

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
ENGENHARIA QUÍMICA**

**STEPHANI SUFREDINI**

**ENCAPSULAÇÃO DE EXTRATO DE AÇAÍ (*Euterpe oleraceae Martius*) A BASE  
DE ALGINATO PELO MÉTODO DE GELIFICAÇÃO IÔNICA PARA INDICADOR  
DE QUALIDADE DE ALIMENTOS**

**TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

**FRANCISCO BELTRÃO**

**2019**

**STEPHANI SUFREDINI**

**ENCAPSULAÇÃO DE EXTRATO DE AÇAÍ (*Euterpe oleraceae Martius*) A BASE  
DE ALGINATO PELO MÉTODO DE GELIFICAÇÃO IÔNICA PARA INDICADOR  
DE QUALIDADE DE ALIMENTOS**

**Trabalho de Conclusão de Curso de graduação, apresentado à disciplina de Trabalho de Conclusão do Curso 2, do curso de Engenharia Química do Departamento Acadêmico de Engenharia Química - DAENQ - da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para a obtenção do título de Engenheira Química.**

**Orientador: Profa. Dr.<sup>a</sup> Ana Paula Romio  
Coorientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Silvane Morés**

**Coorientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Larissa Canhadas Bertan**

**FRANCISCO BELTRÃO**

**2019**

## **FOLHA DE APROVAÇÃO**

**STEPHANI SUFREDINI**

### **ENCAPSULAÇÃO DE EXTRATO DE AÇAÍ (*Euterpe oleraceae Martius*) A BASE DE ALGINATO PELO MÉTODO DE GELIFICAÇÃO IÔNICA PARA INDICADOR DE QUALIDADE DE ALIMENTOS**

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação, apresentado à disciplina de Trabalho de Conclusão do Curso 2, do curso de Engenharia Química do Departamento Acadêmico de Engenharia Química - DAENQ - da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para a obtenção do título de Engenheira Química.

**Data de aprovação: 02 de julho de 2019.**

---

**Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ana Paula Romio**  
**Universidade Tecnológica Federal do Paraná – *Campus* Francisco Beltrão**

---

**Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Larissa Canhadas Bertan**  
**Universidade Federal da Fronteira Sul – *Campus* Laranjeiras do Sul**

---

**Prof<sup>a</sup>. Me. Silvane Morés**  
**Universidade Tecnológica Federal do Paraná – *Campus* Francisco Beltrão**

A Folha de Aprovação assinada encontra-se na Coordenação do Curso.

## **AGRADECIMENTOS**

À minha amada e querida mãe, Ancila, que apesar de não estar mais presente neste mundo sempre foi meu exemplo de força e perseverança.

À minha irmã Juliana e meus sobrinhos, Enzo e Luca, que são minhas razões de viver.

À minha família que não mediram esforços em me apoiar durante toda a minha trajetória na Universidade, fazendo o possível e o impossível para que eu realizasse este sonho.

Ao meu amigo, companheiro e namorado Karim, que acompanhou todos os meus passos nessa trajetória, que me incentivou, que me apoiou, que tornou tudo mais leve, que sempre esteve ao meu lado e que se preocupou tanto quanto eu com este trabalho.

Aos meus amigos, minha segunda família, por estarem comigo em todos os momentos, dividindo as melhores histórias, alegrias e estresses durante toda essa jornada.

À minha orientadora Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ana Paula Romio que sempre acreditou na minha capacidade e sempre esteve pronta para me orientar e guiar nessa etapa. À minha coorientadora Prof<sup>a</sup>. Dra. Silvane Morés e Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Larissa Canhadas Bertan, por terem aceitado participar e por engrandecer meu trabalho com seus conhecimentos.

A Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus Francisco Beltrão, professores, servidores e comunidade acadêmica pela oportunidade de capacitar-me, e por permitir-me realizar um curso de graduação com excelência.

Agradeço de modo geral a todas as pessoas que contribuíram para minha formação, direta ou indiretamente, que fizeram e continuarão fazendo parte da minha vida, muito obrigada!

## RESUMO

SUFREDINI, Stephani. Encapsulação de Extrato de Açaí (*Euterpe Oleraceae Martius*) a Base de Alginato Pelo Método de Gelificação Iônica Para Indicador de Qualidade de Alimentos. 2019. 67f. Trabalho de Conclusão de Curso, Departamento Acadêmico de Engenharia Química - DAENQ - da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Francisco Beltrão, 2019.

Micropartículas de extrato de açaí (*Euterpe oleracea Martius*) a base de alginato reticuladas com cálcio foram preparadas visando a elaboração de um produto com função mútua: liberação de compostos antioxidantes, para aumentar a vida de prateleira, e sensibilidade ao pH, com intuito de indicar ao consumidor, por meio de cor, a validade do produto. As esferas (úmidas e liofilizadas) foram caracterizadas físico-quimicamente, morfologicamente e termicamente por meio das seguintes análises: umidade e solubilidade em água, determinação de cor em função do pH, microscopia óptica, espectroscopia de infravermelho médio com transformada de Fourier (FTIR), calorimetria exploratória diferencial (DSC), compostos fenólicos e capacidade antioxidante. Os resultados revelaram que as partículas foram caracterizadas morfologicamente como microesferas, pois o extrato de açaí (material ativo) encontra-se disperso na matriz do encapsulante e na superfície da capsula. As partículas úmidas com e sem a encapsulação do extrato de açaí apresentaram tamanho médio de 276,42  $\mu\text{m}$  e 240,36  $\mu\text{m}$ , respectivamente. As amostras liofilizadas, com mesmo conteúdo em gramas de extrato de açaí, apresentaram um aumento do teor de umidade no meio ácido quando comparado ao meio neutro. Além disso, pode-se notar que a presença de extrato diminuiu estatisticamente a umidade da amostra. A solubilidade das partículas liofilizadas e úmidas em meio neutro, em geral, aumentou com a concentração presente de extrato de açaí. Pode-se notar que a solubilidade foi maior nas partículas em tratadas em meio ácido que as do meio neutro, tanto para amostras úmidas quanto para liofilizadas. Visualmente podemos confirmar que a amostra liofilizada em meio ácido adquiriu uma tendência muito maior ao avermelhado quando comparado a em meio neutro, que apresentou uma coloração mais próxima ao acinzentado. As curvas de espectroscopia das formulações das micropartículas liofilizadas de alginato em pH neutro apresentou picos que aumentaram gradativamente de intensidade com o aumento da concentração do extrato, evidenciando uma interação entre a cadeia do extrato e do polímero alginato. O perfil de degradação térmica e as curvas de DSC apresentados pelas micropartículas diferiram dos verificados para os agentes encapsulantes (alginato e açaí), podendo ser indicativo da formação de estruturas com características térmicas diferentes. O extrato de açaí apresentou cerca de cinco vezes mais compostos fenólicos quando comparado às formulações de micropartículas, e não houve diferença significativa entre a amostra branca e a com incorporação do extrato. Por outro lado, a capacidade antioxidante da micropartícula com a presença de extrato de açaí foi cerca de quatro vezes maior que a partícula sem a presença de extrato.

**Palavras-chave:** micropartícula, extrato de açaí, alginato, gelificação iônica, antioxidante.

## ABSTRACT

SUFREDINI, Stephani. Encapsulation of Acai Extract (*Euterpe Oleraceae Martius*) on Alginate Base by Ionic Gelation Method for Food Quality Indicator. 2019. 67f. Trabalho de Conclusão de Curso, Departamento Acadêmico de Engenharia Química - DAENQ - da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Francisco Beltrão, 2019.

Açaí extract (*Euterpe oleracea Martius*) microparticles with calcium-crosslinked alginate were prepared to produce a product with a mutual function: release of antioxidant compounds that are pH-sensitive through color to indicate to the consumer the validity of the product. product and increase your shelf life. The wet and lyophilized spheres were characterized physicochemically, morphologically and thermally by means of the following analyzes: moisture and water solubility, color determination as a function of pH, optical microscopy, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), differential scanning calorimetry (DSC), phenolic compounds and antioxidant capacity. The results revealed that the particles were morphologically characterized as microspheres, since the acai extract (active material) is dispersed in the encapsulant matrix and on the surface of the capsule. The wet particles with and without the encapsulation of açaí extract had an average size of 276.42  $\mu\text{m}$  and 240.36  $\mu\text{m}$ , respectively. The lyophilized samples, with the same content of grams of açaí extract, showed an increase in the moisture content in the acid medium when compared to the neutral medium. In addition, it can be noted that the presence of extract statistically decreased the moisture of the sample. The solubility of the lyophilized and moist particles in neutral media generally increased with the present concentration of açaí extract. It may be noted that the solubility was higher in the acid treated particles than in the neutral medium, for both wet and lyophilized samples. Visually we can confirm that the lyophilized sample in acidic medium acquired a much greater tendency to reddish when compared to in neutral medium, that presented a coloration closer to the grayish one. The spectroscopy curves of the formulations of the lyophilized alginate microparticles at neutral pH presented peaks that gradually increased in intensity with the increase of the concentration of the extract, evidencing an interaction between the chain of the extract and the alginate polymer. The thermal degradation profile and the DSC curves presented by the microparticles differed from those observed for the encapsulating agents (alginate and açaí) and could be indicative of the formation of structures with different thermal characteristics. The açaí extract presented about five times more phenolic compounds when compared to the microparticle formulations, and there was no significant difference between the white sample and the one with incorporation of the extract. On the other hand, the antioxidant capacity of the microparticle with the presence of açaí extract was about four times larger than the particle without the presence of extract.

**Key-words:** microparticle, açaí extract, alginate, ionic gelation, antioxidant.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estruturas das antocianinas em função do pH (R1 = açúcar; R2 e R3 = H/OH/OMe)	20
Figura 2 - Ilustração esquemática para a microencapsulação de compostos	22
Figura 3 - Conformações da cadeia química do Alginato $\beta$ -D manurônico (M) (acima) e ácido $\alpha$ -L gulurônico (G) (abaixo)	23
Figura 4 - Ilustração esquemática do “modelo caixa de ovo”	24
Figura 5 - Fluxograma de preparo das micropartículas de alginato	27
Figura 6 - Função de densidade de distribuição mássica de partículas sem a adição de extrato de açaí	33
Figura 7 - Função de densidade de distribuição mássica de partículas com a adição e 2 g de extrato de açaí para 100 mL de solução	34
Figura 8 - Formação do gel ácido de alginato	37
Figura 9 - Aspecto visual de micropartículas de alginato de cálcio liofilizadas	40
Figura 10 - Imagem óptica das micropartículas sob a lente de 40X	41
Figura 11 - Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) do extrato de açaí	42
Figura 12 - Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) do Alginato	44
Figura 13 - Avaliação comparativa de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) entre o alginato em pó, a mistura física do alginato e cloreto de cálcio e a formulação A0LN	46
Figura 14 - Avaliação comparativa de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) entre as micropartículas liofilizadas de alginato em pH neutro com variação na quantidade de extrato de açaí	48
Figura 15 - Calorimetria diferencial de varredura para o alginato de sódio em pó	49
Figura 16 - Calorimetria diferencial de varredura para o extrato de açaí em pó	50
Figura 17 - Avaliação comparativa de calorimetria diferencial de varredura (DSC) para as micropartículas A0LN, A1LN e A2LN	51

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - pH das soluções para produção de micropartículas e das soluções de cloreto de cálcio	31
Tabela 2 - Definições dos parâmetros do peneiramento	32
Tabela 3 - Resultados das análises de caracterização das partículas a base de alginato	35
Tabela 4 - Resultados da análise colorimétrica para micropartículas a base de alginato	38
Tabela 5 - Deslocamentos das bandas obtidas para o extrato de açaí	42
Tabela 6 - Deslocamentos das bandas obtidas para o alginato em pó	44
Tabela 7 - Deslocamentos das bandas obtidas para o alginato, alginato e cálcio e A0LN	46
Tabela 8 - Eventos térmicos da análise de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) das amostras	51
Tabela 9 - Conteúdo de compostos fenólicos do extrato de açaí e formulações A0UN e A2UN	52
Tabela 10 - Valores da capacidade antioxidante pelo método de DPPH e do extrato de açaí e formulações A0UN e A2UN	54

## LISTA DE ABREVIATURAS

$\overline{Dp}_i$	Diâmetro médio
$x_i$	Fração Peneirada
$y_i$	Fração Retida
$\Delta L^*$	Diferenças entre os cromas de luminosidade das amostras e do controle
$\Delta a^*$	Diferenças entre os cromas da coordenada vermelho/verde das amostras e do controle
$\Delta b^*$	Diferenças entre os cromas da coordenada amarelo/azul das amostras e do controle
A0LA	Micropartícula sem extrato de açaí, liofilizada, tratada em meio ácido
A0LN	Micropartícula sem extrato de açaí, liofilizada, tratada em meio neutro
A0UA	Micropartícula sem extrato de açaí, úmida, tratada em meio ácido
A0UN	Micropartícula sem extrato de açaí, úmida, tratada em meio neutro
A1LA	Micropartícula com 1% de extrato de açaí, liofilizada, tratada em meio ácido
A1LN	Micropartícula com 1% de extrato de açaí, liofilizada, tratada em meio neutro
A1UA	Micropartícula com 1% de extrato de açaí, úmida, tratada em meio ácido
A1UN	Micropartícula com 1% de extrato de açaí, úmida, tratada em meio neutro
A2LA	Micropartícula com 2% de extrato de açaí, liofilizada, tratada em meio ácido
A2LN	Micropartícula com 2% de extrato de açaí, liofilizada, tratada em meio neutro
A2UA	Micropartícula com 2% de extrato de açaí, úmida, tratada em meio ácido
A2UN	Micropartícula com 2% de extrato de açaí, úmida, tratada em meio neutro
AGE	Ácido gálico equivalente
ATT	Acidez titulável
Ca <sup>2+</sup>	Íons de cálcio bivalentes
DE	Dextrose equivalente
DPPH	1,1-diphenil-2-picrilhidrazil
DSC	Calorimetria exploratória diferencial
EG	Gelificação externa
FTIR	Espectroscopia de infravermelho médio com transformada de Fourier
G	Ácido $\alpha$ -L gulurônico
IG	Gelificação interna

M	Ácido $\beta$ -D manurônico
MO	Microscopia óptica
$\Delta E$	Diferença total de cor
$\Delta x_i$	Fração mássica

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>13</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b>	<b>16</b>
2.1	OBJETIVO GERAL	16
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
<b>3</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	<b>17</b>
3.1	EXTRATO DE AÇAÍ	17
3.2	ANTIOXIDANTES	18
3.3	ANTOCIANINAS	19
3.4	MICROENCAPSULAÇÃO	21
3.5	ALGINATO DE SÓDIO	23
3.6	GELIFICAÇÃO IÔNICA	24
<b>4</b>	<b>PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS</b>	<b>26</b>
4.1	EXTRATO DE AÇAÍ	26
4.2	PREPARO DAS MICROPARTÍCULAS	26
4.3	CARACTERIZAÇÕES DAS MICROPARTÍCULAS	28
4.3.1	Análise de pH	28
4.3.2	Análise granulométrica	28
4.3.3	Umidade	28
4.3.4	Solubilidade em água	28
4.3.5	Determinação de cor em função do pH	29
4.3.6	Imagens ópticas	29
4.3.7	Espectroscopia de infravermelho médio com transformada de Fourier	29
4.3.8	Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	29
4.3.9	Compostos Fenólicos	30
4.3.10	Capacidade antioxidante	30
4.3.11	Análise Estatística	30
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>31</b>
5.1	ANÁLISE DE pH	31
5.2	ANÁLISE GRANULOMÉTRICA	32
5.3	UMIDADE E SOLUBILIDADE	35
5.4	DETERMINAÇÃO DE COR EM FUNÇÃO DO pH	37

5.5	IMAGENS ÓPTICAS	40
5.6	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO MÉDIO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)	41
5.7	CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)	48
5.8	COMPOSTOS FENÓLICOS	52
5.9	COMPOSTOS ANTIOXIDANTES	53
6	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>56</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>56</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A elaboração de produtos inovadores por meio do projeto de partículas baseadas na utilização de princípios físico-químicos fundamentais tem crescido na indústria alimentícia (CÉLIS, 2014; MCCLEMENTS *et al.*, 2008). A microencapsulação tem sido amplamente aplicada na indústria de alimento na proteção de flavorizantes, enzimas, microrganismos, vitaminas, ácidos graxos, minerais, peptídeos e compostos antioxidantes (CORRÊA, 2008; DZIEZAK, 1988).

Em alguns estudos a microencapsulação é definida como um processo em que pequenas partículas ou gotículas são envoltas por um revestimento ou introduzidas em uma matriz homogênea ou heterogênea, produzindo pequenas cápsulas com diferentes propriedades práticas (BANSODE; GAIKWAD, 1993; SOUZA; COSTA, 2014). A encapsulação também está associada a outras funções, como por exemplo, a alteração do estado físico de substâncias (líquido para sólido); preservação das propriedades nutricionais; ocultação de características indesejáveis (sabor, aroma, pH, cor, etc.) e liberação controlada do composto encapsulado em condições específicas (CORRÊA, 2008; RÉ, 1998).

Os polissacarídeos estão entre os biopolímeros mais utilizados para obtenção de partículas, devido ao fato de serem abundantes e também por serem oriundos de fontes renováveis, como, algas e plantas. Além do mais, dispõem de estruturas complexas com propriedades particulares que não podem ser facilmente desenvolvidas, sendo usualmente mais acessíveis (SANDOLO *et al.* 2007). O alginato de sódio é um polissacarídeo aniônico oriundo de algas marinhas marrons e é considerado biodegradável e atóxico. Atualmente tem alcançado certa importância no campo farmacêutico e alimentício, pois suas características permitem que ele seja utilizado como matriz para proteção e liberação de inúmeros agentes biológicos (ANNAN; BORZA; HANSEN, 2008; NOGUEIRA, 2013; SILVA *et al.* 2006). A adição de cátions bivalentes, como o  $\text{Ca}^{2+}$ , a uma solução de alginato é denominada reticulação iônica o que resulta na formação de géis insolúveis em água (BAJPAI; TANKHIWALE, 2006; NOGUEIRA, 2013; YOO *et al.* 2006).

A procura por antioxidantes extraídos de fontes naturais como vegetais e que sejam capazes de retardar a oxidação de alimentos (como rancificação e formação de *off-flavors*) e substituir os aditivos sintéticos tem despertado interesse entre os pesquisadores (MAISANABA *et al.* 2017; MALHERBI, 2018), pois a reação

de rancificação auto-oxidativa provoca o surgimento de sabores e odores anômalos (conhecidos como ranço) e provoca redução no valor nutritivo do alimento (ORDÓÑEZ *et al.* 2005 apud ANDREO; JORGE, 2007). Um exemplo de antioxidante oriundo de fonte natural é o extrato de açaí, que já teve sua eficácia comprovada (MALHERBI, 2018; REX *et al.* 2008).

O açaí (*Euterpe oleracea Martius*) é um fruto globuloso que se apresenta em cachos. Sua planta é uma palmeira tropical que cresce no norte brasileiro, mais precisamente no território amazônico (ROGEZ, 2000 apud CIPRIANO, 2011). Geralmente o açaí deve ser processado pelo fato de sua alta perecibilidade e por isso seu consumo não ocorre na forma “*in natura*” (CIPRIANO, 2011). De acordo com Portinho *et al.* (2012) o açaí possui grande número de antocianinas, proantocianinas e outros flavonoides, que são os fitoquímicos com capacidade antioxidante, por isso este fruto passou a ser considerado um alimento funcional. Além disso, as antocianinas são as moléculas que dão cores vibrantes às frutas e aos vegetais.

O uso de corantes naturais, sensíveis às mudanças de pH, representam uma opção ao uso de corantes sintéticos na elaboração de materiais inteligentes, pois apresentam diversas vantagens comparadas aos corantes sintéticos, a não toxicidade e renovabilidade. Esses corantes podem identificar o decaimento do frescor dos alimentos, fornecendo informações sobre a qualidade do produto (PEREIRA, 2017; SHAHIDI; HAN, 1993). Sabe-se que durante a deterioração de um alimento diversas reações bioquímicas estão ocorrendo, e normalmente, são imperceptíveis ao consumidor, pois seu aspecto se mantém como no produto fresco.

Um dos parâmetros que se pode analisar nestes alimentos é a mudança de pH. A deterioração microbiana leva à redução de pH pela formação de ácidos (lático, butírico e acético) como resultado do processo de fermentação. Os principais pigmentos responsáveis por fornecer parte das cores em flores, frutas, folhas, caules e raízes são as antocianinas (MARKAKIS, 1982 apud TEIXEIRA; STRINGHETA; OLIVEIRA, 2008). Em certas condições intrínsecas, como o pH, encontradas nas plantas, tais pigmentos adquirem diferentes tonalidades de cor, oscilando entre roxo, laranja e carmim (BROUILLARD, 1983; TEIXEIRA; STRINGHETA; OLIVEIRA, 2008).

