

**MARCOS ROBERTO MOACIR RIBEIRO PINTO**

**OBTENÇÃO DE EXTRATOS DE CAROTENOIDES DE POLPA DE PEQUI  
(*Caryocar brasiliense* Camb.) ENCAPSULADOS PELO MÉTODO DE  
SECAGEM EM CAMADA DE ESPUMA**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

VIÇOSA  
MINAS GERAIS – BRASIL  
2012

**Ficha catalográfica preparada pela Seção de Catalogação e  
Classificação da Biblioteca Central da UFV**

T

P659o  
2012

Pinto, Marcos Roberto Moacir Ribeiro, 1986-  
Obtenção de extratos de carotenóides de polpa de pequi  
(*Caryocar brasiliense* Camb.) encapsulados pelo método de  
secagem em camada de espuma / Marcos Roberto Moacir  
Ribeiro Pinto. – Viçosa, MG, 2012.  
xii, 72f. : il. (algumas col.) ; 29 cm.

Orientador: Afonso Mota Ramos.  
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa.  
Referências bibliográficas: f. 66-72

1. Pequi. 2. Carotenoides. 3. Secagem. 4. Emulsões.  
5. Alimentos - Desidratação - Equipamento e acessórios.  
6. Cerrados. 7. Pigmentos. I. Universidade Federal de  
Viçosa. II. Título.

CDD 22. ed. 664.804973624

**MARCOS ROBERTO MOACIR RIBEIRO PINTO**

**OBTENÇÃO DE EXTRATOS DE CAROTENOIDES DE POLPA DE PEQUI  
(*Caryocar brasiliense* Camb.) ENCAPSULADOS PELO MÉTODO DE  
SECAGEM EM CAMADA DE ESPUMA**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 12 de julho de 2012.

---

Prof<sup>a</sup>. Aurélia Santos Faraoni

---

Prof. Alvaro Vianna N. de C.Teixeira

---

Prof<sup>a</sup>. Edimar Aparecida Filomeno Fontes

---

Prof. Paulo César Stringheta

(Coorientadora)

(Coorientador)

---

Prof. Afonso Mota Ramos

(Orientador)

## AGRADECIMENTOS

Ao arquiteto dessa maravilha chamada vida! Aos guias espirituais pelo acompanhamento de mais uma jornada;

À minha mãe Maria Cleuza Ribeiro Pinto por selecionar o melhor de si e do mundo para me oferecer: Obrigado por eu ser um dos seus projetos de vida;

Ao meu pai Roberto Marcio Pinto por transmitir a importância do estudo e pela oportunidade de crescer em contato com a natureza;

Às minhas irmãs Roberta e Tatiane pela cumplicidade de descobrir o mundo. De um galho a outro, tudo mudou... Não mais subimos no pé de carambola, mas ainda é uma delícia seguir o desenvolvimento da infância junto com vocês. O adulto é apenas a bagagem que as crianças fazem ao longo da vida: Obrigado por me ajudarem a selecionar as melhores coisas do adulto que carrego nas minhas costas de menino;

Ao meu cunhado Valdeir pelo apoio;

Ao prof. Afonso por ensinar e ajudar a sonhar cada vez mais: Obrigado por despertar o meu “herói interior adormecido” e me ajudar em meus sonhos;

À família Faraoni por tanto apoio e sinceros votos de felicidades;

Aos amigos do alojamento “pós 1812”;

Às irmãs de percurso Luana e Jule (Julie Amaral) que me ajudaram e tanto me ajudam;

A todos os amigos do laboratório, em especial aos estagiários Rafael e Luisa e às mestrandas Aline e Marcela pela fundamental contribuição no desenvolvimento deste trabalho;

Ao povo brasileiro por ter custeado os meus estudos;

À Universidade Federal de Viçosa pela formação profissional e humana;

Aos professores e funcionários desta instituição;

Aos professores coorientadores Paulo César Stringheta e Edimar Aparecida Filomeno Fontes pelos ensinamentos e valiosa contribuição;

Aos avaliadores externos Aurélia Santos Faraoni e Alvaro Vianna Novaes de Carvalho Teixeira;

À professora Ellen pela grande contribuição e sugestões;

À empresa GEMACOM pela doação da maltodextrina.

À Laura Penna da EMATER-MG pelo apoio e contatos fornecidos.

Ao núcleo de Microscopia e Microanálise CCB/UFV e ao Laboratório de Mineralogia Solos/UFV pelas análises realizadas;

À Fundação de Amparo à Pesquisa do estado de Minas Gerais (FAPEMIG) pela concessão da bolsa.

Enfim,

A todas e todos com os quais dividi momentos presentes eternizados.

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE TABELAS</b> .....	vii
<b>LISTA DE FIGURAS</b> .....	viii
<b>RESUMO</b> .....	x
<b>ABSTRACT</b> .....	xii
<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	1
<b>2. OBJETIVOS</b> .....	4
2.1. Objetivo Geral .....	4
2.2. Objetivos específicos .....	4
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	6
3.1. Pequi.....	6
3.1.1. Características e ocorrências .....	6
3.1.2. Composição química e compostos bioativos .....	8
3.2. Encapsulamento de pigmentos.....	12
3.3. Secagem em camada de espuma.....	16
3.4. Emulsão: espumas, emulsificantes e estabilizantes .....	17
<b>4. MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	21
4.1. Obtenção da matéria-prima .....	21
4.2. Emulsificante e encapsulante.....	21
4.3. Delineamento experimental .....	21
4.4. Caracterização da matéria-prima.....	23
4.4.1. Teor de água .....	23
4.4.2. Lipídios totais.....	24
4.4.3. Atividade de água (Aa) .....	24
4.4.4. Potencial hidrogeniônico (pH).....	24
4.4.5. Teor de sólidos solúveis totais (SST) .....	24
4.4.6. Acidez total titulável (ATT) .....	24

4.4.7. Teor de Carotenoides .....	25
4.4.8. Análise objetiva da cor.....	26
4.5. Obtenção da polpa de pequi em pó .....	27
4.5.1. Características físicas e químicas da polpa de pequi em pó .....	27
4.6. Obtenção do extrato de carotenoides .....	27
4.7. Obtenção de extrato de carotenoides encapsulados em pó: método de secagem em camada de espuma .....	28
4.7.1. Preparo das formulações de espumas contendo extrato de carotenoides da polpa de pequi.....	28
4.7.2. Seleção da concentração do emulsificante para a produção de espumas com extrato de carotenoides e análise de morfologia .....	30
4.7.2.1. Densidade e percentual de expansão. ....	31
4.7.2.2. Avaliação da estabilidade da espuma .....	31
4.7.2.3. Análise da morfologia das espumas.....	32
4.7.3. Secagem em camada de espuma .....	33
4.7.4. Características físicas e químicas dos extratos de carotenoides encapsulados em pó.....	34
4.7.5. Características morfológicas dos extratos de carotenoides encapsulados em pó.....	35
4.7.6. Difração de raios X .....	35
4.8. Análise estatística .....	36
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>37</b>
5.1. Caracterização da matéria-prima e polpa desidratada.....	37
5.2. Seleção da concentração do emulsificante e características das espumas contendo extrato de carotenoides .....	39
5.2.1. Densidade e percentual de expansão .....	40
5.2.2. Estabilidade e características morfológicas da espuma contendo extrato de carotenoides .....	42
5.3. Avaliações durante a secagem em camada de espuma.....	47

5.4. Extratos de carotenoides encapsulados em pó pelo método de secagem em camada de espuma.....	52
5.4.1. Características físicas e químicas .....	52
5.4.2. Morfologia dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma.....	57
5.4.3. Difração de raios X dos extratos de carotenoides encapsulados em pó.....	61
<b>6. CONCLUSÃO .....</b>	<b>65</b>
<b>7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>66</b>

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tipos de agentes encapsulantes .....	13
Tabela 2 - Proporção dos constituintes das formulações de espumas contendo o extrato de carotenoides.....	29
Tabela 3 - Caracterização da polpa <i>in natura</i> de pequi e da polpa desidratada a 60 °C / 6 horas .....	37
Tabela 4 - Resumo da análise de variância e de regressão para análise de densidade e expansão da espuma contendo extrato de carotenoides .....	40
Tabela 5 – Quantidade de água drenada das espumas contendo extrato de carotenoides após três horas a 25 °C.....	44
Tabela 6 - Resumo da ANOVA para as características cromáticas (L*, a*, b*, h°, C*e IE) dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma em diferentes temperaturas secagem .....	52
Tabela 7 - Características cromáticas dos extratos de carotenoides encapsulados em pó nas diferentes temperaturas de secagem em camada de espuma .....	53
Tabela 8 - Resumo da ANOVA para as variáveis carotenoides, água, atividade de água (Aa), pH e acidez álcool solúvel (AAS) dos extratos de carotenoides encapsulados em pó em diferentes temperaturas e tempos de secagem em camada de espuma.....	54
Tabela 9 - Resultado de teor carotenoides, teor água, atividade de água (Aa), pH, e acidez álcool solúvel (AAS) dos extratos de carotenoides encapsulados em pó em diferentes temperaturas de secagem em camada de espuma em diferentes temperaturas .....	55

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Fotos do pequizeiro (A); do fruto no pequizeiro (B); do corte expondo mesocarpo externo e interno (C); corte do mesocarpo interno expondo endocarpo espinhoso e a amêndoa (D). .....	7
Figura 2 - Representação de estruturas químicas de alguns carotenoides: carotenos (A); xantofilas (B).....	10
Figura 3 - Estrutura da espuma. ....	19
Figura 4 - Organograma geral do delineamento experimental.....	22
Figura 5 - Etapas para obtenção das espumas contendo o extrato de carotenoides. ....	29
Figura 6 - Variação da densidade de espuma contendo extrato de carotenoides em função da concentração de emulsificante. ....	41
Figura 7 - Variação da expansão de espuma contendo carotenoides em função da concentração de emulsificante.....	42
Figura 8 - Fotos da análise de estabilidade de espuma: avaliação da redução do volume. ....	43
Figura 9 - Fotos da análise de estabilidade de espuma: drenagem da espuma.....	43
Figura 10 - Variação dos tamanhos das bolhas de ar em relação à concentração do emulsificante. Fotomicrografias com aumento 10x.....	46
Figura 11 - Fotomicrografias de microgotas de carotenoides formadas pelo método de emulsão e aeração. Concentrações 2,5 %, 7,5 % e 10,0 % com aumento 10x. Concentração 5,0% com aumento de 20x. ....	46
Figura 12 - Secagem em camada de espuma em diferentes temperaturas..	47
Figura 13 - Fotografia da espuma contendo carotenoides antes da secagem. ....	48
Figura 14 - Fotografias ao longo das secagens a 60 °C (A, B e C); 70 °C (D, E e F) .....	49
Figura 15 - Fotografias ao longo das secagens a 80 °C (A, B e C); 90 °C (D, E e F).....	51
Figura 16 - Fotomicrografias obtidas por microscopia de varredura dos extratos de carotenoides encapsulados em pó nas temperaturas de secagem de 60 °C e 70 °C.....	59
Figura 17 - Fotomicrografias obtidas por microscopia de varredura dos extratos de carotenoides encapsulados em pó nas temperaturas de secagem de 80 °C e 90 °C.....	60
Figura 18 - Fotomicrografia de grânulos (indicados com setas) com carotenoides (em cor verde) encapsulados por secagem em camada de espuma.....	61
Figura 19 - Difractogramas da maltodextrina pura (A), dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma nas temperaturas de 60 °C (B) e 70 °C (C).....	63

Figura 20 - Difractogramas dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma nas temperaturas de 80 °C (D) e 90 °C (E) ..... 64

## RESUMO

PINTO, Marcos Roberto Moacir Ribeiro, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, julho de 2012. **Obtenção de extratos de carotenoides de polpa de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) encapsulados pelo método de secagem em camada de espuma.** Orientador: Afonso Mota Ramos. Coorientadores: Paulo César Stringheta e Edimar Aparecida Filomeno Fontes.

Dentre as espécies típicas do Cerrado, a *Caryocar brasiliense* Camb. ou, popularmente, pequi, é uma das que tem ampla utilização pela população local. A cor alaranjada da polpa se deve principalmente pela presença de carotenoides que são uma das principais classes de pigmentos naturais. O objetivo deste trabalho foi obter extratos de carotenoides encapsulados em pó de polpa de pequi pelo método de secagem em camada de espuma, bem como avaliar a influência da temperatura de secagem sobre as propriedades físicas e químicas dos extratos em pó. Neste trabalho foi utilizado o encapsulamento por emulsão líquida O/A (carotenoides/água e o polímero encapsulante maltodextrina) estabilizada por surfactante. Primeiramente foi verificado o efeito da estabilidade da espuma obtida a partir de diferentes concentrações de emulsificante Emustab® (2,5 %, 5,0 %, 7,5 %, 10,0 %) e selecionada a concentração 5,0 % por ser a menor concentração que permitiu a máxima estabilidade de espuma com a menor densidade. Para a secagem da formulação de espuma nas temperaturas de 60 °C, 70 °C, 80 °C e 90 °C os tempos médios de secagem foram de 4,2 h, 3,5 h, 2,8 h, 1,9 h respectivamente. A secagem na temperatura de 60 °C foi a que garantiu maior teor de carotenoides no produto final. Foi realizada análises de difração de raios X dos extratos de carotenoides encapsulados em pó e os resultados apontaram o surgimento de regiões mais cristalinas quando comparados com a maltodextrina pura. Em relação a características cromáticas  $L^*$  e  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $C^*$  e IE, verificou-se efeito significativo ( $p < 0,05$ ) apenas para a característica cromática  $L^*$  e indícios de maior escurecimento químico para as temperaturas de 80 °C e 90 °C. Em geral pode-se concluir que dentre as temperaturas de 60 °C,

70 °C, 80 °C e 90 °C para a obtenção extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma, a temperatura de 60 °C é preferida por permitir melhores características cromáticas e maior conservação dos carotenoides.

## ABSTRACT

PINTO, Marcos Roberto Moacir Ribeiro, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, July, 2012. **Obtaining encapsulated carotenoids from pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) pulp by the foam-mat drying method.** Adviser: Afonso Mota Ramos. Co-advisers: Paulo César Stringheta and Edimar Aparecida Filomeno Fontes.

Among typical species of the Cerrado, *Caryocar brasiliense* Camb., commonly known as pequi, is one of the most used by the local population. The orange color of the pulp is primarily caused by the presence of carotenoids, which are one of the principal classes of natural pigments. The objective of this work was to obtain encapsulated carotenoids of pequi pulp using the foam-mat drying method, and assess the influence of drying temperature on physical and chemical properties of the powdered extracts. Encapsulating emulsion liquid (carotenoids / water and the encapsulating-polymer maltodextrin) was used, stabilized by the surfactant. Foam stability was evaluated at different concentrations of emulsifier Emustab® (2.5 %, 5.0 %, 7.5 %, 10.0 %) and a concentration of 5.0 % was selected as the lowest concentration permitting maximum foam stability at the lowest density. For drying foam at 60 °C, 70 °C, 80 °C and 90 °C, the drying times were 4.2 h, 3.5 h, 2.8 h, 1.9 h, respectively. Drying at 60 °C guaranteed the greatest carotenoid content in the final product. X-ray diffraction analysis was done on encapsulated carotenoid powder and the results showed more crystalline regions when compared to pure maltodextrine. In relation to the chromatic characters  $L^*$  and  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $C^*$  and IE, a significant effect ( $p < 0.05$ ) was found only for the chromatic characteristic  $L^*$ , with chemical evidence of greater darkening for temperatures of 80 °C and 90 °C. We conclude that, between the temperatures 60 °C, 70 °C, 80 °C and 90 °C for obtaining encapsulated carotenoid powder by the foam-mat drying method, 60 °C is preferred because it allows better chromatic characteristics and greater carotenoid conservation.

## 1. INTRODUÇÃO

O Cerrado possui uma área de aproximadamente 203 milhões de hectares, ocupando porção central do Brasil. É o segundo maior bioma da América do Sul, ocupando cerca de, 25 % do território nacional. Esse bioma possui apenas 7,44 % de sua área protegida por unidades de conservação, federais, estaduais e municipais, onde aproximadamente 2,91 % de sua área protegida está na forma de unidades de conservação de proteção integral (BRASIL, 2009). O extrativismo vegetal pode ser um forte aliado na preservação do Cerrado, sendo o bem estar socioeconômico das comunidades extrativistas um fator importante para impedir o avanço de outras atividades econômicas que resultem na destruição total ou parcial da cobertura vegetal. Ao desenvolver subprodutos, os extrativistas agregam valor ao produto, contribuindo para o aumento na renda de suas famílias, assegurando maior conforto, estabilidade e estimulando a preservação da vegetação.

Dentre as espécies típicas do Cerrado, a *Caryocar brasiliense* Camb. ou, popularmente, pequi, é uma das que tem ampla utilização pela população local, sendo considerado por muitos como o rei do Cerrado, devendo-se isso ao seu valor alimentício, medicinal, melífero, ornamental, oleaginoso e tanífero (MARQUES, et al., 2002). Sua utilização também é extremamente importante por apresentar elevado potencial sócio econômico e ambiental, podendo contribuir sobremaneira para o incremento da biodiversidade do bioma cerrado e para o desenvolvimento da região (BARBOSA et al., 2006).

A polpa é pastosa, farinácea, oleaginosa, rica em lipídios (33,4 %), fibras (10 %) e proteínas (3 %), fornecendo cerca de 358 Kcal/100 g de material (LIMA et al., 2007). A polpa de pequi apresenta 51 % de ácidos graxos monoinsaturados, tendo quase total participação do ácido oleico, 49 % de saturados, cujo principal componente é o ácido palmítico, e cerca de 2 % do poli-insaturado ácido linoleico (BARBOSA et al., 2006).

A atraente coloração do pequi se deve à presença de carotenoides, principalmente as xantofilas, violaxantina, zeaxantina e luteína (OLIVEIRA et

al. 2006), pigmentos bioativos que estão associados ao adequado desenvolvimento e manutenção da saúde humana, bem como à redução de riscos de doenças degenerativas (AZEVEDO-MELEIRO; RODRIGUEZ-AMAYA, 2004). As ações e funções biológicas desses compostos se devem ao sistema de duplas ligações conjugadas de sua estrutura, que os tornam altamente susceptíveis a degradações (isomerização e oxidação) durante o processamento. A isomerização dos compostos *trans*-carotenoides, configuração mais abundante na natureza, aos isômeros *cis* é promovida pelo contato com ácidos, calor e exposição à luz, resultando em ligeira perda de cor e atividade biológica. A oxidação, principal causa da degradação de carotenoides, ocorre sob contato com oxigênio, exposição à luz, calor, presença de enzimas, metais e peróxidos e pode ser inibida por antioxidantes (RODRIGUEZ AMAYA, 2002).

Tendo em vista a baixa estabilidade dos carotenoides, as etapas de obtenção, manuseio e embalagem dos mesmos requerem cuidado especial visando reduzir sua degradação. Esta necessidade de conservação tem incentivado o desenvolvimento de novas pesquisas neste setor e técnicas de encapsulamento têm sido amplamente propostas na literatura (SANTOS et al., 2005; WANG et al. 2012; TANG e CHEN, 2000; NUNES e MERCADANTE, 2007; GUO et al., 2012). O encapsulamento é um processo de empacotamento de micropartículas (ex: compostos de sabor, pigmentos, acidulantes, nutrientes, enzimas, conservantes) em cápsulas comestíveis (AZEREDO, 2005), que podem melhorar a estabilidade do composto encapsulado em virtude da proteção contra umidade, luz, calor e oxidação de componentes (KAMINSKI et al., 2009).

Vários métodos podem ser utilizados para o encapsulamento, entre os quais se pode destacar: atomização, extrusão, leite fluidizado, coacervação, secagem em tambor, inclusão molecular e liofilização (AZEREDO, 2005). Segundo Silva et al. (2003) podem-se preparar micropartículas por formação prévia de uma emulsão, cuja fase interna, em microgotas, é solidificada para originar as micropartículas. Como também se pode utilizar emulsificação direta ou indireta, com inversão de fases, reduzindo o tamanho das

partículas se desejado, por forças de dispersão, quando a fase externa estiver correta.

O método de secagem em camada de espuma, em inglês *foam-mat drying*, foi desenvolvido para promover rápida secagem de alimentos líquidos, tais como os sucos e vem sendo muito utilizado também para alimentos pastosos como purês e polpas de frutas. Esse tipo de processo consiste na modificação da consistência líquida do suco ou polpa em uma espuma estável, pela adição de aditivos; secagem convectiva do material em camada fina de espuma; e desintegração da massa seca em flocos ou pó (BASTOS et al., 2005; KADAM et al., 2010a). No Brasil, o método é denominado também por *foam mat*, secagem em leite de espuma e secagem em espuma.

Dentre as vantagens deste método destacam-se as menores temperaturas (65 °C a 85 °C) e tempos de desidratação para obtenção de um produto poroso e de fácil reidratação. Essas condições são permitidas devido à maior área de superfície exposta, à velocidade do ar de secagem e a estrutura deixada pela bolha de ar (BASTOS et al., 2005; KADAM et al., 2010a). Somado às essas vantagens, a secagem em camada de espuma é um método potencial para a produção de pigmentos encapsulados em pó por ser um processo de baixo custo comparado com a atomização.

