

UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS  
ESCOLA DE AGRONOMIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

MARIA OLIVIA DOS SANTOS OLIVEIRA

**EXTRATOS HIDROALCÓOLICOS DE JABUTICABA, UVA E  
HIBISCO NANOENCAPSULADOS: Aplicação como  
antimicrobiano e como enriquecedor de tapioca**

Goiânia - GO  
2024



UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS  
ESCOLA DE AGRONOMIA

## TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO (TECA) PARA DISPONIBILIZAR VERSÕES ELETRÔNICAS DE TESES

### E DISSERTAÇÕES NA BIBLIOTECA DIGITAL DA UFG

Na qualidade de titular dos direitos de autor, autorizo a Universidade Federal de Goiás (UFG) a disponibilizar, gratuitamente, por meio da Biblioteca Digital de Teses e Dissertações (BDTD/UFG), regulamentada pela Resolução CEPEC nº 832/2007, sem ressarcimento dos direitos autorais, de acordo com a [Lei 9.610/98](#), o documento conforme permissões assinaladas abaixo, para fins de leitura, impressão e/ou download, a título de divulgação da produção científica brasileira, a partir desta data.

O conteúdo das Teses e Dissertações disponibilizado na BDTD/UFG é de responsabilidade exclusiva do autor. Ao encaminhar o produto final, o autor(a) e o(a) orientador(a) firmam o compromisso de que o trabalho não contém nenhuma violação de quaisquer direitos autorais ou outro direito de terceiros.

#### 1. Identificação do material bibliográfico

Dissertação     Tese     Outro\*: \_\_\_\_\_

\*No caso de mestrado/doutorado profissional, indique o formato do Trabalho de Conclusão de Curso, permitido no documento de área, correspondente ao programa de pós-graduação, orientado pela legislação vigente da CAPES.

Exemplos: Estudo de caso ou Revisão sistemática ou outros formatos.

#### 2. Nome completo do autor

Maria Olivia dos Santos Oliveira

#### 3. Título do trabalho

EXTRATOS HIDROALCÓOLICOS DE JABUTICABA, UVA E HIBISCO NANOENCAPSULADOS: Aplicação como antimicrobiano e como enriquecedor de tapioca

#### 4. Informações de acesso ao documento (este campo deve ser preenchido pelo orientador)

Concorda com a liberação total do documento  SIM     NÃO<sup>1</sup>

[1] Neste caso o documento será embargado por até um ano a partir da data de defesa. Após esse período, a possível disponibilização ocorrerá apenas mediante:

**a)** consulta ao(à) autor(a) e ao(à) orientador(a);

**b)** novo Termo de Ciência e de Autorização (TECA) assinado e inserido no arquivo da tese ou dissertação. O documento não será disponibilizado durante o período de embargo.

Casos de embargo:

- Solicitação de registro de patente;
- Submissão de artigo em revista científica;
- Publicação como capítulo de livro;
- Publicação da dissertação/tese em livro.

**Obs. Este termo deverá ser assinado no SEI pelo orientador e pelo autor.**



Documento assinado eletronicamente por **Eduardo Ramirez Asquieri, Professora do Magistério Superior**, em 12/11/2024, às 15:16, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).

---



Documento assinado eletronicamente por **Maria Olivia Dos Santos Oliveira, Discente**, em 12/11/2024, às 15:27, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).

---



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.ufg.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.ufg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **4954705** e o código CRC **90C76132**.

---

MARIA OLIVIA DOS SANTOS OLIVEIRA

**EXTRATOS HIDROALCÓOLICOS DE JABUTICABA, UVA E  
HIBISCO NANOENCAPSULADOS: Aplicação como  
antimicrobiano e enriquecedor de tapioca**

Projeto de Tese apresentado à Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás, como exigência para a obtenção do título de Doutora em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Área de concentração: em Ciência e Tecnologia de Alimentos

Orientador: Eduardo Ramirez Asquieri

Coorientadora: Glêndara Aparecida de Souza Martins

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UFG.

Oliveira, Maria Olivia dos Santos  
EXTRATOS HIDROALCÓOLICOS DE JABUTICABA, UVA E  
HIBISCO NANOENCAPSULADOS: [manuscrito] : Aplicação como  
antimicrobiano e como enriquecedor de tapioca / Maria Olivia dos  
Santos Oliveira. - 2024.  
CXLIX, 149 f.: il.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Ramirez Asquieri; co-orientadora  
Glêndara Aparecida de Souza Martins.  
Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Goiás, Escola de  
Agronomia (EA), Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia  
de Alimentos, Goiânia, 2024.  
Bibliografia.

1. Nanoencapsulação. 2. Compostos bioativos. 3. Antimicrobiana. 4.  
Resíduos. I. Asquieri, Eduardo Ramirez, orient. II. Título.

CDU 664



UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS

ESCOLA DE AGRONOMIA

**ATA DE DEFESA DE TESE**

Ata Nº 210 da sessão de Defesa de Tese de **Maria Olivia dos Santos Oliveira** que confere o título de **Doutora em Ciência e Tecnologia de Alimentos**, na área de concentração em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Aos oito dias do mês de novembro de dois mil e vinte e quatro, a partir das dez horas via videoconferência, realizou-se a sessão pública de Defesa de Tese intitulada “EXTRATOS HIDROALCÓOLICOS DE JABUTICABA, UVA E HIBISCO NANOENCAPSULADOS: Aplicação como antimicrobiano e como enriquecedor de tapioca”. Os trabalhos foram instalados pelo Orientador, Doutor Eduardo Ramirez Asquieri (PPGCTA/UFG), com a participação dos demais membros da Banca Examinadora: Doutora Elisângela Elena Nunes Carvalho (UFLA), membro titular externo; Doutor Manoel Soares Soares Junior (PPGCTA/UFG), membro titular interno; Doutora Clarissa Damiani (UFG), membro titular externo e Doutora Láisa Gomes Dias (UFT), membro titular externo. Durante a argüição os membros da banca não fizeram sugestão de alteração do título do trabalho. A Banca Examinadora reuniu-se em sessão secreta a fim de concluir o julgamento da Tese tendo sido a candidata aprovada pelos seus membros. Proclamados os resultados pelo Presidente da Banca Examinadora, foram encerrados os trabalhos e, para constar, lavrou-se a presente ata que é assinada pelos Membros da Banca Examinadora.

TÍTULO SUGERIDO PELA BANCA



Documento assinado eletronicamente por **Eduardo Ramirez Asquieri, Professora do Magistério Superior**, em 12/11/2024, às 15:15, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Elisângela Elena Nunes Carvalho, Usuário Externo**, em 12/11/2024, às 18:19, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Láisa Gomes Dias, Usuário Externo**, em 13/11/2024, às 08:20, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Manoel Soares Soares Junior, Professor do Magistério Superior**, em 13/11/2024, às 08:29, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Clarissa Damiano, Professor do Magistério Superior**, em 13/11/2024, às 09:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.ufg.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.ufg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **4962985** e o código CRC **BF81E99**.

---

**Referência:** Processo nº 23070.057478/2024-69

SEI nº 4962985

*Dedico esse trabalho às minhas amadas filhas, que são minha maior fonte de inspiração e força. Vocês são o motivo de cada passo desta caminhada. Que cada conquista minha sirva como exemplo de que, com determinação e amor, tudo é possível.*

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus por minha vida e por ter a chance de acordar todos os dias. Ele tem planos maravilhosos para minha vida, pois me olhou, abençoou e permitiu que eu chegasse até aqui.

Aos meus pais, Eva e João Batista, e ao meu irmão, João Batista, por estarem sempre presentes, mesmo que distantes fisicamente, por todo o apoio, principalmente emocional, e por toda a força durante as dificuldades. Meus pais, obrigada pelo incentivo, pela minha educação e pelo meu caráter.

Às minhas filhas, que são minha força para continuar todos os dias. Elas são minhas companheiras desde a barriga e amam saber sobre meus estudos e me ver no laboratório.

Ao meu companheiro, Matheus, por estar ao meu lado, cuidando e motivando a não desistir. Obrigada pelo seu carinho e amor.

Aos meus sogros, Sandra e Antônio Junior, pelo incentivo e ajuda durante o período de experimento, tanto em Palmas quanto em Goiânia.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Eduardo Ramirez Asquieri, que admiro por sua sabedoria. Obrigada por permitir desenvolver minha pesquisa sob sua orientação e por compreender os momentos difíceis durante minha caminhada.

