacqueline Sampaio Costa, Paloma Pereira da Silva, Carolina Aparecida Storari, Lethícia Olímpio Bueno e Mayara Aparecida Silva por todos esses anos de amizade.

À minha amada, Bruna Machado Martins, por todo carinho, paciência e apoio durante o Mestrado.

A todos que contribuíram de alguma forma.

À CAPES, pois presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Pequi.....	12
Figura 2. Metabolismo primário e secundário em plantas.....	14
Figura 3. (a) Pequi antes da secagem; (b) depois da secagem; (c) óleo de pequi extraído; (d) torta residual.....	21
Figura 4. (a) Torta residual triturada; (b) Extrato.....	22
Figura 5. Microscopia Eletrônica de varredura da amostra de 75% AM e 25% AM (aumento de 100 x a esquerda; aumento de 1000 x a direita)	32
Figura 6. Comparação da retenção dos compostos fenólicos totais entre o extrato puro e a mistura de 75% AM e 25% MD durante teste de estabilidade a luz	34
Figura 7. Alterações globais de cor do extrato encapsulado com 75% AM e 25% MD e extrato puro durante 28 dias	37
Figura 8. Retenção de carotenoides totais (%) do extrato puro e mistura de 75% AM e 25% MD ao longo de 28 dias.....	38

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Caracterização físico-química do extrato puro e dos pós obtidos com agentes encapsulantes puros após a liofilização.....27

Tabela 2. Caracterização físico-química dos pós obtidos com diferentes misturas de amido de mandioca modificado e maltodextrina após a liofilização.....30

Tabela 3. Parâmetros de cor do extrato encapsulado com amido de mandioca modificado e maltodextrina e extrato puro durante o armazenamento a 25°C.....36

NUNES, Natalie Stephanie Sawada. **Obtenção de compostos fenólicos em pó por liofilização a partir da torta residual de pequi**. 2020. 51f. Dissertação (Mestrado Acadêmico em Biociências. – Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Ciências e Letras, Assis, 2020.

RESUMO

O Cerrado, segundo maior bioma brasileiro, possui uma rica flora e fauna dentre as savanas do mundo. O pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) é um fruto nativo desse bioma e apresenta muitos compostos bioativos como carotenoides, vitaminas A e E e compostos fenólicos que possuem ações anticarcinogênicas, antimicrobianas e antioxidantes. Esses compostos, no entanto, são sensíveis a exposição à luz e oxigênio. Para amenizar essa degradação podem ser utilizados métodos de encapsulação. A extração do óleo da polpa de pequi, por prensagem a frio, gera uma torta residual rica em compostos bioativos. Portanto, o objetivo do presente trabalho foi a encapsulação dos compostos fenólicos presentes na torta residual por meio da liofilização utilizando diferentes agentes encapsulantes (amido de mandioca modificado, goma arábica, maltodextrina e ovoalbumina). Para tanto foi obtido um extrato aquoso (1:6 m/v) da torta residual utilizando extração ultrassônica com os seguintes parâmetros: 240 W de potência, 50% de pulso e 10 minutos. Os materiais encapsulantes corresponderam a 20% do extrato. Inicialmente, o extrato foi misturado aos agentes encapsulantes puros com o intuito de verificar quais os melhores encapsulantes. Numa segunda etapa, foram utilizadas misturas de amido de mandioca modificado (AM) e maltodextrina (MD) para misturas nas proporções de 50% de AM e 50% de MD; 75% AM e 25% MD e 25% AM e 75% MD. Todas as amostras foram liofilizadas a -50 °C por 48 horas, originando pós de cor amarelada, os quais foram avaliados com relação às características físico-químicas. Após secagem, os pós apresentaram 3 a 4% de umidade, tanto nos pós com agentes encapsulantes puros como nas misturas de AM e MD. Nos processos utilizando agentes encapsulantes puros, o rendimento foi maior para o amido de mandioca modificado (73,1%) e os valores de retenção dos compostos fenólicos variaram entre 66-50%, sendo o maior para a goma arábica e o menor para a ovoalbumina. Os rendimentos obtidos com as misturas de AM e MD apresentaram uma média de 73,6% e a mistura de 75% AM e 25% MD alcançou retenção de compostos fenólicos de 90%, destacando-se entre as demais. Essa mistura demonstrou baixa higroscopicidade (10%), indicando uma boa estabilidade do material. A mistura 75% AM e 25% MD e o extrato liofilizado foram submetidos a testes de estabilidade a uma temperatura de 25 °C e exposição à luz (800 lux) durante 28 dias. Durante os 7 primeiros dias de armazenamento ambas amostras tiveram perdas significativas de compostos fenólicos, entretanto as amostras encapsuladas apresentaram perdas menores. O extrato puro apresentou grande variação de cor durante o armazenamento ($\Delta E = 12,1$), como consequência da possível perda de carotenoides. O AM e MD atuaram como bons agentes carreadores.

Palavras-chaves: Liofilização. Ultrassom. Bioativos. Fenólicos.

NUNES, Natalie Stephanie Sawada. **Obtaining powdered phenolic compounds by freeze-drying from residual pequi cake.** 2020. 51f. Dissertation (Masters in Biosciences). São Paulo State University (UNESP), School of Sciences, Humanities and Languages, Assis, 2020.

ABSTRACT

The Cerrado, the second largest Brazilian biome, has a rich flora and fauna among the world's savannas. Pequi (*Caryocar Brasiliense* Camb.) is a native fruit of this biome and has several bioactive compounds such as carotenoids, vitamins A and E and phenolic compounds that perform anticarcinogenic, antimicrobial and antioxidants actions. These compounds, however, are sensitive to light and oxygen exposure. To mitigate this degradation, encapsulation methods can be used. The oil extraction from pequi pulp, by cold pressing, generates a residual cake rich in bioactive compounds. Therefore, the objective of the present work was the encapsulation of the phenolic compounds present in the residual cake by freeze-drying using different encapsulating agents (modified cassava starch, Arabic gum, maltodextrin and ovoalbumin). For this, an aqueous extract (1:6 m/v) of the residual cake was obtained using ultrasonic extraction with the following parameters: 240 W of power, 50% of pulse and 10 minutes. The encapsulating materials corresponded to 20% of the extract. Initially, the extract was mixed with pure encapsulating in order to verify which are the best encapsulating. In second stage, modified cassava starch (AM) and maltodextrin (MD) were used for mixtures in the proportions of 50% AM and 50% MD; 75% AM and 25 MD and 25% AM and 75% MD. All samples were freezing drying at -50°C for 48 hours, resulting in yellowish powders, which were evaluated for physicochemical characteristics. After drying, the powders showed 3,4% moisture, both in powders with pure encapsulating agents and in mixture of AM and MD. In the processes using pure encapsulating agents, the yield was higher for modified cassava starch (73.1%) and the retention values of phenolic compounds varied between 66-50%, the highest for gum Arabic and the lowest for ovalbumin. The yields obtained with AM and MD mixtures showed an average of 73.6% and the mixture of 75% AM and 25% MD achieved retention of 90% phenolic compounds, standing out among the others. This mixture showed low hygroscopicity (10%), indicating good material stability. The 75% AM and 25% MD mixture and the freezing drying extract were subjected to stability tests at 25 °C and light exposure (800 lux) for 28 days. During the first 7 days of storage both samples had significant losses of phenolic compounds, however the encapsulated samples showed smaller losses. The pure extract showed great color variation during storage ($\Delta E = 12,1$), as a consequence of the possible loss of carotenoids. AM and MD acted as good carrier agents.

Keywords: Freeze drying. Ultrasound. Bioactive. Phenolic compounds

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	4
LISTA DE TABELAS.....	5
RESUMO.....	6
ABSTRACT.....	7
1. INTRODUÇÃO.....	10
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	11
2.1. PEQUI.....	11
2.2. COMPOSTOS BIOATIVOS.....	13
2.2.1. COMPOSTOS FENÓLICOS.....	15
2.3. PROCESSO DE EXTRAÇÃO: ULTRASSOM.....	15
2.4. ENCAPSULAÇÃO.....	16
2.4.1. LIOFILIZAÇÃO.....	17
2.4.2. AGENTES ENCAPSULANTES.....	17
2.4.2.1. AMIDO DE MANDIOCA MODIFICADO.....	17
2.4.2.2. GOMA ARÁBICA.....	18
2.4.2.3. MALTODEXTRINA.....	18
2.4.2.4. OVOALBUMINA.....	19
3. OBJETIVO GERAIS E ESPECÍFICOS.....	19
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	20
4.1. MATERIAL.....	20
4.1.1. PEQUI.....	20
4.1.2. AGENTE ENCAPSULANTE.....	20
5. MÉTODOS.....	20
5.1. PROCESSAMENTO DO PEQUI.....	20
5.2. OBTENÇÃO DOS EXTRATOS.....	21
5.3. MISTURA DE EXTRATO E MATERIAL ENCAPSULANTE.....	22
5.4. LIOFILIZAÇÃO.....	22
5.5. CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL ENCAPSULADO.....	23
5.5.1. UMIDADE.....	23
5.5.2. RENDIMENTO.....	23
5.5.3. FENÓLICOS TOTAIS.....	23
5.5.4. RETENÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS.....	24
5.5.5. SOLUBILIDADE.....	24
5.5.6. HIGROSCOPICIDADE.....	24
5.5.7. ESTABILIDADE DE ESTOCAGEM.....	25
5.5.8. CAROTENOIDES TOTAIS.....	25
5.5.9. ATIVIDADE ANTIOXIDANTE.....	25
5.5.10. COR.....	26
5.5.11. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	26
6. ANÁLISE DE RESULTADOS.....	26
7. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	26
7.1. CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL ENCAPSULADO.....	26
7.1.1. FORMULAÇÕES COM AGENTES ENCAPSULANTES.....	26
7.1.2. MISTURA DE AMIDO DE MANDIOCA MODIFICADO E MALTODEXTRINA.....	29

7.2. ESTABILIDADE DE ESTOCAGEM.....	32
8. CONCLUSÕES.....	38
9. REFERÊNCIAS.....	38

1. INTRODUÇÃO

O Brasil é conhecido pela diversidade de seus biomas, que apresentam extrema abundância de fauna e flora. Dentre os biomas se destaca o Cerrado, que é o segundo maior da América do Sul, ocupando cerca de 22% do território nacional. Considerado um hotspot mundial, devido a sua variedade de espécies endêmicas. Além disso, o Cerrado tem importância social, pois sua população sobrevive dos recursos naturais extraídos. Muitos frutos encontrados no Cerrado são comestíveis, portanto, são regularmente consumidos e também comercializados nos grandes centros urbanos (BRASIL, 2019).

Dentre os frutos conhecidos está o pequi (*Caryocar brasiliensis* Camb), muito utilizado na culinária local e na indústria cosmética para extração do seu óleo. Esta extração comumente é realizada de maneira artesanal pelo cozimento do fruto em água, porém essa técnica tem baixo rendimento e pode alterar as propriedades terapêuticas do produto final. Outro método que pode ser aplicado na extração do óleo é a extração por prensagem a frio que consiste na prensagem da polpa em uma prensa mecânica, gerando um óleo com alta qualidade e propriedades terapêuticas, uma vez que é livre da mistura com solventes (MARIANO, 2008). A prensagem a frio da polpa de pequi gera uma torta residual que pode ser utilizada para extração de compostos bioativos.

O fruto do pequizeiro possui diversos compostos bioativos que podem ser utilizados na prevenção de doenças. Os compostos bioativos mais abundantes encontrados no pequi são os carotenoides, compostos fenólicos, vitaminas A e C (OLIVEIRA, 2006; SANTOS et al., 2013; REIS e SCHMIELE, 2019). Com a finalidade de melhorar a qualidade de vida das pessoas, diversos estudos apresentam a extração desses compostos, visando sua aplicação nas indústrias alimentícias e farmacêuticas.