Levando em consideração a importância do pequi para o Cerrado, este projeto propôs produzir extratos de carotenoides encapsulados em pó de polpa de pequi pelo método de secagem em camada de espuma, abrangendo princípios de encapsulamento por emulsões. A possibilidade do uso do excedente da safra de pequi para a elaboração de um corante natural poderá agregar valor ao produto, contribuindo para o aumento na renda das famílias, assegurando maior conforto, estabilidade e estimulando a preservação da vegetação.

## 2. OBJETIVOS

### 2.1. Objetivo Geral

Produzir extratos de carotenoides encapsulados em pó de polpa de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) pelo método de secagem em camada de espuma, bem como avaliar a influência da temperatura de secagem sobre as propriedades físicas e químicas dos extratos em pó, visando obtenção de parâmetros de secagem que incrementem a qualidade do produto final.

### 2.2. Objetivos específicos

- Determinar características físicas e químicas da polpa de pequi (mesocarpo interno): teor de água, atividade de água (Aa), potencial hidrogeniônico (pH), teor de sólidos solúveis totais (SST), acidez total titulável (ATT), teor de carotenoides totais e cor;
- Determinar características físicas e químicas da polpa de pequi desidratada: teor de água, atividade de água (Aa), potencial hidrogeniônico (pH), acidez total titulável (ATT), teor de carotenoides totais e cor;
- Selecionar por análise de densidade, percentual de expansão e de estabilidade de espuma uma concentração do agente emulsificante Emustab® para obtenção de uma espuma contendo extrato de carotenoides extraído da polpa de pequi desidratada;
- Caracterizar a morfologia das formulações de espuma contendo extrato de carotenoides por microscopia confocal;
- Determinar o efeito de diferentes temperaturas de secagem em camada de espuma sobre as propriedades físicas (cor) e químicas (pH, ATT, teor de água, Aa, teor de carotenoides) dos extratos encapsulados em pó;
- Caracterizar por microscopia confocal e microscopia eletrônica de varredura a morfologia dos extratos de carotenoides encapsulados em pó obtidos por secagem em camada espuma.

- Obter por difração de raios X informações a cerca da estrutura (cristalina ou amorfa) dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Pequi

##### 3.1.1. Características e ocorrências

O pequizeiro é uma espécie arbórea nativa dos Cerrados brasileiros pertencente à família Caryocaraceae. É também conhecido, de acordo com a região de ocorrência, por pequi, piqui, piquiá-bravo, amêndoa de espinho, grão-de-cavalo, pequiá, pequiá-pedra, pequerim, suari e piquiá. Em sua maior parte, o Cerrado está localizado no Planalto Central do Brasil e é o segundo maior bioma do País em extensão, sendo apenas superada pela Floresta Amazônica. Este abrange como área contínua os Estados de Goiás, Tocantins, parte do Estados da Bahia, Ceará, Maranhão, Mato Grosso, Mato Grosso do Sul, Minas Gerais, Piauí, Rondônia e São Paulo, e também ocorre em áreas disjuntas ao norte nos Estados do Amapá, Amazonas, Pará e Roraima (SANTOS et al., 2004).

Sua frutificação ocorre principalmente entre os meses de janeiro a março, podendo ser encontrados frutos fora dessas épocas. Esses são constituídos pelo exocarpo ou pericarpo, de coloração esverdeada ou marrom-esverdeada; mesocarpo externo, polpa branca com coloração parda acinzentada; e mesocarpo interno, que constitui a porção comestível do fruto, possuindo coloração amarelo-alaranjada, que se separa facilmente do mesocarpo externo quando maduro. O endocarpo, que é espinhoso, protege a semente ou amêndoa, uma porção também comestível, que é revestida por um tegumento fino e marrom (LIMA et al., 2007). Na **Figura 1** estão apresentadas as fotos do pequizeiro e das partes constituintes do fruto.



**Figura 1** - Fotos do pequizeiro (A); do fruto no pequizeiro (B); do corte expondo mesocarpo externo e interno (C); corte do mesocarpo interno expondo endocarpo espinhoso e a amêndoa (D).

O fruto de pequi é consumido pelas populações que habitam as regiões onde são produzidos. A polpa do pequi é utilizada na elaboração de diferentes pratos, como: arroz com pequi, feijão com pequi, frango com pequi, cuscuz com pequi e o tradicional baião de três: arroz, feijão e pequi (LIMA et al., 2007).

A conserva de pequi em salmoura é bastante consumida, utilizando os caroços inteiros ou em pedaços. A polpa é utilizada também na elaboração de licor, óleo, farinha e empregada na fabricação de sabão, usando soda cáustica ou a “dicoada”, que pode ser feita da cinza da própria madeira do pequizeiro. Da casca extraem-se corantes amarelos de ótima qualidade, empregados por tecelões em tinturaria caseira. Contém igualmente alto teor de taninos (BARBOSA et al., 2006).

A amêndoa do pequi, além de ser consumida salgada como petisco, pela alta percentagem de óleo que contém e por suas características químicas, pode ser também utilizada com vantagem na indústria cosmética para a produção de cremes. O óleo da amêndoa é usado ainda como

ingrediente de farofas, doces e paçocas, na iluminação, como lubrificante (BARBOSA et al.; 2006; SANTOS et al., 2010).

O óleo de pequi é utilizado na medicina popular para sanar problemas oftalmológicos relacionados à deficiência de vitamina A, uma vez que a planta apresenta considerável teor de carotenoides (SANTOS et al., 2004). O pequi é um fruto encontrado em regiões onde as árvores recebem alta incidência de raios solares, o que favorece a geração de radicais livres, além do que, tanto a polpa quanto a amêndoa do pequi são ricas em lipídios. Essas condições favorecem a biossíntese de compostos secundários com propriedades antioxidantes (compostos fenólicos e carotenoides totais) (LIMA et al., 2007).

### **3.1.2. Composição química e compostos bioativos**

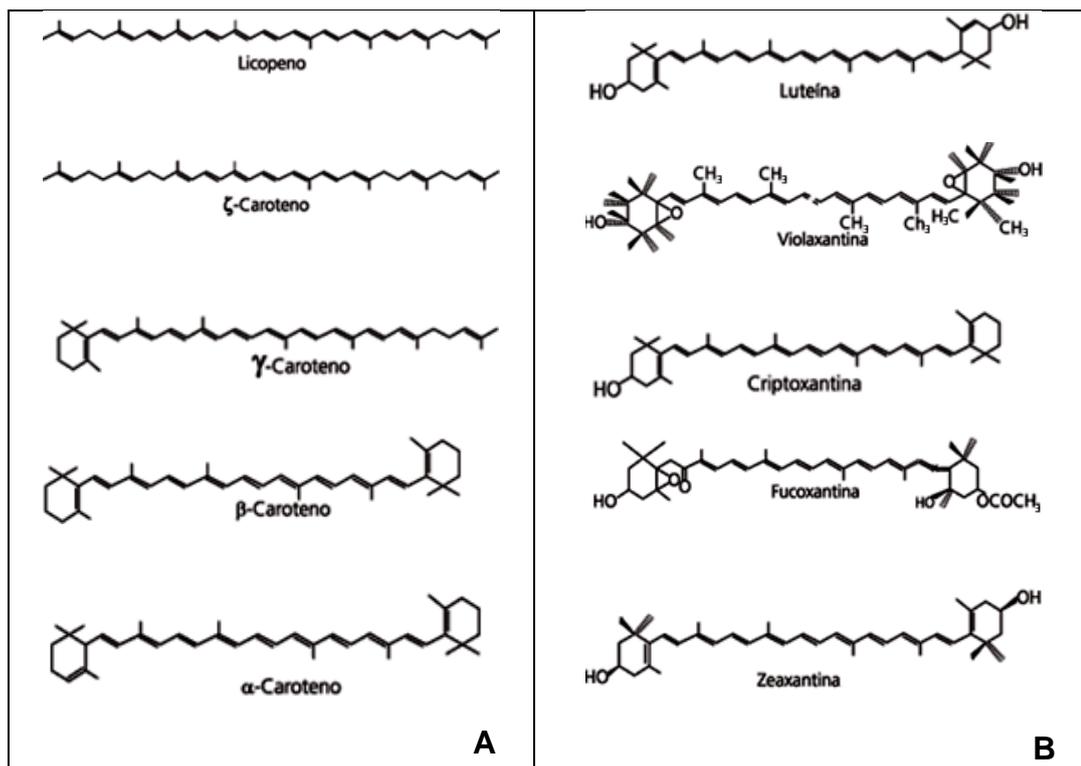
O mesocarpo interno do pequi (polpa) é um constituinte da porção comestível do fruto. Basicamente, cada 100 g de polpa contêm, aproximadamente, 20 % a 33 % de lipídeos, 2 % a 6,0 % de proteína, 10 % a 12 % de fibras e 20 % a 22 % de carboidratos totais (ALMEIDA, 1998; LIMA et al., 2007), além de sais minerais (cálcio, fósforo, magnésio potássio, sódio, ferro e cobre) (ALMEIDA, 1998) e diferentes compostos antioxidantes, como carotenoides (AZEVEDO-MELEIRO; RODRIGUEZ-AMAYA, 2004; LIMA et al., 2007), vitamina C (BARBOSA et al., 2006; SANTOS et al., 2004) e compostos fenólicos (OLIVEIRA et al., 2006; ROESLER et al., 2008).

Os frutos contêm vitamina A, B (tiamina) e C, fibras, proteínas e sais minerais. O fruto do pequizeiro apresenta ainda alto teor de riboflavina (vitamina B2), equivalendo aos teores encontrados na gema do ovo, no butiá e no sapoti, sendo superior ao do abacate, da banana, do figo e do mamão; em teor de tiamina (vitamina B1) compara-se ao caju, ao morango, ao genipapo, ao mamão e à manga-espada; em niacina equivale ao tomate, à cajamanga, à manga-rosa e ao pitomba; em proteína compara-se ao abacate, à banana-ouro, à banana-prata, à jaca e à pupunha (BARBOSA et al., 2006; SANTOS et al., 2004).

Segundo Lima et al. (2007) a polpa do pequi contém 7,25 mg/100 g de carotenoides totais, sendo que os  $\alpha$  e  $\beta$  carotenos juntos representam

10 % dos carotenoides totais na polpa do pequi; e 209 mg/100 g de fenólicos totais, valores estes superiores aos encontrados na maioria das polpas de frutas consumidas no Brasil, como: Açaí (*Euterpe oleracea*), com 136,8 mg/100 g; goiaba (*Psidium guayava*), com 83,1 mg/100 g; morango (*Fragaria vesca*), com 132,1 mg/100 g; abacaxi (*Ananas sativa*), com 21,7 mg/100 g; graviola (*Annona muricata*), com 84,3 mg/100 g, e maracujá (*Passiflora edulis*), com 20,2 mg/100 g, sendo inferior apenas à acerola (*Malpighia glabra*), com 580,1 mg/100 g, e à manga (*Mangifera indica*), com 544 mg/100 g (KUSKOSKI et al., 2005; LIMA et al., 2007). Segundo Azevedo-Meleiro e Rodriguez-Amaya (2004), os principais carotenoides presentes no pequi (*Caryocar brasiliense*) são violaxantina, luteína e zeaxantina, com pequenas quantidades de  $\beta$ -criptoxantina,  $\beta$ -caroteno e neoxantina.

Os carotenoides são uma das principais classes de pigmentos naturais, e sua distribuição no reino vegetal é bastante ampla, pois apresentam diversidade estrutural e numerosas funções importantes para a saúde humana (FAULKES e SOUTHON, 1997). Duas classes de carotenoides são encontradas na natureza: os carotenos, tais como  $\beta$ -caroteno (hidrocarbonetos lineares que podem ser ciclizados em uma ou ambas as extremidades da molécula) e os derivados oxigenados de carotenos, como luteína, violaxantina, neoxantina e zeaxantina, denominados xantofilas (VALDUGA et al., 2009). Alguns carotenoides possuem atividade pró-vitamina A ( $\beta$ -caroteno,  $\alpha$ -caroteno e  $\beta$ -criptoxantina) e outros como a luteína e zeaxantina, carotenoides de pigmentação amarela, são ativos contra a degeneração macular relacionada à idade e a catarata, mas sem atividade pró-vitamina A, mas com atividade antioxidante (FAULKES e SOUTHON, 1997; GAMA e SYLOS, 2007). Na **Figura 2** estão representados as estruturas químicas de alguns carotenoides.



**Figura 2** - Representação de estruturas químicas de alguns carotenoides: carotenos (A); xantofilas (B). Fonte: Adaptado de Ambrósio et al. (2006).

As lesões causadas pelos radicais livres nas células podem ser prevenidas ou reduzidas por meio da atividade de antioxidantes, sendo estes encontrados em muitos alimentos. Os antioxidantes podem agir diretamente na neutralização da ação dos radicais livres ou participar indiretamente de sistemas enzimáticos com essa função. Dentre os antioxidantes estão a vitamina C, a glutathione, o ácido úrico, a vitamina E e os carotenoides (MORAES e COLLA, 2006).

Os carotenos, tais como  $\beta$ - e  $\alpha$ -caroteno possuem atividade pró-vitáminica A. Sabe-se que a ingestão insuficiente de vitamina A ou de seus precursores, durante um período expressivo, leva a cegueira principalmente em crianças (RODRIGUEZ AMAYA, 2004). Em países em desenvolvimento, onde os produtos de origem animal (fontes de vitamina A pré-formada) não são economicamente acessíveis à grande parte da população, a vitamina A da dieta é proveniente principalmente de carotenoides pró-vitáminicos. A transformação dos carotenoides pró-vitáminicos em vitamina A ocorre por clivagem simétrica (mecanismo principal), onde o carotenoide é dividido ao meio formando duas moléculas de retinal no caso do  $\beta$ -caroteno ou uma

molécula no caso dos demais carotenoides pró-vitamínicos A, que são posteriormente transformadas em retinol. Alternativamente, pode ocorrer clivagem assimétrica em que segmentos são retirados de uma das extremidades da molécula do carotenoide, formando apocarotenoides e eventualmente retinal (OLSON, 1999, apud NIIZU, 2005).

Já os derivados oxigenados de carotenos, como luteína, violaxantina, neoxantina e zeaxantina, presentes no pequi, são ativos contra a degeneração macular relacionada à idade e a catarata (AHMED; LOTT; MARCUS, 2005; NOLAN et al., 2007; SCHALCH, 2000). Existem evidências de que estes compostos têm o potencial de aumentar a densidade de pigmento macular. Sabe-se que os pigmentos são responsáveis pela filtragem e absorção da luz azul, e com isso reduz em 40 % a incidência de luz danosa à mácula, região localizada no centro da retina, responsável pela visão nítida das imagens, o que atenua o estresse oxidativo e protege consequentemente a retina (TORRES et al., 2008; NACHTIGALL et al., 2007).

As ações e funções biológicas desses compostos se devem ao sistema de duplas ligações conjugadas de sua estrutura, que os tornam altamente susceptíveis a degradações (isomerização e oxidação) durante o processamento. Os carotenoides presentes nos alimentos *in natura* encontram-se naturalmente protegidos pela complexa estrutura do tecido vegetal. Entretanto, o rompimento da estrutura celular dos alimentos, inevitável para realização de diversas operações como descascamento, corte e/ou desintegração que podem anteceder o processamento do fruto, aumentam a área superficial e, por conseguinte, à exposição dos carotenoides ao oxigênio, bem como os colocam em contato com enzimas oxidativas e à luz, dando início a uma série de reações de degradação (isomerização, oxidação e epoxidação) (RODRIGUEZ AMAYA, 2002).

Devido à baixa estabilidade dos carotenoides, diversas pesquisas vêm sendo realizadas nas últimas décadas visando o desenvolvimento de técnicas que minimizem a degradação destes compostos durante o processamento.

### 3.2. Encapsulamento de pigmentos

A necessidade de conservação dos pigmentos tem incentivado o desenvolvimento de novas pesquisas neste setor, sendo que as formas mais importantes de conservação são o encapsulamento e adição de antioxidantes (VALDUGA et al., 2008). O encapsulamento está entre os principais processos empregados na atualidade para conservação de pigmentos, como os carotenoides, e visa melhorar a estabilidade do composto encapsulado devido à proteção contra umidade, luz, calor e oxidação de componentes (KAMINSKI et al., 2009).

A encapsulação é um empacotamento de partículas (ex: compostos de sabor, pigmentos, acidulantes, nutrientes, enzimas, conservantes) em cápsulas comestíveis (AZEREDO, 2005).

O material encapsulado é denominado de recheio ou núcleo, e o material que forma a cápsula, encapsulante, cobertura ou parede. Conforme o tamanho, as cápsulas podem ser classificadas em 3 categorias: macro- (>5000  $\mu\text{m}$ ), micro- (0,2-5000  $\mu\text{m}$ ) e nano-cápsulas (<0,2  $\mu\text{m}$ ). As cápsulas podem ser divididas em dois grupos: aquelas nas quais o núcleo é nitidamente concentrado na região central, circundado por um filme definido e contínuo do material de parede, formando um sistema do tipo reservatório e caracteriza as “verdadeiras” microcápsulas; e aquelas nas quais o núcleo é uniformemente disperso em uma matriz, classificado como sistema matricial, resulta nas chamadas microsferas (AZEREDO, 2005).

O agente encapsulante, que é basicamente um material polimérico capaz de formar filme, pode ser selecionado a partir de uma vasta gama de polímeros naturais ou sintéticos, dependendo do material a ser encapsulado, do processo de encapsulação empregado e das características desejadas para o produto final (CONSTANT, 1999). Na **Tabela 1**, alguns tipos de agentes encapsulantes.

**Tabela 1** - Tipos de agentes encapsulantes

<b>Classe do agente encapsulante</b>	<b>Tipo específico</b>
Gomas	Goma-arábica, ágar, carragena, alginato de sódio.
Carboidratos	Amido, maltodextrina, açúcar, amido modificado, ciclodextrina, xarope de milho.
Celulose	Carboximetil celulose, etil celulose, metil celulose, acetilcelulose, nitrocelulose.
Lipídeos	Cera, parafina, triestearina, ácido esteárico, óleos, gorduras monoglicéridos, diglicéridos e óleos hidrogenados.
Proteínas	Glúten, caseína, gelatina, albumina, hemoglobina, peptídeos.

Fonte: Constant (1999).

As maltodextrinas são biopolímeros originados da hidrólise parcial do amido e tem extensa utilização como ingrediente. Maltodextrinas são classificadas pelo seu grau de hidrólise, expresso em dextrose equivalente (DE), que é a porcentagem de açúcares redutores calculados como glicose em relação à massa seca do amido. Esses polímeros são metabolizados de forma lenta e constante o que pode ajudar a sustentar os níveis de energia durante atividades que necessitam de resistência (SOARES, 2009).

Os procedimentos de obtenção de micropartículas têm sido utilizados há décadas com o intuito de separar incompatibilidades, melhorar estabilidade de produtos, converter líquidos em sólidos, diminuir volatilidade ou inflamabilidade de líquidos, mascarar sabor e odor, reduzir toxicidade, promover proteção contra a umidade, luz, calor e oxidação de componentes (KAMINSKI et al., 2009).

Vários métodos podem ser utilizados para encapsulação, entre os quais podem-se destacar: atomização; extrusão; leiteo fluidizado;

coacervação; secagem em tambor; inclusão molecular; liofilização (AZEREDO, 2005). Segundo Silva et al. (2003) podem-se preparar micropartículas por formação prévia de uma emulsão, cuja fase interna, em microgotas, é solidificada para originar as micropartículas. Pode-se utilizar emulsificação direta ou indireta, com inversão de fases, reduzindo o tamanho das partículas se desejado, por forças de dispersão, quando a fase externa estiver correta. Este método de encapsulamento é denominado por “Emulsificação/Solidificação”. A granulometria das micropartículas pode ser controlada por vários parâmetros (viscosidade, velocidade de agitação e estabilizador de suspensão) e a remoção do solvente pode se dar por evaporação.

A solidificação pode ser feita por diversos métodos, entre eles a secagem em fase líquida, extração do solvente, reticulação química e térmica, *hot-melt* e interação iônica. O método de secagem em fase líquida, também designado por método de evaporação de solvente ou de emulsificação/evaporação de solvente, envolve a preparação de uma solução orgânica do polímero contendo o componente a ser encapsulado dissolvido e a sua dispersão sob a forma de microgotas num meio de não-solvente (meio de suspensão), um líquido em que o polímero seja insolúvel, geralmente estabilizado com um agente de suspensão para manter a individualidade das gotas. Em seguida, ocorre a eliminação do solvente por evaporação (SILVA et al., 2003). Entretanto recentemente tem sido proposto a microencapsulação aquosa de fármacos em contraste com as técnicas de microencapsulação mais convencionais que utilizam sistemas orgânicos de solventes. Para tanto vem sendo utilizados óleos vegetais como fase orgânica e utilizados como dispersantes, emulsificantes e solubilizantes uma combinação de polímeros biodegradáveis com conteúdo hidrofílico em uma fase aquosa (KAMINSKI et al., 2009). As emulsões O/A são vantajosas porque utilizam a água como não-solvente, ou seja, o processo é econômico e não necessita de reciclagem, as partículas são fáceis de lavar e raramente aglomeram (SILVA et al., 2003).