À minha coorientadora, Pro<sup>a</sup>. Dra. Glêndara A. de Souza Martins, a quem tenho tamanha admiração. Agradeço por toda a empatia, incentivo, paciência, apoio e carinho. Obrigada por não me deixar desistir e por me acolher no LaCiMP – Laboratório de Cinética e Modelagem de Processos.

Ao LaCiMP e toda a sua equipe: Josineide, Rômulo, Camila, Romilda, Gabriela, Geovana, Camila, Andreia, Vitória, João Victor, por toda a ajuda, incentivo, momentos felizes e descontraídos. Estarão para sempre em meu coração: “Missão dada é missão cumprida.”

Agradeço aos professores do Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos por todo aprendizado. Agradeço aos professores doutores Gabriel Luis Castiglioni, Julião Pereira e Cláudia Auler pela disponibilidade e auxílio durante o experimento.

Agradeço às técnicas Taís Aragão e Anna Paula, da Escola de Agronomia - UFG; à técnica Josineide, do LaCiMP – UFT; ao técnico Douglas, do LANA – UFT; e a Jhonatha, do LMA – UFT.

Agradeço à CAPES pela bolsa de doutorado concedida e a todos que contribuíram de alguma forma para o desenvolvimento da minha pesquisa.

## RESUMO

A crescente demanda por alimentos que ofereçam benefícios à saúde tem incentivado o desenvolvimento de produtos enriquecidos com compostos bioativos. Contudo, a instabilidade desses compostos em sistemas alimentares representa um desafio. A tecnologia de nanoencapsulação surge como uma solução para superar essas limitações, promovendo maior estabilidade e eficácia dos compostos bioativos. Diante disso, este estudo propõe avaliar o potencial bioativo dos resíduos (casca e semente) dos frutos da uva e jabuticaba, bem como do hibisco (cálice e fruto com semente), bem como encapsular esses compostos seguido do seu retorno a matriz alimentar por meio do enriquecimento de fécula de mandioca. Todas as matérias-primas foram processadas na forma de farinhas e caracterizadas quanto à composição proximal e físico-química, revelando particularidades entre elas. Foram determinados perfis de minerais, carboidratos, compostos fenólicos, flavonoides e ácidos orgânicos, além da quantificação de compostos bioativos como clorofila, carotenoides, antocianinas e flavonoides. Foram produzidos extratos (Água, etanol 10%, 50%, 70% e 80%) para avaliar a atividade antioxidante e determinar a melhor concentração para extração por maceração + percolação. Determinados os melhores solventes para farinha de casca e semente de uva (etanol 80 e 10%), casca e semente de jabuticaba (etanol 50 e 80%) e cálice e fruto com semente de hibisco (etanol 80 e 10%), foram caracterizados. Análises de grupos funcionais das farinhas pré e pós extração foram realizadas por FTIR-ATR, assim como dos extratos brutos e concentrados. E por fim, foram avaliados quanto à atividade antimicrobiana. Os resultados demonstraram que as farinhas são excelentes fontes nutricionais, onde as porções de sementes apresentaram os maiores teores em grande parte dos minerais. Farinhas das cascas de uva e jabuticaba apresentaram as maiores concentrações de carboidratos (frutose, glicose e sacarose). Os principais ácidos orgânicos foram ácidos tartárico e ascórbico, e os principais compostos fenólicos presentes nas farinhas foram catequina e ácido gálico. O método de extração maceração + percolação foi eficaz na recuperação e preservação de compostos fenólicos das farinhas, com resultados maiores para casca e semente de jabuticaba. Quanto a atividade antimicrobiana, somente o extrato concentrado de semente de jabuticaba foi capaz de inibir o crescimento de *Salmonella choleraesuis* (500 µg mL<sup>-1</sup>), *Escherichia coli* (500 µg mL<sup>-1</sup>), *Klebsiella pneumoniae* (1000 µg mL<sup>-1</sup>), e *Bacillus subtilis* (1000 µg mL<sup>-1</sup>). A nanoencapsulação dos extratos concentrados apresentou variações na eficiência de encapsulamento (13,61% a 87,54%) e no tamanho das partículas (545,85 nm a 1539,96 nm), com destaque para as nanopartículas de casca de uva e jabuticaba, que demonstraram as maiores retenções de compostos bioativos e estabilidade térmica após aplicação na tapioca. Essas amostras também provocaram alterações visuais significativas, como a redução da luminosidade e aumento da saturação. Os resultados sugerem que as nanopartículas são promissoras para enriquecer alimentos e melhorar suas propriedades funcionais e visuais.

**Palavras-chave:** Nanoencapsulação; compostos bioativos; antimicrobiana; resíduos.

## ABSTRACT

The growing demand for foods that offer health benefits has encouraged the development of products enriched with bioactive compounds. However, the instability of these compounds in food systems represents a challenge. Nanoencapsulation technology emerges as a solution to overcome these limitations, promoting greater stability and effectiveness of bioactive compounds. In this context, this study aims to evaluate the bioactive potential of the residues (peels and seeds) from grape and jabuticaba fruits, as well as hibiscus (calyx and seed fruit), and to encapsulate these compounds followed by their return to the food matrix through the enrichment of cassava starch. All raw materials were processed into flours and characterized in terms of proximal and physicochemical composition, revealing particularities among them. Mineral profiles, carbohydrates, phenolic compounds, flavonoids, and organic acids were determined, along with the quantification of bioactive compounds such as chlorophyll, carotenoids, anthocyanins, and flavonoids. Extracts (water, 10% ethanol, 50% ethanol, 70% ethanol, and 80% ethanol) were produced to evaluate antioxidant activity and determine the best concentration for extraction by maceration and percolation. The best solvents for grape peel and seed flour (80% and 10% ethanol), jabuticaba peel and seed (50% and 80% ethanol), and hibiscus calyx and seed fruit (80% and 10% ethanol) were determined and characterized. Functional group analyses of pre- and post-extraction flours were performed by FTIR-ATR, as well as of crude and concentrated extracts. Finally, antimicrobial activity was assessed. The results showed that the flours are excellent nutritional sources, with seed portions presenting the highest levels of most minerals. Grape and jabuticaba peel flours exhibited the highest concentrations of carbohydrates (fructose, glucose, and sucrose). The main organic acids were tartaric and ascorbic acids, and the main phenolic compounds present in the flours were catechin and gallic acid. The maceration + percolation extraction method was effective in recovering and preserving phenolic compounds from the flours, with higher results for jabuticaba peel and seed. Regarding antimicrobial activity, only the concentrated jabuticaba seed extract was able to inhibit the growth of *Salmonella choleraesuis* (500  $\mu\text{g mL}^{-1}$ ), *Escherichia coli* (500  $\mu\text{g mL}^{-1}$ ), *Klebsiella pneumoniae* (1000  $\mu\text{g mL}^{-1}$ ), and *Bacillus subtilis* (1000  $\mu\text{g mL}^{-1}$ ). The nanoencapsulation of concentrated extracts showed variations in encapsulation efficiency (13.61% to 87.54%) and particle size (545.85 nm to 1539.96 nm), with grape and jabuticaba peel nanoparticles demonstrating the highest bioactive compound retention and thermal stability after being applied to tapioca. These samples also caused significant visual changes, such as reduced luminosity and increased saturation. The results suggest that these nanoparticles are promising for enriching foods and improving their functional and visual properties.