Para isso são utilizados uma variedade de métodos de extração dos compostos bioativos. Os métodos tradicionais de extração fazem o uso de solventes, o que muitas vezes podem ser prejudiciais a saúde e também ao

ambiente. Assim, métodos alternativos são constantemente buscados pelos pesquisadores e indústrias. Dentre os métodos alternativos de extração está a utilização do ultrassom (AZMIR et al., 2013; GOLTZ et al., 2018).

A extração de compostos bioativos feita por ultrassom tem sido amplamente utilizada, pois há uma diminuição no uso de solventes e uma redução no tempo de extração. A cavitação gerada pelo ultrassom causa uma alta taxa de cisalhamento, rompendo a parede celular, facilitando a entrada do solvente na célula e extraíndo melhor os bioativos (CORBIN et al., 2015; CHEMAT et al., 2017; GOLTZ et al., 2018).

Os compostos bioativos contidos nas plantas agem como antioxidantes, oxidando radicais livres. Devido a essa capacidade, esses compostos são sensíveis quando expostos a luz e ao oxigênio. Para prologar e preservar essa capacidade é necessário utilizar uma técnica como a microencapsulação que emprega agentes encapsulantes, possibilitando a formação de uma barreira entre o material e o ambiente. Visando a proteção desses biocompostos emprega-se, juntamente com a microencapsulação, a liofilização, que consiste na retirada da água por sublimação do material. A aplicação dessas técnicas, pode preservar e prolongar a capacidade antioxidante dos compostos bioativos (NESTERENKO et al., 2013; CARMO, FERNANDES, BORGES, 2015).

Com base no que foi descrito acima, o presente trabalho teve como objetivo utilizar a torta residual gerada pela extração do óleo de pequi por prensagem a frio para extração de compostos fenólicos por meio da técnica que emprega ultrassom e posterior encapsulação desses compostos bioativos com agentes carreadores (amido de mandioca modificado, goma Arábica, maltodextrina e ovoalbumina) e liofilização.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

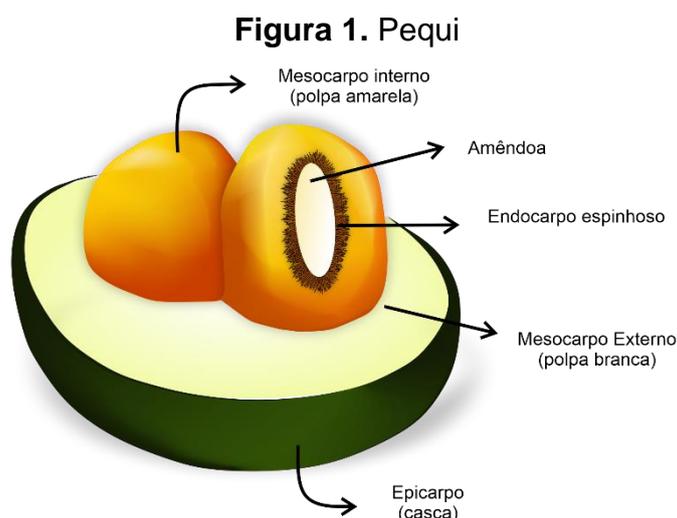
2.1. PEQUI

O Cerrado constitui o segundo maior bioma da América do Sul, localizado no Planalto Central, sendo umas das principais áreas com prioridade de conservação devido a sua rica flora dentre as savanas do mundo (RESENDE-MOREIRA et al., 2017). O pequi é uma espécie encontrada no Cerrado em diversos estados como Bahia, Distrito Federal, Goiás, Mato

Grosso, Mato Grosso do Sul, Minas Gerais, Paraná, Rondônia dentre outros, também pode ser encontrado na Bolívia e no Paraguai (EMBRAPA, 2009).

Os frutos presentes no Cerrado têm características sensoriais intrínsecas e grande qualidade nutricional, demonstrando-se atrativos para pesquisa e comercialização (ANGELLA, 2014; MORZELLE et al., 2015; REIS e SCHMIELE, 2019). As condições ambientais desse bioma são bastante particulares: períodos de secas ou de alta precipitação, solos pobres de nutrientes, alta incidência de radiação UV e incidência de incêndios. Devido, as particularidades desse bioma as plantas se utilizam de mecanismos de defesa para proteção de agentes químicos, físicos e biológicos, sendo esses compostos bioativos, que podem ser aromas e toxinas para repulsar os seus predadores (REIS e SCHMIELE, 2019).

O pequi pertence à família Caryocaraceae, seu porte varia entre arbustivo e arbóreo, com sua altura variando de 8 a 12 metros. Os frutos têm uma casca fina verde-acinzentada, são globulosos do tipo drupáceo, com 4 a 6 lócus, o mesocarpo é fibroso e a polpa tem coloração amarelada a alaranjada (figura 1). O endocarpo é duro e contém pequenos espinhos que protege a amêndoa (EMBRAPA, 2009).



Fonte: Elaboração própria

O pequi e seus derivados são abundantemente comercializados no Cerrado brasileiro, sendo utilizado nas indústrias alimentícias e de cosméticos (SANTOS et al., 2013). Para as famílias que vivem nessas regiões, a extração

e processamento do pequi em produtos é a base econômica. Os produtos encontrados são variados podendo ser desde óleo e licores até farofas e doces. Segundo dados de IBGE (2018) a produção brasileira de pequi foi de 21,495 toneladas no ano de 2018 e o preço mínimo é de R\$0,62 por quilo (COHAB, 2019).

A extração do óleo de pequi pode ser feita pelo método artesanal que consiste no cozimento, porém essa metodologia tem baixo rendimento e traz alteração na composição química do óleo (MARIANO, 2008). O outro método para extração do óleo de pequi compreende uma sequência de etapas: pré-tratamento térmico, prensagem, extração da torta final com hexano e refino. Entretanto, o uso de processamento térmico afeta as propriedades terapêuticas e nutricionais do óleo. (PARMENTIER et al., 2004). A utilização de solventes orgânicos como o hexano apresenta um rendimento superior a 95%, porém exigem cuidados especiais em sua manipulação, pois, em sua maioria, são líquidos de alta volatilidade e inflamabilidade, podendo causar explosões e incêndios (ROSENTHAL et al., 1996). Um terceiro método para extração do óleo de pequi é a prensagem a frio que pode ser feita quando se deseja que o óleo esteja livre da mistura de solvente, além disso, é uma técnica que preserva as propriedades terapêuticas e gera uma torta residual que pode ser aproveitada para extração de compostos bioativos.

Os frutos do pequizeiro apresentam diversos compostos como lipídeos (ricos em ácidos graxos palmítico e oleico) que constituem 30 a 40%, proteínas (4 a 5%), carotenoides (α e β -caroteno) que são 7,25 mg por 100 g de polpa, compostos fenólicos (polifenóis e proantocianidinas não extraíveis) (OLIVEIRA, 2006; REIS e SCHMIELE, 2019) e vitaminas A e C (SANTOS et al., 2013; REIS e SCHMIELE, 2019).

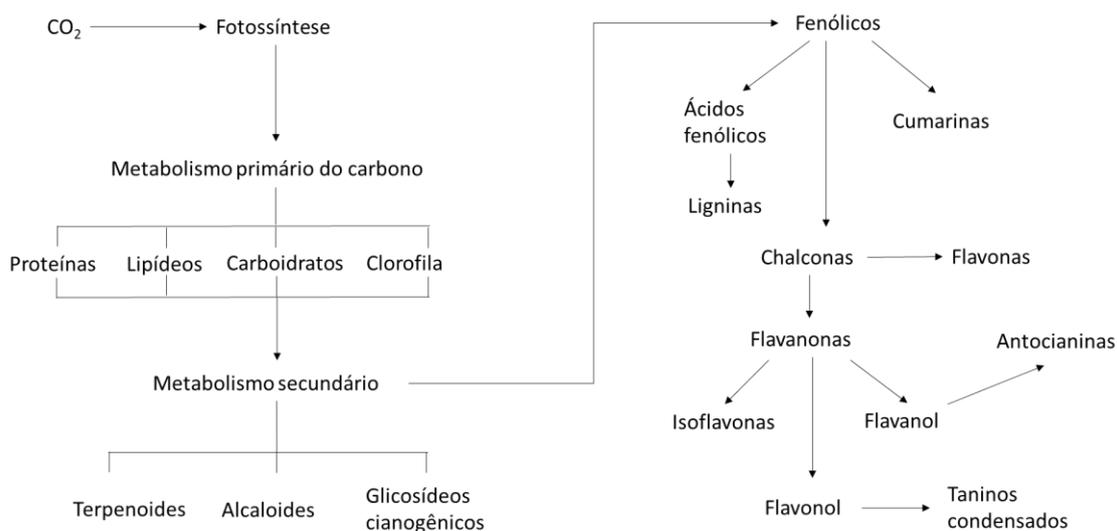
2.2. COMPOSTOS BIOATIVOS

Os compostos bioativos encontrados nas plantas são divididos em dois grupos principais: metabolitos primários e secundários. Para a manutenção da célula são produzidos os metabolitos primários, como ácidos graxos, proteínas, carboidratos e ácidos nucleicos.

Os metabolitos secundários estão envolvidos na fotossíntese e no metabolismo respiratório, sendo essenciais para sobrevivência da planta, pois atuam na defesa dos vegetais (CHIKEZIE et al., 2015; VUOLO, LIMA, JUNIOR, 2019). Além disso, atuam na sinalização de compostos, atração de agentes polinizadores ou animais para dispersão de sementes e protegem a planta de oxidantes e radiação ultravioleta (VORA, 2017; VUOLO, LIMA, JUNIOR, 2019).

A classificação dos metabolitos secundários é feita de acordo com sua estrutura e sua rota biossintética. São divididos em 3 grandes grupos: (1) flavonoides, fenólicos e compostos polifenólicos; (2) terpenoides e (3) alcaloides contendo nitrogênio e compostos contendo enxofre (VORA, 2017; VUOLO, LIMA, JUNIOR, 2019) (figura 2).

Figura 2. Metabolismo primário e secundário em plantas



Fonte: Adaptada de VORA (2017); VOULO, LIMA e JUNIOR (2019)

Os compostos bioativos agem como antioxidantes, prevenindo ou retardando a oxidação. A atuação desses compostos pode ser feita por meio da redução de radicais livres (antioxidantes primários) ou por mecanismo indireto de radicais livres (antioxidantes secundários). Os mecanismos podem ser: conversão de hidroperóxidos em espécies radicais não reativas, absorção de radiação UV, ligações com íons metálicos, sequestro de oxigênio ou desativação de oxigênio singlete (GORDON, 1990; 2001). Além disso, esses compostos podem ter propriedades antimicrobianas, anticarcinogênicas, antidegenerativas e retardadoras do envelhecimento (REIS, 2019).

A inclusão de compostos bioativos promotores do bem-estar e prevenção de doenças, na alimentação, tem despertado muito interesse no mercado consumidor (ALENISAN et al., 2017). Esses podem ser incorporados como aditivos alimentares, atuando no sabor, cor, textura e conservação de alimentos (ĐORĐEVIĆ et al., 2015).

2.1.1. COMPOSTOS FENÓLICOS

Os compostos fenólicos (flavonoides, fenólicos aliados e compostos polifenólicos) são os metabolitos mais encontrados nas plantas. Derivam da via das pentoses fosfato, chiquimato e fenilpropanoide. (HARBORNE, 1980; VUOLO, LIMA, JUNIOR, 2019), e estão diretamente envolvidos na defesa das plantas contra agentes externos como microrganismos, insetos e também a radiação solar (FERRAZZANO et al., 2011).

A estrutura dos compostos fenólicos consiste em um anel aromático contendo um ou mais substituintes hidroxila, podendo ser moléculas simples até compostos altamente polimerizados. A estrutura mais encontrada são as conjugadas com mono ou polissacarídeos associadas com um ou mais grupo fenólico. As classes mais importantes para dieta humana são os ácidos fenólicos, flavonoides e taninos (HELENO, et al., 2015; VUOLO, LIMA, JUNIOR, 2019).