Emulsões são usualmente utilizadas como meio para administração de fármacos insolúveis em água, por dissolução da substância na fase

oleosa de emulsões O/A para prevenir hidrólise ou para a captura do fármaco por infusão. Emulsões também podem ser usadas para direcionar fármacos. Microemulsões também apresentam grande potencial como veículos de liberação de fármacos, porque podem aumentar a solubilidade de fármacos pouco solúveis em meio aquoso, melhoram a absorção e aumentam a eficiência terapêutica (FORMARIZ et al. 2004). Os processos de absorção e transporte dos carotenoides são similares aos dos lipídios. Após ingeridos, os carotenoides são incorporados em micelas mistas constituídas de ácidos biliares, ácidos graxos livres, monoglicerídios e fosfolipídios (AMBRÓSIO et al. 2006). Desta forma, a utilização de monoglicerídeos como surfactantes para encapsulamento por emulsão pode favorecer a biodisponibilidade dos carotenoides.

De acordo Sengodan et al. (2009) niossomas são vesículas de surfactante ou tensoativos não aniônicos e outros tensoativos sintéticos, capazes de aprisionar solutos solúveis em água dentro de um domínio aquoso ou moléculas lipídicas alternativamente dentro de bicamadas lipídicas. A utilização de partículas coloidais, tais como, lipossomas ou niossomas como veículos de fármacos têm vantagens sobre formas convencionais. As partículas podem atuar como reservatório e a modificação da composição das partículas ou da superfície pode também aumentar a afinidade para o local específico e / ou a taxa de liberação fármaco. O desenvolvimento de niossomas tem sido extensivamente estudado quanto ao seu potencial para servir como veículo de drogas, de antígenos, hormônios e agentes bioativos.

Suspensões aquosas de niossomas podem apresentar agregação, fusão, vazamento de drogas aprisionadas, ou hidrólise de drogas encapsuladas. A obtenção de niossomas secos (*proniosomes*) é conhecida por ter às vantagens de facilidade de transporte, administração, maior estabilidade física, sendo necessária apenas a reidratação imediatamente antes da utilização (SENGODAN et al. 2009; FORMARIZ et al. 2004). As nano e micropartículas diferem estruturalmente dos lipossomas e niossomas, porque são preparadas, a partir de polímeros, gerando uma

matriz sólida, ao invés de terem um compartimento aquoso central (FORMARIZ et al. 2004).

### **3.3. Secagem em camada de espuma**

Uma das técnicas de conservação de alimentos mais antigas utilizadas pelo homem consiste na redução do teor de água dos alimentos pelo processo de secagem. A remoção do teor de água provoca a diminuição da atividade de água do produto, inibindo a atividade biológica, de microrganismos e retardando deteriorações de origem físico-química (CANO-CHAUCA et al., 2004). Além de ser utilizada como método de conservação, a secagem resulta ainda em uma transformação do produto, agregando valor e dando origem a uma nova opção no mercado (SILVA et al. 2005).

A importância dos alimentos em pó deve-se à sua versatilidade no manuseio, armazenamento, processo de fabricação, estabilidade química e microbiológica, entre outras. Alguns exemplos desta classe de alimentos são: leites (integral e desnatado); alimentos destinados a crianças em fase de aleitamento; bebidas à base de cacau; café e malte; café solúvel; sopas desidratadas instantâneas; suplementos proteicos; pré-misturas para panificação; leveduras; enzimas; aromas; entre outros (VISSOTTO et al., 2006).

O método de secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*) foi desenvolvido por Morgan et al. (1959). É uma técnica que promove rápida secagem de alimentos líquidos, tais como sucos de frutas e vem sendo muito utilizada também para alimentos pastosos como purês de frutas (KADAM et al. 2010b). No Brasil, até o momento, o método é denominado também por *foam mat*, secagem em leito de espuma e secagem em espuma.

A secagem em camada de espuma é um método em que alimentos líquidos ou semilíquidos são transformados em espumas pela incorporação de bolhas de gás, estabilizadas pela incorporação de aditivos e posteriormente secagem do material em camada fina de espuma. A formação de espuma pode ser realizada pela incorporação de gás, podendo

ser realizada de três formas: por um pulverizador poroso imerso no líquido; batimento na interfase gás-líquido (mais utilizado); e por agitação (mais lento e pouco usado) (SILVA et al., 2008; KADAM et al. 2010b).

Muitos alimentos contêm naturalmente proteínas solúveis e monoglicerídeos capazes de produzirem espumas quando batidos, no entanto as espumas produzidas podem ser insatisfatórias para a desidratação, sendo necessário também adicionar agentes espumantes e estabilizadores para induzir a formação de espuma e para dar estabilidade adequada à secagem (SANKAT e CASTAIGNE, 2004).

Entre os motivos para esta vantagem destacam-se, as menores temperaturas de desidratação e o menor tempo de secagem devido à maior área de superfície exposta ao ar e à velocidade de secagem, o que supera o fato da transferência de calor estar impedida por um grande volume de gás na massa de espuma. O processo além de permitir uma rápida remoção de água, promove a obtenção de um produto poroso e de fácil reidratação, sendo aplicada em muitos alimentos sensíveis ao calor, como os sucos de frutas (BASTOS et al., 2005; KUDRA e RATTI, 2006; SANKAT e CASTAIGNE, 2004).

O método de secagem em camada de espuma é relativamente simples e barato. No entanto, uma dificuldade que tem sido experimentada com este processo é a falta de estabilidade da espuma durante o ciclo de aquecimento. Se a espuma não permanece estável, ocorre a desagregação, causando prejuízo grave da operação de secagem. As variáveis que afetam a formação de espuma, densidade e estabilidade incluem a natureza química dos frutos, teor de sólidos solúveis, a fração de celulose, tipo e concentração de agente espumante, tipo e concentração do estabilizador de espuma (KARIM e WAI, 1999).

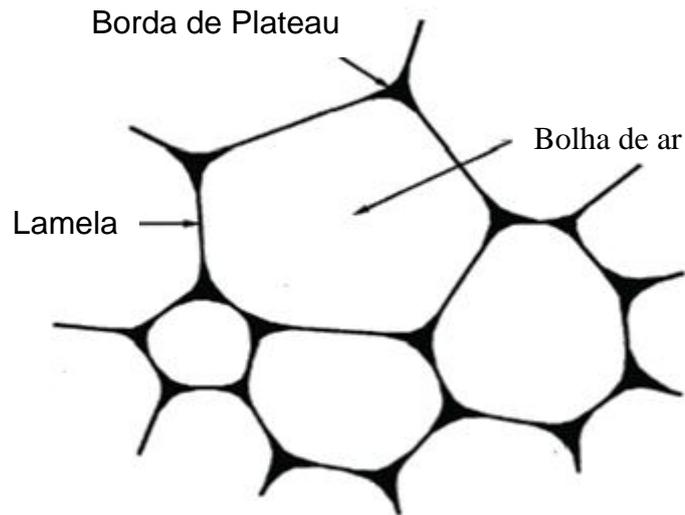
### **3.4. Emulsão: espumas, emulsificantes e estabilizantes**

Emulsão é o produto resultante da junção estável de duas substâncias naturalmente imiscíveis. Dentro da grande variedade das emulsões em alimentos, Kokini e Aken (2006) classificaram as emulsões em três grupos: emulsões líquidas; espumas; e emulsões-géis. As emulsões

líquidas são aquelas que as fases contínua e dispersa são líquidas. A fase contínua ou pode ser o óleo (A/O) como na margarina ou ser a água (O/A) como em maionese, molhos e cremes. As emulsões-géis são aquelas em que a fase contínua de uma de uma emulsão é semi-sólida como em queijos, salsichas e produtos de panificação. Por fim, as espumas são emulsões em que o ar é a fase dispersa na fase contínua líquida como em sorvetes.

As espumas podem ser classificadas como sólidas ou líquidas. Espumas sólidas são materiais elásticos ou plásticos, em que a fase contínua é sólida e a fase dispersa é formada pelo ar. A estrutura apresenta uma estabilidade de dias ou mais, dependendo principalmente da densidade e características físicas do sólido como nos casos de pães e bolos antes de serem assados. As espumas líquidas em geral constituem de uma fase descontínua de ar disperso em uma fase contínua de líquido e, por serem mais instáveis, requerem o uso de agentes espumantes e estabilizantes que promovam a redução da tensão superficial para aumentar a estabilidade (PERNELL et al. 2002).

As propriedades espumantes abrangem a capacidade de formação de uma dispersão ar em água, que se deve à expansão do volume da dispersão pelas através das técnicas de batimento, agitação ou aeração. A partir destas técnicas, forma-se um sistema onde uma fase líquida circunda uma fase dispersa constituído de bolhas de ar (**Figura 3**). Entre elas existe a lamela surfactante que forma a interface ar-água e previne a coalescência (CAPITANI, 2004).



**Figura 3** - Estrutura da espuma. Fonte: Muthukumaran et al. (2008).

Os fatores que mais influenciam o poder de formação e estabilidade de espuma são: teor de sólidos totais; tensão superficial; a temperatura da amostra durante a formação de espuma; tempo de batimento; e o tipo e a quantidade dos agentes formadores e estabilizadores de espumas; tamanho das gotículas das emulsões (pequenas geram maior estabilidade) e viscosidade newtoniana (maior estabilidade para maiores viscosidades). Estes fatores podem estar relacionados aos fenômenos de sedimentação, floculação e quebra ou rompimento da emulsão por causa da coalescência das gotículas dispersas (KADAM et al. 2010b; SALAGER et al. 1998).

Para aumentar a estabilidade cinética das emulsões, tornando-as estáveis e homogêneas, é necessário o uso de surfactantes que são substâncias cujas moléculas possuem porções hidrofóbicas e hidrofílicas. Uma das propriedades fundamentais dos surfactantes é a forte tendência de ser absorvido nas superfícies ou interfaces, reduzindo a tensão superficial (SALAGER et al. 1998). Os agentes emulsivos reduzem a tensão interfacial ou criam uma repulsão física entre gotículas da fase interna (FORMARIZ, et al. 2004).

O emulsificante comercial Emustab®, em particular, é de baixo custo e tem apresentado bons resultados em teste preliminares desenvolvidos no

Laboratório de Ciência de Produtos de Frutas e Hortaliças/UFV com polpas de frutas. Este produto é composto dos estabilizantes: monoglicerídeos de ácidos graxos destilados (tensoativo/agente de aeração, estabilizador de cristalização), monoestearato de sorbitana (estabilizante), polioxietileno de monoestearato de sorbitana (tensoativo) e apresenta o sorbato de potássio como conservante. Na forma de pasta, este produto apresenta facilidade de manuseio e incorporação sem formação de aglomerados verificados em emulsificantes em pó, reduzindo consideravelmente os tempos das etapas de homogeneização e aeração.

## **4. MATERIAL E MÉTODOS**

Os experimentos foram conduzidos no Laboratório de Ciência de Produtos de Frutas e Hortaliças e na Planta Piloto de Processamento de Frutas e Hortaliças, ambos do Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA) da Universidade Federal de Viçosa (UFV), Campus Viçosa, Minas Gerais.

### **4.1. Obtenção da matéria-prima**

O mesocarpo interno (polpa) do pequi foi manualmente removido com facas, de frutos coletados após a queda natural da safra 2012, adquirido da Cooperativa de Produtores Rurais e Catadores de Pequi de Japonvar-Cooperjap, localizada na cidade de Japonvar-MG, situada a 15° 29'S (latitude) e 44° 22' W (longitude) (MELO-JÚNIOR et al., 2004). A polpa foi armazenada em *freezer* (-22 °C) até o início das análises e processamento.

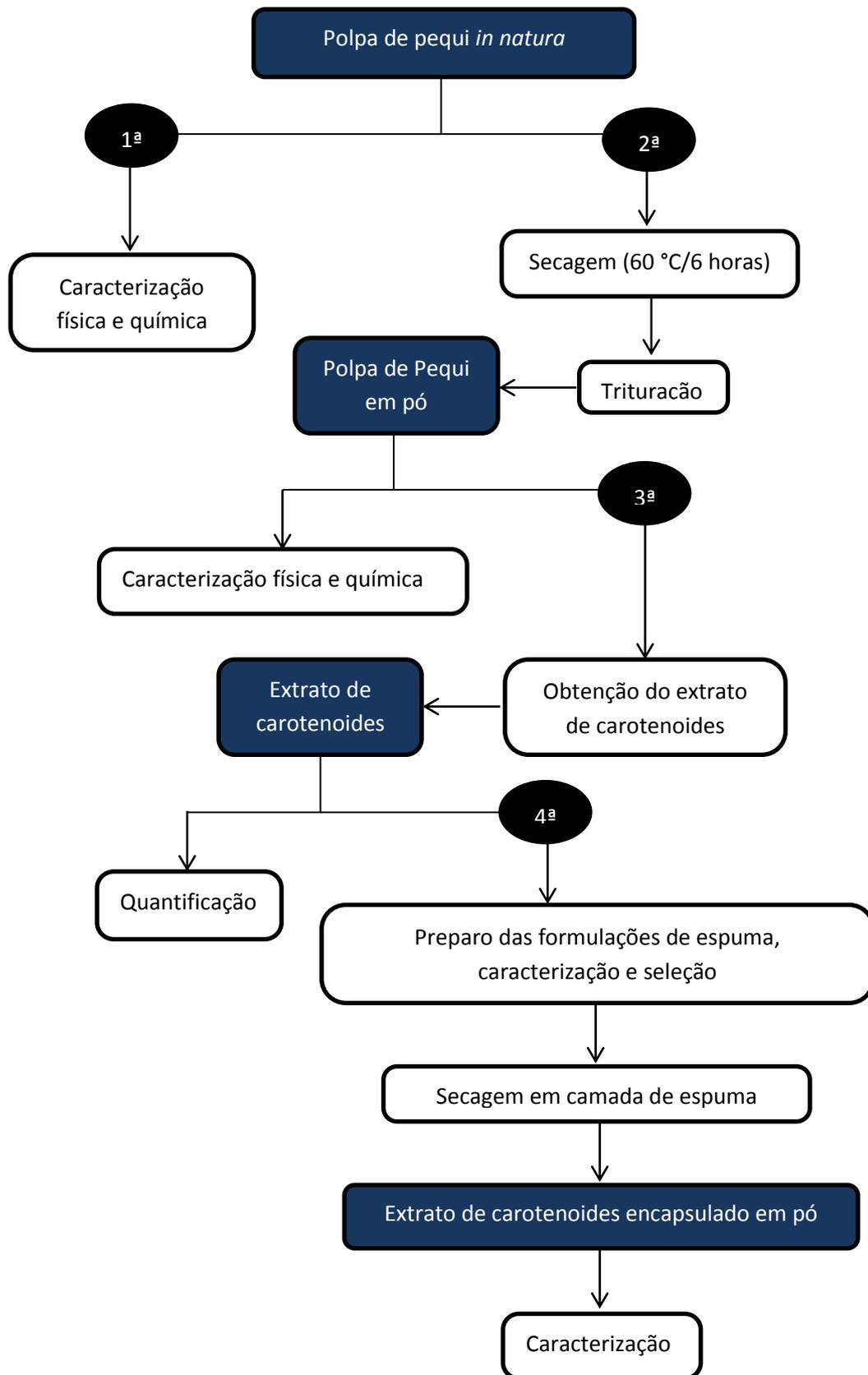
### **4.2. Emulsificante e encapsulante**

Para o processo de secagem em camada de espuma, foi utilizado o emulsificante Emustab® (Duas Rodas Industrial Ltda) um produto com características emulsificantes e estabilizantes, as quais são exigidas pela técnica.

Foi utilizado como agente encapsulante a maltodextrina DE 10 fornecida pela empresa GEMACOM TECH Indústria e Comércio Ltda.

### **4.3. Delineamento experimental**

O estudo foi constituído de quatro fases distintas, apresentadas no organograma geral na **Figura 4**.



**Figura 4** - Organograma geral do delineamento experimental.

Na etapa inicial foram determinadas algumas características físicas e químicas da polpa de pequi.

Em uma segunda etapa, a polpa de pequi foi desidratada por 6 horas em secador de bandeja (item 4.5) e triturada para obtenção de um produto em pó. Em seguida foram determinadas as mesmas características físicas e químicas da polpa *in natura*.

Na terceira etapa, um extrato de carotenoides foi obtido a partir de extração da polpa de pequi em pó obtida.

Obtidos os extratos, na quarta etapa foi empregado o método de secagem em camada de espuma para a obtenção de carotenoides encapsulados em pó. Primeiramente foram verificadas a densidade, percentual de expansão e o efeito da estabilidade da espuma obtida a partir de diferentes concentrações de emulsificante (2,5 %, 5,0 %, 7,5 %, 10,0 %). Para tanto foi utilizado um delineamento inteiramente casualizado (DIC). Posteriormente, foi determinado o efeito dos tratamentos (secagem em camada de espuma a 60 °C/ 4,22 h, 70 °C/ 3,5 h, 80 °C/ 2,79 h e 90 °C/ 1,92 h) sobre as propriedades físicas (cor ( $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ ,  $C^*$ ,  $h^\circ$  e IE)) e químicas (teor de água, Aa, pH, acidez álcool solúvel (AAS) e teor de carotenoides totais) do extrato de carotenoides encapsulado. Para tanto foi utilizado um experimento disposto no delineamento em blocos casualizados (DBC).

#### **4.4. Caracterização da matéria-prima**

Foram realizadas análises físicas (cor) e químicas (teor de água, atividade de água, pH, teor de sólidos solúveis totais (SST), acidez total titulável (ATT) e teor de carotenoides totais).

##### **4.4.1. Teor de água**

Foi utilizado para determinar o teor de água o método gravimétrico com emprego de calor, com base na perda de massa das amostras submetidas ao aquecimento em estufa à vácuo até peso constante - conforme descrito nas Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2004). Para essa análise, 5 g da amostra homogeneizada foram espalhadas

uniformemente, em cápsula metálica, previamente seca e então pesadas. As amostras foram secas ( $70 \pm 2$ ) °C sob pressão reduzida,  $\leq 100$  mm Hg (13,3 kPa) até massa constante.

#### **4.4.2. Lipídios totais**

O teor de lipídeos foi quantificado pelo método de extração direta em Soxhlet com éter de petróleo descrita nas Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2004) com modificação. O sistema extrator foi mantido em aquecimento por 6 horas.

#### **4.4.3. Atividade de água (Aa)**

A determinação da atividade de água foi realizada utilizando um termo-higrômetro (Aqualab, Decagon. Modelo 3TE, Pullman, Washington, EUA) a 25 °C.

#### **4.4.4. Potencial hidrogeniônico (pH)**

Para a determinação do pH das amostras, foi utilizado um potenciômetro (Gehaka TG1800), previamente calibrado com soluções padrão de pH 4,0 e 7,0, conforme as normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2004).

#### **4.4.5. Teor de sólidos solúveis totais (SST)**

A determinação do teor de sólidos solúveis totais foi realizada diretamente em refratômetro de bancada tipo ABBÉ, sendo os resultados expressos em °Brix, de acordo com as normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2004) a 25 °C.

#### **4.4.6. Acidez total titulável (ATT)**

Para acidez total titulável utilizou-se a metodologia de volumetria potenciométrica descrita nas Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2004). Para essa análise foram pesadas amostras de 5 a 10 gramas de polpa, maceradas e diluídas em 25 mL de água. Com uma bureta contendo uma solução de hidróxido de sódio  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  padronizada, procedeu-se a

titulação até pH 8,2 aferido por pHmetro. Os resultados foram expressos em g de ácido cítrico/ 100 g da amostra.