Nesse sentido um dos objetivos dos materiais inteligentes é atuar como indicador de alimentos para o consumidor a partir da cor (REBELLO, 2009). Diante

disso, torna-se importante a realização de estudos com o intuito de produzir produtos capazes de funcionar como indicadores da qualidade de alimentos e que aumentem a vida útil dos mesmos. Portanto, este trabalho teve como objetivo desenvolver micropartículas de açaí (*Euterpe oleraceae Martius*) pela técnica de gelificação iônica utilizando alginato de sódio, avaliando-se a influência das concentrações do extrato, bem como, a estabilidade das partículas quando inseridas em diferentes condições de meio.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem como objetivo geral encapsular o extrato de açaí (*Euterpe oleraceae Martius*) na matriz de alginato reticulada com íons de cálcio, para a elaboração de um produto com função mútua: liberação de compostos antioxidantes para aumentar a vida de prateleira de produto alimentício e sensibilidade a variações de pH para indicar, por meio de cor, a validade deste produto.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Desenvolver uma metodologia para preparar micropartículas de extrato de açaí a base de alginato utilizando a técnica de gelificação iônica;
- Avaliar o diâmetro médio das partículas úmidas;
- Avaliar o teor de umidade e solubilidade em água das micropartículas;
- Avaliar a alteração da cor das micropartículas em função do pH do meio;
- Identificar a morfologia da micropartícula;
- Avaliar a estabilidade térmica das micropartículas por calorimetria exploratória diferencial (DSC);
- Realizar análise de espectroscopia de infravermelho médio com transformada de Fourier (FTIR) das micropartículas;
- Analisar os compostos fenólicos totais e atividade antioxidante (DPPH) nas micropartículas de alginato com e sem a presença de extrato de açaí e também no extrato de açaí em pó.

### 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1 EXTRATO DE AÇAÍ

O açaizeiro é uma palmeira que alcança em torno de 15 a 20 m de altura e 12 a 18 cm de diâmetro e é conhecido popularmente por açaí. É uma oleaginosa pertencente à família *Arecaceae* cujo nome científico é *Euterpe oleracea Martius*, da qual são extraídos o palmito e o fruto para o consumo alimentar. É uma planta que cresce normalmente às margens dos rios, pois prefere os terrenos alagados e áreas úmidas. É encontrado principalmente na região Norte do Brasil e estende-se para as Guianas e Venezuela (LORENZI *et al.* 1996 apud SOUZA; SANTOS; SILVA; PEDROSA, 2011).

O fruto do açaí pesa cerca de dois gramas e possui uma forma arredondada de cor púrpura a quase preta. Apenas 17 % do fruto podem ser consumidos (polpa e casca), sendo necessários cerca de 2 quilos de frutos para produzir um litro de suco. O caroço representa os 83 % restantes, contendo a semente oleaginosa. Por meio do despulpamento, manual ou mecânico, adquire-se a polpa que pode ser ingerida in natura ou em uma diversidade de bebidas e receitas alimentares (NAKATA DA SILVA *et al.* 2017; SANTOS *et al.* 2008).

O açaí tem sido consumido na maioria dos estados brasileiros e também em alguns países da Europa, nos Estados Unidos, Japão e China, estimulando, por parte das indústrias alimentícias, uma busca por formas alternativas de industrialização deste fruto como cápsulas. Além disso, este fruto possui muitas características antioxidantes dos compostos fenólicos o que vem despertando o interesse não somente do setor alimentício, mas também das indústrias de cosméticos e de fármacos (NAKATA DA SILVA *et al.* 2017; SCHRECKINGER *et al.* 2010).

Dentre os vários antioxidantes presentes no açaí os fitoquímicos são predominantes como as antocianinas, proantocianinas e outros flavonoides. Além desses, possui compostos fenólicos, também componentes antioxidantes (PORTINHO; ZIMMERMANN; BRUCK, 2012; ROCHEL, 2015). Segundo Menezes, Torres e Sabaa Srur (2008), a forma em pó deste produto possui um teor total de carboidratos de 42,53 % e o teor total de proteína de 8,13 g por 100 g de açaí

lioofilizado, além disso, é considerado um pó de alta caloria: 489,39 kcal/100 g de polpa liofilizada, o que se deve principalmente ao alto teor de lipídios (40,75 %).

No trabalho realizado por Malherbi (2018), foi avaliada a composição centesimal do extrato de açaí seco por *spray drier*, composto por 50% maltrodextrina e 50 % polpa de açaí. O extrato estudado apresentou: teor de umidade de 6,36 %, teor de cinzas 0,80 %, teor de proteínas, 11,70 % teor de lipídios de 0,71 %, teor de fibra bruta 6,56% e teor de carboidrato 73,78 %.

Carvalho *et al.* (2017) aponta que as possíveis diferenças entre os resultados das análises físico-químicas encontradas entre os trabalhos da literatura podem ser atribuídas a fatores como maturação, clima, localização geográfica, condições de crescimento, manuseio pós-colheita, processamento industrial da polpa e, especialmente, à variabilidade genética.

Rufino *et al.* (2010), em estudos obtidos sobre os valores da capacidade antioxidante do extrato seco do açaí, sinalizaram um interessante potencial antioxidante. Malherbi (2018) encontrou o valor médio de 1,21 g amostra/g de capacidade antioxidante para o extrato de açaí.

### 3.2 ANTIOXIDANTES

Um antioxidante é um composto que tem capacidade de retardar ou prevenir prejuízos devido à oxidação (como rancificação e formação de *off-flavors* em alimentos) estando presente em pequenas concentrações, quando comparado ao agente oxidante. As substâncias antioxidantes atuam de diferentes formas e podem exibir diferentes atributos protetivos e agir em diversas etapas do processo oxidativo, portanto, podem ser classificadas em duas categorias principais: antioxidantes primários e secundários.

São conhecidos como primários os compostos que possuem ação antioxidante capazes de retardar a oxidação por inativação de radicais livres graças à doação de átomos de hidrogênio ou de elétrons, o que transforma os radicais em substâncias estáveis. Já os compostos antioxidantes secundários exibem uma grande variedade de modos de ação: ligação de íons metálicos (alteração de valência); absorção de radiação ultra violeta (UV); inativação de ERRO ou conversão de hidroperóxidos em espécies não-radicalares (MAISUTHISAKUL; SUTTAJIT; PONGSAWATMANIT, 2007; SILVA *et al.* 2010).

Uma das maiores reações de deterioração dos alimentos é a rancificação auto-oxidativa, que é considerada uma reação de deteriorização, pois provoca o surgimento de sabores e odores anômalos (conhecidos como ranço). Além disso, provoca redução no valor nutritivo do alimento, como resultado da perda de ácidos graxos essenciais, sendo alguns produtos decorrentes da reação altamente tóxicos. A rancificação restringe o tempo de conservação de diversos alimentos, já que pode ocorrer em conteúdo de gordura de apenas 1 % (ORDÓÑEZ *et al.* 2005 apud ANDREO; JORGE, 2007).

De acordo com Lorenzo (2013), a aplicação de agentes antioxidantes e antimicrobianos em produtos cárneos pode reduzir a oxidação dos lipídios e o crescimento microbiano durante a armazenagem do produto, o que leva a um aumento da vida útil, além da manutenção da qualidade e segurança do alimento.

Além disso, diversos estudos demonstram que a ingestão de compostos antioxidantes diariamente pode desenvolver uma ação protetora efetiva contra os processos oxidativos que ocorrem espontaneamente no organismo (NEVES *et al.* 2014; NOONAN; BENELLI; ALBINI, 2007). É nesse âmbito que os antioxidantes naturais, compostos fenólicos, vêm se evidenciando por suas características biológicas como atividade anti-inflamatória, anti-histamínica, antimutagênica, como sequestradores de radicais livres e protetores contra doenças cardiovasculares (CIPRIANO, 2011; GOMIS; PALOMINO; ALONSO, 2001).

### 3.3 ANTOCIANINAS

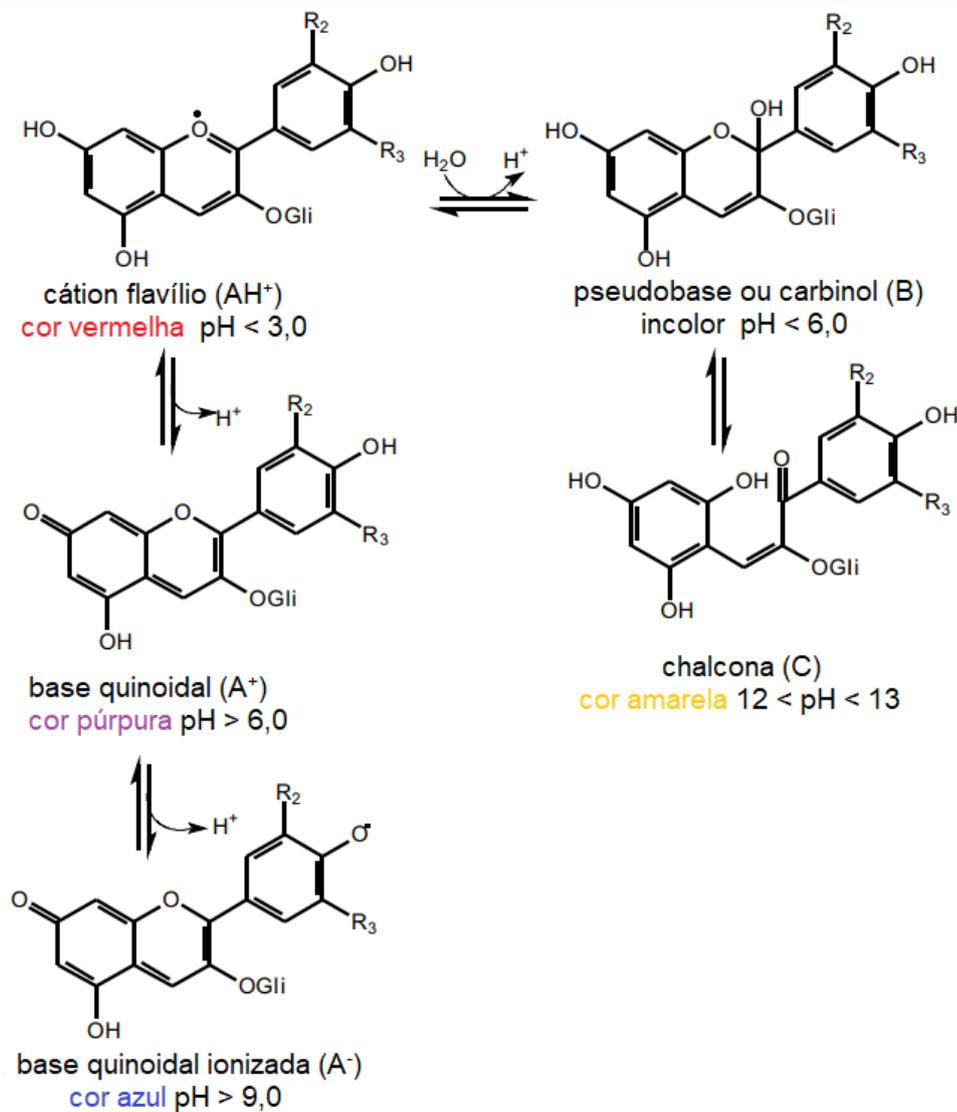
Os agentes cromóforos como as porfirinas, os carotenoides e os flavonoides são substâncias que atribuem coloração às espécies vegetais (ALKEMA; SEAGER, 1982; CIPRIANO, 2011). Dentre os flavonoides estão as antocianinas que são pigmentos naturais responsáveis pelas cores rosa, laranja, vermelha, violeta e azul (HARBONE *et al.*, 1975 apud CIPRIANO, 2011; JING; GIUSTI, 2007; MCGHIE; ROWAN; EDWARDS, 2006).

O açaí possui altas proporções de antocianinas, contendo cerca de 1,02g/100 g de extrato seco. As antocianinas dispõem de função antioxidante, que garante melhor circulação sanguínea e protegem o organismo contra o excesso de placas de depósito de lipídeos, causadores da arteriosclerose (NOGUEIRA; FIGUERÉDO; MÜLLER, 2005). Entretanto são pigmentos muito inconstantes que

podem se deteriorar durante a manipulação e a estocagem de alimentos com consequente alteração da cor. Além disso, são consideradas uma possibilidade viável para a substituição de corantes sintéticos devido suas cores atrativas, enorme número de conjugações e sua solubilidade em água o que permite sua inserção em série de produtos alimentícios (ALBARICI; VALETA; PESSOA, 2007; DEL POZO-INSFRAN; BRENES; TALCOTT, 2004).

O pH do meio tem efeito sobre a estrutura química, a cor e a estabilidade das antocianinas. A Figura 1 exibe as estruturas assumidas pelas antocianinas em função do pH.

Figura 1 - Estruturas das antocianinas em função do pH (R1 = açúcar; R2 e R3 = H/OH/OMe)



Fonte: Adaptado de Albarici; Pessoa e Forim (2006).

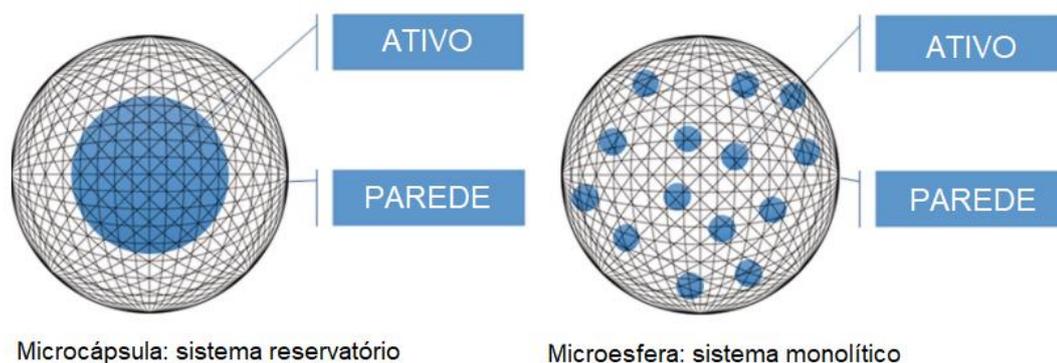
O cátion flavílio ( $AH^+$ ) possui cor vermelha predomina a pH inferior a 3,0. À medida que o pH aumenta, o cátion perde um próton e sofre uma hidratação, formando um pseudobase ou carbinol (B) incolor em pH menor que 6,0, o carbinol se transforma por tautomerismo numa chalcona (C) amarelo pálido em pH entre 12 e 13. Aumentando o pH acima de 6,0 o cátion flavílio perde prótons, formando primeiro a base quinoidal ( $A^+$ ) de cor púrpura claro que em seguida em pH's acima de 9,0 perde outro próton formando uma base ionizada de cor azul escuro (AKWIE, 2000 ALBARICI; PESSOA; FORIM, 2006).

### 3.4 MICROENCAPSULAÇÃO

A microencapsulação é um método em que uma substância ou uma mistura de compostos são revestidos ou aprisionados dentro de outro material (RISH, 1995 apud NOGUEIRA, 2013) em forma de micro/nanopartícula (JAFARI *et al.* 2008). O material encapsulado é denominado de núcleo ou material ativo, e o material que forma a cobertura é designado de material de parede, carreador ou agente encapsulante (MADENE *et al.* 2006). O processo de encapsulação promove proteção ao material encapsulado contra condições adversas do meio externo (umidade, calor, pH, oxigênio e luz) e, possibilita sua liberação em seu local de ação, em porções e no instante pertinente, por meio de estímulos específicos (GIBBS; KERMASHA, 1999; NOGUEIRA, 2013; SHAHIDI; HAN, 1993) que pode ser causado por ruptura mecânica, temperatura, pH, solubilidade no meio, biodegradação ou por difusão (GOUIN, 2004; NOGUEIRA, 2013; REINECCIUS; RISCH, 1993).

Existem dois tipos básicos de estruturas que podem ser geradas pelo processo de encapsulação, diferenciados pela distribuição do recheio. Quando a estrutura formada é do tipo “reservatório”, nota-se uma partícula mononucleada com o conteúdo envolvido por uma parede, que recebe o nome de micropartículas. Já, quando o recheio se dispõe em uma estrutura tipo “esponja” ou matriz, verifica-se uma partícula multinucleada, nomeada de microesfera ou micropartícula. O tipo de estrutura concebida influi na porção e no forma da liberação do material ativo (THIES, 1995 apud CORRÊA, 2008). A Figura 2 apresenta estas estruturas.

Figura 2 - Ilustração esquemática para a microencapsulação de compostos



Fonte: Adaptado de Pereira *et al.* (2018)

O emprego da microencapsulação de elementos de diferentes naturezas tem sido alvo de diversos estudos, colaborando para prováveis aplicações em diversos setores, tais como farmacêutica, alimentícia, agrícola e cosmética (JAFARI; HE; BHANDARI, 2007; SILVA *et al.* 2003). Atualmente a área de alimentos tem utilizado com sucesso as micropartículas visando à proteção de substâncias sensíveis à luz, oxigênio, tempo e temperatura de armazenamento, além de evitar interações com outros compostos, estabilizando o produto, e conseqüentemente, aumentando a sua validade (DESAI; PARK, 2007; NOGUEIRA, 2013).

Muitos estudos foram desenvolvidos para produzir partículas nutricionalmente eficientes, protetivas, por meio de diferentes técnicas, que podem ser classificadas como, físico-química: coacervação complexa (SANTOS, 2014) físicas: gelificação iônica utilizando polissacarídeos associados a íons de cálcio (CÉLIS, 2014; SOUZA; COSTA, 2014), secagem por atomização (*spray drying*) (JACKSON; LEE, 1971) e métodos combinados como coacervação complexa mais secagem por *spray drying* (BARACAT *et al.* 2004; OLIVEIRA *et al.* 2007) e gelificação iônica mais complexação eletrostática (GBASSI *et al.* 2011).

A seleção do tipo de metodologia irá depender da aplicação e do tipo de mecanismo de liberação desejado, assim como as propriedades físico-químicas do agente encapsulante e da solubilidade do material ativo, das condições de produção e dos requisitos do produto final (MCCLEMENTS *et al.* 2008; RÉ, 1998; SOUZA; COSTA, 2014).

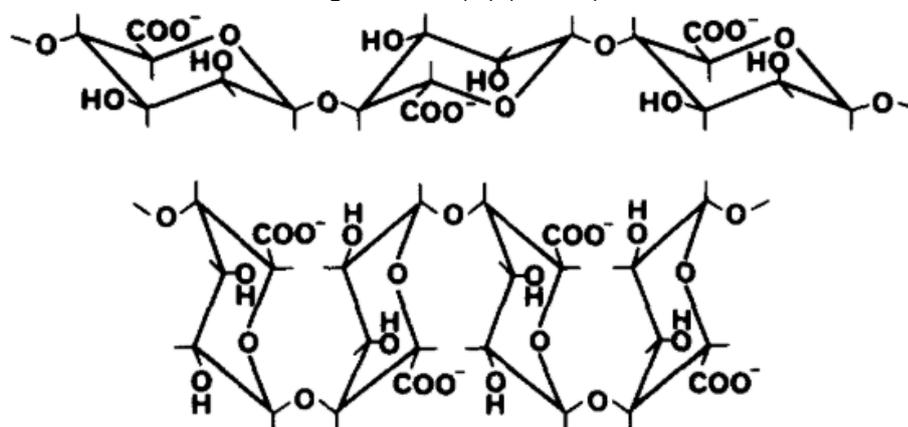
Os métodos utilizados para caracterização e posterior avaliação do processo de microencapsulação incluem: avaliação da microestrutura e morfologia através da microscopia ótica e eletrônica de varredura, distribuição de tamanho, composição da

parede, recheio e comportamento de liberação por técnicas diversas (THIES, 1995 apud MCCLEMENTS *et al.* 2008; SOUZA; COSTA, 2014).

