



**JAYNE DE ABREU FIGUEIREDO**

**ESTABILIDADE DOS COMPOSTOS BIOATIVOS DO EXTRATO  
DE CAMU-CAMU EM PÓ**

**LAVRAS – MG  
2019**

**JAYNE DE ABREU FIGUEIREDO**

**ESTABILIDADE DOS COMPOSTOS BIOATIVOS DO EXTRATO DE CAMU-CAMU  
EM PÓ**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, área de concentração em Ciência dos Alimentos, para a obtenção do título de Mestre.

Profa. Dra. Soraia Vilela Borges

Orientadora

Dr. Pedro Henrique Campelo Felix

Coorientador

**LAVRAS – MG  
2019**

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca  
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).

Figueiredo, Jayne Abreu de.

Estabilidade dos compostos bioativos do extrato de camu-camu  
em pó / Jayne Abreu de Figueiredo. - 2019.

117 p. : il.

Orientador(a): Soraia Vilela Borges.

Coorientador(a): Pedro Henrique Campelo Felix.

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de  
Lavras, 2019.

Bibliografia.

1. Compostos Bioativos. 2. Maltodextrina. 3. Prebióticos. I.  
Borges, Soraia Vilela. II. Felix, Pedro Henrique Campelo. III.  
Título.

**JAYNE DE ABREU FIGUEIREDO**

**ESTABILIDADE DOS COMPOSTOS BIOATIVOS DO EXTRATO DE CAMU-CAMU  
EM PÓ**

**STABILITY OF BIOACTIVE COMPOUNDS OF CAMU-CAMU EXTRACT POWDER**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, área de concentração em Ciência dos Alimentos, para a obtenção do título de Mestre.

APROVADA em 18 de fevereiro de 2019.

Dra. Regiane Victória de Barros Fernandes Botrel UFLA

Profa. Dra. Jane Sélia dos Reis Coimbra UFV

Profa. Dra. Soraia Vilela Borges  
Orientadora

Prof. Dr. Pedro Henrique Campelo Felix  
Coorientador

**LAVRAS – MG  
2019**

*Às minhas avós Zizi e Zica (in memoriam). Mesmo no céu, sinto a presença e zelo de cada uma.*

*“Bença!”*

DEDICO

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus; sem Ele nada seria possível.

Aos meus irmãos Jaqueline e João Vitor, e principalmente à minha mãe Irani e meu pai Zezão, que sempre estiveram do meu lado, entenderam as minhas faltas e momentos de afastamento. Ao amor incondicional das minhas filhas de quatro patas, Bebel, Brigitte, Berenice, Lana e Bia.

Ao meu noivo, Junior, pelo carinho, incentivo, amor e pela companhia dia e noite. Pelos cafés e almoços que fez pra mim, enquanto eu escrevia (rs). Obrigada por me tranquilizar e me distrair nas horas de desespero (rs). Como você sempre me diz: “calma, vai dar tudo certo!”. Não posso deixar de agradecer nossos filhos “cãopanheirinhos” de vida, Nelson e Teorodo José, sempre compreensivos e carinhosos, ne (rs)?! Amo vocês.

À minha madrinha Izaltina e tia Sevilha pela torcida e orações. Amo vocês

À minha cunhada/irmã Juliana e minha sogra/mãe Eliana por sempre acreditarem em mim e vibrarem comigo a cada conquista!

À minha “mãe”/orientadora, Profa. Dra, Soraia Vilela Borges. Não me canso de agradecer a Deus por ter colocado você em meu caminho. Obrigada pela confiança, amizade, apoio, conselhos e ensinamentos. Você é muito especial!

Ao meu coorientador/amigo/braço direito/”pai”, Prof. Dr. Pedro Henrique Campelo Felix. Obrigada por me acolher em Manaus e ter me levado para conhecer essa cidade linda. Por toda ajuda nos experimentos, ter colocado a mão na massa, despolpando camu-camu e lavando o *spray dryer* (rs)! Valeu pelos ensinamentos, pela paciência e disponibilidade de sempre! Você é top!

Ao Prof. Dr. Diego, por estar sempre disposto em ajudar, obrigada pelos ensinamentos.

À Dra. Regiane, obrigada por aceitar o convite em participar desta banca e também por todo apoio de sempre.

Agradeço à Profa. Jane, por ter se disponibilizado a vir até Lavras e contribuir com esta dissertação.

Aos amigos do departamento que contribuíram para este trabalho.

À minha amiga Mariá, por toda ajuda e companhia além do laboratório. Por todas risadas, cafés e as melhores prosas. “Miga”, obrigada por me aturar (rs)!

A todos do Laboratório de Embalagem e Encapsulação, pela troca de conhecimentos, união, amizade e os cafés no meio da tarde.

Ao pessoal de Manaus, Lesley, Edgar, Junior, obrigada pelos momentos de descontração, vocês são demais! À Universidade Federal de Manaus, e os laboratórios, Nanoestruturas Poliméricas e Tecnologias Farmacêuticas, pela disponibilidade de equipamentos para realização dos experimentos. E em especial a Josi e Layane pelas trocas de experiências e toda ajuda.

A todos os meus amigos, que direta ou indiretamente, apoiaram-me, auxiliaram e torceram por mim.

Ao CNPq pela concessão da bolsa de mestrado. À CAPES e à FAPEMIG e à Universidade Federal de Lavras, especialmente ao Departamento de Ciência dos Alimentos, pela oportunidade.

*“O saber a gente aprende  
com os mestres e os livros.  
A sabedoria se aprende é com a vida e  
com os humildes”. (Cora Coralina).*



## RESUMO GERAL

O camu-camu é um fruto nativo da região Amazônica e apresenta elevado conteúdo de ácido ascórbico e compostos fenólicos. Esse fruto degrada rapidamente e seus compostos bioativos são muito instáveis ao processamento e armazenamento, uma vez que são sensíveis a fatores como umidade, temperatura, luz e oxigênio. A estabilidade desses frutos e de seus compostos bioativos pode ser aumentada por meio da secagem por atomização, utilizando agentes encapsulantes. Portanto, extratos de camu-camu em pó obtidos por meio da secagem por atomização, utilizando maltodextrina (MD), inulina (IN) e oligofrutose (OL) como agentes encapsulantes foram avaliados quanto as suas propriedades físico-químicas e morfológicas, bem como à sua estabilidade ao armazenamento em temperaturas de 25°C e 45°C e umidades relativas de 22%, 51% e 75%, por um período de 4 semanas. O extrato de camu-camu liofilizado (CEL) foi obtido como forma de avaliar a influência dos agentes encapsulantes na estabilidade ao armazenamento dos pós. De maneira geral, o encapsulamento aumentou a estabilidade do extrato de camu-camu. A retenção dos compostos bioativos e a atividade antioxidante antes do armazenamento variaram nas faixas de 55 a 71% (ácido ascórbico), 77 a 83% (compostos fenólicos), 72 a 90% (antocianinas) e 69 a 92% (DPPH). Em relação a estabilidade dos pós ao armazenamento, no geral, a MD ofereceu resultados mais satisfatórios quando comparada à inulina e oligofrutose. Entretanto a IN e OL podem ser utilizadas de forma conjunta com outros biopolímeros na secagem por atomização de bioativos uma vez que estes podem apresentar funcionalidade prebiótica, agregando valor ao produto em pó.

**Palavras-chave:** Desidratação. Ácido Ascórbico. Compostos Fenólicos. Prebióticos.

## GENERAL ABSTRACT

Camu-camu is a fruit native of the Amazon region and has a high content of ascorbic acid and phenolic compounds. This fruit quickly degrades and its bioactive compounds are very unstable to processing and storage, since they are sensitive to factors such as humidity, temperature, light and oxygen. The stability of these fruits and their bioactive compounds can be increased by spray drying using encapsulating agents. Therefore, powdered camu-camu extracts using spray-drying, using maltodextrin (MD), inulin (IN) and oligofructose (OL) as encapsulating agents were evaluated for their physico-chemical and morphological properties, as well as for storage stability at temperatures of 25 ° C and 45 ° C and relative humidity of 22%, 51% and 75% for a period of 4 weeks. The freeze-dried camu-camu extract (CEL) was obtained as a way to evaluate the influence of the encapsulating agents on the storage stability of the powders. In general, encapsulation increased the stability of the camu-camu extract. The retention of the bioactive compounds and the antioxidant activity before storage ranged from 55 to 71% (ascorbic acid), 77 to 83% (phenolic compounds), 72 to 90% (anthocyanins) and 69 to 92% (DPPH). Regarding the stability of the powders to the storage, MD generally offered more satisfactory results when compared to inulin and oligofructose. However, IN and OL can be used in conjunction with other biopolymers in the spray drying of bioactive materials since they can present prebiotic functionality, adding value to the powdered product.

**Keywords:** Dehydration. Ascorbic acid. Phenolic Compounds. Prebiotics.

## LISTA DE FIGURAS

### PRIMEIRA PARTE

Figura 1- (A) Planta, (B) Frutos de camu-camu.....	19
Figura 2- Estrutura química do ácido L-ascórbico e ácido.....	23
Figura 3- Mecanismo de degradação do ácido L-ascórbico.....	25
Figura 4- Estrutura básica das antocianinas.....	29
Figura 5- Esquema geral do processo de secagem por atomização.....	33
Figura 6- Estrutura química da maltodextrina.....	37
Figura 7- Estrutura molecular da inulina.....	38
Figura 8- Tipos de isothermas de sorção.....	44

## LISTA DE TABELAS

### PRIMEIRA PARTE

Tabela 1- Composição centesimal dos frutos de camu-camu.....	20
--	----

### SEGUNDA PARTE - ARTIGO

Tabela 1- Composição das soluções que foram submetidas ao processo de secagem por atomização .....	67
Tabela 2- Teor de umidade e atividade de água dos extratos de camu-camu em pó encapsulados .....	74
Tabela 3- Valores estimados dos parâmetros e coeficientes estatísticos utilizados para avaliar a adequação do modelo de GAB às isotermas de adsorção à 25°C, 35°C e 45°C dos extratos de camu-camu encapsulados. ....	81
Tabela 4 - Valores de $k$ e $t^{1/2}$ para o ácido ascórbico (AA), compostos fenólicos (CF), antocianinas (AN) e atividade antioxidante (DPPH) dos extratos de camu-camu em pó .....	90

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1- Teores de ácido ascórbico, compostos fenólicos totais e antocianinas de frutos de camu-camu analisados.....	22
---	----

## SUMÁRIO

	<b>PRIMEIRA PARTE.....</b>	<b>16</b>
<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>16</b>
<b>2</b>	<b>REFERENCIAL TEÓRICO.....</b>	<b>18</b>
<b>2.1</b>	<b>Camu-Camu.....</b>	<b>18</b>
<b>2.1.1</b>	<b>Descrição e distribuição geográfica da espécie .....</b>	<b>18</b>
<b>2.1.2</b>	<b>Composição centesimal e fitoquímica do camu-camu.....</b>	<b>19</b>
<b>2.1.3</b>	<b>Compostos bioativos do camu-camu.....</b>	<b>21</b>
<b>2.1.4</b>	<b>Antioxidantes .....</b>	<b>30</b>
<b>2.2</b>	<b>Conservação de alimentos por desidratação.....</b>	<b>31</b>
<b>2.2.1</b>	<b>Secagem por atomização.....</b>	<b>32</b>
<b>2.3</b>	<b>Agentes encapsulantes.....</b>	<b>35</b>
<b>2.3.1</b>	<b>Maltodextrina .....</b>	<b>36</b>
<b>2.3.2</b>	<b>Inulina.....</b>	<b>37</b>
<b>2.3.3</b>	<b>Oligofrutose.....</b>	<b>39</b>
<b>2.4</b>	<b>Estabilidade de produtos desidratados.....</b>	<b>40</b>
<b>2.4.1</b>	<b>Isotermas de adsorção de água.....</b>	<b>40</b>
<b>2.4.2</b>	<b>Degradação dos compostos bioativos e cor .....</b>	<b>44</b>
<b>2.4.3</b>	<b>Atributos de cor .....</b>	<b>47</b>
<b>2.5</b>	<b>Estudos visando a aplicação do camu-camu .....</b>	<b>49</b>
<b>3</b>	<b>CONSIDERAÇÕES GERAIS.....</b>	<b>52</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>53</b>
	<b>SEGUNDA PARTE - ARTIGO .....</b>	<b>62</b>
	<b>ARTIGO: ESTABILIDADE DOS COMPOSTOS BIOATIVOS DO EXTRATO DE CAMU-CAMU (MYRCIARIA DÚBIA) ENCAPSULADO UTILIZANDO DIFERENTES BIOPOLÍMEROS.....</b>	<b>62</b>
<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>64</b>
<b>2</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>66</b>
<b>2.1</b>	<b>MATERIAL .....</b>	<b>66</b>
<b>2.2</b>	<b>Preparo das soluções para secagem .....</b>	<b>66</b>

2.3	Secagem por atomização.....	66
2.4	Planejamento experimental.....	67
2.5	Análises físico-químicas e morfológicas das partículas .....	67
2.5.1	Umidade .....	67
2.5.2	Atividade de água .....	68
2.5.3	Morfologia das partículas .....	68
2.5.4	Atividade antioxidante (dpph) .....	68
2.5.5	Compostos fenólicos totais.....	68
2.5.6	Ácido ascórbico.....	69
2.5.7	Antocianinas totais .....	69
2.5.8	Retenção de compostos bioativos e capacidade antioxidante.....	69
2.6	Estabilidade.....	70
2.7	Isotermas de adsorção.....	70
2.8	Estabilidade ao armazenamento .....	71
2.9	Análises estatísticas .....	72
3	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>73</b>
3.1	Propriedades físico-químicas e morfológicas das partículas.....	73
3.1.1	Teor de umidade e atividade de água (aw).....	73
3.1.2	Micrografia eletrônica varredura .....	75
3.1.3	Retenção de compostos bioativos e atividade antioxidante .....	77
3.2	Isotermas de adsorção.....	78
3.3	Estabilidade ao armazenamento .....	89
3.3.1	Ácido ascórbico.....	91
3.3.2	Compostos fenólicos .....	93
3.3.3	Antocianinas.....	94
3.3.4	DPPH .....	96
3.3.5	Estabilidade de cor .....	98
4	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>109</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>111</b>

## PRIMEIRA PARTE

### 1 INTRODUÇÃO

A ascensão do mercado de produtos naturais e orgânicos segue uma tendência mundial do aumento da demanda por materiais e serviços que proporcionam saúde e bem-estar. Para atender às novas exigências dos consumidores, indústrias de alimentos, bebidas, farmacêuticas e de cosméticos têm investido cada vez mais na busca de ingredientes naturais para a formulação de produtos sem aditivos químicos e que tragam algum tipo de benefício para a saúde.

A região Amazônica brasileira se destaca pela extensa biodiversidade de espécies frutíferas, ricas em compostos bioativos. Apesar disso, muitas espécies ainda são desconhecidas e, por isso, poucos frutos encontram-se disponíveis no comércio para o consumo humano ou para desenvolvimento de novas pesquisas.

O camu-camu (*Myrciaria dúbia* (H.B.K) McVaugh) é um fruto nativo da região Amazônica e apresenta elevado conteúdo de fitoquímicos e propriedades biológicas. Estudos científicos atuais demonstraram o potencial antioxidante desses frutos, atribuído principalmente ao conteúdo de ácido ascórbico (média  $4\text{g}\cdot 100^{-1}$ ) e compostos fenólicos. Além da alta capacidade antioxidante, essa fruta apresenta ação anti-inflamatória, funções hepatoprotetivas, antimicrobianas e hipoglicemiante (AZEVEDO et al., 2015; NEVES et al., 2017).

No entanto, o camu-camu é uma fruta perecível, principalmente por possuir alta atividade de água, tornando-se susceptível às degradações por meio de reações químicas, enzimáticas e por microrganismos, dificultando a sua comercialização e exportação (NEVES et al., 2015). Além disso, os compostos bioativos presentes no camu-camu são muito instáveis ao processamento e armazenamento, visto que são suscetíveis a fatores como temperatura, umidade, oxigênio, luz, pH e outros.

Como forma de prolongar a estabilidade do camu-camu e seus compostos bioativos e melhorar o aproveitamento deste fruto que é pouco consumido na sua forma natural devido a elevada acidez e adstringência, a secagem por atomização pode ser considerada uma técnica viável. O produto em pó, contendo esses compostos imobilizados na matriz polimérica, representa uma possibilidade de aplicação em diversas áreas.



Para garantir a qualidade e estabilidade do produto em pó rico em açúcar obtido pela secagem por atomização, faz-se necessário determinar a escolha adequada do agente encapsulante a ser utilizado no processo. Geralmente utilizam-se matrizes poliméricas, como exemplo, tem-se a maltodextrina, muito aplicada em processos desse tipo (SINGH; DIXIT, 2014). Até o momento existem poucos estudos usando inulina e seus derivados como agentes encapsulantes para espécies frutíferas da região Amazônica, suas características nutricionais e tecnológicas as tornam apropriadas para uso em processos de secagem por atomização (EZHILARASI et al., 2013; FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014).

Diversas alterações podem ocorrer durante a estocagem de alimentos em pó, que resultam na modificação de suas propriedades físicas e químicas. A presença de luz, o oxigênio, o processamento, o armazenamento, a temperatura e a umidade podem ser citados como os principais contribuintes para o processo de degradação que pode ocorrer nesses produtos (NAYAK; LIU; TANG, 2015). Com isso, nota-se a importância de estudar os fatores que influenciam nessas propriedades, visando obter produtos em pó com alta qualidade tecnológica e, a partir disso, avaliar as alterações do produto ao longo do tempo, e determinar as condições ideais de estocagem, que contribuam para a sua maior estabilidade, prolongando sua vida útil.

Contudo, devido ao baixo número de estudos sobre a secagem por atomização dos frutos de camu-camu, faz-se necessário avaliar novos materiais encapsulantes para a obtenção de um produto em pó com elevado conteúdo de compostos bioativos, que possa ser utilizado por indústrias alimentícias, farmacêuticas e cosméticas. Diante do exposto, este trabalho teve como objetivo avaliar a influência do uso de diferentes agentes encapsulantes nas propriedades físico-químicas e morfológicas do extrato de camu-camu em pó obtido por meio da secagem por atomização, bem como analisar a sua estabilidade em diferentes condições de armazenamento.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Camu-camu

#### 2.1.1 Descrição e distribuição geográfica da espécie

O Brasil possui uma das maiores reservas de espécies nativas do mundo com consideráveis centros de diversidade genética, consequência de sua localização geográfica, dimensão territorial e clima tropical. A região amazônica localizada no norte do Brasil apresenta aproximadamente 220 espécies de plantas comestíveis, representando 44% da diversidade de frutas nativas do país. Entretanto, diversas espécies frutíferas ricas em compostos bioativos são pouco exploradas, e por isso, poucos frutos encontram-se disponíveis no comércio para consumo humano ou para desenvolvimento de novas pesquisas científicas (FUJITA et al., 2015; RIBEIRO et al., 2016).

O camu-camu (*Myrciaria dúbia* [H.B.K] McVaugh), conhecido também por caçari, araçá-d'água ou sarão, é um fruto oriundo do camu-camuzeiro, um arbusto ou pequena árvore, encontrado no estado silvestre nas margens dos rios e lagos da Amazônia. Foi descrito pela primeira vez em 1823 por Humboldt Bonpland e Kunth como *Psidium dubium* HBK, mas, no ano de 1963, Rogers McVaugh reclassificou esta espécie para o gênero *Myrciaria*, passando então a ser reconhecida cientificamente como *Myrciaria dúbia* (H.B.K) McVaugh (MCVAUGH, 1963).

Originário da região Amazônica, o camu-camu encontra-se distribuído sobre toda a Bacia Amazônica desde a parte leste do Pará, passando pelo médio e alto Rio Amazonas, até a parte oriental da Cordilheira dos Andes (Bacia Amazônica) do Peru (YUYAMA, 2009). As plantas conseguem adaptar-se conforme seu habitat, em regiões alagadas e em terra firme. Desde 2009, a planta vem sendo domesticada com resultados satisfatórios em solo firme no Estado de Roraima e no interior de São Paulo, nas regiões de Registro, Mirandópolis, Iguape e Biguá (YUYAMA, 2009), viabilizando a comercialização desse fruto.

A árvore (Figura 1A) frutifica entre os meses de novembro a março. Em solo firme, a floração ocorre durante praticamente o ano inteiro, em que a produção de frutos por planta pode chegar a mais de 20 kg (GRIGIO et al., 2015). Em um plantio bem estabelecido, com um espaçamento de 4 por 4 metros, pode-se esperar uma produção de 10 toneladas de frutos por hectare/ano (YUYAMA; AGUIAR; YUYAMA, 2002). A colheita é feita manualmente, 2 a 3 vezes por semana. Quando para consumo imediato, os frutos podem ser coletados completamente

maduros. Entretanto, para que sejam transportados por longas distâncias o ideal é coletá-los no início do amadurecimento (YUYAMA; AGUIAR; YUYAMA, 2002).

Os frutos de camu-camu (Figura 1B) são globosos, de 10 a 32 mm de diâmetro e pesam cerca de 6 - 9g. O epicarpo delgado é liso, lustroso e possui coloração púrpura e/ou avermelhada, a polpa sucosa é ácida, aromática e de coloração branca, contém de uma a quatro sementes reniformes por fruto (YUYAMA, 2009).

Figura 1- (A) Planta, (B) Frutos de camu-camu.



Fonte: Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia – INPA.

### 2.1.2 Composição centesimal e fitoquímica do camu-camu

O crescente interesse no cultivo dos frutos de camu-camu está relacionado com seu alto valor nutricional, atribuído à presença de compostos bioativos, principalmente o ácido ascórbico e compostos fenólicos, além de alguns micronutrientes como potássio, cálcio, zinco e aminoácidos, que são essenciais para a manutenção do corpo humano (FRACASSETTI et al., 2013a).

O rendimento das partes tissulares dos frutos de camu-camu em peso, segundo relatos da literatura, estaria entre 17 e 29% para as sementes, e da parte comestível, o pericarpo, formado pelo conjunto polpa e casca estaria entre 71 e 83%. Apenas a casca, representaria de 15% a 20% do peso total do fruto fresco (MAEDA et al., 2006).

A composição centesimal dos frutos pode variar de acordo com fatores ambientais, manejo e espécie. A Tabela 1 representa a composição centesimal do camu-camu de acordo com alguns autores (FRACASSETTI et al., 2013a; FUJITA et al., 2017a).

Tabela 1- Composição centesimal dos frutos de camu-camu.

Umidade (g/100 g)	94,1 ± 1,0
Proteína (g/100 g)	0,5 ± 0,0
Açúcar total (g/100 g)	4,7 ± 0,0
Fibra bruta (g/100 g)	2,88 ± 0,0
Lipídios (g/100 g)	0,2 ± 0,0
Sódio (mg/Kg)	111,3 ± 4,3
Potássio (mg/Kg)	838,8 ± 36
Cálcio (mg/Kg)	157,3 ± 4,4
Magnésio (mg/ Kg)	123,8 ± 8,7
Ferro (mg/ Kg)	5,3 ± 0,4
Manganês (mg/ Kg)	21,1 ± 1,1
Zinco (mg/Kg)	3,6 ± 0,1
Cobre (mg/Kg)	2,0 ± 0,2
Sólidos Solúveis (°Brix)	6,40 ± 0,0
Ácido total titulável (%)	2,86 ± 0,0
pH	2,44 ± 0,0
Pectina total (%)	0,21 ± 0,0
Amido (%)	0,44 ± 0,0

Fonte: Fracasseti et al. (2013a) e Fujita et al. (2017a).

Além do alto conteúdo de bioativos, os frutos de camu-camu contém diferentes ácidos orgânicos como ácido cítrico, ácido isocítrico, ácido málico, alguns ácidos gordurosos entre eles, esteárico, linoleico, oleico,  $\gamma$ -linolênico,  $\alpha$ -linolênico, tricosanóico, eicosadienoico e também aminoácidos essenciais, serina, glicina, valina, leucina, prolina e alanina. (FRACASSETTI et al., 2013a; RUFINO et al., 2010).

De acordo com Yuyama; Aguiar e Yuyama (2002) os frutos de camu-camu apresentam um potencial relevante como fonte de fibra alimentar, principalmente nas cascas, apresentando uma concentração média de 2,88g. 100g<sup>-1</sup>.

O camu-camu possui um cheiro característico, os compostos voláteis responsáveis pelo aroma desse fruto são majoritariamente representados pelos terpenos (98%), seguido de  $\alpha$ -pineno

(66,2%), D-limoneno (23,7%) e  $\beta$ -cariofileno (4,6%) (FRANCO; SHIBAMOTO, 2000; PINO; QUIJANO, 2008).

Devido à elevada acidez (pH abaixo de 3,0) e adstringência da polpa, os frutos de camu-camu dificilmente são consumidos na forma natural. Na Amazônia peruana, onde é bastante consumido, é utilizado para o preparo de refresco, sorvete, picolé, geléia, doce, licor, ou para conferir sabor a tortas e sobremesas (GRIGIO et al., 2016). Na Amazônia brasileira, os ribeirinhos costumam utilizar esse fruto na pesca de tambaqui, um peixe conhecido da região. Também é utilizado no preparo de sucos, sorvetes, bombons, balas, sabonetes e cremes. No exterior, o camu-camu atrai importadores do Japão, Europa e EUA, para produção de cápsulas de vitamina C, bebidas gaseificadas, sucos concentrados, vinagre, sorvetes, cremes, dentre outros (CAMERECOLAROSSO et al., 2016).

### **2.1.3 Compostos bioativos do camu-camu**

Compostos bioativos são metabólitos secundários, que ocorrem, tipicamente, em frutas e vegetais, e possuem capacidade antioxidante, anti-inflamatória, antimicrobiana, entre outras. Promovem benefícios a saúde por reduzirem riscos de desenvolvimento de doenças crônicas não transmissíveis, como doenças cardiovasculares, câncer, diabetes, hipertensão e osteoporose (SOUZA et al., 2017).

Entre os principais compostos bioativos encontrados em frutos de camu-camu podemos destacar o ácido ascórbico e os compostos fenólicos (principalmente as antocianinas). No Quadro 1 encontram-se os teores dos principais bioativos encontrados em frutos de camu-camu de acordo com diversos autores (ANHÊ et al., 2018; AZEVÊDO et al., 2014; CHAGAS et al., 2015; CHIRINOS et al., 2010; GRIGIO et al., 2017; MAEDA et al., 2006; NEVES et al., 2015; RUFINO et al., 2010). A variação de valores pode ser atribuída a diferentes fatores, tais como: região de plantio, variedade, estágio de maturação e teor de acidez (YUYAMA; AGUIAR; YUYAMA, 2002).

Quadro 1- Teores de ácido ascórbico, compostos fenólicos totais e antocianinas de frutos de camu-camu analisados por diversos autores.

<b>Procedência</b>	<b>Ácido Ascórbico (mg.100 g<sup>-1</sup>)</b>	<b>Compostos Fenólicos (mg ác. gálico. 100g<sup>-1</sup>)</b>	<b>Antocianinas (mg cianidina-3- glicosídeo.100 g<sup>-1</sup>)</b>	<b>Referência</b>
<b>Roraima (rio Urubu)</b>	6112	na	na	Chagas et al. (2015)
<b>Amazonas</b>	1100	14750	209	Azevedo et al. (2018)
<b>Rio Preto da Eva - AM</b>	2585	862	10	Maeda et al. (2006)
<b>Lima - Peru</b>	2095	1270	na	Chirinos et al. (2010)
<b>Belém -PA</b>	1882	1176	42	Rufino et al. (2010)
<b>Rio Preto da Eva - AM</b>	4426	131	51	Grigio et al. (2017)
<b>Sunfood – San Diego - EUA</b>	3330	6550	1855	Anhê et al. (2018)
<b>Cantá - Roraima</b>	4752	12798	170	Neves et al. (2015)

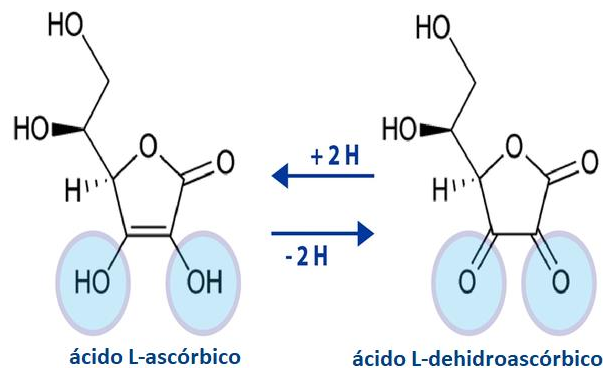
na: não avaliado

Diversos estudos *in vivo* e *in vitro* comprovaram os efeitos benéficos à saúde atribuídos aos bioativos encontrados nos frutos de camu-camu, principalmente os antioxidantes. Dentre eles, propriedades antioxidantes, antiinflamatórias, hepatoprotetivas, antimicrobianas, hipolipidêmicos, neuroproterores, antígenotóxicos e também na redução dos níveis plasmáticos de glicose e insulina (AZEVEDO et al., 2015; GONÇALVES et al., 2014a; NASCIMENTO et al., 2013).