**Keywords:** Nanoencapsulation. Bioactive Compounds. Antimicrobial. Residues.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	13
<b>2 REFERENCIAL TEÓRICO</b> .....	14
<b>2.1 Compostos bioativos em vegetais</b> .....	14
2.1.1 Extração de compostos bioativos .....	17
<b>2.2 Vegetais ricos em compostos bioativos</b> .....	19
2.2.1 Hibisco ( <i>hibiscus sabdariffa</i> L.).....	20
2.2.2 Jaboticaba ( <i>Myrciaria jaboticaba</i> ).....	23
2.2.3 Uva ( <i>Vitis labrusca</i> L).....	26
<b>2.3 Nanoencapsulação</b> .....	28
<b>2.4 Enriquecimento ou fortificação de alimentos</b> .....	33
<b>3 OBJETIVOS</b> .....	37
<b>3.1 Geral</b> .....	37
<b>3.2 Específicos</b> .....	37
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	38
<b>4.1 Matérias-primas</b> .....	38
<b>4.2 Caracterização físico-química</b> .....	40
4.2.1 Rendimento e diâmetro dos frutos .....	40
4.2.2 Composição proximal .....	40
4.2.3 Cor.....	41
4.2.4 Potencial hidrogeniônico (pH) e acidez titulável.....	41
4.2.5 Atividade de água ( $a_w$ ) .....	41
4.2.6 Determinação de Minerais .....	42
4.2.6.1 Determinação das razões minerais .....	42
4.2.7 Antinutricionais.....	42
<b>4.3 Compostos bioativos</b> .....	43
4.3.1 Antocianinas totais e flavonoides.....	43
4.3.2 Carotenoides.....	43
4.3.3 Clorofila .....	43
4.3.4 Taninos.....	44
<b>4.4 Determinação de compostos individuais por cromatografia</b> .....	44
4.4.1 Carboidratos .....	44
4.4.2 Ácidos orgânicos.....	44
4.4.3 Compostos fenólicos e flavonoides.....	45

4.4.4 Compostos voláteis .....	46
<b>4.5 Extração de compostos bioativos por maceração .....</b>	<b>47</b>
4.5.1 Produção dos extratos e seleção de solventes .....	47
4.5.2 Compostos fenólicos totais .....	47
4.5.3 Antocianinas, flavonoides e carotenoides .....	47
4.5.4 Atividade antioxidante .....	47
<b>4.6 Extração de compostos bioativos por combinação de maceração e percolação/lixiviação .....</b>	<b>48</b>
4.6.1 Extração por combinação de maceração e percolação/lixiviação .....	48
4.6.2 Caracterização dos extratos macerados e percolados brutos e concentrados.....	50
4.6.2.1 <i>Cor e pH dos extratos</i> .....	50
4.6.2.2 <i>Determinação do conteúdo de compostos fenólicos nos extratos</i> .....	50
4.6.2.3 <i>Determinação da Atividade antioxidante nos extratos</i> .....	51
4.6.2.4 <i>Determinação do conteúdo de antocianinas, flavonoides e carotenoides nos extratos</i> .....	51
<b>4.7 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR) das farinhas e extratos.....</b>	<b>51</b>
<b>4.8 Atividade antimicrobiana dos extratos concentrados .....</b>	<b>52</b>
<b>4.9 Determinação de perfis cromatográficos dos extratos concentrados.....</b>	<b>54</b>
4.9.1 Carboidratos .....	54
4.9.2 Minerais.....	54
4.9.3 Compostos voláteis .....	54
<b>4.10 Nanoencapsulação dos extratos concentrados .....</b>	<b>56</b>
4.10.1 Determinação da atividade antioxidante, compostos fenólicos Totais, antocianinas, flavonoides e carotenoides .....	56
4.10.1.1 <i>Eficiência de encapsulação (EE)</i> .....	57
4.10.2 Caracterização das nanopartículas .....	57
4.10.2.1 <i>Morfologia das nanopartículas</i> .....	57
4.10.2.2 <i>Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR)</i> .....	57
4.10.2.3 <i>Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i> .....	58
4.10.2.4 <i>Estabilidade das nanopartículas em diferentes pHs</i> .....	58
<b>4.11 Enriquecimento de matriz alimentar com nanopartículas .....</b>	<b>58</b>
4.11.1 Enriquecimento da fécula e preparo da tapioca .....	58
4.11.2 Compostos fenólicos totais e cor.....	59
<b>4.12 Análise estatística .....</b>	<b>60</b>

<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	61
<b>5.1</b>	<b>Caracterização físico-química e proximal das matérias-primas</b>	61
5.1.1	Determinação de Carboidratos	65
5.1.2	Determinação de macro e micronutrientes	66
5.1.2.1	<i>Proporções minerais</i>	69
5.1.2.2	<i>Correlação entre composição proximal e mineral</i>	72
<b>5.2</b>	<b>Compostos bioativos das farinhas de uva, jabuticaba e hibisco</b>	75
5.2.1	Carotenoides, clorofila, flavonoides, antocianinas e taninos	75
5.2.2	Determinação de ácidos orgânicos individuais	77
5.2.3	Determinação de compostos fenólicos e flavonoides individuais	77
5.2.4	Determinação de compostos voláteis individuais	79
<b>5.3</b>	<b>Extração de compostos bioativos por maceração das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco</b>	84
<b>5.4</b>	<b>Extração de compostos bioativos por combinação de maceração e percolação/lixiviação das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco</b>	88
5.4.1	Caracterização dos extratos macerados e percolados sob a forma bruta e concentrada	88
<b>5.5</b>	<b>Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR) das farinhas e extratos</b>	93
<b>5.6</b>	<b>Determinação de perfis cromatográficos dos extratos concentrados</b>	96
5.6.1	Carboidratos	97
5.6.2	Minerais	98
5.6.3	Compostos fenólicos	100
5.6.3.1	<i>Correlação entre compostos bioativos e atividade antioxidante</i>	103
5.6.4	Compostos voláteis	106
<b>5.7</b>	<b>Atividade Antimicrobiana dos extratos percolados concentrados</b>	110
<b>5.8</b>	<b>Nanoencapsulação dos extratos concentrados</b>	112
5.8.1	EE e propriedades físicas das nanopartículas	112
5.8.1.1	<i>Microspocia eletrônica de varredura de nanopartículas de extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco</i>	114
5.8.1.2	<i>Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR- ATR) de nanopartículas de extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco</i>	117
5.8.1.3	<i>Cor das nanopartículas de subprodutos de uva, jabutiacaba e hibisco</i>	118
5.8.2	Compostos fenólicos totais (CFT), antocianinas, flavonoides, carotenoides, e atividade antioxidantes de nanopartículas de extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco...	119

5.8.3 Estabilidade ao pH de nanopartículas de extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco.....	121
<b>5.9 Tapiocas enriquecidas com nanopartículas de extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco .....</b>	<b>123</b>
5.9.1 Cor das tapiocas enriquecidas com nanopartículas carregadas com extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco .....	124
<b>6 CONCLUSÃO.....</b>	<b>127</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>128</b>

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Alimentos enriquecidos com nanopartículas. ....	35
<b>Tabela 2.</b> Características físicas dos frutos da uva e jabuticaba e cálice de hibisco frescos. ..	61
<b>Tabela 3.</b> Composição proximal e físico-química das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco. ....	62
<b>Tabela 4.</b> Carboidratos das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco. ....	65
<b>Tabela 5.</b> Teores de macro e microminerais das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco. ....	67
<b>Tabela 6.</b> Proporções minerais das farinhas de de subprodutos uva, jabuticaba e hibisco. ....	69
<b>Tabela 7.</b> Matriz de correlação de Pearson entre composição proximal e mineral das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco. ....	74
<b>Tabela 8.</b> Compostos bioativos das farinhas de uva, jabuticaba e hibisco. ....	75
<b>Tabela 9.</b> Ácidos orgânicos das farinhas de uva, jabuticaba e hibisco. ....	77
<b>Tabela 10.</b> Compostos fenólicos e flavonoides das farinhas de uva, jabuticaba e hibisco. ....	78
<b>Tabela 11.</b> Compostos voláteis identificados e odor correspondente em farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco. ....	80
<b>Tabela 12.</b> Teor de Compostos fenólicos totais (mgEAG/100g) em farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco em diferentes solventes. ....	85
<b>Tabela 13.</b> Atividade Antioxidante (DPPH e ABTS), antocianinas e flavonoides em extratos hidroalcoólicos de farinha de uva, jabuticaba e hibisco. ....	86
<b>Tabela 14.</b> Caracterização dos extratos macerados e percolados brutos e concentrados de casca e semente de uva. ....	89
<b>Tabela 15.</b> Caracterização dos extratos macerados e percolados brutos e concentrados de casca e semente de jabuticaba. ....	91
<b>Tabela 16.</b> Caracterização dos extratos macerados e percolados brutos e concentrados de cálice e fruto com semente de hibisco. ....	92
<b>Tabela 17.</b> Carboidratos dos extratos concentrados das farinhas de uva, jabuticaba e hibisco. ....	97
<b>Tabela 18.</b> Teores de macro e microminerais dos extratos concentrados das farinhas de uva, jabuticaba e hibisco. ....	98
<b>Tabela 19.</b> Compostos fenólicos individuais em extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco. ....	101
<b>Tabela 20.</b> Compostos voláteis individuais dos extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco. ....	109
<b>Tabela 21.</b> Concentração inibitória mínima (CIM) ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ ) de extratos concentrados. ....	110
<b>Tabela 22.</b> Eficiência de encapsulamento (EE), tamanho médio de partícula (DZ), índice de polidispersidade (PDI), potencial zeta (ZP) e a condutividade das nanopartículas de nanopartículas carregadas com extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco. ....	112