2.3. PROCESSO DE EXTRAÇÃO: ULTRASSOM

A extração de polifenóis provenientes de plantas pode ser feita por diversas técnicas e a seleção do melhor método é, principalmente, baseada no rendimento da extração e no custo (ŽIVKOVIĆ et al., 2018).

As técnicas de extração mais tradicionais, geralmente, são feitas por meio de solventes e na aplicação de calor (AZMIR et al., 2013). O fator principal a ser considerado na escolha do solvente é a polaridade do composto que se quer extrair, além de outros fatores, como a afinidade da molécula com o solvente, transferência de massa, uso de um co-solvente, segurança ambiental, toxicidade humana e viabilidade financeira (AZMIR et al., 2013; GOLTZ et al., 2018).

O ultrassom tem sido utilizado pelas indústrias alimentícias e produtoras de fármacos na extração de compostos fitoquímicos e antioxidantes como ácidos graxos, alcaloides, ésteres, esteroides, flavonoides, fenóis, óleos, vitaminas A, D e E (MALICANIN et al., 2014; HÉRNADEZ-SANTOS et al., 2016). Essa técnica permite a redução do tempo de extração e o consumo de solvente, maximizando a extração dos compostos bioativos (CORBIN et al., 2015 e GOLTZ et al., 2018). As cavitações acústicas geradas pelo ultrassom causam alta força de cisalhamento, rompendo as paredes celulares das plantas, o que permite a penetração do solvente no material, liberando com maior facilidade o conteúdo intracelular. Além disso, a cavitação acústica causa implosões de bolhas em meio líquido, levando a turbulência e mistura. Em termos moleculares, existem diversos mecanismos envolvidos na cavitação como fragmentação, erosão por capilaridade, detexturação e sonoporação. Eles atuam no processo de extração por ultrassom de forma individual ou combinada (CORBIN et al., 2015; CHEMAT et al., 2017; GOLTZ et al., 2018).

2.4. ENCAPSULAÇÃO

A microencapsulação consiste em incluir no material encapsulante pequenas partículas (sólidas, líquidas ou gasosa) do composto de interesse (DRUSCH et al., 2012; CARMO, FERNANDES, BORGES, 2015), formando uma barreira física entre a partícula ou composto bioativo sensíveis do núcleo e o meio externo (NESTERENKO et al., 2013; CARMO, FERNANDES, BORGES, 2015). Essa barreira traz proteção aos compostos da oxidação, pH, umidade. Essa técnica é amplamente utilizada na indústria de alimentos para proteger ingredientes alimentícios funcionais como sabores, óleos essenciais e corante contra interação com outros compostos ativos, oxidação, perda volátil e oxidação (CARNEIRO et al., 2013; GHARSALLAOUI et al., 2007; SHAMAEI et al., 2017). O tamanho das cápsulas pode ser classificado em 3 categorias: macro ($>5000 \mu\text{m}$), micro ($0,2-5000 \mu\text{m}$) e nano cápsulas ($<0,2 \mu\text{m}$) (BAKER, 1986; AZEREDO, 2005).

A capacidade dos compostos bioativos de reagir com outros compostos, torna-os instáveis, deste modo, para aumentar ou prolongar a estabilidade deles, é comum a utilização de métodos de encapsulação. Para tanto, existem diversos métodos de encapsulação como a liofilização, *spray drying*,

coacervação, entre outros. Além dessa classificação, as cápsulas podem ser divididas em dois grupos: aquelas que o material bioativo é disperso na matriz e aquelas que há um núcleo concentrado na região central, circundado pelo material de parede (AZEREDO, 2005).

2.4.1. LIOFILIZAÇÃO

A liofilização é uma técnica que pode ser utilizada para microencapsulação de compostos bioativos e consiste em duas etapas: o congelamento rápido do produto e a sublimação que consiste em passar a água do estado sólido para o gasoso. Para que isso ocorra, tem-se pressão e temperatura em condições controladas, de modo que a temperatura e a pressão de vapor da camada de gelo sublimável estejam abaixo do ponto tríplice da água (KING, 1998). Esse processo gera produtos de excelente qualidade, pois é pouco degradante e desnaturante, o que reduz as perdas vitamínicas e constituintes voláteis, que são mudanças associadas à altas temperaturas. Além disso, permite o realce do sabor, reconstituição rápida e aparência fiel do produto, também facilidade no armazenamento e transporte (KRUMREICH et al., 2016).

2.4.2. AGENTES ENCAPSULANTES

Diversos materiais encapsulantes são usados frequentemente para encapsular produtos alimentícios, como gomas, maltodextrina, proteínas isoladas, amido modificado e inulina, entre outros (OLIVEIRA et al., 2018).

A microencapsulação de polifenóis pode ser feita com diversos tipos de materiais encapsulantes como polissacarídeos (maltodextrina, goma arábica, amido e xaropes de milho), lipídeos (mono e diglicerídeos) e proteínas (proteína de soja, gelatina, albumina e caseína) (YADAV et al., ESTÉVEZ et al. 2019; FARRAG et al. 2018; GIBIS et al. 2014; DRUSCH e SCHAWARZ 2006).

2.4.2.1. AMIDO DE MANDIOCA MODIFICADO

O amido é um dos polímeros naturais mais comuns na terra. Comercialmente extraído de diversas fontes, como milho, tapioca, batata, trigo, arroz e milho ceroso, sendo um material relativamente barato.

O amido é um polímero semicristalino com elevado peso molecular, sendo formado por moléculas de glicose por meio de ligações glicosídicas, primariamente por ligações alfa 1-4 e secundariamente por ligações alfa 1-6. Existem dois tipos de polímeros encontrados no amido, a amilose que é cadeia linear e a amilopectina que é a cadeia ramificada. A primeira é uma cadeia longa e linear que forma filmes fortes e flexíveis, a segunda não forma filmes fortes, porém traz estabilidade na formação de géis (KENYON, 1995; ABDILLAHI et al., 2013; AZEVEDO et al., 2018). Na sua forma nativa, o amido tem uso limitado, pois suas propriedades físico-químicas os tornam instáveis durante o processamento e estocagem.

Os grânulos do amido de mandioca sofrem grande inchamento quando aquecidos com água, assim é considerado de alta expansão (HENRIQUE, CEREDA E SARMENTO, 2008). A formação de produtos com propriedades diferentes é possível por meio da alteração da estrutura química do amido nativo, utilizando métodos físicos, químicos, enzimáticos ou a combinação de todos (HENRIQUE, CEREDA, SARMENTO, 2008; CEREDA, VILPOUX, DEMIATE, 2003).

2.4.2.2. GOMA ARÁBICA

A goma arábica é extraída do exsudado de Acácia que pode ser levemente ácida ou neutra. Como características, apresenta baixa viscosidade em solução e alta solubilidade em água e propriedades emulsificantes, sendo a mais versátil para diversos métodos de encapsulação. Sua única desvantagem é o preço elevado dessa goma. (KENYON, 1995; BE MILLER, WHISTLER, 1996; REZENDE, NOGUEIRA, NARAIN, 2018).

Classificada como um heteropolissacarídeo complexo formado por polissacarídeos, glicoproteínas e sais. Sua cadeia polissacarídica é formada por D-galactose e suas ramificações são de L-ramnose, L-arabinose e ácido L-glicurônico (SUKHOTU et al., 2016; PEREIRA et al., 2018).

2.4.2.3. MALTODEXTRINA

Segundo o Food and Drugs Administration (FDA), maltodextrina ((C₆H₁₀O₅)_n, CAS Reg. Nº 9050-36-6) é um polímero sacarídeo nutritivo e não

agridoce composto por unidades de glicose ligadas, principalmente, por ligações alfa-1-4 e que possui a dextrose equivalente menor que 20. Caracterizada como um pó branco, preparado por meio de hidrólise parcial de amido de milho, amido de batata ou amido de arroz por ácido e enzimas adequados e seguros. A aplicação da maltodextrina na microencapsulação é devido suas características de baixa higroscopicidade, alta solubilidade e baixo custo (PEREIRA et al., 2018).

2.4.2.4. OVOALBUMINA

As proteínas da clara do ovo possuem várias aplicações nos setores alimentícios devido a suas propriedades como formação de espuma, gelificação e emulsificação (ARZENI, PEREZ e PILOSOF, 2015; SPONTON et al., 2017). A principal proteína da clara do ovo é a ovoalbumina, uma proteína globular que corresponde a 54%. Seu peso molecular é de 43 KDa, constituída por 385 aminoácidos, metade são hidrofóbicos e seu ponto isoelétrico é aproximadamente 4,5 (WEIJERS e VISSCHERS, 2002; SPONSON et al., 2015; VISENTINI et al., 2017).

3. OBJETIVOS GERAIS E ESPECÍFICOS

O objetivo geral deste trabalho foi a encapsulação dos compostos fenólicos presentes na torta resultante da prensagem a frio da polpa de pequi utilizando diferentes agentes encapsulantes e secagem por liofilização.

Os objetivos específicos foram:

- Extrair os compostos fenólicos da torta resultante da prensagem a frio da polpa de pequi utilizando o método de extração assistida por ultrassom;
- Encapsular o extrato obtido por meio da liofilização utilizando diferentes agentes encapsulantes e suas misturas;
- Avaliar o rendimento e a eficiência do processo de encapsulação por liofilização;
- Avaliar a morfologia e características físico-químicas das partículas obtidas;

- Estudar a estabilidade dos compostos fenólicos encapsulados em relação a luz.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. MATERIAL

4.1.1. PEQUI

Os frutos de pequi utilizados foram obtidos no CEASA (Centrais de Abastecimento de Campinas, Campinas, SP), provenientes do estado de Goiás, safra de 2016/2017. Nos processos de extração e encapsulação foram utilizadas as tortas residuais obtidas da extração do óleo da polpa de pequi por prensagem a frio. Após a prensagem as tortas foram trituradas e transformadas em pó para posterior extração.

4.1.2. AGENTES ENCAPSULANTES

Os materiais utilizados como encapsulantes foram o amido de mandioca modificado (Podium Alimentos – Tamboara, PR), a goma arábica (Dinâmica – Indaiatuba, SP), a maltodextrina DE 10 (Cargill, Uberlândia, MG) e ovoalbumina (Maxxi ovos – Indaiatuba, SP).

5. MÉTODOS

5.1. PROCESSAMENTO DO PEQUI

Os frutos do pequi foram escolhidos, descascados, lavados em água corrente e armazenados em freezer (-20 °C) em sacos de polietileno até o momento do uso. Para obtenção das tortas, as polpas de pequi foram retiradas manualmente dos frutos, picadas, secas em estufa com circulação forçada de ar a 40°C por 24 horas. Após esse período, a polpa foi prensada para extração do óleo, em uma miniprensa hidráulica (PH 10, Nowak, Brasil) sendo aplicada uma força de 0,5 ton/cm² durante uma hora. O óleo extraído foi acondicionado em um vidro âmbar e armazenado a -18°C. A torta residual foi envolvida em papel alumínio e armazenada em dessecador, para posterior trituração (Figura 3).