### 2.1.3.1 Ácido ascórbico

Entre os nutrientes necessários para muitas funções fisiológicas essenciais à vida estão as vitaminas. A vitamina C está presente significativamente em frutas e vegetais, e ocorre naturalmente em alimentos sob duas formas: a forma reduzida (ácido L-ascórbico) e a forma oxidada (ácido L-dehidroascórbico) (Figura 2). Ambas as formas são fisiologicamente ativas, uma vez que, a forma oxidada do ácido é novamente reduzida a ácido L-ascórbico no corpo humano (MOSER & BENDICH, 1991).

Figura 2- Estrutura química do ácido L-ascórbico e ácido L-dehidriascórbico.



Fonte: Adaptado de Kurutas (2016).

O ácido ascórbico é encontrado em grande quantidade nos frutos de camu-camu, em média  $4 \text{ g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ , valor significativamente superior aos encontrados em outras frutas. Sua concentração

de ácido ascórbico é 20 vezes maior que o da acerola e 60 vezes maior que o do limão (FRACASSETTI et al., 2013a; YUYAMA, 2009). Alguns genótipos chegam a concentração de 7 g.100.g<sup>-1</sup> (GRIGIO et al., 2015). É considerada a maior fonte natural conhecida de ácido ascórbico (FUJITA et al., 2017a).

O ácido ascórbico é considerado um composto bioativo por apresentar atividade antioxidante. Possui a capacidade de reduzir espécies reativas de oxigênio (ROS), como por exemplo, peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), superóxido (O<sub>2</sub>) e o oxigênio singlete (<sup>1</sup>O<sub>2</sub>), responsáveis por causar danos oxidativos às moléculas biológicas (MOSER & BENDICH, 1991). Além disso, o ácido ascórbico pode regenerar a forma reduzida do  $\alpha$ -tocoferol (vitamina E), importante vitamina lipossolúvel para a prevenção de doenças cardiovasculares (HALLIWELL & GUTTERIDGE, 2008). No entanto, o ácido ascórbico não é sintetizado pelos seres humanos (SALOMÃO-OLIVEIRA et al., 2016), sendo necessário incluí-lo na alimentação.

De acordo com a Organização Mundial da Saúde (OMS), a ingestão diária recomendada (RDA) de ácido ascórbico é de 15 a 25 mg para crianças entre 1 e 8 anos; de 45 a 75 mg para jovens entre 9 e 18 anos e de 75 a 90 mg para adultos (FAO/OMS, 2001). Níveis plasmáticos mínimos de ácido ascórbico de 0,2 mg.L<sup>-1</sup> são suficientes para evitar estresses fisiológicos provenientes de infecções, tabagismo, altitude e temperaturas ambientais extremas (HEMILÄ, 2011).

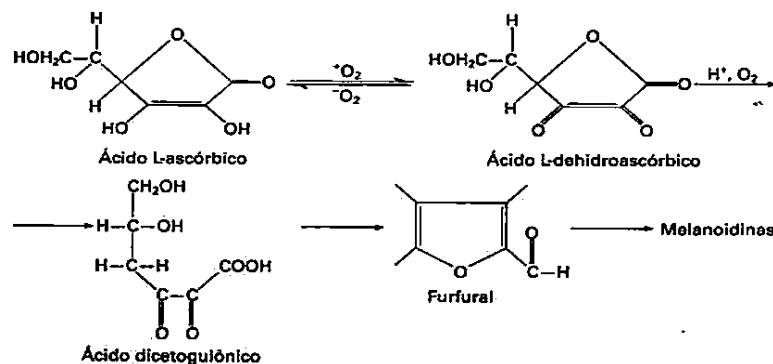
Em sua forma pura e cristalina, o ácido L-ascórbico é estável à exposição à luz, temperatura e ao ar por um período longo de tempo (MOSER & BENDICHT, 1991). No entanto, quando presente em alimentos e soluções aquosas, sua estabilidade está diretamente relacionada às condições de armazenamento e composição da solução ou matriz. O ácido L-ascórbico pode ser facilmente oxidado e degradado, dependendo de vários fatores como pH, temperatura, luz, umidade, presença de enzimas, oxigênio e catalisadores metálicos (MOSER; BENDICH, 1991).

Os mecanismos de degradação do ácido ascórbico podem ocorrer de 2 maneiras: aeróbico e anaeróbico, e vão depender das condições do meio, ambos levando à formação de furaldeídos, compostos que polimerizam facilmente, e formam pigmentos escuros (QIU et al., 2018).



O mecanismo de degradação anaeróbica é complexo e ainda não é totalmente definido e compreendido. Mas, sabe-se, que o ácido ascórbico decompõe-se em ácido 2,5-dihidro-2-furanóico, e este é transformado em dióxido de carbono e furfural. Este tipo de degradação é ainda considerada relativamente insignificante na maioria dos alimentos (QIU et al., 2018). Por outro lado, o ácido L-ascórbico, pode ser facilmente oxidado a ácido L-dehidroascórbico na presença de oxigênio. Esta substância, portanto, receberá 2 H<sup>+</sup> e será transformada no ácido 2,3-dicetogulônico, composto sem atividade fisiológica. O ácido 2,3 -dicetogulônico perderá duas moléculas de água e uma de CO<sup>2</sup>, resultando em formação de compostos intermediários, como o furfural e hidroximetilfurfural. A Figura 3 representa o mecanismo de degradação do ácido L-ascórbico e consequente formação de furfural. O aparecimento do furfural indica a tendência à polimerização e formação do pigmento escuro, denominado melanoidinas (DAMORADAN; PARKIN; FENNEMA, 2010)

Figura 3- Mecanismo de degradação do ácido L-ascórbico.



Fonte: Damoradan; Parkin; Fennema (2010).

Outro possível mecanismo de degradação é a oxidação indireta do ácido ascórbico promovida pela ação das quinonas oriundas da oxidação de compostos fenólicos pelas polifenoloxidasas (FUJITA et al., 2013).

A decomposição do ácido ascórbico tem sido relatada como a reação mais deteriorativa que ocorre durante estocagem de alimentos. Compostos indesejáveis da degradação do ácido ascórbico como furfural e hidroximetilfurfural têm sido altamente correlacionados com o escurecimento de alimentos, sabor indesejável e perda da qualidade, aliada à redução da vida-de-prateleira e à perda do valor nutricional (WIBOWO et al., 2015).

A determinação do conteúdo de ácido ascórbico em alimentos é muito importante, pois além de seu papel fundamental na nutrição humana, sua degradação favorece o escurecimento não enzimático, e pode causar o aparecimento de sabor estranho e mudança na coloração (KUROZAWA et al., 2014). Além disso, o ácido ascórbico é um importante indicador, pois, sendo a vitamina mais termolábil, sua presença no alimento, indica que provavelmente os demais nutrientes também estão sendo preservados (QIU et al., 2018).

Estudos sobre a cinética de degradação do ácido ascórbico em função das condições de processamento permitem escolher processos alternativos ou operações mais eficientes para minimizar perdas de qualidade. Além disso, fornece informações sobre a degradação ao longo do armazenamento, permitindo estimar o conteúdo da vitamina ao fim da vida-de-prateleira dos produtos, em seguida adequá-los à sua rotulagem (RAHMAN et al., 2015).

### **2.1.3.2 Compostos fenólicos**

Os compostos fenólicos têm grande importância na indústria alimentícia por apresentarem propriedades antioxidantes, possibilitando de serem utilizados como aditivos naturais em alimentos e por conferirem alegações funcionais (BALLESTEROS et al., 2017).

Os compostos fenólicos representam uma classe de compostos químicos resultantes do metabolismo secundário das plantas, sendo essenciais para o seu crescimento e reprodução. Compreende vários compostos diferentes que proporcionam cor, sabor e adstringência. Com estrutura variável, porém, apresentando pelo menos dois anéis fenólicos. Podem conter desde moléculas simples até moléculas com alto grau de polimerização, e são caracterizados como multifuncionais. São divididos em quatro classes principais de acordo com sua estrutura:

flavonóides (incluindo flavonóis, flavanonas, flavonas, antocianinas e antocianidinas, chalconas, diidroflavonóis e isoflavonas), lignanas, estilbenos e taninos, entra também nesta categoria os ácidos fenólicos simples (FRACASSETTI et al., 2013a).

Os frutos de camu-camu apresentam alta concentração de compostos fenólicos, variam em torno de 1370 a 2110 mg de ácido gálico.100g<sup>-1</sup>. Fracassetti et al. (2013) observaram que os teores de compostos fenólicos totais em camu-camu eram superiores, em comparação com outras frutas como a acerola, laranja, kiwi e limão. Esses compostos estão relacionados com as características sensoriais de amargor e adstringência do fruto (MAEDA et al., 2006; RUFINO et al., 2010). Outra influência sensorial dos compostos fenólicos é na coloração devido às antocianinas (FRACASSETTI et al., 2013a).

Dentre os principais compostos fenólicos encontrados no camu-camu destacam-se as antocianinas (cianidina-3-glicosídeo e delfina-3-glicosídeo) e os flavonóis (miricetina, quercetina), ácido elágico, elagitaninos, proantocianidinas (BATAGLION et al., 2015; FRACASSETTI et al., 2013a; GONÇALVES et al., 2014a; NEVES et al., 2017). De acordo com esses autores, a maior concentração desses compostos é encontrada nas cascas do fruto.

O poder antioxidante dos alimentos também está associado ao conteúdo de compostos fenólicos. Os compostos fenólicos têm poder de ação como antioxidantes, bloqueando as reações dos radicais livres em cadeia, por meio da doação de átomos de hidrogênio, ou ainda, complexação com íons metálicos que catalisam essas reações (WETTASINGHE; SHAHIDI, 1999). Para que isto ocorra, a estrutura química desses compostos deve possuir grupos funcionais com propriedades de oxirredução, ou seja, doar átomos de hidrogênio ou elétrons (WETTASINGHE; SHAHIDI, 1999). Este sistema de ação dos antioxidantes, encontrados em extratos de plantas, possui um papel importante na redução da oxidação lipídica em tecidos vegetal e animal, pois quando inseridos na alimentação humana além de conservarem a qualidade do alimento, também reduzem o risco de desenvolvimento de patologias (RAMARATHNAM et al., 1995; VALDÉS et al., 2015).

A estabilidade dos compostos fenólicos, assim como das vitaminas, é influenciada por diversos fatores. A presença de luz, oxigênio, o processamento e armazenamento, temperatura e

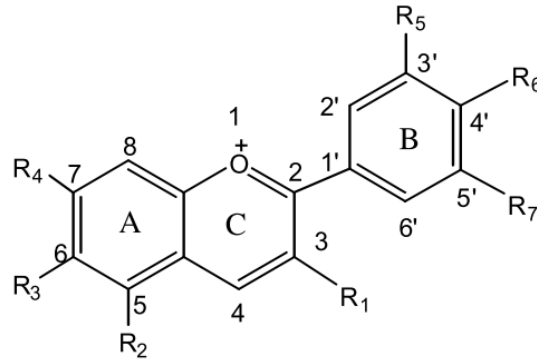
umidade podem ser citados como os principais contribuintes para o processo de degradação desses compostos (NAYAK; LIU; TANG, 2015).

#### **2.1.3.2.1 Antocianinas**

As antocianinas são os pigmentos mais importantes do reino vegetal. São atóxicos e de fácil incorporação em meio aquoso, o que os tornam interessantes para uso como corantes naturais solúveis em água. Estes pigmentos são responsáveis pelas cores laranja brilhante, rosa, vermelho, violeta e azul de muitas frutas e folhas (SINELA et al., 2017). Outra propriedade significativa das antocianinas é a sua atividade antioxidante, que desempenha um papel vital na prevenção de doenças neuronais, cardiovasculares, câncer, diabetes, entre outros (CASTAÑEDA-OVANDO et al., 2009; MAZZA; MINIATI., 1993; STINTZING; CARLE, 2004).

As antocianidinas são as estruturas básicas das antocianinas. As antocianidinas (ou agliconas) (Figura 4) consistem de um anel aromático [A] ligado a um anel heterocíclico [C] que contém oxigênio, que também é ligado por uma ligação carbono-carbono a um terceiro anel aromático [B] (CASTAÑEDA-OVANDO et al., 2009). Quando as antocianidinas são encontradas em sua forma glicosídica (ligadas a uma porção de açúcar), elas são conhecidas como antocianinas. As antocianinas diferem nos grupamentos ligados aos anéis nas posições 3'(R1), 4'(R2), 5'(R3), 3 (R4), 5 (R5), 6 (R6) e 7 (R7), que podem ser átomos de hidrogênio, hidroxilas ou metoxilas. Estes grupamentos interferem na cor apresentada por cada uma das antocianidinas e condicionam a sua aplicação como corantes na indústria alimentícia (CASTAÑEDA-OVANDO et al., 2009).

Figura 4- Estrutura básica das antocianinas.



Fonte: Castañeda-Ovando et al. (2009).

Aproximadamente 22 antocianinas são conhecidas, das quais 18 ocorrem de forma natural e apenas seis (pelargonidina, cianidina, delphinidina, peonidina, petunidina e malvidina) são importantes em alimentos (TONON; BRABET; HUBINGER, 2008).

Naturalmente, a coloração das antocianinas é diretamente influenciada pela substituição dos grupos hidroxila e metoxila na molécula. Geralmente, antocianidinas com grupos hidroxilas na posição 3' e 4' são oxidados mais rapidamente do que as antocianidinas que não possuem essa estrutura. Por exemplo, malvidina e peonidina são antocianidinas mais estáveis que cianidina, delphinidina e petunidina. Além disso, o número e a posição dos açúcares conectados às antocianidinas também afetam a estabilidade das antocianinas (LOPES et al., 2007).

O camu-camu, durante o amadurecimento, tem uma variação de cor que passa do verde ao vermelho e/ou púrpura, resultado do aumento dos teores de antocianinas que estão predominantemente na casca, sendo representadas pela cianidina-3-glicosídeo (89,5%) e delphinidina-3-glicosídeo (4,2%). (ZANATTA et al., 2005). Sendo assim, o interesse pelas antocianinas para aplicação em alimentos, medicamentos e cosméticos é um grande incentivo para o aumento do cultivo, pesquisas e desenvolvimento agroindustrial do camu-camu.

Muitos fatores são conhecidos por influenciar a composição de antocianinas de um fruto, tais como diferenças genéticas, amadurecimento, exposição à luz e temperatura. (ZANATTA et

al., 2005). De acordo com alguns autores, os teores de antocianinas totais em camu-camu variam entre 30 a 182 mg de antocianinas.100g<sup>-1</sup> (MAEDA et al., 2006; RUFINO et al., 2010; ZANATTA et al., 2005).

As antocianinas são muito instáveis ao processamento e armazenamento, e os principais fatores que influenciam a estabilidade das antocianinas são a estrutura química, pH, temperatura, umidade, luz, presença de oxigênio, degradação enzimática, interações entre os componentes dos alimentos, tais como ácido ascórbico, íons metálicos e açúcares (FENNEMA; DAMODARAN; PARKIN, 2010). As reações de degradação normalmente resultam na perda da coloração ou em alterações nas cores de frutas e vegetais, o que quase sempre são indesejáveis no processamento de alimentos (TONON; BRABET; HUBINGER, 2010).

#### **2.1.4 Antioxidantes**

Atualmente tem sido sugerido que uma dieta rica em antioxidantes pode trazer benefícios para a saúde, e com isso, o interesse por produtos naturais com capacidade antioxidante vem aumentando. Os antioxidantes são moléculas que inibem ou atenuam reações de radicais livres e retardam ou inibem o dano celular. Apesar das defesas antioxidantes serem diferentes de espécie para espécie, a presença da defesa antioxidante é universal. Os antioxidantes existem tanto em formas enzimáticas como não enzimáticas. Os enzimáticos funcionam decompondo e removendo os radicais livres, e os não enzimáticos agem interrompendo as reações em cadeia dos radicais livres, como por exemplo, a vitamina C (NIMSE & PAL, 2015).

Antioxidantes naturais podem ser encontrados em frutas e vegetais e são utilizados para prevenir a deterioração e rancidez em alimentos decorrentes da auto-oxidação. Os compostos que possuem atividades antioxidantes são usados como eliminadores de radicais livres (PRAKASH et al., 2014).

Os radicais livres são moléculas muito reativas e instáveis, carregadas com elétrons desemparelhados. O mecanismo de ação dos radicais livres se baseia na reação com outros compostos, com a finalidade de reter o número máximo de elétrons possíveis com o objetivo de se

estabilizarem. Com isso a molécula que sofre a perda do elétron também se torna outro radical livre dando origem a uma reação em cadeia, esse processo desenvolve o que chamamos de peroxidação lipídica, onde as membranas celulares sofrem desestabilização e desintegração, ocorrendo também à oxidação de outros componentes (NIMSE & PAL, 2015).

Os antioxidantes têm a capacidade de prevenir ou retardar danos oxidativos dos lipídios, proteínas e ácidos nucleicos por reações do oxigênio, que incluem radicais livres e não- radicais. O efeito dos antioxidantes está relacionado a três grandes grupos: vitaminas, carotenóides e compostos fenólicos, presentes naturalmente em alguns alimentos como as frutas (NIMSE & PAL, 2015). Diversos estudos relataram a alta atividade antioxidante em frutos de camu-camu, atribuída principalmente à elevada concentração de vitamina C e compostos fenólicos (GONÇALVES et al., 2014; KANESHIMA et al., 2017; NEVES et al., 2015; RUFINO et al., 2010).

## **2.2 Conservação de alimentos por desidratação**

A desidratação é um processo tecnológico, que consiste basicamente na remoção da maior parte da água de um alimento, promovendo considerável prolongamento da vida útil, além de facilitar o manuseio, o transporte, a estocagem e o preparo pelo consumidor final (KARAM et al., 2016).

Além de ser utilizada como um método de conservação impedindo a deterioração e perda do valor comercial, a desidratação objetiva também o refinamento do alimento, gerando um novo produto no mercado, com benefícios monetários que derivam da transformação do produto (SCHUCK et al., 2016).

Uma alternativa para a preservação e melhor aproveitamento do camu-camu é a sua desidratação pelo processo de secagem por atomização (*spray drying*) que permite a obtenção do extrato desidratado com elevado teor de compostos bioativos, no qual poderá ser utilizado na elaboração de suco ou como componente de formulações para o desenvolvimento de produtos na área alimentícia, cosmética e farmacêutica.

Nos últimos anos houve um crescente aumento na utilização de alimentos desidratados oriundos de fontes naturais, especialmente na área de formulados como alimentos para recém-nascidos e atletas, sopas, *smoothies*, produtos de panificação e confeitaria e ingredientes para sorvetes. Além do aumento desses alimentos no segmento alimentício, a área farmacológica e cosmética vêm investindo nesses alimentos para elaboração de diversos produtos como por exemplo, pastilhas, cápsulas, cremes e outros (SHISHIR; CHEN, 2017). Ambas as áreas têm como objetivo atender às exigências do novo cenário de mercado, em que os consumidores estão dispostos a pagar um pouco mais por seus produtos, mas que estes promovam saúde e bem-estar sem deixar a praticidade de lado (SHISHIR; CHEN, 2017).

### **2.2.1 Secagem por atomização**

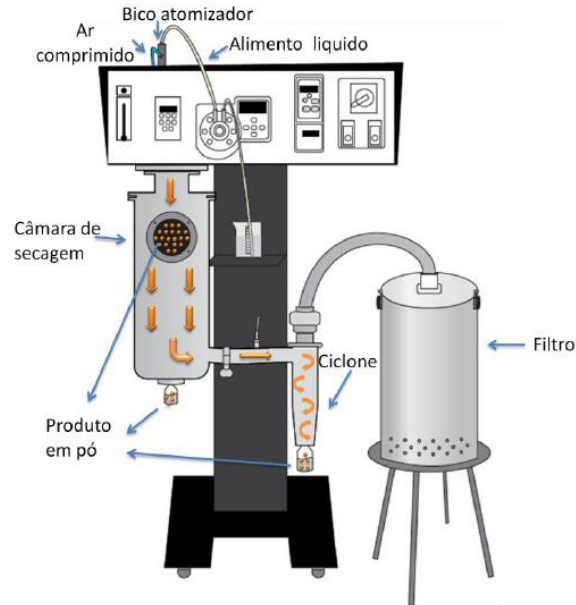
A secagem por atomização é uma técnica muito utilizada por indústrias alimentícias e farmacêuticas. Consiste na transformação de um líquido em pó, por meio de 3 etapas: atomização, secagem e separação, utilizando o equipamento *spray dryer* (Figura 5).

Na etapa de atomização, a solução é bombeada até o bico atomizador que irá aspergir este líquido a pequenas gotículas para uma câmara de secagem. Na segunda etapa, o ar quente entra em contato com as gotículas, estabelecendo transferência de calor entre a fase líquida e gasosa, e na direção ar-produto como resultado da diferença das temperaturas, e a transferência de água é realizada em direção oposta produto-ar, devido à diferença das pressões de vapor. A taxa de secagem diminui rapidamente tornando-se dependente da taxa de difusão de água através da parede, e termina teoricamente quando a temperatura da partícula atinge o valor da temperatura do ar (POSHADRI; KUNA, 2010).

Na terceira etapa, o pó seco é submetido à separação através de um ciclone acoplado após a câmara de secagem (SINGH; DIXIT, 2014).



Figura 5- Esquema geral do processo de secagem por atomização.



Fonte: Ribeiro (2014).

A secagem por atomização apresenta algumas vantagens, tais como a disponibilidade e versatilidade de equipamentos, baixo custo de processo, boa retenção e estabilidade do material encapsulado, ampla aplicação, inclusive produtos termosensíveis, visto que o tempo de contato do material aspergido com a fonte de calor é de aproximadamente 30 segundos, resultando em pouco ou nenhum dano aos compostos durante o processo (SINGH; DIXIT, 2014). Além disso, o produto final obtido, por ser um pó, reduz os custos com embalagem, transporte e armazenamento e facilita a aplicação em diversas matrizes (alimentícias, farmacêuticas e cosméticas) (SCHUCK et al., 2016). Como desvantagem pode citar-se a falta de homogeneidade no tamanho das partículas, o elevado gasto energético, sendo necessário o estudo da planta para aproveitamento residual.

Essa técnica é muito utilizada para o carreamento e encapsulação de ingredientes e/ou bioativos. Consiste em aprisionar o ativo (sólido, líquido ou gasoso) em uma matriz polimérica, com o objetivo principal de proteger o ativo das condições adversas, como luz, temperatura,

oxigênio e umidade, tornando-o mais estável. A formação da matriz polimérica é estabelecida devido a rápida secagem a que o produto é submetido, formando uma rede tridimensional contendo o material encapsulado (NESTERENKO et al., 2013). Além da maior estabilidade devido à proteção polimérica ao ativo, esta técnica permite a liberação controlada dos compostos no local e momento desejado (JYOTHI et al., 2010).

O *spray dryer* é o equipamento mais utilizado em processos de encapsulação de sucos, extratos e polpas de frutas e vegetais e tem diversos exemplos de estudo na literatura científica como a encapsulação de extrato de acerola (REZENDE; NOGUEIRA; NARAIN, 2018), suco de pitanga (ORTIZ-BASURTO et al., 2017), extrato de mate (NUNES et al., 2015), suco de beterraba concentrado (BAZARIA; KUMAR, 2017) suco de camu-camu (DIB TAXI et al., 2003), entre outros.

#### **2.2.1.1 Problemas na secagem de frutas por atomização**

As dificuldades técnicas da secagem em alimentos ricos em açúcar como os extratos de frutas estão associadas com a presença de ácidos e açúcares de baixo peso molecular que apresentam. Durante a desidratação por secagem por atomização ocorre uma rápida remoção de umidade das gotículas do material que resulta em um produto completamente amorfo, ou ainda, com algumas regiões microcristalinas dispersas na massa amorfa (JIANG et al., 2013).

O estado amorfo é caracterizado por um estado metaestável em não equilíbrio mostrando um alto grau de higroscopicidade, influenciando sobre as características do material desidratado, principalmente sua tendência a tornar-se pegajoso e formar aglomerados de alta consistência. Esta tendência à aglomeração poderá acentuar-se ainda mais à medida que o açúcar no estado amorfo se transforma em açúcar no estado cristalino mediante a adsorção de pequenas quantidades de água (JANISZEWSKA-TURAK et al., 2017).

O *stickiness* é uma propriedade de superfície de um material que pode ser caracterizado como a coesão e/ou aderência entre partículas. É governado por um fenômeno físico chamado de transição vítrea, no qual um material sólido seco é transformado em um material pegajoso. Isso

ocorre a uma temperatura denominada temperatura de transição vítrea (Tg). Problemas de aderência são frequentemente encontrados durante a secagem, processamento e armazenamento de pó com baixa temperatura de transição vítrea (Tg) (FONGIN et al., 2017).

Os extratos de frutas apresentam baixa Tg devido à presença de compostos de baixo peso molecular como a sacarose, glicose, frutose e ácidos orgânicos. Além disso, fatores como alta higroscopicidade, baixo ponto de fusão e alta solubilidade, ocasionam problemas operacionais e menor rendimento no processo de secagem por atomização (JANISZEWSKA-TURAK et al., 2017). Em alimentos contendo açúcares, a propriedade de aderência do pó é fortemente dependente da temperatura das partículas e do teor de umidade. Em determinadas condições, a partícula se comporta de uma forma coesa e adesiva, enquanto que em condições de temperatura e umidade menores, as partículas apresentam livre fluidez. (KRISHNAIAH; NITHYANANDAM; SARBATLY, 2014).

Na maioria das vezes para que o processo de secagem por atomização de extratos de frutas seja viável economicamente e tecnicamente é necessário adicionar alguns aditivos de grau alimentício antes de serem desidratados. Estes aditivos ou também chamados de agentes encapsulantes e/ou carreadores são constituídos de alto peso molecular e auxiliam no aumento da Tg dos materiais que passam pelo processo de secagem, auxiliando na redução de problemas operacionais e aumentando a qualidade do produto final (JANISZEWSKA-TURAK et al., 2017).

### **2.3 Agentes encapsulantes**

Diversos biopolímeros podem ser utilizados para aprisionar, encapsular ou revestir extratos de frutas. Os biopolímeros podem ser definidos como qualquer polímero que seja produzido por um ser vivo, ou obtido a partir de fontes renováveis. Essa classe é representada por diversos materiais como polissacarídeos, proteínas e lipídios (SHISHIR; CHEN, 2017).

As propriedades químicas e físicas do material encapsulante são fatores chave para o sucesso do processo de encapsulação, pois uma escolha inadequada pode acarretar em degradação mais rápida do material encapsulado (FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014). Os fatores a

serem levados em consideração para a escolha ideal são: propriedades físicas e químicas do núcleo (ativo) e do material encapsulante, como porosidade, solubilidade, viscosidade, propriedades mecânicas, transição vítrea, capacidade de formação de filme, compatibilidade do núcleo com o encapsulante, mecanismo de controle e fatores econômicos (PRATA et al., 2013).

Além de aumentar a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e reduzir a higroscopicidade do pó, os agentes encapsulantes devem promover proteção contra luz, temperatura, umidade e oxigênio, promoção de uma fácil manipulação do núcleo através da diminuição da higroscopicidade, de modo a manter o escoamento constante, facilidade de manuseio e estocagem do ingrediente e retenção de compostos voláteis de sabor e aroma.

### **2.3.1 Maltodextrina**

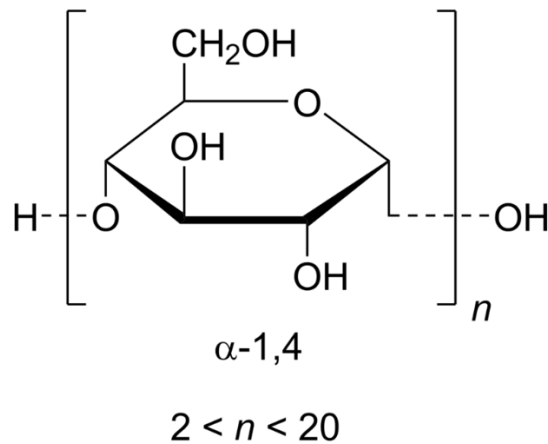
Maltodextrinas são amplamente aplicadas em diversos setores industriais. É um polissacarídeo obtido por hidrólise enzimática ou ácida do amido de diferentes fontes botânicas, com subsequente secagem para obtenção da maltodextrina na forma em pó.

A maltodextrina consiste de unidades de D-glicose unidas principalmente por ligações glicosídicas  $\alpha$  (1 $\rightarrow$ 4) (Figura 6) e são classificadas pelo grau de dextrose equivalente (DE). O grau de hidrólise do amido é representado pelo valor de sua DE, definido pela quantidade de açúcares redutores expressos em percentual de glicose, em base seca. Por exemplo, amido não hidrolisado tem valor de DE = 0 e a glicose apresenta valor de DE = 100. Portanto para serem chamadas de maltodextrinas, o valor de DE deve estar em 3 a 20 (TONON; BRABET; HUBINGER, 2010).