<b>Tabela 23.</b> Parâmetros de cor das nanopartículas de extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.....	119
<b>Tabela 24.</b> Compostos bioativos e atividade antioxidante das nanopartículas de extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco.....	120
<b>Tabela 25.</b> Estabilidade térmica das nanopartículas e das formulações de tapiocas enriquecidas com nanopartículas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco. ....	123
<b>Tabela 27.</b> Cor das tapiocas enriquecidas com nanopartículas de extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco. ....	124

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1.** Produtos do metabolismo primário e secundário de vegetais. Fonte: Shirahigue e Ceccato-Antonini (2020) elaborado pela autora (2024). ..... 16
- Figura 2.** Método de extração de compostos bioativos líquido-sólido: percolação e maceração. Fonte: Bakhatar et al. (2022) modificado pela autora (2024). ..... 19
- Figura 3.** Hibiscus sabdariffa L.: Planta cultivada com folhas, flores e alguns cálices (A); Cálice e flor jovem com pétalas róseas e glândulas no cálice (B); Detalhe da flor com pétalas amareladas (C); Cálice no fruto (D); e Fruto com sementes visíveis. Fonte: Autora (2024) e Coelho; Amorim (2019). ..... 21
- Figura 4.** Jabuticabeira com frutos aderidos no tronco. Fonte: Autora (2024). ..... 24
- Figura 5.** Frutos de jabuticaba (A); Resíduo gerado após produção de licor (B); Resíduo gerado após despulpamento (C). Fonte: Autora (2024). ..... 25
- Figura 6.** Parreiral de Cultivar Isabel (*Vitis labrusca* L) da vinícola localizada em Itaberaí – GO. Fonte: Autora (2024). ..... 27
- Figura 7.** Abordagens top-down e bottom-up em técnicas de nanoencapsulação. Fonte: Elaborado pela autora (2024). ..... 30
- Figura 8.** Representação do processo de reticulação iônica de quitosana com Tripolifosfato (TPP). Fonte: Deshmukh e Kim (2019) e Hsieh et al. (2008) modificado pela autora (2024). 32
- Figura 9.** Esquema ilustrativo do método de reticulação iônica. Fonte: Elaborado pela autora (2024). ..... 33
- Figura 10.** Uva: in natura, após secagem, e farinhas. Fonte: Autora (2024). ..... 39
- Figura 11.** Jabuticaba: in natura, após secagem, e farinhas. Fonte: Autora (2024). ..... 39
- Figura 12.** Cálice e fruto com semente de hibisco: in natura, após secagem, e farinhas. Fonte: Autora (2024). ..... 40
- Figura 13.** Processo de produção dos extratos hidroalcoólicos percolados concentrados. Fonte: Autora (2024). ..... 49
- Figura 14.** Fluxograma do processo de determinação da CIM. Fonte: Autora (2024). ..... 53
- Figura 15.** Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR) das farinhas FCU - casca de uva e FSU - semente de uva; FCJ – casca de jabuticaba e FSJ – semente de jabuticaba e FCH – cálice de hibisco e FFSH – fruto com semente de hibisco; Antes da extração (A) e após extração (B). ..... 95
- Figura 16.** Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR) dos extratos brutos (antes da remoção do etanol - **A**): EBFCU - casca de uva e EBFSU - semente de uva; EBFCJ – casca de jabuticaba e EBFSJ – semente de jabuticaba e EBFCH – cálice de hibisco e EBFFSH – fruto com semente de hibisco; Extratos concentrados (após a concentração - **B**): ECFCU - casca de uva e ECFSU - semente de uva; ECFCJ – casca de jabuticaba e ECFSJ – semente de jabuticaba e ECFCH – cálice de hibisco e ECFFSH – fruto com semente de hibisco ..... 96
- Figura 17.** Mapa de calor da correlação entre compostos bioativos e atividade antioxidante de extratos concentrados de farinhas de subprodutos: ECFCU (A) ECFSU (B), ECFCJ (C) ECFSJ (D), ECFCH (E) ECFFSH (F). ..... 106

<b>Figura 18.</b> Atividade antimicrobiana em microplaca dos extratos hidroalcoólicos concentrados das farinhas da casca (ECFCU) e semente (ECFSU) de uva. ....	111
<b>Figura 19.</b> Atividade antimicrobiana em microplaca dos extratos hidroalcoólicos concentrados das farinhas da casca (ECFCJ) e semente (ECFSJ) de jabuticaba. ....	111
<b>Figura 20.</b> Atividade antimicrobiana em microplaca dos extratos hidroalcoólicos concentrados das farinhas do cálice (ECFCH) e fruto com sementes (ECFFSH) de hibisco. ....	112
<b>Figura 21.</b> Imagens em Microscopia eletrônica de varredura de nanopartículas de quitosana/TPP, sem e com extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco, em menor até 1600x e escala maior até 8500x.....	115
<b>Figura 22.</b> Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR) das nanopartículas: BRANCO, EBFCU, EBFSU, EBFCJ, EBFSJ, EBFCH, EBFFSH. ....	117
<b>Figura 23.</b> Estabilidade das nanopartículas em diferentes pHs. A) Nps - ECFCU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da casca da uva; B) Nps - ECFSU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da uva; C) Nps - ECFCJ = Nanopartículas do Extrato concentrado de farinha da casca da jabuticaba; D) Nps - ECFSJ = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da jabuticaba; E) Nps - ECFCH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do cálice de hibisco; F) Nps - ECFFSH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do fruto com semente de hibisco. ....	122

# 1 INTRODUÇÃO

O consumo de alimentos ricos em compostos antioxidantes vem sendo promovido, pois, podem controlar a auto oxidação, interrompendo a propagação de radicais livres ou inibindo diretamente sua formação, reduzindo o estresse oxidativo. Vários estudos indicam que a alta ingestão de produtos vegetais está associada redução de risco de algumas doenças crônicas e degenerativas, face a compostos fenólicos e antioxidantes presentes nesses produtos (Tan et al., 2018; Ribeiro et al., 2017; Delfanian; Kenari; Sahari, 2015; Alves; Brito; Rufino; 2008;). Dentre os frutos ricos com estes compostos podemos destacar a Uva, a Jabuticaba e cálice do Hibisco, pertencentes à família *Vitaceae*, *Mytaceae* e *Malvaceae* respectivamente.

Sementes e cascas geralmente contém a maior parte dos componentes fenólicos e por essa razão, o extrato obtido do resíduo de frutos vem se tornando cada vez mais popular para o ramo de alimentos funcionais (Bueno et al., 2020). A fabricação de suco de uva resulta em grande quantidade de resíduos, compostos principalmente de engaço e bagaço, podendo representar de 20 a 30% do peso inicial da fruta (Yu; Ahmedna, 2013). Já a casca da jabuticaba representa cerca de 50% do total da fruta sendo descartada na maioria das vezes. A utilização destes resíduos como matéria-prima no desenvolvimento de produtos alimentícios, aumentando o valor nutricional deste alimento, é uma alternativa (Ferreira et al., 2012).

Nesse contexto, as Plantas Alimentícias Não Convencionais (PANCs), como o hibisco, vem mostrando muitos benefícios para a saúde, incluindo atividades nefro e hepato-protetoras, renais/diuréticas, anticolesterol, anti-hipertensivas, antidiabéticas, hipolipidêmicas, anticâncer e antioxidantes (Carvajal-Zarrabal et al., 2012; Hopkins et al., 2013; Guardiola; Mach, 2014; Da-Costa-Rocha et al., 2014; Peter et al., 2017; Herranz-Lopez et al., 2017; Pimentel-Moral et al., 2018; Amaya-Cruz et al., 2019; Sáyago-Ayerdi, 2021).

De acordo com a Comissão Europeia (2010), os resíduos alimentares são compostos por matérias-primas alimentares cruas ou cozidas descartadas em qualquer fase do ciclo de vida dos alimentos, enquanto o termo "subproduto" se refere a qualquer substância ou objeto resultante de um processo de produção em que sua produção não seja o objetivo principal. Nesse sentido, o termo "subprodutos alimentares" tem sido cada vez mais utilizado para enfatizar que os resíduos alimentares são substratos finais promissores para o desenvolvimento de novos produtos de valor agregado.