### 3.5 ALGINATO DE SÓDIO

O alginato é um polissacarídeo hidrossolúvel que possui baixo custo e de ocorrência natural, pois é encontrado em algumas bactérias e nas paredes celulares e intracelulares de algas marrons, principalmente *Laminaria hyperborea*, *Ascophyllum nodosum* e *Macrocystis pyrifera* (ANNAN; BORZA; HANSEN, 2008; NOGUEIRA, 2013; WAYNE R. GOMBOTZ, 1998). Quimicamente é um copolímero que possui estrutura linear de alta massa molar com secções rígidas e flexíveis, formadas por dois tipos de ácidos urônicos, uma unidade de ácido  $\beta$ -D manurônico (M) e ácido  $\alpha$ -L gulurônico (G) com blocos que podem ser homopoliméricos ou heteropoliméricos (COTTRELL, KOVACS, 1980 apud CÉLIS, 2014; DRAGET; TAYLOR, 2011). A Figura 3 apresenta a estrutura química do alginato.

Figura 3 - Conformações da cadeia química do Alginato  $\beta$ -D manurônico (M) (acima) e ácido  $\alpha$ -L gulurônico (G) (abaixo)

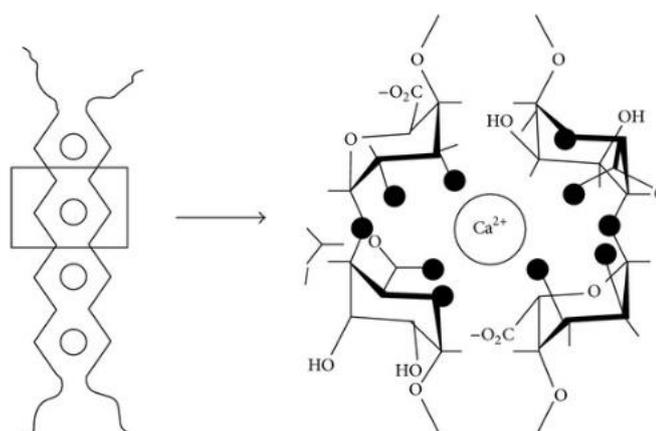


Fonte: Adaptado de Gacesa (1988).

A composição molecular específica de uma amostra de alginato depende do tipo de alga de que foi extraído e do local de sua produção, podendo ocorrer variações nas porcentagens de ácido manurônico (M) e gulurônico (G) (THIES, 1995 apud SOUZA; COSTA, 2014). Assume-se que as unidades G são as únicas moléculas do alginato que formam reticulação com íons bivalentes, principalmente o  $\text{Ca}^{2+}$ , e, portanto, é a principal característica estrutural que contribui para a formação de gel (STRÖM *et al.* 2009). Em geral, alginatos com elevado teor de unidades G formam géis estáveis, com permeabilidade elevada quando comparada com

alginatos com um alto teor de unidades M (CÉLIS, 2014; MARTINSEN, A., STORRØ, I., SKJÅRK-BRÆK, 1991). O efeito cooperativo entre os blocos G formam uma estrutura tridimensional conhecido como “modelo caixa de ovo” (AMICI *et al.* 2008; SOUZA; COSTA, 2014) que está apresentado abaixo na Figura 4.

Figura 4 - Ilustração esquemática do “modelo caixa de ovo”



Fonte: Braccini; Prez; Pe (2001).

O alginato é um dos polímeros mais utilizados na microencapsulação, pois forma uma matriz de gel altamente versátil, biocompatível e não tóxica, que protege os componentes ativos de fatores como calor e umidade, aumentando a estabilidade e a biodisponibilidade (FUNAMI *et al.*, 2009; LUPO *et al.*, 2014). Além disso, permite um processo de encapsulação livre de solventes orgânicos, além de promover um ambiente aquoso relativamente inerte dentro da matriz, assim como sua propriedade de biodegradação sob condições fisiológicas normais (SOUZA; COSTA, 2014; GOMBOTZ, 1998).

### 3.6 GELIFICAÇÃO IÔNICA

A gelificação iônica externa é uma técnica onde partículas são produzidas pelo gotejamento de uma solução polimérica negativamente carregada em uma solução catiônica, normalmente contendo cálcio, com a gelificação ocorrendo através da difusão de cátions para dentro da solução de hidrocoloide (SCHOUBBEN *et al.* 2010; SILVA *et al.* 2006; SOUZA; COSTA, 2014). Logo após a formação, as partículas permanecem sob agitação por um período denominado tempo de maturação, pois as ligações cruzadas desenvolvem-se lenta e progressivamente da superfície para o interior da partícula gelificada (ROCHA, 2001).

A produção de micropartículas através da técnica de gelificação iônica é um método de encapsulação simples, rápido e de baixo custo, baseado na capacidade dos polieletrólitos de fazerem ligações cruzadas na presença de contra-íons, formando uma estrutura em malha tridimensional (THIES, 1995 apud SOUZA; COSTA, 2014). Por esse método, uma solução polimérica carregada negativamente forma ligações cruzadas (*cross-linking*) com cátions de baixa massa molecular, formando hidrogéis (RÉ, 2010 apud HOLKEM; FRANCO; RAGAGNIN, 2015). Este método tem a vantagem de utilizar condições suaves, uma vez que não emprega altas temperaturas, agitação vigorosa ou solventes orgânicos, permitindo o encapsulamento de substâncias que se degradem sob outras condições (COLAK *et al.*, 2016; DE MOURA *et al.*, 2018; MUKAI-CORREA *et al.* 2005).

As propriedades das partículas formadas por gelificação iônica como a cinética da formação do gel, volume, estabilidade e a porosidade das cápsulas, assim como o índice de difusão de solutos para dentro ou fora da matriz polimérica, é influenciada diretamente pela concentração do polissacarídeo e cátions, pela força iônica e pelo pH (NOGUEIRA, 2013).

Muitos estudos foram desenvolvidos para produzir partículas nutricionalmente eficientes e protetivas, utilizando o método de gelificação iônica com o polímero alginato para encapsular diversos tipos de extratos antioxidantes. No trabalho de Lupo *et al.* (2014) foi encapsulado o extrato de cacau para preparar alimentos funcionais, comparando dois mecanismos de gelificação: externa (EG) e interna (IG). Pode-se concluir que maiores concentrações de cálcio diminuíram o diâmetro das partículas de alginato e cacau. Além disso, os parâmetros texturais mostraram que as partículas formadas por EG eram muito mais duras que aquelas preparadas pelo IG, devido à casca mais rígida formada quando o cálcio migrou do exterior das gotículas. Já no trabalho de Córdoba *et al.* (2014), utilizou-se extrato de erva mate para enriquecer sopas avaliando mecanismos de liberação sob diferentes condições de pH. Onde pode-se observar que cápsulas úmidas e secas mostraram diferentes mecanismos de liberação. As cápsulas molhadas submetidas a pH = 2 liberaram seu conteúdo principalmente por difusão; enquanto os secos facilmente hidratados liberaram a maior parte do extrato em solução ácida. Outros trabalhos que podem ser citados na encapsulação de extratos são o de dente de leão (BUŠIĆ *et al.* 2018), extrato de hibisco (DE MOURA *et al.* 2018) e extrato de figueira da índia (OTÁLORA *et al.* 2018).

## 4 PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS

### 4.1 EXTRATO DE AÇAÍ

O extrato de açaí solúvel, seco pelo método de *spray dryer*, foi adquirido em um único lote, embalado em saco de polietileno de 1 kg da empresa Heide Extratos Vegetais. Sendo sua composição de 50 g de maltrodextrina para cada 100 gramas de polpa de açaí. Após seu recebimento, a embalagem foi fracionada em quatro outras embalagens contendo aproximadamente 250 gramas cada e então foram armazenados e mantidos em na geladeira a 4 °C até posterior uso.

### 4.2 PREPARO DAS MICROPARTÍCULAS

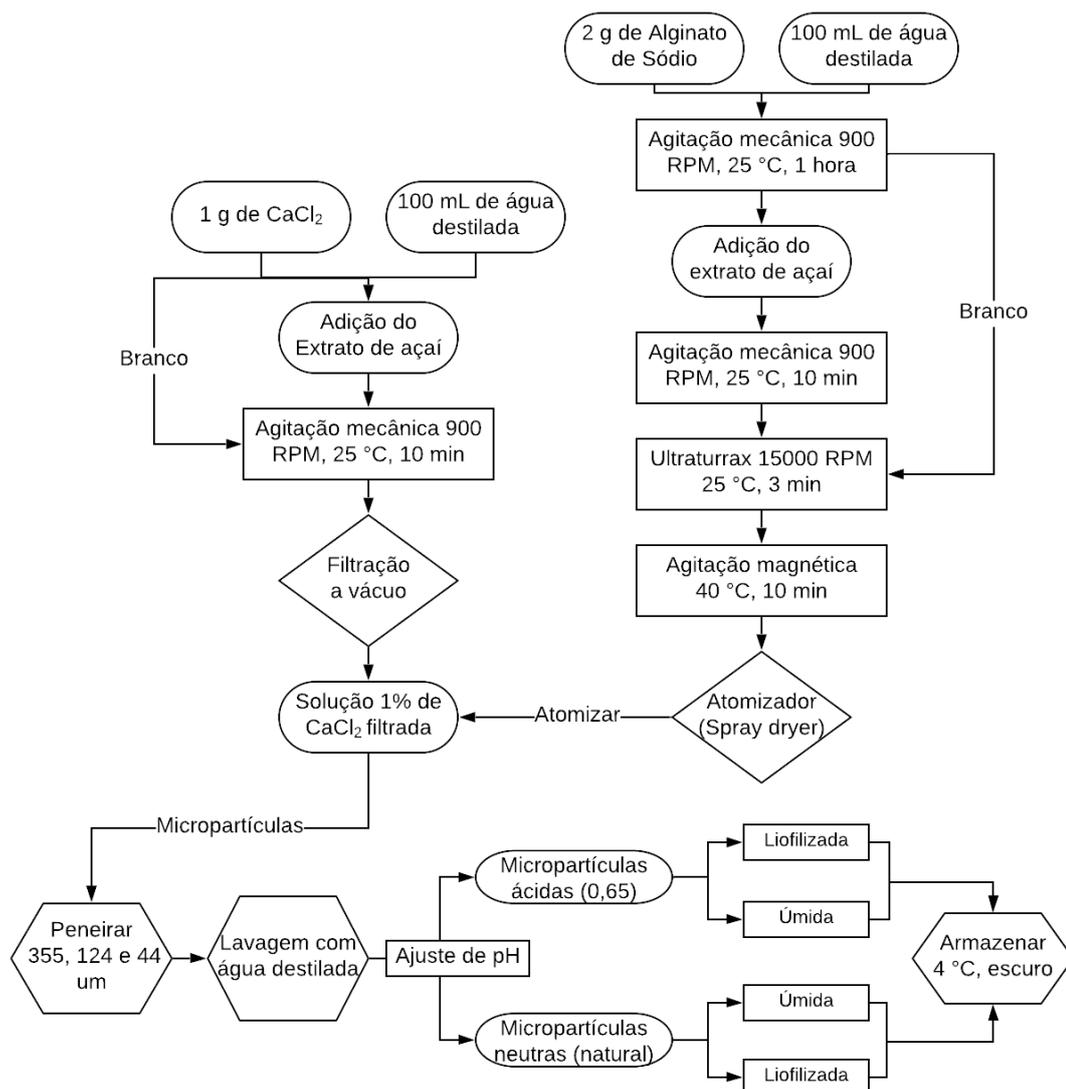
A elaboração da solução de preparo das micropartículas seguiu a metodologia de gelificação externa proposta por Lupo *et al.* (2014), enquanto que o método de produção foi baseado no trabalho de Célis (2014), ambos com algumas modificações. Inicialmente, foi adicionado o extrato de açaí em concentrações de 0 %, 1 % e 2 % em uma solução aquosa de alginato (Protanal® RF 6650 Alginate, FMC BioPolymer) 2 % (g/g) previamente solubilizada em temperatura ambiente. Esta solução foi mantida sob agitação mecânica (GEHAKA – AM-20) à 900 rpm por 10 min e então transferida para o agitador tipo rotor estator Ultra Turrax (DragonLab, China) por 3 min na velocidade três, para a completa dispersão do extrato. Posteriormente a solução foi transferida para um agitador magnético (EVEN – HJ-5) onde sua temperatura foi elevada até atingir 40°C, a fim de reduzir a viscosidade da mistura.

Paralelamente, preparou-se uma solução 1% (g/g) de  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (Sigma-Aldrich) com 99 % de pureza. Então a solução reticulante foi saturada com extrato de açaí a fim de minimizar efeitos difusionais das micropartículas. Esta solução foi filtrada para que partículas insolúveis do extrato fossem retidas no papel filtro. Então foi pulverizada sobre a solução reticulante utilizando atomizador duplo fluido (LM – MSDi 1.0 Labmaq do Brasil) com orifício de 1 mm de diâmetro, altura de 12 cm entre o bico atomizador e a solução de cloreto de cálcio, pressão do ar de 10 kgf m<sup>-2</sup> e velocidade de atomização de 0,5 L/hora. Durante o processo de atomização a solução permaneceu em agitação constante a 40°C. Após a atomização, as

partículas foram mantidas em solução de cloreto de cálcio por mais 30 minutos sob agitação magnética (EVEN – HJ-5). Posteriormente, foram separadas e lavadas em peneiras de 355, 124 e 44  $\mu\text{m}$  (42, 115 e 325 mesh respectivamente) com água destilada. Para a caracterização, metade das partículas úmidas de concentrações 0 %, 1 % e 2 % de extrato de açaí foram tratadas com uma solução aquosa de ácido clorídrico 0,5 mol L<sup>-1</sup> (pH = 0,65). Após esse processo, para a realização de algumas análises, uma parte das amostras de pH neutro e ácido foram liofilizadas (EDWARDS – RV 8) e, então, foram acondicionadas em frascos com tampa e mantidas a 4°C no escuro até posterior uso.

A Figura 5 apresenta o procedimento metodológico adotado para o preparo das micropartículas.

Figura 5 - Fluxograma de preparo das micropartículas de alginato



Fonte: Autoria própria (2019).

### 4.3 CARACTERIZAÇÕES DAS MICROPARTÍCULAS

As caracterizações realizadas neste trabalho estão descritas abaixo.

#### 4.3.1 Análise de pH

Foi medido o pH das soluções de preparo das micropartículas e da solução de cloreto de cálcio ambas sem e com presença de extrato de açaí (1% e 2%), antes de passar pelo processo de atomização, com auxílio de um pHmetro (GEHAKA – PG1800).

#### 4.3.2 Análise granulométrica

O processo de peneiramento foi realizado com peneiras de 355, 124 e 44  $\mu\text{m}$  (42, 115 e 325 mesh, respectivamente) de formato circular, em aço inox e 2" de altura, da marca Bertel. Os parâmetros determinados foram: fração mássica ( $\Delta x_i$ ), diâmetro médio ( $\overline{Dp}_i$ ), fração peneirada ( $x_i$ ) e fração retida ( $y_i$ ). O diâmetro médio foi determinado pela Função de densidade de distribuição mássica de partículas úmidas.

#### 4.3.3 Umidade

O conteúdo de umidade das partículas foi determinado, em triplicata, pelo método gravimétrico em estufa (De LEO) a 105°C por 24 horas segundo a metodologia nº 926.08 da AOAC (2006).

#### 4.3.4 Solubilidade em água

Esta análise foi realizada em triplicata e seguirá o método proposto por Gontard *et al.*, (1994). Após secagem, as micropartículas foram imersas em um recipiente contendo 40 mL de água destilada e mantidas sob lenta agitação mecânica (GEHAKA – AM-20) por um período de 24 horas, à temperatura ambiente. Após esse período, foram submetidas novamente à secagem a 105°C por mais 24 horas, para a obtenção da massa seca final.

#### 4.3.5 Determinação de cor em função do pH

A análise de cor foi realizada com um calorímetro A Minolta Chroma Meter (Model CR-400, Minolta, Inc., Tokyo, Japan). Para a análise, as amostras liofilizadas da terceira fração (-115 +325 mesh) foram colocadas em uma superfície plana de coloração padrão branca usada como superfície controle de calibração, tomando cuidado para garantir uma amostra homogênea e representativa. A escala de cores CIELab foi usada para medir os parâmetros  $L^*$  (preto ao branco),  $a^*$  (vermelho ao verde) e  $b^*$  (amarelo ao azul). A diferença total de cores foi calculada de acordo com a Equação 1:

$$\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{\frac{1}{2}} \quad (1)$$

Quando:

$\Delta L^*$ ,  $\Delta a^*$  e  $\Delta b^*$  = diferenças entre os cromas das amostras e do controle.

#### 4.3.6 Imagens ópticas

A análise da morfologia das micropartículas foi realizada com auxílio da microscopia óptica (MO). Para análise por microscopia óptica, as partículas úmidas foram colocadas em lâminas e analisadas usando microscópio (LEICA – DM500) sob a lente de 40X com câmera digital acoplada.

#### 4.3.7 Espectroscopia de infravermelho médio com transformada de Fourier (FTIR)

Os espectros de infravermelho das micropartículas liofilizadas foram realizados em Espectrofotômetro Frontier da Perkin Elmer. Um total de 32 varreduras foram realizadas na resolução de 4 cm e as medições registradas entre 4000 e 400 cm.

#### 4.3.8 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A determinação da temperatura máxima de fusão das micropartículas liofilizadas (mistura homogênea) foi realizada no analisador térmico TGA (Q600, TA

Instruments, EUA). Amostras de 7 e 9 mg foram colocadas em painéis de alumínio hermeticamente seladas. As amostras foram aquecidas de 30°C a 300°C em aquecimento com taxa de 10°C.min<sup>-1</sup> sob uma atmosfera inerte de N<sub>2</sub> a 50 mL.min<sup>-1</sup>.

#### 4.3.9 Compostos Fenólicos

A determinação de compostos fenólicos totais do extrato de açaí e das micropartículas com e sem a incorporação de extrato foi realizada pelo método espectrofotométrico de Folin-Ciocalteu, como descrito por Singleton *et al.* (1999). A curva padrão para o extrato de açaí e das micropartículas foi obtida pela diluição de uma solução padrão de ácido gálico. As leituras das absorvâncias foram realizadas em espectrômetro UV/VIS (Aquamate - Nova Analítica) a 760 nm e os resultados expressos em mg de Ácido gálico equivalente (AGE)/g de extrato.

#### 4.3.10 Capacidade antioxidante

A capacidade antioxidante foi calculada pelo método de captura do radical livre DPPH, de acordo com a metodologia de Rufino *et al.*, (2007). Para a análise das amostras foram adicionados 3,9 mL do radical 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH) (0,06 mmol/L) a uma alíquota de 0,1 mL da amostra (extração do extrato de açaí e das micropartículas com e sem a incorporação do extrato). As leituras foram realizadas em espectrofotômetro (FEMTO – 700 PLUS) a 515 nm, após 30 minutos de reação. Todas as determinações foram acompanhadas de um controle contendo metanol 50 % e acetona 70 %. A queda na leitura da absorvância das amostras foi correlacionada ao controle, estabelecendo-se a porcentagem de descoloração do radical DPPH e permitindo calcular, após o estabelecimento do equilíbrio da reação, a quantidade de antioxidante gasta para reduzir 50 % do radical DPPH.

#### 4.3.11 Análise estatística

Para a análise estatística dos dados obtidos, o programa STATISTICA 12.5 (StatSoft, USA), foi usado para calcular as diferenças significativas entre as propriedades das micropartículas, no intervalo de 95 % de confiança.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 ANÁLISE DE pH

O pH das soluções para produção das micropartículas antes do processo de atomização e das soluções de cloreto de cálcio, ambas com a adição do extrato de açaí, estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1 - pH das soluções para produção de micropartículas e das soluções de cloreto de cálcio

<b>Solução</b>	<b>Concentração de extrato</b>	<b>pH</b>
Alginato	0%	9,45
	1%	6,94
	2%	6,60
Cloreto de Cálcio	0%	7,46
	1%	4,10
	2%	3,83

Fonte: Autoria própria (2019).

A adição do extrato de açaí proporcionou a redução do pH em ambas as soluções (Alginato e Cloreto de Cálcio). A solução de alginato reduziu seu pH de 9,45 para 6,94 com a adição de 1% de extrato de açaí e de 6,94 para 6,60 com a adição de 2%. O mesmo comportamento foi percebido na solução salina de Cloreto de Cálcio, com a adição de 2% de extrato o pH reduziu de 7,46 para 4,05.

O aumento de acidez nas soluções de preparo das micropartículas e cloreto de cálcio podem estar relacionados ao teor de ácido cítrico presente no extrato. Rufino *et al.*, (2009) encontrou teores altos de ácido ascórbico para o extrato de açaí (84 mg em 100 g). Santos *et al.*, (2008) caracterizaram polpas de açaí, encontrando valores de acidez titulável (ATT) variando de 0,20 a 0,94 % de ácido cítrico, e pH de 3,55 a 4,89, e Cipriano (2011) encontrou ATT de 0,20 e pH de 4,77 para polpa de açaí.