Maltodextrinas de diferentes DE apresentam diferentes propriedades físico-químicas, alterando a estabilidade dos alimentos em pó. A medida que aumenta o grau de hidrólise, a média do peso molecular diminui e a DE aumenta. A DE implica no poder de doçura, estabilidade e funcionalidade das maltodextrinas, como por exemplo, maior DE resulta em maior doçura, higroscopicidade, solubilidade em água, fluidez e digestibilidade (CAMPELO et al., 2017a; SILVA et al., 2015a).

São amplamente utilizadas nas indústrias alimentícias como agentes encapsulantes, principalmente devido ao baixo custo (SINGH; DIXIT, 2014), sabor neutro e baixa viscosidade em altas concentrações de sólidos em solução (FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014). Favorecem a redução da permeabilidade da parede das micropartículas, melhorando a retenção dos compostos bioativos (TOLUN; ALTINTAS; ARTIK, 2016), além da baixa higroscopicidade, confirmando sua eficiência como agente encapsulante (TONON; BRABET; HUBINGER, 2008).

Figura 6- Estrutura química da maltodextrina.



Fonte: Carareto et al. (2010).

A maltodextrina tem sido um dos agentes encapsulantes mais comuns usados na secagem por atomização de frutas (GAWAŁEK et al., 2017; MIRAVET et al., 2016; OSORIO; FORERO; CARRIAZO, 2011).

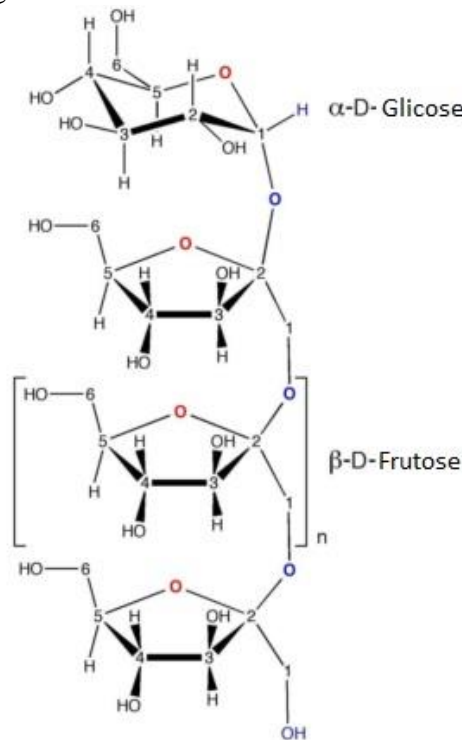
### 2.3.2 Inulina

A inulina e os frutooligossacarídeos são, na verdade, importantes ingredientes naturais utilizados por indústrias alimentícias e farmacêuticas, devido suas propriedades tecnológicas e funcionais.

A inulina é pertencente ao grupo dos frutanos, que ocorrem naturalmente como carboidratos de reserva de alguns vegetais, como a chicória industrial (*Chicorium intybus* L., var. *sativum*), fonte mais abundante de inulina (SLAVIN, 2013).

É um biopolímero composto de unidades de frutose unidas por ligações glicosídicas  $\beta$  (2 $\rightarrow$ 1), constituindo cadeias de diferentes tamanhos (n) cada uma delas com uma unidade terminal de D-frutose ou D-glucose (Figura 7). O grau de polimerização (GP) da inulina varia entre 2 a 60 unidades. Essa variação do GP é que condiciona a sua funcionalidade, por exemplo, inulinas com GP < 10 apresentam características adoçantes, já inulinas com GP > 10 são utilizadas para melhorar a textura dos alimentos em substituição de gorduras (BEIRÃO-DA-COSTA et al., 2013a).

Figura 7- Estrutura molecular da inulina.



Fonte: Barclay et al. (2010).

Estes compostos são considerados fibras prebióticas, o que significa que eles não são digeríveis pelo organismo humano, sendo apenas degradados por certas bactérias do cólon (probióticos) como as bifidobactérias. Esta estimulação seletiva dessas bactérias intestinais fornece vários benefícios para a saúde do hospedeiro (SLAVIN, 2013). Além disso, atribui-se à inulina importantes efeitos biológicos, como anticâncer e propriedades imunomoduladoras (SAAD et al., 2013).

As características da inulina como estabilizante, fonte de fibras e ausência de sabor, tem aumentado o interesse das indústrias alimentícias e farmacêuticas para aplicação como agente encapsulante (CAMPELO et al., 2017b).

### **2.3.3 Oligofrutose**

A oligofrutose é um ingrediente natural resultante da hidrólise enzimática da inulina, muito utilizada pela indústria alimentícia devido seu poder adoçante e por ser mais solúvel que o açúcar. É também utilizada como aditivo em produtos de panificação conferindo maciez, consistência em produtos lácteos, crocância em biscoitos com baixo teor de gordura, além de substituir o açúcar, atuando como ligante na produção de barras de cereais (BEIRÃO-DA-COSTA et al., 2013a).

É uma mistura de oligossacarídeos que são compostos por unidade de frutose ligadas entre si por ligações glicosídicas  $\beta$  (2 $\rightarrow$ 1). Os graus de polimerização da oligofrutose são menores comparado aos da inulina, varia entre 2 a 8 unidades, influenciando em características como solubilidade, viscosidade, higroscopicidade, temperatura de transição vítrea, entre outros (BEIRÃO-DA-COSTA et al., 2013a).

Alguns autores relataram a capacidade da inulina para a encapsulação de compostos bioativos de frutos de cactus pear (SAÉNZ et al., 2009), suco de pitanga (ORTIZ-BASURTO et al., 2017) e mirtilo (ARAUJO-DÍAZ et al., 2017). Porém existem poucos estudos acerca da utilização de inulina e oligofrutose como agentes encapsulantes, tornando interessante incluí-los nos estudos dessa tecnologia. Além disso, esses prebióticos apresentam comprovada resistência ao sistema digestivo, garantindo maior biodisponibilidade desses compostos no organismo humano (BEIRÃO-DA-COSTA et al., 2013a; FREDES et al., 2018).

## **2.4 Estabilidade de produtos desidratados**

A vida útil de um alimento é controlada por fatores intrínsecos e extrínsecos. Os fatores intrínsecos incluem pH, atividade de água, enzimas e presença de compostos com potencial de oxirredução. Já os fatores extrínsecos incluem temperatura, umidade relativa, luz, pressão total e parcial de diferentes gases, manuseio durante a produção, sistema de distribuição, estocagem e tempo de armazenamento. Esses fatores podem acelerar a velocidade das reações de deterioração que ocorrem durante a vida útil do alimento (SADEGHI et al., 2015)

A qualidade de alimentos desidratados por exemplo, não depende somente da qualidade inicial do material, mas também das variações ocorridas durante o processamento e o armazenamento. As variações indesejáveis que podem ocorrer incluem o desenvolvimento de sabores estranhos, escurecimento não enzimático, degradação de pigmentos e perdas de nutrientes, aglomeração, entre outros que podem ser minimizadas por uma exposição limitada às condições que propiciem estas reações, que diferem dependendo do produto específico envolvido (JIANG et al., 2013). Com isso, o conhecimento das propriedades dos alimentos é essencial para otimizar processos, funcionalidades e para reduzir custos. A estabilidade e estocagem dos produtos em pó obtidos por secagem atomização são influenciadas por diversos fatores como umidade, atividade de água, microestrutura, agente encapsulante, temperatura, oxigênio, entre outros. Sendo assim, diversas ferramentas são utilizadas para prever e otimizar as condições de processamento e armazenamento dos alimentos, como por exemplo, as isotermas de sorção, cinética de degradação e tempo de meia-vida, parâmetros de coloração, entre outros.

### **2.4.1 Isotermas de adsorção de água**

Os alimentos são constituídos majoritariamente por água, desse modo, ela exerce influência considerável na palatabilidade, digestibilidade, estrutura e manuseio do material. Praticamente todos os processos deteriorativos que ocorrem nos alimentos são influenciados pela concentração e mobilidade da água em seu interior (PELEG; NORMAND; CORRADINI, 2017).



A água pode ser encontrada em duas formas dentro do alimento: água fracamente ligada ao substrato, facilmente eliminada, que funciona como solvente, permitindo o crescimento de microrganismos e reações químicas, e água combinada, fortemente ligada ao substrato, mais difícil de ser eliminada, e que não é utilizada como solvente, não permitindo o desenvolvimento microbiano e retardando as reações químicas (OUERTANI et al., 2014).

A atividade de água (aa) é uma das propriedades mais importantes para o processamento, conservação e armazenamento de alimentos, pois ela informa o grau de ligação da água contida no produto e, conseqüentemente, sua disponibilidade para agir como solvente e participar das transformações químicas, bioquímicas e microbiológicas (ANDRADE; LEMUS; PEREZ, 2011).

Desde então determinar a aa tornou-se mais importante para a avaliação da qualidade e da estabilidade dos alimentos do que a quantidade de água presente no mesmo. A escolha da aa, ao invés do teor de umidade, como um parâmetro de referência para muitos estudos sobre processamento e armazenamento, é baseada em fatores como:

- A aa é um fator determinante para o crescimento de microrganismos;
- A aa está relacionada com a maioria das reações de degradação de natureza química, enzimática e física dos alimentos;
- A migração da água nos alimentos obedece a aa e não o conteúdo de umidade;
- A “monocamada” derivada da isoterma de sorção do vapor da água fornece um indício do teor de umidade ótimo para alimentos secos;
- A aa é mais fácil de ser medida do que o teor de umidade, além de ser uma medida não destrutiva.

Quando um material biológico é exposto a uma determinada umidade relativa, o mesmo reage no sentido de ajustar sua própria umidade a uma condição de equilíbrio com o ambiente. Este ajuste ocorre quando a pressão de vapor de água na superfície do material se iguala à pressão de vapor de água do ar que o envolve. O nível de umidade que o produto alcança, quando deixado em contato com uma determinada condição atmosférica por um longo período de tempo, é definido

como umidade de equilíbrio (ANDRADE; LEMUS; PEREZ, 2011). No equilíbrio, a  $a_a$  está relacionada com a umidade relativa (UR) do ambiente, através da Equação 1, que relaciona a pressão de vapor de água em equilíbrio no alimento (P) com a pressão de vapor da água pura ( $P_0$ ), à temperatura constante:

$$a_a = \frac{P}{P_0} = \frac{UR}{100} \quad (1)$$

Logo, a umidade de equilíbrio de um material está relacionada com a armazenagem, manuseio e a secagem, sendo de grande importância para a indústria de alimentos. Por exemplo, se um alimento é seco a uma umidade inferior àquela que ele normalmente possui quando em equilíbrio com o ambiente, ele irá retornar ao valor da umidade de equilíbrio durante a armazenagem ou manuseio, a menos que sejam tomadas precauções especiais.

A tendência de um material em adsorver água do ambiente onde se encontra define a sua higroscopicidade, uma característica fundamental dos produtos alimentícios desidratados que pode influenciar os processos de manuseio, processamento, estocagem e consumo (SAAVEDRA-LEOS et al., 2014). O estudo da higroscopicidade dos alimentos em pó pode ser feito através das isotermas de sorção, que consistem em curvas que descrevem a relação entre o conteúdo de umidade e a atividade de água de um produto, à temperatura e pressão constantes (LOMAURO; BAKSHI; LABUZA, 1985).

As isotermas de sorção são consideradas ferramentas muito importantes para as indústrias alimentícias, uma vez que fornecem informações bastante úteis para operações relacionadas ao processamento de alimentos, tais como secagem, embalagem e armazenamento, sendo empregadas no cálculo do tempo de secagem, na seleção de embalagens, na modelagem das alterações na umidade do produto durante a estocagem e nos estudos de *shelf life*, muito importantes no caso de produtos em pó (LOMAURO; BAKSHI; LABUZA, 1985).

Uma isoterma de sorção pode ser obtida em duas direções: durante a hidratação do material (adsorção) ou durante a sua secagem (dessorção). Pode ser dividida em três regiões, dependendo do estado físico da água presente. A primeira região cobre uma faixa de atividade de água entre

zero e 0,35 e representa a adsorção de um filme de água monomolecular. A segunda região compreende uma faixa entre 0,35 a 0,60 de  $a_w$  e representa a adsorção das camadas adicionais de água acima da monocamada. A terceira região, acima de 0,60, representa a água condensada nos poros do material seguida pela dissolução de materiais solúveis presentes (LOMAURO; BAKSHI; LABUZA, 1985).

A adsorção de água nos alimentos desidratados é causada, principalmente, pela própria natureza química dos componentes orgânicos do produto, tais como a presença de açúcares, principalmente nos frutos, a existência de forças intermoleculares do tipo Van der Waals, da capacidade de grupos hidroxílicos – OH para formar ligações com moléculas de água e do tipo de processo usado na desidratação (SILVA et al., 2014b).

As isotermas de sorção normalmente são representadas por modelos matemáticos empíricos e teóricos. Os modelos de BET e GAB costumam ser os mais utilizados, uma vez que apresentam certo significado físico relacionado ao processo de sorção de água, quando comparados aos modelos empíricos. Ambos os modelos calculam o valor de  $X_0$ , que representa a quantidade de água que está fortemente adsorvida aos sítios específicos na superfície do alimento e é considerado como o valor ótimo para assegurar sua estabilidade (RASCÓN et al., 2015).

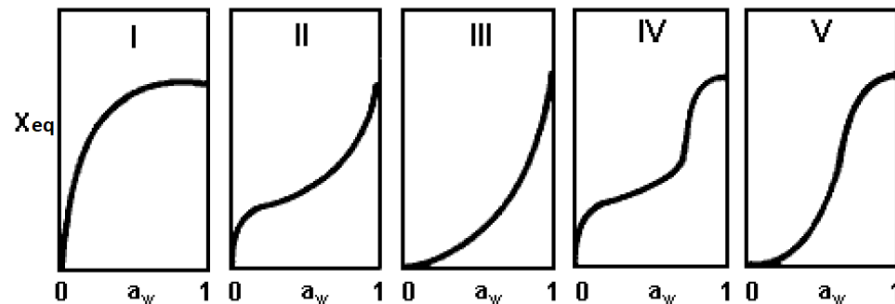
A equação de BET (BRUNAUER, EMMETT e TELLER, 1938) é uma das equações mais utilizadas em alimentos e baseia-se no conceito de adsorção de água na monocamada molecular. Já a equação de GAB (Guggenheim-Anderson-De Boer) constitui uma extensão do modelo de BET, tendo sido introduzida para padronizar a descrição e comparação do material biológico e tem um parâmetro a mais,  $K$ , que mede a diferença do potencial químico padrão entre as moléculas desta segunda fase e os do estado líquido puro, sendo assim capaz de aproximar bem a maioria das isotermas experimentais para atividade de água até cerca de 0,9. Assim, verificou-se como sendo adequado para a análise de mais de 50 % de frutos, carne e vegetais (ANDRADE; LEMUS; PEREZ, 2011). O modelo de GAB é apresentado na Equação 2.

$$X_{eq} = \frac{X_0 \cdot C \cdot K \cdot a_w}{(1 - K \cdot a_w) \cdot (1 - K \cdot a_w + C \cdot K \cdot a_w)} \quad (2)$$

Onde:  $a_w$  - atividade de água, adimensional;  $X_{eq}$  - umidade de equilíbrio, base seca (b.s.);  $X_0$  - conteúdo de umidade na monocamada molecular ( $\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ ); C e K - constantes de adsorção.

As isotermas podem ser classificadas de acordo com os formatos, que podem ser de cinco tipos, como apresentados na Figura 8. No caso de alimentos, as isotermas de maior ocorrência são as do tipo II e III (BRUNAUER, EMMETT e TELLER, 1938).

Figura 8- Tipos de isotermas de sorção.



Fonte: Brunauer, Emmett e Teller (1938).

Estudos sobre as isotermas de adsorção utilizando os modelos BET e GAB para sucos e extratos de frutas obtidos por meio da secagem por atomização, encapsulados com maltodextrinas, goma arábica e inulina, demonstraram um comportamento do tipo II e III (GOULA et al., 2008; SAAVEDRA-LEOS et al., 2014; TONON; BRABET; HUBINGER, 2008).

#### 2.4.2 Degradação dos compostos bioativos e cor

Quando um alimento é processado para um aumento de sua vida útil, dentre outras finalidades, em geral o processo resulta em algumas alterações no produto, tais como mudanças no sabor, cor, textura, inativação de microrganismos, enzimas. No entanto, para escolher um processo

com um objetivo específico, é necessário conhecer qual a taxa em que o atributo mais indesejado muda com o tempo. Geralmente, a taxa é dependente de vários fatores, como umidade, pH, oxigênio, temperatura, presença de catalisadores no meio e outros (SIPAHLI; MOHANLALL; MELLEM, 2017).

Para avaliar a estabilidade de alimentos cuja deterioração é provocada por reações químicas, é necessário conhecer a ordem da reação (n). Por exemplo, quando a mudança na concentração C de um composto de interesse é monitorada em um produto, a cinética de reação é expressa pela Equação 3:

$$\pm \frac{dC}{dt} = kC^n \quad (3)$$

Onde k é a constante de reação, t é o tempo e o sinal  $\pm$  refere-se ao aumento ou à diminuição do composto em questão.

No caso da perda de um atributo de qualidade, nas cinéticas de reação de ordem zero (n = 0), o composto de interesse diminui linearmente com o tempo. Esse tipo de cinética geralmente é observado em reações como degradação enzimática, escurecimento não-enzimático e oxidação lipídica. Já nas cinéticas de primeira ordem (n = 1), o atributo de qualidade decresce de maneira exponencial com o tempo. Esse tipo de cinética é observado em reações que envolvem a perda de vitaminas, pigmentos e nutrientes, bem como o crescimento microbiano (CORRADINI E PELEG, 2006).

Diversos trabalhos que envolvem o armazenamento ou o processamento de alimentos têm sugerido que a reação de degradação do ácido ascórbico, compostos fenólicos, antocianinas e atividade antioxidante seguem uma cinética de primeira ordem (FREDES et al., 2018; KUROZAWA et al., 2014; LEE; LABUZA, 1975; REMINI et al., 2015; SUHAG; NANDA, 2017; WEBER; BOCH; SCHIEBER, 2017). A cinética de primeira ordem é representada pela Equação 4:

$$\frac{dc}{dt} = -kC \quad (4)$$

Onde C é a concentração do composto avaliado no tempo “t” e k é a constante de velocidade da reação de primeira ordem.

Quando o processamento/armazenamento ocorre de forma isotérmica, as cinéticas de ordem zero, um e dois podem ser facilmente integradas, conforme a Equação 3, para se encontrar a constante de velocidade da reação (k). Para tanto, traça-se um gráfico de  $\ln\left(\frac{C}{C_0}\right)$  pelo tempo, onde a constante da reação é representada pela inclinação da reta (Equação 5).

$$\ln\left(\frac{C}{C_0}\right) = \pm kt \quad (5)$$

Ainda conforme determinado pelo modelo de cinética de primeira ordem, pode-se determinar um coeficiente muito utilizado na cinética de degradação de compostos, denominado tempo de meia-vida ( $t^{1/2}$ ). Define-se como  $t^{1/2}$  o tempo necessário para reduzir em 50% a concentração original do fator em estudo, ou seja, é uma estimativa da quantidade de tempo exigida para que metade do composto restante se desintegre. Sendo representado pela Equação 6:

$$t^{1/2} = \frac{\ln 2}{k} \quad (6)$$

Sob altas e baixas concentrações de oxigênio, os autores Lin e Angallico (1979), concluíram que o modelo de primeira ordem se ajusta adequadamente na degradação do ácido ascórbico.

A degradação do ácido ascórbico em função da atividade de água ( $a_w$ ) foi avaliada por Lee; Labuza. (1975). A faixa de  $a_w$  avaliada foi de 0,32 – 0,84 e a maior taxa de degradação foi observada quando esta foi 0,84. Segundo os autores, o mecanismo pelo qual a  $a_w$  controla a reação de degradação do ácido ascórbico é extremamente complexo. Este mecanismo pode possivelmente mudar dependendo da faixa de  $a_w$  estudada. Para valores elevados de  $a_w$ , o conteúdo de água do alimento pode diluir a concentração do ácido ascórbico, o que induziria uma baixa taxa de reação e degradação. No entanto, o aumento da atividade de água provoca uma redução da viscosidade da fase aquosa do produto, facilitando a difusão no meio. Esse efeito contribuiria para que a reação de oxidação ocorresse e conseqüentemente afetaria a degradação da vitamina.

Outros estudos envolvendo a variação da temperatura e umidade de armazenamento, demonstraram que o aumento de ambas ocasionam maior degradação do ácido ascórbico (BUVÉ et al., 2018; GABAS; TELIS-ROMERO; MENEGALLI, 2003; SPÍNOLA et al., 2013). A temperatura influencia bastante na velocidade das reações químicas. O aumento de temperatura aumenta não só a frequência das colisões entre as moléculas reagentes, mas também a energia com que ocorrem as colisões, aumentando a velocidade do processo químico (SILVA et al., 2014a).

Estudo sobre a cinética de degradação de compostos fenólicos em polpa de kiwi (KIM et al., 2018) e morango (ÖZŞEN; ERGE, 2013), demonstraram que a degradação desses compostos seguiram uma cinética de primeira ordem. Os autores observaram que o aumento da temperatura e umidade relativa de armazenamento causaram maior perda desses compostos.

Vários trabalhos são encontrados acerca da estabilidade das antocianinas durante a estocagem de frutas em pó, demonstrando que a degradação desse pigmento segue uma cinética de primeira ordem (FAZAELI et al., 2012; KUCK; NOREÑA, 2016; TONON; BRABET; HUBINGER, 2010).

### **2.4.3 Atributos de cor**

Entre os principais atributos sensoriais de qualidade de alimentos (aparência, sabor e textura), a aparência é um dos mais importantes, sendo a cor um critério muito utilizado para

estabelecer limites que sugerem parâmetros para avaliar a qualidade dos produtos (JIANG et al., 2013). A importância tecnológica da relação que existe entre a cor e outros fatores de qualidade ou entre aquele e a composição química ou o grau de desenvolvimento ou de alteração, reside na possibilidade de utilizar a cor como índice das transformações naturais dos alimentos frescos ou de mudanças ocorridas no processo industrial (FRACASSETTI et al., 2013b).

Os produtos vegetais apresentam quatro principais pigmentos: a clorofila, betalaínas, os carotenoides e as antocianinas, os quais são responsáveis pela caracterização da cor. A cor dos produtos obtidos pela secagem por atomização podem ser afetadas tanto pelas condições de secagem, como também dependem da escolha do agente encapsulante, das condições de armazenamento (temperatura, umidade relativa, luz, oxigênio), entre outros (SHISHIR; CHEN, 2017).

A cor consiste na percepção visual que resulta da detecção da luz após interação com um objeto e pode variar em três dimensões: tonalidade cromática (*hue*); luminosidade ou brilho (*value* ou *brightness*); e croma, saturação ou pureza (*chroma*, *saturation* ou *purity*) (MOSER et al., 2017).

A tonalidade cromática é um atributo no qual se identificam as cores (violeta, azul, amarelo, laranja, vermelho e púrpura). Essa percepção é resultado de diferenças na absorção da energia radiante em vários comprimentos de onda. Já a luminosidade é o atributo em que é descrita a relação entre a luz refletida ou absorvida e caracteriza a cor como mais clara ou mais escura (de preto a branco). O croma é o atributo que indica a pureza da cor, ou seja, o quanto esta difere do cinza (MOSER et al., 2017).

Medidas de cor implicam a mensuração de três parâmetros independentes  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ , onde  $L^*$  representa a luminosidade da superfície, e determina a posição do ponto sobre o eixo vertical que varia entre 0 (preto) a 100 (branco). O parâmetro  $a^*$  quantifica a cor vermelha ( $a^* > 0$ ) e verde ( $a^* < 0$ ) da amostra e  $b^*$  registra o amarelo ( $b^* > 0$ ) ou azul ( $b^* < 0$ ). Além desses três parâmetros, utiliza-se também o  $\Delta E^*$  para avaliar a diferença total de cor entre as coordenadas  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  (MOSER et al., 2017). Sendo expressa pela Equação 7:



$$\Delta E^* = \sqrt{[(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]} \quad (7)$$

No estudo da estabilidade acelerada à 60°C de extrato de beterraba em pó obtido por secagem por atomização utilizando maltodextrina, inulina e isolado proteico de soro de leite como agentes carreadores, e um tratamento controle sem adição de agente carreador, Carmo et al. (2018) observaram que temperaturas elevadas e o maior tempo de armazenamento elevaram os valores de  $\Delta E^*$  para todos os tratamentos, no entanto a maior variação de cor foi observada pelo extrato de beterraba sem adição de agente carreador. Esses resultados reforçam a importância da utilização desses aditivos de secagem na estabilidade da cor dos produtos em pó.

## 2.5 Estudos visando a aplicação do camu-camu

O elevado potencial nutricional dos frutos de camu-camu vem despertando o interesse de indústrias de diversos setores. Dessa forma, pesquisadores do mundo inteiro vem desenvolvendo estudos como forma de comprovar os benefícios dessa fruta e avaliar o seu potencial de aplicação.

De acordo com a lista de tendências alimentares publicada pela *Whole Foods* juntamente com a “*The Specialty Food Association*”, os “superalimentos” em pó representam uma tendência global crescente. Esses produtos são caracterizados por serem ricos em nutrientes (como antioxidantes, vitaminas, fibras, minerais, etc), que ajudam na prevenção de doenças crônicas, câncer, mal de Alzheimer, entre outras. São oriundos de fontes naturais como as frutas e vegetais. O crescente interesse por esses alimentos vêm desafiando as indústrias alimentícias na busca de ingredientes para elaboração de seus produtos.

Um recente estudo, mostrou que os resíduos obtidos do revestimento das sementes de camu-camu possuem elevada quantidade de compostos bioativos, inclusive, foi encontrado pela primeira vez o polifenol t-resveratrol. Além da alta quantidade de compostos bioativos, os extratos obtidos dos resíduos das sementes de camu-camu apresentaram elevada capacidade antioxidante, inibição da oxidação lipídica e atividade anti-hipertensiva in vitro (FIDELIS et al., 2018).

A polpa de camu-camu congelada foi utilizada em estudos feitos por Gonçalves al. (2014a) para atenuar a hiperlipidemia e peroxidação lipídica de ratos diabéticos Tipo 1. Os autores avaliaram os efeitos *in vivo* de ingestão crônica de extratos de matérias derivadas da polpa congelada de camu-camu no perfil lipídico e estresse oxidativo. Verificou-se que a administração oral de extratos aumentou significativamente a atividade antioxidante do plasma, reduzido triacilglicerol e o colesterol total, e peroxidação lipídica. No entanto, nenhum efeito foi observado no metabolismo da glicose dos ratos diabéticos, provavelmente devido à gravidade desse modelo.

Em estudo realizado por Azevêdo et al. (2014), foram investigadas as características físico-químicas, conteúdo bioativo (fenólicos, antocianinas e carotenoides), potencial antimicrobiano e atividades antidiabéticas com os resíduos da despulpa do camu-camu fresco ou seco (ar quente seco e liofilizado). O resíduo do camu-camu seco apresentou potencial como composto bioativo devido a identificação de importantes flavonoides, elevada quantidade de ácido elágico, de ácido siringico, alfa-amilase e alfa-glucosidase, que apresentam atividades inibidoras.

Fujita et al. (2013) estudaram a influência da secagem por liofilização nos compostos bioativos, antioxidantes e antimicrobianos da polpa fresca de camu-camu. Para a secagem da polpa de camu-camu, os autores utilizaram temperaturas selecionadas com diferentes concentrações de maltodextrina, sendo os pós comparados em relação à cor, capacidade antioxidante, fenólicos totais, ácido ascórbico e teor de antocianidinas. Apesar dos prejuízos causados pela secagem, verificou-se que os pós da polpa de camu-camu representam excelentes fontes de compostos bioativos com grande potencial para uso como ingredientes.

Entre os estudos visando as propriedades antioxidantes e anti-inflamatórias, Inoue et al. (2008) verificaram que a ingestão diária de suco de camu-camu em seres humanos, diagnosticados com aerado estresse oxidativo. Após 7 dias, os marcadores de estresse oxidativo, tais como os níveis de urina de 8-hidroxi-desoxiguanosina, e o total de espécies reativas de oxigênio e marcadores inflamatórios, tais como os níveis séricos de alta sensibilidade da proteína C, interleucina (IL-6 e IL-8), diminuíram significativamente, porém não houve qualquer alteração no

grupo de vitamina C. Os resultados sugerem que o suco de camu-camu tem propriedades antioxidantes e anti-inflamatórias poderosas.

Poucos são os estudos envolvendo a técnica de secagem por atomização de camu-camu. Fujita et al. (2017) avaliaram o efeito da temperatura do ar de entrada e concentração de maltodextrina e goma arábica no processo de secagem por atomização da polpa de camu-camu. Entre os principais resultados, a menor degradação de ácido ascórbico, compostos fenólicos e proantocianidinas foi obtida para o tratamento com goma arábica. A temperatura do ar de entrada não influenciou no teor de bioativos e capacidade antioxidante dos pós. No geral, embora as perdas causadas pela secagem por atomização fossem evidentes, os pós de camu-camu preservaram altos níveis de compostos bioativos.