Essa abordagem está diretamente alinhada com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODSs), especialmente o ODS 12, que promove o consumo e a produção responsáveis. O reaproveitamento de resíduos alimentares, como cascas e sementes, para a

criação de novos produtos, colabora não apenas para a redução de desperdício de alimentos, mas também para o desenvolvimento de alternativas sustentáveis na indústria alimentícia, contribuindo para uma economia circular. Além disso, essa prática pode apoiar o ODS 2, ao oferecer soluções sustentáveis que melhoram o acesso a alimentos nutritivos e diversificados, especialmente com o uso de tecnologias de encapsulamento que ampliam a vida útil de compostos bioativos e potencializam seu impacto na saúde humana (Larrauri *et al.*, 1997; Manzocco *et al.*, 2000; Esfanjani *et al.*, 2018).

Diante da relevância desses compostos bioativos para a indústria e saúde humana, tecnologias de ampliação da vida útil são necessárias. Nesse cenário, o encapsulamento pode ser uma estratégia importante para proteção, transporte e armazenamento de compostos de interesse (Larrauri *et al.*, 1997; Manzocco *et al.*, 2000; Esfanjani *et al.*, 2018).

Os compostos bioativos presentes em resíduos, e responsáveis pelos benefícios à saúde podem ser extraídos por técnicas convencionais e não convencionais, sendo que fatores como composição química, tamanho das partículas, solvente, tempo e temperatura influenciam a eficiência da extração (Andreo; Jorge, 2006; Zhu *et al.*, 2017; Filho *et al.*, 2020). No entanto, a aplicação desses compostos na forma de extratos enfrenta desafios como sabor indesejável, baixa solubilidade, estabilidade (sensibilidade a luz, oxigênio e calor), além de perdas durante o processamento e transporte.

O encapsulamento surge como uma solução, protegendo os compostos bioativos e melhorando sua biodisponibilidade (Assadpour; Jafari, 2019). Produtos tradicionais, como a tapioca, têm ganhado destaque, especialmente devido à busca por opções alimentares saudáveis e adequadas para dietas restritivas, como no caso dos celíacos.

## **2 REFERENCIAL TEÓRICO**

### **2.1 Compostos bioativos em vegetais**

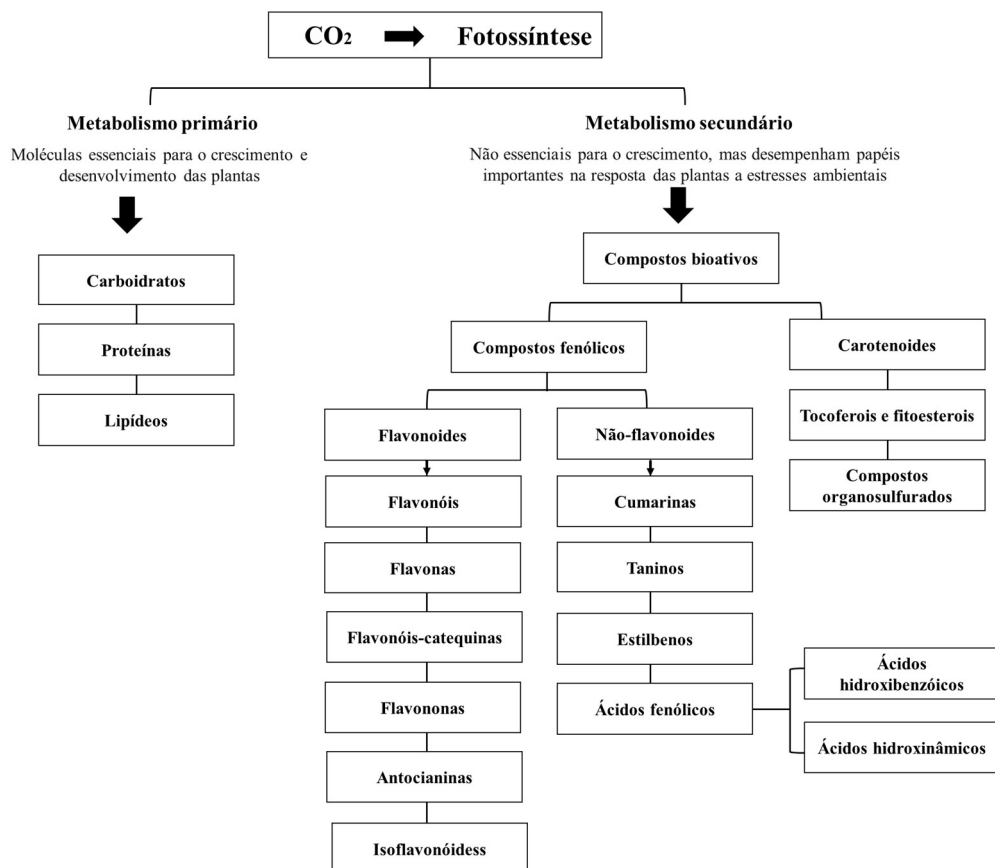
Compostos bioativos podem ser definidos como substâncias com atividade biológica e capazes de modular processos metabólicos resultando na promoção de melhores condições de saúde. Os benefícios exibidos por esses compostos incluem atividade antioxidante, inibição ou indução de enzimas, inibição das atividades dos receptores e indução e inibição da expressão gênica (Correia *et al.*, 2012). Frutas, hortaliças e cereais integrais são fontes de compostos bioativos, que incluem uma classe heterogênea de compostos principalmente fenólicos,

carotenoides, tocoferóis, fitoesteróis e compostos organosulfurados (Carbonell-Capella et al., 2013; Serrano-León et al., 2018)

A diversidade de compostos orgânicos presentes em vegetais representa o produto do metabolismo primário e secundário das plantas. Os Metabólitos primários (Figura 5) são carboidratos, aminoácidos, ácidos graxos e ácidos orgânicos que estão envolvidos no crescimento e desenvolvimento, respiração e fotossíntese, e síntese hormonal e proteica da planta (Housnome et al., 2008).

Metabólitos secundários como flavonoides, carotenoides, esteróis, ácidos fenólicos, alcaloides e glucosinolatos, além de determinar a cor de vegetais, protegem as plantas contra herbívoros e microrganismos, atraem polinizadores e animais dispersores de sementes e atuam como moléculas sinalizadoras em condições de estresse (Seiger 1998; Crozier et al., 2006).

Os compostos fenólicos são metabólitos secundários de plantas, que inclui grande diversidade de estruturas, que diferem entre si, em termos de estrutura química, complexidade e reatividade (Shahidi; Naczk, 1995). Esses compostos são cíclicos derivados de benzeno e possuem pelo menos um anel aromático no qual ao menos um hidrogênio é substituído por um grupamento hidroxila (Shahidi; Naczk, 1995; Ursini et al., 1999; Simões, 2000; Stoclet et al., 2004).



**Figura 1.** Produtos do metabolismo primário e secundário de vegetais. Fonte: Shirahigue e Ceccato-Antonini (2020) elaborado pela autora (2024).

Os compostos fenólicos apresentam-se como um dos maiores grupos de componentes dietéticos não essenciais e contribuem para o sabor, odor e coloração de diversos vegetais, sendo muitos desses economicamente importantes pela utilização como flavorizantes e corantes de alimentos e bebidas (Simões, 2000; Moreira; Mancini-Filho, 2004). Além disso, compostos fenólicos são essenciais para o crescimento, reprodução das plantas, e contribuem também para o aumento da resistência do vegetal diante de situações de estresse, atuando como agentes protetores da ação de predadores e patógenos (apresentam atividade antimicrobiana), de reações oxidativas e da ação da luz UV. Estes compostos participam do processo de lignificação da parede celular de plantas, processo este que evita o crescimento e a proliferação de micro-organismos que promovem injúria no vegetal (Shahidi; Naczk, 1995; Dillard; German, 2000).

Sendo assim, a produção de altos níveis de fenóis na planta está relacionada a situações de estresse (Shahidi; Naczk, 1995) e ao processo de cicatrização (Silva; Silva, 1999). Estes compostos podem, ainda, atuar como substratos nas reações enzimáticas de escurecimento (Shahidi; Naczk, 1995; Shi et al., 2002). Os compostos fenólicos estão amplamente distribuídos no reino vegetal e na maioria dos micro-organismos, uma vez que esses são capazes de sintetizar o anel benzênico, e, a partir dele, compostos fenólicos (Simões, 2000).