O valor de pH de acordo com a ficha técnica disponibilizada pela empresa responsável pela produção do extrato (HEIDE Extratos Vegetais) é de 4,0 sendo seu desvio padrão  $\pm 1,0$ . Entretanto, a mesma não realizou testes para quantificação do nível de ácido cítrico em sua composição. O pH final das soluções, com o aumento da porcentagem de adição do extrato, está de acordo com o descrito na literatura e o da ficha técnica do produto.

## 5.2 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Para a aplicação dos métodos de determinação do diâmetro médio, foram empregados os seguintes parâmetros:

- Fração Mássica ( $\Delta x_i$ ): razão entre a massa retida na peneira e a massa total da amostra;
- Diâmetro médio ( $\overline{Dp_i}$ ): média aritmética da abertura da referida peneira e a imediatamente superior;
- Fração Peneirada ( $x_i$ ): fração de material que efetivamente “passou” pela referida peneira;
- Fração Retida ( $y_i$ ): fração de material que efetivamente ficou retida na referida peneira;
- Razão ( $\Delta x_i / \overline{Dp_i}$ ): razão entre a Fração Mássica e o Diâmetro Médio.

Na Tabela 2, apresentam-se as relações empregadas na determinação do diâmetro médio do conglomerado de micropartículas.

Tabela 2 - Definições dos parâmetros do peneiramento

Formulação*	$\overline{Dp}_{peneira}$ ( $\mu\text{m}$ )	$m_i$ (g)	$\Delta x_i$	$\overline{Dp_i}$ ( $\mu\text{m}$ )	$x_i$	$y_i$
<b>A0UN</b>	355	82,18	0,366	355,0	0,634	0,366
	124	85,79	0,382	239,5	0,252	0,748
	44	56,53	0,252	106,0	0,000	1,000
<b>A2UN</b>	355	288,52	0,590	355,0	0,410	0,590
	124	140,92	0,288	239,5	0,122	0,878
	44	59,95	0,122	106,0	0,000	1,000

Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: \* A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açaí por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula U (úmida). A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro).

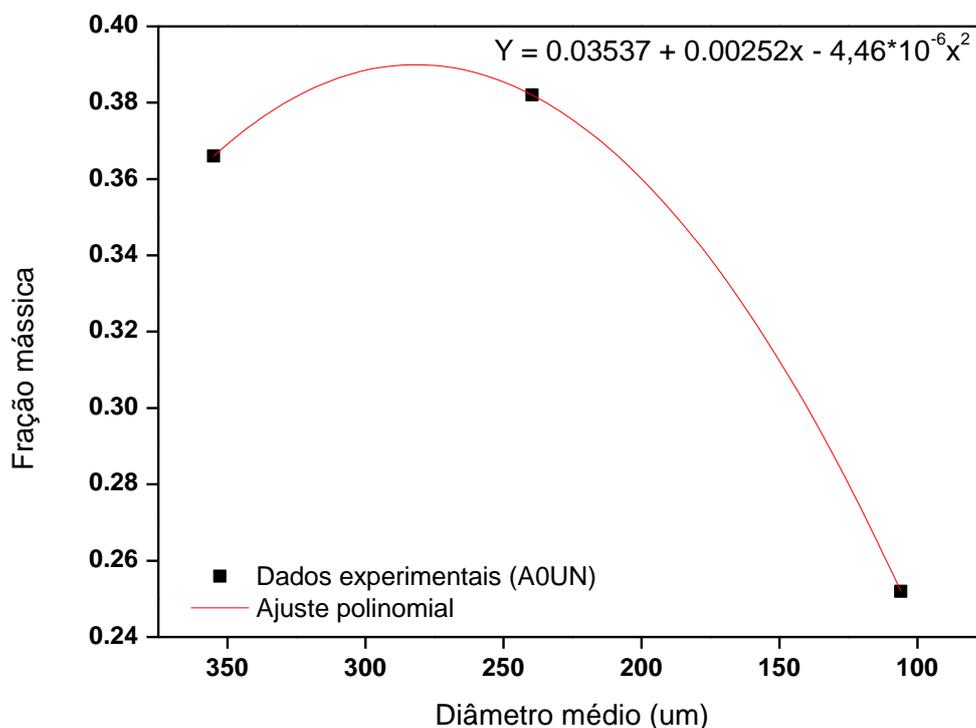
A formulação sem a presença de extrato de açaí (A0UN) apresentou maior retenção de massa na peneira de 124  $\mu\text{m}$  (85,79 g), enquanto que a formulação com presença de extrato (A2UN), na peneira de 355  $\mu\text{m}$  (288,52 g). Ambas tiveram a menor retenção na terceira fração (peneira de 44  $\mu\text{m}$ ).

As Frações mássicas da formulação A0UN se apresentaram mais homogêneas quando comparada a A2UN. Isso é percebido comparando-se a fração retida ( $y_i$ ) de cada formulação na peneira de diâmetro de 355  $\mu\text{m}$ , que para A0UN foi de 0,366, enquanto que na formulação A2UN foi de 0,590. Ou seja, mais da metade das micropartículas com extrato de açaí ficaram retidas na primeira peneira.

Na aplicação do método gráfico via Função de Densidade de Distribuição Mássica, os valores de  $\Delta x_i$  (Fração Mássica) foram dispostos em um gráfico, em função de  $\overline{Dp}_i$  (Diâmetro médio).

Para determinar o ponto de diâmetro médio das formulações A0UN e A0UN foi realizado um ajuste polinomial de segunda ordem aos pontos experimentais. Então, realizou-se a integral da equação do ajuste para obter a área. Sendo o diâmetro médio da partícula definido como o ponto onde a área da curva é dividida pela metade. A Figura 6 e 7 representam as formulações A0UN e A2UN, respectivamente.

Figura 6 - Função de densidade de distribuição mássica de partículas sem a adição de extrato de açaí



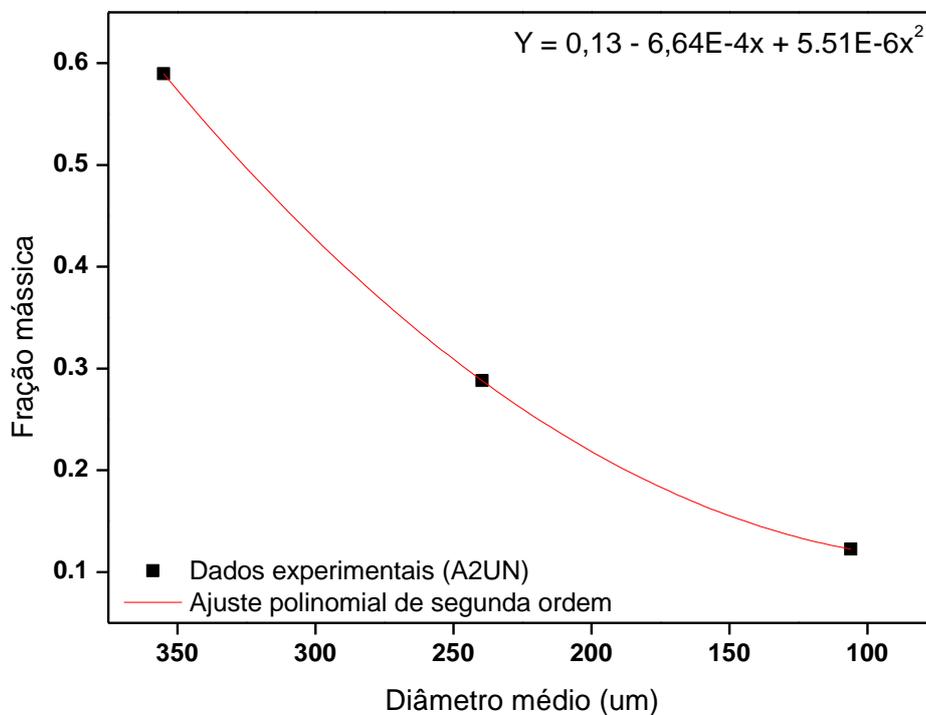
Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açaí por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula U (úmida). A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro).

O diâmetro médio encontrado para as partículas úmidas sem adição de extrato de açaí (A0UN) foi de 240,36 µm. Maciel (2013), em seu estudo, produziu micropartículas de alginato com o uso de uma solução de cloreto de cálcio de 0,9 mol.L<sup>-1</sup> (10 g de CaCl<sub>2</sub> para 100 mL de solução) cujo diâmetro médio foi de 725 ± 10 µm.

Partículas produzidas por extrusão normalmente apresentam diâmetros que podem variar de 500 µm a 3 mm (BUREY *et al.* 2008; ETCHEPARE *et al.* 2015; KRASAEKOOPT; BHANDARI; DEETH, 2003) sendo que o tamanho das partículas formadas é dependente do tamanho do diâmetro da agulha usada para gotear a solução, da viscosidade e da concentração da solução de alginato, e da distância entre o atomizador e a solução de cloreto de cálcio (ETCHEPARE *et al.* 2015; KRASAEKOOPT; BHANDARI; DEETH, 2003).

Figura 7 - Função de densidade de distribuição mássica de partículas com a adição de 2 g de extrato de açaí para 100 mL de solução



Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açaí por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula U (úmida). A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro).

O diâmetro médio encontrado para as partículas úmidas com adição de 2 % de extrato de açaí (A2UN) foi de 276,42 µm. Percebe-se que houve um aumento do tamanho da partícula em relação a formulação sem a presença de extrato, isso pode ter sido decorrido pelo aumento de sólidos presentes na micropartícula. Os valores de diâmetro médio encontrados estão de acordo com o que é descrito na literatura para micropartículas produzidas por atomização.

### 5.3 UMIDADE E SOLUBILIDADE

A Tabela 3 apresenta os resultados referentes a umidade e a solubilidade das micropartículas com e sem extrato de açaí a base de alginato. Em relação ao teor de umidade, como esperado, as amostras liofilizadas apresentaram um valor menor (13,23 a 18,90 %) do que às partículas que não passaram por este processo de desidratação (96,24 s 97,29 %).

Tabela 3 - Resultados das análises de caracterização das partículas a base de alginato

Formulação**	Umidade (%)*	Solubilidade (%)*
<b>A0LN</b>	15,72 ± 0,15 <sup>b</sup>	2,91 ± 1,98 <sup>ab</sup>
<b>A1LN</b>	13,74 ± 0,37 <sup>a</sup>	4,35 ± 0,99 <sup>b</sup>
<b>A2LN</b>	13,23 ± 0,27 <sup>a</sup>	10,35 ± 0,46 <sup>c</sup>
<b>A0LA</b>	18,90 ± 0,57 <sup>d</sup>	54,62 ± 0,78 <sup>h</sup>
<b>A1LA</b>	17,46 ± 0,37 <sup>c</sup>	53,57 ± 1,68 <sup>gh</sup>
<b>A2LA</b>	16,02 ± 1,19 <sup>b</sup>	50,79 ± 1,26 <sup>g</sup>
<b>A0UN</b>	97,29 ± 0,13 <sup>e</sup>	0,68 ± 0,19 <sup>a</sup>
<b>A1UN</b>	97,16 ± 0,02 <sup>e</sup>	1,29 ± 1,25 <sup>ab</sup>
<b>A2UN</b>	97,21 ± 0,10 <sup>e</sup>	2,74 ± 1,52 <sup>ab</sup>
<b>A0UA</b>	96,24 ± 0,34 <sup>e</sup>	43,10 ± 0,88 <sup>f</sup>
<b>A1UA</b>	96,49 ± 0,22 <sup>e</sup>	39,42 ± 1,20 <sup>e</sup>
<b>A2UA</b>	96,81 ± 0,01 <sup>e</sup>	33,72 ± 1,43 <sup>d</sup>

Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: \*Letras diferentes nas colunas indicam que houve diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) pelo Teste de Tukey. \*\* A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açaí por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula L (liofilizada) ou U (úmida). A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro) e A (ácido).

Comparando as amostras liofilizadas, com mesmo conteúdo em gramas de extrato de açaí, pode-se observar um aumento do teor de umidade no meio ácido (16,02 a 18,90 %) quando comparado ao meio neutro (13,23 a 15,72 %). Além disso, pode-se notar que a presença de extrato diminuiu estatisticamente a umidade da amostra, pois tanto em meio neutro (15,72 à 13,23 %) quanto meio ácido (18,90 à 16,02 %) as amostras A0 apresentaram valores maiores que A1 e A2. A diminuição do teor de umidade com a presença do extrato açaí pode estar relacionado ao teor de maltodextrina presente no extrato. Resultados semelhantes ocorreram nos estudos realizados por Abadio *et al.* (2004) e Nunes *et al.* (2015), ao aumentar o teor de maltodextrina obtiveram cápsulas com menor teor de umidade. A eficácia de maltodextrinas de baixa dextrose equivalente (DE) como agente encapsulante deve-se a sua baixa difusividade de umidade (ADHIKARI *et al.* 2004; SANTOS, 2013). Tonon e colaboradores (2011) demonstraram em seus estudos sobre o pó de açaí obtido em *spray drying* que há uma relação direta dos menores valores de higroscopicidade como o aumento da concentração de maltodextrina.

As amostras úmidas obtiveram valores de umidade perto de 96 % e não se diferenciaram estatisticamente entre si ( $p < 0,05$ ), para ambos os tratamentos ácido ou neutro. Este dado está de acordo com o encontrado por Leite (2014), que produziu micropartículas alginato e quitosana com valor médio de umidade de 95 %. Célis (2014), encontrou o mesmo valor de umidade em partículas de alginato e pectina reticuladas com cloreto de cálcio produzidas pelo método de gelificação iônica. Quando utilizamos alginato com sais de cálcio, o gel formado tem a capacidade de reter os componentes de interesse juntamente com a água presente na solução, assim, os valores de umidade tendem a permanecer maiores.

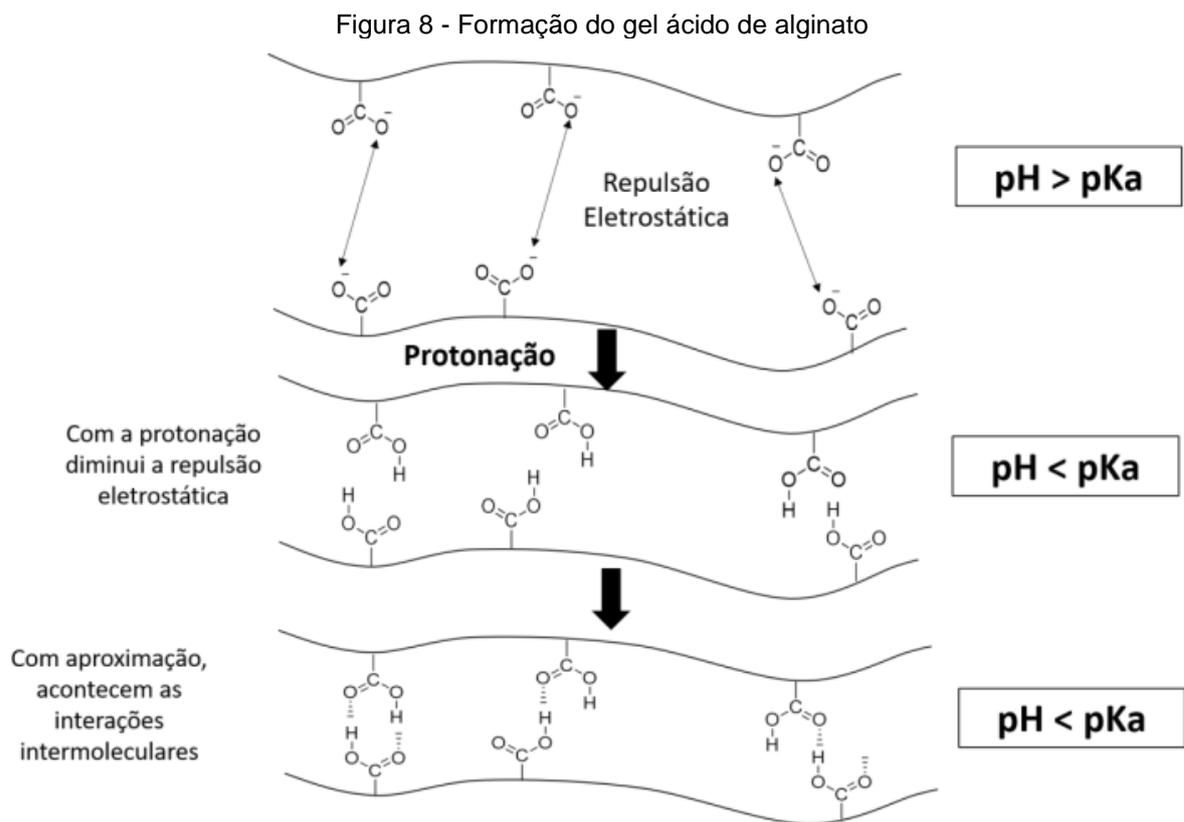
A solubilidade das partículas liofilizadas e úmidas em meio neutro, em geral, aumentou com a concentração presente de extrato de açaí. A amostra A0UN, apresentou um valor de solubilidade médio muito próximo de zero, o que pode ser considerado insolúvel. Deste modo, todos os dados das partículas úmidas em meio neutro podem ser considerados insolúveis, pois são estatisticamente iguais a amostra A0UN devido ao alto valor de desvio padrão. Raymond e colaboradores (2009) afirmam que características como a solubilidade, higroscopicidade, sabor doce e compressibilidade aumentam com o valor de DE. Por outro lado, as partículas liofilizadas e úmidas tratadas em meio ácido apresentaram redução de solubilidade com o aumento de extrato de açaí na amostra.

Pode-se notar que a solubilidade foi maior nas partículas tratadas em meio ácido que as do meio neutro (aproximadamente 10 vezes), tanto para amostras úmidas quanto para liofilizadas. Uma justificativa para este comportamento pode ser explicado pela reticulação incompleta dos monômeros G da cadeia de alginato pelo íon bivalente de  $\text{Ca}^{2+}$ . Com isso, ao adicionar prótons à micropartícula, houve a formação do gel ácido algínico. Esse composto é formado na ausência de íons metálicos bivalentes, quando o alginato é exposto a soluções ácidas com pH inferior ao pKa dos monômeros presentes no alginato (3,38 para o M e 3,65 para o G) (CACURO; WALDMAN, 2018; DRAGET; SKJÅK-BRÆK; STOKKE, 2006). Nestas condições, os grupos carboxilato na cadeia do alginato se tornam protonados e a repulsão entre cadeias diminui (CACURO; WALDMAN, 2018; LEE; MOONEY, 2012). Com a menor repulsão entre as cadeias do polímero, ocorrem a formação de ligações de hidrogênio intermoleculares entre as cadeias (ATKINS *et al.* 1973; CACURO; WALDMAN, 2018; DRAGET *et al.* 1996; DRAGET; SKJÅK-BRÆK; STOKKE, 2006). As ligações de hidrogênio formadas entre as cadeias do gel ácido

de alginato são ligações extremamente polares, assim como a molécula de água. Portanto, espera-se que estas cadeias sejam mais solúveis em água quando comparada a cadeia de alginato reticulado com íons de cálcio.

Diversos são os fatores que podem influenciar na formação das estruturas *egg-box* e, portanto na formação do gel iônico de alginato, entre eles podemos citar a concentração e a natureza do metal bivalente, a concentração de alginato, a proporção entre monômeros G e M presentes nas amostras de alginato e o tempo de exposição do alginato à solução de metal bivalente (CACURO; WALDMAN, 2018; FU *et al.* 2011).

A Figura 8 apresenta formação do gel ácido de alginato, começando com sua protonação e diminuição da repulsão entre as cargas iguais e a formação das ligações intermoleculares.



#### 5.4 DETERMINAÇÃO DE COR EM FUNÇÃO DO pH

Na Tabela 4 estão apresentados os resultados da análise colorimétrica para as partículas liofilizadas a base de alginato contendo ou não extrato de açaí, tratadas em pH neutro e ácido.

Tabela 4 - Resultados da análise colorimétrica para micropartículas a base de alginato

<b>Formulação**</b>	<b>L*</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>	<b>ΔE*</b>
<b>PADRAO</b>	36,33	24,21	21,73	----
<b>A0LN</b>	88,36	0,75	18,35	57,17
<b>A1LN</b>	54,46	0,09	8,76	32,84
<b>A2LN</b>	49,77	1,07	9,42	29,45
<b>A0LA</b>	89,94	1,74	11,74	58,98
<b>A1LA</b>	59,27	16,85	13,55	25,44
<b>A2LA</b>	51,00	16,27	13,44	18,63

Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: \*\*A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açaí por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula, L (liofilizada). \*A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro) e A (ácido).