Silva et al. (2013) estudaram a influência dos agentes carreadores (maltodextrina e goma arábica) sobre o conteúdo de vitamina C e compostos fenólicos totais do camu-camu. Os autores concluíram que ambos materiais preservaram satisfatoriamente os compostos bioativos do camu-camu, e que a secagem por atomização não influenciou na perda de vitamina C e fenólicos, reforçando a eficiência da utilização dessa técnica na preservação dos bioativos da fruta.

Dib Taxi et al. (2003) objetivaram desenvolver um processo para a microencapsulação de suco de camu-camu otimizando as condições operacionais de modo a constituir um método viável para a industrialização. Foram utilizados maltodextrina e goma arábica como encapsulantes e variação de concentração de 15 – 35% e temperaturas de secagem variando de 100 – 160°C. Concluíram que as condições ótimas para produção de suco e retenção de vitamina C foram estabelecidas com 15% de material encapsulante e temperatura de secagem de 150°C.

Contudo, por apresentar poucos estudos sobre a secagem por atomização dos frutos de camu-camu, faz-se necessário estudar novos materiais encapsulantes para a obtenção de um produto em pó com elevado conteúdo de compostos bioativos, que possa ser utilizado por indústrias alimentícias, farmacêuticas e cosméticas.

### **3 CONSIDERAÇÕES GERAIS**

A secagem por atomização do extrato de camu-camu apresenta potencial para produção de um extrato em pó rico em compostos bioativos e propriedades antioxidantes. Tornando-se uma fonte alternativa de ingredientes funcionais para uso comercial, podendo ser utilizado na fabricação farmacêutica ou no processamento de alimentos. No entanto, é necessário a adição de agentes encapsulantes ao extrato, antes do processo, como forma de garantir maior rendimento e boas características ao produto final. Com isso, torna-se interessante avaliar qual melhor agente encapsulante a ser aplicado no processo, visando obter um produto em pó com características adequadas para aplicação, principalmente na área alimentícia. Além disso, a busca e avaliação de biopolímeros não convencionais a serem utilizados como agentes encapsulantes em frutos da região Amazônica é de grande interesse no ramo alimentício.

## REFERÊNCIAS

- ANDRADE, R. D.; LEMUS, R. M.; PEREZ, C. E. Models of sorption isotherms for food : Uses and Limitations. **Vitae, Revista De La Facultad De Química Farmaceutica**, v. 18, n. 3, p. 325–334, 2011.
- ANHÊ, F. F. et al. Treatment with camu camu (*Myrciaria dubia*) prevents obesity by altering the gut microbiota and increasing energy expenditure in diet-induced obese mice. **Gut microbiota**, p. 1–12, 2018.
- ARAUJO-DÍAZ, S. B. et al. Evaluation of the physical properties and conservation of the antioxidants content, employing inulin and maltodextrin in the spray drying of blueberry juice. **Carbohydrate Polymers**, v. 167, p. 317–325, 2017.
- AZEVEDO, J. et al. Dried camu-camu (*Myrciaria dubia* H.B.K.McVaugh) industrial residue: A bioactive-rich Amazonian powder with functional attributes. **Food Research International**, v. 62, p. 934-940, 2014.
- AZEVEDO, J. C. S. et al. Neuroprotective effects of dried camu-camu (*Myrciaria dubia* HBK McVaugh) residue in *C. elegans*. **Food Research International**, v. 73, p. 135–141, 2015.
- BALLESTEROS, L. F. et al. Encapsulation of antioxidant phenolic compounds extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. **Food Chemistry**, v. 237, p. 623–631, 2017.
- BARCLAY, T. et al. Inulin: A versatile polysaccharide with multiple pharmaceutical and food chemical uses. **Journal of Excipients and Food Chemicals**, v. 1, p. 27–50, 2010.
- BATAGLION, G. A. et al. Determination of the phenolic composition from Brazilian tropical fruits by UHPLC-MS/MS. **Food Chemistry**, v. 180, p. 280–287, 2015.
- BAZARIA, B.; KUMAR, P. Comparative analysis of bio-polymers addition on structural and physical properties of spray dried beetroot juice concentrate. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 41, n. 6, p. 1–8, 2017.
- BEIRÃO-DA-COSTA, S. et al. Inulin potential for encapsulation and controlled delivery of *Oregano* essential oil. **Food hydrocolloids**, v. 33, n. 2, p. 199–206, 2013.
- BUVÉ, C. et al. Kinetics of colour changes in pasteurised strawberry juice during storage. **Journal of Food Engineering**, v. 216, p. 42–51, 2018.
- BRUNAUER, S., EMMETT, P. H., & TELLER, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. **Journal of the American Chemical Society**, v.60, 309, 1938.

- CAMERE-COLAROSSO, R. et al. Antibacterial activity of *Myrciaria dubia* (Camu camu) against *Streptococcus mutans* and *Streptococcus sanguinis*. **Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine**, v. 6, n. 9, p. 740–744, 2016.
- CAMPELO, P. H. et al. Effect of dextrose equivalent on physical and chemical properties of lime essential oil microparticles. **Industrial Crops and Products**, v. 102, p. 105–114, 2017a.
- CAMPELO, P. H. et al. Use of prebiotic carbohydrate as wall material on lime essential oil microparticles. **Journal of Microencapsulation**, v. 34, n. 6, p. 535–544, 2017b.
- CARARETO, N. D. D. et al. Water activity of aqueous solutions of ethylene oxide-propylene oxide block copolymers and maltodextrins. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 27, p. 173–181, 2010.
- CASTAÑEDA-OVANDO, A. et al. Chemical studies of anthocyanins: A review. **Food Chemistry**, v. 113, n. 4, p. 859–871, 2009.
- CHAGAS, E. A. et al. Intraspecific variability of camu-camu fruit in native populations of northern Amazonia. **Crop Breeding and Applied Biotechnology**, v. 15, n. 4, p. 265–271, 2015.
- CHIRINOS, R. et al. Antioxidant compounds and antioxidant capacity of Peruvian camu camu (*Myrciaria dubia* (H.B.K.) McVaugh) fruit at different maturity stages. **Food Chemistry**, v. 120, n. 4, p. 1019–1024, 2010.
- DIB TAXI, C. M. A. et al. Study of the microencapsulation of camu-camu (*Myrciaria dubia*) juice. **Journal of Microencapsulation**, v. 20, n. 4, p. 443–448, 2003.
- EZHILARASI, P. N. et al. Freeze drying technique for microencapsulation of *Garcinia* fruit extract and its effect on bread quality. **Journal of Food Engineering**, v. 117, p. 513–520, 2013.
- FAZAELI, M. et al. Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. **Food and Bioprocess Processing**, v. 90, n. 4, p. 667–675, 2012.
- FERNANDES, R. V. D. B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, p. 524–532, 2014.
- FIDELIS, M. et al. In vitro antioxidant and antihypertensive compounds from camu-camu (*Myrciaria dubia* McVaugh, Myrtaceae) seed coat: A multivariate structure-activity study. **Food and Chemical Toxicology**, v. 120, p. 479–490, 2018.

- FONGIN, S. et al. Effects of water and maltodextrin on the glass transition temperature of freeze-dried mango pulp and an empirical model to predict plasticizing effect of water on dried fruits. **Journal of Food Engineering**, v. 210, p. 91–97, 2017.
- FRACASSETTI, D. et al. Ellagic acid derivatives, ellagitannins, proanthocyanidins and other phenolics, vitamin C and antioxidant capacity of two powder products from camu-camu fruit (*Myrciaria dubia*). **Food Chemistry**, v. 139, n. 1–4, p. 578–588, 2013a.
- FRACASSETTI, D. et al. Effect of time and storage temperature on anthocyanin decay and antioxidant activity in wild blueberry (*Vaccinium angustifolium*) powder. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 61, n. 12, p. 2999–3005, 2013b.
- FRANCO, M. R. B.; SHIBAMOTO, T. Volatile composition of some Brazilian fruits: Umbu- caja (*Spondias*). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 48, n.4, p. 1263–1265, 2000.
- FREDES, C. et al. Stability and bioaccessibility of anthocyanins from maqui (*Aristotelia chilensis* [Mol.] Stuntz) juice microparticles. **LWT - Food Science and Technology**, v. 91, p. 549–556, 2018.
- FUJITA, A. et al. Impact of spouted bed drying on bioactive compounds, antimicrobial and antioxidant activities of commercial frozen pulp of camu-camu (*Myrciaria dubia* Mc. Vaugh). **Food Research International**, v. 54, n. 1, p. 495–500, 2013.
- FUJITA, A. et al. Evaluation of phenolic-linked bioactives of camu-camu (*Myrciaria dubia* Mc. Vaugh) for antihyperglycemia, antihypertension, antimicrobial properties and cellular rejuvenation. **Food Research International**, v. 77, p. 194–203, 2015.
- FUJITA, A. et al. Effects of spray-drying parameters on in vitro functional properties of Camu-Camu (*Myrciaria dubia* Mc. Vaugh): A typical Amazonian fruit. **Journal of Food Science**, v. 82, n. 5, p. 1083–1091, 2017.
- GABAS, A. L.; TELIS-ROMERO, J.; MENEGALLI, F. C. Cinética de degradação do ácido ascórbico em ameixas liofilizadas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 23, p. 66–70, 2003.
- GAWAŁEK, J. et al. Effects of the spray drying conditions of chokeberry (*Aronia melanocarpa* L.) juice concentrate on the physicochemical properties of powders. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 52, n. 9, p. 1933–1941, 2017.
- GONÇALVES, A. E. DE S. S. et al. Frozen pulp extracts of camu-camu (*Myrciaria dubia* McVaugh) attenuate the hyperlipidemia and lipid peroxidation of Type 1 diabetic rats. **Food Research International**, v. 64, p. 1–8, 2014.

- GOULA, A. M. et al. Water sorption isotherms and glass transition temperature of spray dried tomato pulp. **Journal of Food Engineering**, v. 85, n. 1, p. 73–83, 2008.
- GRIGIO, M. L. et al. Post-harvest conservation of camu-camu fruits (*Myrciaria dubia* (Kunth) Mc Vaugh) using different temperatures and packages. **Food Science and Technology (Campinas)**, v. 35, n. 4, p. 652–658, 2015.
- GRIGIO, M. L. et al. Determination of harvest time and quality of native camu-camu fruits (*Myrciaria dubia* (Kunth) Mc Vaugh) during storage. **Fruits**, v. 71, n. 6, p. 373–378, 2016.
- GRIGIO, M. L. et al. Qualitative evaluation and biocompounds present in different parts of camu-camu (*Myrciaria dubia*) fruit. **African Journal of Food Science**, v. 11, n. 5, p. 124–129, 2017.
- INOUE, T. et al. Tropical fruit camu-camu (*Myrciaria dubia*) has anti-oxidative and anti-inflammatory properties. **Journal of Cardiology**, v. 52, p. 127–132, 2008.
- JANISZEWSKA-TURAK, E. et al. The influence of carrier material on some physical and structural properties of carrot juice microcapsules. **Food Chemistry**, v. 236, p. 134–141, 2017.
- JIANG, H. et al. **Handbook of Food Powders**. [s.l.] Elsevier, 2013.
- JYOTHI, N. V. N. et al. Microencapsulation techniques, factors influencing encapsulation efficiency. **Journal of microencapsulation**, v. 27, n. 3, p. 187–197, 2010.
- KARAM, M. et al. Effects of drying and grinding in production of fruit and vegetable powders : A review. **Journal of Food Engineering**, v. 188, p. 32–49, 2016.
- KIM, A. N. et al. Degradation kinetics of phenolic content and antioxidant activity of hardy kiwifruit (*Actinidia arguta*) puree at different storage temperatures. **LWT - Food Science and Technology**, v. 89, p. 535–541, 2018.
- KRISHNAIAH, D.; NITHYANANDAM, R.; SARBATLY, R. A critical review on the spray drying of fruit extract: effect of additives on physicochemical properties. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 54, n. 4, p. 449–473, 2014.
- KUCK, L. S.; NOREÑA, C. P. Z. Microencapsulation of grape (*Vitis labrusca* var. Bordo) skin phenolic extract using gum Arabic, polydextrose, and partially hydrolyzed guar gum as encapsulating agents. **Food Chemistry**, v. 194, p. 569–576, 2016.
- KUROZAWA, L. E. et al. Ascorbic acid degradation of papaya during drying: Effect of process conditions and glass transition phenomenon. **Journal of Food Engineering**, v. 123, p. 157–164, 2014.



- LEE, S. H.; LABUZA, T. P. Destruction of ascorbic acid as a function of water activity. **Journal of Food Science**, v. 40, n. 2, p. 370–373, 1975.
- LOMAURO, C. J.; BAKSHI, A. S.; LABUZA, T. P. Evaluation of food moisture sorption isotherm equations: Part I: Fruit, vegetable and meat products. **Lebensmittel Wissenschaft and Technologie**, v. 18, p. 111- 117, 1985.
- LOPES, T. J. et al. Anthocyanins: a brief review of structural characteristics and stability. **Revista Brasileira Agrociência**, v. 13, n. 3, p. 291–297, 2007.
- MAEDA, R. N. et al. Determinação da formulação e caracterização do néctar de camu-camu ( *Myrciaria dubia* McVaugh ). **Journal Food Science and Technology**, v. 26, p. 70–74, 2006.
- MAZZA, G.; MINIATI, E. Anthocyanins in fruits, vegetables and grains. **Food Research International**, v. 26, p. 471-472, 1993.
- MIRAVET, G. et al. Spray-drying of pomegranate juice with prebiotic dietary fibre. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 3, p. 633–640, 2016.
- MOSER, P. et al. Storage stability of phenolic compounds in powdered BRS Violeta grape juice microencapsulated with protein and maltodextrin blends. **Food Chemistry**, v. 214, p. 308–318, 2017.
- NASCIMENTO, O. V. et al. Effects of diet supplementation with Camu-camu (*Myrciaria dubia* HBK McVaugh) fruit in a rat model of diet-induced obesity. **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, v. 85, n. 1, p. 355–363, 2013.
- NAYAK, B.; LIU, R. H.; TANG, J. Effect of Processing on Phenolic Antioxidants of Fruits, Vegetables, and Grains—A Review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 55, n. 7, p. 887–919, 2015.
- NESTERENKO, A. et al. Vegetable proteins in microencapsulation: A review of recent interventions and their effectiveness. **Industrial Crops and Products**, v. 42, p. 469–479, 2013.
- NEVES, L. C. et al. Bioactive compounds and antioxidant activity in pre-harvest camu-camu [*Myrciaria dubia* (H.B.K.) Mc Vaugh] fruits. **Scientia Horticulturae**, v. 186, p. 223–229, 2015.
- NEVES, L. C. et al. Postharvest behavior of camu-camu fruits based on harvesting time and nutraceutical properties. **Scientia Horticulturae**, v. 217, p. 276–284, 2017.
- 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.

- ORTIZ-BASURTO, R. I. et al. Microencapsulation of *Eugenia uniflora* L. juice by spray drying using fructans with different degrees of polymerisation. **Carbohydrate Polymers**, v. 175, p. 603–609, 2017.
- OSORIO, C.; FORERO, D. P.; CARRIAZO, J. G. Characterisation and performance assessment of guava (*Psidium guajava* L.) microencapsulates obtained by spray-drying. **Food Research International**, v. 44, n. 5, p. 1174–1181, 2011.
- OUERTANI, S. et al. Moisture sorption isotherms and thermodynamic properties of Jack pine and palm wood: Comparative study. **Industrial Crops and Products**, v. 56, p. 200–210, 2014.
- ÖZŞEN, D.; ERGE, H. S. Degradation Kinetics of Bioactive Compounds and Change in the Antioxidant Activity of Wild Strawberry (*Fragaria vesca*) Pulp During Heating. **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, n. 9, p. 2261–2267, 2013.
- PELEG, M.; NORMAND, M. D.; CORRADINI, M. G. A New Look at Kinetics in Relation to Food Storage. **Annual Review of Food Science and Technology**, v. 8, n. 1, p. 135–153, 2017.
- PINO, J. A.; QUIJANO, C. E. Volatile constituents of camu-camu (*Myrciaria dubia* (HBK) McVaugh) leaves. **Journal of Essential Oil Research**, v. 20, n. 3, p. 205–207, 2008.
- POSHADRI, A.; KUNA, A. Microencapsulation technology: A review. **The Journal of Research ANGRAU**, v. 38, n. 1, p. 86–102, 2010.
- PRATA, A. S. et al. Wall Material Selection for Encapsulation by Spray Drying. **Journal of Colloid Science and Biotechnology**, v. 2, n. 2, p. 1–7, 2013.
- QIU, J. et al. Formation and degradation kinetics of organic acids during heating and drying of concentrated tomato juice. **LWT - Food Science and Technology**, v. 87, p. 112–121, 2018.
- RAHMAN, M. S. et al. Stability of vitamin C in fresh and freeze-dried capsicum stored at different temperatures. **Journal of Food Science and Technology**, v. 52, n. 3, p. 1691–1697, 2015.
- RAMARATHNAM, N. et al. The contribution of plant food antioxidants to human health. **Trends in Food Science and Technology**, v. 6, n. 3, p. 75–82, 1995.
- RASCÓN, M. P. et al. Tg and aw as criteria for the oxidative stability of spray-dried encapsulated paprika oleoresin. **European Food Research and Technology**, v. 241, n. 2, p. 217–225, 2015.
- REMINI, H. et al. Degradation kinetic modelling of ascorbic acid and colour intensity in pasteurised blood orange juice during storage. **Food Chemistry**, v. 173, p. 665–673, 2015.

REZENDE, Y. R. R. S.; NOGUEIRA, J. P.; NARAIN, N. Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (*Malpighia emarginata* DC) pulp and residue by spray and freeze drying: Chemical, morphological and chemometric characterization. **Food Chemistry**, v. 254, n. November 2017, p. 281–291, 2018.

RIBEIRO, P. F. DE A. et al. Teor de vitamina C,  $\beta$ -caroteno e minerais em camu-camu cultivado em diferentes ambientes. **Tecnologia de Alimentos**, v. 46, n. 3, p. 567–572, 2016.

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.

SAAD, N. et al. An overview of the last advances in probiotic and prebiotic field. **LWT - Food Science and Technology**, v. 50, n. 1, p. 1–16, 2013.

SAAVEDRA-LEOS, M. Z. et al. Physical properties of inulin and inulin-orange juice: Physical characterization and technological application. **Carbohydrate Polymers**, v. 105, n. 1, p. 10–19, 2014.

SADEGHI, M. et al. Moisture Sorption Isotherm and Glass Transition Temperature of Date Powder in Terms of Various Model Systems. **Journal of Food Process Engineering**, v. 30, n.1, p. 61-68, 2015.

SAÉNZ, C. et al. Microencapsulation by spray drying of bioactive compounds from cactus pear (*Opuntia ficus-indica*). **Food Chemistry**, v. 114, n. 2, p. 616–622, 2009.

SALOMÃO-OLIVEIRA, A. et al. Ascorbic acid from lyophilized camu-camu fruit : stability and quality control of hard capsules. **Journal of Basic and Applied Pharmaceutical Sciences**, v. 37, n. 1, 2016.

SCHUCK, P. et al. Recent advances in spray drying relevant to the dairy industry: A comprehensive critical review. **Drying Technology**, v. 34, n. 15, p. 1773–1790, 2016.

SHISHIR, M. R. I.; CHEN, W. Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. **Trends in Food Science and Technology**, v. 65, p. 49–67, 2017.

SILVA, E. K. et al. Water adsorption in rosemary essential oil microparticles: kinetics, thermodynamics and storage conditions. **Journal of Food Engineering**, v. 140, p. 39-45, 2014.

SILVA, E. K. et al. Thermodynamic properties, kinetics and adsorption mechanisms of Swiss cheese bioaroma powder. **Powder Technology**, v. 272, p. 181–188, 2015.

SILVA, N. K. et al. Influence of shell material on vitamin C content, total phenolic compounds, sorption isotherms and particle size of spray-dried camu-camu juice. **Fruits**, v. 68, n. 3, p. 175–183, 2013.

- SINELA, A. et al. Anthocyanins degradation during storage of Hibiscus sabdariffa extract and evolution of its degradation products. **Food Chemistry**, v. 214, p. 234–241, 2017.
- SINGH, S.; DIXIT, D. A Review on Spray Drying: Emerging Technology in Food Industry. **International Journal of Applied Engineering and Technology**, v. 4, n. 1, p. 1–8, 2014.
- SIPAHLI, S.; MOHANLALL, V.; MELLEM, J. J. Stability and degradation kinetics of crude anthocyanin extracts from H. sabdariffa. **Food Science and Technology (Campinas)**, v. 37, n. ahead, p. 0–0, 2017.
- SLAVIN, J. Fiber and prebiotics: Mechanisms and health benefits. **Nutrients**, v. 5, n. 4, p. 1417–1435, 2013.
- SOUZA, A. et al. Bioactive compounds in the peel of camu camu genotypes from Embrapa's active germplasm bank. **Food Science and Technology**, v. 2061, n. 1, p. 1–5, 2017.
- SPÍNOLA, V. et al. Effect of time and temperature on vitamin C stability in horticultural extracts. UHPLC-PDA vs iodometric titration as analytical methods. **LWT - Food Science and Technology**, v. 50, n. 2, p. 489–495, 2013.
- STINTZING, F. C.; CARLE, R. Functional properties of anthocyanins and betalains in plants, food, and in human nutrition. **Trends in Food Science and Technology**, v. 15, n. 1, p. 19–38, 2004.
- SUHAG, Y.; NANDA, V. Degradation kinetics of ascorbic acid in encapsulated spray-dried honey powder packaged in aluminium laminated polyethylene and high-density polyethylene. **International Journal of Food Properties**, v. 20, n. 3, p. 645–653, 2017.
- TOLUN, A.; ALTINTAS, Z.; ARTIK, N. Microencapsulation of grape polyphenols using maltodextrin and gum arabic as two alternative coating materials: Development and characterization. **Journal of Biotechnology**, v. 239, p. 23–33, 2016.
- TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice produced with different carrier agents. **Food Research International**, v. 43, p. 907–914, 2010.
- TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleracea* Mart.) powder produced by spray drying. **Journal of Food Engineering**, v. 88, n. 3, p. 411–418, 2008.
- VALDÉS, L. et al. The relationship between phenolic compounds from diet and microbiota: impact on human health. **Food Funct.**, v. 6, n. 8, p. 2424–2439, 2015.

WEBER, F.; BOCH, K.; SCHIEBER, A. Influence of copigmentation on the stability of spray dried anthocyanins from blackberry. **LWT - Food Science and Technology**, v. 75, p. 72–77, 2017.

WETTASINGHE, M.; SHAHIDI, F. Evening primrose meal: A source of natural antioxidants and scavenger of hydrogen peroxide and oxygen-derived free radicals. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 47, n. 5, p. 1801–1812, 1999.

WIBOWO, S. et al. Quality changes of pasteurised orange juice during storage: A kinetic study of specific parameters and their relation to colour instability. **Food Chemistry**, v. 187, p. 140–151, 2015.

YUYAMA, K. A cultura de camu-camu no Brasil. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 33, n. 2, p. 335–690, 2009.

YUYAMA, K.; AGUIAR, J. P.; YUYAMA, L. K. O. Camu-camu: um fruto fantástico como fonte de vitamina C. **ACTA AMAZONICA**, v. 32, n. 1, p. 169-174, 2002.

ZANATTA, C. F. et al. Determination of anthocyanins from Camu-camu (*Myrciaria dubia*) by HPLC-PDA, HPLC-MS, and NMR. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, n. 24, p. 9531–9535, 2005.

**SEGUNDA PARTE - ARTIGO**

**ARTIGO: ESTABILIDADE DOS COMPOSTOS BIOATIVOS DO EXTRATO DE  
CAMU-CAMU (*MYRCIARIA DÚBIA*) ENCAPSULADO UTILIZANDO DIFERENTES  
BIOPOLÍMEROS**

Jayne de Abreu Figueiredo<sup>1</sup>

Artigo formatado com base na NBR 6022 (ABNT, 2003), conforme é orientado no Manual de  
Normatização da UFLA.

---

<sup>1</sup>jayneafigueiredo@gmail.com. Mestre em Ciência dos Alimentos

**Estabilidade dos compostos bioativos do extrato de camu-camu (*Myrciaria dúbia*)  
encapsulado utilizando diferentes biopolímeros**

**Resumo**

O objetivo deste trabalho foi avaliar as características físico-químicas, morfológicas, a estabilidade dos compostos bioativos (ácido ascórbico, compostos fenólicos, antocianinas) e a atividade antioxidante do extrato de camu-camu em pó obtido por meio da secagem por atomização. Os agentes encapsulantes utilizados foram a maltodextrina (MD), inulina (IN) e oligofrutose (OL). O extrato de camu-camu liofilizado, sem adição de agente encapsulante, foi analisado para efeito de comparação da estabilidade ao armazenamento. Os pós foram estocados em diferentes condições de temperatura (25 e 45°C) e umidade relativa (22, 51 e 75%). Os valores de umidade e atividade de água variaram de 2,97-5,00 (g água.100g<sup>-1</sup> b.s.) e 0,06-0,16, respectivamente. A retenção dos compostos bioativos e atividade antioxidante dos extratos em pó antes do armazenamento, variaram nas faixas de 55-71% (ácido ascórbico), 77-83% (compostos fenólicos), 72-90% (antocianinas) e 69-92% (DPPH). Em relação à morfologia, as partículas apresentaram formato esférico e superfície lisa em sua maioria, no entanto, aquelas produzidas com IN e OL apresentaram também partículas aglomeradas. Nas isotermas de adsorção à 25°C, 35°C e 45°C, a IN apresentou maior higroscopicidade e a MD demonstrou menor capacidade de adsorção de água. Em relação à estabilidade dos pós ao armazenamento, o aumento da umidade relativa e temperatura foram fatores que afetaram negativamente todos os tratamentos. A MD apresentou resultados mais satisfatórios em relação à estabilidade ao armazenamento dos pós, quando comparada à inulina e oligofrutose.

**Palavras-chave:** Vitamina C. Atomização. Atividade antioxidante. Cinética de Degradação. Oligossacarídeos.

## 1 INTRODUÇÃO

Camu-camu (*Myrciaria dúbia* [H.B.K] McVaugh) é uma fruta nativa da região Amazônica e tem sido reconhecida por suas propriedades funcionais. O crescente interesse nos frutos de camu-camu é, principalmente devido a sua elevada quantidade de ácido ascórbico e compostos fenólicos, com destaque para as antocianinas (FRACASSETTI et al., 2013a; FUJITA et al., 2017; ZANATTA; MERCADANTE, 2007). Esses compostos bioativos contidos na polpa e casca do camu-camu apresentam propriedades tecnológicas para serem usados em alimentos, cosméticos e produtos farmacêuticos. São responsáveis pela alta capacidade antioxidante, além de propriedades antiinflamatórias, antimicrobianas, hipoglicemiante e hepatoprotetivas (GRIGIO et al., 2017; NERI-NUMA et al., 2018).

Apesar de todos os seus benefícios, o camu-camu é uma fruta altamente perecível. Além disso, seus compostos bioativos são muito instáveis ao processamento e armazenamento, uma vez que são sensíveis a fatores como temperatura, umidade, luz, pH, oxigênio e outros (FREDES et al., 2018). Desse modo, o uso de técnicas de encapsulação vêm sendo utilizadas como forma de aumentar a estabilidade de compostos bioativos e a vida útil dos alimentos (ORTIZ-BASURTO et al., 2017).

A secagem por atomização é um processo alternativo para a produção de camu-camu em pó com alto teor de compostos bioativos. É uma técnica amplamente utilizada na encapsulação de ingredientes alimentares suscetíveis à deterioração por agentes externos e consiste em aprisionar um agente ativo em uma matriz polimérica, visando a proteção de condições adversas (SARABANDI et al., 2017).

A fabricação de produtos em pó com qualidade a partir de extratos e/ou sucos de frutas na secagem por atomização, só é possível com a adição de biopolímeros antes da secagem. Esses biopolímeros, conhecidos também por agentes encapsulantes, têm a capacidade de aumentar a temperatura de transição vítrea desses alimentos. O aumento da temperatura de transição vítrea permite que a secagem ocorra de forma eficiente, evitando problemas operacionais como adesão na parede da câmara de secagem, bem como transformações estruturais, como colapso,



pegajosidade e cristalização durante o processamento e armazenamento de alimentos (JANISZEWSKA-TURAK et al., 2017).

Embora vários agentes encapsulantes possam ser utilizados, tanto individualmente quanto combinados, algumas características devem ser levadas em conta para uma eficiente encapsulação, como a capacidade de formação de filmes, biodegradabilidade, teor de sólidos, higroscopicidade e custo (FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014). Os agentes encapsulantes normalmente utilizados na secagem por atomização de extratos de frutas são as maltodextrinas, principalmente devido à alta solubilidade, baixa viscosidade e custo, condições importantes para o processo de secagem por atomização (FREDES et al., 2018; ORTIZ-BASURTO et al., 2017; TONON; BRABET; HUBINGER, 2008). Existem poucos estudos envolvendo o uso de inulinas como agentes encapsulantes na secagem por atomização de extratos de frutas, no entanto, suas propriedades funcionais e tecnológicas as tornam adequadas para uso na área alimentícia (CAMPELO et al., 2017b; LIM; SIOW, 2016).