A maior parte dos compostos fenólicos não é encontrada no estado livre na natureza, mas sob a forma de ésteres ou de heterosídeos, sendo, portanto, solúveis em água e em solventes orgânicos polares. Dentre os compostos fenólicos, encontram-se estruturas tão variadas quanto as dos ácidos fenólicos, dos derivados da cumarina, dos pigmentos hidrossolúveis das flores, dos frutos e das folhas. Além disso, essa classe de compostos abrange as ligninas e os taninos, polímeros com importantes funções nos vegetais (Simões, 2000).

As propriedades sensoriais dos alimentos como cor, sabor amargo e adstringente estão intimamente relacionadas à composição inicial de fenólicos e a fatores ambientais, como temperatura, luz e pH. A elevada capacidade destes compostos de interagir com diversas substâncias pode gerar alteração da composição inicial dos alimentos. Sendo assim, grande parte das alterações sensoriais ocorridas nos alimentos durante as etapas de processamento e armazenamento, podem ser atribuídas à significativa reatividade dos compostos fenólicos. Dessa forma, é justificado o interesse nas estruturas e propriedades dos compostos fenólicos assim como, em seus mecanismos de reação, a fim de prever e prevenir reações indesejáveis nos alimentos (Es-Safi et al., 2003).

Por serem compostos aromáticos, os compostos fenólicos apresentam intensa absorção na região do UV. Além disso, esses são facilmente oxidáveis, tanto pela ação de enzimas vegetais específicas quanto por influência de metais, da luz e do calor, ou em meio alcalino, ocasionando em escurecimento de soluções ou dos compostos isolados (Simões, 2000).

Os compostos fenólicos de fontes vegetais podem ser divididos em dois grupos: os flavonóides e os não flavonóides. (Soares, 2002; Degáspari; Waszczynskyj, 2004). A estrutura química dos flavonóides é descrita como C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>, e consiste, portanto de dois anéis aromáticos, denominados anel A e B, unidos por três carbonos que formam um anel heterocíclico, denominado anel C, sendo que a classificação desses compostos ocorre em função dos grupos substituintes (Hein et al., 2002; Shi et al., 2002; Soares, 2002; Bobbio; Bobbio, 2003; Degáspari; Waszczynskyj, 2004). Neste grupo encontram-se as antocianinas, antocianidinas, flavonas, flavonóis, os taninos condensados ou proantocianidinas e, com menor frequência, as auronas, calconas e isoflavonas, dependendo do lugar, número e combinação dos grupamentos participantes da molécula (Soares, 2002; Farah; Donangelo, 2006; Cerqueira et al., 2007).

Os compostos fenólicos não flavonóides englobam os ácidos fenólicos (ácidos benzóico, cinâmico e seus derivados) os taninos hidrolizáveis, os estilbenos (resveratrol) e a lignina (Soares, 2002; Degáspari; Waszczynskyj, 2004; Farah; Donangelo, 2006).

Os compostos fenólicos são os responsáveis pela atividade antioxidante dos vegetais. Os antioxidantes são reconhecidos por sua capacidade de prevenir a oxidação lipídica em alimentos e diminuir os efeitos negativos dos radicais livres no organismo humano, sendo portanto, compostos muito importantes para a saúde (Bertolino et al., 2015).

Esses radicais livres são moléculas instáveis que podem oxidar macromoléculas, como lipídios, aminoácidos de proteínas e duplas ligações de ácidos graxos poli-insaturados, além de danificar estruturas celulares. Os compostos fenólicos, com seus grupos hidroxila fenólicos, têm a capacidade de doar um átomo de hidrogênio ou um elétron para os radicais livres, neutralizando-os e impedindo que causem danos adicionais. Além disso, esses compostos também podem impedir a formação de radicais livres por meio da complexação com íons metálicos, como ferro e cobre (Araújo, 2001).

### 2.1.1 Extração de compostos bioativos

A extração de compostos bioativos é um processo fundamental para a obtenção desses componentes de plantas. Métodos como a maceração e a percolação são comumente

empregados para extrair compostos fenólicos, antocianinas, flavonoides e carotenoides de matrizes vegetais, visando a maximização do rendimento e da qualidade dos extratos.

Sabe-se que as condições de extração influenciam no teor desses compostos. O método de extração, assim como o tipo de solvente utilizado, exerce um papel extremamente significativo na extração (Sampaio et al., 2020).

Os solventes mais utilizados nas extrações são a água, etanol, etanol/água, metanol/água, água/glicerol, acetona e éter. Destes, a água e o etanol são considerados solventes alternativos ou “*eco friendly*” por serem seguros, ecologicamente corretos, por não apresentarem toxicidade e de baixo custo (Paleologou et al., 2016; Dogan et al., 2020; Brahmi et al., 2022).

A extração convencional (extração por solvente ou extração sólido-líquido), é basicamente a solubilização do composto fenólico no solvente. Esse método ainda é muito utilizado para a extração de fenólicos devido à facilidade de operação (Alcântara et al., 2018).

Para o processo de extração uma amostra sólida deve ser dissolvida ou lixiviada de sua matriz por um solvente líquido. Esse solvente dissolve as substâncias da amostra, formando uma solução na qual os componentes solúveis, chamados de solutos, são removidos da matriz sólida, resultando em um extrato (Chanioti; Liadakis; Tzia, 2014; Kumar et al., 2021).

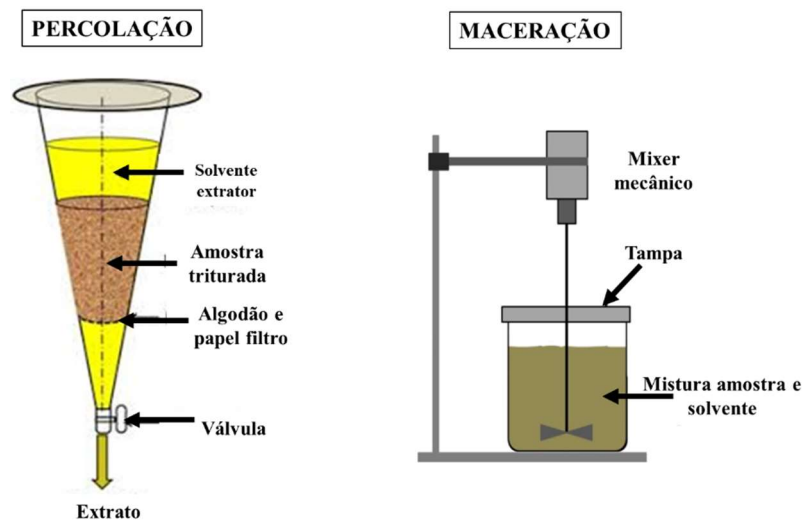
Durante o processo, os solutos presentes na superfície da amostra são dissolvidos primeiro, seguido pela penetração do solvente no material poroso e o transporte dos solutos para a solução (Chanioti; Liadakis; Tzia, 2014). Importante ressaltar que procedimentos de preparo da amostra podem influenciar na eficiência do processo, como pré-lavagem, secagem e moagem (Kumar et al., 2021). Estes, podem aumentar a superfície de contato da amostra com o solvente.

Dentre os pontos que requer atenção neste tipo de método na extração de compostos bioativos são: o longo tempo de extração, a recuperação parcial (devido à limitação do sistema solvente), a degradação de compostos fenólicos se realizada em alta temperatura e o uso de solventes perigosos (metanol, acetona ou hexano), que tornam os fenólicos inseguros para serem usados como ingrediente alimentar. Por isso, muitos pesquisadores têm usado etanol (geralmente reconhecido como seguro) e temperatura abaixo de 60 °C para obter um extrato fenólico de boa qualidade para aplicação em cosméticos, alimentos e produtos farmacêuticos (Al Jitan; Alkhoori; Yousef, 2018).

Comumente, o método sólido-líquido tem sido realizado por maceração e percolação (Figura 6), que são processos de extração não térmicos e utilizados para extrair compostos não voláteis (Daud et al., 2017). A maceração é uma técnica na qual a amostra, moída ou cortada é

misturada com um solvente adequado em um recipiente fechado. O solvente é então filtrado e o resíduo sólido prensado para recuperar a solução. A agitação durante a maceração facilita a extração por promover difusão e separar a solução concentrada da superfície da amostra. É recomendada para extrair componentes termolábeis.

O método de percolação é semelhante à maceração, pois envolve a colocação da amostra moída em um sistema fechado e a queda gradual do solvente de cima para baixo. Aqui, a filtragem não é necessária, pois os dispositivos percoladores possuem filtros que permitem apenas a passagem do solvente com o extrato. Um percolador é utilizado, recipiente estreito em formato de cone aberto na parte superior e equipado com uma válvula na parte inferior para controlar a saída do líquido.