Os parâmetros de cor das micropartículas de alginato de cálcio foram influenciados pela concentração de extrato de açaí presente na amostra. Notou-se que, independente do pH, quando a concentração de extrato aumentou, a luminosidade diminuiu, ou seja, a amostra ficou mais escura.

Bernstein (2014) ao analisar parâmetros de cor para micropartículas contendo extrato de repolho roxo observou que os valores de L\* aumentavam conforme aumentava a concentração de agente encapsulante. Mesmo fato foi apresentado por Nunes (2014), que com o aumento da concentração das soluções estudadas de maltodextrina ocorria o aumento do parâmetro de luminosidade. Tal fato não foi observado no presente trabalho.

Para o parâmetro a\* as micropartículas apresentaram valores positivos, portanto indicando uma propensão a cor avermelhada, tendência esperada ao se tratar de micropartículas de extrato da polpa de açaí. Nas amostras de pH neutro houve um pequeno aumento do valor em relação a quantidade de extrato de açaí presente na amostra, variando de 0,75 a 1,07. Já no meio ácido este aumento foi mais evidente, variando de 1,74 a 16,27. Uma característica marcante das antocianinas está no fato de que em soluções aquosas, apresentam diferentes estruturas em função do pH. De modo geral, em meio extremamente ácido (pH entre 1-2), as antocianinas apresentam coloração intensamente avermelhada devido ao predomínio da forma cátion flavílico (AH<sup>+</sup>) (MARÇO; POPPI, 2008).

Os dados obtidos para b\* apresentaram valores positivos indicando a tonalidade ao amarelo. Os valores das amostras no pH neutro diminuíram com a presença de extrato de açaí, o que é esperado, pois a solução de alginato pura possui um tom amarelado e com o aumento da concentração de extrato a coloração tende para o azulado. Por outro lado, no pH ácido, os dados aumentaram ligeiramente com a presença do extrato de açaí.

Visivelmente as cápsulas apresentaram coloração rósea devido à atuação dos agentes encapsulantes que possuem coloração amarelada e mascararam desta forma a cor do extrato puro que apresenta coloração roxa.

A diferença de cor ( $\Delta E$ ), que reflete a influência conjunta das variáveis L, a\* e b\*. No pH neutro este variou de 57,17 para 29,45 e no pH ácido de 58,98 a 18,63.

Rosa (2017), ao realizar análises de cor para micropartículas contendo extrato de mirtilo, obteve valores de luminância variando de 33,33 a 44,27, parâmetro a\* de 15,21 a 24,97, tendendo para o vermelho e para b\* diferiram ente si variando entre -0,22 a -2,20, indicando tonalidade ao azul. Estes valores não estão tão distantes aos encontrados para micropartículas de açaí produzidas neste trabalho. Além disso, a autora afirma que visivelmente as partículas apresentaram coloração rósea, assim como neste estudo.

Na Figura 9 está apresentado o aspecto visual das partículas liofilizadas a base de alginato em pH neutro e ácido contendo 0 e 2 gramas de extrato de açaí (amostras A0LN, A2LN, A0LA e A2LA).

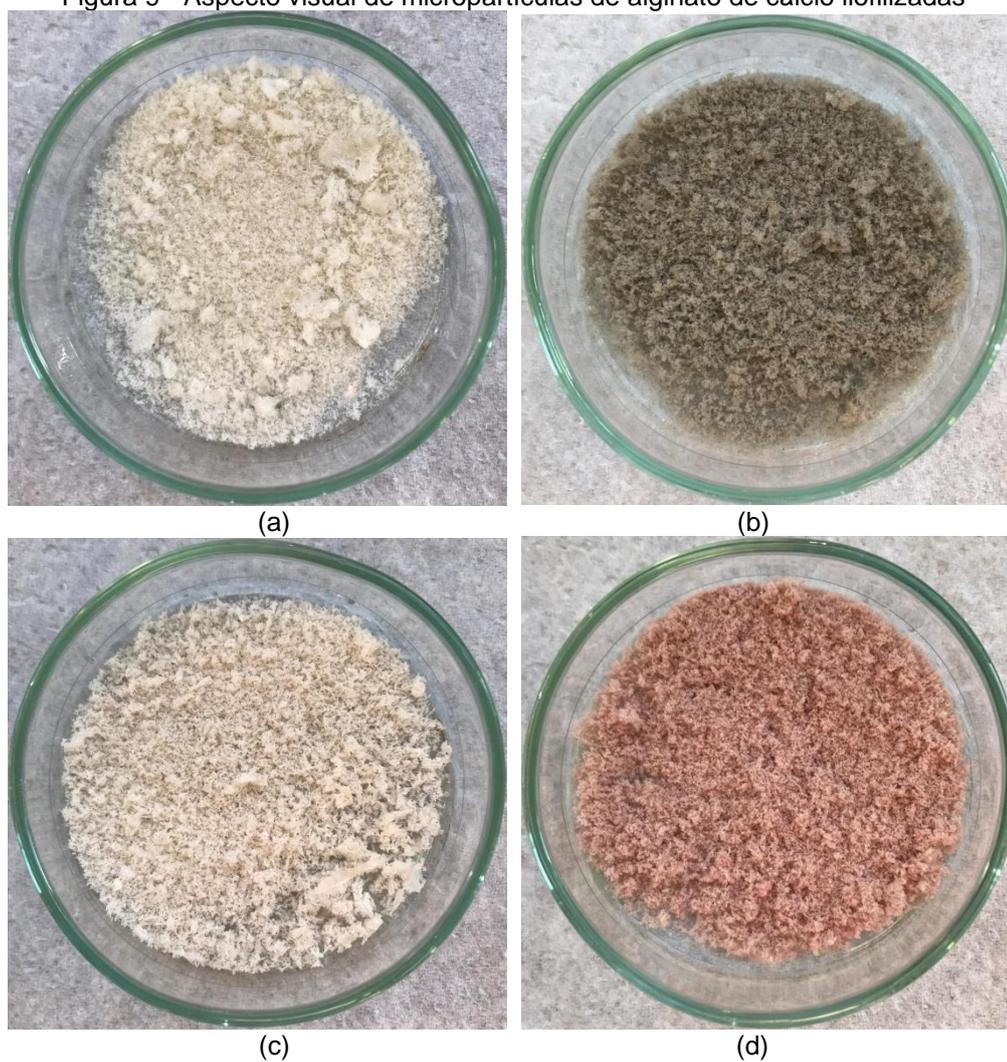
O valor calculado para  $\Delta E^*$  entre as amostras A0LN e A2LN no teste indicativo de mudança de cor apresentou resultado de 27,72. E a variação deste mesmo parâmetro para as amostras A0LA e A2LA foi de 40,35. Estes valores demonstram que houveram diferenças visualmente perceptíveis ao olho humano entre essas amostras, uma vez que a diferença global de cor foi superior a 3,0 (LEE; COATES, 2003; LUCHESE, 2018; MELGOSA *et al.* 2001).

Visualmente podemos confirmar que a amostra A2LA adquiriu uma tendência muito maior ao avermelhado quando comparado a A2LN, que apresentou uma coloração mais próxima ao acinzentado. Em relação aos outros parâmetros (L\* e b\*) nada se pode concluir visualmente.

Ambas as amostras sem a presença de extrato de açaí apresentaram uma coloração amarela esbranquiçada e não apresentaram diferenças visuais quando comparadas entre si. Célis (2014) e Teixeira (2011), em seus estudos, também obtiveram partículas de alginato com colorações diferenciadas ligeiramente amareladas.

A Figura 9 apresenta as imagens das micropartículas liofilizadas sem e com a adição do extrato de açaí na matriz em pH neutro e ácido.

Figura 9 - Aspecto visual de micropartículas de alginato de cálcio liofilizadas

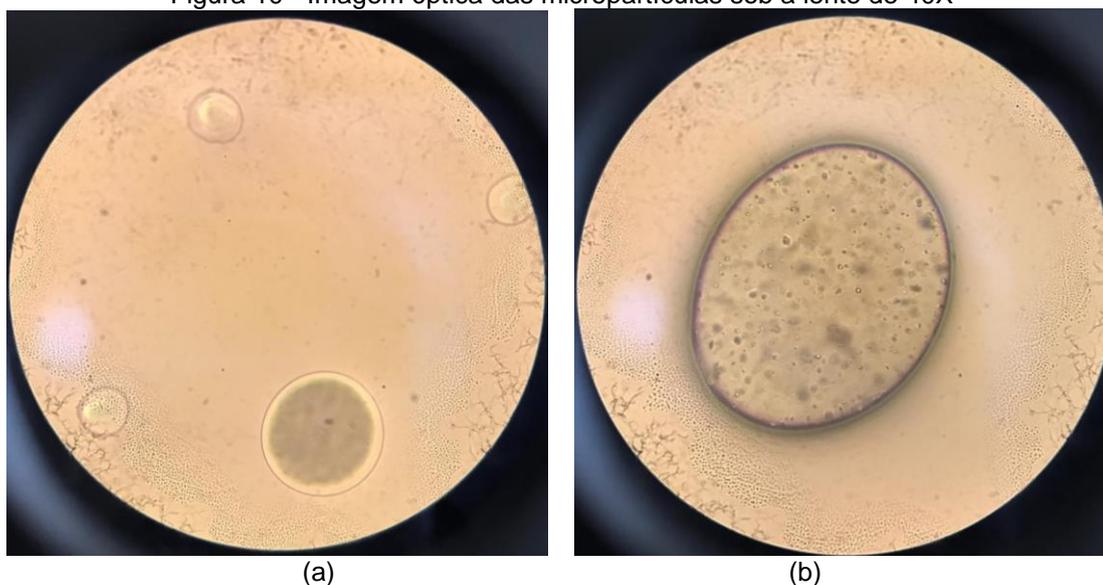


Fonte: Autoria própria (2019).  
Legenda: (a) pH neutro sem extrato de açaí (A0LN), (b) pH neutro com 2 gramas de extrato de açaí (A2LN), (c) pH ácido sem extrato de açaí (A0LA) e (d) pH ácido com 2 gramas de extrato de açaí (A2LA).

## 5.5 IMAGENS ÓPTICAS

Na Figura 10 estão apresentadas as imagens ópticas sob a lente de 40X, capturadas com auxílio de uma câmera, das micropartículas úmidas sem ajuste de pH com e sem a adição do extrato de açaí na matriz.

Figura 10 - Imagem óptica das micropartículas sob a lente de 40X



Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: micropartículas em (a) pH neutro sem extrato de açaí (A0LN) e (b) pH neutro com 2 gramas de extrato de açaí (A2LN).

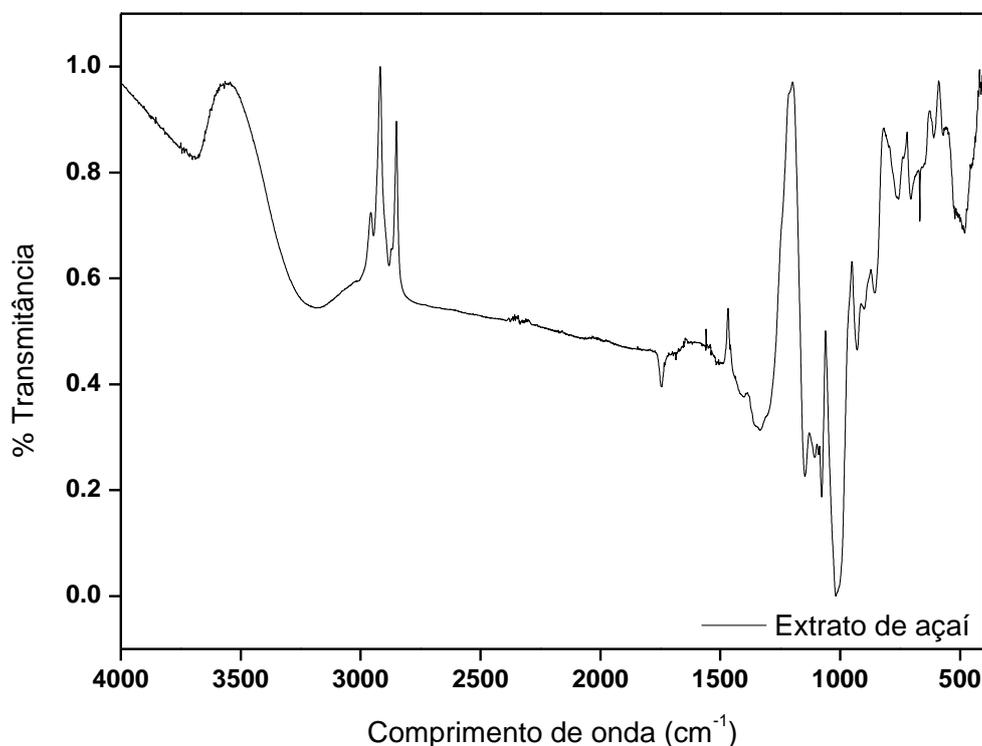
As imagens ópticas obtidas das micropartículas sem e com a incorporação do extrato de açaí na matriz (a) e (b), respectivamente, apresentam uma morfologia do tipo microesfera. Este fato é melhor observado na imagem (b) onde há vários pontos do extrato de açaí disperso por toda a matriz polimérica, inclusive na casca. Neste caso, o material encapsulado pode ser incorporado à matriz polimérica através da adsorção ou ligado covalentemente (MATTÉ; ROSA, 2013). Na Imagem (a) não foi possível determinar a morfologia da micropartícula visto que houve somente a microencapsulação de água na matriz de alginato.

No sistema monolítico, microesfera, a estrutura é do tipo matricial e o material ativo se encontra disperso em uma matriz contínua. Neste caso o material ativo pode estar disperso no encapsulante ou ser encontrado na sua superfície (AZEREDO, 2005; MATTÉ; ROSA, 2013; NAZZARO *et al.* 2012; NESTERENKO *et al.* 2013; PASIN; GONZÁLEZ AZÓN; GARRIGA, 2012; PEREIRA *et al.* 2018; RAY; RAYCHAUDHURI; CHAKRABORTY, 2016).

## 5.6 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO MÉDIO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Na Figura 11, está apresentada a curva obtida na espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) para o extrato de açaí.

Figura 11 - Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) do extrato de açaí



Fonte: Autoria própria (2019).

Na Tabela 5 estão descritas as bandas de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) do extrato de açaí em pó.

FUNÇÃO*	Extrato de açaí (cm <sup>-1</sup> )
O-H ( <i>v</i> )	3687
O-H ( <i>v</i> )	3188
C-H <sub>3</sub> ( <i>v</i> )	2946
C-H <sub>2</sub> ( <i>v</i> )	2882
C=O ( <i>v</i> )	1744
COO <sup>-</sup> ( <i>v</i> <sub>ass</sub> , <i>v</i> <sub>sim</sub> )	1405
O-H ( <i>v</i> )	1333
	1147
C-O ( <i>v</i> )	1077
	1018

Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: \*(*v*) = estiramento; ass = assimétrica; sim = simétrica.

O espectro do extrato de açaí (Figura 11) apresentou fortes bandas de absorção atribuídas às vibrações de estiramento dos grupos OH (3687 - 3188 cm<sup>-1</sup>). Com base em Favaro *et al.* (2018), o pico distinto de absorbância nesta região de onda pode ser o resultado da absorbância da água. Por outro lado, Özacar e

colaboradores (2006) afirmam que picos na região de 3550 a 3100  $\text{cm}^{-1}$  são característicos dos alongamentos OH de grupos fenólicos.

No presente trabalho foram encontrados picos nos comprimentos de onda 2946 e 2882  $\text{cm}^{-1}$ . Segundo Favaro *et al.* (2018), isso se deve, provavelmente, devido à maturação precoce dos frutos utilizados para a preparação o extrato bruto de antocianina. A autora encontrou picos característicos indicativos da presença de clorofila em frutos de Jussara, similar ao açaí, (em 2926  $\text{cm}^{-1}$  correspondendo a C-H<sub>3</sub> e 2855  $\text{cm}^{-1}$  para C-H<sub>2</sub>). Com base em Krishnaiah e colaboradores (2012) esses picos são características da presença de carboidratos no extrato. Isso está de acordo com o estudado por Malherbi (2018), que em seu trabalho evidenciou um teor de carboidrato de 73,78% no extrato de açaí, sendo este o mesmo utilizado neste estudo

A vibração do estiramento do grupo C=O se apresentou em 1744  $\text{cm}^{-1}$ , dado próximo ao encontrado por Gonçalves Junior *et al.* (2016) no endocarpo do açaí (1735  $\text{cm}^{-1}$ ). O pico de 1405  $\text{cm}^{-1}$  corresponde a vibrações de estiramento simétricas e assimétricas para o íon carboxila ( $\text{COO}^-$ ) indicando a existência de ácido carboxílico, grupos éster ou carbonila no composto. Agatonovic-Kustrin (2014) em seu trabalho encontrou picos desse íon em 1618 e 1407  $\text{cm}^{-1}$ , para diversas amostras de vinhos.

A banda de absorção em 1333  $\text{cm}^{-1}$  pode ser atribuída ao O-H na deformação plana em polifenóis. Nos trabalhos de Favaro *et al.* (2018) e Özacar *et al.* (2006), foram encontrados valores similares deste íon neste comprimento de onda 1377 e 1315  $\text{cm}^{-1}$ , respectivamente.

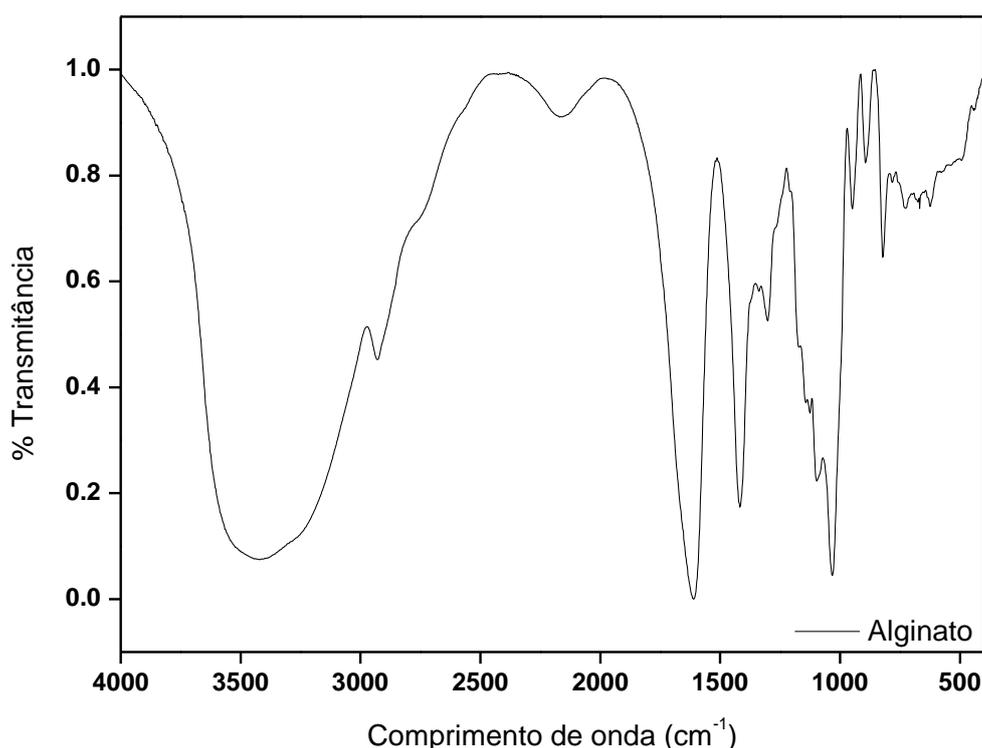
As faixas a 1147  $\text{cm}^{-1}$ , 1077  $\text{cm}^{-1}$  e 1018  $\text{cm}^{-1}$  pertencem à vibração de estiramento de C-O e vibração de flexão dos grupos C-O-H. Dados similares foram encontrados no trabalho de Vasincu *et al.* (2014) nas raízes de *Vernonia kotschyana* (1159  $\text{cm}^{-1}$ , 1074  $\text{cm}^{-1}$  e 1029  $\text{cm}^{-1}$ ).