No caso do extrato de camu-camu, a secagem por atomização pode resultar em um produto nutricionalmente rico, representando um potencial antioxidante e corante natural que pode proporcionar uma boa retenção de ácido ascórbico, de compostos fenólicos e a preservação da atividade antioxidante no armazenamento. Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar as características físico-químicas (teor de umidade, atividade de água e isothermas de adsorção de água), morfológicas (microscopia eletrônica de varredura) e a estabilidade ao armazenamento (de compostos bioativos e da atividade antioxidantes) do extrato de camu-camu encapsulado com diferentes biopolímeros (maltodextrina, inulina e oligofrutose) obtido por meio da secagem por atomização.

## **2 MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1 Material**

Os frutos de camu-camu (autorização SISGEN AEEF518) foram adquiridos no comércio local de Manaus-AM, Brasil (3°6'26"S, 60°1'34"W) em 2018. Maltodextrina (MD) com dextrose equivalente (DE) 20 (Ingredion, Campinas, SP, Brasil), Inulina (IN) com grau de polimerização (DP) maior que 10 (Oraftit® GR, Tienen, Bélgica) e Oligofrutose (OL) com grau de polimerização menor que 10 (Oraftit® GR, Tienen, Belgica) foram usados como agentes encapsulantes no processo de secagem por atomização.

### **2.2 Preparo das soluções para secagem**

Os frutos de camu-camu foram lavados em água corrente para retirada de sujidades visível a olho nu e higienizados em solução clorada (100:1) por 15 minutos e depois lavados em água potável para retirar o excesso de hipoclorito de sódio. Para obtenção do extrato de camu-camu foram retiradas as sementes de forma manual, em seguida a polpa e a casca foram processadas em um centrifugador de alimentos (Philips Walita Juicer model RI1858, Royal Philips Electronics, Barueri, Brasil) com adição de água destilada para acrescentar rendimento da extração da polpa, na proporção de 1:1 (polpa e casca : água destilada) (p/p). Após homogeneização o extrato foi filtrado em organza para eliminação dos sólidos em suspensão. Os agentes encapsulantes (MD, IN e OL) foram adicionados ao extrato de camu-camu sob agitação a 10.000 rpm por 5 minutos utilizando um homogeneizador (Ultra-Turraz IKA T25 digital, Staufen, Alemanha). As soluções obtidas foram utilizadas como alimentação no processo de secagem por atomização.

### **2.3 Secagem por atomização**

A secagem das soluções para obtenção do extrato de camu-camu em pó foi realizada em um *spray dryer* (modelo MSD 1.0; Labmaq do Brasil, Riberão Preto, Brasil) equipado com um bico atomizador de duplo fluido. A temperatura do ar de entrada e taxa de alimentação foram de 150°C e 0.70 L.h<sup>-1</sup>, respectivamente. Esses valores foram determinados de acordo com estudo

realizado por Fujita et al. (2017). O fluxo do ar de secagem de  $35 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  e a pressão do ar de 400 kPa foram usados de acordo com a recomendação do fabricante. A média da temperatura de saída foi  $95 \pm 4^\circ\text{C}$ .

## 2.4 Planejamento experimental

O experimento foi conduzido com três repetições, e as medidas das análises foram realizadas em triplicata em um delineamento inteiramente casualizado, conforme demonstra a Tabela 1. A proporção de agente encapsulante foi de 20% (p/p) com relação a solução final e a proporção de extrato de camu-camu em relação aos agentes encapsulantes foi de 4:1 (p/p).

Tabela 1 - Composição das soluções que foram submetidas ao processo de secagem por atomização.

Tratamento	Agente encapsulante ( $\text{g}\cdot 100 \text{ g}^{-1}$ de solução)			Extrato de camu-camu ( $\text{g}\cdot 100 \text{ g}^{-1}$ de solução)
	Maltodextrina	Inulina	Oligofrutose	
	(MD)	(IN)	(OL)	
MD	20	-	-	80
IN	-	20	-	80
OL	-	-	20	80

## 2.5 Análises físico-químicas e morfológicas das partículas

### 2.5.1 Umidade

Os teores de umidade das amostras em pó foram determinados por utilização de radiação infravermelho em termo-balança (Moisture Balance MOC – 120H, Shimadzu Corporation, Japão), à  $105^\circ\text{C}$ , e o teor de umidade foi expresso em porcentagem em base seca.

### **2.5.2 Atividade de água**

A atividade de água (aw) das micropartículas foi determinada por um equipamento de medição de atividade de água AquaLabWater (Série 3TE, Decagon, Pullman, EUA) a 25°C.

### **2.5.3 Morfologia das partículas**

A análise da morfologia das partículas foi realizada, por meio da observação de imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). As amostras foram montadas em stubs de alumínio com fita dupla-face de carbono, metalizadas em aparelho evaporador de ouro (SCD 050) e observadas no microscópio eletrônico de varredura (LEO EVO 40 XVP, Carl Zeiss) do Laboratório de Microscopia Eletrônica e Análise Ultraestrutural da Universidade Federal de Lavras.

### **2.5.4 Atividade antioxidante (DPPH)**

A capacidade sequestrante de radicais dos extratos de camu-camu encapsulados e liofilizado foram avaliadas utilizando o radical DPPH (MOLYNEUX, 2004) com algumas modificações. Uma alíquota de 100 µM de solução metanólica de DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazila) foi preparada. Em seguida, 200 µg de cada amostra foi preparada em cinco concentrações por diluição em série (12,5 a 1,9 µg.mL<sup>-1</sup>) e adicionadas a 1800 µL de solução metanólica de DPPH. O trolox foi utilizado como controle positivo (100 à 2000 µM). A mistura foi mantida no escuro a temperatura ambiente durante 30 min. A absorbância foi medida a 515 nm em Microplate Reader (Biotek, Elx800). O potencial antioxidante foi definido por equivalência ao padrão trolox.

### **2.5.5 Compostos fenólicos totais**

O teor de compostos fenólicos totais dos extratos de camu-camu liofilizado e encapsulados foram determinados pelo método colorimétrico Folin-Ciocalteu com modificações (BOONCHU; UTAMA-ANG, 2013). 100 µL do extrato diluído foram misturados com 1 mL de reagente fenol, 1 mL de bicarbonato de sódio a 10% e 4 mL de água destilada. A mistura foi deixada em repouso durante 2 horas no escuro. A concentração fenólica total foi calculada a partir de uma curva de

calibração, traçando soluções conhecidas de ácido gálico contra absorvância a 760 nm. Os resultados foram expressos como mg de de ácido gálico equivalente por 100 mL de extrato.

### **2.5.6 Ácido ascórbico**

O teor de ácido ascórbico foi quantificado utilizando-se 15 mL da solução extratora (ácido metafosfórico 3%, ácido acético 8%, ácido sulfúrico 0,3N e EDTA 1mM), 5mL de água ultrapura (Milli-Q, Merck, Alemanha) e 1 mg de camu-camu liofilizado e/ou encapsulados. As amostras foram homogeneizadas em agitadores tipo vortex e centrifugadas por 30 min e 10,000 rpm. O sobrenadante foi filtrado em filtro micro poro de 0,45  $\mu\text{m}$  de porosidade (Millex, Merck, Alemanha) e levados para análise em Cromatógrafo Líquido de Alta Eficiência (CLAE). Os cromatogramas dos tratamentos foram obtidos nas seguintes condições operacionais: detector de arranjo de diodos (DAD) com comprimento de onda 245 nm; coluna C18 e fase móvel ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  /EDTA) em pH 3, com vazão 1 mL.min<sup>-1</sup> e tempo de corrida de 6 min.

### **2.5.7 Antocianinas totais**

O teor de antocianinas totais foi determinado pelo método espectrofotométrico (TONON; BRABET; HUBINGER, 2010). O conteúdo total de antocianinas foi expresso como cianidina-3-glicosídeo, que foi identificado como a principal antocianina presente no camu-camu (FRACASSETTI et al., 2013a). A absorvidade molar (Emolar) da cianidina-3-glicosídeo utilizada foi de 34,300 para  $\lambda_{\text{max}}$  de absorvância (cerca de 535 nm), em solução de HCl/água/etanol (1/29/70) a 25 °C.

### **2.5.8 Retenção de compostos bioativos e capacidade antioxidante**

Para avaliar a eficiência dos diferentes tratamentos, os teores de compostos bioativos (ácido ascórbico, antocianinas, compostos fenólico) e atividade antioxidante (DPPH) do extrato de camu-camu foram utilizados como parâmetros antes e imediatamente após o processo de secagem. A retenção (R) de compostos bioativos e a capacidade antioxidante foi calculada pela Equação 1:

$$R(\%) = 100 \times \frac{CBAA_{encap}}{CBAA_{extrato}} \quad (1)$$

Em que,  $CBAA_{encap}$  são os compostos bioativos/atividade antioxidante do extrato de camu-camu encapsulados;  $CBAA_{extrato}$  são os compostos bioativos/atividade antioxidante do extrato de camu-camu antes do encapsulamento.

## 2.6 Estabilidade

Foram realizados dois procedimentos como forma de avaliação da estabilidade dos pós: isotermas de adsorção e estabilidade ao armazenamento. Além disso, o extrato de camu-camu sem adição de agentes encapsulantes foi seco por meio de um liofilizador (vácuo de 0,420 mBar e temperatura de -50 °C, modelo LABCONCO FreeZone 2.5, Canadá), como forma de se obter um tratamento controle, ou seja, para avaliar como a presença dos agentes encapsulantes no extrato de camu-camu em pó influencia na estabilidade deste, comparando-o com o extrato de camu-camu liofilizado (CEL) sem adição desses agentes. A obtenção desse tratamento controle não foi realizada por meio da secagem por atomização, pois isso não é possível em razão dos diversos compostos de baixa temperatura de transição vítrea presentes no camu-camu que podem se aderir às paredes do secador, resultando em baixo rendimento do processo.

## 2.7 Isotermas de adsorção

Foram determinadas as isotermas de adsorção por método gravimétrico estático nas temperaturas de 25 °C, 35°C e 45°C utilizando soluções salinas saturadas (LiCl, MgCl<sub>2</sub>, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, NaCl, KCl), com atividades de água ( $a_w$ ) de 0,113, 0,328, 0,432, 0,529, 0,753 e 0,843, respectivamente. Os dados das isotermas de adsorção de umidade foram correlacionados com a atividade de água, por meio do modelo matemático de Guggenheim, Anderson e de Boer (GAB).

## 2.8 Estabilidade ao armazenamento

A estabilidade ao armazenamento foi determinada de acordo com a metodologia descrita por Tonon et al. (2010), com algumas modificações. As amostras do extrato de camu-camu liofilizado e encapsulados foram armazenadas em potes herméticos em três umidades relativas (UR) diferentes (22%, 51% e 75%) e temperaturas de 25°C e 45°C. As amostras foram caracterizadas (em triplicata) em relação à cor e ao conteúdo de ácido ascórbico, compostos fenólicos totais, antocianinas e atividade antioxidante todas as semanas, durante 4 semanas de armazenamento.

Os parâmetros de cor,  $L^*$  (brilho),  $a^*$  (verde a vermelho) e  $b^*$  (azul a amarelo) foram determinados de acordo com Carmo et al. (2018) com algumas modificações, usando um colorímetro (CR-300 Chroma Meter, Konica Minolta, Japão) e as diferenças ( $\Delta E^*$ ) no tempo estudado em relação ao tempo inicial entre os valores  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  foram obtidos de acordo com a Equação 2:

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

O tempo de meia-vida ( $t^{1/2}$ ) do ácido ascórbico, antocianinas, compostos fenólicos e atividade antioxidante para cada tratamento foi calculado, de acordo com as Equações 3 e 4, considerando que a degradação dessas substâncias segue uma cinética de primeira ordem, como encontrado em estudo realizado por (FREDES et al., 2018).

$$kt = -\ln\left(\frac{C_t}{C_0}\right) \quad (3)$$

$$t^{\frac{1}{2}} = \frac{\ln 2}{k} \quad (4)$$

Em que,  $C_0$  e  $C_t$  correspondem à concentração inicial e final, respectivamente, determinado para o ácido ascórbico, antocianinas (cianidina-3-glicosídeo), atividade antioxidante e compostos fenólicos totais ( $\text{mg} \cdot 100\text{g}^{-1}$  b.s), no tempo  $t$  (dias) e  $k$  ( $\text{dias}^{-1}$ ) é a taxa de reação de primeira ordem constante.

## 2.9 Análises estatísticas

O software Statistica (ver. 8.0, Stat. Soft. Inc., Tulsa, EUA) foi utilizado para análise de variância, como forma de avaliação dos efeitos dos diferentes agentes carreadores nas propriedades dos extratos de camu-camu em pó obtidos por meio da secagem por atomização. A partir do teste de médias de Tukey, foram avaliadas diferenças entre os valores médios obtidos de cada propriedade, em nível de 5 % de probabilidade ( $p \leq 0,05$ ).

Os parâmetros das equações ajustadas nas isotermas de adsorção foram estimados, correlacionando o modelo de GAB aos dados experimentais, utilizando uma regressão não linear Quasi-Newton em nível de 5 % de significância. O ajuste adequado foi considerado com base no coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e no módulo do desvio relativo médio ( $E$ ), definido pela Equação 5:

$$E = \frac{100}{N} \sum_{i=1}^N \frac{|m_i - m_{pi}|}{m_i} \quad (5)$$

Onde  $m_i$  é o valor experimental,  $m_{pi}$  o valor predito e  $N$  a população de dados experimentais.



### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Propriedades físico-químicas e morfológicas das partículas

##### 3.1.1 Teor de umidade e atividade de água (aw)

Teor de umidade e atividade de água (aw) são parâmetros necessários para prever a estabilidade dos produtos em pó, pois estão relacionadas com a velocidade de reações de degradação e crescimento microbiano. Os valores de teor de umidade e atividade de água dos diferentes extratos de camu-camu em pó estão apresentados na Tabela 2. Os tratamentos apresentaram diferença significativa ( $p < 0.05$ ) para os valores de atividade de água e teor de umidade. Em geral, o teor de umidade para os extratos encapsulados está dentro da faixa (até 4 %) considerada segura para produtos desidratados, o que garante maior estabilidade física, química e menor tendência de aglomeração (GOYAL et al., 2015). Entre os extratos encapsulados, o maior teor de umidade foi obtido para o tratamento com IN, apresentando diferença significativa ( $p < 0,05$ ) com relação ao tratamento com MD e OL, que não diferiram significativamente entre si ( $p > 0,05$ ). Carboidratos, como inulinas e seus derivados, apresentam alta capacidade de adsorção de água na superfície, principalmente pela presença de muitos grupos hidrofílicos nas cadeias desses hidratos de carbono (FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014). A literatura descreve que a adição de inulina em matrizes contendo maltodextrina provoca um aumento no teor de umidade de partículas de suco de lichia com *lactobacillus casei* 01 (KINGWATEE et al., 2015) e de extrato de beterraba (CARMO et al., 2018) obtidas por *spray dryer*.

Conforme mostra a Tabela 2, o teor de umidade do extrato de camu-camu liofilizado (CEL) foi superior quando comparado aos valores de umidade dos extratos encapsulados. De acordo com a literatura, a alta quantidade de frutose apresentada pelas frutas dificulta a eficiência da liofilização devido à formação de estruturas amorfas formadas durante o congelamento que não mantiveram a estabilidade durante todo o período de liofilização, conforme relatado por Carlos; Resende; Cal-Vidal (2005) para a liofilização de sistemas-modelo de açúcares contendo frutose em sua

constituição. Valor de umidade semelhante 10,57 % foi encontrado por Duarte; Mata; Agra (2006) em manga liofilizada.

Em relação à atividade de água, os valores variaram de 0,06 a 0,27. Esses valores indicam uma disponibilidade muito pequena de água para a ocorrência de reações químicas, crescimento microbiológico, além de retardar o escurecimento não-enzimático, uma das principais reações de deterioração (NUNES et al., 2015). Os diferentes tipos de agentes encapsulantes apresentaram diferença significativa ( $p < 0.05$ ) nos valores de  $a_w$ , com menor valor para o tratamento com MD. As partículas produzidas com IN e OL foram as que exibiram os maiores valores de  $a_w$  não diferindo significativamente ( $p > 0,05$ ) entre si. Os resultados podem ser explicados já que as maltodextrinas apresentam baixa higroscopicidade, reduzindo a quantidade de água livre nas superfícies das partículas (CAMPELO et al., 2017b). Outros autores também observaram valores menores de  $a_w$  para tratamentos com MD em comparação com outros biopolímeros no encapsulamento de extratos de açafrão e beterraba (CHRANIOTI; NIKOLOUDAKI; TZIA, 2015) e tucumã (SILVA et al., 2018). O CEL foi o tratamento que apresentou maior atividade de água, diferindo significativamente ( $p < 0,05$ ) dos outros tratamentos. No entanto, ainda pode ser considerado um extrato de baixa atividade de água. Valores próximos foram encontrados em pós liofilizados de marolo (0,25) e cagaita (0,30) (DUARTE et al., 2017).

Tabela 2- Teor de umidade e atividade de água dos extratos de camu- camu em pó.

Tratamento	Umidade (% b.s.)	Atividade de água ( $a_w$ )
MD	1,84 ± 0,36 <sup>c</sup>	0,06 ± 0,01 <sup>b</sup>
OL	2,53 ± 0,51 <sup>c</sup>	0,15 ± 0,02 <sup>c</sup>
IN	3,80 ± 0,11 <sup>b</sup>	0,16 ± 0,03 <sup>c</sup>
CEL	10,79 ± 0,26 <sup>a</sup>	0,27 ± 0,00 <sup>a</sup>

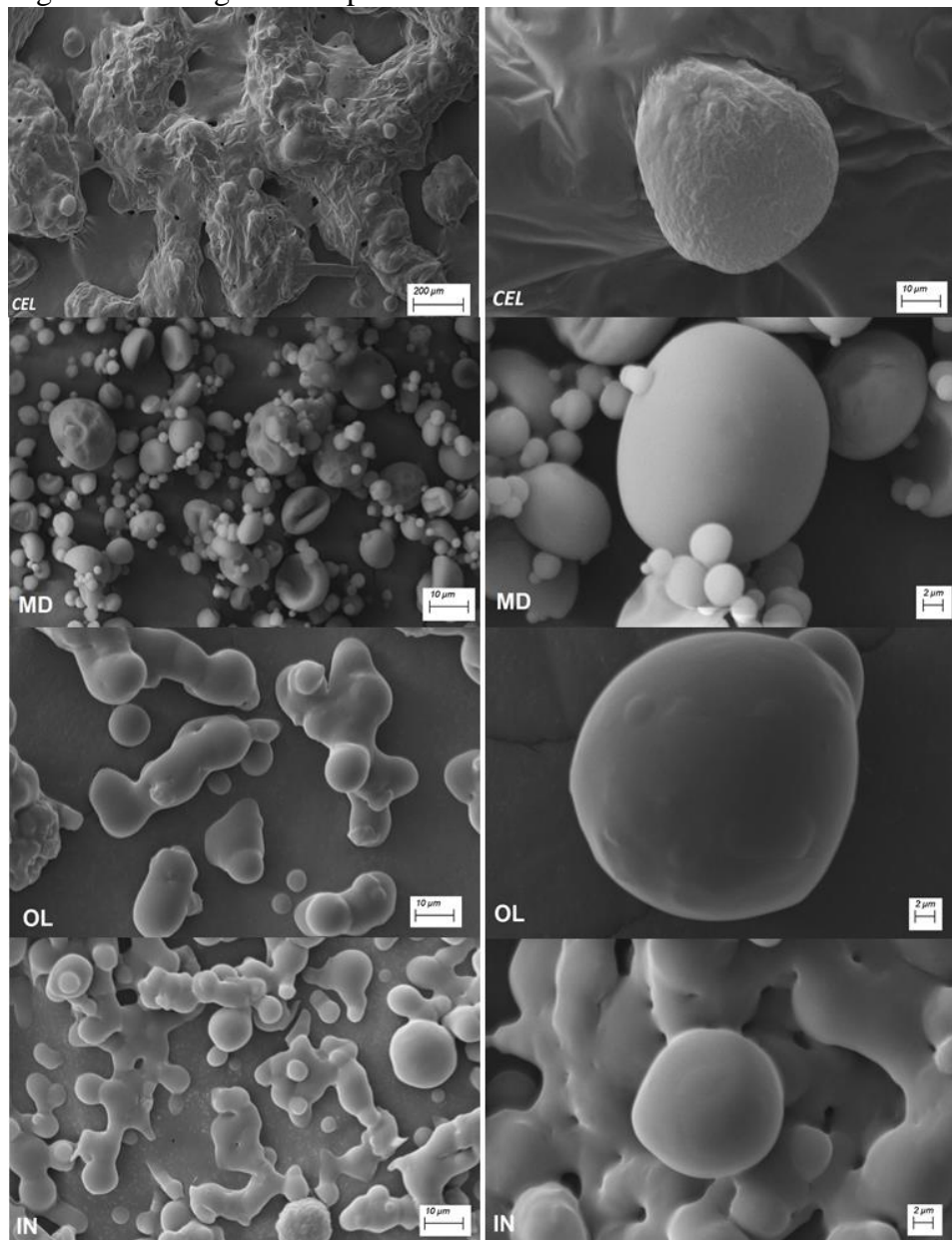
<sup>a,b,c</sup> Mesma letra em uma mesma coluna não representa diferença significativa ( $p > 0,05$ ). MD: Maltodextrina; OL: Oligofrutose; IN: Inulina; CEL: extrato de camu-camu liofilizado.

### 3.1.2 Micrografia eletrônica varredura

As imagens de MEV dos extratos de camu-camu encapsulados e liofilizado são mostradas na Figura 1. O extrato de camu-camu liofilizado (CEL) apresentou estrutura nitidamente diferente quando comparado com os extratos encapsulados com MD, IN e OL obtidos por secagem por atomização, o que já era esperado. Em geral, as superfícies das micropartículas liofilizadas apresentaram formas irregulares, porosas, aglomeradas e de tamanho variado. A estrutura altamente aglomerada do CEL pode estar associada à ausência de agente encapsulante, uma vez que o extrato de camu-camu apresenta elevado teor de compostos de baixo peso molecular como os açúcares e ácidos que facilitam a absorção de água e formação de estruturas aglomeradas. Resultados semelhantes foram observados para o extrato de amora preta obtido por liofilização (GONÇALVES et al., 2014b). Em contraste, as micropartículas obtidas por secagem por atomização apresentaram formas esféricas, superfície lisa e a ocorrência de dentes pequenos em algumas micropartículas. Em estudos sobre encapsulação por secagem por atomização de suco de cereja azeda, os autores Sarabandi et al. (2017) notaram partículas com parede intacta e sem rachaduras e descobriram que a adição de MD promoveu partículas esféricas com superfícies lisas. Nota-se que para os tratamentos obtidos por secagem por atomização não há fraturas ou rupturas do material encapsulante, o que é interessante para processos de encapsulação, pois reduz a permeabilidade ao oxigênio do material encapsulado que poderia levar à degradação dos compostos antioxidantes encapsulados (FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014). Os pós produzidos com IN e OL apresentaram estágios iniciais de solubilização e subsequente aglomeração das partículas, esse fato pode estar relacionado devido à maior higroscopicidade desses prebióticos que foi maior que dá MD nesse estudo. Essa aglomeração se deve à presença de uma interface líquida entre as partículas, devido à adsorção de água em sua superfície (LIM; SIOW, 2016). Micropartículas de xantona produzidas por *spray drying* utilizando inulina como material encapsulante também apresentaram estruturas aglomeradas e com tendência a alta coesividade (LIM; SIOW, 2016). Observando imagens de partículas de extrato de beterraba em pó secas por secagem por atomização

utilizando inulina como encapsulante Carmo et al. (2018) notaram o mesmo comportamento de aglomeração das partículas.

Figura 1- Micrografias de partículas dos extratos de camu-camu.

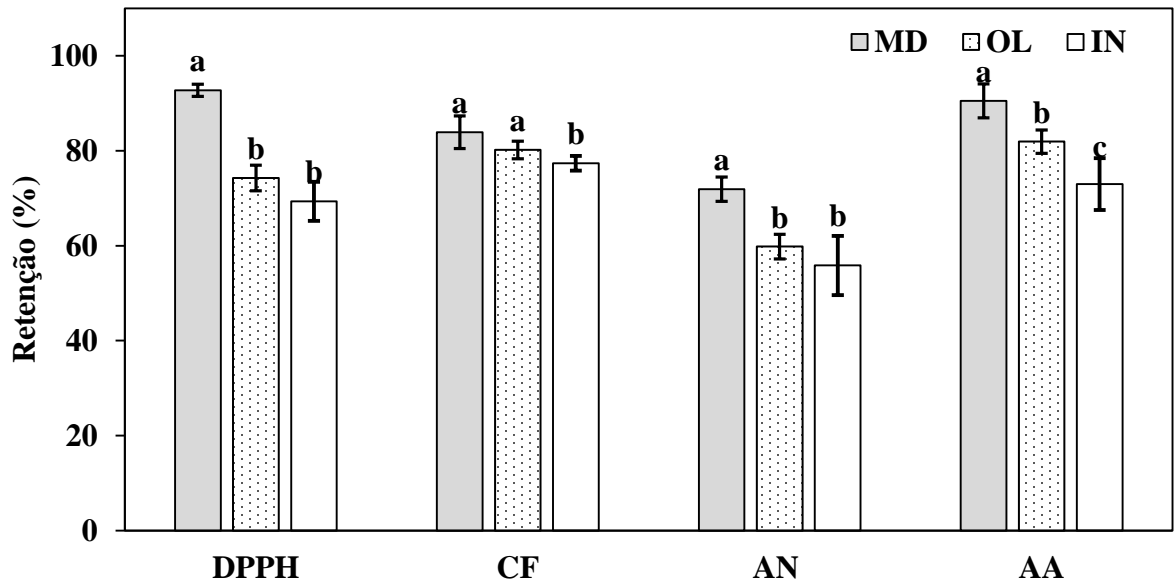


CEL: Extrato de camu-camu liofilizado; MD: Maltodextrina; OL: Oligofrutose; IN: Inulina.

### 3.1.3 Retenção de compostos bioativos e atividade antioxidante

A retenção de compostos bioativos e atividade antioxidante em um processo de encapsulação é o parâmetro mais importante pois define se um processo conseguiu proteger o material de núcleo durante a secagem e armazenamento. As propriedades estruturais do material encapsulante são os principais fatores associados à capacidade de retenção dos ativos na encapsulação (SILVA; MEIRELES, 2015). Os valores de retenção dos compostos bioativos e atividade antioxidante para os extratos de camu-camu encapsulados são mostradas na Figura 2. Nota-se que os diferentes materiais encapsulantes apresentaram diferença significativa ( $p < 0,05$ ) para os quatro parâmetros utilizados (DPPH, compostos fenólicos, ácido ascórbico e antocianinas). De um modo geral, os valores de retenção variaram nas faixas de 69 – 92% (DPPH), 77 – 83% (compostos fenólicos), 55 – 71% (ácido ascórbico) e 72 – 90% (antocianinas). Em todos eles, a inulina apresentou menores valores de retenção dos compostos bioativos e atividade antioxidante, enquanto que a MD apresentou os maiores valores de retenção, com exceção dos compostos fenólicos, que foram iguais ao tratamento OL. As maltodextrinas apresentam boa proteção aos compostos bioativos por serem menos permeáveis ao oxigênio, pois como pôde ser observado neste estudo, as partículas produzidas com MD apresentaram superfície lisa, dificultando a entrada de oxigênio no interior das partículas, melhorando a eficiência de encapsulação (JAFARI et al., 2008). Como visto na Figura 1, as partículas produzidas com IN e OL apresentaram estruturas aglomeradas indicando maior capacidade de absorção de água desses biopolímeros, facilitando a mobilidade molecular e favorecendo as reações químicas e bioquímicas associadas à menor retenção dos compostos bioativos e atividade antioxidante. OL apresentou melhor retenção de compostos bioativos e capacidade antioxidante em relação a inulina devido aos baixos graus de polimerização, que melhoram a formação da camada de material de parede dos microencapsulados, aumentando a rigidez devido as pequenas cadeias poliméricas (CAMPELO et al., 2017a). Em estudos de encapsulação de suco de pitanga (ORTIZ-BASURTO et al., 2017) e suco de mirtilo (ARAUJO-DÍAZ et al., 2017) por secagem por atomização, os autores observaram menor eficiência de encapsulação em micropartículas produzidas com IN comparada a MD.

Figura 2- Retenção de compostos bioativos e atividade antioxidante dos extratos de camu-camu encapsulados com MD, OL e IN baseada na atividade antioxidante (DPPH), compostos fenólicos (CF), antocianinas (AN) e ácido ascórbico (AA).



MD: Maltodextrina; OL: Oligofrutose; IN: Inulina.