**Figura 2.** Método de extração de compostos bioativos líquido-sólido: percolação e maceração. Fonte: Bakhtar et al. (2022) modificado pela autora (2024).

O material sólido com o solvente é deixado em repouso previamente para umedecer a amostra, e então o percolador é preparado com uma camada de algodão na base e papel filtro watman nº1 na parte superior. A solução umedecida é adicionada lentamente ao percolador, evitando fortes impactos na primeira camada, e o bagaço é pressionado enquanto mais algodão e papel filtro são adicionados para criar outro vácuo e recircular a solução progressivamente para enriquecer o extrato. A percolação é um método simples, barato e eficiente na extração dos compostos da amostra para o solvente, mas requer bastante tempo para finalizar todo o processo.

## 2.2 Vegetais ricos em compostos bioativos

Os vegetais são a principal fonte de compostos bioativos. Todas as partes da planta, incluindo folhas, raízes, cascas, tubérculos, frutas, flores, rizomas e galhos, produzem esses compostos em quantidades variadas, pois são influenciados por fatores intrínsecos e extrínsecos à planta (Jha e Sit, 2022). Por isso, estudos sobre as plantas que os produzem, bem como sua extração e aplicação, têm ganhado destaque nos últimos anos (Qin; Xi, 2021).

### 2.2.1 Hibisco (*Hibiscus sabdariffa* L.)

As Plantas Alimentícias Não Convencionais (PANCs) abrangem espécies nativas, exóticas ou naturalizadas, cujas partes comestíveis não são habitualmente utilizadas na alimentação humana. Elas representam uma diversidade botânica significativa e são conhecidas por diversos termos, como "alimentos da fome", "vegetais não convencionais" e "plantas para o futuro" (Bhansali, 2011). O conceito de PANC visa reconhecer o potencial alimentício dessas plantas, muitas vezes negligenciado. Os autores Kinupp e Lorenzi (2007) propuseram expressões alternativas para categorizá-las, referindo-se a partes de plantas com potencial alimentar não explorado comercialmente.

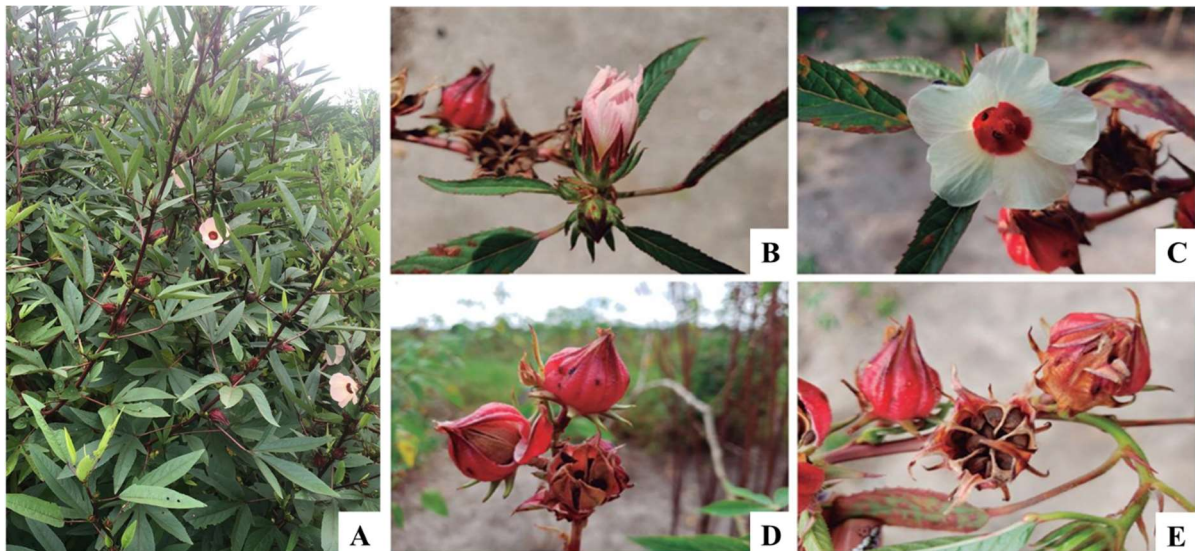
Essas plantas, que incluem flores, sementes e folhas, têm despertado interesse devido ao seu valor nutricional e são utilizadas na gastronomia, podendo ser consumidas *in natura* ou após preparo (Padilha et al., 2020). Geralmente encontradas em ambientes naturais e em monoculturas comerciais, as PANCs representam uma fonte adicional de renda para pequenos agricultores. Sua popularização pode contribuir para diversificar a dieta, aumentar a variedade de nutrientes e promover benefícios à saúde, especialmente em países onde o consumo desses alimentos é significativo, como o Brasil (IDEC, 2021).

Dentre as PANCs, está o Hibisco (*Hibiscus sabdariffa* L), conhecido popularmente como vinagreira, rosela, caruru-azedo, azedinha, caruru-da-guiné, azedada-guiné, quiabo-azedo, quiabo-róseo, quiabo-roxo, rosela, rosélia, groselha, quiabo-de-angola, groselheira. É uma espécie vegetal da família *Malvaceae*, e gênero *Hibiscus*, que inclui mais de 300 espécies de ervas, arbustos ou árvores anuais ou perenes (Wang et al., 2012). Possivelmente originária do Sudão, onde posteriormente foi levada para o restante da África e Ásia (Wilson; Menzel 1964). É comumente encontrado em regiões tropicais e subtropicais, incluindo China, Tailândia, Indonésia, Egito, Sudão, Arábia Saudita, Taiwan, Vietnã, Nigéria e México (Oliveira et al., 2020).

A mais provável chegada desta espécie na região Neotropical se deu no século XVIII através da Jamaica, por escravos africanos que faziam uso desta espécie como alimento

(Mohamed 2012). O clima das regiões tropicais e subtropicais favoreceram sua permanência e propagação (Mohamed 2012). Acredita-se que esse fator propiciou que a mesma conseguisse se naturalizar na flora brasileira (Coelho; Amorim, 2019).

Arbusto de ciclo anual, o hibisco (Figura 1) pode atingir mais de 1,80 m de altura, é pouco ramificado e com a forma de taça de tonalidade vermelha (Maccalebe, 1998). Cultivado em regiões tropicais e subtropicais, a flor é simples, séssil e axilar. A corola é composta por cinco sépalas de intensa coloração vermelha em forma de cone, que forma o cálice. Na base do cálice, está o calículo ou o pequeno cálice disposto em círculo (Castro et al., 2004). A cápsula deiscente é o fruto que possui aspecto aveludado e cerca de 2 cm de comprimento, abrigando as sementes (Mahadevan; Shivali; Pradeep, 2009). A cápsula da semente (fruto) tem de 1,9 a 2,5 cm de comprimento e contém cinco segmentos, com 20 a 26 sementes (Sim; Nyam, 2021).



**Figura 3.** *Hibiscus sabdariffa* L.: Planta cultivada com folhas, flores e alguns cálices (A); Cálice e flor jovem com pétalas róseas e glândulas no cálice (B); Detalhe da flor com pétalas amareladas (C); Cálice no fruto (D); e Fruto com sementes visíveis. Fonte: Autora (2024) e Coelho; Amorim (2019).

O hibisco é alimento funcional nos países da Ásia, e o interesse econômico está nos cálices e flores desidratados, utilizados mundialmente para a produção de bebidas, alimentos (D'heurex-Calix; Badrie, 2004), conservantes (Liu; Tsao; Yin, 2005) e antioxidantes (Wang et al., 2000). No Brasil, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa), por meio da Portaria nº 519, de 1998 (BRASIL, 1998), considera que as flores do hibisco podem ser consumidas como chá, preparadas por meio de infusão ou decocção. Já as sementes do fruto do *Hibiscus*

*sabdariffa* L. surgem como subproduto concomitante ao cultivo em larga escala e a exploração comercial da planta (Vilche; Gely; Santalla, 2003).

O hibisco é valorizado por seus diversos componentes bioativos, incluindo ácidos fenólicos, flavonoides, antocianinas e ácidos orgânicos (Oliveira et al., 2020). Esses compostos contribuem para suas diversas aplicações terapêuticas, como evidenciado pelo seu uso na medicina tradicional, sugerindo manejo do diabetes tipo 2 (Oliveira et al., 2019; Ribeiro et al., 2019), bem como efeitos benéficos sobre nefropatia (Oliveira et al., 2017; Oliveira et al., 2021), anemia ferropriva (Pereira et al., 2017), hipertensão (Oliveira et al., 2016) e doenças cardiovasculares (Oliveira et al., 2021b). Além disso, a intensa cor vermelha das flores secas e cálice, bem como seus extratos o torna um corante natural procurado nas indústrias cosmética e alimentícia (Islam, 2019).