Figura 3. (a) Pequi antes da secagem; (b) depois da secagem; (c) óleo de pequi extraído; (d) torta residual



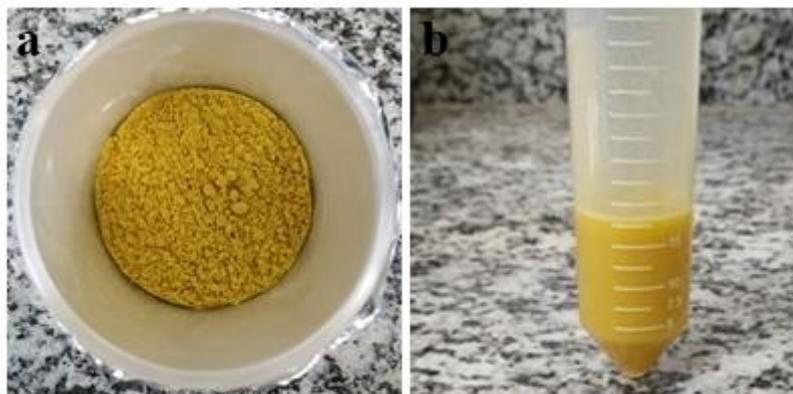
Fonte: Elaboração própria

5.2. OBTENÇÃO DOS EXTRATOS

A extração foi realizada utilizando uma sonda ultrassônica de potência (Sonic Ruptor 400, Omni International, Kennesaw, GA). A torta residual triturada foi misturada ao solvente aquoso na proporção de 1:6 (m:v), para padronização do extrato manteve-se o extrato a 5 ° Brix. Posteriormente, este foi submetido à uma sonda ultrassônica durante um período de 10 minutos, com uma potência de 60% (240 W) e um pulso de 50%, conforme Leite et al. (2018). A amostra ultrassonicada foi passada por uma peneira cônica de aço inox, para retirada das partículas sólidas maiores, sendo a parte aquosa (extrato) utilizado no processo de encapsulação (Figura 4). A solução aquosa foi escolhida para extrair os polifenóis da torta residual devido ao fato que as

moléculas dos compostos fenólicos são polares, assim a difusão desses compostos é mais rápida para o solvente em menor tempo (CHIRINOS et al. 2007, MACHADO, MELLO, HUBINGER, 2013).

Figura 4. (a) Torta residual triturada; (b) Extrato



Fonte: Elaboração própria

5.3. MISTURA DE EXTRATO E AGENTE ENCAPSULANTE

Os agentes encapsulantes (amido de mandioca modificado, goma arábica, maltodextrina e ovoalbumina) equivaliam a 20% (m/v). Em uma primeira etapa foram selecionados os dois melhores agentes encapsulantes, sendo, posteriormente, testada a mistura dos dois materiais.

Para o preparo com maltodextrina e goma arábica foi utilizada a metodologia descrita por Ascheri (1999) com modificações. A maltodextrina foi adicionada diretamente ao extrato. A goma arábica foi dissolvida em água destilada a 60-70°C e submetida à centrifugação a 2,717 x g por 15 minutos para retirada das impurezas, e então adicionada ao extrato. O amido de mandioca modificado foi dissolvido em água destilada e submetido a aquecimento até completa gelatinização. A ovoalbumina foi adicionada diretamente ao extrato. Posteriormente, os diferentes carreadores e o extrato da torta foram homogeneizados utilizando sonda ultrassônica (MALACRIDA et al., 2015) com potência de 200 W por de 3 minutos.

5.4. LIOFILIZAÇÃO

As amostras foram congeladas a -20°C e liofilizadas em liofilizador (modelo L101 - Liotop®) por 48 horas com a temperatura de -50°C. Após esse

período, o material foi triturado utilizando um almofariz. A conservação do material foi feita em sacos de polietileno de baixa densidade, envolvidos em papel alumínio, estocados em dessecador para evitar a incidência de luz e umidade.

5.5. CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL ENCAPSULADO

5.5.1. UMIDADE

A umidade foi determinada gravimetricamente em estufa a 105 °C até peso constante (4 horas) (AOAC, 1995).

5.5.2. RENDIMENTO

O rendimento do processo de encapsulação (%RD) foi determinado pela seguinte equação:

$$\%RD = \frac{MSF}{MSI} \times 100$$

Onde:

MSI = massa total de sólidos antes da encapsulação;

MSF = massa total de sólidos após a encapsulação.

A massa total dos sólidos antes da encapsulação correspondia a massa inicial do extrato que foi determinada previamente mais a massa pesada de agente encapsulante.

5.5.3. FENÓLICOS TOTAIS

Os fenólicos totais foram determinados pelo método espectrofotométrico utilizando o reagente de Folin-Ciocalteu. (SINGLETON; ROSSI, 1965). Para a técnica 0,1 mL do extrato (com ou sem agente encapsulante) foi reconstituído com água destilada e adicionado a tubos de ensaio, posteriormente foi pipetado 0,5 mL do reagente de Folin-Ciocalteu, após 3 minutos foram adicionados 1,5 mL de carbonato de cálcio (20%) e 8 mL de água destilada, os tubos foram homogeneizados e colocados em repouso por 1 hora em um local sem luz e após esse período foram lidos em espectrofotômetro a 765 nm. O ácido gálico foi utilizado como padrão. Os teores de fenólicos totais foram

expressos em miligramas de equivalentes de ácido gálico por grama de material (mg EAG/g), em base seca.

5.5.4. RETENÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS

A eficiência de encapsulação foi feita em termos de retenção, ou seja, a porcentagem de fenólicos retida após a liofilização. E foi calculada pela seguinte equação:

$$RT\% = \frac{C_F}{C_0} \times 100$$

Onde:

C_F = Concentração de fenólicos no material encapsulado (mg/g)

C_0 = Concentração teórica de fenólicos do extrato (mg/g)

5.5.5. SOLUBILIDADE

A solubilidade das amostras foi determinada de acordo com a metodologia de Cano-Chauca et al. (2005), 1 grama do material foi adicionado em 100 mL de água destilada sob agitação por 5 minutos em agitador com barra magnética. Posteriormente, a mistura foi filtrada em papel filtro e uma alíquota de 20 mL foi transferida para placa de Petri, previamente tarada, e em seguida, foram colocadas em estufa de circulação de ar forçada por 5 horas em temperatura de 105°C. O cálculo de porcentagem foi calculado pela diferença de peso.

5.5.6. HIGROSCOPICIDADE

Os ensaios de higroscopicidade foram conduzidos de acordo com a metodologia descrita por Cai e Corke (2000), com modificações. 1 grama do material foi acondicionado em recipiente hermético juntamente com uma solução de NaCl (75,3% de umidade relativa) e colocado em uma B.O.D. com temperatura controlada de 20°C. Após uma semana, a amostra foi pesada. A higroscopicidade foi expressa em grama de umidade adsorvida por 100 gramas de massa seca da amostra.

5.5.7. ESTABILIDADE DE ESTOCAGEM

As amostras de material encapsulado foram embaladas e seladas em saco de polietileno de baixa densidade e armazenadas em B.O.D a uma temperatura de 25°C na presença de luz (800 lux) por 28 dias, distribuídas uniformemente pela câmara, de modo que a iluminação fosse distribuída igualmente. Amostras foram retiradas a cada 7 dias para análise de umidade e compostos fenólicos totais, em um total de 28 dias.

5.5.8. CAROTENOIDES TOTAIS

A determinação dos carotenoides totais foi feita pelo método espectrofotométrico descrito por Rodríguez-Amaya (1999). Tubos de ensaios contendo, aproximadamente, 1 g do material e 10 mL de clorofórmio, foram agitados em agitador de tubos por 10 minutos. A mistura foi filtrada, sendo a parte sólida submetida a uma nova extração com mais 10 mL de clorofórmio. As partes líquidas recolhidas foram combinadas em um balão volumétrico de 20 mL e completadas com clorofórmio até o menisco. Após esse procedimento, foi feita a leitura em espectrofotômetro com comprimento de onda de 450 nm. Para o cálculo dos carotenoides totais utilizou-se o coeficiente de absortividade molar para β -caroteno em clorofórmio ($E=2396$).

5.5.9. ATIVIDADE ANTIOXIDANTE

A atividade antioxidante foi determinada conforme metodologia descrita por Brand-Willians et al. (1995), com modificações feitas pela Embrapa (2007). Esse método consiste em avaliar a atividade sequestradora do radical livre 2,2-difenil-1-picril-hidrazila (DPPH). Para o cálculo da porcentagem de inibição, 1,5 g do pó liofilizado foi diluído em 15 mL de metanol (50%), dessa solução foram feitas diluições de 75, 50 e 25 mg/mL, De cada uma das soluções foram pipetas 0,1 mL e misturados com 3,9 mL de uma solução de DPPH (60 mM) utilizando vortéx. Após 1 hora e 20 minutos para o pó encapsulado e 10 minutos para o extrato puro, a absorbância da mistura foi medida a 515 nm. Uma amostra controle foi preparada e a absorbância medida de forma idêntica. Os valores de absorbância obtidos foram convertidos em porcentagem inibitória pela fórmula:

$$\% \text{ Inibitória} = \frac{(Abs_{controle} - Abs_{amostra})}{Abs_{controle}} * 100$$

onde $Abs_{controle}$ é a absorbância da amostra controle e $Abs_{amostra}$ é a absorbância da mistura amostra + DPPH.

5.5.10. COR

A análise de cor foi realizada por medidas objetivas feitas em colorímetro Hunter. Foram determinadas a luminosidade (L) e as coordenadas cromáticas a (+ a = vermelho e - a = verde) e b (+ b = amarelo e - b = azul). A saturação de cor (C), o ângulo de tonalidade cromática (h) e a diferença global de cor (ΔE) foram calculados utilizando os parâmetros a , b e L pelas seguintes fórmulas:

$$C = [(a)^2 + (b)^2]^{1/2}$$

$$h = \arctan(b/a)$$

$$\Delta E = [(L_0 - L)^2 + (a_0 - a)^2 + (b_0 - b)^2]^{1/2}$$

5.5.11. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A morfologia da amostra foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando um microscópio eletrônico de varredura (modelo 960, Zeiss, Goettingen, Alemanha). O pó foi fixado usando fita adesiva revestida com ouro sob vácuo (Bal-Tec Sputter Coater SCD 050, Scotia, NY). O MEV foi realizado com uma voltagem de aceleração (EHT) de 30 kV e uma distância de trabalho de 8,5 mm (WD).

6. ANÁLISE DOS RESULTADOS

Os resultados obtidos das determinações analíticas em triplicata foram avaliados estatisticamente por análise de variância (ANOVA), com auxílio do software Minitab® com nível de significância de 5% ($p \leq 0,05$).

7. RESULTADOS E DISCUSSÕES

7.1. CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL ENCAPSULADO

7.1.1. FORMULAÇÕES COM AGENTES ENCAPSULANTES

A Tabela 1 apresenta as porcentagens de umidade das formulações após liofilização. Os valores obtidos variaram entre 3 a 5,5%, sendo observada

diferença significativa entre o extrato liofilizado e os extratos misturados com agentes encapsulantes, demonstrando que os carreadores resultam em pós mais secos. No estudo realizado por Krumreich et al. (2016), foram encontrados valores de umidade de 6,03% para liofilizado de uvaia com maltodextrina e 7,18% para liofilizado de uvaia com goma arábica. O baixo teor de umidade nos pós garante a estabilidade microbiológica, evita degradação química e preserva as propriedades iniciais do material (RAY, RAYCHAUDHURI, CHAKRABORTY, 2016).