### 3.2 Isotermas de Adsorção

As isotermas de adsorção são ferramentas básicas para as indústrias alimentícias, pois descrevem o comportamento higroscópico de alimentos, utilizadas para se prever as condições ótimas de estabilidade e selecionar materiais de embalagens adequados, convenientes para produtos em pó (SADEGHI et al., 2015). Elas relacionam a atividade de água ( $a_w$ ) e o conteúdo de umidade correspondente a uma temperatura constante, sendo específica para cada material e devem ser avaliadas experimentalmente (LOMAURO; BAKSHI; LABUZA, 1985).

Os resultados experimentais das isotermas de adsorção de umidade a 25°C, 35°C e 45°C dos extratos de camu-camu encapsulados foram ajustados ao modelo matemático de GAB, pois este modelo matemático apresenta um importante parâmetro relacionado ao processo de adsorção,

que é o teor de umidade na monocamada ( $X_0$ ). O valor de  $X_0$  pode ser definido como o teor de umidade crítico no qual a água está fortemente ligada a estrutura molecular de um alimento (RASCÓN et al., 2015; TAITANO et al., 2012). Portanto, a uma dada temperatura, o nível de atividade de água mais seguro, ou seja, que apresenta maior estabilidade e perdas mínimas de qualidade do alimento, é o que corresponde ao  $X_0$  ou menor (abaixo deste valor as taxas de reações de deterioração, exceto oxidação de gorduras insaturadas, são mínimas) (GOULA et al., 2008).

De acordo com a Tabela 3, o modelo de GAB apresentou um bom ajuste aos dados experimentais para todos os tratamentos nas três temperaturas estudadas. Foram obtidos altos valores de  $R^2$  e valores de E (%) abaixo de 10%. Os extratos de camu-camu encapsulados com MD, IN e OL apresentaram um aumento no teor de  $X_0$  à medida em que houve uma elevação da temperatura. No entanto, o tratamento com IN apresentou um pequeno decréscimo no teor de  $X_0$  quando a temperatura passou de 35°C para 45°C. O acréscimo da umidade da monocamada com o aumento da temperatura não é comum a todos os alimentos. Tal comportamento pode ser explicado visto que, de acordo com Goula et al. (2008), um aumento na temperatura pode provocar modificações na estrutura física do produto, disponibilizando maior quantidade de sítios ativos com afinidade por moléculas de água ou elevar a solubilidade de solutos presentes no produto, retendo mais moléculas de água na monocamada. E entre os três tratamentos, os maiores valores de  $X_0$  foram para o extrato encapsulado com IN. Inulina apresenta uma tendência maior de absorção de água com o aumento da umidade relativa de armazenamento em relação à OL e MD (LIM; SIOW, 2016). O grande número de radicais OH e H da inulina aumentam a capacidade de absorção de água, uma vez que comparada à OL a IN apresenta maior grau de polimerização (TIWARI et al., 2010). Valores de  $X_0$  próximos aos encontrados nesse estudo à 25°C foram encontrados por Carmo et al. (2018) (4,8 – 6,6 g.100g<sup>-1</sup> b.s.) para extrato de beterraba em pó obtido por secagem por atomização utilizando maltodextrina, inulina e proteína do soro de leite como agentes encapsulantes.

C e K representam as constantes do modelo GAB e estão relacionadas às propriedades de monocamada e multicamada, respectivamente. Os valores da constante C nos modelos de GAB

para os extratos de camu-camu encapsulados seguem uma tendência de diminuição com o aumento da temperatura. Essa diminuição é esperada, e pode ser explicada, porque, de acordo com Silva et al. (2015a), as baixas temperaturas favorecem a força de interação entre adsorvente-adsorvato, causando um incremento nos valores da constante  $C$ . De forma semelhante à constante  $C$ , os valores de  $K$  no modelo de GAB, diminuiram com o aumento da temperatura. Lavoyer et al. (2013), afirma que a constante  $K$  do modelo de GAB aumenta com a força de interação entre adsorvente-adsorvato.



Tabela 3- Valores estimados parâmetros e coeficientes estatísticos utilizados para avaliar a adequação do modelo de GAB às isothermas de adsorção à 25°C, 35°C e extratos de camu-camu encapsulados.

Modelo	Coeficientes	MD	IN	OL	MD	IN	OL	MD	IN	OL	
		25°C	25°C	25°C	35°C	35°C	35°C	45°C	45°C	45°C	
<b>GAB</b> $X_{eq} = \frac{X_0 \cdot C \cdot K \cdot a_w}{(1 - K \cdot a_w) \cdot (1 - K \cdot a_w + C \cdot K \cdot a_w)}$	<b>X<sub>0</sub></b>	3,15	5,35	3,66	4,67	9,91	4,91	9,44	9,68	8,29	
	<b>K</b>	1,03	0,98	1,04	1,00	0,82	1,00	0,93	0,88	0,97	
	<b>C</b>	2,83	3,79	2,28	0,80	1,56	0,65	0,37	1,22	0,38	
	<b>R<sup>2</sup></b>	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,98	0,99	0,99	0,99	0,99
	<b>E (%)</b>	4,84	7,71	6,03	6,73	8,96	9,26	8,87	4,38	4,29	

X<sub>eq</sub>: teor de umidade de equilíbrio (g de água.100g<sup>-1</sup> b.s.); X<sub>0</sub>: teor de umidade monocamada (g de água.100g<sup>-1</sup> b.s.); C, K: constantes do modelo relacionadas com propriedades de monocamada e multicamada, respectivamente; A<sub>w</sub>: atividade da água; R<sup>2</sup>: coeficiente de determinação; E (%): módulo de desvio relativo médio.

Os gráficos com os valores experimentais das isotermas de adsorção e as curvas ajustadas para o modelo de GAB nas temperaturas de 25°C, 35°C e 45°C estão apresentados na Figura 3 (a,b e c). A linha contínua que une os pontos dispersos representa a regressão de acordo com o modelo GAB. As curvas obtidas apresentaram formato tipo III (não sigmoidal), de acordo com a classificação de Brunauer, Emmett e Teller, (1939). Esse tipo de curva é característica de materiais amorfos ricos em componentes hidrofílicos. Comportamentos semelhantes foram observados por Dib Taxi et al. (2003) em suco de camu-camu microencapsulado com maltodextrina e goma arábica e suco de açaí microencapsulado com diversos biopolímeros incluindo maltodextrina e inulina (TONON et al., 2009).

As isotermas de adsorção demonstram um aumento no teor de umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) dos pós com o aumento da  $a_w$ , à temperatura constante. No entanto, à medida em que houve um aumento na temperatura, o teor de  $X_{eq}$  diminuiu para todos os tratamentos. Dados experimentais indicam que o conteúdo de  $X_{eq}$  diminuiu com o aumento da temperatura, a uma  $a_w$  constante (ALMUHTASEB; MCMINN; MAGEE, 2004). Essa tendência, pode ser devida a uma redução no número total de locais ativos para ligação com a água, como resultado de alterações físicas e/ou químicas induzidas pela temperatura (SILVA et al., 2015b). De acordo com Saavedra-Leos et al. (2014), em temperaturas elevadas, as moléculas de água são ativadas para níveis mais altos de energia e se separam dos locais de ligação de água dos alimentos, diminuindo assim o teor de  $X_{eq}$ . Resultados semelhantes foram observados em outros estudos sobre secagem por atomização utilizando carboidratos como agentes encapsulantes (GOULA et al., 2008; PEÑALOZA et al., 2013; VEGA-GÁLVEZ et al., 2014).

Nota-se (Figura 3) que para todas as faixas de  $a_w$  (0,113 – 0,843) o extrato de camu-camu obtido com IN apresentaram maiores valores de  $X_{eq}$ , seguido da OL e MD, em todas as temperaturas. Como a IN apresenta maior grau de polimerização ( $GP > 10$ ), ou seja, maior número de unidades de frutose, comparada a OL ( $GP < 10$ ), o número de sítios ativos para fazer ligação com a água é maior, favorecendo a absorção de água (SAAVEDRA-LEOS et al., 2015). Ao estudar

o comportamento higroscópico de inulinas de diferentes graus de polimerização, Silva e Meireles (2015b), observaram tendência de maior absorção de água para maiores graus de polimerização.

Vale ressaltar que à medida em que aumentou-se a temperatura de armazenamento de 35°C para 45°C, o extrato de camu-camu produzido com OL passou por um processo chamado inversão. Ou seja, o aumento da temperatura ocasionou um aumento da  $X_{eq}$  do extrato em pó, na faixa de  $a_w$  entre 0,60 – 0,75. O mesmo comportamento pôde ser observado na faixa de  $a_w$  entre 0,55 – 0,70 para as isotermas de adsorção de pitanga em pó utilizando maltodextrina como material encapsulante, obtida por secagem por atomização, quando aumentou-se a temperatura de armazenamento de 20°C para 50°C (PEÑALOZA et al., 2013). Esse fato é uma exceção da termodinâmica de sorção mostrada para determinados açúcares e outros constituintes alimentícios de baixo peso molecular, que são responsáveis pela maior quantidade de água adsorvida em elevados valores de  $a_w$  (PEÑALOZA et al., 2013). Em geral, em baixos valores de  $a_w$ , a sorção de água é devida principalmente aos biopolímeros, tendo como efeito normal a diminuição da absorção de água com um aumento da temperatura. O aumento da temperatura favorece a organização molecular (termodinamicamente mais estável) das partículas, promovendo a formação de cristais rígidos que dificultam a absorção de água (SAAVEDRA-LEOS et al., 2014). Mas, à medida em que a  $a_w$  cresce além da região intermediária (0,3 – 0,8), a água começa a ser absorvida pelos açúcares e outros constituintes de baixo peso molecular, compensando o efeito da temperatura (AL-MUHTASEB; MCMINN; MAGEE, 2002). Contudo, o ponto de inversão depende da composição do alimento e da solubilidade dos açúcares. Como a OL possui menor cadeia molecular comparada a IN e MD, os açúcares de baixo peso molecular contidos nesse hidrato de carbono tornaram-se mais disponíveis para adsorção de água à medida em que aumentou-se a temperatura e a atividade de água.

Figura 3a- Isotermas de adsorção dos extratos de camu-camu encapsulados, ajustadas ao modelo de GAB a 25°C.

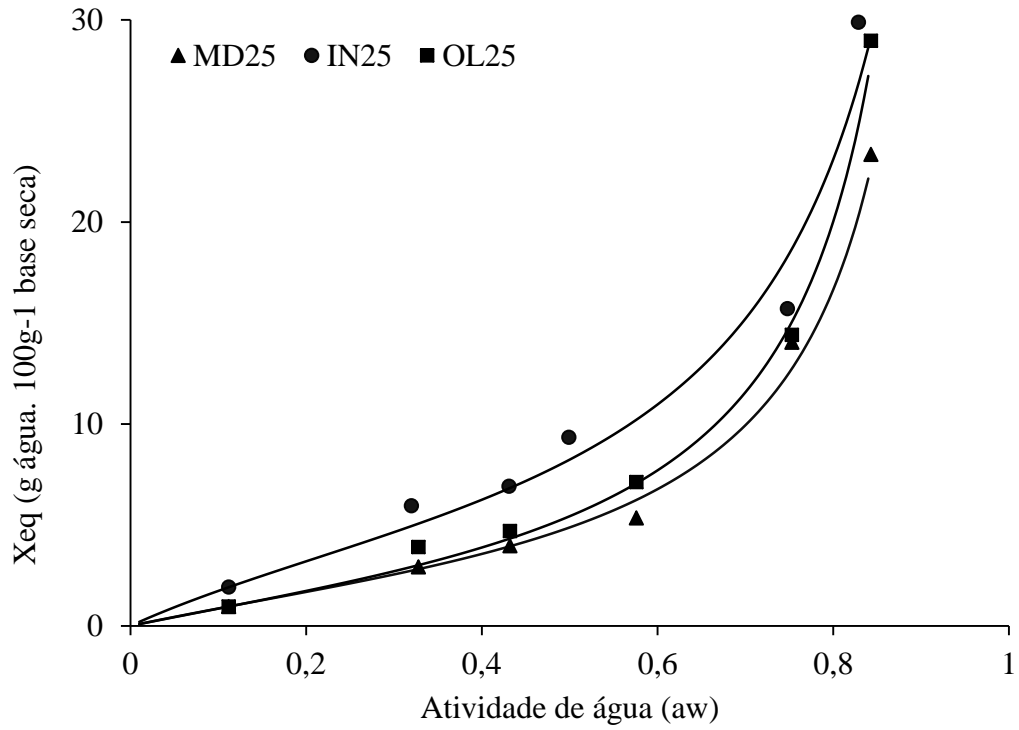


Figura 3b- Isotermas de adsorção dos extratos de camu-camu encapsulados, ajustadas ao modelo de GAB a 35°C.

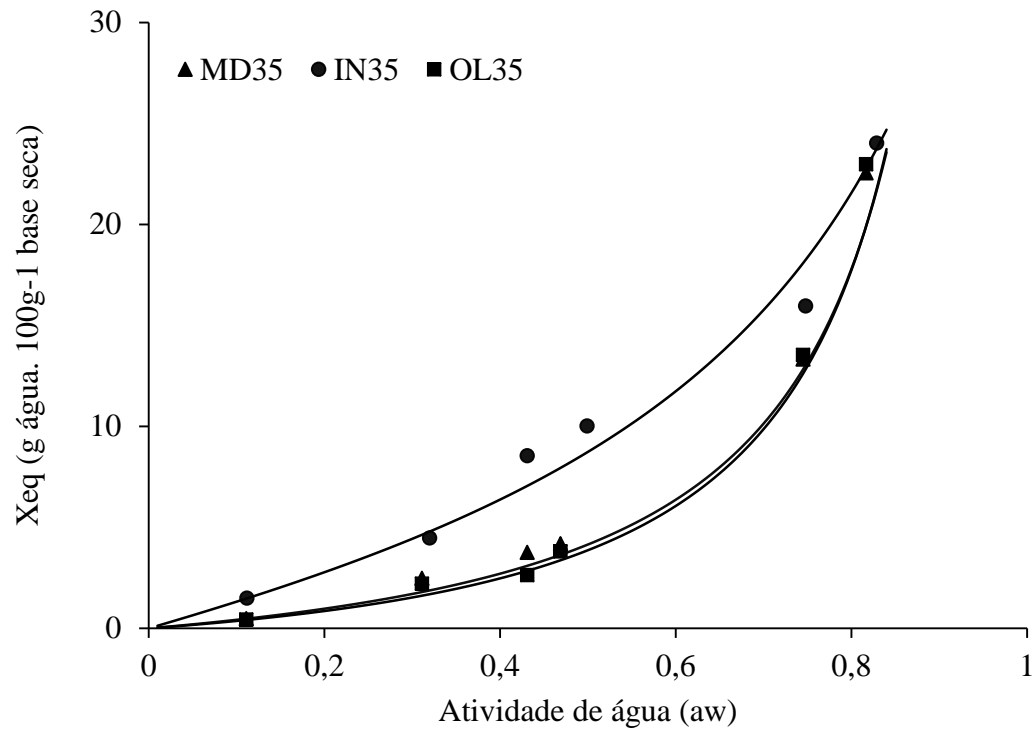
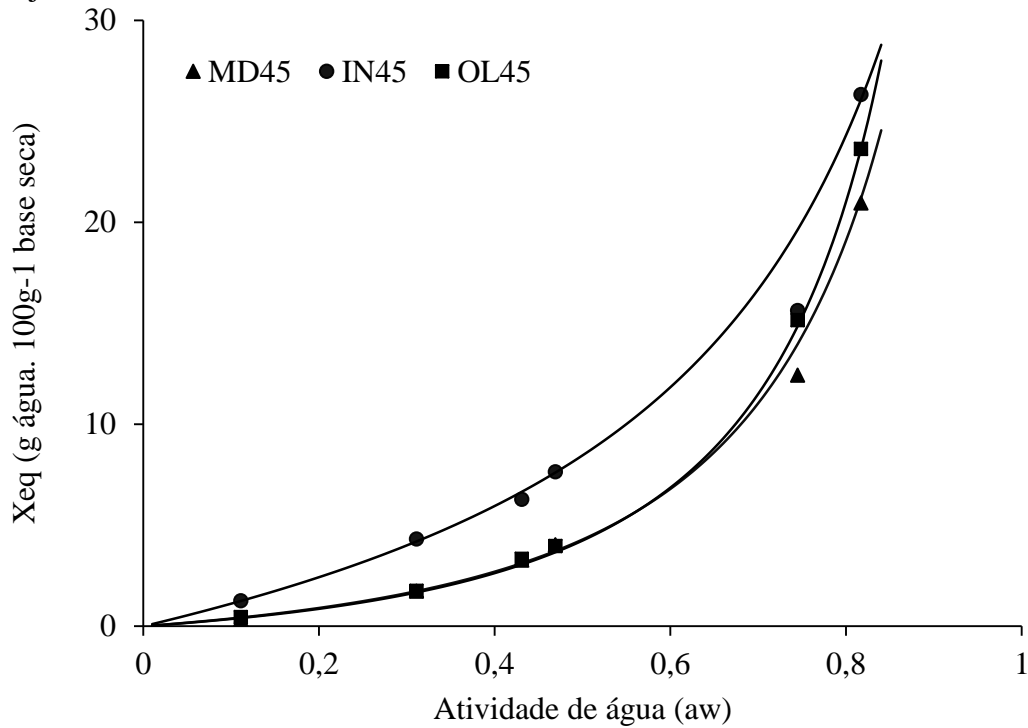


Figura 3c- Isotermas de adsorção dos extratos de camu-camu encapsulados, ajustadas ao modelo de GAB a 45°C.



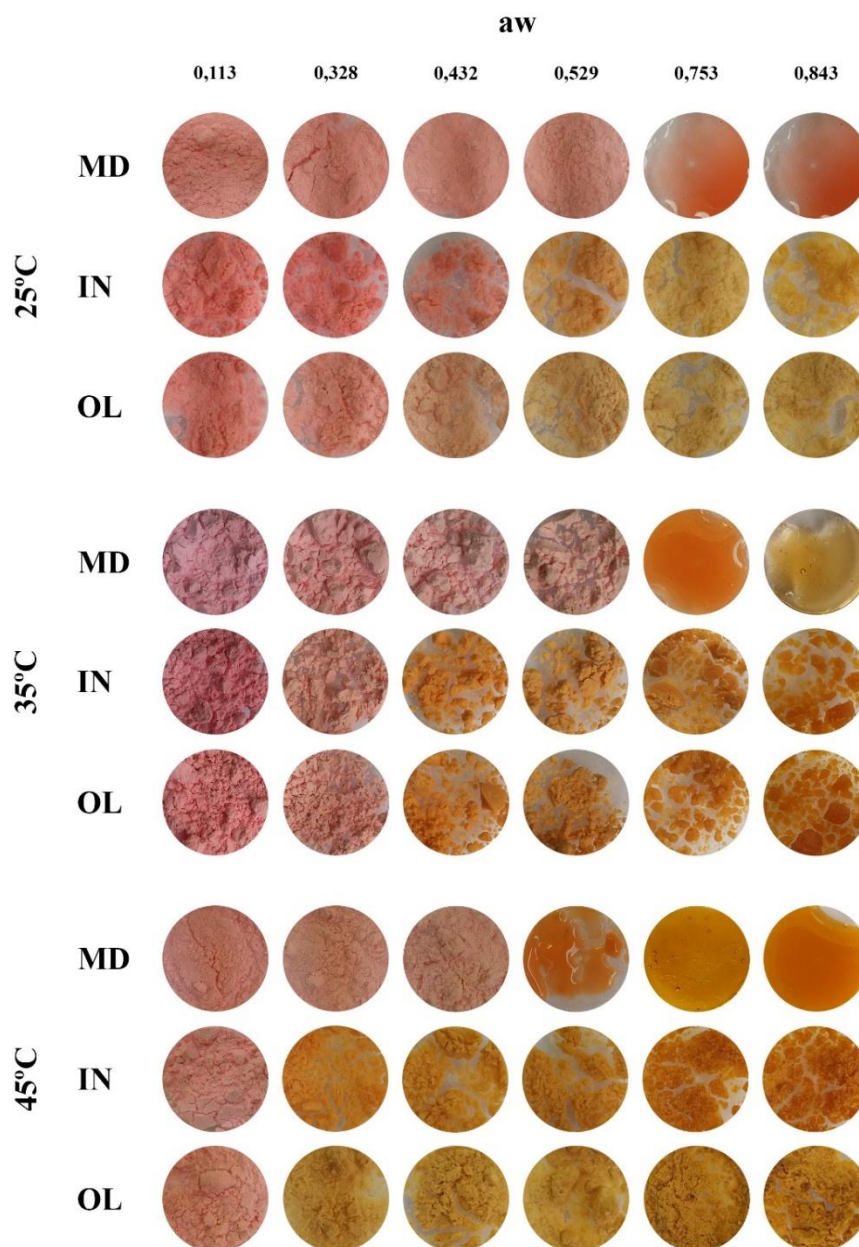
Algumas mudanças nas características físicas dos pós armazenados em diferentes umidades relativas foram observadas para todos os tratamentos (Figura 4). Os pós produzidos com IN e OL apresentaram mudanças físicas no início de aglomeração já na menor aw (0.113), nas temperaturas de 25°C e 35°C. Somente o tratamento com MD que visivelmente permaneceu no estado vítreo na faixa de aw entre 0.113 – 0.529 na temperatura de 25°C. Esses resultados reforçam a importância de se avaliar o efeito da umidade no comportamento de cada material, dado que a mudança de fase em função da sorção de umidade é característica de cada biopolímero (FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014).

No geral, em ambientes com atividade de água mais elevada, as transformações foram mais evidentes. Resultados semelhantes foram observados em suco de açaí encapsulado com goma arábica, maltodextrina e amido de tapioca (TONON et al., 2009). Ainda, segundo os autores, o

aumento da umidade relativa de armazenamento provoca uma redução na temperatura de transição vítrea dos alimentos, promovendo alterações físico-química e estruturais, tais como pegajosidade, colapso, transformações do estado amorfo para cristalino, bem como as taxas de escurecimento não enzimático.

Com base nos resultados obtidos, sugere-se que a MD é um aditivo adequado para a encapsulação de compostos ativos secos por atomização devido à baixa higroscopicidade apresentada comparada à IN e OL. No entanto, o efeito prebiótico e comprovada resistência ao trato gastrointestinal (BEIRÃO-DA-COSTA et al., 2013b) da IN e OL tornam-os atrativos, uma vez que maior quanto resistência ao trato digestivo, maior a biodisponibilidade dos compostos ativos ao organismo.

Figura 4- Características físicas dos extratos de camu-camu encapsulados, submetidos às diferentes umidades relativas e temperaturas.



MD: Maltodextrina; IN: Inulina; OL: Oligofrutose.



### 3.3 Estabilidade ao armazenamento

A vida de prateleira dos alimentos pode ser estimada através da determinação dos parâmetros cinéticos de degradação. A taxa constante de degradação ( $k$ ) e o tempo de meia-vida ( $t^{1/2}$ ) são parâmetros comumente utilizados para estimar a vida útil de frutas e vegetais quanto à qualidade nutricional e sensorial (TAOUKIS, LABUZA, & SAGUY, 1997). Fatores como tempo, temperatura e umidade são determinantes na qualidade dos alimentos, pois podem acelerar processos de degradação de certos nutrientes e pigmentos, e alterar as propriedades nutritivas e sensoriais (KIM et al., 2018).

A Tabela 4 apresenta os valores da  $k$  e  $t^{1/2}$  dos compostos bioativos dos extratos de camu-camu encapsulados e liofilizado, quando submetidos às temperaturas de armazenamento de 25°C e 45°C e umidades relativas variando de 22%, 51% e 75%. A degradação do ácido ascórbico (AA), compostos fenólicos (CF), antocianinas (AN) e atividade antioxidante (DPPH), seguiram uma cinética de primeira ordem ( $0,89 < R^2 < 0,98$ ). Os valores de  $k$  e  $t^{1/2}$  exibiram uma forte dependência da temperatura e umidade relativa (UR) de armazenamento. Sendo assim, para todos os tratamentos, quando as amostras foram armazenadas em temperaturas e UR elevadas, maiores foram as taxas de degradação e conseqüentemente menores os  $t^{1/2}$  dos compostos bioativos e da atividade antioxidante dos extratos de camu-camu em pó. Esse comportamento é esperado, uma vez que, os compostos bioativos presentes no extrato de camu-camu são sensíveis à temperatura e UR elevadas (SILVA; PINEDO; KIECKBUSCH, 2005).

Tabela 4- Valores de  $k$  e  $t^{1/2}$  para o ácido ascórbico (AA), compostos fenólicos (CF), antocianinas (AN) e atividade antioxidante (DPPH) dos extratos de camu-camu em pó.

	Trat.	T (°C)	$k \times 10^{-2}$ (dias <sup>-1</sup> )			$t^{1/2}$ (dias)			
			22%	51%	75%	22%	51%	75%	
AA	CEL	25	5,8	6,7	7,5	11,9	10,4	9,3	
		45	5,9	6,4	15,8	11,7	10,8	4,4	
	MD	25	1,4	3,6	4,1	49,7	19,2	16,8	
		45	4,1	5,8	10,6	17,1	12,0	6,5	
	OL	25	3,0	3,5	5,5	22,9	19,8	13,3	
		45	3,6	5,5	12,4	19,3	12,5	5,6	
	IN	25	3,1	4,7	5,6	22,4	14,7	12,5	
		45	4,2	5,4	13,1	16,5	12,7	5,3	
	CF	CEL	25	5,3	7,2	11,7	13,2	9,6	5,9
			45	6,0	7,9	12,5	11,6	8,7	5,5
		MD	25	4,9	5,7	8,6	14,1	12,1	8,0
			45	2,9	4,3	12,1	24,0	16,0	5,7
OL		25	3,6	6,6	10,4	19,4	10,5	6,7	
		45	4,5	6,7	7,1	15,3	10,4	9,8	
IN		25	4,0	7,0	10,8	17,1	9,9	6,4	
		45	4,7	6,9	8,2	14,9	10,1	8,4	
AN		CEL	25	2,2	3,2	3,8	32,7	21,4	18,1
			45	2,9	4,2	5,1	23,5	16,5	13,5
		MD	25	1,1	1,6	2,2	62,5	44,0	31,8
			45	1,9	2,5	3,3	35,9	27,4	21,0
	OL	25	1,4	1,8	2,4	50,2	37,5	28,3	
		45	2,2	3,0	3,8	31,4	23,4	18,4	
	IN	25	1,4	1,6	2,2	61,0	43,3	31,5	
		45	2,0	2,9	3,9	35,4	23,9	18,0	
	DPPH	CEL	25	3,8	4,9	7,4	18,1	14,2	9,3
			45	6,2	8,6	9,8	11,2	8,0	7,0
		MD	25	3,0	2,5	4,3	29,1	27,4	16,2
			45	2,4	4,9	6,6	23,0	14,1	10,5
OL		25	2,2	1,9	3,7	32,0	36,8	18,6	
		45	3,8	4,9	8,5	18,4	13,9	8,1	
IN		25	2,4	4,2	6,0	28,7	16,2	11,6	
		45	4,1	5,5	8,9	16,8	12,6	7,7	

### 3.3.1 Ácido ascórbico

A alta capacidade antioxidante dos frutos de camu-camu está associada principalmente aos elevados níveis de ácido ascórbico (AA) (FRACASSETTI et al., 2013a). A degradação de AA em alimentos depende de fatores como oxigênio, luz, atividade de água, presença de íons metálicos como  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Fe}^{3+}$ , temperatura e tempo de armazenamento (ÖZDEMIR; GÖKMEN, 2015). Além da perda do valor nutricional, a degradação desta vitamina afeta o sabor e cor dos alimentos (WIBOWO et al., 2015). Os parâmetros cinéticos  $k$  e  $t^{1/2}$  apresentados na Tabela 4 mostraram a forte dependência da temperatura e UR na degradação do AA. O aumento da temperatura de armazenamento de  $25^{\circ}\text{C}$  para  $45^{\circ}\text{C}$  provocou maior degradação do AA, com uma redução no  $t^{1/2}$  e um aumento na velocidade de degradação ( $k$ ) para todos os tratamentos. Isso pode ser explicado devido à sensibilidade do AA ao calor (REMINI et al., 2015). Segundo Qiu et al. (2018), o ácido ascórbico é facilmente oxidado em ácido dehidroascórbico, e a taxa de hidrólise do ácido dehidroascórbico aumenta consideravelmente com o aumento da temperatura. Resultados semelhantes foram encontrados em estudos de cinética de degradação do ácido ascórbico em suco de laranja (REMINI et al., 2015) e frutos de camu-camu (SILVA; PINEDO; KIECKBUSCH, 2005) armazenados em diferentes temperaturas.

O aumento na umidade relativa também provocou maior degradação do AA, no qual os maiores valores de  $k$  e menores  $t^{1/2}$  foram observados em UR de 75%, sugerindo maior instabilidade do AA sob condições de UR elevadas. O aumento da UR pode tornar a reação de degradação mais fácil, provocando uma diminuição na viscosidade do pó, maior mobilidade molecular no interior das partículas, maior difusão de água e com isso facilitando as reações físico-químicas de degradação (HOYOS-LEYVA et al., 2018). Resultados semelhantes foram observados por (LEE; LABUZA, 1975) e (PALMA-RODRIGUEZ et al., 2013) no estudo da degradação do AA submetido a diferentes umidades relativas de armazenamento.