#### 4.4.7. Teor de Carotenoides

O teor de carotenoides foi determinado por análise espectrofotométrica, conforme metodologia descrita por Rodriguez-Amaya (2001) com modificações. Inicialmente, as amostras de polpa de pequi foram desidratadas ( $70 \pm 2$  °C) sob pressão reduzida,  $\leq 100$  mm Hg (13,3 kPa) por 12 horas, atingindo média de teor de água de 4,40 %. Foram medidos 0,50 g de polpa de pequi desidratado e adicionados 10 mL de acetona resfriada para a extração dos carotenoides, deixando-se em agitação por 50 minutos em agitador magnético. Em seguida, foi realizada a filtração e o resíduo obtido foi lavado novamente com acetona por mais três a quatro vezes, até se obter um resíduo desprovido de pigmentação. O extrato de acetona contendo os carotenoides foi transferido para um funil de separação contendo aproximadamente 30 mL de éter de petróleo, e lavadas alternativamente com água destilada com NaCl e água destilada pura, descartando-se a fase aquosa inferior. As amostras foram lavadas por quatro a cinco vezes para remover a acetona residual, sendo nas duas últimas utilizada apenas água destilada. Posteriormente, a solução de carotenoides foi filtrada em papel filtro contendo sulfato de sódio anidro para remoção da água e recolhida em béquer. O filtrado obtido foi concentrado em evaporador rotatório a 35 °C. Os carotenoides foram redissolvidos em éter de petróleo e o volume completado para 50 mL em balão volumétrico. A leitura foi realizada em espectrofotômetro digital (modelo SP-200, BIOSPECTRO) com comprimento de onda de 450 nm e o teor de carotenoides, expresso em  $\mu\text{g g}^{-1}$  de  $\beta$ -caroteno (Eq. 4.1).

$$\mu\text{g} / \text{g} = \frac{A \times V \times (\text{mL}) \times 10^4}{A_{1\text{cm}}^{1\%} \times \text{massa da amostra (g)}} \quad (4.1)$$

Na qual  $A$  é absorvância da solução no comprimento de onda de 450 nm;  $V$  é volume final da solução e  $A_{1cm}^{1\%}$  é o coeficiente de extinção ou coeficiente de absorvidade molar de um pigmento em um determinado solvente específico. No caso do  $\beta$ -caroteno em éter de petróleo, o valor do coeficiente de absorvidade molar é 2592 (RODRIGUEZ-AMAYA, 2001).

#### 4.4.8. Análise objetiva da cor

A avaliação da cor foi determinada por colorimetria, utilizando-se um colorímetro da Colorquest XE HUNTERLAB no modo reflectância e na escala CIELAB ( $L^*$ ,  $a^*$ , e  $b^*$ ), empregando-se iluminante D65/10°. Esse é um sistema de coordenadas retangulares que define a cor em termos de  $L^*$ , que numa escala de 0 a 100 representa a luminosidade, variando desde o preto (0) ao branco (100);  $a^*$ , que representa a variação entre o verde, valores negativos, ao vermelho, valores positivos; e por fim o eixo  $b^*$ , que representa a variação de azul, valores negativos, ao amarelo, valores positivos. Para medir a cor, as polpas foram colocadas em uma cubeta de vidro de borossilicato de cerca de 3,0 mm de espessura e o valor de  $L^*$  (branco/preto),  $a^*$  e  $b^*$  para cada amostra foram fornecidos a partir da leitura direta em cubeta contendo o produto.

Foram calculados o ângulo de tonalidade ( $h^\circ$ ), que é o atributo em que a cor é percebida e o croma ( $C^*$ ) que representa a intensidade ou saturação da cor e o índice de escurecimento (IE) pelas equações descritas por Palou et al. (1999):

$$h^\circ = \tan^{-1} (b/a) \quad (4.2)$$

Para  $h^\circ$ , o 0 representa vermelho puro; o 90, o amarelo puro; o 180, o verde puro; e o 270, o azul puro. Assim, valores de  $|h^\circ|$  próximos de 90, indicam tonalidade amarela, e, quanto mais próximos de 0, a tonalidade vermelha.

$$C^* = (a^2 + b^2)^{1/2} \quad (4.3)$$

Com relação ao croma, quanto mais altos os valores de  $C^*$ , mais viva a cor observada.

$$IE = \frac{[100(x - 0,31)]}{0,172} \quad (4.4)$$

Sendo,

$$x = \frac{(a^* + 1,75.L^*)}{(5,645.L^* + a^* - 3,021.b^*)} \quad (4.5)$$

#### **4.5. Obtenção da polpa de pequi em pó**

A polpa de pequi foi colocada em telas de aço inox e a secagem conduzida por 6 horas (suficientes para atingir um teor de água de inferior a 5 %) em secador de bandejas (Polidryer) com circulação forçada de ar (1,30 m/s) a 60 °C. Posteriormente as polpas desidratadas foram homogeneizadas em mixer por 2 minutos para obtenção do produto em pó. A polpa em pó foi embalada em frascos de polipropileno e armazenada em *freezer* (-22 °C) até o início das análises e processamento. A obtenção foi realizada em três repetições experimentais.

##### **4.5.1. Características físicas e químicas da polpa de pequi em pó**

Para caracterizar a polpa de pequi em pó obtida foram realizadas as análises físicas de cor ( $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ ,  $C^*$ ,  $h^\circ$  e IE) e químicas (teor de água, Aa, pH, ATT, teor de carotenoides totais), já descritas no subitem 4.4.

#### **4.6. Obtenção do extrato de carotenoides**

Em béqueres de vidro de 600 mL foram adicionados 67 g do pequi em pó e 335 mL de acetona resfriada (1:5). O preparado foi agitado vigorosamente com espátula e deixado sob refrigeração (8 °C) por 30 horas, sendo revolvido o material após 8 e 22 horas. Em seguida, a solução foi filtrada a vácuo e a acetona removida em evaporador rotativo a 40 °C,

obtendo um extrato oleoso contendo carotenoides ( $238,60 \mu\text{g g}^{-1}$ ) que será referido ao longo do trabalho como **extrato de carotenoides**.

Os extratos foram armazenados em frascos de polipropileno devidamente identificados e envoltos por papel alumínio e acondicionados em *freezer* ( $-22 \text{ }^\circ\text{C}$ ) até a caracterização e uso.

Todo o procedimento foi realizado em ambiente escuro e as vidrarias envolvidas com papel alumínio. A extração do extrato de carotenoides foi realizada em três repetições experimentais de cada repetição da polpa de pequi em pó.

#### **4.7. Obtenção de extrato de carotenoides encapsulados em pó: método de secagem em camada de espuma**

Neste trabalho foi utilizado o encapsulamento por emulsão líquida O/A para a formação de microgotas de carotenoides, no qual a parte hidrofóbica consistiu de extrato carotenoides de polpa de pequi e a fase aquosa de matriz encapsulante (solução de água com o polímero maltodextrina solubilizado e emulsificante Emustab®). A solidificação das microgotas se deu por incorporação de ar na emulsão, obtendo-se um sistema coloidal constituído de matriz encapsulante, microgotas de carotenoides e bolhas de ar, seguida por secagem em camada de espuma. Pelo processo descrito foi obtido extratos de carotenoides encapsulados em pó pelo método de secagem em camada de espuma.

##### **4.7.1. Preparo das formulações de espumas contendo extrato de carotenoides da polpa de pequi**

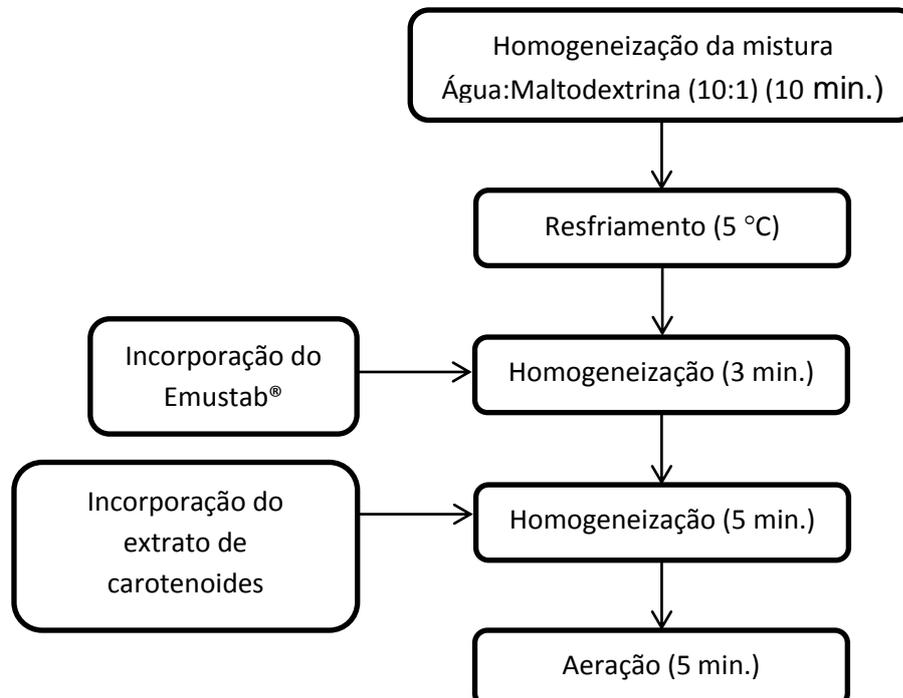
Foram preparadas 4 diferentes formulações de espumas compostas de: solução 10 % maltodextrina DE 10; extrato de carotenoides (até obter 10 % m/m em relação à base seca da solução de maltodextrina); e agente emulsificante Emustab®, nas concentrações 2,5 %, 5,0 %, 7,5 %, 10,0 % (m/m) em relação à massa total da formulação.

Na **Tabela 2** encontram-se os valores de cada constituinte para o preparo de 230 g de formulação de espuma contendo extrato de carotenoides.

**Tabela 2** - Proporção dos constituintes das formulações de espumas contendo o extrato de carotenoides

Constituintes	Formulações			
	2,5%	5,0%	7,5%	10,0%
Emustab® (g)	5,75	11,5	17,25	23
Extrato de carotenoides (g)	2,22	2,16	2,10	2,04
Solução 10% de maltodextrina (g)	222,03	216,34	210,65	204,95

O preparo das espumas foi composto de duas etapas fundamentais: a homogeneização e aeração (**Figura 2**).



**Figura 5** - Etapas para obtenção das espumas contendo o extrato de carotenoides.

A maltodextrina foi utilizada como encapsulante e sua hidratação ocorreu pela dissolução de 99,65 g (teor de água 7,68%) do mesmo em 820,35 g de água destilada. Esta mistura foi homogeneizada com agitador mecânico (AGI 103, Nova Ética) na velocidade de 504 rpm por 10 minutos e, posteriormente, resfriada a 5 °C.

Nesta etapa, seguindo as formulações apresentadas na **Tabela 2**, o agente emulsificante Emustab® foi incorporado na solução de maltodextrina em béquer plástico (1000 mL) com o auxílio de um agitador mecânico (AGI 103, Nova Ética) na velocidade de 504 rpm por 3 minutos. Após este período, foi acrescentado o extrato de carotenoides ao béquer e, novamente, introduzida a haste do agitador mecânico na velocidade de 504 rpm por mais 5 minutos para uma adequada homogeneização da mistura. O processo foi repetido para cada 230 g de preparado para cada formulação e suas repetições.

Na etapa de aeração, as hastes da batedeira (Walita®) foram introduzidas ao béquer contendo a mistura, sendo esta ativada na velocidade máxima (nível 3) por 5 minutos para obtenção das espumas e o sistema mantido em banho-maria a 5°C.

#### **4.7.2. Seleção da concentração do emulsificante para a produção de espumas com extrato de carotenoides e análise de morfologia**

Para a caracterização das formulações de espumas, foram considerados como parâmetros de qualidade a densidade, o percentual de expansão e a estabilidade das espumas. Foi escolhida a formulação que apresentou melhores resultados em relação aos parâmetros definidos. Entre uma formulação de espuma e outra, não havendo diferença destes parâmetros, seria selecionada a amostra com a menor concentração do agente emulsificante. As metodologias empregadas nestas análises, assim como os parâmetros de seleção, estão descritos a seguir:

#### 4.7.2.1. Densidade e percentual de expansão.

As densidades ( $\text{g cm}^{-3}$ ) das formulações (após homogeneização) e das espumas (após aeração) foram medidas por picnometria, utilizando-se picnômetros de 10 mL previamente calibrados com água destilada. Com os valores das densidades foi possível obter o percentual da expansão das espumas. As medidas foram realizadas em triplicata. Para o cálculo das densidades, a equação 4.6 foi utilizada:

$$\rho_{\text{amostra}} = \frac{m_{\text{amostra}}}{V_{\text{picometro}}} \quad (4.6)$$

Pela equação 4.7 a expansão das espumas foi calculada

$$\text{Exp}(\%) = \frac{1/\rho_{\text{espuma}} - 1/\rho_{\text{solução}}}{1/\rho_{\text{solução}}} \times 100 \quad (4.7)$$

Sendo:

$\rho_{\text{amostra}}$  = densidade da amostra ( $\text{g cm}^{-3}$ )

$m_{\text{amostra}}$  = massa da amostra (g)

$V_{\text{picometro}}$  = volume do picnômetro ( $\text{cm}^3$ )

#### 4.7.2.2. Avaliação da estabilidade da espuma

A avaliação da redução do volume de espuma foi realizada segundo a técnica citada por Rajkumar et al. (2007), na qual 100 mL de espuma foram adicionadas em um proveta graduada de 100 mL mantido à temperatura ambiente ( $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) por 3 horas. A redução de volume foi usada como um

índice para a estabilidade do volume da espuma sendo realizada a medição a cada 30 minutos. A equação 4.8 é utilizada no cálculo da estabilidade da espuma (EE) quanto a resistência à perda de volume.

$$EE = V_0 \frac{\Delta t}{\Delta V} \quad (4.8)$$

Em que  $\Delta V$  representa variação no volume de espuma durante o intervalo de tempo ( $\Delta t$ ) e  $V_0$  é o volume de espuma inicial.

A estabilidade da espuma foi ainda avaliada pela intensidade da coalescência, verificada pela drenagem da espuma segundo a técnica citada por Bastos et al. (2005), com modificações. Para este teste foi montado um sistema constituído de uma proveta, com um funil de vidro acoplado e um filtro de gaze. As amostras contidas nas provetas no decorrer das três horas do teste anterior (avaliação da redução do volume de espuma), foram vertidas no funil. Após 10 minutos foi medido o volume de líquido drenado para a proveta sendo a estabilidade da espuma inversamente proporcional ao volume escoado.

#### **4.7.2.3. Análise da morfologia das espumas**

As formulações de espuma foram avaliadas pelas técnicas de microscopia para determinação de suas características morfológicas e identificação dos carotenoides, utilizando microscópio confocal (marca Zeiss, modelo LSM 510 META), equipado com fonte de laser de excitação de argônio (488 nm), com filtro LP 505 nm e um aumento de 10 a 40 vezes. Egea et al. (2011) utilizaram microscopia com confocal equipado com fonte de laser de excitação de argônio (488 nm) e filtros de 500 nm a 600 nm de emissão na identificação de carotenoides em plastídios isolados de tomates. As imagens foram capturadas com câmera digital AxioCam HRm e processadas com o programa LSM Image Examiner, do Núcleo de Microscopia e Microanálise CCB/UFV.

### 4.7.3. Secagem em camada de espuma

A formulação de espuma contendo o extrato de carotenoides foi disposta em bandejas de alumínio de formato circular (raio 150 mm e altura 5 mm) e colocadas em secador de bandejas com circulação de ar (velocidade  $1,3 \text{ m s}^{-1}$ ) nas temperaturas 60 °C, 70 °C, 80 °C e 90 °C e mantidas no equipamento até atingir teor de umidade constante. A redução do teor de água foi determinada por pesagens do produto em balança digital (Homis, DS - 2000) no início da secagem e, posteriormente, em intervalos de 30 minutos até se atingir massa constante (números inteiros), procedimento padronizado para que se atingisse teor de água inferior a 5 %, possibilitando a raspagem das amostras. O material seco foi removido das bandejas com auxílio de uma espátula de plástico. Em testes anteriores desenvolvidos no Laboratório de Ciência de Produtos de Frutas e Hortaliças/UFV, após a raspagem, as polpas desidratadas de outras frutas (manga, mamão e goiaba) apresentaram granulometria fina, mas não homogênea. Os experimentos também mostraram que a trituração com a finalidade de obter um pó homogêneo, conforme recomendado por alguns autores (SILVA et al., 2008; KADAM et al. 2010b; SANKAT e CASTAIGNE, 2004) aumentava o escurecimento do produto final. Por estas experiências e sendo enfatizada neste trabalho a capacidade de tingimento do pequi e a estrutura de encapsulamento que o método de secagem propicia, decidiu-se não triturar o produto desidratado.

A unidade experimental para cada repetição dos tratamentos (secagem em camada de espuma a 60 °C / 4,22 h, 70 °C / 3,5 h, 80 °C / 2,79 h e 90 °C / 1,92 h) consistiu de oito bandejas, sendo destinada para cada par de bandejas a preparação de 230 gramas de espuma contendo extrato de carotenoides.

Os extratos de carotenoides encapsulados foram homogeneizadas, armazenados em frascos de polipropileno devidamente identificados e acondicionados em *freezer* (-22 °C) até as análises da caracterização do produto.

#### **4.7.4. Características físicas e químicas dos extratos de carotenoides encapsulados em pó**

Para a caracterização dos produtos de cada tratamento (secagem em camada de espuma a 60 °C / 4,22 h, 70 °C / 3,5 h, 80 °C / 2,79 h e 90 °C / 1,92 h) foram realizadas as análises físicas (cor ( $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ ,  $C^*$ ,  $h^\circ$  e IE) e químicas (teor de água, atividade de água, pH, teor de carotenoides totais) logo após a secagem, conforme descrito no subitem 4.4 com algumas modificações.

As análises físicas e químicas cor, teor de água e Aa foram realizadas diretamente nas amostras dos produtos desidratados. Para a medida do pH, as amostras foram diluídas em água destilada na proporção 1:10, de acordo com a metodologia descrita nas Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2004) para alimentos sólidos.

Para a análise do teor de carotenoides totais do extrato de carotenoides encapsulado, foram padronizadas amostras de 3,0 g e adicionados 25 mL de éter de petróleo resfriado para a extração direta dos carotenoides, deixando-se em agitação por 10 minutos em agitador magnético. Em seguida, o éter de petróleo foi despejado em tubo (capacidade 50 mL) de centrifuga e o resíduo lavado três vezes com mais 15 mL de éter de petróleo e o volume total centrifugado a 15.000g, a 4 °C, por 20 minutos em centrifuga (Hanil, modelo COMBI-514R). O sobrenadante recolhido foi concentrado em evaporador rotatório a 35 °C. Os carotenoides foram ressuspendido em éter de petróleo e o volume aferido em balão volumétrico de 25 mL, realizando-se em seguida a leitura em espectrofotômetro.

Para análise de acidez foi realizada a acidez álcool-solúvel também descrita nas Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2004). Foram pesados aproximadamente 2,5 g da amostra aos quais foram adicionados 50 mL de álcool em um Erlenmeyer de 125 mL com tampa. Após algumas agitações, o frasco foi mantido repouso por 24 horas. Com auxílio de uma pipeta volumétrica, 20 mL do sobrenadante foram transferidos para um frasco Erlenmeyer de 125 mL acrescido de 3 gotas de fenolftaleína 1 %

(solução indicadora) e titulados com solução padronizada de hidróxido de sódio  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ . O branco foi realizado usando-se 20 mL do mesmo álcool.

#### **4.7.5. Características morfológicas dos extratos de carotenoides encapsulados em pó**

As análises de morfologia foram realizadas no Núcleo de Microscopia e Microanálise CCB/UFV, utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura de Marca LEO, modelo 1430VP, de acordo com os procedimentos descritos por Silveira (1989). As amostras secas foram fixadas com fita dupla face no suporte de porta amostra do microscópio, conhecido como *stub* e, em seguida, levadas ao Metalizador Balzers Union FDU 010, onde foram submetidas ao processo de metalização com uma fina camada de ouro de 15 nm a 20 nm com a finalidade de tornar as amostras como boas condutoras elétricas. Posteriormente, os extratos de carotenoides encapsulados em pó foram observadas no Microscópio Eletrônico de Varredura LEO 1430 VP, com aumentos 100 a 1.000 vezes.

Para identificação dos carotenoides nos grânulos obtidos após a secagem, foi utilizado microscópio confocal (marca Zeiss, modelo LSM 510 META), utilizando fonte de laser de excitação de argônio (488 nm), com filtro LP 505 nm e aumento de 10 a 40 vezes. As imagens foram capturadas com câmera digital AxioCam HRm e processadas com o programa LSM Image Examiner, do Núcleo de Microscopia e Microanálise CCB/UFV.

#### **4.7.6. Difração de raios X**

Para obter-se informações a cerca da estrutura (cristalina ou amorfa) dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma, foi utilizado um difratômetro de raios X de marca PANalytical, modelo X'PERT PRO MPD (PW 3040/60), com radiação de cobalto a 40 KV, 30mA, velocidade de varredura de  $1^\circ/\text{seg}$  sob ângulo  $2\theta$  variando de 4 a  $45^\circ$ . Essa análise foi realizada no Laboratório de Mineralogia, do Departamento de Solos/UFV.