Tabela 1. Caracterização físico-químicas do extrato e dos pós obtidos com agentes encapsulantes após liofilização

Formulação	Extrato	Amido de mandioca modificado	Goma Arábica	Maltodextrina	Ovoalbumina
Umidade (% b. u.)	5,7±1,25 ^a	3,5±0,71 ^{ab}	4,0±0,90 ^{ab}	3,0±0,75 ^b	3,1±0,62 ^b
Rendimento (%)	87,0±2,72 ^a	73,0±1,38 ^b	71,0±5,09 ^b	70,4±1,18 ^b	69,7±3,30 ^b
Retenção de Fenólicos (%)	100±0,00 ^a	58,1±16,67 ^b	66,1±9,37 ^b	60,1±11,30 ^b	50,1±11,26 ^b
Solubilidade (%)	62,0±0,86 ^a	67,4±0,77 ^b	84,3±1,68 ^c	84,4±1,11 ^c	67,5±2,62 ^b
Compostos Fenólicos totais (mg EAG/g)	7,6±0,47 ^a	1,18±0,30 ^b	4,4±0,50 ^c	2,3±0,12 ^d	3,5±0,53 ^c
Carotenoides totais (mg/g amostra)	25,5±2,13 ^a	8,2±1,44 ^b	8,0±1,11 ^b	7,2±0,30 ^b	12,5±1,51 ^c
Parâmetros de cor					
<i>L</i>*	65,6±0,02 ^a	78,9±0,00 ^b	71,9±0,05 ^c	76,5±0,01 ^d	75,4±0,00 ^e
<i>a</i>*	9,1±0,02 ^a	2,5±0,00 ^b	4,4±0,00 ^c	3,0±0,00 ^d	5,5±0,01 ^e
<i>b</i>*	40,5±0,02 ^a	29,3±0,00 ^b	30,0±0,02 ^c	30,9±0,00 ^d	39,4±0,03 ^e
<i>h</i>*	77,3±0,02 ^a	85,0±0,00 ^b	81,0±0,00 ^c	84,3±0,00 ^d	82,0±0,01 ^e
<i>C</i>*	41,5±0,02 ^a	29,4±0,00 ^b	30,4±0,02 ^c	31,1±0,00 ^d	39,8±0,03 ^e

Fonte: Elaboração própria.

*Médias seguidas de mesma letra, na mesma linha, não diferem estatisticamente entre si pelo Teste de Tukey ($p \leq 0,05$)

De acordo com a Tabela 1, houve diferença significativa de rendimento entre o extrato puro e as demais formulações com agentes encapsulantes. Essa diferença pode ser justificada por perdas de material durante o processo, que podem estar relacionadas com a troca de recipientes, uma vez que quando adicionados os agentes encapsulantes a mistura torna-se mais viscosa, o que dificulta a transferência do conteúdo total.

Os agentes encapsulantes escolhidos para os testes não apresentaram diferenças estatisticamente significativas (Tabela 1) para a retenção dos compostos fenólicos. Assim, considerando os maiores valores, os agentes encapsulantes amido de mandioca modificado e maltodextrina foram escolhidos para a etapa posterior. O preço desses materiais e sua maior disponibilidade no mercado, também reforçou a escolha desses agentes, uma vez que a goma arábica tem um custo elevado. Além disso, foram realizadas análises de compostos fenólicos totais nos agentes encapsulantes puros a fim de verificar a possível influência destes no material encapsulado. Tanto o amido de mandioca modificado quanto a maltodextrina não apresentaram quantidade significativa destes compostos quando testados sem a presença de extrato ao contrário da goma arábica ($1,90 \text{ mg} \pm 0,01 \text{ EAG/g}$) e ovoalbumina ($2,70 \pm 0,01 \text{ mg EAG/g}$).

Ballesteros et al. (2017) relataram um valor de 62% de retenção de compostos fenólicos extraídos de grãos de café, utilizando 100% de maltodextrina, valor aproximado da retenção obtida nesse trabalho utilizando o mesmo material (60,10%) e também quando utilizado amido de mandioca modificado (58,10%).

A solubilidade do extrato puro difere das demais, apresentando o menor valor, o que pode estar relacionado ao óleo residual contido na amostra. A maior solubilidade dos materiais encapsulados é interessante do ponto de vista da aplicabilidade em meios aquosos.

O extrato puro apresentou um valor de carotenoides de $25,50 \text{ mg/g}$ de amostra, conforme misturado com os agentes carreadores esse valor decresceu significativamente. Segundo Soares (2018), os carotenoides na fruta

in natura são mais estáveis, sendo que durante o processamento a estrutura dos carotenoides é modificada, tornando-os mais susceptíveis as reações oxidativas. Quanto aos parâmetros de cor, o extrato apresentou valores altos de b^* , baixos valores de a^* e valores de h^* próximos de 90, indicando a cor amarela característica do extrato. Os valores de L^* foram maiores para o extrato misturado com os agentes carreadores, indicando amostras mais claras, ou seja, houve diluição dos pigmentos. Também houve a diminuição do parâmetro C^* quando o extrato foi misturado aos agentes encapsulantes, demonstrando cores mais opacas.

7.1.2. MISTURA DE AMIDO DE MANDIOCA MODIFICADO E MALTODEXTRINA

Com o intuito de avaliar a combinação entre o amido de mandioca modificado e a maltodextrina e também delimitar proporções dos agentes encapsulantes para estudos futuros foram escolhidas as proporções dos materiais encapsulantes demonstradas na tabela 2.

Os dados obtidos da mistura de extrato com amido de mandioca modificado e maltodextrina separadamente são dispostos na tabela 2 para comparação com a mistura dos dois agentes carreadores. Observa-se que os rendimentos são semelhantes, todos apresentando perdas de material durante o processo.

Tabela 2. Caracterização físico-química dos pós obtidos com diferentes misturas de amido de mandioca modificado e maltodextrina após liofilização

Mistura	75% AM e 25% MD	50% AM e 50% MD	25% AM e 75% MD	Amido de mandioca modificado	Maltodextrina
Umidade (% b. u.)	3,6±0,20 ^a	3,4±0,40 ^a	3,0±0,35 ^a	3,5±0,71 ^a	3,0±0,75 ^a
Rendimento (%)	76,2±5,41 ^a	71,6±7,51 ^a	73,0±2,48 ^a	73,0±1,38 ^a	70,4±1,18 ^a
Retenção (%)	90,1±16,83 ^a	71,7±4,88 ^{ab}	56,7±1,76 ^b	58,1±16,67 ^{ab}	60,1±11,30 ^{ab}
Solubilidade (%)	70,5±4,55 ^{ab}	75,3±1,15 ^b	74,3±3,86 ^{ab}	67,4±0,77 ^b	84,4±1,11 ^c
Compostos fenólicos totais (mg EAG/g)	1,5 ± 0,21 ^{ab}	1,4 ± 0,06 ^a	1,6 ± 0,12 ^{ab}	1,1 ± 0,3 ^b	2,3 ± 0,12 ^c
Carotenoides totais (mg/g)	9,6±2,22 ^a	8,5±0,55 ^a	7,5±0,87 ^a	8,2±1,44 ^a	7,2±0,30 ^a

Fonte: Elaboração própria

* Médias seguidas de mesma letra, na mesma linha, não diferem estatisticamente entre si pelo Teste de Tukey(p≤0,05)

O amido de mandioca modificado e a maltodextrina quando combinados apresentaram um aumento na retenção dos compostos fenólicos quando comparado as misturas com agentes encapsulantes puros, o que é possível observar na tabela 2. A retenção de fenólicos da mistura de 75% de AM e 25% MD, foi de aproximadamente 90%. Esse valor foi semelhante ao relatado no estudo de Pellicer et al. (2019), que obtiveram uma eficiência de encapsulação de 87 e 88% de flavorizante de morango encapsulado com maltodextrina e amido de milho modificado, amido de milho modificado e β -ciclodextrina, respectivamente.

A maltodextrina possui baixa capacidade emulsificante, assim é comum sua utilização com outros agentes carreadores como goma arábica, amidos modificados ou proteínas (REINECCIUS, 1989), explicando assim o aumento da retenção quando misturada com o amido.

As misturas entre amido modificado e maltodextrina não influenciaram nas concentrações de carotenoides totais, não demonstrando diferenças significativas quando comparadas com as formulações apenas com 1 agente carreador.

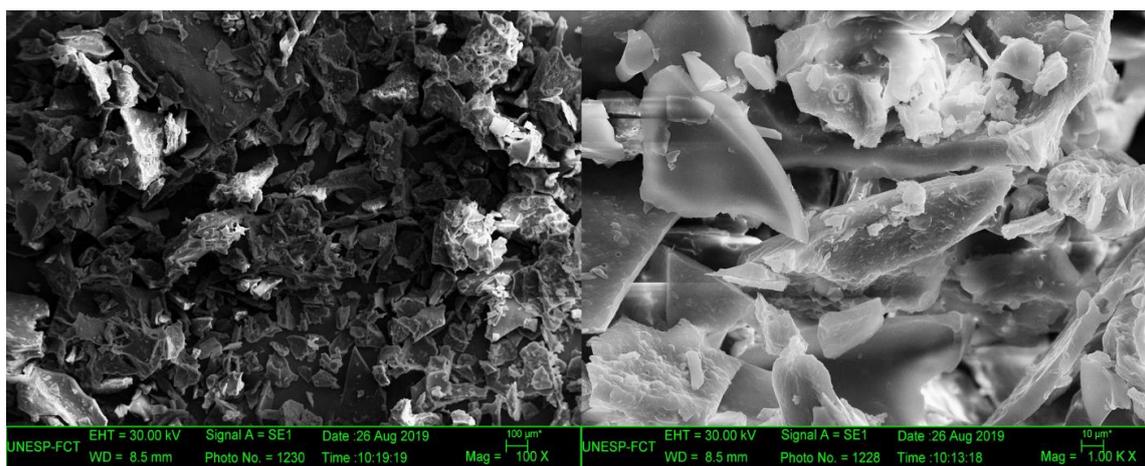
A mistura de 75% AM e 25% MD apresentou os melhores resultados globais, portanto foi escolhida para etapa posterior do estudo, com análise de estabilidade e estocagem. Também foi submetida a testes adicionais: teste de cor, higroscopicidade, atividade antioxidante e micrografia eletrônica de varredura (MEV). Para o teste de cor apresentou os seguintes parâmetros: $L = 67,6 \pm 0,11$; $a^* = 5,4 \pm 0,03$; $b^* = 27,8 \pm 0,01$; $h = 79,0 \pm 0,26$ e $C = 28,3 \pm 0,01$. Quando comparados com os valores das formulações usando apenas um carregador (amido de mandioca modificado ou maltodextrina) dispostos na Tabela 1, apresentaram diferenças significativas entre si.

Na análise de higroscopicidade, o pó (75% AM e 25% MD) apresentou absorção de $10,2 \pm 1,90$ g de água/ 100 g de material. Segundo Tontul e Topuz (2017), pós com valores abaixo de 20% são considerados pouco higroscópicos, o que proporciona estabilidade ao material.

No teste de atividade antioxidante, o pó (75% AM e 25% MD) apresentou para a maior concentração (aproximadamente 100 mg/mL), as amostras apresentaram porcentagens de inibição de $86,30 \pm 0,91\%$ para o extrato puro e $74,75 \pm 2,03\%$, demonstrando que mesmo com o agente carreador, a atividade antioxidante se manteve alta.

A micrografia feita da estrutura do material liofilizado contendo 75% de AM e 25% MD (figura 5) apresentou uma estrutura irregular, parecida com vidro quebrado, sendo uma morfologia típica do processo de liofilização (BALLESTEROS et al., 2017). Segundo Kuck e Noreña (2016), o congelamento provoca uma rigidez estrutural, formando uma estrutura porosa e sem encolhimento, o que justifica as formas irregulares observadas em materiais liofilizados.