Nota-se que as maiores velocidades de degradação ( $k$ ) e menores  $t^{1/2}$  ocorreram para o extrato de camu-camu liofilizado (CEL) em todas as condições estudadas. A estrutura porosa de produtos liofilizados facilitam a entrada de oxigênio, degradando o AA em ácido dehidroascórbico,

e esta reação é seguida por clivagem do anel e a adição de H<sub>2</sub>O para formar o ácido 2,3-diceto-L-gulônico, composto sem atividade vitamínica (SMOOT; NAGY, 1980).

Também, é importante observar que o material encapsulante afeta a taxa de degradação do AA. A MD diminuiu a velocidade de degradação do AA e aumentou o  $t^{1/2}$  do extrato de camu-camu encapsulado, seguido da OL e IN. A inulina apresentou maior taxa de degradação do AA comparado a OL. O maior grau de polimerização da IN pode influenciar na maior capacidade de absorção de água na superfície dos pós, com isso promover um aumento da quantidade de moléculas de água que vão favorecer a degradação do AA (HOYOS-LEYVA et al., 2018). A MD tem excelente propriedade de ligação a nutrientes, o que pode ser observado pelos maiores  $t^{1/2}$  e menores taxa de degradação. Outro fator contribuinte para esse resultado é que a MD com DE mais elevado (< 20) leva à produção de partículas mais densas, promovendo menor espaço entre elas, dificultando a entrada de oxigênio e umidade (SUN-WATERHOUSE; WATERHOUSE, 2014). Além disso, as maltodextrinas são menos higroscópicas quando comparadas com as inulinas, fazendo com que a quantidade de água livre nas superfícies das partículas sejam reduzidas, promovendo maior estabilidade às reações de degradação (CAMPELO et al., 2017a). Alguns autores observaram que o uso de MD proporcionou maior estabilidade ao armazenamento de compostos bioativos contidos em extratos de beterraba e açafrão (CHRANIOTI; NIKOLOUDAKI; TZIA, 2015) e suco de açaí (TONON; BRABET; HUBINGER, 2010).

A menor degradação do ácido ascórbico para todos os tratamentos foi na condição de armazenamento a 25°C e 22% de umidade relativa. Nessa condição, ao final do armazenamento, o tratamento com MD apresentou a maior retenção de AA, chegando a 71%, seguido do tratamento com OL (46%) e IN (43%). O extrato de camu-camu liofilizado sem adição de agente encapsulante apresentou a menor retenção (21%) de ácido ascórbico.

De forma geral, a encapsulação aumentou efetivamente o  $t^{1/2}$  e diminuiu a velocidade de degradação do AA no extrato de camu-camu ao longo do armazenamento, sugerindo que essa técnica é uma estratégia eficaz para aumentar a estabilidade dos compostos bioativos contidos em frutas e vegetais.

### 3.3.2 Compostos fenólicos

Dentre os principais compostos fenólicos encontrados em frutos de camu-camu, destacam-se majoritariamente as antocianinas, além de lutenina, miricetina, ácido gálico, catequina, ácido vanílico, ácido siríngico, ácido elágico e quercetina (FRACASSETTI et al., 2013a; ZANATTA; MERCADANTE, 2007), os quais podem ser relacionados com as características de cor, sabor e adstringência nos frutos.

A degradação dos compostos fenólicos dos extratos de camu-camu liofilizado e encapsulados ocorreu mais rapidamente com o aumento da temperatura e umidade relativa de armazenamento. Os valores dos parâmetros cinéticos  $k$  e  $t^{1/2}$  mostram a forte dependência da temperatura e UR no teor de compostos fenólicos. As perdas de compostos fenólicos nos extratos de camu-camu podem estar associadas a dois grandes fatores: reação de hidrólise e oxidação. O aumento da temperatura e UR de armazenamento favoreceram as reações de hidrólise dos compostos fenólicos, assim como o oxigênio pode ter induzido a polimerização de compostos fenólicos em estruturas oligoméricas e poliméricas, via oxidação mediada por radical (LAINE et al., 2008). A degradação de compostos fenólicos é causada principalmente por oxidação, clivagem de ligações covalentes ou reações de oxidação aumentadas devido ao processamento térmico. A oxidação dos compostos fenólicos pode resultar na formação de quinonas e seus polímeros, e outros produtos ainda desconhecidos (LAINE et al., 2008). Resultados semelhantes foram encontrados nos estudos sobre a cinética de degradação da atividade antioxidante e compostos fenólicos totais em purê de kiwi armazenados em um intervalo de temperatura de 5°C a 45 °C (KIM et al., 2018), em que o aumento da temperatura de armazenamento reduziu significativamente o  $t^{1/2}$  e aumentou a taxa de degradação tanto dos compostos fenólicos totais como a atividade antioxidante de purê de kiwi. O mesmo pôde ser observado no estudo com polpa de morango, no qual os autores relataram aumento nos valores de  $k$  e menores  $t^{1/2}$  quando a temperatura foi aumentada de 60°C para 90°C (ÖZŞEN; ERGE, 2013). O aumento da umidade relativa também influenciou na redução dos compostos fenólicos de extrato de amora preta microencapsulado (LAINE et al., 2008).

A encapsulação aumentou a estabilidade dos compostos fenólicos, apesar das perdas terem sido observadas, até mesmo nas condições de menor temperatura (25°C) e umidade relativa (22%) de armazenamento. Para todos os tratamentos, o  $t^{1/2}$  dos compostos fenólicos foi reduzido à medida que houve um aumento da temperatura e UR de armazenamento, no entanto os menores  $t^{1/2}$  foram para o CEL. Esses resultados indicam que o tempo necessário para reduzir em 50% o conteúdo de compostos fenólicos totais no CEL foi menor, comparado aos extratos encapsulados com MD, OL e IN. Os agentes encapsulantes agem como barreiras para os compostos fenólicos das condições adversas, retardando o processo de degradação (TAYLOR et al., 2014).

Com relação aos materiais encapsulantes, na condição de armazenamento a 25°C e 22% de UR, o extrato encapsulado com MD apresentou menores  $t^{1/2}$  e maiores velocidades de degradação, comparados com os extratos encapsulados com OL e IN. No entanto, com o aumento da temperatura e umidade relativa de armazenamento, a MD promoveu maior proteção aos compostos fenólicos, com maiores  $t^{1/2}$ . Com o aumento da temperatura e UR de armazenamento, a estrutura amorfa da MD pode se tornar cristalina. A forma cristalina apresenta em sua estrutura um arranjo ordenado de moléculas alinhadas (termodinamicamente mais estável) dificultando a difusão de oxigênio e água, e desta forma, retardando as reações de degradação (LAINE et al., 2008).

A retenção de compostos fenólicos ao final do armazenamento nas condições de 22 % de umidade relativa e temperatura de 25°C, comparada ao ácido ascórbico, foi muito menor, para todos os tratamentos. A maior retenção ocorreu para o extrato encapsulado com OL (53%), seguido pela IN (52%) e MD (45%). E como já esperado, a menor retenção foi para o CEL (33%). Entretanto, quando aumentou-se a temperatura para 45°C e umidades relativas de 51% e 75% o tratamento com MD promoveu maior retenção de compostos fenólicos comparada com IN e OL.

### **3.3.3 Antocianinas**

As antocianinas são os pigmentos encontrados em maior quantidade nas cascas dos frutos de camu-camu, predominantemente cianidina-3-glicosídeo (88 – 89.5 %) e em menor quantidade delphinidina-3-glicosídeo (4.2 – 5.1 %) (FRACASSETTI et al., 2013a; ZANATTA et al., 2005).

Conhecer a cinética de degradação das antocianinas pode evitar a perda de coloração característica desses compostos e das suas propriedades funcionais. Os parâmetros cinéticos  $k$  e  $t^{1/2}$  das antocianinas para todos os tratamentos são apresentados na Tabela 4. O aumento da temperatura levou a uma maior degradação das antocianinas, o que era de certa forma esperado, uma vez que esses pigmentos são termicamente sensíveis. O efeito negativo do aumento da temperatura na estabilidade das antocianinas foi observado por outros pesquisadores. Em estudos sobre a estabilidade de antocianinas em extrato de amora Yingngam et al. (2018) observaram uma taxa de degradação maior desse pigmento, quando as amostras foram armazenadas a 45° C comparado às temperaturas de 25°C e 4°C. A estabilidade das antocianinas em micropartículas de extrato de corozo foi avaliada por um período de 40 dias nas temperaturas de 18°C, 50°C e 70°C, e verificou-se a influência negativa do aumento da temperatura de armazenamento na degradação das antocianinas (OSORIO et al., 2010).

A degradação das antocianinas pelo calor se inicia por meio da hidrólise das ligações glicosídicas. A hidrólise promove a perda de radicais glicosila e a formação da forma mais instável das antocianinas, induzindo à mudança de cor (FREDES et al., 2018). O aumento na UR e temperatura de armazenamento, também promoveram maior degradação das antocianinas para todos os tratamentos. No entanto, comparando-se os resultados observados para o extrato de camu-camu liofilizado (CEL) com os extratos encapsulados, observa-se que a retenção de antocianinas foi bem maior nos pós produzidos com a adição de agentes encapsulantes, que apresentaram tempos de meia-vida consideravelmente superiores ao CEL. Enquanto o tempo necessário para a degradação de 50% das antocianinas presentes nos extratos de camu-camu encapsulados, por exemplo, estocados a 25°C e umidade relativa de 22%, varia entre 62 a 50 dias, no CEL essa degradação ocorre em cerca de 32 dias. Esses resultados sugerem a importância da utilização dos agentes carreadores e, embora o processo de liofilização seja conduzido a uma temperatura inferior à secagem por atomização, a estabilidade das antocianinas, foi menor em comparação aos extratos encapsulados. A estrutura porosa do CEL pode ter facilitado a difusão de oxigênio para o interior das partículas, provocando maior reação de oxidação. Resultados semelhantes foram encontrados

no estudo da estabilidade da antocianina de extrato de pétala de açafraão com e sem adição de agente encapsulante. As amostras foram armazenadas a 35 °C por um período de 12 semanas, e verificou-se maior degradação das antocianinas no extrato que não continha agente encapsulante (MAHDAVEE KHAZAEI et al., 2014).

No que diz respeito aos agentes encapsulantes utilizados, as partículas produzidas com MD apresentaram maiores  $t^{1/2}$  para todas as condições estudadas. A menor degradação das antocianinas no extrato de camu-camu produzido com MD pode estar relacionada pela menor capacidade desse carboidrato em absorver água comparado à IN e OL. Esse fenômeno pôde ser percebido através dos estudos das isoterms de adsorção. Sendo assim, com baixa atividade de água, menor é mobilidade molecular, dificultando a ocorrência de reações de hidrólise e oxidação (TONON; BRABET; HUBINGER, 2010).

A retenção das antocianinas ao final do armazenamento a 25°C e umidade relativa de 22% comparada à retenção do ácido ascórbico, foi mais satisfatória. Entre os extratos encapsulados, a maior retenção foi no extrato obtido com MD (74%), seguido pelo obtido com IN (72%) e OL (67%). O extrato sem adição de agente encapsulante apresentou uma retenção 56%.

#### **3.3.4 DPPH**

Antioxidantes naturais podem ser encontrados em frutas e vegetais e são utilizados para prevenir a deterioração e rancidez em alimentos decorrentes da auto-oxidação. Frutos de camu-camu são conhecidos pela alta capacidade antioxidante, atribuída principalmente aos elevados níveis de compostos fenólicos e ácido ascórbico (FRACASSETTI et al., 2013a).

A taxa de velocidade de degradação e o  $t^{1/2}$  para a atividade antioxidante (DPPH) seguiram a mesma tendência apresentada pelo teor de compostos fenólicos, antocianinas e ácido ascórbico, confirmando a relação existente entre esses compostos bioativos e a atividade antioxidante presente no extrato de camu-camu.

Os resultados mostram que para todos os tratamentos, houve uma redução da atividade antioxidante em função do aumento da temperatura e UR de armazenamento. O decréscimo da



atividade antioxidante nessas condições está relacionado com a maior degradação dos compostos bioativos presentes no extrato de camu-camu. Resultados semelhantes foram encontrados em estudos de suco de tamarillo microencapsulado (RAMAKRISHNAN et al., 2018), em que o aumento da temperatura de armazenamento de 4°C para 25°C resultou em uma diminuição significativa da atividade antioxidante. Em estudos sobre o efeito da temperatura e tempo de armazenamento na atividade antioxidante e teor de antocianinas em mirtilo selvagem em pó Fracassetti et al. (2013b) observaram um decréscimo da atividade antioxidante dos pós, à medida que aumentou-se a temperatura de 25°C até 80°C. O efeito da UR e o tempo de armazenamento nos compostos bioativos e propriedades funcionais de toranja em pó foram estudados por Moraga et al. (2012) no qual, foi observado que o aumento da UR de armazenamento reduziu a atividade antioxidante. Os autores referiram que o aumento da taxa de reações de degradação, que reduziu a atividade antioxidante do pó de toranja, estão relacionados às perdas de compostos antioxidantes encontrados na fruta, como ácidos orgânicos, vitamina C, flavonoides e compostos fenólicos totais. Eles ainda constataram que em menor teor de umidade relativa, o estado vítreo da matriz amorfa é garantido, evitando, assim, um aumento na taxa de degradação dos compostos bioativos presentes no pó, o que contribui significativamente para uma maior capacidade antioxidante. Observaram também que o aumento do teor de água na amostra pode provocar a mudança de estado vítreo para o estado gomoso, e com isso facilitar as reações de degradação. Em condições de alta umidade relativa, o produto desidratado absorve água, causando a diminuição no valor da temperatura de transição vítrea, resultando em processos indesejáveis como aglomeração, cristalização e pegajosidade nos mesmos (JANISZEWSKA-TURAK et al., 2017). Isso explica a menor taxa de degradação e maiores  $t^{1/2}$  dos extratos de camu-camu em pó quando armazenados em menor umidade relativa (22%), comparados ao armazenamento a 51% e 75%.

Comparando-se os resultados observados para o extrato de camu-camu liofilizado sem agente encapsulante (CEL) e encapsulados com MD, IN e OL, observa-se que a capacidade antioxidante foi bem maior nos produtos com a adição de agentes encapsulantes, que apresentaram  $t^{1/2}$  consideravelmente superiores ao CEL.

Entre os extratos de camu-camu encapsulados, observa-se que em menor temperatura (25°C) e umidade relativa (22%), os maiores  $t^{1/2}$  foram respectivamente para o extrato obtido com OL, MD e IN. No entanto, com o aumento da temperatura e umidade relativa de armazenamento, a MD apresentou maior proteção à atividade antioxidante. Esse comportamento pôde ser observado para todos os compostos avaliados, ou seja, a MD tem maior capacidade de proteção aos compostos bioativos e atividade antioxidante quando expostos em condições de armazenamento com alta temperatura e umidade relativa. Como já mencionado, em maiores UR e temperatura, a MD passa por uma mudança de fase, em que sua estrutura amorfa, torna-se cristalina, como pode ser observado pela Figura 4. Essa mudança de fase pode ter promovido maior proteção aos compostos contra o oxigênio. Saavedra-Leos et al. (2015) no estudo das propriedades físicas de maltodextrinas quando submetidas em atividades de água de 0,07 a 0,75, observaram mudança de fase em atividade de água a partir de 0,434.

Com relação à retenção da atividade antioxidante durante o armazenamento a 25°C e umidade relativa de 22%, a menor retenção foi para o CEL (32%) seguido pelo tratamento com MD (45%) e OL e IN apresentaram a mesma capacidade de retenção (53%).

### **3.3.5 Estabilidade de cor**

A cor é um dos atributos mais importantes que determina a qualidade de produtos alimentícios e o seu valor comercial. A cor característica das cascas do camu-camu é devida a compostos bioativos, principalmente às antocianinas (vermelho-roxo) como cyanidina-3-glucosídeo e delphinina-3-glicosídeo, e alguns carotenoides (amarelo-alaranjado), entre eles, violaxantina, luteína,  $\beta$ -caroteno e, (FRACASSETTI et al., 2013a; ZANATTA; MERCADANTE, 2007).

O monitoramento da diferença total de cor durante o armazenamento é importante, em virtude de sua relação com a formação de pigmentos escuros em reações de escurecimento não enzimático, responsáveis por alterações na coloração de diversas frutas e seus derivados. O

aumento da diferença total de cor, significa que o produto perdeu a coloração característica da amostra inicial (JANISZEWSKA; JEDLIŃSKA; WITROWA-RAJCHERT, 2015).

O extrato de camu-camu em pó apresenta possibilidades para ser utilizado na indústria alimentícia. O produto em pó contendo elevado conteúdo de compostos bioativos pode ser empregado para o enriquecimento nutricional de alimentos, como barra de cereal, smoothies, formulações específicas para crianças e idosos, produtos lácteos e de panificação, e suplementos para atletas. Além do enriquecimento nutricional, pode ser utilizado como substituto de corantes artificiais em produtos cárneos, e outros tipos de alimentos.

A variação total de cor ( $\Delta E^*$ ) dos extratos de camu-camu estão apresentados nas Figuras 5a,b,c,d,e,f, calculado para cada tratamento a 25 e 45°C e UR de 22, 51 e 75%, respectivamente. A mudança nos valores de  $\Delta E^*$  foi claramente dependente da temperatura e umidade relativa de armazenamento para todos os tratamentos.

Quando armazenados a 25°C e 22% de umidade relativa (Figura 5a), a maior variação total de cor foi observada para o CEL. Essa maior instabilidade está de acordo com os resultados obtidos através da cinética de degradação, onde o CEL, apresentou menores  $t^{1/2}$ . Nessas condições, os extratos encapsulados apresentaram pouca variação de cor, com uma maior mudança para o tratamento com OL, IN e a menor variação para o tratamento com MD. No entanto, à medida em que aumenta-se a umidade relativa de armazenamento, os valores de  $\Delta E^*$  dos extratos encapsulados, aumentam significativamente, onde a 51% de UR (Figura 5b) os valores de  $\Delta E^*$  ultrapassaram ao do CEL. Mas a 75% de umidade relativa (Figura 5c), mantém-se a maior instabilidade do CEL, comparado aos outros tratamentos.

Maior instabilidade de cor pode ser observada quando os extratos em pó foram submetidos ao armazenamento a 45°C. O efeito negativo do aumento da temperatura pode ser bem notado quando compara-se os valores de  $\Delta E^*$  a 25°C e UR de 22%, exceto para o tratamento com MD, que não sofreu significativa mudança nessa condição. O aumento da umidade relativa de armazenamento também afetou negativamente a cor dos extratos em pó. Ao final do armazenamento a 45°C e umidades relativas de 22%, 51% e 75% (Figuras 5 d, e, f) os extratos

obtidos com OL e IN apresentaram maiores valores de  $\Delta E^*$ , demonstrando maiores variações de cor. Para MD, o mesmo comportamento foi observado, exceto a 22% de UR (Figura 5d).

De acordo Buvé et al. (2018) a  $\Delta E^*$  pode ser usada como indicador para verificar se as mudanças de cor podem ser percebidas pelos seres humanos. E que valores de  $\Delta E^*$  acima de 3,0 a diferença de cor deve ser bem visível para os consumidores. No presente estudo, valores de  $\Delta E^* \leq 3,0$  só foram obtidos para os tratamentos com MD, IN e OL quando armazenados a 25°C e 22% de UR e a 45°C e 22% de UR o tratamento com MD. Esses resultados podem ser bem correlacionados à Figura 6, que representa as mudanças visíveis de coloração ocorridas para todos os tratamentos ao final do armazenamento.

Figura 5a- Valores da  $\Delta E^*$  durante o armazenamento a 25°C e 22% de umidade relativa para CEL, MD, OL e IN.

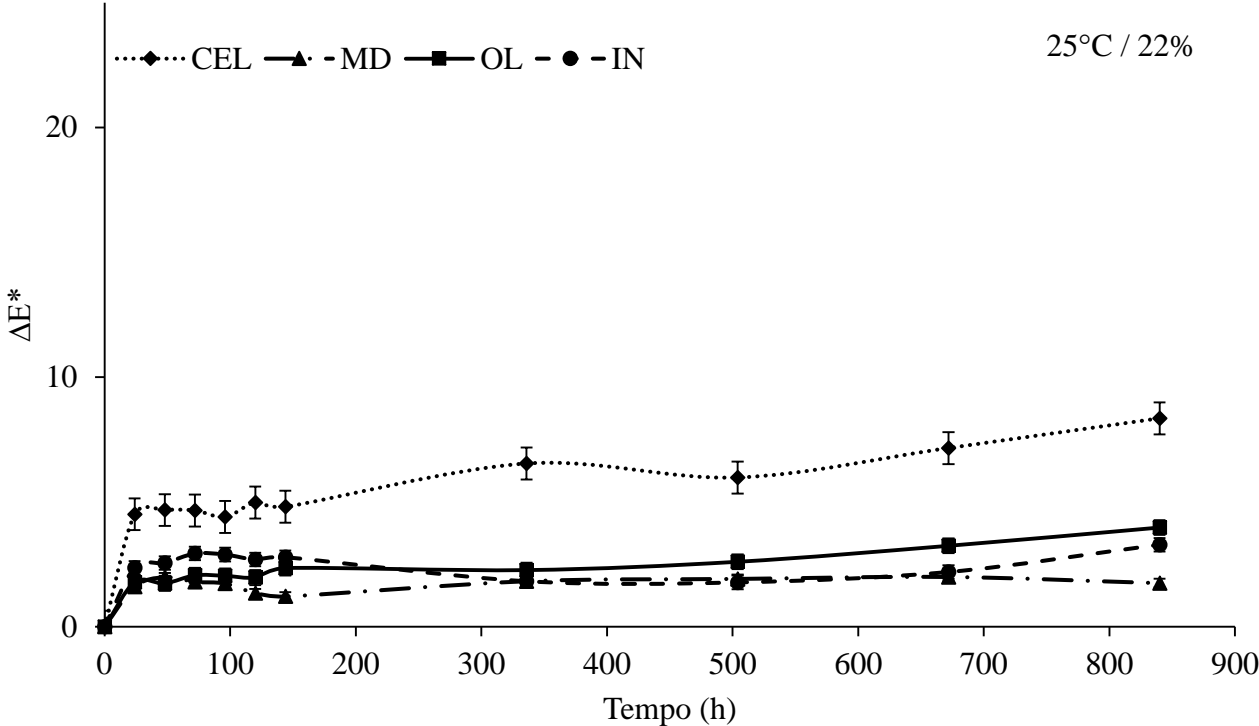


Figura 5b- Valores da  $\Delta E^*$  durante o armazenamento a 25°C e 51% de umidade relativa para CEL, MD, OL e IN.

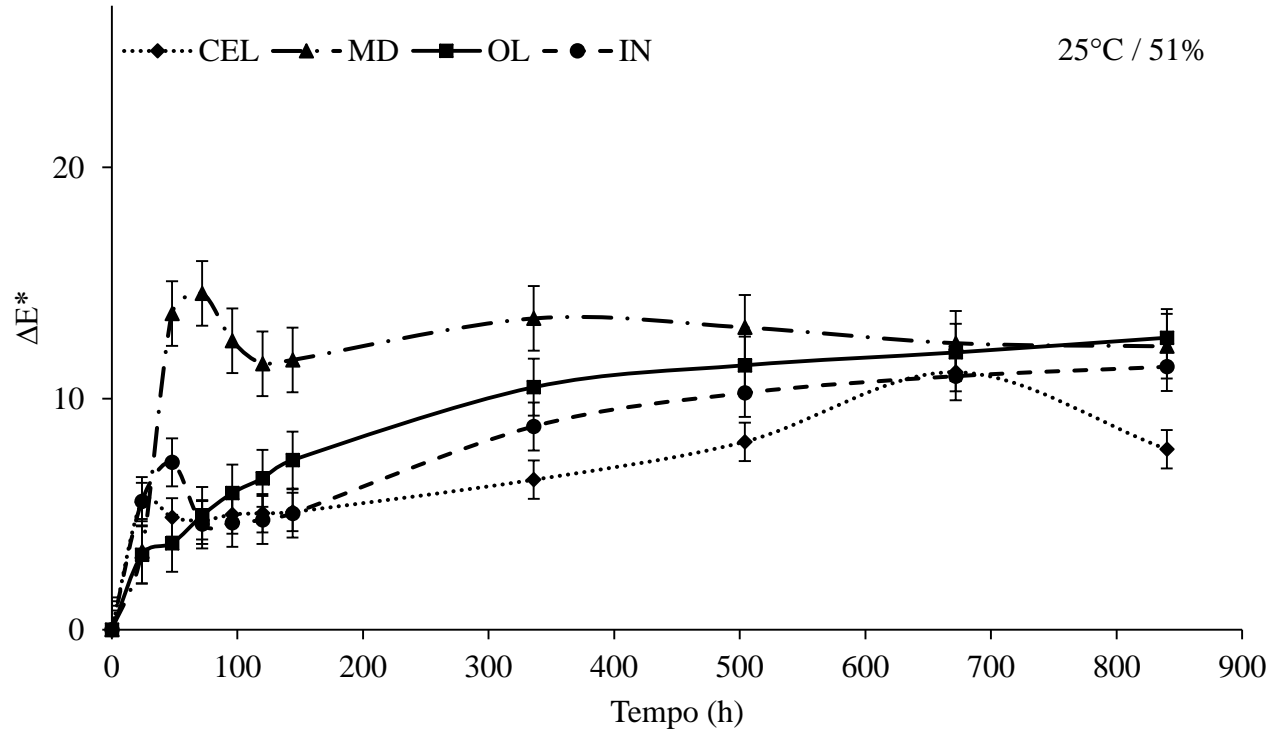


Figura 5c- Valores da  $\Delta E^*$  durante o armazenamento a 25°C e 75% de umidade relativa para CEL, MD, OL e IN.

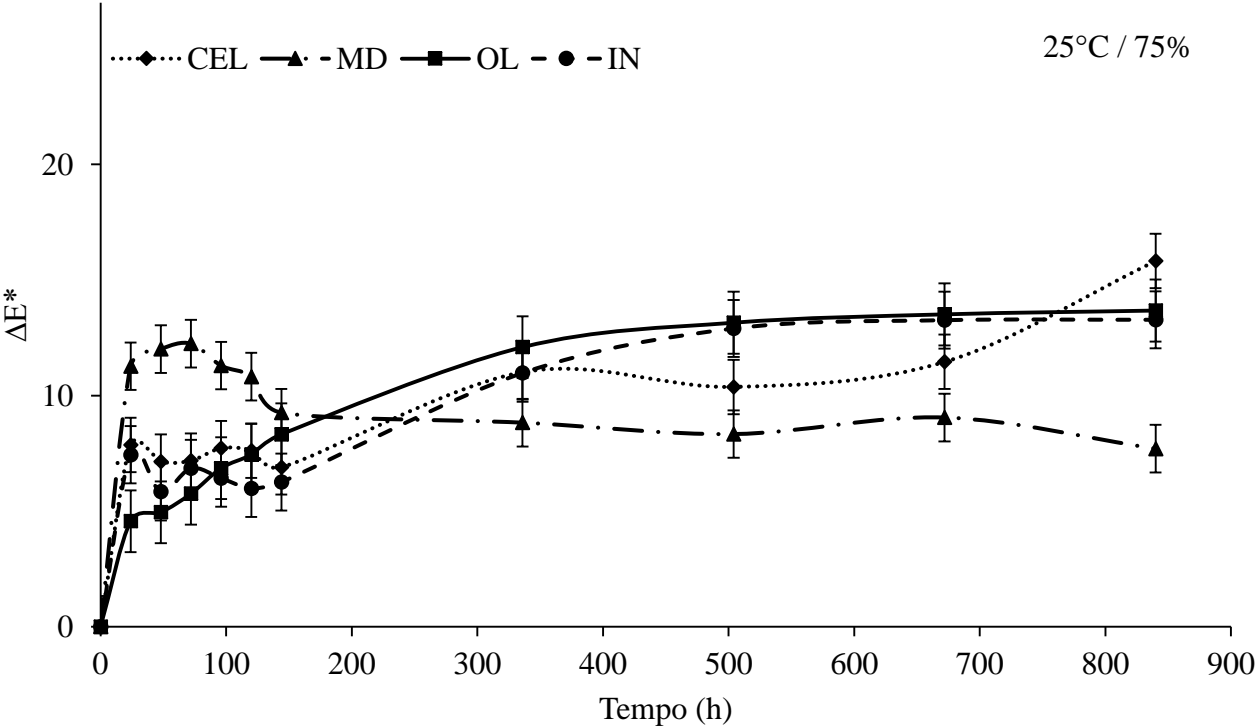


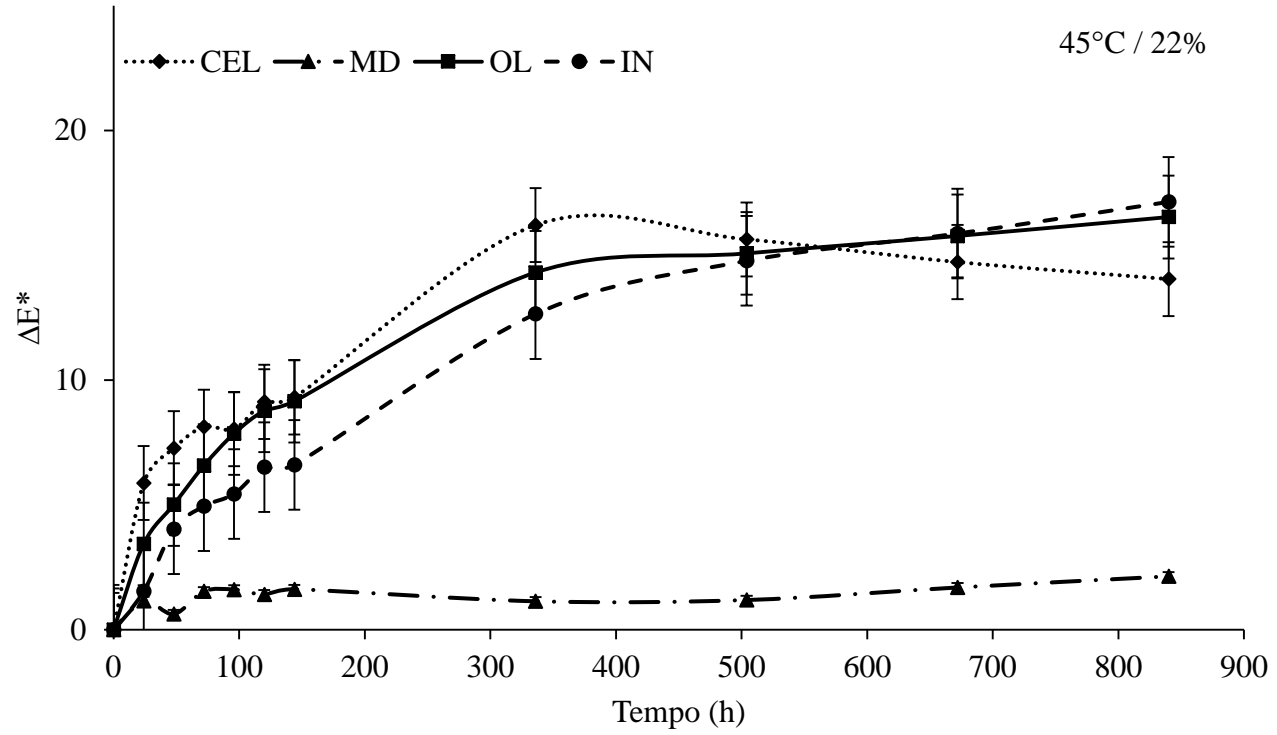
Figura 5d- Valores da  $\Delta E^*$  durante o armazenamento a 45°C e 22% de umidade relativa para CEL, MD, OL e IN.