#### **4.8. Análise estatística**

Para análise e interpretação dos dados foi realizada análise de variância (ANOVA). Havendo diferença significativa, as médias foram comparadas utilizando-se o teste de Duncan, ao nível de 5 % de probabilidade. Para analisar os fatores quantitativos, realizou-se análise de regressão e os modelos para o ajustamento foram escolhidos com base no coeficiente de determinação e na significância dos coeficientes de regressão, utilizando o teste “t” e adotando-se o nível de 5 % de probabilidade.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. Caracterização da matéria-prima e polpa desidratada

Na **Tabela 3** estão representados os valores das propriedades físicas e químicas da polpa do pequi *in natura* bem como da polpa desidratada

**Tabela 3** - Caracterização da polpa *in natura* de pequi e da polpa desidratada a 60 °C / 6 horas

Característica	Polpa <i>in natura</i>	Polpa desidratada
Teor de água, %	57,7 ± 7,2	2,91 ± 0,17
Teor de lipídios totais, %	27,91 ± 0,31	64,05 ± 0,72
Atividade de água (a 25 °C)	0,991 ± 0,001	0,491 ± 0,034
pH	7,24 ± 0,01	6,39 ± 0,31
Sólidos solúveis totais (°Brix)	11,07 ± 0,40	-
Acidez total titulável, % de ácido cítrico	0,03 ± 0,00 (0,07 ± 0,00)*	0,29 ± 0,02 (0,30 ± 0,02)*
Teor de carotenoides, mg/100 g	8,68 ± 0,43 (20,52 ± 1,02)*	14,76 ± 2,14 (15,20 ± 2,22)*
<i>L</i> *	65,91 ± 1,72	55,39 ± 3,97
<i>a</i> *	14,80 ± 0,66	14,0 ± 0,2
<i>b</i> *	49,7 ± 2,0	31,5 ± 4,4
h°	73,3 ± 1,01	65,88 ± 3,0
C*	51,88 ± 1,93	34,5 ± 4,0
IE	139,46 ± 3,82	98,4 ± 7,2

Média ± desvio-padrão. (\*) Expresso em base seca.

O teor de água nos pequis *in natura*, coletados no chão, na cidade de Japonvar-MG, utilizados neste experimento, foi superior ao encontrado por Lima et al. (2007) (41, 50 %) que avaliaram pequis do Estado do Piauí da safra de dezembro/2004 coletados em árvores.

Ribeiro (2011) encontrou para uma mesma safra (dez. 2010/ jan. 2011) de duas regiões distintas do estado de Minas Gerais, valores de umidade diferentes, sendo médias de 68,67 % para a região de Ibiaí e de 52,37 % para a região de Japonvar, este semelhante ao valor encontrado no presente trabalho. A grande variabilidade encontrada de umidade e de

outras características físicas e químicas dos frutos de pequi de diferentes regiões pode ocorrer, entre outros fatores, pelas diferenças climáticas, índices pluviométricos anuais, fertilidade e pH do solo e o estágio de maturação em que os frutos são colhidos (RIBEIRO, 2011).

Em estudo avaliando o estágio de maturação do pequi coletado antes da queda natural, após a queda natural e três dias após a queda natural, Oliveira et al. (2006) verificaram que o processo de maturação continua após a queda natural. Segundo os autores, frutos coletados na árvore mostraram-se nutricionalmente inferiores aos frutos coletados após a queda natural e aos frutos mantidos três dias em condição ambiente após a queda natural, estes apresentaram maiores valores nos teores de proteínas, lipídios, carotenoides totais,  $\beta$ -caroteno, licopeno e vitamina A. Desta forma, ao comparar as características físicas e químicas do pequi, é importante que se considere a orientação geográfica de origem, ano de produção, forma de coleta, condições de estocagem e tempo decorrido até análise.

Neste trabalho, o teor de lipídios totais de 27,91 % encontrado na polpa *in natura* foi semelhante ao valor médio de 27,17 % encontrado por Oliveira et al. (2006) para pequi também do estado de Minas Gerais.

O valor médio de atividade de água, próximo do valor máximo (1) representa uma grande quantidade de água livre e disponível para reações microbiológicas, químicas e enzimáticas, o que contribui para a alta perecibilidade do pequi. Com a desidratação, a atividade de água atingiu valor inferior à 0,6, proporcionando estabilidade microbiológica, e ao redor de 0,4, que confere menor velocidade de oxidação.

Os valores médios de pH, ATT do presente estudo são semelhantes aos valores encontrados por Arévalo-Pinedo et al. (2010), que foram de 7,36 e 0,04 % respectivamente, em amostras cujo teor de água era de 56,8%. Por ter um valor de pH acima de 4,5, o pequi pode ser classificado como um alimento de baixa acidez, desta forma, quando utilizado na formulação de alimentos como pastas, por exemplo, estes devem receber um tratamento térmico de esterilização. Uma pasteurização seria permitida desde que seja acidificada a um pH inferior a 4,5 para evitar o desenvolvimento de *Clostridium botulinum*.

A média do teor de carotenoides totais (8,68 mg por 100 g) encontrada neste trabalho, está dentro da faixa de 6,75 a 11,34 mg por 100 g de polpa encontrada por Oliveira et al. (2006) para diferentes estádios de maturação do pequi. Ainda segundo estes pesquisadores, os carotenoides são considerados os principais pigmentos responsáveis pela coloração da polpa e quanto mais alaranjados são, geralmente, os mais preferidos pelos consumidores além de conferir mais capacidade bioativa. De acordo com Vilela et al. (2008), existe uma variabilidade fenológica de *C. brasiliense* dentro e entre populações, assim como as diferenças entre indivíduos de porte arbóreo e subarbustivo. A variabilidade fenológica pode ser entendida como uma estratégia de sobrevivência das populações em ambientes diferentes, o que pode interferir nas propriedades físicas e químicas do fruto até mesmo dentro de uma mesma região. A incidência de raios solares favorece a geração de radicais livres, o que favorece a biossíntese de compostos secundários com propriedades antioxidantes (compostos fenólicos, vitamina C e carotenoides totais) (LIMA et al., 2007). Desta forma, é possível obter variações na quantificação desses compostos para a mesma espécie devido a vários fatores.

A maior acidez encontrada no produto desidratado se deve, possivelmente, a liberação de ácidos graxos promovida pela temperatura de secagem. Em óleos extraídos de pequi desidratados a 60 °C em diferentes tempos de exposição, Aquino et al. (2009) verificaram uma elevação de ácidos graxos livres (AGL) para maiores tempos de secagem.

Em relação às características cromáticas, houve uma redução de  $L^*$  e  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $C^*$  e IE quando realizado a desidratação. Embora a desidratação permita maior aproximação dos pigmentos, a reflectância também é alterada pelo teor de água, com uma maior absorção da luz. A maior redução de valores de  $C^*$  confirma uma redução da intensidade da cor.

## **5.2. Seleção da concentração do emulsificante e características das espumas contendo extrato de carotenoides**

Foi escolhida a formulação que apresentou melhores resultados em relação aos ensaios de densidade, percentual de expansão e estabilidade.

### 5.2.1. Densidade e percentual de expansão

Para estudar o efeito das concentrações do emulsificante, sobre a densidade e percentual de expansão das espumas, fez-se primeiramente a análise de variância para verificar a existência de efeito significativo. Analisando os quadros da ANOVA (**Tabela 4**) foi observado efeito significativo ( $p < 0,05$ ) da concentração do emulsificante com a densidade e com o percentual de expansão. Desta forma, fez-se ajustamento dos modelos de regressão, sendo significativo ( $p < 0,05$ ) para o modelo de primeira ordem para ambas características.

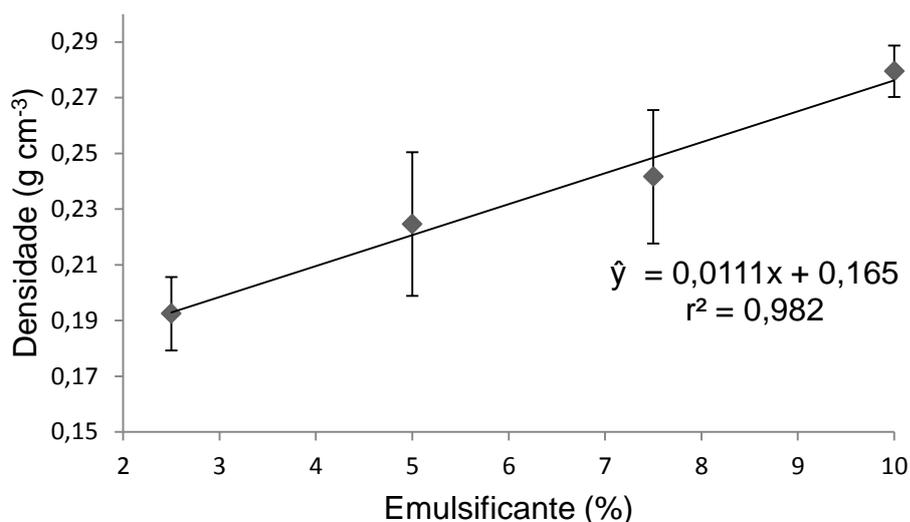
**Tabela 4** - Resumo da análise de variância e de regressão para análise de densidade e expansão da espuma contendo extrato de carotenoides

<b>Densidade</b>			
Fonte de variação	GL	QM	Pr > F
Concentração Emustab®	3	0,003973*	0,0038
Resíduo	8	0,003776	
Regressão	1	0,01170*	0,0005
Falta de ajustamento	2	0,0001071 <sup>ns</sup>	0,7602
<b>Expansão</b>			
Fonte de variação	GL	QM	Pr > F
Concentração Emustab®	3	12898*	0,0048
Resíduo	8	1325	
Regressão	1	37740*	0,0007
Falta de ajustamento	2	477,4 <sup>ns</sup>	0,7083

<sup>ns</sup> Não significativo ao nível de 5 % de probabilidade pelo teste F

\* Significativo ao nível de 5 % de probabilidade pelo teste F

O comportamento da densidade das espumas em relação à concentração do emulsificante encontra-se representado na **Figura 6**.

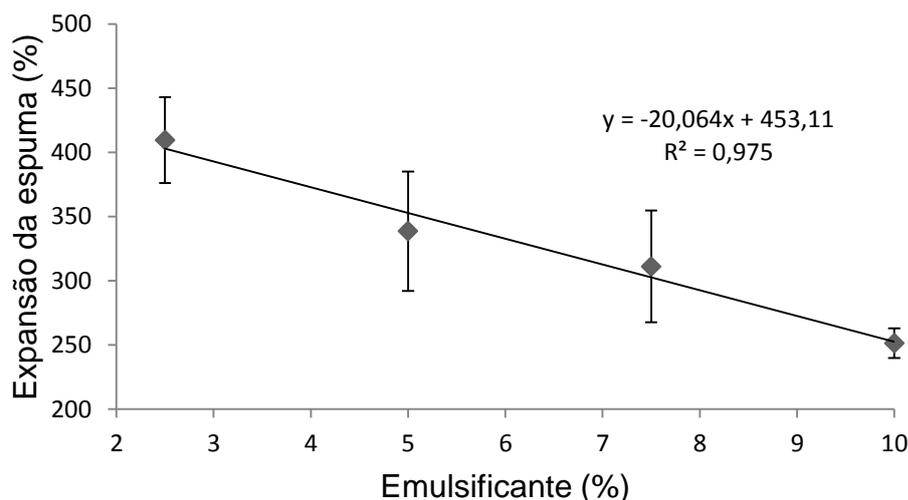


**Figura 6** - Variação da densidade de espuma contendo extrato de carotenoides em função da concentração de emulsificante.

Com relação à variação da densidade em função da concentração do emulsificante, observou-se um aumento linear ( $p < 0,05$ ). Houve um bom ajuste dos dados experimentais, com falta de ajustamento não significativa (**Tabela 4**) e coeficiente de determinação ( $r^2$ ) de 0,982 (**Figura 6**).

Segundo Van Arsdel e Copley (1964) a densidade das espumas para secagem em camada de espuma deve estar compreendida numa faixa de 0,1 a 0,6 g cm<sup>-3</sup>, assim, todas as formulações de espumas possuem densidade satisfatória.

O comportamento do percentual de expansão das espumas em relação à concentração do emulsificante encontra-se representado na **Figura 7**.



**Figura 7** - Variação da expansão de espuma contendo carotenoides em função da concentração de emulsificante.

Com relação à variação da expansão em função da concentração do emulsificante, observou-se um decréscimo linear ( $p < 0,05$ ). Houve um bom ajuste dos dados experimentais, com falta de ajustamento não significativa (**Tabela 4**) e coeficiente de determinação ( $r^2$ ) de 0,975 (**Figura 7**).

Para valores de concentração do emulsificante situados entre os limites mínimo (2,5 %) e máximo (10,0 %) deste estudo, um aumento da concentração provoca um aumento de densidade. Assim, a concentração de 2,5 % foi a que permitiu obtenção de uma espuma com menor densidade, ou seja, maior eficiência na formação da espuma.

### 5.2.2. Estabilidade e características morfológicas da espuma contendo extrato de carotenoides

Na análise de estabilidade da espuma (EE) pela técnica citada por Rajkumar et al. (2007), todas as formulações de espumas, adicionadas em proveta graduada de 100 mL e mantidas à temperatura controlada a 25 °C por 3 horas, não apresentaram redução da espuma, ao contrário, verificou-se um pequeno aumento (**Figura 8**). Possivelmente essa expansão está relacionada com o fato de que as espumas foram aeradas a 5 °C e depois

transferidas para 25 °C, o que promoveu um aumento do volume do ar nas bolhas.



**Figura 8** - Fotos da análise de estabilidade de espuma: avaliação da redução do volume.

Verificou-se a presença de água no fundo de algumas provetas, indicando maior grau de coalescência. Desta forma, procedeu-se a pesagem do conteúdo de água drenada (**Figura 9**).



**Figura 9** - Fotos da análise de estabilidade de espuma: drenagem da espuma.

Apenas na formulação 2,5% de emulsificante foi possível constatar coalescência da espuma pela quantificação da drenagem (**Tabela 5**).

**Tabela 5** – Quantidade de água drenada das espumas contendo extrato de carotenoides após três horas a 25 °C.

	Concentração do emulsificante			
	2,5%	5,0%	7,5%	10,0%
Drenado (g)	2,13 ± 0,78	ND	ND	ND

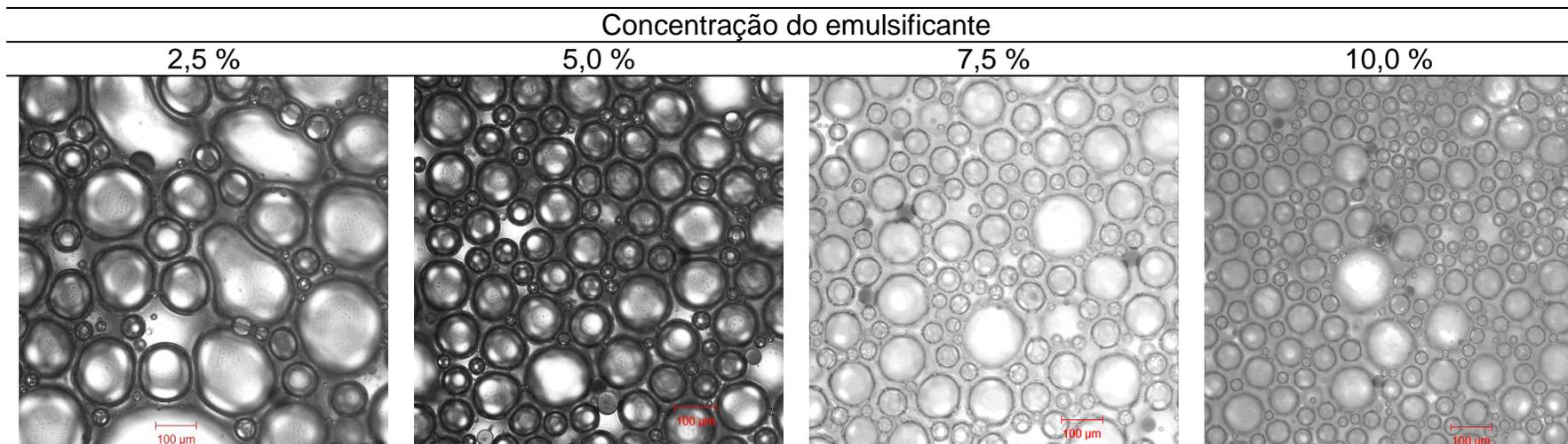
ND: Não detectado

A coalescência observada na concentração 2,5% de emulsificante pode ser explicada com base na análise da **Figura 5** e pela morfologia das espumas (**Figura 10**).

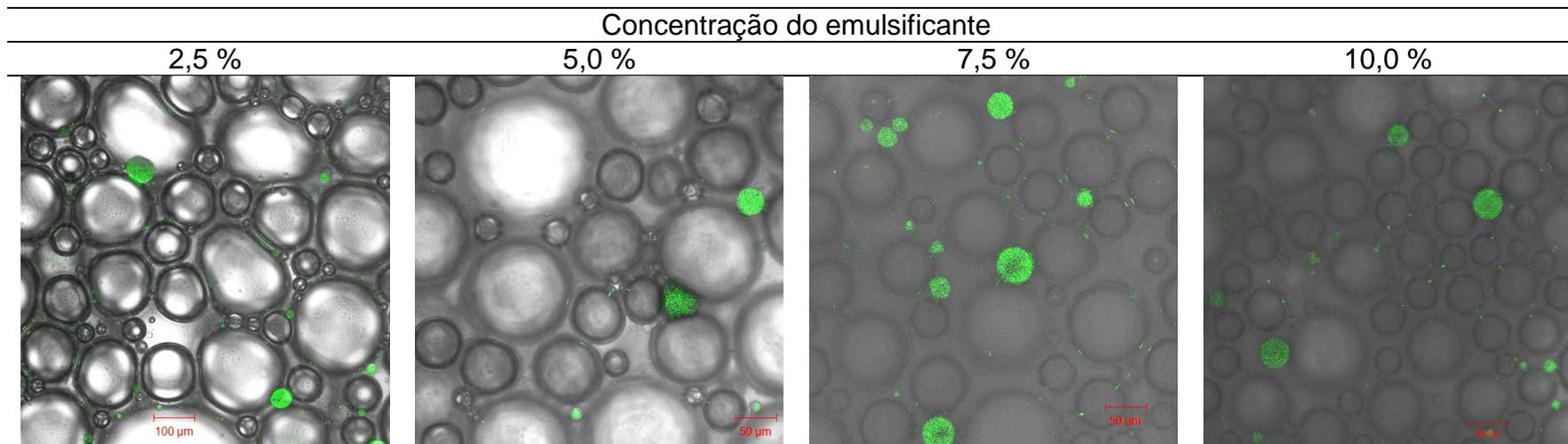
Uma vez que não foi possível obter formação de espuma para concentração de 0 % de emulsificante em testes preliminares, a adição do emulsificante é necessária para que ocorra incorporação de ar. Embora a concentração de 2,5 % tenha obtido menor densidade de espuma, não se pode dizer que a concentração usada foi a que mais reduziu a tensão superficial. É possível ainda que a concentração micelar crítica (CMC), concentração mínima que promova a menor tensão superficial, esteja entre 0 e 2,5% e que todas as concentrações do estudo estejam acima da CMC, o que provocaria a redução máxima da tensão para todas as concentrações. De acordo com Salager et al. (1998) a espumabilidade é máxima quando a concentração de surfactante atinge a concentração micelar crítica, após este valor, a capacidade de aumentar o volume tende a ser reduzida. Ainda segundo os autores, em misturas de surfactantes, como é o caso do emulsificante Emustab®, os surfactantes que se difundem mais facilmente seriam os responsáveis pela espumabilidade e os mais retardatários estariam por complementar a estabilidade em um processo cinético. Assim, acima de uma determinada concentração do emulsificante, o efeito passa ser somente por aumento da estabilidade, podendo reduzir a capacidade de formação de espuma. O aumento da estabilidade também é garantido pelo

aumento da viscosidade provocada, que garante a formação de bolhas menores e uma maior área de lamelas como pode ser observado na **Figura 10**. Na **Figura 11**, em verde, são as microgotas de carotenoides na emulsão de espuma identificadas por confocal. Os tamanhos das estruturas variaram dentro da mesma concentração de emulsificante, embora tenham se localizado, em sua maioria, nas regiões conhecidas como Bordas de Plateau, região em que ocorre o encontro das lamelas e onde se deposita água que migra por capilaridade e por gravidade.

A formulação escolhida para o processo de secagem foi a de 5,0 % de emulsificante, pois apresentou: a segunda menor densidade; a estabilidade superior a 2,5 % e igual à de 7,5 % e 10,0 %; além da capacidade de produzir microgotas de carotenoides.



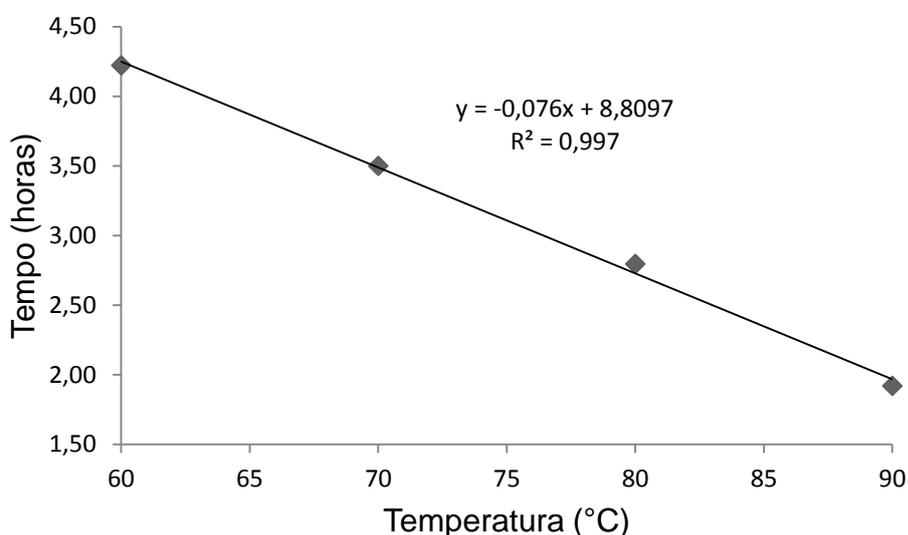
**Figura 10** - Variação dos tamanhos das bolhas de ar em relação à concentração do emulsificante. Fotomicrografias com aumento 10x.