Figura 5. Microscopia Eletrônica de varredura da amostra de 75% AM e 25% AM (aumento de 100 x a esquerda; aumento de 1000 x a direita)



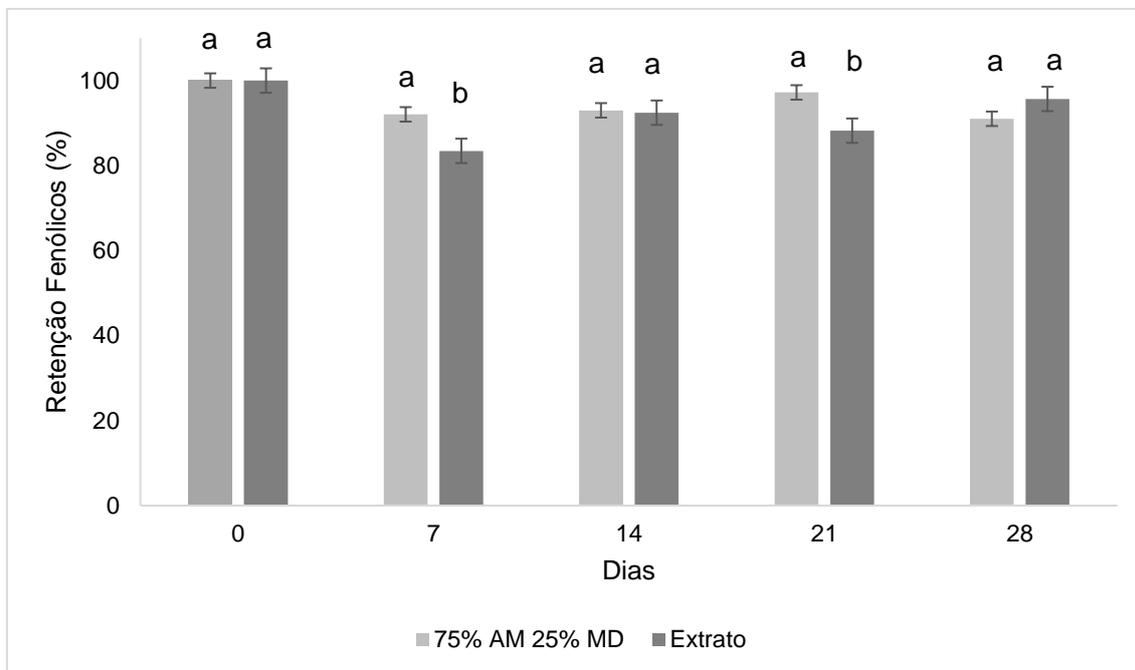
7.2. ESTABILIDADE DE ESTOCAGEM

No teste de estabilidade a luz, a amostra contendo 75% de AM e 25% de MD, demonstrou uma diminuição significativa na retenção dos compostos fenólicos de aproximadamente 8% durante os primeiros 7 dias de armazenamento (Figura 6). Entretanto, a partir do 7º dia de armazenamento, a retenção de compostos fenólicos manteve-se pouco alterada não apresentando diferenças significativas. Ao final do período de armazenamento a retenção de compostos fenólicos atingiu um valor de 91%.

Em relação ao extrato puro, quando este foi submetido à luz (7 primeiros dias) houve uma diminuição na retenção dos compostos fenólicos (17%), porém no 14^o dia apresentou aumento, possivelmente devido a hidrólise dos polifenóis conjugados (Figura 6). Comportamento similar foi relatado nos estudos de Malacrida et al. (2015) e de Robert et al. (2010). Nos primeiros dias de armazenamento, a retenção foi maior na amostra encapsulada, o que demonstra a proteção do agente encapsulante com relação aos compostos fenólicos.

Ainda na figura 6 observa-se a comparação nas retenções de compostos fenólicos entre o extrato puro e a mistura de 75% AM e 25% MD, durante o teste de estabilidade. Verifica-se que a adição dos agentes encapsulantes aumentou a estabilidade do extrato, principalmente no início do armazenamento, o que demonstra mais uma vez que os agentes encapsulantes atuam como protetores dos compostos fenólicos presentes no extrato. Embora a retenção de fenólicos no extrato puro após 28 dias tenha apresentado um valor numérico superior ao da mistura de 75% AM e 25 MD não se observou diferença significativa entre as amostras.

Figura 6. Comparação da retenção dos compostos fenólicos totais entre o extrato puro e a mistura de 75% AM e 25% MD durante teste de estabilidade a luz



Fonte: Elaboração própria

* Barras seguidas de mesma letra em um mesmo dia não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$)

Os parâmetros de cor do material encapsulado com 75% de amido de mandioca modificado e 25% de maltodextrina e o extrato puro durante o processo de estocagem a 25°C são mostrados na tabela 3. Tanto o material encapsulado como extrato puro apresentaram diminuição no parâmetro L após 28 dias, o que indica escurecimento das amostras.

O parâmetro a^* representa o vermelho e o b^* a cor amarela. Nas amostras avaliadas o parâmetro b^* diminuiu de forma significativa, indicando uma diminuição da coloração amarela característica do extrato. Para amostra contendo somente o extrato puro apresentou uma queda de 29,14% no parâmetro b , após os 28 dias de armazenamento, enquanto no material encapsulado essa diminuição foi de 4%. Quanto ao parâmetro a^* , o extrato puro apresentou uma diminuição, enquanto o extrato encapsulado apresentou um aumento desse parâmetro após os 28 dias de armazenamento, indicando uma leve tendência do encapsulado para a cor vermelha.

Os parâmetros h^* , C^* e ΔE^* são calculados a partir das coordenadas L^* , a^* e b^* e são bastante utilizadas na caracterização da cor de alimentos. Os O ângulo de tonalidade cromática (h^*) diminui significativamente tanto no material encapsulado como no extrato durante o período de estocagem, indicando que houve um deslocamento da coloração das amostras para a tonalidade vermelha. Com relação à saturação de cor (C^*), as variações foram mais acentuadas no extrato puro, verificando-se a perda da vivacidade na coloração.

Tabela 3. Parâmetros de cor do extrato encapsulado com amido de mandioca modificado e maltodextrina e extrato puro durante o armazenamento a 25°C.

Parâmetros	75% AM	Extrato	75% AM	Extrato	75% AM	Extrato	75% AM	Extrato	75% AM	Extrato
	25 % MD	Puro	25 % MD	Puro	25 % MD	Puro	25 % MD	Puro	25% MD	Puro
	L*		a*		b*		H		C	
0 dias	67,5±0,11 ^{aA}	65,6±0,02 ^{aB}	5,3±0,03 ^{aA}	9,1±0,02 ^{aB}	27,8±0,01 ^{aA}	40,5±0,02 ^{aB}	79,0±0,06 ^{aA}	77,3±0,02 ^{aB}	28,3±0,01 ^{aA}	41,5±0,00 ^{aB}
7 dias	65,1±0,28 ^{bA}	64,6±0,16 ^{bB}	4,7±0,09 ^{bA}	6,3±0,05 ^{bB}	28,6±0,16 ^{bA}	30,4±0,08 ^{bB}	80,5±0,13 ^{bA}	78,1±0,06 ^{bB}	28,9±0,17 ^{bA}	31,1±0,09 ^{bB}
14 dias	67,9±0,11 ^{bA}	67,2±0,00 ^{cB}	5,2±0,14 ^{aA}	5,9±0,00 ^{cB}	25,2±0,10 ^{cA}	28,8±0,00 ^{cB}	78,6±0,05 ^{aA}	78,4±0,00 ^{cB}	25,7±0,08 ^{cA}	29,4±0,00 ^{cB}
21 dias	65,8±0,61 ^{bA}	65,9±0,00 ^{aA}	5,3±0,14 ^{aA}	7,1±0,00 ^{dB}	25,1±0,19 ^{cA}	29,9±0,01 ^{dB}	78,0±0,23 ^{cA}	76,6±0,00 ^{dB}	25,6±0,22 ^{dA}	30,7±0,02 ^{dB}
28 dias	64,1±0,42 ^{cA}	63,4±0,08 ^{dB}	6,1±0,1 ^{cA}	7,3±0,02 ^{eB}	26,7±0,17 ^{dA}	28,7±0,05 ^{eB}	77,0±0,14 ^{dA}	75,7±0,02 ^{eB}	27,4±1,06 ^{eA}	29,6±0,05 ^{eB}

Fonte: Elaboração própria

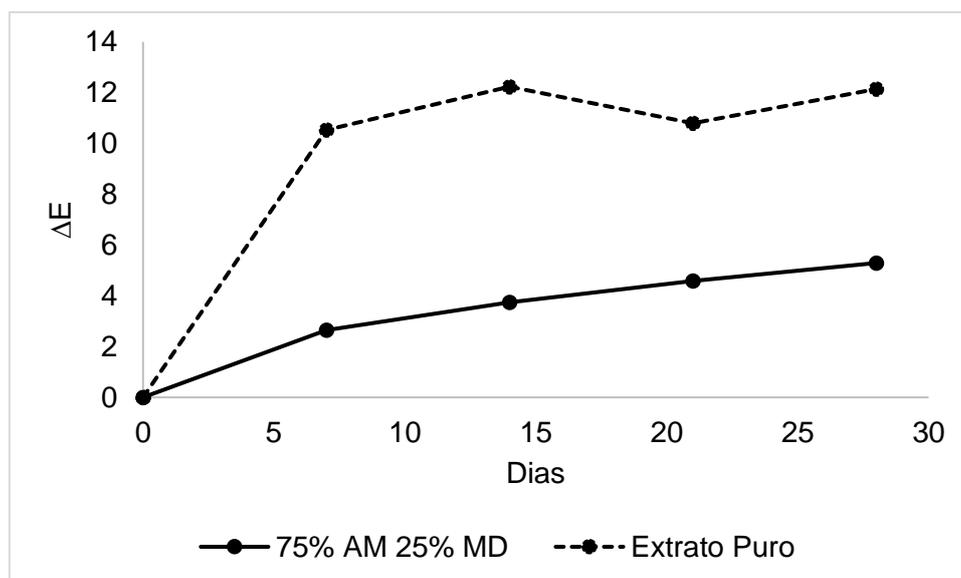
* Médias seguidas de mesma letra minúscula, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si para teste de Tukey ($p \leq 0,05$)

**Médias seguidas de mesma letra maiúscula, para um mesmo parâmetro, na mesma linha, não diferente estatisticamente entre si para o teste de Tukey ($p \leq 0,05$)

A diferença global de cor (ΔE) é calculada utilizando a diferença dos parâmetros L , a e b no começo e durante o período de armazenamento. Altos valores de ΔE indicam mudanças de alta intensidade na cor dos materiais. Tanto o extrato puro quanto a mistura apresentaram aumento na diferença total de cor com o tempo de armazenamento.

Como é possível observar na figura 7, as maiores variações de cor foram observadas no extrato puro com valores acima de 10 logo no início do armazenamento. O material encapsulado apresentou uma variação pequena de cor com $\Delta E= 5,3$ após 28 dias. Segundo Barbosa (2009), quando os valores de ΔE são maiores que 2 a mudança de cor pode ser perceptível visualmente. Os valores de ΔE verificados no extrato puro durante os 28 dias de armazenamento indicam grandes diferenças na coloração.

Figura 7. Alterações globais de cor do extrato encapsulado com 75% AM e 25% MD e extrato puro durante 28 dias de armazenamento na presença de luz

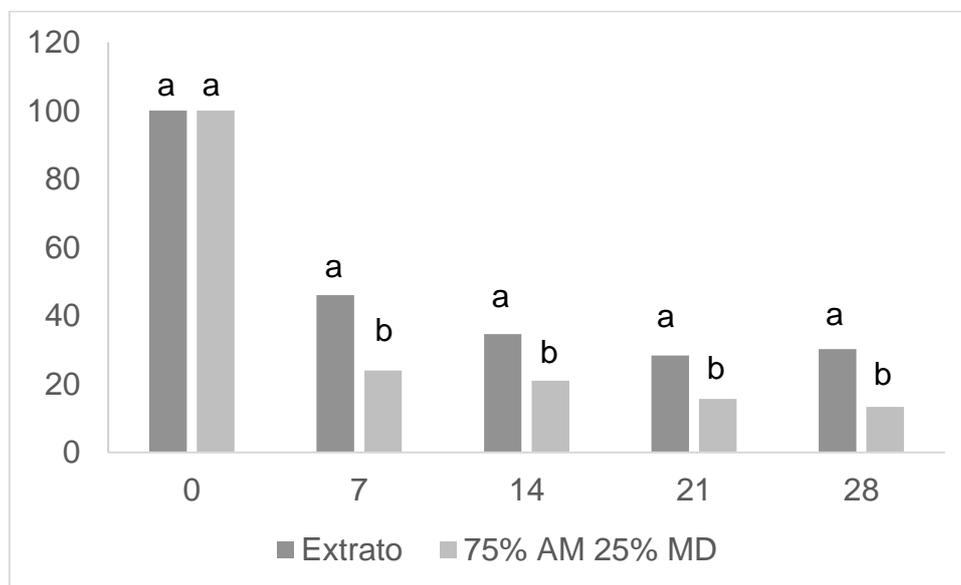


Fonte: Elaboração própria

Os carotenoides totais do extrato puro e da mistura com os agentes carreadores, ao longo da estocagem, são apresentados na Figura 8. Os resultados refletem a diferença de cor, uma vez que ela, possivelmente, está relacionada a perda dos carotenoides, pois esses são compostos que são facilmente isomerizados e oxidados, absorvem a luz e transmitem suas características de cor, exercendo uma capacidade significativa na eliminação de radicais livres, atuando como inibidores de oxigênio singlet ou como

doadores/receptores de elétrons (KRINSKY e JOHNSON, 2005; SOUKOULIS E BOHN, 2018).