Várias bandas de absorção foram identificadas incluindo aquelas dentro da região entre 750-1750  $\text{cm}^{-1}$ , que são categorizadas como trechos de anel aromático C=C-C, enquanto as bandas IR na área de 820 a 760  $\text{cm}^{-1}$  podem ser atribuídas a vibrações de anel (FAVARO *et al.* 2018). De acordo com Agatonovic-Kustrin (2014), a região do comprimento de onda entre 1542 e 965  $\text{cm}^{-1}$  é geralmente referida como "Impressão digital", e várias bandas de IR, incluindo aquelas correspondendo à vibração das ligações C-O, C-C, C-H e C-N, ocorrem nesta região. Esta área

fornece informações importantes sobre compostos orgânicos como açúcares, álcoois e ácidos orgânicos que estão provavelmente presentes em o extrato.

Na Figura 12, está apresentada a curva obtida na espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) para alginato de sódio (Protanal® RF 6650 Alginate, FMC BioPolymer).

Figura 12 - Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) do Alginato



Fonte: Autoria própria (2019).

Na Tabela 6 estão descritas as bandas de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) do alginato em pó.

Tabela 6 - Deslocamentos das bandas obtidas para o alginato em pó

<b>FUNÇÃO*</b>	<b>Alginato (cm<sup>-1</sup>)</b>
O-H ( <i>v</i> )	3426
C-H ( <i>v</i> )	2932
COO <sup>-</sup> ( <i>v<sub>ass</sub></i> )	1610
	1418
	1304
C-C ( <i>v</i> )	1098
C-O-C ( <i>v</i> )	1032
C-O ( <i>v</i> )	948
C-C-H ( <i>v</i> )	894
C-O ( <i>v</i> )	822

Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: \*(*v*) = estiramento; *ass* = assimétrica; *sim* = simétrica.

O espectro de infravermelho do Alginato em pó (Figura 12) mostrou absorção das principais bandas em  $3426\text{ cm}^{-1}$  associada ao estiramento do grupo O-H. A banda de  $2932\text{ cm}^{-1}$  está associada ao estiramento simétrico e assimétrico do C-H. Valores similares foram encontrados por Ribeiro e colaboradores (2004), no comprimento de onda de  $3446\text{ cm}^{-1}$  para o íon OH e  $2929\text{ cm}^{-1}$  referente ao C-H para o alginato de sódio e cálcio.

As faixas de comprimento de onda em  $1610$ ,  $1418$  e  $1304\text{ cm}^{-1}$  referem-se ao estiramento assimétrico para íon carboxila ( $\text{COO}^-$ ), no trabalho de Maciel (2013), foi encontrado bandas em  $1611$  e  $1415\text{ cm}^{-1}$  em micropartículas reticuladas com o íon  $\text{Ca}^{2+}$ , e no estudo de Ribeiro e colaboradores (2004), em  $1318\text{ cm}^{-1}$  para o alginato de sódio e  $1320\text{ cm}^{-1}$  para alginato de cálcio.

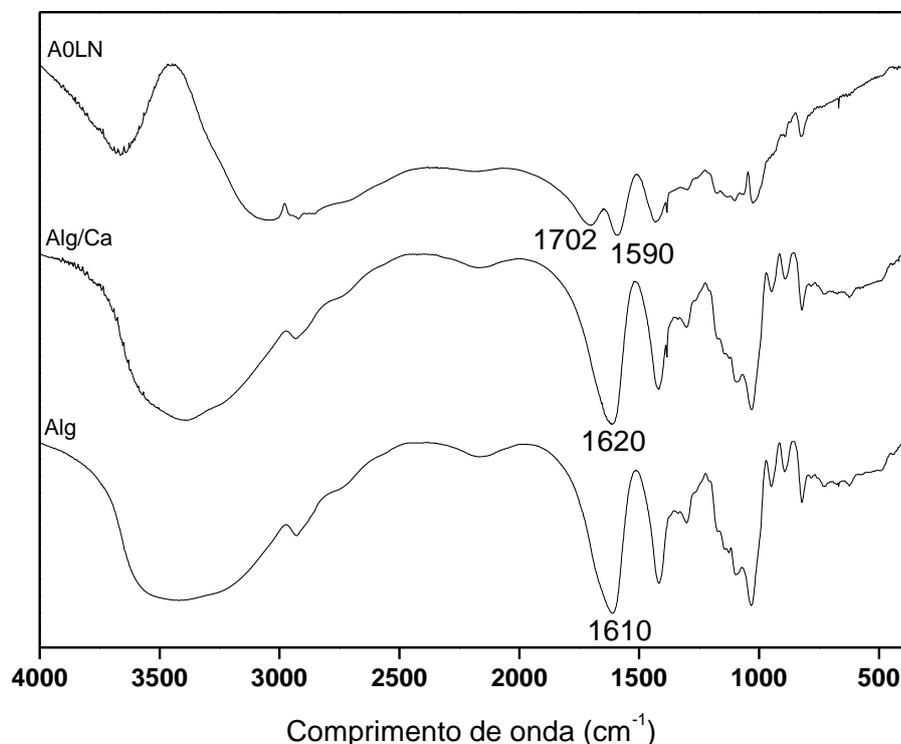
O estiramento do grupo C-C se apresentou em  $1098\text{ cm}^{-1}$  e do grupo C-O-C em  $1032\text{ cm}^{-1}$ . Esses valores são semelhantes aos valores encontrados nos estudos de Laia (2015) ( $1079$  e  $1032\text{ cm}^{-1}$ , respectivamente).

Ribeiro e colaboradores (2004) encontraram bandas do estiramento de C-O e em  $912\text{ cm}^{-1}$  e do grupo C-C-H em  $841\text{ cm}^{-1}$ . No presente trabalho houve picos similares nos comprimentos de onda de  $948$  e  $849\text{ cm}^{-1}$ . A banda em  $822\text{ cm}^{-1}$  refere-se ao estiramento C-O, relativo aos ácidos manurônico e gulorônico da molécula de alginato, como registrado por Maciel (2013).

Os dados obtidos do FTIR não indicaram a presença do ácido algínico, que possui uma banda característica em torno de  $1747\text{ cm}^{-1}$ .

Na Figura 13, estão apresentados os resultados da avaliação comparativa de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) entre o alginato em pó, a mistura física do alginato e cloreto de cálcio e a formulação das micropartículas liofilizadas de alginato em pH neutro sem presença de extrato de açaí (AOLN).

Figura 13 - Avaliação comparativa de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) entre o alginato em pó, a mistura física do alginato e cloreto de cálcio e a formulação A0LN



Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: \*A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açaí por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula, L (liofilizada). A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro).

Na Tabela 7 estão descritas as bandas de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) do alginato em pó, da mistura física do alginato e cloreto de cálcio e da formulação A0LN.

Tabela 7 - Deslocamentos das bandas obtidas para o alginato, alginato e cálcio e A0LN

FUNÇÃO*	Alginato (cm <sup>-1</sup> )	Alginato + Ca (cm <sup>-1</sup> )	A0LN** (cm <sup>-1</sup> )
O-H (v)	3426	3388	3662
C-H (v)	2932	2932	2920
COO <sup>-</sup> (v)	1610	1620	1702
	1418	1418	1590
C-C (v)	1304	1302	1432
	1098	1094	1298
C-O-C (v)	1032	1032	1102
C-O (v)	948	948	1026
C-C-H (v)	894	892	-
C-O (v)	822	822	892
			824

Fonte: Autoria própria (2019).

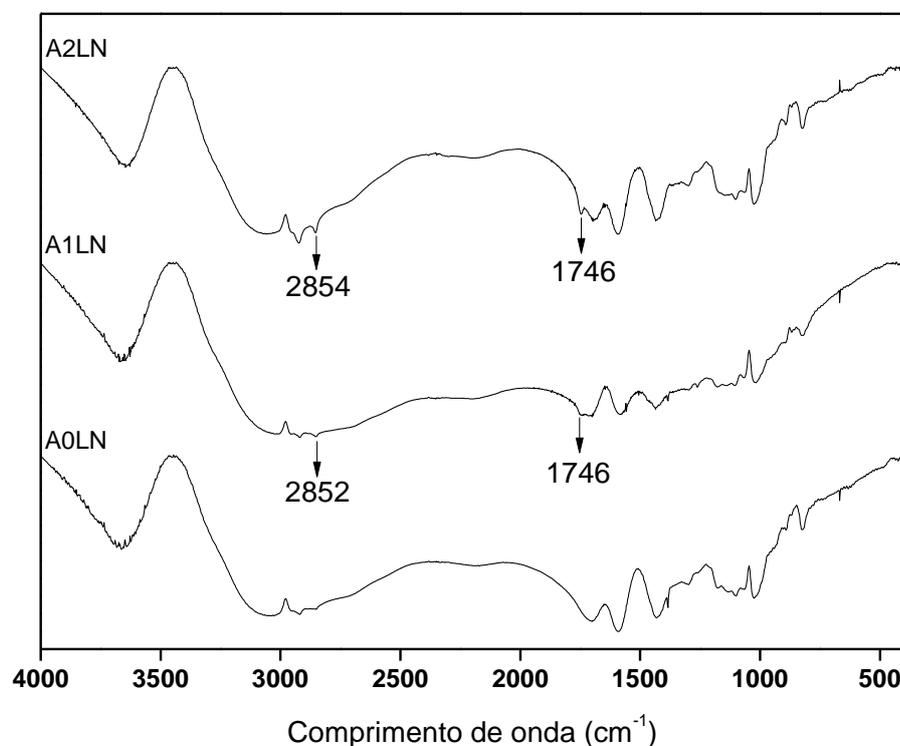
Legenda: \*(v) = estiramento. \*\*A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açaí por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula, L (liofilizada). A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro).

A mistura física entre o alginato e o cloreto de cálcio em pó e o composto puro de alginato foram bastante similares, apresentando variações nas bandas dos grupos O-H, COO<sup>-</sup>, C-C e C-C-H. A variação do pico de absorvância de 3426 cm<sup>-1</sup> do alginato para 3388 cm<sup>-1</sup> na mistura física pode estar relacionado a alta solubilidade e deliquescência do cloreto de cálcio, ou seja, este composto reteve mais água em sua matriz aumentando a concentração de OH. A relação do pico de absorvância nesta região de onda e a água foi descrito por Favaro *et al.* (2018). A Banda referente ao grupo COO<sup>-</sup> apresentou um deslocamento de 1610 cm<sup>-1</sup> à 1620 cm<sup>-1</sup> e de 1304 cm<sup>-1</sup> à 1302 cm<sup>-1</sup>. Ribeiro e colaboradores (2004) relataram mudanças desta banda entre a mistura física entre o alginato e o cloreto de cálcio e o composto puro.

A curva da formulação A0LN apresentou variações em suas bandas quando comparada a mistura física de alginato e cloreto de cálcio. Em geral as bandas sofreram deslocamento, exceto no comprimento de onda de 892 cm<sup>-1</sup> referente ao grupo C-C-H. O pico de absorvância de 1620 cm<sup>-1</sup> do grupo carboxila (COO<sup>-</sup>) da mistura física deu origem a dois outros picos em 1702 cm<sup>-1</sup> e 1590 cm<sup>-1</sup> na formulação da micropartícula de alginato sem a presença de extrato de açaí. Este comportamento era esperado devido ao fato do polímero sofrer gelificação iônica na presença do íon de cálcio. A formação do alginato de cálcio é um processo instantâneo e irreversível, e é determinada pela velocidade de difusão dos íons cálcio na matriz do polímero alginato de sódio (AMICI *et al.* 2008; LIAKOS *et al.* 2013; MAHESH D. CHAVANPATIL, AYMAN KHDAIR, YOGESH PATIL, HITESH HANDA, GUANGZHAO MAO, 2007; SHI *et al.* 2011; SOUZA, M. O.; SANTOS, R. C.; SILVA, M. E.; PEDROSA, 2011; WAYNE R. GOMBOTZ, 1998). Segundo Pacheco (2016), o íon cálcio proveniente de seu sal de cloro é o agente reticulante mais efetivo, pois estabelece ligações entre as cadeias de alginato através de interações iônicas e ligações de hidrogênio entre estas, além de se ligar seletivamente aos blocos G do polímero, visto que a distância entre os grupos carboxila e hidroxila do alginato nestes blocos acomoda bem os íons cálcio.

Na Figura 10, estão apresentados os resultados da avaliação comparativa de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) para as micropartículas liofilizadas de alginato em pH neutro com variação na quantidade de extrato de açaí.

Figura 14 - Avaliação comparativa de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) entre as micropartículas liofilizadas de alginato em pH neutro com variação na quantidade de extrato de açai



Fonte: Autoria própria (2019).

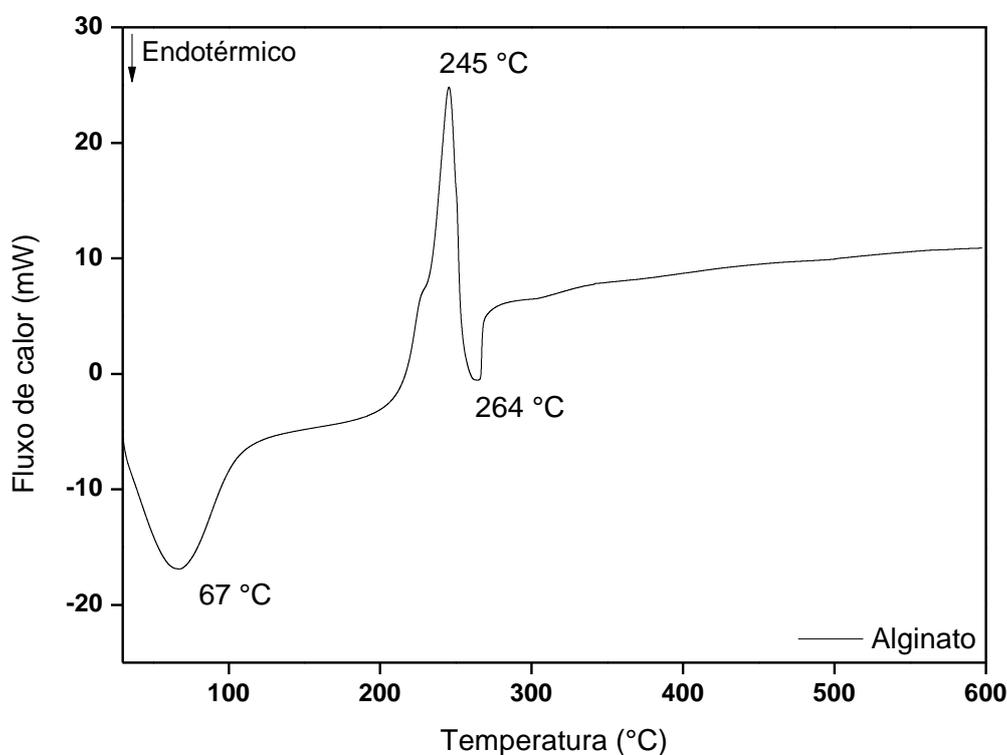
Legenda: \*A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açai por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula, L (liofilizada). A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro).

As curvas de espectroscopia das formulações das micropartículas liofilizadas de alginato em pH neutro com variação na quantidade de extrato de açai se apresentaram bastante similares. Nota-se que nos comprimentos de ondas de 2852  $\text{cm}^{-1}$  (A1LN), 2854  $\text{cm}^{-1}$  (A2LN) e no comprimento de 1746  $\text{cm}^{-1}$  surgiram bandas específicas observadas no extrato de açai (2855  $\text{cm}^{-1}$  referente ao grupo C-H<sub>2</sub> e em 1744  $\text{cm}^{-1}$  do estiramento do grupo C=O). Estes picos aumentaram gradativamente de intensidade com o aumento da concentração do extrato. Este comportamento evidencia uma interação entre a cadeia do extrato e do polímero alginato.

## 5.7 CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

Na Figura 15 está apresentada a curva de DSC do alginato de sódio em pó (Protanal® RF 6650 Alginate, FMC BioPolymer) sob atmosfera de nitrogênio (N<sub>2</sub>) na faixa de temperatura de 30 a 600 °C.

Figura 15 - Calorimetria exploratória diferencial para o alginato de sódio em pó

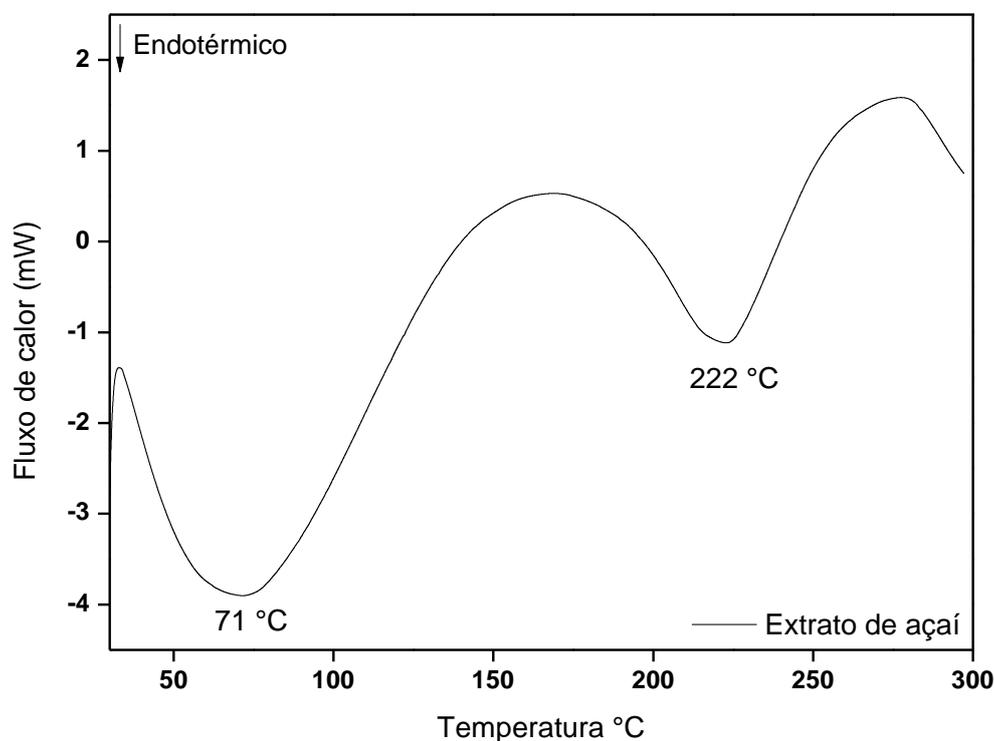


Fonte: Autoria própria (2019).

De maneira geral, observam-se três eventos na curva representada na Figura 13, o primeiro endotérmico, referente à desidratação da amostra analisada (em 67 °C) e o segundo exotérmico, em 250 °C, referente à degradação do anel glicosídico presente na estrutura do alginato. Comportamentos e valores similares foram encontrados para o alginato de sódio por Fajardo *et al.*, (2012), Falkeborg *et al.*, (2015), Maciel (2013) e Soares *et al.*, (2004). De Paula e colaboradores (2010) reportaram que microesferas de alginato reticuladas com cálcio apresentaram a decomposição em três etapas, com o primeiro evento atribuído a evaporação de água, o segundo devido a formação de carbonato de sódio e o terceiro devido a carbonização das cadeias poliméricas.

Na Figura 16 está apresentada a curva do extrato de açaí em pó (Heide - Extratos Vegetais) sob atmosfera de nitrogênio (N<sub>2</sub>) na faixa de temperatura de 30 a 300 °C.

Figura 16 - Calorimetria exploratória diferencial para o extrato de açaí em pó



Fonte: Autoria própria (2019).