**Figura 11** - Fotomicrografias de microgotas de carotenoides formadas pelo método de emulsão e aeração. Concentrações 2,5 %, 7,5 % e 10,0 % com aumento 10x. Concentração 5,0% com aumento de 20x.

### 5.3. Avaliações durante a secagem em camada de espuma

Na **Figura 12** estão apresentados os tempos médios em que se atingiu o teor de água de equilíbrio para cada temperatura.



**Figura 12** - Secagem em camada de espuma em diferentes temperaturas.

O tempo médio para que se atingisse o teor de água de equilíbrio para 60 °C, 70 °C, 80 °C e 90 °C foram de 4,22 horas, 3,5 horas, 2,79 horas e 1,92 horas respectivamente. Foram consideradas como tratamentos as secagens em camada de espuma da formulação de espuma contendo extrato de carotenoides com 5,0 % do emulsificante Emustab® nas temperaturas de 60 °C, 70 °C, 80 °C e 90 °C com seus respectivos tempos de secagem.

Antes da secagem, a espuma apresentava-se homogênea, com bolhas não visíveis ao olho nu e coloração amarelo claro como pode ser observado na **Figura 13**.

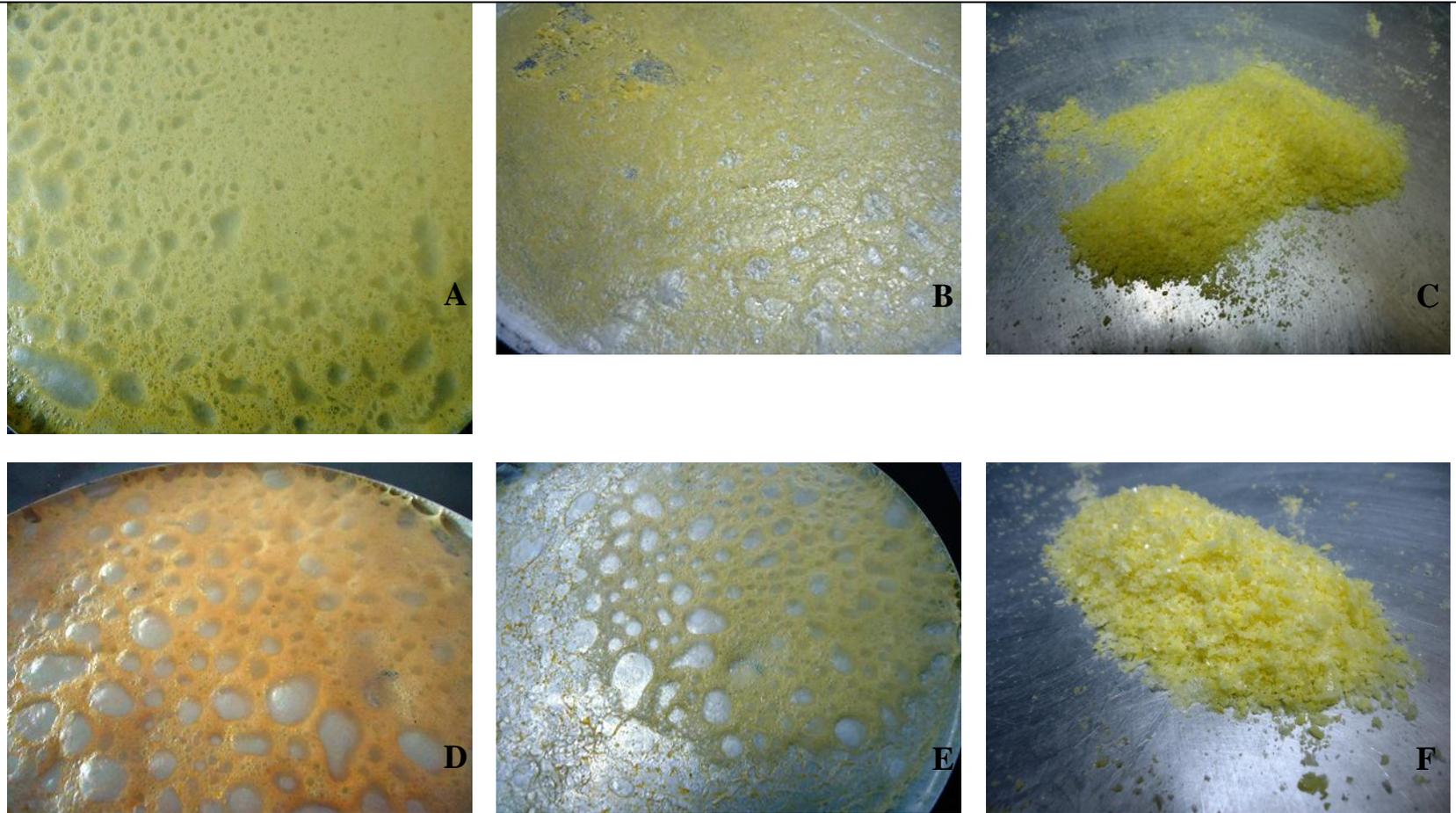


**Figura 13** - Fotografia da espuma contendo carotenoides antes da secagem.

Foram observadas algumas características visuais semelhantes entre as temperaturas de secagem: 60 °C com 70 °C (**Figura 14**); 80 °C com 90 °C (**Figura 15**).

Nas temperaturas de secagem de 60 °C e 70 °C foi observado um moderado aumento das bolhas durante o processo de secagem (**Figura 14 - A, D**). Sankat e Castaigne (2004) ao desidratarem bananas por secagem em camada de espuma observaram que a estrutura da camada de espuma parecia ficar mais porosa durante a secagem, possivelmente pela abertura dos poros ou formação de novos devido à movimentação de vapor. O aumento das bolhas se deve ao aumento da temperatura das espumas o que promoveu um aumento do volume do ar nas bolhas, formação de novas bolhas pelo vapor e fusão das bolhas menores nas maiores. Associado a isso, pode ter ocorrido a formação de uma película superficial de maltodextrina durante a secagem, dificultando a transferência de massa, ocorrendo um acúmulo de vapor de água e contribuindo para a expansão. Não foi verificada nestas temperaturas a deposição de líquido nas bandejas, indicando não ter ocorrido demasiada coalescência durante todo o processo de secagem ou decantação do vapor de água.

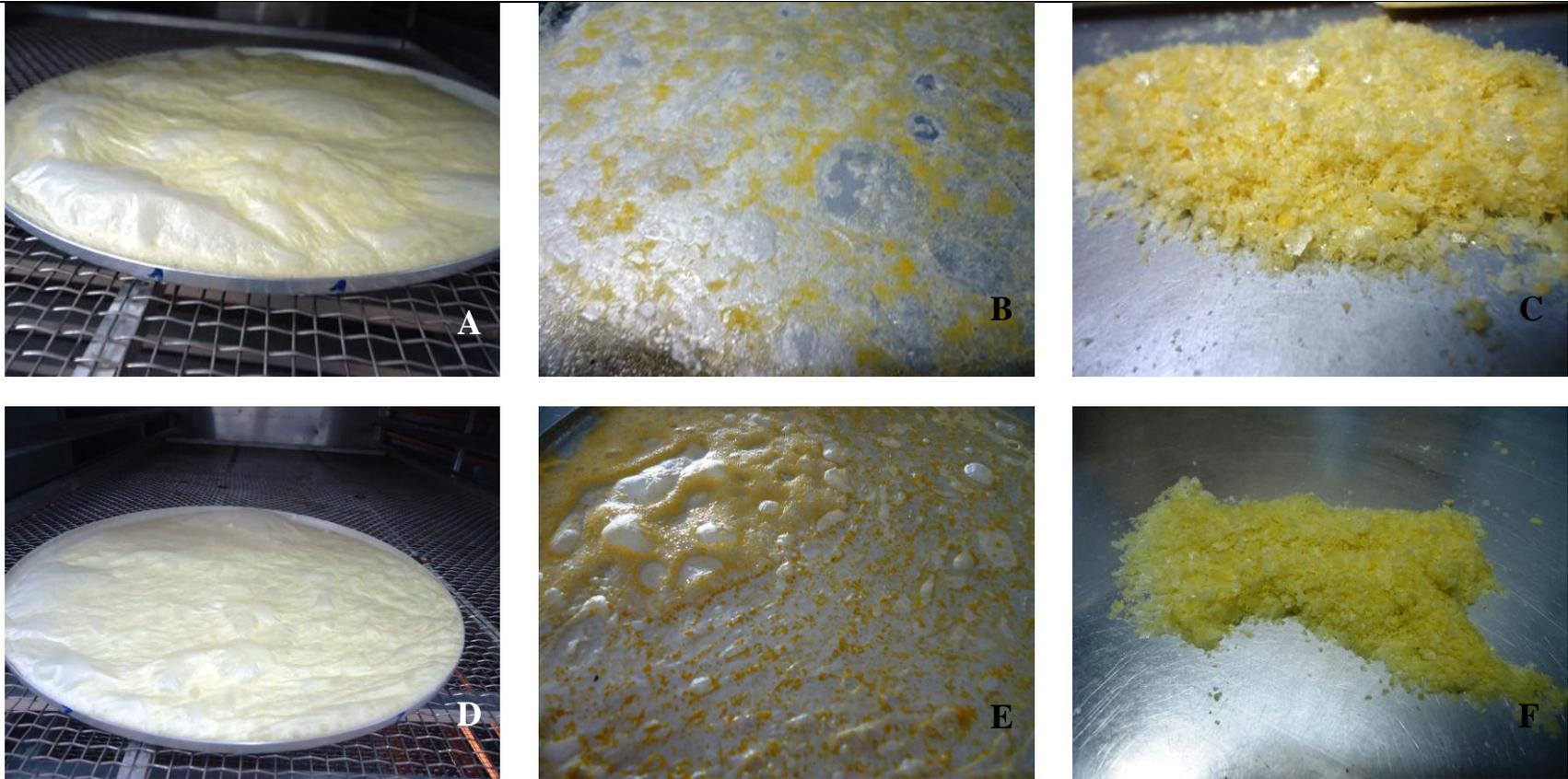
Após atingir o equilíbrio do teor de água, o material apresentou-se mais homogêneo, conforme pode ser observado na **Figura 14 - B**, mais facilmente removido da bandeja e com aspecto final mais fino (menor granulometria) quando comparados às temperaturas de secagem de 80 °C e 90 °C.



**Figura 14** - Fotografias ao longo das secagens a 60 °C (A, B e C); 70 °C (D, E e F)

Nas temperaturas de secagem de 80 °C e 90 °C foi observado um grande aumento das bolhas, entretanto, como se pode observar pela **Figura 15 - A,B**, ocorreu nos estágios iniciais a formação de uma casca espessa cobrindo toda a superfície. Foi verificada nestas temperaturas, a deposição de líquido em algumas das bandejas. A estabilidade da espuma tende a reduzir com o aumento da temperatura, assim para temperaturas mais elevadas ocorreu maior degradação da espuma antes da evaporação completa da água. A manutenção da integridade das bolhas é importante para o processo de secagem em camada de espuma, pois o ar aquecido das bolhas participa do processo de remoção do vapor de água. De acordo com a Lei de Laplace, a pressão interna das bolhas menores é maior do que nas bolhas maiores, o que gera um gradiente de pressão, induzindo a uma difusão gasosa pelas lamelas. As estruturas como as lamelas permitem também a migração da água de forma mais rápida das regiões internas para a superfície por capilaridade (SALAGER et al. 1998). A formação da película pode também ter contribuído para a condensação da água, por dificultar a transferência de vapor da água entre a superfície e o ar de aquecimento.

Após atingir o equilíbrio do teor de umidade, o material apresentou-se menos homogêneo, conforme pode ser observado na **Figura 15-B**, com maior dificuldade de ser removido da bandeja e com aspecto final mais grosso (maior granulometria). Verificou-se também que nessas temperaturas, após as raspagens, os fundos das bandejas ficavam oleosos, possivelmente pela desestabilização da estrutura da espuma durante o aquecimento



**Figura 15** - Fotografias ao longo das secagens a 80 °C (**A**, **B** e **C**); 90 °C (**D**, **E** e **F**).

## 5.4. Extratos de carotenoides encapsulados em pó pelo método de secagem em camada de espuma

### 5.4.1. Características físicas e químicas

Analisando-se os dados da análise de variância para as características cromáticas ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $h^\circ$ ,  $C^*$  e IE), presentes na **Tabela 6**, verificou-se efeito significativo apenas para a característica cromática  $L^*$  ( $p < 0,05$ ).

**Tabela 6** - Resumo da ANOVA para as características cromáticas ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $h^\circ$ ,  $C^*$  e IE) dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma em diferentes temperaturas secagem

Fonte de variação	de GL	QM					
		$L^*$	$a^*$	$b^*$	$h^\circ$	$C^*$	IE
Bloco	2	11,7831*	0,2309 <sup>ns</sup>	11,1231 <sup>ns</sup>	1,5342*	10,9859 <sup>ns</sup>	47,9199*
Secagem	3	15,2693*	0,006678 <sup>ns</sup>	0,8764 <sup>ns</sup>	0,0701 <sup>ns</sup>	0,8650 <sup>ns</sup>	4,9722 <sup>ns</sup>
Resíduo	6	1,2464	0,05474	2,3742	1,8872	2,3556	7,7121

\* Significativo ao nível de 5 % de probabilidade pelo teste F.

<sup>ns</sup> Não Significativo ao nível de 5 % de probabilidade pelo teste F.

Na **Tabela 7** encontram-se as médias para os valores de  $L^*$  e demais características cromáticas ( $a^*$ ,  $b^*$ ,  $h^\circ$ ,  $C^*$  e IE). Houve uma diminuição no valor de  $L^*$ , ou seja, com o aumento da temperatura foram obtidos extratos de carotenoides mais escuros ( $p < 0,05$ ), porém essa diminuição não promoveu diferença no índice de escurecimento entre todos os tratamentos ( $p > 0,05$ ). A reação de caramelização pode ter contribuído para o menor valor de  $L^*$  nas temperaturas de 80 °C e 90 °C, pois a velocidade desta reação é maior para temperaturas mais altas.

**Tabela 7** - Características cromáticas dos extratos de carotenoides encapsulados em pó nas diferentes temperaturas de secagem em camada de espuma

Temperatura	Coordenadas de cor											
	<i>L</i> <sup>*</sup>		<i>a</i> <sup>*</sup>		<i>b</i> <sup>*</sup>		h°		<i>C</i> <sup>*</sup>		IE	
	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP
60 °C	82,49 <sup>a</sup>	2,28	-1,32 <sup>a</sup>	0,51	28,42 <sup>a</sup>	3,36	87,23 <sup>a</sup>	1,29	28,45 <sup>a</sup>	3,34	39,65 <sup>a</sup>	6,51
70 °C	80,64 <sup>ab</sup>	0,74	-1,21 <sup>a</sup>	0,33	29,29 <sup>a</sup>	2,04	87,60 <sup>a</sup>	0,78	29,32 <sup>a</sup>	2,03	42,36 <sup>a</sup>	4,02
80 °C	78,67 <sup>bc</sup>	2,19	-1,27 <sup>a</sup>	0,03	28,53 <sup>a</sup>	0,68	87,44 <sup>a</sup>	0,13	28,56 <sup>a</sup>	0,68	42,19 <sup>a</sup>	1,84
90 °C	77,34 <sup>c</sup>	2,23	-1,24 <sup>a</sup>	0,16	28,00 <sup>a</sup>	1,52	87,41 <sup>a</sup>	0,42	28,03 <sup>a</sup>	1,51	42,10 <sup>a</sup>	3,00

Média e desvio padrão (DP), n= 3. Significância (p<0,05): médias seguidas de pelo menos uma mesma letra na coluna, para cada parâmetro de cor, não diferem entre si pelo teste de Duncan.

Analisando-se os dados da análise de variância, mostrados na **Tabela 8**, das variáveis teor de carotenoides, teor de água, atividade de água (Aa), pH e acidez álcool solúvel (AAS), verificou-se efeito significativo ( $p < 0,05$ ) para todas as variáveis.

**Tabela 8** - Resumo da ANOVA para as variáveis carotenoides, água, atividade de água (Aa), pH e acidez álcool solúvel (AAS) dos extratos de carotenoides encapsulados em pó em diferentes temperaturas e tempos de secagem em camada de espuma

Fonte de variação	GL	QM				
		Teor de Carotenoides	Teor de Água	Aa	pH	AAS
Bloco	2	3,6074 <sup>ns</sup>	0,0298 <sup>ns</sup>	0,0023 <sup>ns</sup>	0,0151*	0,0025 <sup>ns</sup>
Secagem	3	6,1289*	1,1878*	0,0060*	0,0228*	0,0533*
Resíduo	6	0,8083	0,0117	0,0009	0,0009	0,0026

\* Significativo ao nível de 5% de probabilidade pelo teste F.

<sup>ns</sup> Não Significativo ao nível de 5% de probabilidade pelo teste F.

Na **Tabela 9** estão apresentadas as médias das variáveis teor de carotenoides, teor de água, atividade de água (Aa), pH e acidez álcool solúvel (AAS) dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma nas temperaturas de 60 °C, 70 °C, 80 °C e 90 °C.

**Tabela 9** - Resultado de teor carotenoides, teor água, atividade de água (Aa), pH, e acidez álcool solúvel (AAS) dos extratos de carotenoides encapsulados em pó em diferentes temperaturas de secagem em camada de espuma em diferentes temperaturas

Temperatura	*Carotenoides, $\mu\text{g g}^{-1}$		Água, %		Aa		pH		*AAS, mL de solução N% v/p	
	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP
60 °C	9,61 <sup>a</sup>	1,92	3,9633 <sup>a</sup>	0,2122	0,3890 <sup>bc</sup>	0,0088	7,50 <sup>a</sup>	0,04	1,15 <sup>a</sup>	0,06
70 °C	7,41 <sup>b</sup>	0,91	3,0600 <sup>b</sup>	0,0436	0,3511 <sup>c</sup>	0,0595	7,48 <sup>a</sup>	0,05	1,01 <sup>b</sup>	0,00
80 °C	6,76 <sup>b</sup>	0,76	2,7867 <sup>c</sup>	0,1159	0,4189 <sup>ab</sup>	0,0282	7,39 <sup>b</sup>	0,08	0,94 <sup>b</sup>	0,06
90 °C	6,43 <sup>b</sup>	0,96	2,5133 <sup>d</sup>	0,0666	0,4562 <sup>a</sup>	0,0229	7,31 <sup>c</sup>	0,09	1,23 <sup>a</sup>	0,06

Média e desvio padrão (DP), n= 3. Significância ( $p < 0,05$ ): médias seguidas de pelo menos uma mesma letra na coluna, para cada variável, não diferem entre si pelo teste de Duncan. \* Expresso em base seca.

Observou-se diferença em relação ao teor de água para todos os extratos de carotenoides encapsulado em pó nas diferentes temperaturas, sendo menor para as temperaturas mais elevadas ( $p < 0,05$ ). Chama-se a atenção que uma maior atividade de água foi observada para o extrato de carotenoides encapsulado em pó obtido por secagem em camada de espuma na temperatura de 90 °C, para os quais se obteve menor teor de água. Uma maior temperatura de secagem pode contribuir para uma maior aproximação das moléculas de maltodextrina e outros constituintes, favorecendo interações fortes com redução de sítios disponíveis ligação com a água, acarretando em maior atividade de água mesmo com menor teor de água. A diferença observada para pH pode estar relacionada com o teor de umidade diferente entre as amostras. A título de comparação, AAS da maltodextrina pura foi de 0,42 mL de solução N% v/p. O aumento verificado para os extratos de carotenoides encapsulados em pó se deve aos componentes como ácidos graxos do extrato de carotenoides e do emulsificante.

O teor de carotenoides em base seca do extrato de carotenoides encapsulado em pó obtido na temperatura de 60 °C foi o que mais se conservou em relação aos extratos de carotenoides encapsulados em pó obtidos nas temperaturas de 70 °C, 80 °C e 90 °C, estes não diferiram entre si. O mesmo efeito sobre os carotenoides foi verificado por Kadam et al. (2010a) ao produzirem manga em pó pelo método de se secagem em camada de espuma, nas temperaturas de 65 °C, 75 °C e 85 °C, obtendo maior teor de carotenoides na manga em pó obtida na temperatura de secagem de 65 °C, relatada pelos autores como a que demandou maior tempo de secagem.