Figura 8. Retenção de carotenoides totais (%) do extrato puro e da mistura de 75% AM e 25% MD ao longo de 28 dias



Fonte: Elaboração própria

* Barras seguidas de mesma letra em um mesmo dia não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$)

8. CONCLUSÃO

A encapsulação dos compostos fenólicos contidos na torta residual da extração do óleo da polpa de pequi se mostrou satisfatória. Houve aumento da solubilidade das amostras de extrato quando misturadas com os agentes encapsulantes. A mistura de amido de mandioca modificado (75%) e maltodextrina (25%) demonstrou alta porcentagem de retenção dos compostos fenólicos totais ($90,1 \pm 16,83\%$) e bom rendimento.

O teste de estabilidade a luz demonstrou uma maior estabilidade dos compostos fenólicos quando misturados aos agentes encapsulantes. A morfologia irregular apresentada pelas partículas são características de liofilização. A variação de cor global do extrato puro foi maior que a do extrato encapsulado com amido de mandioca e maltodextrina.

9. REFERÊNCIAS

1. ABDILLAHI, H., CHABRAT, E., ROUILLY, A., RIGAL, L. Influence of citric acid on thermoplastic wheat flour/poly (lactic acid) blends II. Barrier

- properties and water vapor sorption isotherms. **Industrial Crops and Products**, v. 50, p. 104-111, 2013.
2. ALENISAN, M. A., ALQATTAN, H. H., TOLBAH, L. S., SHORI, A. B. Antioxidant properties of dairy products fortified with natural additives: A review. **Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Sciences**, v. 24, n. 1, p. 101-106, 2017.
 3. ANGELLA, F. C. O. (2014). 79 p. Avaliação da atividade antioxidante em extratos de frutas típicas do Cerrado brasileiro (Dissertação de mestrado). Universidade de São Paulo, São Carlos.
 4. AOAC – Association of Official Analytical Chemists. **Official methods of analysis of the Association of The Analytical Chemists**. 16th ed. Washington, 1995.
 5. ARZENI, C., PÉREZ, O. E., PILOSOFF, A. M. R. Power ultrasound assisted design of egg albumin nanoparticles. **Food Biophysics**, v. 10, n. 4, p. 439-446.
 6. ASCHERI, D. P. R. Estudo das características de adsorção de água e da estabilidade das microcápsulas de óleo essencial de laranja na seleção de material de parede. **Food Science and Technology**, v. 19 n. 3, Set./Dec. 1999.
 7. AZEREDO, H. M. C de. Encapsulação: Aplicação à tecnologia de alimentos. **Alimentos e Nutrição Araraquara**, v. 16, n. 1, p. 89-97, jan./mar. 2005.
 8. AZEVEDO, L. C., de SÁ, A. S. C., ROVANI, S., FUNGARO, D. A. Propriedades do amido e suas aplicações em biopolímeros. **Caderno de Prospecção**, v. 11, p. 351-358, abr./jun., 2018.
 9. AZMIR, J., Z Aidul, I. S. M., RAHMAN, M. M., SHARIF, K. M., MOHAMED, A. SAHENA, F., JAHURUL, M. H. A., GHAFOR, K., NORULAINI, N. A. N., OMAR, A. K. M. Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. **Journal of Food Engineering**, v. 177, n. 4, p. 426-436, 2013.
 10. BAKER, R. **Controlled release of biologically active agents**. New York: John Wiley & Sons, p. 206-214, 1986.
 11. BALLESTEROS, L. F., RAMIREZ, M. J., ORREGO, C. E., TEIXEIRA, J. A., MUSSATTO, S. I. Encapsulation of antioxidant phenolic compounds

- extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. **Food Chemistry**, v. 237, p. 623-631, 2017.
12. BARBOSA, M. I. M. J. Microcápsulas de bixina: obtenção, aplicação e estudos de fotodegradação em sistema-modelo. Tese (Doutorado em Ciências de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 133 f. 2009.
 13. BE MILLER, J. N., WHISTLER, R. L. Carbohydrates. In: FENNEMA, O. R. **Food Chemistry**, 3ª ed., Cap. 4, p. 157-224, 1996.
 14. BRAND-WILLIAMS, W. CUVELIER, M. E., BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **Food Science and Technology**, v. 28, p. 25-30, 1995.
 15. BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. **O bioma Cerrado**. Disponível em: <<https://www.mma.gov.br/biomas/cerrado>>. Acesso em: 28 de outubro de 2019.
 16. CAI, Y. Z.; CORKE, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus betacyanin* pigments. **Journal of Food Science**, v. 65, n. 7, p. 1248-1252, 2000.
 17. CARMO, E. L., FERNANDES, R. V. B., BORGES, S. V. Microencapsulação por *spray drying*, novos biopolímeros e aplicações na tecnologia de alimentos. **Journal of Chemical Engineering and Chemistry**, v. 1, n. 2, p. 30-44, 2015.
 18. CARNEIRO, H. C. F., TONON, R. V., GROSSO, C. R. F. & HUBINGER, M. D. Encapsulation efficiency and oxidative stability of flax seed oil microencapsulated by *spray drying* using different combination of wall materials. **Journal of Food Engineering**, v. 115, p. 443-451, 2013.
 19. CEREDA, M. P., VILPOUX, O., DEMIATE, I. M. Amidos modificados. In: CEREDA, M. P., VILPOUX, O. F. **Tecnologia, usos e potencialidades de tuberosas amiláceas latino americanas**. São Paulo: Fundação Cargill, Cap. 12, p. 246-332, 2003.
 20. CHEMAT, F., ROMBAUT, N., SICAIRE, A., MEULLEMIESTRE, A., ABERT-VIAN, M. Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and

- applications. A review. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 34, p. 540-560, 2017.
21. CHIKEZIE, P. C., IBEGBULEM, C. O., MBAGWU, F. N. Bioactive principles from medicinal plants. **Research Journal of Phytochemistry**, v. 9, p. 88-115, 2015.
22. CHIRINOS, R., ROGEZ, H., CAMPOS, D., PEDRESCHI, R., LARONDELLE, Y. Optimization of extraction conditions of antioxidant phenolic compounds from mashua (*Tropaolum tuberosum* Ruíz & Pavón) tubers. **Separation and Purification Technology**, v. 55, n. 2, p. 217-225, 2007.
23. CONAB – Companhia Nacional de Abastecimento. Indicadores da Agropecuária. **Indicadores da Agropecuária**, n.3, p. 1-96 mar 2019.
24. CORBIN, C., FIDEL, T., LECLERC, E. A., BARAKZOY, E., SAGOT, N., FALGUIÉRES, A., RENOUIARD, S., BLONDEAU, J. P., FERROUD, DOUSSOT, J., LAINÉ, E., HANO, C. Development and validation of an efficient ultrasound assisted extraction of phenolic compounds from flax (*Linum usitatissimum* L.) seeds. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 26, p. 176-185, 2015.
25. ĐORĐEVIĆ, V.; BALANČ, B.; BELŠČAK-CVITANOVIĆ, A.; LEVIĆ, S.; TRIFKOVIĆ, K.; KALUŠEVIĆ, A.; KOSTIC, I.; KOMES, D.; BUGARSKI, B.; NEDOVIĆ, V. Trends in encapsulation technologies for delivery of food bioactive compounds. **Food Engineering Reviews**, v. 7, n. 4, p. 452-490, 2015.
26. DRUSCH S., SCHWARZ, K. Microencapsulation properties of two different types of n-octenylsuccinate-derivatized starch. **European Food Research and Technology**, v. 222, n.1-2, p. 155-164, 2006.
27. DRUSCH, S., REGIER, M., BRUHN, M. Recent advances in the microencapsulation of oils high in polyunsaturated fatty acids. In: *Novel Technologies in Food Science*, Nova Iorque, Springer, v. 7, p. 159-181, 2012.
28. EMBRAPA – Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Metodologia Científica: Determinação da Atividade Antioxidante Total em Frutas pela captura do radical livre DPPH – Comunicado Técnico 127**. Fortaleza – CE. Jul de 2007.

29. EMBRAPA – Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Pequiizeiro (*Caryocar brasiliense.*) – Comunicado Técnico 230**. Colombo – PR. Jun de 2009.
30. ESTÉVEZ, M., GUELL C., LAMO-CASTELLVI, S. D., FERRANDO, M. Encapsulation of grape seed phenolic-rich extract within W/O/W emulsions stabilized with complexed biopolymers: evaluation of their stability and release. **Food Chemistry**, v. 272, p. 478-487, 2019.
31. FAO (Food and Agriculture Organization of the United Nations). Food Outlook (Biannual report on global food markets). Disponível em: <<http://www.fao.org/3/CA2320EN/ca2320en.pdf>>. Acesso em: 15 set. 2019.
32. FARRAG, A., EL-MESSERY T. M., EL-SAID, M. M. SOLIMAN, T. N., EL-DIN, H. M. F. Microencapsulation of grape phenolic compounds using whey proteins as a carrier vehicle. **Journal of Biological Sciences**, v. 18, n, 7, p. 373-380, 2018.
33. FDA U. S. Food and Drugs Administration. **Maltodextrin**. Disponível em: <<https://www.accessdata.fda.gov/scripts/cdrh/cfdocs/cfcfr/cfrsearch.cfm?fr=184.1444>>. Acesso em: 13 de setembro de 2019.
34. FERRAZZANO, G. F.; AMATO, I., INGENITO, A., ZARRELLI, A., PINTO, G., POLLIO A. Planta polyphenols and their anti-cariogenic properties: a review. **Molecules**, v. 16, p. 1486-1507, 2011.
35. GHARSALLAOUI, A.; ROUDAUT, G.; CHAMBIN, O.; VOILLEY, A.; SAUREL, R. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, v. 40, n. 9, p. 1107-1121, 2007.
36. GIBIS, M., THELLMAN, K., THONGKAEW, C., WEISS, J. Interaction of polyphenols and multilayered liposomal-encapsulated grape seed extract with native and heat-treated proteins. **Food Hydrocolloids**, v. 41, p. 119-131, 2014.
37. GOLTZ, C., ÁVILA, S., BARBIERI, J. B., IGARASHI-MAFRA, L., MAFRA, M. R. Ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from Macela (*Achyrocline satureioides*) extracts. **Industrial Crops & Products**, v. 115, p. 227-234, 2018.
38. GORDON, M. H. The development of oxidative rancidity in foods. In: POKORNY, J; YANISHLIEVA; GORDON, M. H. (Eds.). **Antioxidants in**