Figura 5e- Valores da  $\Delta E^*$  durante o armazenamento a 45°C e 51% de umidade relativa para CEL, MD, OL e IN.

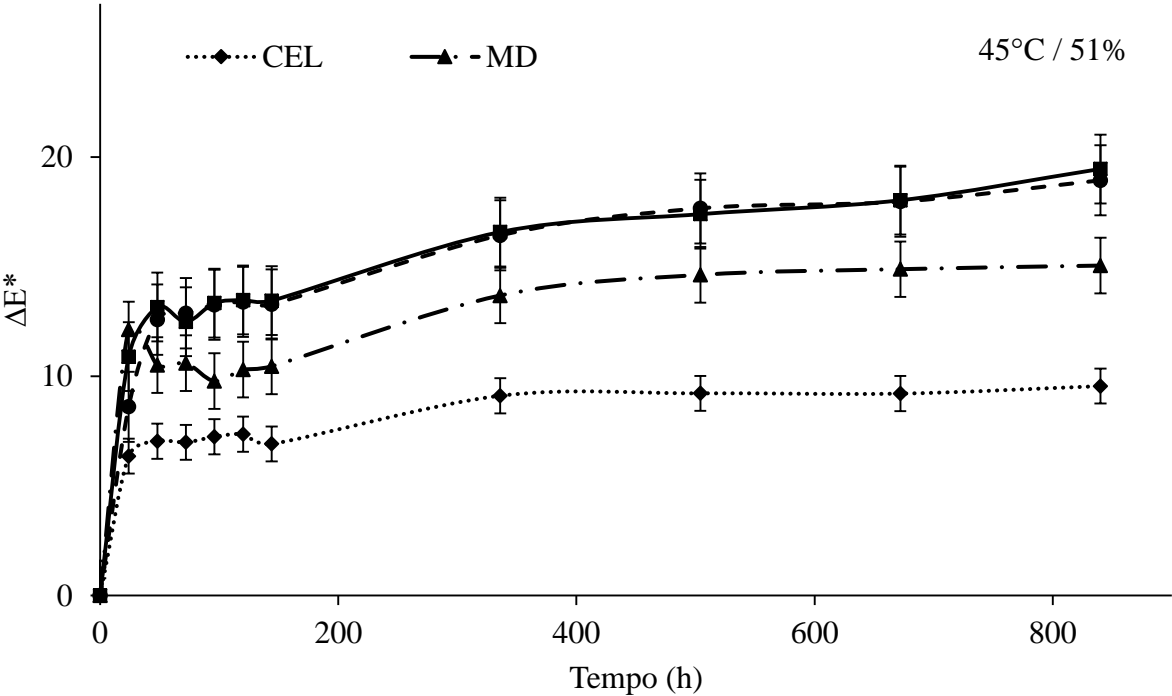
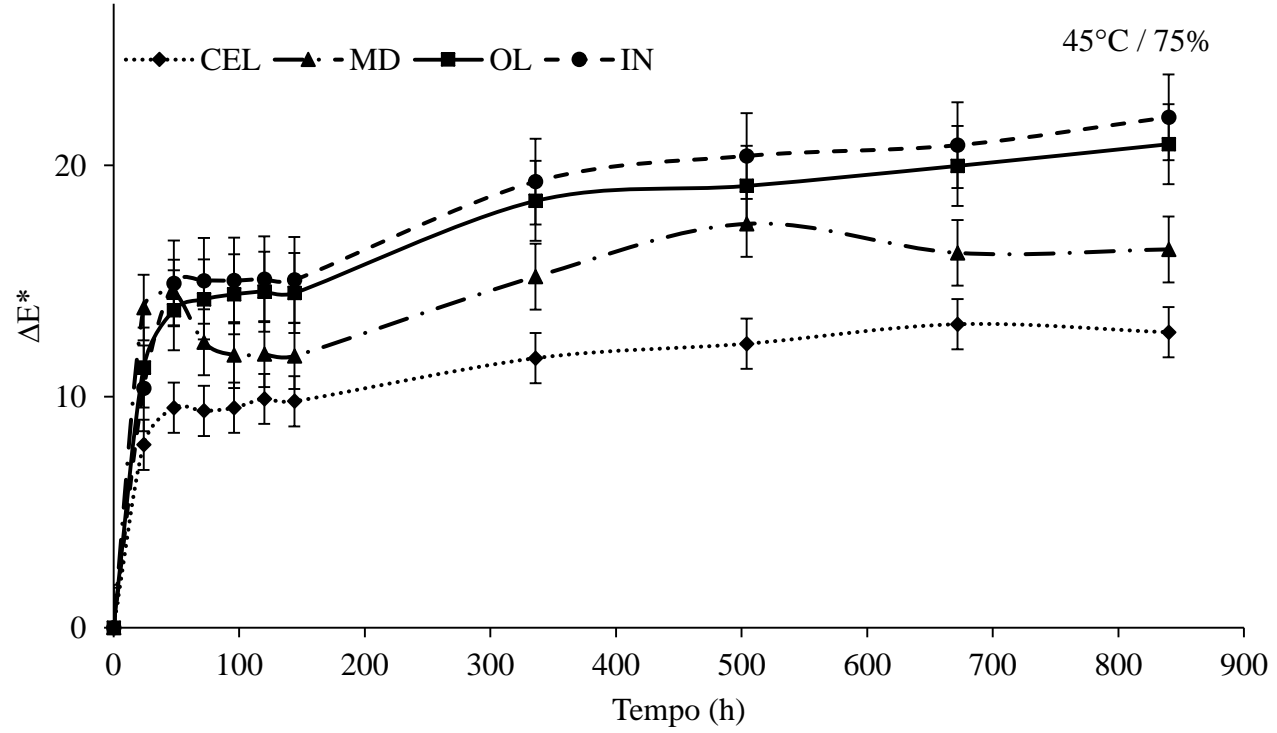


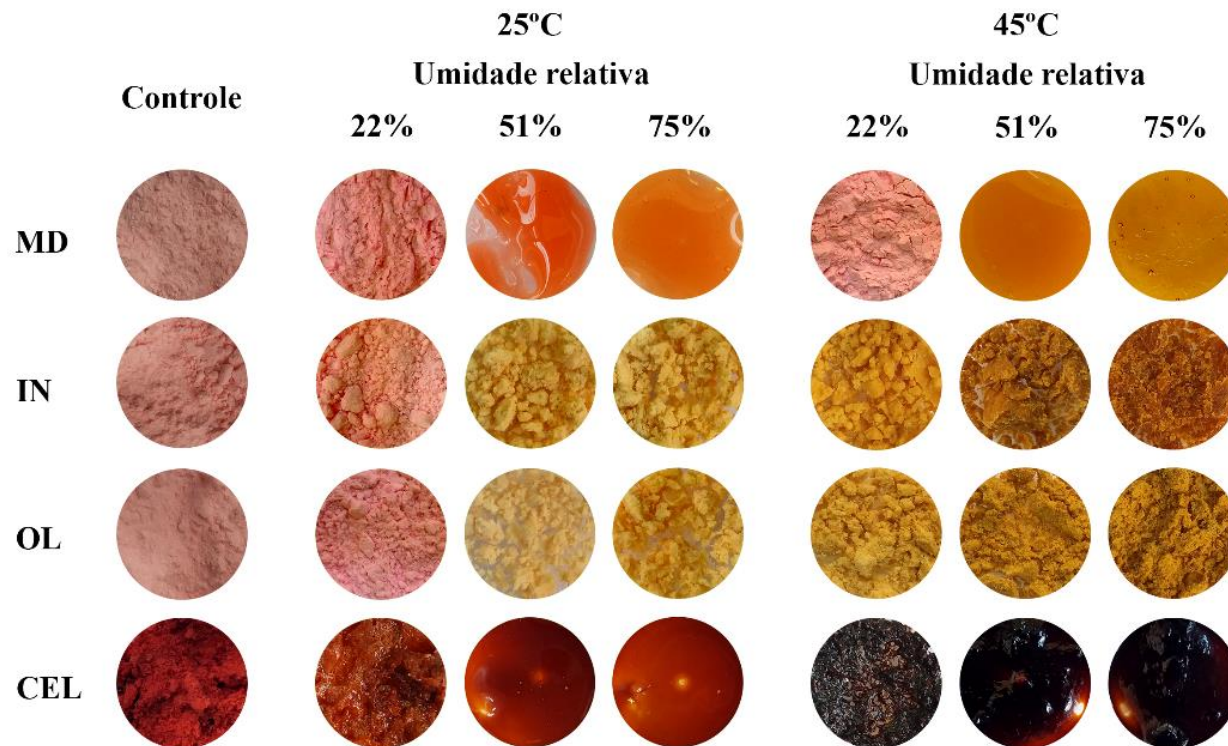
Figura 5f- Valores da  $\Delta E^*$  durante o armazenamento a 45°C e 75% de umidade relativa para CEL, MD, OL e IN.



A mudança de cor dos extratos de camu-camu em pó durante o armazenamento, pode ser atribuída à degradação de ácido ascórbico, compostos fenólicos e antocianinas presentes. Essas degradações podem ser observadas na cinética de degradação.

O ácido ascórbico é o composto majoritário nos frutos de camu-camu, e é responsável não só pelo valor nutricional da fruta, mas também está relacionado com o sabor e às mudanças de cor (YUAN; CHEN, 1998). O escurecimento em sucos e extratos de frutas processados é causado principalmente pela degradação do ácido ascórbico, uma vez que esse é acelerado em valores baixos de pH (pH camu-camu abaixo de 3,0) e altas temperaturas. A degradação do ácido ascórbico produz compostos indesejáveis como o furfural que dão origem a pigmentos escuros responsáveis pela mudança de cor dos extratos (YUAN; CHEN, 1998). Além disso, a degradação térmica das antocianinas promove a formação de enzimas como as glicosidades, que primeiramente vão oxidar outros compostos fenólicos no meio para as formas quinônicas correspondentes, que posteriormente reagirão com as antocianinas, resultando na degradação dessas últimas e conduzindo a produtos de condensação de coloração escura (FREDES et al., 2018). A ocorrência da formação de pigmentos escuros durante o armazenamento, foi percebida em suco de açaí (TONON; BRABET; HUBINGER, 2010) e acerola (RIGHETTO; NETTO, 2005) obtidos pela secagem por atomização.

Figura 6- Coloração dos extratos de camu-camu em pó antes e após 4 semanas de armazenamento a 25°C e 45°C e umidades relativas de 22%, 51% e 75%.



MD: Maltodextrina; IN: Inulina; OL: Oligofrutose; CEL: Extrato de camu-camu liofilizado.

#### **4 CONCLUSÃO**

O uso de agentes encapsulantes melhorou a estabilidade do extrato de camu-camu. A maior retenção dos compostos bioativos e a atividade antioxidante dos extratos em pó antes do armazenamento foi obtida no tratamento com maltodextrina (90% antocianinas, 83% compostos fenólicos, 71% ácido ascórbico e 92% atividade antioxidante). Em relação à estabilidade dos pós ao armazenamento, o aumento da temperatura e umidade relativa foram fatores que a afetaram negativamente. De modo geral, a maltodextrina apresentou resultados mais satisfatórios à estabilidade ao armazenamento dos pós, quando comparada à inulina e oligofrutose.

**Agradecimentos**

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG); ao Laboratório de Microscopia Eletrônica e Análise Ultraestrutural da Universidade Federal de Lavras, pelo fornecimento dos equipamentos e suporte técnico para experimentos envolvendo microscopia eletrônica; à Universidade Federal do Amazonas – UFAM, em especial ao Laboratório de Nanoestruturas Poliméricas (NANOPOL) e ao Laboratório de Tecnologia Farmacêutica por disponibilizarem seus equipamentos para realização de experimentos.

**REFERÊNCIAS**

- AL-MUHTASEB, A. H.; MCMINN, W. A. M.; MAGEE, T. R. A. Moisture Sorption Isotherm Characteristics of Food Products: A Review. **Food and Bioprocess Processing**, v. 80, n. 2, p. 118–128, 2002.
- AL-MUHTASEB, A. H.; MCMINN, W. A. M.; MAGEE, T. R. A. Water sorption isotherms of starch powders: Part 1: Mathematical description of experimental data. **Journal of Food Engineering**, v. 61, n. 3, p. 297–307, 2004.
- ARAÚJO-DÍAZ, S. B. et al. Evaluation of the physical properties and conservation of the antioxidants content, employing inulin and maltodextrin in the spray drying of blueberry juice. **Carbohydrate Polymers**, v. 167, p. 317–325, 2017.
- BEIRÃO-DA-COSTA, S. et al. Inulin potential for encapsulation and controlled delivery of Oregano essential oil. **Food Hydrocolloids**, v. 33, n. 2, p. 199–206, 2013.
- BOONCHU, T.; UTAMA-ANG, N. Optimization of extraction and microencapsulation of bioactive compounds from red grape (*Vitis vinifera* L.) pomace. **Journal of Food Science and Technology**, v. 52, n. 2, p. 783–792, 2013.
- BUVÉ, C. et al. Kinetics of colour changes in pasteurised strawberry juice during storage. **Journal of Food Engineering**, v. 216, p. 42–51, 2018.
- BRUNAUER, S., Emmett, P. H., & Teller, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. **Journal of the American Chemical Society**, v.60, 309, 1938.
- FELIX, P. H. C. et al. Prebiotic carbohydrates: Effect on reconstitution, storage, release, and antioxidant properties of lime essential oil microparticles. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 65, n. 2, p. 445–453, 2017a.
- FELIX, P. H. C. et al. Use of prebiotic carbohydrate as wall material on lime essential oil microparticles. **Journal of Microencapsulation**, v. 34, n. 6, p. 535–544, 2017b.
- CARLOS, L. A.; RESENDE, J. V.; CAL-VIDAL, J. Reduction of Freeze-Dried Powder Hygroscopicity by Inducing Crystallization in Model Fruit Sugar Solutions. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.8, n.2, p. 163–173, 2005.
- CARMO, E. L. et al. Stability of spray-dried beetroot extract using oligosaccharides and whey proteins. **Food Chemistry**, v. 249, n. October 2017, p. 51–59, 2018.

- CHRANIOTI, C.; NIKOLOUDAKI, A.; TZIA, C. Saffron and beetroot extracts encapsulated in maltodextrin , gum Arabic , modified starch and chitosan : Incorporation in a chewing gum system. **Carbohydrate Polymers**, v. 127, p. 252–263, 2015.
- DIB TAXI, C. M. A. et al. Study of the microencapsulation of camu-camu (*Myrciaria dubia*) juice. **Journal of Microencapsulation**, v. 20, n. 4, p. 443–448, 2003.
- DUARTE, E. L. et al. Influência da liofilização sobre os carotenoides de frutos do cerrado comportamento higroscópico dos produtos. **Perspectivas online: Ciência Biológicas e da Saúde**, v. 23, n. 7, p. 22–33, 2017.
- DUARTE, M. E. M.; MATA, M. E. R. M. C.; AGRA, N. G. Comparação entre as características físico-químicas da manga liofilizada e a manga-passa. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais. Campina Grande.**, v. 8, n. 2, p. 127–134, 2006.
- FERNANDES, R. V. B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, p. 524–532, jan. 2014.
- FRACASSETTI, D. et al. Ellagic acid derivatives, ellagitannins, proanthocyanidins and other phenolics, vitamin C and antioxidant capacity of two powder products from camu-camu fruit (*Myrciaria dubia*). **Food Chemistry**, v. 139, n. 1–4, p. 578–588, 2013.
- FREDES, C. et al. Stability and bioaccessibility of anthocyanins from maqui (*Aristotelia chilensis* [Mol.] Stuntz) juice microparticles. **LWT - Food Science and Technology**, v. 91, n. June 2017, p. 549–556, 2018.
- FUJITA, A. et al. Effects of spray-drying parameters on in vitro functional properties of camu-camu (*Myrciaria dubia* Mc. Vaugh): A typical Amazonian fruit. **Journal of Food Science**, v. 00, n. 0, 2017.
- GONÇALVES, C. et al. Encapsulation of the phenolic compounds of the blackberry ( *Rubus fruticosus* ). **LWT - Food Science and Technology**, p. 1–7, 2014.
- GOULA, A. M. et al. Water sorption isotherms and glass transition temperature of spray dried tomato pulp. **Journal of Food Engineering**, v. 85, n. 1, p. 73–83, 2008.
- GOYAL, A. et al. Development and physico-chemical characterization of microencapsulated flaxseed oil powder: A functional ingredient for omega-3 fortification. **Powder Technology**, v. 286, p. 527–537, 2015.



GRIGIO, M. L. et al. Qualitative evaluation and biocompounds present in different parts of camu-camu (*Myrciaria dubia*) fruit. **African Journal of Food Science**, v. 11, n. 5, p. 124–129, 2017.

HOYOS-LEYVA, J. D. et al. Physical and chemical stability of l -ascorbic acid microencapsulated into taro starch spherical aggregates by spray drying. **Food Hydrocolloids**, v. 83, p. 143–152, 2018.

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

JANISZEWSKA-TURAK, E. et al. The influence of carrier material on some physical and structural properties of carrot juice microcapsules. **Food Chemistry**, v. 236, p. 134–141, 2017.

JANISZEWSKA, E.; JEDLIŃSKA, A.; WITROWA-RAJCHERT, D. Effect of homogenization parameters on selected physical properties of lemon aroma powder. **Food and Bioprocess Processing**, v. 94, n. May, p. 405–413, 2015.

KIM, A. N. et al. Degradation kinetics of phenolic content and antioxidant activity of hardy kiwifruit (*Actinidia arguta*) puree at different storage temperatures. **LWT - Food Science and Technology**, v. 89, n. November 2016, p. 535–541, 2018.

KINGWATEE, N. et al. Spray drying *Lactobacillus casei* 01 in lychee juice varied carrier materials. **LWT - Food Science and Technology**, v. 62, n. 1, p. 847–853, 2015.

LAINE, P. et al. Storage stability of microencapsulated cloudberry (*Rubus chamaemorus*) phenolics. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, n. 23, p. 11251–11261, 2008.

LAVOYER, F. C. G. et al. Study of adsorption isotherms of green coconut pulp. **Food Science and Technology**, v. 33, n. 1, p. 68–74, 2013.

LEE, S. H.; LABUZA, T. P. Destruction of Ascorbic Acid As a Function of Water Activity. **Journal of Food Science**, v. 40, n. 2, p. 370–373, 1975.

LIM, Y.-H.; SIOW, L.-F. Spray Dried Xanthone in Oil Emulsion Using Inulin as Wall Material. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 00, p. 1–10, 2016.

LOMAURO, C. J.; BAKSHI, A. S.; LABUZA, T. P. Evaluation of food moisture sorption isotherm equations: part i: fruit, vegetable and meat products. **Lebensmittel Wissenschaft and Technologie**, v. 18, p. 111- 117, 1985.

MAHDAVEE KHAZAEI, K. et al. Application of maltodextrin and gum Arabic in microencapsulation of saffron petal's anthocyanins and evaluating their storage stability and color. **Carbohydrate Polymers**, v. 105, n. 1, p. 57–62, 2014.

- MOLYNEUX, P. The use of the stable free radical diphenylpicryl-hydrazyl (dpph) for estimating antioxidant activity. **Songklanakarin Journal of Science and Technology**, v. 26, p. 211–219, 2004.
- MORAGA, G. et al. Effect of relative humidity and storage time on the bioactive compounds and functional properties of grapefruit powder. **Journal of Food Engineering**, v. 112, n. 3, p. 191–199, 2012.
- NERI-NUMA, I. A. et al. Small Brazilian wild fruits: Nutrients, bioactive compounds, health-promotion properties and commercial interest. **Food Research International**, v. 103, p. 345–360, 2018.
- 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.
- ORTIZ-BASURTO, R. I. et al. Microencapsulation of *Eugenia uniflora* L. juice by spray drying using fructans with different degrees of polymerisation. **Carbohydrate Polymers**, v. 175, p. 603–609, 2017.
- OSORIO, C. et al. Microencapsulation by Spray-Drying of Anthocyanin Pigments from Corozo (*Bactris guineensis*) Fruit. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, n.11, p. 6977–6985, 2010.
- ÖZDEMİR, K. S.; GÖKMEN, V. Effect of microencapsulation on the reactivity of ascorbic acid, sodium chloride and vanillin during heating. **Journal of Food Engineering**, v. 167, p. 204–209, 2015.
- ÖZŞEN, D.; ERGE, H. S. Degradation kinetics of bioactive compounds and change in the antioxidant activity of Wild Strawberry (*Fragaria vesca*) pulp during heating. **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, n. 9, p. 2261–2267, 2013.
- PALMA-RODRIGUEZ, H. M. et al. Ascorbic acid microencapsulation by spray-drying in native and acid-modified starches from different botanical sources. **Starch/Staerke**, v. 65, n. 7–8, p. 584–592, 2013.
- PEÑALOZA, C. et al. Sorption thermodynamics of soursop powders obtained by different dehydration technologies. **Revista Facultad Nacional de Agronomía – Medellín**, v. 66, n. 2, p. 7107–7116, 2013.
- QIU, J. et al. Formation and degradation kinetics of organic acids during heating and drying of concentrated tomato juice. **LWT - Food Science and Technology**, v. 87, p. 112–121, 2018.

RAMAKRISHNAN, Y. et al. Effect of wall materials on the spray drying efficiency, powder properties and stability of bioactive compounds in tamarillo juice microencapsulation. **Powder Technology**, v. 328, p. 406–414, 2018.

RASCÓN, M. P. et al. Tg and aw as criteria for the oxidative stability of spray-dried encapsulated paprika oleoresin. **European Food Research and Technology**, v. 241, n. 2, p. 217–225, 2015.

REMINI, H. et al. Degradation kinetic modelling of ascorbic acid and colour intensity in pasteurised blood orange juice during storage. **Food Chemistry**, v. 173, p. 665–673, 2015.

RIGHETTO, A. M.; NETTO, F. M. Effect of encapsulating materials on water sorption, glass transition and stability of juice from immature acerola. **International Journal of Food Properties**, v. 8, n. 2, p. 337–346, 2005.

SAAVEDRA-LEOS, M. Z. et al. Physical properties of inulin and inulin-orange juice: Physical characterization and technological application. **Carbohydrate Polymers**, v. 105, n. 1, p. 10–19, 2014.

SAAVEDRA-LEOS, Z. et al. Technological application of maltodextrins according to the degree of polymerization. **Molecules**, v. 20, n. 12, p. 21067–21081, 2015.

SADEGHI, M. et al. Moisture sorption isotherm and glass transition temperature of date powder in terms of various model systems. **Journal of Food Process Engineering**, v. 39, n. 1, p. 61–68, 2016.

SARABANDI, K. et al. Effect of carrier types and compositions on the production yield, microstructure and physical characteristics of spray dried sour cherry juice concentrate. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 11, n. 4, p. 1602–1612, 2017.

SILVA, M. A. DA; PINEDO, R. A.; KIECKBUSCH, T. G. Ascorbic acid thermal degradation during hot air drying of CAMU-CAMU (*Myrciaria dubia*) [H.B.K.] McVaugh) slices at different air temperatures. **Drying Technology**, v. 23, n. 9–11, p. 2277–2287, 2005.

SILVA, E. K. et al. Thermodynamic properties, kinetics and adsorption mechanisms of Swiss cheese bioaroma powder. **Powder Technology**, v. 272, p. 181–188, 2015.

SILVA, E. K.; MEIRELES, M. A. A. Influence of the degree of inulin polymerization on the ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil. **Carbohydrate Polymers**, v. 133, p. 578–586, 2015.

SILVA, R. S. et al. Physicochemical properties of tucumã (*Astrocaryum aculeatum*) powders with different carbohydrate biopolymers. **LWT - Food Science and Technology**, v. 94, p. 79–86, 2018.

SMOOT, J. M.; NAGY, S. Effects of storage temperature and duration on total vitamin C content of canned single-strength grapefruit juice. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 28, n.2, p. 417–421, 1980.

SUN-WATERHOUSE, D.; WATERHOUSE, G. I. N. Spray-drying of green or gold kiwifruit juice–milk mixtures; novel formulations and processes to retain natural fruit colour and antioxidants. **Food and Bioprocess Technology**, v. 8, n. 1, p. 191–207, 2014.

TAITANO, L. Z. et al. Thermodynamic analysis of moisture adsorption isotherms of raw and blanched almonds. **Journal of Food Process Engineering**, v. 35, n. 6, p. 840–850, 2012.

TAYLOR, P. et al. A critical review on the spray drying of fruit extract : Effect of additives on physicochemical properties. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v.54, n. 4, p. 449- 473, 2014.

TIWARI, B. K. et al. Rheological properties of sonicated guar , xanthan and pectin dispersions. **International Journal of Food Properties**, v. 13, n. 2, p. 223–233, 2010.

TONON, R. V. et al. Water sorption and glass transition temperature of spray dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice. **Journal of Food Engineering**, v. 94, n. 3–4, p. 215–221, 2009.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice produced with different carrier agents. **Food Research International**, v. 43, n. 3, p. 907–914, abr. 2010.

TONON, R. V; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai ( *Euterpe oleraceae* Mart .) powder produced by spray drying. v. 88, p. 411–418, 2008.

VEGA-GÁLVEZ, A. et al. Thermodynamic properties , sorption isotherms and glass transition temperature of Cape Gooseberry ( *Physalis peruviana* L .). **Food Technology and Biotechnology**, v. 52, n. 1, p. 83–92, 2014.

WIBOWO, S. et al. Quality changes of pasteurised orange juice during storage: A kinetic study of specific parameters and their relation to colour instability. **Food Chemistry**, v. 187, p. 140–151, 2015.

YINGNGAM, B. et al. Modeling and stability study of the anthocyanin-rich maoberry fruit extract in the fast-dissolving spray-dried microparticles. **Powder Technology**, v. 325, p. 261–270, 2018.

YUAN, J. P.; CHEN, F. Degradation of Ascorbic Acid in Aqueous Solution. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 46, n. 12, p. 5078–5082, 1998.

ZANATTA, C. F. et al. Determination of anthocyanins from Camu-camu (*Myrciaria dubia*) by HPLC-PDA, HPLC-MS, and NMR. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, n. 24, p. 9531–9535, 2005.

ZANATTA, C. F.; MERCADANTE, A. Z. Carotenoid composition from the Brazilian tropical fruit camu-camu (*Myrciaria dubia*). **Food Chemistry**, v. 101, n. 4, p. 1526–1532, 2007.