#### 5.4.2. Morfologia dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma

Nas **Figuras 16 e 17** estão apresentadas as fotomicrografias realizadas por MEV (microscopia eletrônica de varredura) sobre as estruturas dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma nas temperaturas de 60 °C, 70 °C, 80 °C e 90 °C.

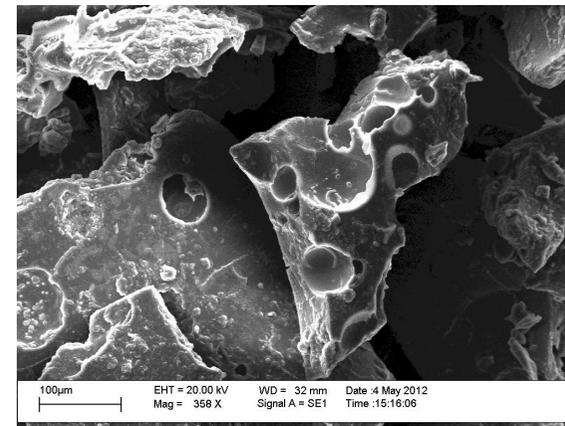
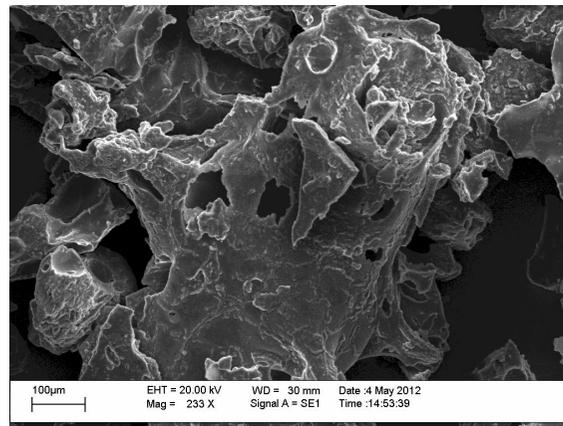
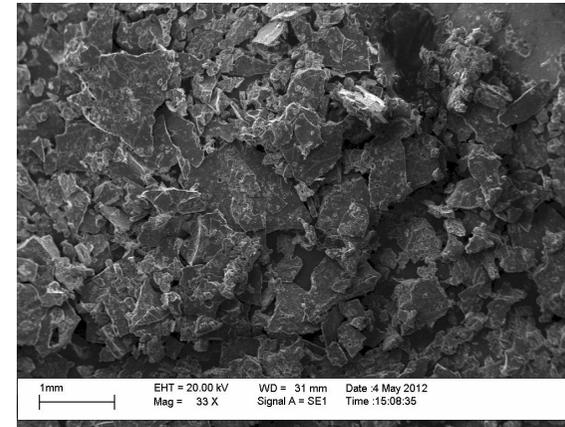
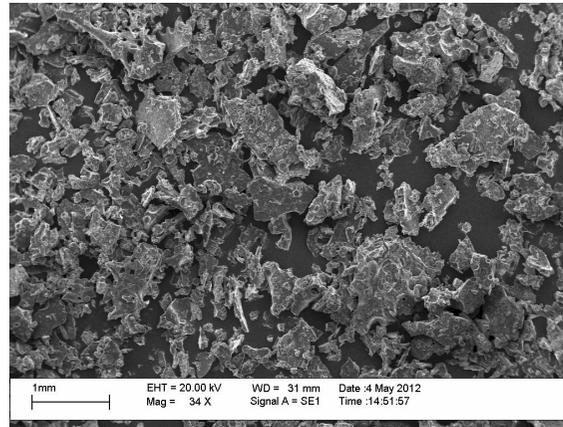
Verificou-se para todas as amostras a não uniformidade das estruturas obtidas em todas as temperaturas de secagem. Independentemente da temperatura de secagem, todas as estruturas dos extratos de carotenoides encapsulados em pó apresentaram cavidades oriundas provavelmente pelo espaço deixado pelas bolhas de ar, o que pode contribuir para a porosidade do material. A porosidade do material que a técnica de secagem permite, está indicada na literatura como uma das maiores vantagens da secagem em camada de espuma (BASTOS et al. 2005). Assim, confirma-se a alta estabilidade das espumas, ou resistência à coalescência, o que garantiu a estrutura porosa durante a desidratação. A vantagem da porosidade para o pigmento encapsulado obtido está relacionada com alta capacidade de solubilização ou dispersão do pigmento no alimento a ser colorido. Entretanto, as cavidades, não indicam que os carotenoides estejam desprotegidos, ou em contato direto com o ar. As paredes das bolhas que formam a espuma são formadas por uma película líquida, neste caso, de solução de maltodextrina. Desta forma, a parte interna da cavidade está coberta teoricamente por maltodextrina. Somado a este princípio, conforme verificado na **Figura 11**, as microgotas de carotenoides se localizaram nas lamelas e principalmente nas Bordas Plateau, regiões onde se concentram os líquidos, e assim, tendem a serem aprisionados pela maltodextrina conforme a água for eliminada. Na **Figura 18** tem-se a imagem da microscopia com confocal. Pela imagem é possível observar, no interior dos grânulos (indicados com setas) os carotenoides (em cor verde) também observados na espuma. Aparentemente, ocorreu uma perda do formato esférico das microgotas dos carotenoides o que pode ser explicado pela compactação da maltodextrina após a saída de água e uma

redistribuição da gotícula dos carotenoides das bordas para e entre as lamelas por principio de capilaridade, uma vez que estão interligadas.

## Condições de secagem em camada de espuma

60 °C

70 °C



**Figura 16** - Fotomicrografias obtidas por microscopia de varredura dos extratos de carotenoides encapsulados em pó nas temperaturas de secagem de 60 °C e 70 °C.

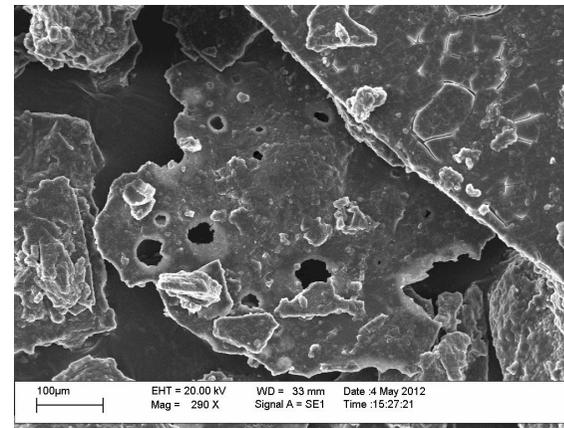
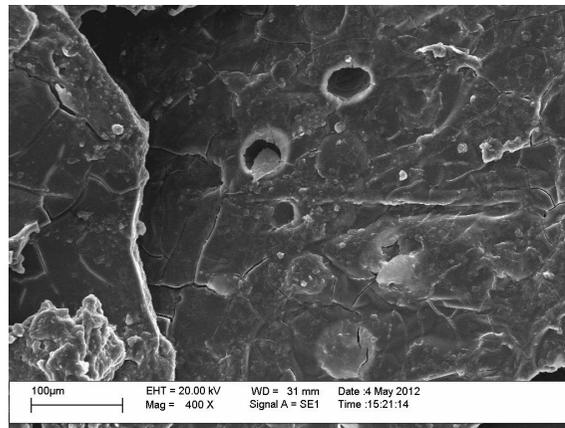
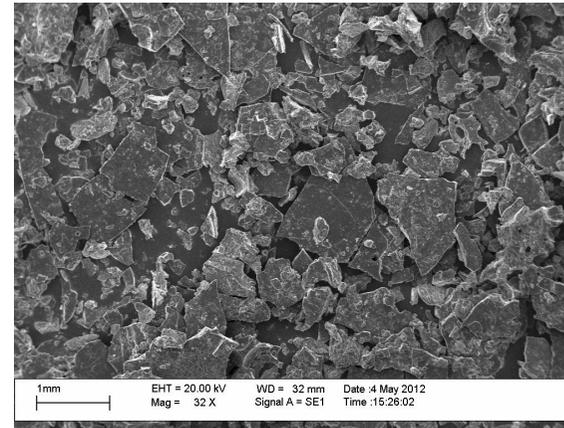
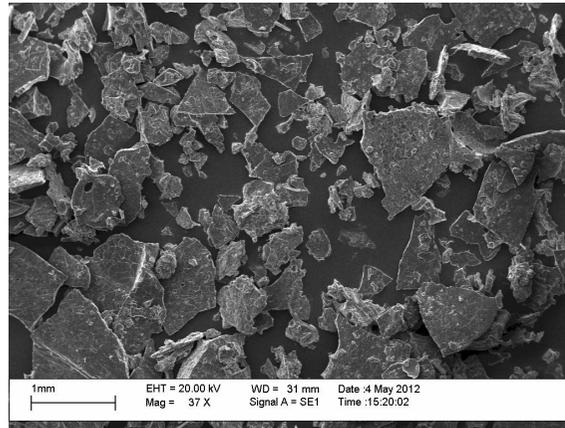
---

## Condições de secagem em camada de espuma

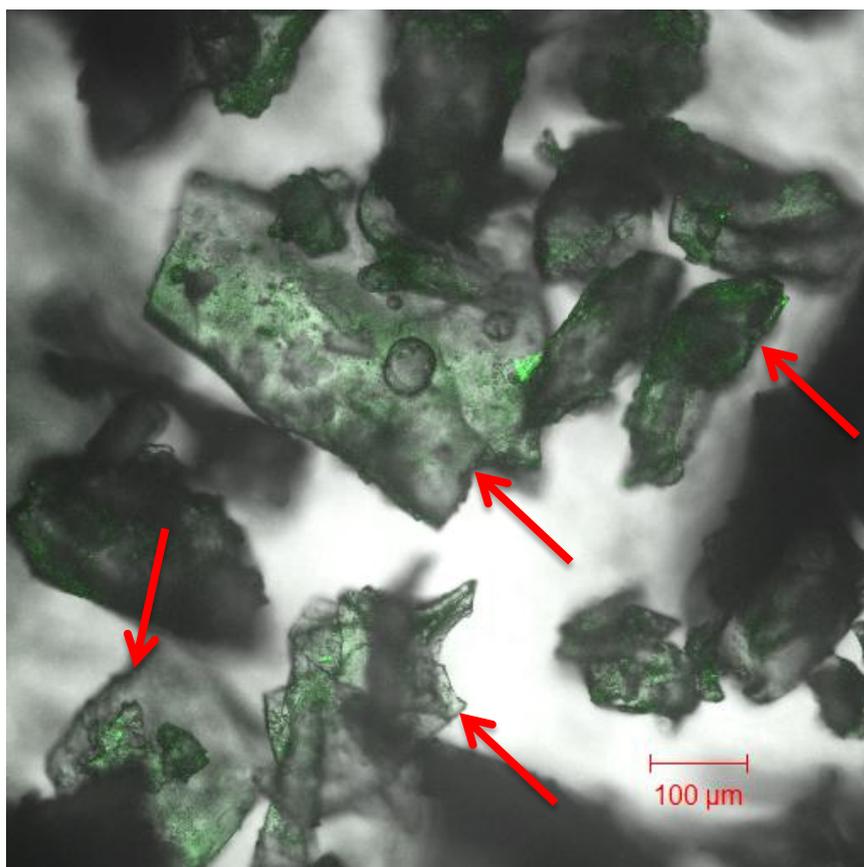
---

80 °C

90 °C



**Figura 17** - Fotomicrografias obtidas por microscopia de varredura dos extratos de carotenoides encapsulados em pó nas temperaturas de secagem de 80 °C e 90 °C.



**Figura 18** - Fotomicrografia de grânulos (indicados com setas) com carotenoides (em cor verde) encapsulados por secagem em camada de espuma.

#### **5.4.3. Difração de raios X dos extratos de carotenoides encapsulados em pó**

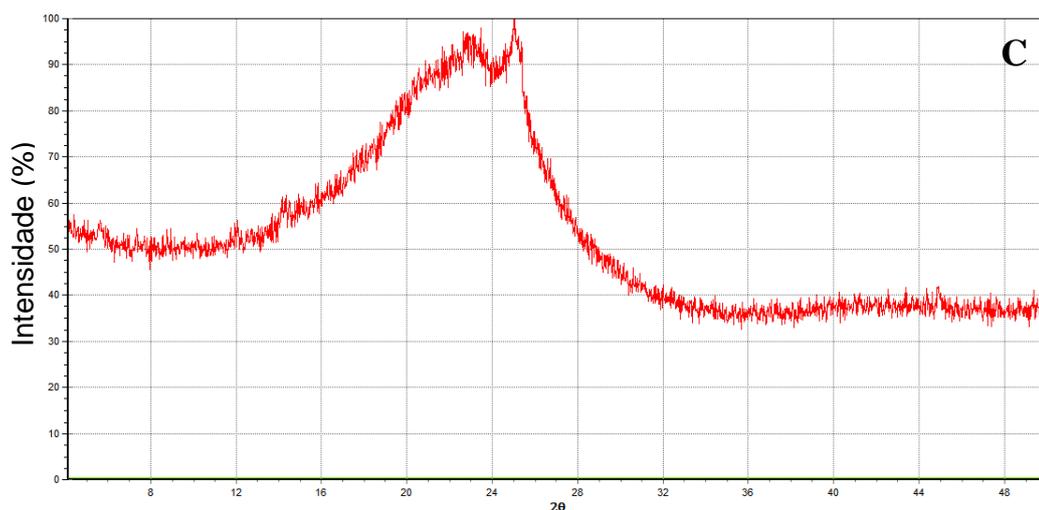
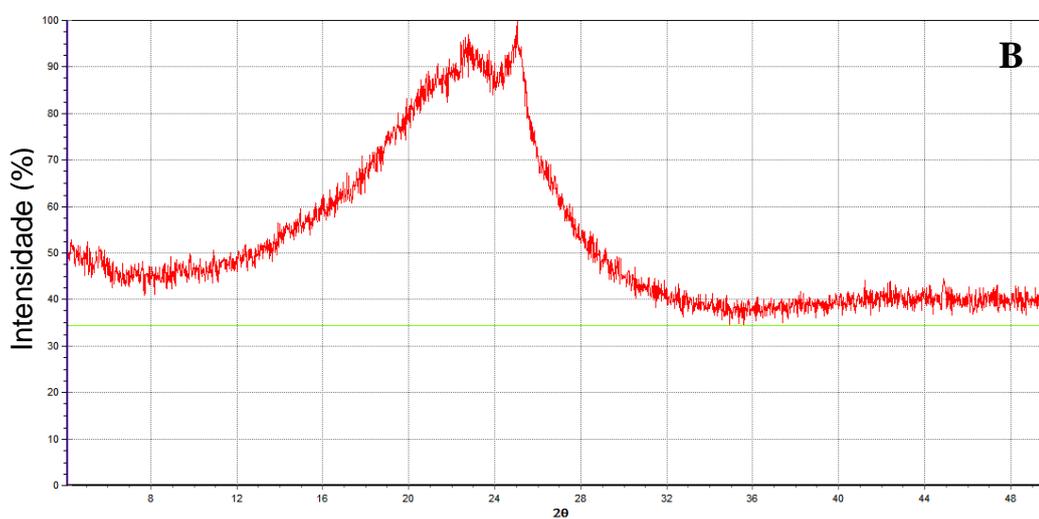
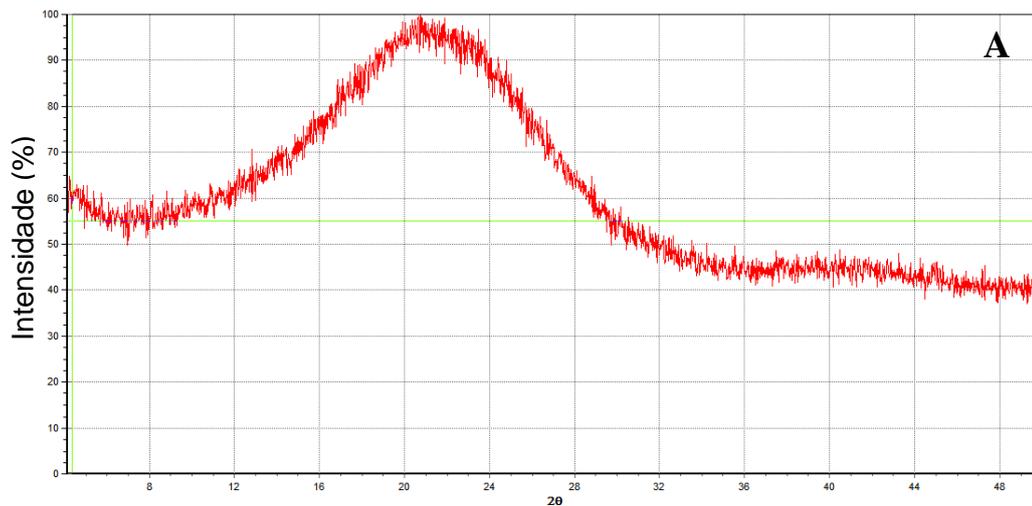
A difração de raios X é uma técnica utilizada para avaliar o estado cristalino-amorfo de produtos em pó. Em geral, o material cristalino mostra uma série de picos agudos, enquanto o produto amorfo produz um pico alargado e não definido (CAPARINO et al., 2012).

Os grânulos de amido, bem como de maltodextrina, estão organizados em regiões cristalinas e amorfas, sendo a transição entre elas gradual. A região cristalina é constituída de cadeias laterais da amilopectina, enquanto que os pontos de ramificação e a amilose são os principais componentes das regiões amorfas. As áreas cristalinas do amido mantêm a estrutura do grânulo, controlam o seu comportamento na água, tornando-o relativamente resistente ao ataque enzimático e químico. Esta estrutura

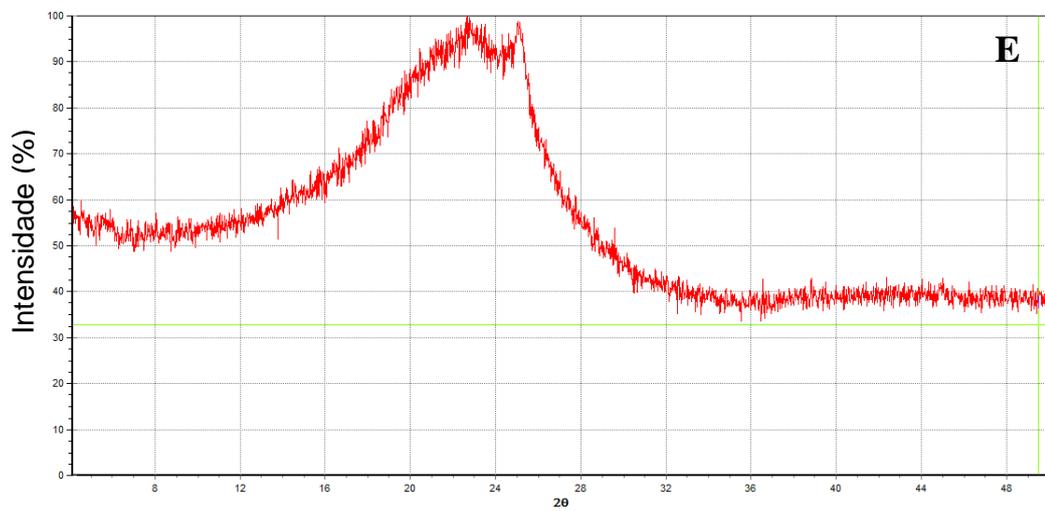
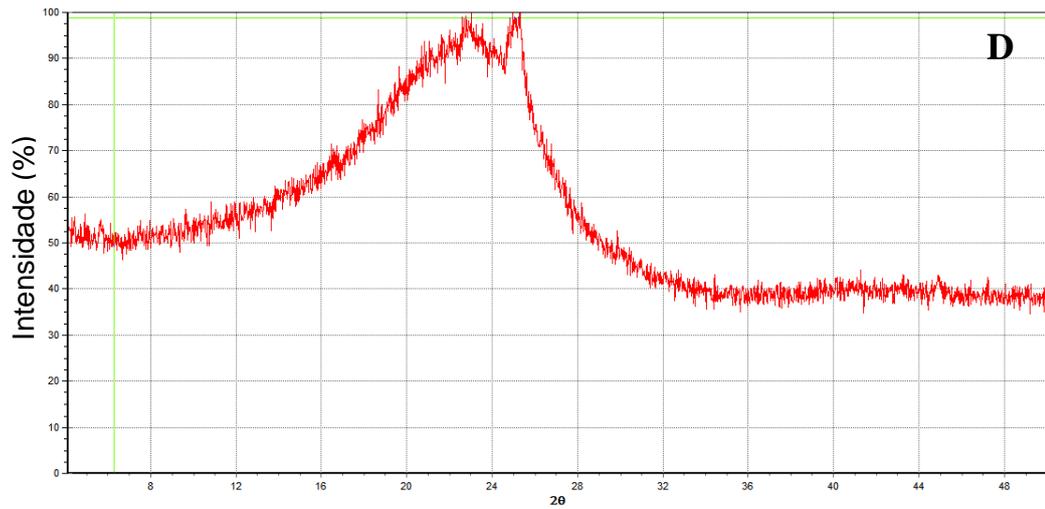
cristalina depende do tipo e grau de associação intermolecular existente entre os componentes do amido (ROCHA et al. 2008).