- food: practical applications.** Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2001, p. 7-21.
39. GORDON, M. H. The mechanism of antioxidant action in vitro. In: HUDSON B. J. F. (Ed.). **Food antioxidants.** London: Elsevier, 1990, p. 1-15.
40. HARBORNE, J. B. Secondary plant products: encyclopedia of plant physiology. **New Series Volume 8 Phytochemistry**, v. 19, p. 2803-2804, 1980.
41. HELENO, S. A., MARTINS, A., QUEIROZ, M. J. R. P., FERREIRA, I. C. F. R., Bioactivity of phenolic acids: metabolites versus parent compounds: a review. **Food Chemistry**, v. 173, p. 501-513, 2015.
42. HENRIQUE, C. M., CEREDA, P. M., SARMENTO S. B. S. Características físicas de filmes biodegradáveis produzidos a partir de amidos modificados de mandioca. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n.1, p. 231-240, jan./mar., 2008.
43. HERNÁNDEZ-SANTOS, B.; HERMAN-LARA, E.; TORRUCO-UCO, J. G.; CARMONA-GARCÍA, R.; JUÁRES-BARRIENTOS, J. M.; CHÁVEZ-ZAMUDIO, R.; MARTÍNEZ-SÁNCHEZ, C. E. Effect of oil extraction assisted by ultrasound on the physicochemical properties and fatty acid profile of pumpkin seed oil (*Cucurbita pepo*). **Ultrasonics Sonochemistry**, n. 31, p. 429-436, 2016.
44. IBGE – Instituto Brasileiro e Geografia e Estatística. Produção da Extração Vegetal e da Silvicultura: Pequi, 2018. Disponível em: <<https://sidra.ibge.gov.br/tabela/289#resultado>>. Acesso em: 24 jan. 2020.
45. KENYON, M. M. Modified starch, maltodextrina, and corn syrup solids as wall materials for food encapsulation. In: RISCH, S. J., REINECCIUS, G. A. (Ed.). **Encapsulation and controlled release of food ingredients.** Washington: American Chemical Society, p. 42-50. (ACS Symposium Series), 1995.
46. KING, C. J. Spray drying of food liquids and volatiles retention. In: S. Bruin (Ed.), **Preconcentration and drying of food material**, p. 147-162, 1988. Amsterdam: Elsevier Science.

47. KRINSKY, N. I., JOHNSON, E. J. Carotenoids actions and their relation to health and disease. **Molecular Aspects of Medicine**, v. 26, n. 6, p. 459-516, dez. 2005.
48. KRUMREICH, F., D'AVILA, R. F., FREDA, S. A., CHAVES, F. C., CHIM, J. F. Physicochemical analysis and bioactive compounds stability of uvaia pulp powder obtained by drying methods and addition of maltodextrin and Arabic gum. **Revista Thema**, v. 13, n. 2, p. 4-17, 2016.
49. KUCK L. S., NOREÑA, C. P. Z. Microencapsulation of grape (*Vitis labrusca* var. Bordo) skin phenolic extract using gum Arabic, polydextrose, and partially hydrolyzed guar gum as encapsulating agents. **Food Chemistry**, v. 194, p. 569-576, 2016.
50. LEITE, A. C. M., NUNES N. S. S., VELOSO A. L., CHICA L. R., BRANCO I. G. APLICAÇÃO DE ULTRASSOM NA EXTRAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS DE RESÍDUO DO PEQUI (*CARYOCAR BRASILIENSE* CAMB.). In: VI SIMPÓSIO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DE ALIMENTOS, 2018, São José do Rio Preto. Anais eletrônicos... Campinas, GALOÁ, 2018. Disponível em: <<https://proceedings.science/seca/seca-2018/trabalhos/aplicacao-de-ultrassom-na-extracao-de-compostos-fenolicos-de-residuo-do-pequi-%28caryocar-brasiliense-camb.%29>> Acesso em: 03 nov. 2019.
51. MACHADO, M. T. C., MELLO, B. C. B. S, HUBINGER, M. D. Study of alcoholic and aqueous extraction of pequi (*Caryocar Brasiliense* CAMB.) natural antioxidants and extracts concentration by nanofiltration. **Journal of Food Engineering**, v. 117, p. 450-457, 2013.
52. MALACRIDA, C. R., FERREIRA, S, ZUANON, L. A. C., TELIS, V. R. N. Freeze-drying for microencapsulation of turmeric oleoresin using modified starch and gelatin. **Journal of Food Processing and Preservation**, v.39, p. 1710-1719, 2015.
53. MALICANIN, M.; RAC, V.; ANTIÉ, V.; ANTIÉ, M.; PALADE, L. M.; KEFALAS, P.; RAKIÉ, V. Content of antioxidants, antioxidant capacity and oxidative stability of grape seed oil obtained by ultra sound assisted extraction. **Journal of American Oil Chemists' Society**, v. 91, p. 989-999, 2014.

54. MARIANO, R. G. de B. Extração do óleo da polpa de pequi (*Caryocar brasiliense*) por processos convencionais combinados com tecnologia enzimática. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 70 f. 2008.
55. MORZELLE, M. C., BACHIEGA, P., SOUZA, E. C., VILAS BOAS, E. V. B., LAMOUNIER, M. L. Caracterização química e física de frutos de curriola, gabiroba e murici provenientes do Cerrado brasileiro. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 37, n. 1, p. 96-103, 2015.
56. NESTERENKO, A, ALRIC, I., SILVESTRE, F., DURRIEU, V. Vegetable proteins in microencapsulation: A review of recent interventions and their effectiveness. **Industrial Crops and Products**, v. 42, p. 469-479, mar. 2013.
57. OLIVEIRA, É. R., FERNANDES, R. V. B., BOTREL, D. A., CARMO, E. L., BORGES, S. V., QUEIROZ, F. Study of different wall matrix biopolymers on the properties of *spray dried* pequi oil and on the stability of bioactive compounds. **Food and Bioprocess Technology**, v. 11, n. 3, p. 660-679, 2018.
58. OLIVEIRA, M. N. S. de; GUSMÃO, E.; LOPES, P. S. N.; SIMÕES, M. O. M.; RIBEIRO, L. M.; DIAS, B. A.S. Estádio de maturação dos frutos e fatores relacionados aos aspectos nutritivos e de textura da polpa de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.). **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 28, n. 3, p. 380-386, Jaboticabal, Dez 2006.
59. PARMENTIER, M., GUILLEMIN, S., BARBAR, R., LINDER, M., FANNI, J. De nouveaux procédés d' extraction des huiles pour des produits finis de haute qualité. **Eurofedlipid**, v. 11, p. 377-380, nov/dez 2004.
60. PELLICER, J. A., FORTEA, M. I., TRABAL, J., RODRÍGUEZ-LÓPEZ M. I., GABALDÓN, J. A., NÚÑEZ-DELICADO, E. Stability of microencapsulated strawberry flavour by spray drying, freeze drying and fluid bed. **Powder Technology**, v. 347, p.179-185, 2019.
61. PEREIRA, K. C., FERREIRA, D. C. M., ALVARENGA, G. F., PEREIRA, M. S. S., BARCELOS, M. C. S., COSTA, J. M. G. da. Microencapsulation and release controlled by the diffusion of food ingredients produced by

- spray drying*: a review. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 21, e2017083, 2018.
62. RAY, S., RAYCHAUDHURI, U.; CHAKRABORTY, R. An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. **Food Bioscience**, v. 13, p. 76-83, 2016.
63. REINECCIUS, G. A. Flavor encapsulation. **Food Reviews International**, v. 5, n. 2, p-147-176, 1989.
64. REIS, A. F., SCHMIELE, M. Characteristics and potentialities of Savanna fruits in the food industry. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 22, e2017150, 2019.
65. RESENDE-MOREIRA, L. C.; VASCONCELOS, P. N.; SOUTO, A. P.; LOVATO, M. B. East-west divergence in central Brazilian Cerrado revealed by DNA sequences of a bird-dispersed tree species. **Biochemical Systematics and Ecology**, v. 70, n.6, p. 247-253, 2017.
66. REZENDE, Y. R. R. S., NOGUEIRA, J. P., NARAIN N. Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (*Malpighia emarginata* DC) pulp and residue by spray and freezing drying: Chemical, morphological and chemometric characterization. **Food Chemistry**, v. 254, p. 281-291, 2018.
67. ROBERT, P., GORENA, T., ROMERO, N., SEPULVEDA, E. CHAVEZ, J., SAENZ, C. Encapsulation of polyphenols and anthocyanins from pomegranate (*Punica granatum*) by spray drying. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 45, n. 7, p. 1386-1394.
68. ROSENTHAL, A., PYLE, D. L., NIRANJAN, K. Aqueous and enzymatic process for edible oil extraction. **Enzyme and Microbial Technology**, v. 19, p. 402-420, nov 1996.
69. SANTOS, F. S.; SANTOS, R. F.; DIAS, P. P.; ZANÃO JR, L. A.; TOMASSONI, F. A cultura do pequi (*Caryocar brasiliense* CAMB.), **Acta Iguazu**, v. 2, n.3, p. 46-57, 2013.
70. SHAMAEI, S., SEIIEDLOU, S. S., AGHBASHLO, M., TSOTSAS, E., KHARAGHANI, A. Microencapsulation of walnut oil by *spray drying*: Effects of wall material and drying conditions on physicochemical properties of microcapsules. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 39, p. 101-112, 2017.

71. SINGLETON, V. L.; ROSSI, J. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic and phosphotungstic acid reagents. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 16, n. 3, p. 144-158, 1965.
72. SOARES, C. T. Secagem de polpa de pequi por liofilização. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 96 f. 2018.
73. SOUKOULIS, C., BOHN, T. A comprehensive overview on the micro- and nano-technological encapsulation advances for enhancing the chemical stability and bioavailability of carotenoids. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 58, n.1, p.1-36, 2018.
74. SPONTON, O. E., PEREZ, A. A., CARRARA, C. R., SANTIAGO, L. G. Linoleic acid binding properties of ovalbumin nanoparticles. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 128, p. 219-226, 2015.
75. SPONTON, O. E., PEREZ, A. A., RAMEL, J. V., SANTIAGO, L. G. Protein nanovehicles produced from egg white. Part 1: Effect of pH and heat treatment time on particle size and binding capacity. **Food Hydrocolloids**, v. 73, p. 67-73, 2017).
76. SUKHOTU, R., GUO, S., XING, J., HU, Q., WANG, R., SHI, X., NISHINARI, K., FANG, Y., GUO, S. Changes in physiochemical properties and stability of peanut oil body emulsions by applying gum Arabic. **Food Science and Technology**, v. 68, p. 432-438, 2016.
77. TONTUL, I., TOPUZ A. Spray-drying of fruit and vegetable juice: Effect of drying conditions on the product yield and physical properties. **Trends in Food Science and Technology**, v.63, p. 91-102, 2017.
78. VISENTINI, F. F., SPONTON, O. E., PEREZ, A. A., SANTIAGO L. G. Formation and colloidal stability of ovalbumin-retinol nanocomplexes. **Food Hydrocolloids**, v. 67, p. 130-138, 2017.
79. VORA, D. J. D., “Insight into the biochemical link between biodiversity and nutraceuticals”. **IOSR Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology**, v. 11, p. 22-25, 2017.
80. VUOLO, M. M., LIMA, V. S., JUNIOR, M. R. M. Phenolic compounds: structure, classification, e antioxidant power. In: **Bioactive Compounds**, Chapter 2, p. 33-50, 2019. Woodhead Publishing.

81. WEIJERS, M., VISSCHERS, R. W. Light scattering study of heat-induced aggregation and gelation of ovalbumin. **Macromolecules**, v. 35, p. 4753-4762, 2002.
82. YADAV, K., BAJAJ, R. K., MANDAL, S., MANN B. Encapsulation of grape seed extract phenolics using whey protein concentrate, maltodextrin and gum arabic blends. **Journal of Food Science and Technology**, 2019.
83. ŽIVKOVIĆ, J., ŠAVIKIN, K., JANKOVIĆ, T., ČUJIĆ, N., & MENKOVIĆ, N. Optimization of ultrasound-assisted extraction of polyphenolic compounds from pomegranate peel using response surface methodology. **Separation and Purification Technology**, v. 194, p. 40-47, 2018.