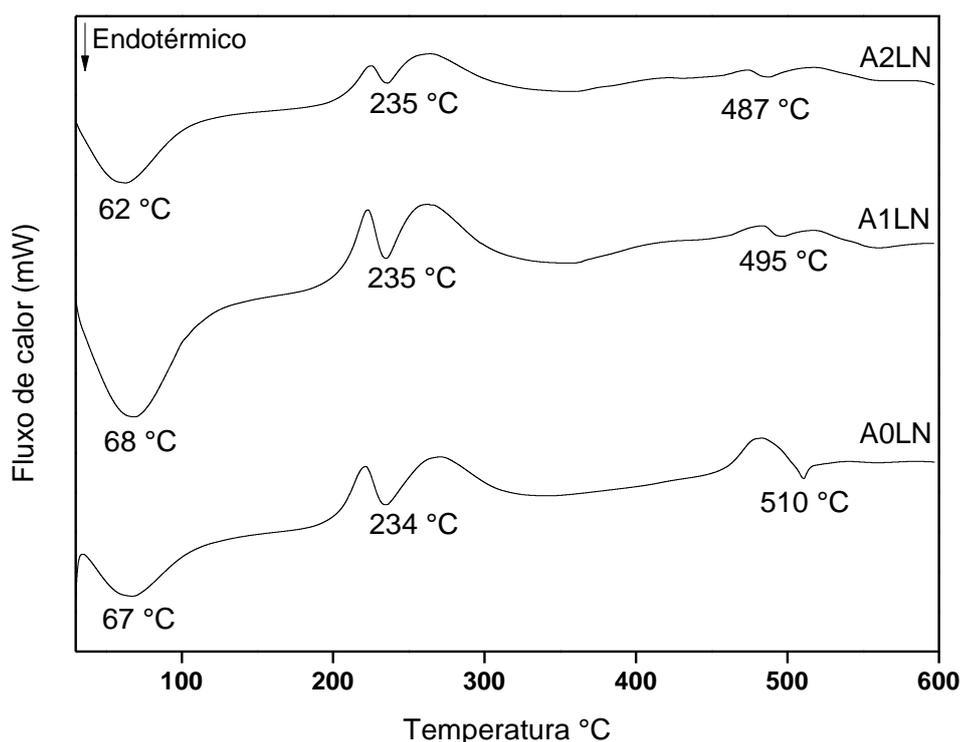
A curva de DSC obtida para o extrato de açaí se mostrou muito similar ao encontrado para a maltodextrina da literatura. Esse comportamento é esperado visto que, segundo a ficha técnica fornecida pela empresa, a composição do extrato é de 50 g de maltodextrina para cada 100 gramas de polpa de açaí.

Verificou-se que a curva apresentou dois eventos térmicos endotérmicos. O primeiro em 71 °C, que representa a perda de água adsorvida no extrato. Laczkowski (2009) evidenciou um pico endotérmico referente a desidratação em 81 °C para a maltodextrina.

Em 222 °C ocorre o segundo evento endotérmico, este provavelmente é a temperatura na qual o composto inicia o processo de formação de produtos carbonáceos (cinzas). Menezes (2015) e Santos (2013) também verificaram picos similares próximo a 250 °C para amostra de maltodextrina. Segundo Elnaggar *et al.* (2010), após aquecimento de uma amostra de maltodextrina em pó até 220 °C foi observada uma carbonização sem fusão, o que correlata com a observação de degradação da amostra a partir de 200 °C.

Na Figura 17 estão apresentados os resultados da avaliação comparativa de calorimetria diferencial de varredura (DSC) para as micropartículas liofilizadas de alginato em pH neutro com variação na quantidade de extrato de açaí (A0LN, A1LN e A2LN).

Figura 17 - Avaliação comparativa de calorimetria exploratória diferencial (DSC) para as micropartículas A0LN, A1LN e A2LN



Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: \*A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açaí por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula, L (liofilizada). A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro).

A Tabela 8 apresenta os picos encontrados na análise de DSC do extrato de açaí, alginato e das formulações A0LN, A1LN e A2LN.

Tabela 8 - Eventos térmicos da análise de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) das amostras

Amostra	Temperatura °C	
	Endotérmico	Exotérmico
Extrato de Açaí	71 e 222	
Alginato	67 e 264	245
A0LN	67, 234 e 510	
A1LN	68, 235 e 495	
A2LN	62, 235 e 487	

Fonte: Autoria própria (2019).

\*A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açaí por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula, L (liofilizada). A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro).

O perfil de degradação térmica e as curvas de DSC apresentados pelas micropartículas diferiram dos verificados para os agentes encapsulantes (alginato e açaí), podendo ser indicativo da formação de estruturas com características térmicas diferentes, após o processo de atomização, nas quais interações entre os materiais de parede e as células podem ter ocorrido. As propriedades térmicas das micropartículas apresentaram pequena variação na temperatura de desidratação comparada à curva de DSC do alginato em pó. Isso mostra que a incorporação de cloreto de cálcio na matriz de alginato não afetou consideravelmente a estabilidade térmica (FAJARDO *et al.* 2012). Portanto, a micropartículas não podem proteger o encapsulado frente à desidratação e ao aquecimento.

A temperatura de degradação das amostras se apresentou menor quando comparadas à do alginato puro e maiores que a do extrato de açaí. Entretanto, não se pode confirmar uma reação química entre os compostos, pois a formulação A0LN, que não possui adição de extrato, apresentou o mesmo comportamento.

Percebe-se uma redução na temperatura do último pico endotérmico, que pode estar ligado a fase de decomposição das amostras. Logo, quanto maior a presença do extrato de açaí na formulação, menos instável a partícula se apresentou.

## 5.8 COMPOSTOS FENÓLICOS

Os dados obtidos na determinação de compostos fenólicos para o extrato de açaí e para as micropartículas com e sem a incorporação do extrato estão apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Conteúdo de compostos fenólicos do extrato de açaí e formulações A0UN e A2UN

Amostra**	Compostos fenólicos (mg AGE/g extrato)***
Extrato de açaí	15,66 ± 1,36 <sup>a</sup>
A0UN	5,78 ± 0,83 <sup>b</sup>
A2UN	5,04 ± 0,14 <sup>b</sup>

Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: \*Letras diferentes nas colunas indicam que houve diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) pelo Teste de Tukey. \*\* A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açaí por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula U (úmida). A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro). \*\*\* AGE = ácido gálico equivalente.

Os valores médios obtidos na determinação de compostos fenólicos das micropartículas (A0UN e A2UN), apresentados na Tabela 9, foram de 5,78 e 5,04

mg AGE/g de extrato, respectivamente, não diferindo estatisticamente entre si ( $p < 0,05$ ). Isso mostra que a incorporação do extrato de açaí na matriz da micropartícula não afetou na quantificação de compostos fenólicos identificados no extrato obtido das micropartículas. Segundo Naczk e Shahidi (2004), a eficiência da extração dos compostos fenólicos depende de alguns fatores como natureza química dos fitoquímicos e solventes; o método de extração utilizado e solvente; o tamanho da amostra de partícula; o tempo e as condições de armazenamento; e a presença de substâncias interferentes. Para confirmar o valor obtido na quantificação de compostos fenólicos das micropartículas, faz-se necessário a realização de métodos alternativos ao proposto.

O extrato de açaí apresentou cerca de cinco vezes mais compostos fenólicos quando comparado às formulações de micropartículas (15,66 mg AGE/g extrato). Malherbi (2018), em seu trabalho, quantificou compostos fenólicos do extrato de açaí obtido da mesma empresa que o avaliado no presente trabalho (Heide, extratos vegetais) e obteve o valor médio de 13,40 mg AGE/g extrato, sendo este valor muito próximo ao encontrado.

Em relação aos resultados da determinação de compostos fenólicos, Torma (2016) avaliou seis diferentes genótipos de açaí e uma amostra comercial e obteve resultados médios que variam de 17,29 a 40,40 mg AGE/g extrato. Já Rufino *et al.* (2010) encontrou valor acima do apresentado neste trabalho para a fruta açaí, 32,68 mg AGE/g extrato. As diferenças observadas nos resultados obtidos podem ser devido a fatores genéticos, condições ambientais e grau de maturidade dos frutos, bem como o processamento e o armazenamento (SÁNCHEZ- MORENO, 2002), podendo ser esse o fator das diferenças observadas.

## 5.9 COMPOSTOS ANTIOXIDANTES

Os resultados da determinação da capacidade antioxidante via atividade sequestradora do radical livre 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH), para o extrato de açaí e para as micropartículas com e sem a incorporação do extrato, estão apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 - Valores da capacidade antioxidante pelo método de DPPH e do extrato de açaí e formulações A0UN e A2UN

Amostra**	DPPH (g amostra/g DPPH)*
Extrato de açaí	81,37 ± 25,36 <sup>a</sup>
A0UN	1240,29 ± 32,56 <sup>b</sup>
A2UN	326,73 ± 32,27 <sup>c</sup>

Fonte: Autoria própria (2019).

Legenda: \*Letras diferentes nas colunas indicam que houve diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) pelo Teste de Tukey. \*\* A Formulação está identificada pela letra A seguida pelo conteúdo em gramas de açaí por 100 mL de solução. A segunda letra refere-se ao estado da partícula U (úmida). A última letra informa o pH em que estava a partícula N (neutro).

O DPPH (2,2-difenil-2-picrilhidrazil) é um radical nitrogênio orgânico estável de cor violeta intenso com espectro de absorção de UV-Vis máxima em 515 nm em meio metanólico. Esse radical simula as espécies reativas de oxigênio (ROS) e ao receber um elétron do agente antioxidante tem seu elétron emparelhado e sua intensidade de coloração violeta é reduzida até a amarela (PAZINATTO, 2008). Ou seja, a redução da absorbância é proporcional a concentração e a atividade antioxidante da amostra (RIBEIRO, 2011).

Deste modo, com base nos valores obtidos para a análise de DPPH, as micropartículas demonstraram um aumento da capacidade antioxidante relacionada a presença do extrato na matriz da partícula. Os valores de EC<sub>50</sub> variaram de 1240,29 para 326,73 DPPH g amostra/g DPPH. Ou seja, a amostra necessária para reduzir em 50% a concentração inicial do radical DPPH na micropartícula com a presença de extrato de açaí foi cerca de quatro vezes menor que o necessário para a partícula sem a presença de extrato.

O valor médio da capacidade antioxidante obtido para o extrato de açaí em pó foi de 81,37 g amostra/g DPPH. Este valor se apresentou maior que o encontrado para as duas formulações de micropartículas, o que já era esperado visto que os radicais livres se apresentam mais concentrados na amostra de extrato antes da passagem de processos químicos.

Novello (2011) mediu a capacidade antioxidante dos frutos de *Euterpe edulis Martius* através do método de DPPH e encontrou resultado de EC<sub>50</sub> (g/g DPPH) = 3,55. Malherbi (2018) encontrou em seu trabalho valores de 1,21 g amostra/g DPPH para o extrato de açaí. Ambos estudos apresentaram valores menores que o encontrado no presente trabalho. Por outro lado, Carvalho *et al.* (2017) relataram valores próximos ao encontrado neste estudo, variando de 17,86 a 71,54 g/g DPPH em amostras de liofilizadas de açaí (*Euterpe oleracea Martius*).

A variação dos resultados obtidos, comparando com os resultados dos autores mencionados, pode ter ocorrido devido à presença de outros compostos no extrato, tais como açúcares e tocoferóis, os quais podem ter interferido nos testes de capacidade antioxidante (MALHERBI, 2018; REZAIRE *et al.* 2014). Além disso, a composição química do açaí e, portanto, a capacidade antioxidante medida, pode variar significativamente por diversos fatores, entre eles a safra as diferenças climáticas, tratamento pós colheita, entre outros (LICHTENTHÄLER *et al.* 2005; MALHERBI, 2018).

## 6 CONCLUSÃO

O extrato de açaí (*Euterpe oleracea Martius*) foi encapsulado de forma satisfatória na matriz de alginato reticuladas com íons bivalentes de cálcio. As partículas com extrato encapsulado apresentaram um aumento do diâmetro médio em relação a formulação sem a presença de extrato. Os resultados revelaram que as partículas foram caracterizadas morfologicamente como microesferas, pois o extrato de açaí encontrou-se disperso na matriz e na superfície da cápsula.

A presença de extrato diminuiu estatisticamente a umidade da amostra, tanto em meio neutro quanto em meio ácido. Por outro lado, a solubilidade das partículas liofilizadas e úmidas em meio neutro, em geral, aumentou com a concentração presente de extrato de açaí. A solubilidade foi maior nas partículas tratadas em meio ácido que as do meio neutro, tanto para amostras úmidas quanto para liofilizadas.

A adição do extrato de açaí nas microcápsulas promoveu uma tonalidade de coloração mais próxima ao roxo acinzentado. Após o tratamento em pH ácido, as partículas adquiriram uma tendência muito maior ao avermelhado. Essa variação de cor foi visivelmente perceptível ao olho humano.

A análise térmica apresentou picos que aumentaram gradativamente de intensidade com o aumento da concentração do extrato, evidenciando uma interação entre a cadeia do extrato e do polímero alginato. O perfil de degradação térmica e as curvas de DSC apresentados pelas micropartículas diferiram dos verificados para os agentes encapsulantes (alginato e açaí), podendo ser indicativo da formação de estruturas com características térmicas diferentes.

O extrato de açaí apresentou cerca de cinco vezes mais compostos fenólicos quando comparado às formulações de micropartículas, e não houve diferença significativa entre a amostra branca e a com incorporação do extrato. Por outro lado, a capacidade antioxidante da micropartícula com a presença de extrato de açaí foi cerca de quatro vezes maior que a partícula sem a presença de extrato.

As esferas revelaram-se efetivas na liberação de compostos antioxidante e na alteração de sua coloração de acordo com o pH do meio, constituindo-se um produto eficiente para indicar a qualidade de alimentos e para aumentar a vida de prateleira dos mesmos.

## REFERÊNCIAS

- ABADIO, F. D. B. et al. Physical properties of powdered pineapple ( *Ananas comosus* ) juice — effect of malt dextrin concentration and atomization speed. v. 64, p. 285–287, 2004.
- ADHIKARI, B. et al. Effect of addition of maltodextrin on drying kinetics and stickiness of sugar and acid-rich foods during convective drying: Experiments and modelling. **Journal of Food Engineering**, v. 62, n. 1, p. 53–68, 2004.
- AGATONOVIC-KUSTRIN, S. The Use of Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy and Artificial Neural Networks (ANNs) to Assess Wine Quality. **Modern Chemistry & Applications**, v. 01, n. 04, p. 1–8, 2014.
- ALBARICI, T. R.; PESSOA, J. D. C.; FORIM, M. R. Efeito das variações de pH e temperatura sobre as antocianinas de polpa de açaí - estudos espectrofotométricos e cromatográficos. p. 1–5, 2006.
- ALBARICI, T. R.; VALETA, A. C.; PESSOA, J. D. C. Efeito da temperatura nas antocianinas do açaí. p. 2, 2007.
- ALKEMA, J.; SEAGER, S. L. The chemical pigments of plants. **Journal of Chemical Education**, v. 59, n. 3, p. 183, 1982.
- AMICI, E. et al. Alginate gelation in microfluidic channels. **Food Hydrocolloids**, v. 22, n. 1, p. 97–104, 2008.
- ANDREO, D.; JORGE, N. Antioxidantes Naturais: Técnicas De Extração. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, v. 24, n. 2, p. 319–336, 2007.
- ANNAN, N. T.; BORZA, A. D.; HANSEN, L. T. Encapsulation in alginate-coated gelatin microspheres improves survival of the probiotic *Bifidobacterium adolescentis* 15703T during exposure to simulated gastro-intestinal conditions. **Food Research International**, v. 41, n. 2, p. 184–193, 2008.
- ATKINS, E. D. T. et al. Structural Components of Alginic Acid. I. The Crystalline Structure of Poly-p-D-Mannuronic Acid. Results of X-Ray Diffraction and Polarized Infrared Studies. **Biopolymers**, v. 12, p. 1865–1878, 1973.
- AZEREDO, H. M. C. Encapsulação: aplicação a tecnologia de alimentos. **Alimentação e Nutrição**, v. 16, n. 1, p. 89–97, 2005.
- BAJPAI, S. K.; TANKHIWALE, R. Investigation of water uptake behavior and stability of calcium alginate/chitosan bi-polymeric beads: Part-1. **Reactive and Functional Polymers**, v. 66, n. 6, p. 645–658, 2006.

BANSODE, S. S.; S.K., B.; GAIKWAD, D. D. Microencapsulation: a review. **Acta diabetologica**, v. 30, n. 4, p. 181–189, 1993.

BARACAT, M. M. et al. Microcapsule Processing in a Spouted Bed. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 82, n. February, p. 134–141, 2004.

BERNSTEIN, A. **ESTUDO DA CINÉTICA DE BRANQUEAMENTO, DO MICROENCAPSULAMENTO POR ATOMIZAÇÃO E DAS PROPRIEDADES TERMODINÂMICAS DE SORÇÃO DE REPOLHO ROXO (*Brassica oleracea* L. var. *capitata* L. f. *rubra*)**. [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2014.

BRACCINI, I.; PÉREZ, S. Molecular basis of Ca<sup>2+</sup>-induced gelation in alginates and pectins: The egg-box model revisited. **Biomacromolecules**, v. 2, n. 4, p. 1089–1096, 2001.

BROUILLARD, R. The in vivo expression of anthocyanin colour in plants. **Phytochemistry**, v. 22, n. 6, p. 1311–1323, 1983.

BUREY, P. et al. Hydrocolloid gel particles: Formation, characterization, and application. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 48, n. 5, p. 361–377, 2008.

BUŠIĆ, A. et al. Structuring new alginate network aimed for delivery of dandelion (*Taraxacum officinale* L.) polyphenols using ionic gelation and new filler materials. **Food Research International**, v. 111, n. 2017, p. 244–255, 2018.

CACURO, T. A.; WALDMAN, W. Alginato e seu Uso Como Polímero Sensível a pH. **Revista Virtual de Química**, v. 10, n. 5, p. 1607–1617, 2018.

CARVALHO, A. V. et al. Chemical composition and antioxidant capacity of açai (*Euterpe oleracea*) genotypes and commercial pulps. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 97, n. 5, p. 1467–1474, 2017.

CÉLIS, F. T. Partículas de alginato e pectina produzidas por gelificação iônica e recobertas com proteínas. p. 190, 2014.

CIPRIANO, P. DE A. ANTOCIANINAS DE AÇAÍ (*Euterpe oleracea* Mart.) E CASCA DE JABUTICABA (*Myrciaria jaboticaba*) NA FORMULAÇÃO DE BEBIDAS ISOTÔNICAS. p. 150, 2011.

COLAK, N. et al. Bog bilberry phenolics, antioxidant capacity and nutrient profile. **Food Chemistry**, v. 201, p. 339–349, 2016.

CÓRDOBA, A. L.; DELADINO, L.; MARTINO, M. Release of yerba mate antioxidants from corn starch-alginate capsules as affected by structure. **Carbohydrate Polymers**, v. 99, p. 150–157, 2014.

CORRÊA, R. M. Produção de micropartículas por gelificação iônica para alimentação de larvas de peixe : Estudos em Sistema-Modelo com inclusão de micropartículas lipídicas ou emulsão lipídica e Testes in vivo . p. 150, 2008.

DE MOURA, S. C. S. R. et al. Encapsulating anthocyanins from *Hibiscus sabdariffa* L. calyces by ionic gelation: Pigment stability during storage of microparticles. **Food Chemistry**, v. 241, p. 317–327, 2018.

DE PAULA, H. C. B. et al. Esferas (Beads) de Alginato como Agente Encapsulante de Óleo de Croton Zehntneri Pax et Hoffm. **Polimeros**, v. 20, n. 2, p. 112–120, 2010.

DEL POZO-INSFRAN, D.; BRENES, C. H.; TALCOTT, S. T. Phytochemical Composition and Pigment Stability of Açai (*Euterpe oleracea* Mart.). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, n. 6, p. 1539–1545, 2004.

DESAI, K. G. H.; PARK, H. J. Drying Technology : An Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. **Drying Technology: An International Journal**, v. 23, n. 7, p. 1361–1394, 2007.

DRAGET, K. I. et al. Swelling and partial solubilization of alginic acid gel beads in acidic buffer. **Carbohydrate Polymers**, v. 29, n. 3, p. 209–215, 1996.

DRAGET, K. I.; SKJÅK-BRÆK, G.; STOKKE, B. T. Similarities and differences between alginic acid gels and ionically crosslinked alginate gels. **Food Hydrocolloids**, v. 20, n. 2–3 SPEC. ISS., p. 170–175, 2006.

DRAGET, K. I.; TAYLOR, C. Chemical, physical and biological properties of alginates and their biomedical implications. **Food Hydrocolloids**, v. 25, n. 2, p. 251–256, 2011.

ELNAGGAR, Y. S. R. et al. Maltodextrin: A Novel Excipient Used in Sugar-Based Orally Disintegrating Tablets and Phase Transition Process. **AAPS PharmSciTech**, v. 11, n. 2, p. 645–651, 2010.

ETCHEPARE, M. D. A. et al. Microencapsulação de probióticos pelo método de extrusão associado a interações eletrostáticas Microencapsulation of probiotics by extrusion method associated with electrostatic interactions. p. 75–86, 2015.

FAJARDO, A. R. et al. Hydrogel based on an alginate-Ca<sup>2+</sup>/chondroitin sulfate matrix as a potential colon-specific drug delivery system. **RSC Advances**, v. 2, n. 29, p. 11095–11103, 2012.

FALKEBORG, M. et al. Dodecyl succinylated alginate as a novel material for encapsulation and hyperactivation of lipases. **Carbohydrate Polymers**, v. 133, p. 194–202, 2015.