De acordo com a **Figura 19-A**, observou-se que a maltodextrina utilizada neste experimento não apresentou cristalinidade, mostrando difractograma de material tipicamente amorfo. O mesmo resultado foi confirmado por Raja et al. (1989) que constataram estrutura granular amorfa para maltodextrinas de milho com diferentes dextrose equivalentes.

Os encapsulados obtidos em todas as temperaturas de secagem apresentaram picos de cristalinidade mais definidos, indicando maior cristalinidade em relação à maltodextrina pura (**Figuras 19 e 20**). O menor teor de água para todos os encapsulados (< 5%) em relação à maltodextrina pura (7,68%) pode ter contribuído para uma maior aproximação das moléculas de maltodextrina, favorecendo interações mais fortes e aumentando a cristalinidade dos grânulos. Os constituintes do emulsificante e o próprio extrato de carotenoides podem também ter contribuído para o aparecimento de regiões mais cristalinas.



**Figura 19** - Difratogramas da maltodextrina pura (A), dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma nas temperaturas de 60 °C (B) e 70 °C (C).



**Figura 20** - Difratogramas dos extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma nas temperaturas de 80 °C (D) e 90 °C (E).

## 6. CONCLUSÃO

Os resultados observados no presente trabalho permitem concluir que:

- ✓ Por meio das análises de densidade, percentual de expansão e de densidade foi escolhida a formulação de espuma com concentração de 5,0 % do emulsificante Emustab®.
- ✓ Os tempos médios de secagem da formulação de espuma, contendo o extrato de carotenoides, nas temperaturas de 60 °C, 70 °C, 80 °C e 90 °C foram de 4,2 h, 3,5 h, 2,8 h, 1,9 h respectivamente.
- ✓ Os extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma nas temperaturas de 60 °C, 70 °C, 80 °C e 90 °C apresentaram porosidade e regiões mais cristalinas que a maltodextrina pura.
- ✓ Dentre as temperaturas de 60 °C, 70 °C, 80 °C e 90 °C para a obtenção extratos de carotenoides encapsulados em pó por secagem em camada de espuma, a temperatura de 60 °C é preferida por permitir melhores características cromáticas e maior conservação dos carotenoides.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHMED, S. S.; LOTT, M. N.; MARCUS, D. M. The macular xanthophylls. **Survey of Ophthalmology**, v. 50, n. 2, Mar./Apr. 2005.

ALMEIDA, S. P. de. Frutas nativas do cerrado: caracterização físico-química e fonte potencial de nutrientes. In: SANO, S. M.; ALMEIDA, S. P. de. Cerrado: ambiente e flora. Planaltina, DF: EMBRAPA-CPAC, 1998. p. 247-285.

AMBRÓSIO, C. L. B.; CAMARA, F. A.; CAMPOS, S.; FARO, Z. P. Carotenoides como alternativa contra a hipovitaminose A. **Revista de Nutrição**, v.19, n. 2, Campinas, 2006.

AQUINO, L. P.; FERRUA, F. Q.; BORGES, S. V.; CIRILLO, M. A.; VIEIRA, A. P. Influência do pré-tratamento da polpa de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) no rendimento do extrato lipídico. **Alimentos e Nutrição**, Araraquara v.20, n.2, p. 289-294, 2009.

ARÉVALO-PINEDO, A.; MACIEL, V. B. V.; CARVALHO, K. M.; COELHO, A. F. S.; GIRALDO-ZUÑIGA, A. D.; ARÉVALO, Z. D. S.; ALVIM, T. C. Processamento e estudo da estabilidade de pasta de pequi (*Caryocar brasiliense*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.30, n.3, p. 664-668, 2010.

AZEREDO, H. M. C. Encapsulação: Aplicação à tecnologia de alimentos. **Alimentos e nutrição**. Araquara, v. 16, n. 1, p. 89-97, 2005.

AZEVEDO-MELEIRO, C. H.; RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. Confirmation of the identify of the carotenoids of tropical fruits by HPLC-DAD and HPLC-MS. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 17, n. 3-4, p. 385-396, 2004.

BARBOSA, R. C. M. V.; POSSIK, P. A.; MONZANINI, R.; TEIXEIRA, E.; AMANTE, E. R. Desenvolvimento e análise sensorial do tablete de pequi (*Caryocar brasiliense*). **Revista Ceres**, v. 53. N. 310, p. 579-588, 2006.

BASTOS, D.S.; SOARES, D. M. B. G.; ARAÚJO, K. G. L. VERRUMA-BERNADI, M. R. Desidratação da polpa de manga "Tommy Atkins" utilizando a técnica de *foam mat drying*: avaliações químicas físico-químicas e sensoriais. **Brazilian journal of food technology**, v.8, n.4, p. 283-290, 2005.

BRASIL. MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. **Relatório técnico de monitoramento do desmatamento no bioma cerrado, 2002 a 2008: dados revisados**. 2009. Disponível em: <[http://siscom.ibama.gov.br/monitorabiomas/cerrado/Relatorio%20tecnico\\_M](http://siscom.ibama.gov.br/monitorabiomas/cerrado/Relatorio%20tecnico_M)

[onitoramento%20Desmate\\_Bioma%20Cerrado\\_CSR\\_REV.pdf](#)>. Acesso em: 05 set. 2012.

CANO-CHAUCA, M.; RAMOS, A. M.; STRINGHETA, P. C.; MARQUES, J. A.; SILVA, P. I.; Curvas de secagem e avaliação da atividade de água da banana passa. **B.CEPPA**, Curitiba, v. 22, n. 1, p. 121-132, 2004.

CAPARINO, O. A.; TANG, J.; NINDO, C.I.; SABLANI, S. S.; POWERS, J. R.; FELLMAN, J.K. Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine 'Carabao' var.) powder. **Journal of Food Engineering**, v.111, p.135–148, 2012.

CAPITANI, C. D. **Interação de proteínas do soro de leite com polissacarídeo: fracionamento e estudo das propriedades funcionais dos complexos**. Dissertação (Mestrado em Alimentos e Nutrição). Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, 2004.

CONSTANT, P. B. L. **Microencapsulamento de bixina: agentes encapsulantes, avaliação da qualidade e aplicações**. Tese (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal de Viçosa, Viçosa-MG, 1999.

EGEA, I.; BIAN, W.; BARSAN, C.; JAUNEAU, A.; PECH, J-C.; LATSHE, A.; LI, Z.; CHERVIN, C. Chloroplast to chromoplast transition in tomato fruit: spectral confocal microscopy analyses of carotenoids and chlorophylls in isolated plastids and time-lapse recording on intact live tissue. **Annals of Botany**, v. 108, p. 291–297, 2011.

FAULKS, R.; SOUTHON, S; Dietary carotenoids. **Nutrition & Food Science**. n 6, p. 246-250. 1997.

FORMARIZ, T.P.; WANCZINSKI, B.J.; JÚNIOR-SILVA, A.A.; SCARPA, M.V.; OLIVEIRA, A.G. Biotecnologia de sistemas coloidais aplicável na otimização do efeito terapêutico de fármacos usados no tratamento do câncer. **Infarma**, Brasília, v.16, n.1, p.44-57, 2004.

GAMA, J. J. T.; SYLOS, C.M. Effect of thermal pasteurization and concentration on carotenoid composition of Brazilian Valencia orange juice. **Food Chemistry**, v.100 , n. 4 p. 1686-1690, 2007.

GUO, H.; HUANG, Y.; QIAN, J; GONG, Q.; TANG, Y. Optimization of technological parameters for preparation of lycopene microcapsules. **Journal of Food Science and Technology**. DOI: 10.1007/s13197-011-0600-0 *in press*.2012

GURRAPU, A.; JUKANTI, R.; BOBBALA, S.; KANUGANTI, S.; JEEVANA, J.B. Improved oral delivery of valsartan from maltodextrin based proniosome powders. **Advanced Powder Technology**. doi:10.1016/j.appt.2011.06.005 *in press*

IAL. INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1. Métodos físico-químicos para análise de alimentos, 4ª ed., São Paulo, 2004. 1004p.

MELO-JÚNIOR, A. F. M.; CARVALHO, D.; PÓVOA, J. S. R.; BEARZOTI, E. Estrutura genética de populações naturais de pequizeiro (*Caryocar brasiliense* Camb). **Scientia Forestalis**, n.66, p.56-65, 2004.

KADAM, D.M.; WILSON, R. A.; KAUR, S. Determination of biochemical properties of foam-mat dried mango powder. **International Journal of Food Science and Technology**, v.45 , n.8, p.1625-1632, 2010a.

KADAM, D.M.; PATIL, R.T.; KAUSHIK, P. Foam mat drying of fruit and vegetable products, in Drying of foods vegetables and fruits, v.1, Ed. JANGAM, S.V.; LAW, C. L; MUJUMDAR, A.S. Singapura, (2010b.) p. 111-124.

KAMINSKI, G. A. T.; FIN, M. T.; NUNES, P. M. P.; COSTA, C. K.; MIGUEL, M. D.; ZANIN, S. M. W. Obtenção, avaliação e recuperação de micropartículas de alginato-poloxâmero utilizando técnica de emulsão A/O. **Visão Acadêmica**, Curitiba, v.10, n.2, p. 24-35, 2009 - ISSN 1518-5192

KARIM, A. A e WAI, C. C. Foam-mat drying of starfruit (*Averrhoa carambola* L.) pureê. Stability and air drying characteristics. **Food Chemistry**. v. 64, n.3, p. 337 – 343, 1999.

KOKIN, J.; AKEN, G. Discussion session on food emulsions and foams. **Food Hydrocolloids**. v.20, p.438-445.

KUDRA, T.; RATTI, C. Foam-mat drying: Energy and cost analyses. **Canadian Biosystems Engineering/Le génie des biosystèmes au Canada**, v. 48, p. 3.27 - 3.32, 2006.

KUSKOSKI, E.M.; ASUERO, G.A.; TRONCOSO, A.M.; MANCINI-FILHO, J.; FETT, R. Aplicación de diversos métodos químicos para determinar actividad antioxidante em pulpa de frutos. *Revista de Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, v.25, n.4, p.726-732, 2005.

LIMA A.; SILVA, A. M. O.; TRINDADE, R. A.; TORRES, R. P.; MANCINI-FILHO, J. Composição química e compostos bioativos presentes na polpa e na amêndoa do pequi (*Caryocar brasiliense*, Camb.). **Revista Brasileira de Fruticultura**. v. 29, n. 3, p. 695-698, 2007.

MARQUES, M.C.S.; CARDOSO, M. G.; SOUZA, P.E.; GAVILANES, M. L.; SOUZA, J.A.; PEREIRA, N.E.; NEGRÃO, I. O. Efeito fungitóxico dos extratos de *Caryocar brasiliense* Camb. sobre os fungos *Botrytis cinerea*, *Colletotrichum truncatum* e *Fusarium oxysporum*. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v.26, p.1410-1419, dez. 2002. Edição especial.

MORAES, F. P.; COLLA, L. M.; Alimentos funcionais e nutracêuticos: definições, legislação e benefícios à saúde. **Revista Eletrônica de Farmácia** v.3, n.2, p.99-112, 2006.

MORGAN, A. I.; GINETTE, L. F.; RANDALL, J. M.; GRAHAM, R. P. **Technique for improving instants. Food Engineering**, v. 31, n.9, p. 86-87, 1959.

MUTHUKUMARAN, A.; RATTI, C.; RAGHAVAN, V. G. S. Foam-mat freeze drying of egg white and mathematical modeling part I Optimization of egg white foam stability. **Drying Technology**, London-UK, v. 26, n.4, p.508-512, 2008.

NACHTIGALL, A. M.; STRINGHETA, P. C.; FIDELIS, P. C.; NACHTIGALL, F. M. Determinação do teor de luteína em hortaliças. **B.CEPPA**, Curitiba v. 25, n. 2, p. 181-192, 2007.

NIIZU, P. Y.; RODRIGUEZ AMAYA, D. B. New data on the carotenoid composition of raw salad vegetables. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 18, n. 8, p. 739-749, 2005.

NOLAN, J. M. et al. Risk factors for age-related maculopathy are associated with a relative lack of macular pigment. **Experimental Eye Research**, v. 84, n. 1, p. 61-74, 2007.

NUNES, I. L.; MERCADANTE, A. Z.; Encapsulation of Lycopene Using Spray-Drying and Molecular Inclusion Processes. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 50, n. 5, p. 893-900, 2007.

OLIVEIRA, M. N. S.; GUSMÃO, E.; LOPES, P. S. N.; SIMÕES, M. O. M.; RIBEIRO, L. M.; DIAS, B. A. S. Estádio de maturação dos frutos e fatores relacionados aos aspectos nutritivos e de estrutura da polpa de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.). **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal - SP, v. 28, n. 3, p. 380-386, Dezembro 2006.

PALOU, E.; LÓPES-MALO, A.; BARBOSA-CÁNOVAS, G. V.; WELTI-CHANES, J.; SWANSON, B. G. Polyphenoloxidase activity and color of blanched and high hydrostatic pressure treated banana puree. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 64, n. 1, p. 42-45, 1999.

PERNELL, C.W.; FOEGEDING, E.A.; LUCK, P.J.; DAVIS, J. P. Properties of whey and egg white protein foams. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v.204, n1-3, p. 9–21, 2002.

RAJA, K.C.M.; SANKARIKUTTY, B.; SREEKUMAR, M.; JAYALEKSHMY, A.; NARAYANAN, C. S. Material Characterization studies of maltodextrin sample for use of wall material. **Starch/Starke**, v.41, p.298-, 1989.

RAJKUMAR, P.; KAILAPPAN, R.; VISWANATHAN, R.; RAGHAVAN, G. S. V.; RATTI, C. Foam Mat Drying of Alphonso Mango Pulp. **Drying Technology**. v.35, n.2, p. 357-365, 2007.

RIBEIRO, D. M. **Propriedades físicas, químicas e bioquímicas de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) de diferentes regiões do Cerrado**. Dissertação (Mestrado em Nutrição Humana). Universidade de Brasília, Brasília-DF, 2011.

ROCHA, T. S.; DEMIATE, I. M.; FRANCO, C. M. L. Características estruturais e físico-químicas de amidos de mandioca-salsa (*Arracacia xanthorrhiza*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, v. 28, n.3, p. 620-628, 2008.

RODRIGUEZ-AMAYA, D. A **Guide to Carotenoids Analysis in Food**. Washington: International Life Sciences Institute Press, 2001. 64p.

RODRIGUEZ AMAYA, D. B. Effect of processing and storage on food carotenoid. **Sight Life Newsletter**, Suíça, v. 3, p. 25-35, 2002. Special issue.

RODRIGUEZ AMAYA, D. B. Avanços na pesquisa de carotenoides em alimentos: contribuições de um laboratório brasileiro. **Revista Instituto Adolfo Lutz**, São Paulo, v. 63, n. 2, p. 129-138, 2004.

ROESLER, R.; CATHARINO, R. R.; MALTA, L. G.; EBERLIN, M. N.; PASTORE, G. Antioxidant activity of *Caryocar brasiliense* (pequi) and characterization of components by electrospray ionization mass spectrometry. **Food Chemistry**, v. 110, n. 1, p. 711-717, 2008.

SALAGER, J-I.; ANDÉREZ, J. M.; FORGIARINI, A.; Influencia de la formulacion sobre las espumas. Cuaderno FIRP 263-A, Mérida (2003).

SANKAT, C.K.; CASTAIGNE, F. Foaming and drying behaviour of ripe bananas. **Food Science and Technology**, v.37, n.1, p. 517-525, 2004.

SANTOS, A. B.; FÁVARO-TRINDADE, C. S.; GROSSO, C. R. F. Preparo e caracterização de microcápsula de oleoresina de páprica obtidas por atomização. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 25, n. 2, p. 322-326, 2005.

SANTOS, B. R.; PAIVA, R.; DOMBROSKI, J. L. D.; MARTINOTTO, C.; NOGUEIRA, R.C.; SILVA, A.A.N. Pequizeiro (*Caryocar brasiliense* Camb.): Uma espécie promissora do cerrado brasileiro. **Boletim Agropecuário da Universidade Federal de Lavras**, 64. 2004 <[http://www.editora.ufla.br/site\\_adm/upload/boletim/bol\\_64.pdf](http://www.editora.ufla.br/site_adm/upload/boletim/bol_64.pdf)> Acesso em: 03 out. 2011.

SANTOS, A. F.; SILVA, M. V.; KWIATKOWSKI, A.; CLEMENTE, E.; ARAÚJO, J. H. B. Avaliação físico-química do óleo bruto de polpa de pequi.

**Revista Brasileira de Pesquisa em Alimentos.** Campo Mourão-PR, v.1, n.2, p. 111-115, jul./dez., 2010.

SCHALCH, W. Lutein and zeaxanthin, the carotenoids of the human macula. **Sight and Life Newsletter**, v. 2, p. 3-10, 2000.

SENGODAN, T.; SUNIL, B.; VAISHALI, R.; CHANDRA, R. J. Formulation and evaluation of maltodextrin based proniosomes loaded with indomethacin. **International Journal of PharmTech Research**, v.1, n. 3, p. 517-523, 2009.

SILVA, A. S.; GURJÃO, K. C. O.; ALMEIDA, F. A. C.; BRUNOS, R. L. A.; PEREIRA, W. E. Desidratação de polpa de tamarindo pelo método de camada de espuma. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v.32, n.6, p. 1899-1905, 2008.

SILVA, C.; RIBEIRO, A.; FERREIRA, D.; VEIGA, F. Administração oral de peptídios e proteínas: II. Aplicação de métodos de microencapsulação. **Revista Brasileira de Ciências Farmacéuticas**, São Paulo, v. 39, n.1, 2003.

SILVA, R. N. G.; FIGUERÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, J. M.; GALDINO, P. O. Armazenamento de umbu-cajá em pó. **Ciência Rural**, Santa Maria, v.35, n.5, p.1179-1184, 2005.

SILVEIRA, M. Preparo de amostras biológicas para microscopia eletrônica de varredura. In: SOUZA, W.; HADDAD, A.; SESSO, A.; SILVEIRA, M.; BARTH, O. M.; MACHADO, R. D.; SOUTO-PADRÓN, T. **Manual sobre técnicas básicas em microscopia eletrônica**. Sociedade Brasileira de Microscopia Eletrônica, v. 1, p. 71-79, 1989.

SOARES, E. C. **Caracterização de aditivos para secagem de araçá-boi (*Eugenia stipitata* Mc Vaugh) em leito de espuma. Dissertação** (Mestrado em Engenharia de Alimentos). Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Itapetinga-BA, 2009.

TANG, Y.C.; CHEN, B.H. Pigment change of freeze-dried carotenoid powder during storage. **Food Chemistry**, v. 69, n. 1, p. 11-17, 2000.

TORRES, R. J. A.; PRÉCOMA, D. B.; MAIA, M.; KAIBER, F.; PRIM, C.; LUCHINI, A.; MATOS, R. S.; FARAH, M. E. Conceitos atuais e perspectivas na prevenção da degeneração macular relacionada à idade. **Revista Brasileira de Oftalmologia**, v.67, n.3, p.142-155, 2008.

VALDUGA, E.; LIMA, L.; PRADO, R.; PADILHA, F. F.; TREICHEL, H. Extração, secagem por atomização e microencapsulamento de antocianinas do bagaço da uva 'Isabel' (*Vitis labrusca*). **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 32, n. 5, p. 1568-1574, set./out., 2008.

VALDUGA, E.; TATSCH, P. O.; TIGGEMAN, L.; TREICHEL, H.; TONIAZZO, G.; ZENI, J.; LUCIO, M. D. Produção de Carotenoides: Microrganismos

como Fonte de Pigmentos Naturais. **Química Nova**, v.32, n.9, p.2429-2436, 2009.

VAN ARSDEL; COPLEY. Food dehydration. Westport, Connecticut: The Avi Publishing Company, 1964. v. 2, 721 p.

VILELA, G. F.; CARVALHO, D.; VIEIRA, F. A. Fenologia *Caryocar brasiliense* Camb (CARYOCARACEAE) no Alto Rio Grande, sul de Minas Gerais. **Cerne**, Lavras, v. 14, n. 4, p. 317-329, 2008.

VISSOTTO, F.Z.; MONTENEGRO, F.M.; SANTOS, J.M.; OLIVEIRA, S.J.R. Avaliação da influência dos processos de lecitinação e de aglomeração nas propriedades físicas de achocolatado em pó. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas. v. 26, n. 3, p. 666-671, 2006.

WANG, Y.; YE, H.; ZHOU, C.; LV, F.; BIE, X.; LU, Z. Study on the spray-drying encapsulation of lutein in the porous starch and gelatin mixture. European **Food Research**, v. 234, n. 1, p.157-163, 2012.