FAVARO, L. I. L. et al. Physicochemical characterization of a crude anthocyanin extract from the fruits of jussara (*Euterpe edulis* Martius): Potential for food and pharmaceutical applications. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 29, n. 10, p. 2072–2088, 2018.

FU, S. et al. Relevance of Rheological Properties of Sodium Alginate in Solution to Calcium Alginate Gel Properties. **AAPS PharmSciTech**, v. 12, n. 2, p. 453–460, 2011.

FUNAMI, T. et al. Rheological properties of sodium alginate in an aqueous system during gelation in relation to supermolecular structures and Ca<sup>2+</sup>binding. **Food Hydrocolloids**, v. 23, n. 7, p. 1746–1755, 2009.

GACESA, P. Alginates. v. 8, p. 161–182, 1988.

GBASSI, G. K. et al. In vitro effects of pH, bile salts and enzymes on the release and viability of encapsulated *Lactobacillus plantarum* strains in a gastrointestinal tract model. **International Dairy Journal**, v. 21, n. 2, p. 97–102, 2011.

GIBBS, B. F.; KERMASHA, S. Encapsulation in the food industry - a review. **Journal of Food Sciences and Nutrition**, v. 50, p. 213–224, 1999.

GOMIS, D. B.; PALOMINO, N. F.; ALONSO, J. J. M. Capillary liquid chromatographic determination of neutral phenolic compounds in apple juices. **Analytica Chimica Acta**, v. 426, n. 1, p. 111–117, 2001.

GONÇALVES JUNIOR, A. C. et al. <b>Biosorption of Cu (II) and Zn (II) with açai endocarp *Euterpe oleracea* M. in contaminated aqueous solution. **Acta Scientiarum. Technology**, v. 38, n. 3, p. 361, 2016.

GONTARD, N. et al. Edible composite films of wheat gluten and lipids: water vapour permeability and other physical properties. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 29, n. 1, p. 39–50, 1994.

GOUIN, S. Microencapsulation: Industrial appraisal of existing technologies and trends. **Trends in Food Science and Technology**, v. 15, n. 7–8, p. 330–347, 2004.

HOLKEM, A. T.; FRANCO, C.; RAGAGNIN, C. Emulsificação / gelificação iônica interna : Alternativa para microencapsulação de compostos bioativos Emulsification / internal ionic gelation : Alternative for microencapsulation bioactive compounds.

**Ciência e Natura. Ed. Especial-Nano e Microencapsulação de compostos bioativos e probióticos em alimentos**, v. 37, p. 116–124, 2015.

JACKSON, L. S.; LEE, K. Microencapsulation in the food industry. **C R C Critical Reviews in Food Technology**, v. 24, n. 4, p. 289–297, 1971.

JAFARI, S. M. et al. Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. **Drying Technology: An International Journal**, v. 26, n. 7, p. 816–835, 2008.

JAFARI, S. M.; HE, Y.; BHANDARI, B. Effectiveness of encapsulating biopolymers to produce sub-micron emulsions by high energy emulsification techniques. **Food Research International**, v. 40, n. 7, p. 862–873, 2007.

JING, P.; GIUSTI, M. M. Effects of extraction conditions on improving the yield and quality of an anthocyanin-rich purple corn (*Zea mays* L.) color extract. **Journal of Food Science**, v. 72, n. 7, p. 363–368, 2007.

KRASAEKOOPT, W.; BHANDARI, B.; DEETH, H. Evaluation of encapsulation techniques of probiotics for yoghurt. **International Dairy Journal**, v. 13, n. 1, p. 3–13, 2003.

KRISHNAIAH, D.; SARBATLY, R.; NITHYANANDAM, R. Microencapsulation of *Morinda citrifolia* L. extract by spray-drying. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 90, n. 5, p. 622–632, 2012.

LACZKOWSKI, M. S. MICROENCAPSULAÇÃO DE CURCUMINA COM MALTODEXTRINA, AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE E APLICAÇÃO EM ALIMENTOS INTRODUÇÃO. 2009.

LAIA, A. G. S. DE. **Estudo de filmes e hidrogéis a base de alginato e goma gelana visando aplicações na regeneração de discos intervertebrais**. [s.l.] Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais Andréia, 2015.

LEE, H. S.; COATES, G. A. Effect of thermal pasteurization on Valencia orange juice color and pigments. v. 36, p. 153–156, 2003.

LEE, K. Y.; MOONEY, D. J. Alginate: Properties and biomedical applications. **Progress in Polymer Science (Oxford)**, v. 37, n. 1, p. 106–126, 2012.

LEITE, M. V. **MICROCÁPSULAS DE ALGINATO-QUITOSANA CONTENDO NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS PARA LIBERAÇÃO CONTROLADA DE PROGESTERONA**. [s.l.] UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO, 2014.

LIAKOS, I. et al. Controlled antiseptic release by alginate polymer films and beads. **Carbohydrate Polymers**, v. 92, n. 1, p. 176–183, 2013.

LICHTENTHÄLER, R. et al. Total oxidant scavenging capacities of *Euterpe oleracea* Mart. (Açaí) fruits. **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, v. 56, n. 1, p. 53–64, 2005.

LUCHESE, C. L. Desenvolvimento de embalagens biodegradáveis a partir de amido contendo subprodutos provenientes do processamento de alimentos. p. 1–184, 2018.

LUPO, B. et al. Preparation of alginate microspheres by emulsification/internal gelation to encapsulate cocoa polyphenols. **Food Hydrocolloids**, v. 38, n. JULY, p. 56–65, 2014.

MACIEL, Á. D. N. LICENCIATURA EM CIÊNCIAS NATURAIS INFLUÊNCIA DO ÍON  $\text{Ca}^{2+}$  NO DESENVOLVIMENTO DE MICROPARTÍCULAS DE ALGINATO DE SÓDIO LICENCIATURA EM CIÊNCIAS NATURAIS INFLUÊNCIA DO ÍON  $\text{Ca}^{2+}$  NO DESENVOLVIMENTO. [s.l.] Universidade de Brasília, 2013.

MADENE, A. et al. Flavour encapsulation and controlled release - A review. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 41, n. 1, p. 1–21, 2006.

MAHESH D. CHAVANPATIL, AYMAN KHDAIR, YOGESH PATIL, HITESH HANDA, GUANGZHAO MAO, J. P. Polymer-Surfactant Nanoparticles for Sustained Release of Water-Soluble Drugs. **Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 96, n. 9, p. 2284–2295, 2007.

MAISANABA, S. et al. New advances in active packaging incorporated with essential oils or their main components for food preservation. **Food Reviews International**, v. 33, n. 5, p. 447–515, 2017.

MAISUTHISAKUL, P.; SUTTAJIT, M.; PONGSAWATMANIT, R. Assessment of phenolic content and free radical-scavenging capacity of some Thai indigenous plants. **Food Chemistry**, v. 100, n. 4, p. 1409–1418, 2007.

MALHERBI, N. M. DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE EMBALAGENS BIODEGRADAVEIS ATIVAS: ESTUDO DA EFICÁCIA ANTIOXIDANTE PARA AZEITE DE OLIVA EXTRAVIRGEM. 2018.

MARÇO, P. H.; POPPI, R. J. PROCEDIMENTOS ANALÍTICOS PARA IDENTIFICAÇÃO DE ANTOCIANINAS PRESENTES EM EXTRATOS.pdf. v. 31, n. 5, p. 1218–1223, 2008.

MARTINSEN, A., STORRØ, I., SKJÅRK-BRÆK, G. Alginate as Immobilization Material: III. Diffusional Properties. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 39, p. 186–194, 1991.

MATTÉ, G. M.; ROSA, S. DA. a Tecnologia Da Microencapsulação Através Das Microesferas De Quitosana. **Revista Iberoamericana de Polímeros**, v. 14, n. 5, p. 206–218, 2013.

MCCLEMENTS, D. J. et al. Designing food structure to control stability, digestion, release and absorption of lipophilic food components. **Food Biophysics**, v. 3, n. 2, p. 219–228, 2008.

MCGHIE, T. K.; ROWAN, D. R.; EDWARDS, P. J. Structural identification of two major anthocyanin components of boysenberry by NMR spectroscopy. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 54, n. 23, p. 8756–8761, 2006.

MENEZES, E. M. DA S.; TORRES, A. T.; SABAA SRUR, A. U. Valor nutricional da polpa de açaí (*Euterpe oleracea* Mart) liofilizada. **Acta Amazonica**, v. 38, n. 2, p. 311–316, 2008.

MENEZES, L. A. A. Microencapsulação de *Lactobacillus acidophilus* utilizando extrato de soja e maltodextrina. p. 89, 2015.

MUKAI-CORREA, R. et al. Caracterização de Microcápsulas Contendo Caseína e Gordura Vegetal Hidrogenada Obtidas por Gelificação Iônica. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 8, n. 1, p. 73–80, 2005.

NACZK, M.; SHAHIDI, F. Extraction and analysis of phenolics in food. **Journal of chromatography. A**, v. 1054, n. 1–2, p. 95–111, 2004.

NAKATA DA SILVA, A. K. et al. COMPOSIÇÃO NUTRICIONAL E CAPACIDADE ANTIOXIDANTE DA POLPA DE AÇAÍ (*Euterpe oleracea* M.). **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 11, n. 1, p. 2205–2216, 2017a.

NAKATA DA SILVA, A. K. et al. COMPOSIÇÃO NUTRICIONAL E CAPACIDADE ANTIOXIDANTE DA POLPA DE AÇAÍ (*Euterpe oleracea* M.). **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 11, n. 1, p. 233–246, 2017b.

NAZZARO, F. et al. Microencapsulation in food science and biotechnology. **Current Opinion in Biotechnology**, v. 23, n. 2, p. 182–186, 2012.

NESTERENKO, A. et al. Vegetable proteins in microencapsulation: A review of recent interventions and their effectiveness. **Industrial Crops and Products**, v. 42, n. 1, p. 469–479, 2013.

NEVES, G. S. et al. Avaliação Do Consumo De Alimentos Ricos Em Antioxidantes E Do Conhecimento Sobre Os Radicais Livres Por Parte Dos Acadêmicos De Ciências Biológicas E Enfermagem Da Fafiman. **Diálogos & Saberes**, v. 10, p. 47–62, 2014.

NOGUEIRA, G. F. PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MICROPARTÍCULAS COM MULTICAMADAS OBTIDAS POR GELIFICAÇÃO IÔNICA ASSOCIADA À INTERAÇÃO ELETROSTÁTICA. p. 133, 2013.

NOGUEIRA, O. L.; FIGUERÊDO, F. J. C.; MÜLLER, A. A. Açaí Sistemas de Produção. **Embrapa Amazônia Oriental**, p. 137, 2005.

NOONAN, D. M.; BENELLI, R.; ALBINI, A. Angiogenesis and Cancer Prevention: A Vision. **Cancer Research**, v. 174, p. 219–224, 2007.

NOVELLO, A. A. Extração de antocianinas dos frutos do açaí da Mata Atlântica (*Euterpe edulis* Martius ) e sua atuação nas atividades antioxidantes e antiaterogênica em camundongos APOE - / -. p. 1–80, 2011.

NUNES, G. L. **MICROENCAPSULAÇÃO POR SPRAY DRYING DO EXTRATO CRIOCONCENTRADO DE ERVA MATE (*Ilex paraguariensis* A. St. Hill) EMPREGANDO A MALTODEXTRINA COMO AGENTE ENCAPSULANTE.** [s.l.] Universidade Federal de Santa Catarina, 2014.

NUNES, G. L. et al. Microencapsulation of freeze concentrated Ilex paraguariensis extract by spray drying. **JOURNAL OF FOOD ENGINEERING**, v. 151, p. 60–68, 2015.

OLIVEIRA, A. C. et al. Stability of microencapsulated B. lactis (BI 01) and L. acidophilus (LAC 4) by complex coacervation followed by spray drying. **Drying Technology**, v. 25, n. 10, p. 1687–1693, 2007.

OTÁLORA, M. C. et al. Encapsulation of cactus (Opuntia megacantha) betaxanthins by ionic gelation and spray drying: A comparative study. **Food Research International**, v. 111, p. 423–430, 2018.

ÖZACAR, M.; SOYKAN, C.; ŞENGİL, I. A. Studies on synthesis, characterization, and metal adsorption of mimosa and valonia tannin resins. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 102, n. 1, p. 786–797, 2006.

PACHECO, L. R. E. **OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE UMA MATRIZ POLIMÉRICA A BASE DE ALGINATO COM DIFERENTES AGENTES RETICULANTES**. [s.l: s.n.].

PASIN, B. L.; GONZÁLEZ AZÓN, C.; GARRIGA, A. M. Microencapsulación con alginato en alimentos. Técnicas y aplicaciones Microencapsulation in alginate for food. Technologies and applications. **Revista Venezolana de Ciencia y Tecnología de Alimentos**, v. 3, n. 1, p. 130–151, 2012.

PAZINATTO, C. Avaliação in vitro da capacidade antioxidante de grãos de amaranto (Amaranthus cruentus). p. 95, 2008.

PEREIRA, K. C. et al. Microencapsulação e liberação controlada por difusão de ingredientes alimentícios produzidos através da secagem por atomização: revisão. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 21, n. 0, 2018.

PEREIRA, P. F. D. M. Desenvolvimento De Filmes À Base De Biopolímeros Para Aplicação Como Embalagens Inteligentes. p. 72, 2017.

PORTINHO, J. A.; ZIMMERMANN, L. M.; BRUCK, M. R. Efeitos Benéficos do Açaí. **International Journal of Nutrology**, v. 5, n. 1, p. 15–20, 2012.

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.

RAYMOND C ROWE, PAUL J SHESKEY, M. E. Q. Handbook of pharmaceutical excipients. **Handbook of pharmaceutical excipients, Sixth edition**, 2009.  
RÉ, M. I. MICROENCAPSULATION BY SPRAY DRYING. **Drying Technology: An International Journal**, v. 31, n. November 2012, p. 138–155, 1998.

REBELLO, F. D. F. P. Revisão - Novas Tecnologias Aplicadas Às Embalagens De Alimentos. **Revista Agrogeoambiental**, v. 1, n. 3, p. 156–164, 2009.

REINECCIUS, G. A; RISCH, S. J. Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients Science by Design. p. 1–4, 1993.

REX, J. H. et al. Metodologia Científica: Determinação da Atividade Antioxidante Total em Frutas pela Captura do Radical Livre DPPH. **Norma Aprovada**, v. 23, n. 2, p. 0–3, 2008.

REZAIRE, A. et al. Amazonian palm *Oenocarpus bataua* (“patawa”): Chemical and biological antioxidant activity - Phytochemical composition. **Food Chemistry**, v. 149, p. 62–70, 2014.

RIBEIRO, C. C.; BARRIAS, C. C.; BARBOSA, M. A. Calcium phosphate-alginate microspheres as enzyme delivery matrices. **Biomaterials**, v. 25, n. 18, p. 4363–4373, 2004.

RIBEIRO, E. M. G. **Atividade antioxidante e polifenóis totais do fruto de cagaita ( *Eugenia dysenterica* DC ) com e sem casca.** [s.l: s.n.].

ROCHA, W. S. DA. Permeação de solutos de diferentes massas moleculares em matrizes compostas de alginato de cálcio e acetofitalato de celulose. **Faculdade de Engenharia de Alimentos**, v. mestrado, n. 75, p. 125–148, 2001.

ROCHEL, T. C. DETERMINAÇÃO E AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIOXIDANTE EM POLPAS DE FRUTAS DE AÇAÍ, ACEROLA E CUPUAÇU. 2015.

ROSA, J. R. DA. **MICROENCAPSULAÇÃO DE COMPOSTOS ANTOCIÂNICOS EXTRAÍDOS DO MIRTILO (*Vaccinium* spp.) POR SPRAY DRYER: CARACTERIZAÇÃO, ESTUDO DA ESTABILIDADE E CONDIÇÕES GASTROINTESTINAIS SIMULADAS.** [s.l.] Universidade Federal de Santa Maria, 2017.

RUFINO, M. DO S. M. et al. Bioactive compounds and antioxidant capacities of 18 non-traditional tropical fruits from Brazil. **Food Chemistry**, v. 121, n. 4, p. 996–1002, 2010.

RUFINO, M. S. M. et al. Free radical-scavenging behaviour of some north-east Brazilian fruits in a DPPH {radical dot} system. **Food Chemistry**, v. 114, n. 2, p. 693–695, 2009.

SANDOLO, C. et al. Characterization of polysaccharide hydrogels for modified drug delivery. **European Biophysics Journal**, v. 36, n. 7, p. 693–700, 2007.

SANTOS, G. M. DOS et al. Correlação entre atividade antioxidante e compostos bioativos de polpas comerciais (*Euterpe oleracea* Mart). **Archivos Latinoamericanos de Nutrición**, v. 58, n. 2, p. 187, 2008.

SANTOS, R. C. S. DOS. MICROENCAPSULAÇÃO DE *Lactobacillus casei* POR SPRAY DRYING. p. 105, 2013.

SANTOS, M. G. Desenvolvimento e caracterização de microcápsulas de xilitol e mentol por coacervação complexa e sua aplicação em gomas de mascar. p. 213, 2014.

SCHOUBBEN, A. et al. Development of a scalable procedure for fine calcium alginate particle preparation. **Chemical Engineering Journal**, v. 160, n. 1, p. 363–369, 2010.

SCHRECKINGER, M. E. et al. Berries from South America: A Comprehensive Review on Chemistry, Health Potential, and Commercialization. **Journal of Medicinal Food**, v. 13, n. 2, p. 233–246, 2010.

SHAHIDI, F.; HAN, X. Q. Encapsulation of Food Ingredients. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 33, n. 6, p. 501–547, 1993.

SHI, P. et al. Parametric analysis of shape changes of alginate beads. **Powder Technology**, v. 210, n. 1, p. 60–66, 2011.

SILVA, C. et al. “Administração oral de peptídeos e proteínas: II. Aplicação de métodos de microencapsulação”. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 39, n. 1, p. 1–20, 2003.

SILVA, C. M. et al. Alginate microspheres prepared by internal gelation: Development and effect on insulin stability. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 311, n. 1–2, p. 1–10, 2006.

SILVA, M. L. C. et al. Phenolic compounds, carotenoids and antioxidant activity in plant products. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 31, n. 3, p. 669–681, 2010.

SOARES, J. P. et al. Thermal behavior of alginic acid and its sodium salt. **Eclética Quimica**, v. 29, n. 2, p. 57–63, 2004.

SOUZA, M. O.; SANTOS, R. C.; SILVA, M. E.; PEDROSA, M. L. Açai (Euterpe oleraceae Martius): composição química e bioatividades Açai (Euterpe oleraceae Martius): chemical composition and bioactivity. **Nutrire**, p. 161–169, 2011.

SOUZA, B.; COSTA, D. A. Micropartículas produzidas por gelificação iônica recobertas com gelatina de peixe e isolado proteico de soja. 2014.

STRÖM, A. et al. Physico-chemical properties of hydrocolloids determine their appetite effects. **Gums and Stabilisers for the Food Industry 15**, n. May 2014, p. 341–355, 2009.

TEIXEIRA, L. N.; STRINGHETA, P. C.; OLIVEIRA, F. A. DE. Comparação de métodos para quantificação de antocianinas. **Revista Ceres**, v. 55, n. 4, p. 297–304, 2008.

TEIXEIRA, V. F. T. **ESTUDO DA OBTENÇÃO DE BIOCATALISADORES COM MATRIZES DE ALGINATO DE CÁLCIO VISANDO A PRODUÇÃO DE BIODIESEL.** [s.l.] Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2011.

TONON, R. V.; GROSSO, C. R. F.; HUBINGER, M. D. Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spray drying. **Food Research International**, v. 44, n. 1, p. 282–289, 2011.

TORMA, P. DO C. M. R. Valor nutricional , perfil de compostos bioativos e atividade antioxidante de genótipos de açaí ( Euterpe oleracea ) Valor nutricional , perfil de compostos bioativos e atividade antioxidante de genótipos de açaí ( Euterpe oleracea ). v. 55, n. 51, p. 131, 2016.

VASINCU, A. et al. Vernonia kotschyana roots: Therapeutic potential via antioxidant activity. **Molecules**, v. 19, n. 11, p. 19114–19136, 2014.

WAYNE R. GOMBOTZ, S. F. W. Protein release from collagen matrices. **Advanced Drug Delivery Reviews**, v. 31, n. 3, p. 267–285, 1998.

YOO, S. H. et al. Microencapsulation of  $\alpha$ -tocopherol using sodium alginate and its controlled release properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 38, n. 1, p. 25–30, 2006.