O uso da flor de hibisco, que é rica em antioxidantes também podem proporcionar benefícios para saúde, como melhora no processo de filtragem renal (efeito diurético), além de efeito hipolipidêmico, hipoglicêmico, ação sobre a hipertensão e proliferação de células cancerígenas, entre outros (Maciel et al., 2012; Peter et al., 2017; Pimentel-Moral et al., 2018).

Hamadjida et al. (2024) em seu estudo com extratos de cálices observaram que o tratamento com o extrato teve efeitos significativos na redução do estresse oxidativo e da inflamação em ratos diabéticos induzidos por aloxana. Ratos tratados com o extrato apresentaram uma redução significativa nos níveis de malondialdeído, um marcador de estresse oxidativo, enquanto os níveis de glutathione reduzida, superóxido dismutase e catalase, importantes antioxidantes endógenos, aumentaram significativamente. o extrato demonstrou uma diminuição significativa nos biomarcadores inflamatórios, indicando uma redução da resposta inflamatória nos ratos diabéticos tratados.

A incorporação do extrato de cálice de hibisco (15-20 g/100 mL) no preparo de iogurte aumentou a preferência dos consumidores pela cor e aumentou significativamente os teores de polifenóis totais e flavonoides (Shin et al., 2021)

El-Shiekh et al. (2020) realizaram um estudo para destacar os mecanismos subjacentes aos efeitos neuroprotetores dos extratos enriquecidos com antocianina de duas variedades de hibisco (cálices branco e vermelho) no tratamento da doença de Alzheimer (DA), além de seu perfil metabólico. Os resultados fornecem evidências de que o Hibisco, representa um bom candidato para a melhoria da patologia da DA.

Addor, Cotta e Melo (2018) demonstraram que suplementos orais de *H. sabdariffa* (combinação com peptídeos de colágeno, vitamina C e extrato de *Aristolelia chilensis*) reduzem

marcadores do envelhecimento cutâneo da pele em pacientes do sexo feminino, indicando um efeito protetor contra processos degenerativos relacionados à idade.

### 2.2.2 Jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*)

A jaboticaba (Figura 2), pertencente à família *Myrtaceae* e gênero *Myrciaria*, também denominada *Plinia* (Citadin; Danner; Sasso, 2010). É uma fruta nativa do Brasil, e também encontrada no Paraguai e na Argentina, apresenta-se na forma de baga, com diâmetro de 3 a 4 cm, de casca que varia da cor roxa ao preto e polpa branca aderida à semente (Albuquerque et al., 2020).

As três espécies mais comuns no Brasil são *Myrciaria cauliflora* (jaboticaba "Paulista"), *M. jaboticaba* (jaboticaba "Sabará") e *M. trunciflora* ("Cabinho" jaboticaba). A jaboticabeira é conhecida por suas flores e frutos que crescem diretamente nos troncos e ramos, conferindo-lhe uma característica ornamental (Citadin; Danner; Sasso, 2010). A espécie "Paulista" tende a ser mais alta, com frutos maiores, enquanto a "Sabará" produz frutos menores e mais doces. As jaboticabas são globulares, com casca lisa que muda de verde para roxo escuro ou preto quando maduras, envolvendo uma polpa branca gelatinosa e suculenta, com um sabor doce, levemente ácido e picante (Jesus et al., 2004; Citadin; Danner; Sasso, 2010). Geralmente, a casca e as sementes não são consumidas devido ao seu sabor tânico e consistência fibrosa, embora algumas pessoas apreciem a fruta inteira (Inada et al., 2021).

Tem conquistado espaço e destaque tanto no mercado interno como no mercado internacional, tornando-se a 2ª melhor fruta do mundo de acordo com a TasteAtlas (Enciclopédia Gastronômica Internacional) em 2023. Com seu sabor único, característico e doce, aliado às propriedades nutricionais e benefícios para a saúde, tem despertado o interesse dos consumidores e impulsionado o crescimento da indústria relacionada a essa fruta (Benvenuti; Zielins; Kiferreira, 2021).

As jaboticabeiras são árvores de crescimento lento, atingindo de 4 a 12 metros de altura, e levam de cinco a 15 anos para começar a frutificar, geralmente com uma única colheita principal na primavera (Jesus et al. 2004). Os frutos amadurecem rapidamente em 30 a 45 dias após a floração, com diâmetro de 2,0 a 3,5 cm e peso de 3,0 a 15,0 g, possuindo uma fina película preta e polpa branca, gelatinosa e doce (>13,0 °Brix), com uma a quatro sementes pequenas. Árvores adultas podem produzir de 20 a 100 kg de frutos, e a folhagem avermelhada e as flores brancas, seguidas pelos frutos pretos brilhantes, tornam a jaboticabeira uma escolha ornamental atraente (Demattê, 1997; Mattos, 1983).



**Figura 4.** Jaboticabeira com frutos aderidos no tronco. Fonte: Autora (2024).

Os dados mais recentes do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) são referentes ao ano de 2017, quando a produção nacional de jaboticaba foi de aproximadamente 3,7 mil toneladas (IBGE, 2017). De acordo com Massa et al. (2022) a estimativa de produção formal se aproxima de 5.000 toneladas de jaboticaba por ano.

No entanto, acredita-se que a produção e comercialização apresentam números bem maiores do que os registrados oficialmente, uma vez que ocorre o comércio informal (Salomão et al., 2018). A fruta é consumida normalmente *in natura*, pois após a colheita, ela apresenta rápida senescência devido ao alto teor de açúcar e água (Sá et al., 2014), tornando-a extremamente perecível. Com isso, o processamento industrial torna-se uma excelente alternativa para aumentar sua vida útil.

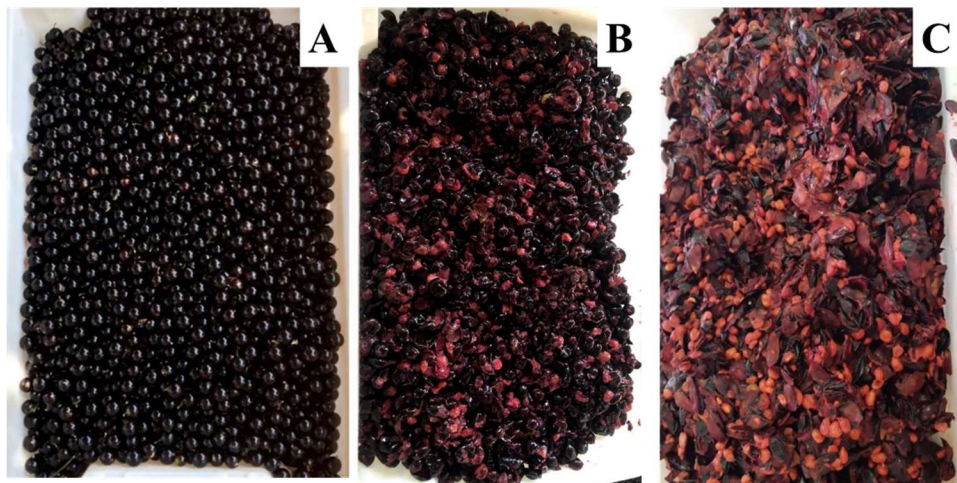
O processo de produção ao processamento da jaboticaba engloba etapas de colheita, seleção, lavagem, sanitização e despulpamento para separação da polpa. A polpa pode ser embalada e comercializada ou processada sob a forma de geleias, sucos, licor, vinagre, doces, sorvetes e até mesmo bebidas alcoólicas artesanais (Fidelis et al., 2021). Além disso, a jaboticaba também tem sido explorada na indústria cosmética e farmacêutica, devido às suas propriedades antioxidantes e anti-inflamatórias. Neste processo de produção, é inevitável a geração de resíduos. Esses resíduos podem incluir cascas, sementes, bagaços e outros materiais que são descartados durante o processo, podendo representar mais de 50% do total da fruta (Barroso et al., 2023).

A crescente consciência ambiental e a busca por uma gestão mais sustentável dos recursos naturais têm estimulado a pesquisa e a busca por alternativas para a valorização desses

resíduos da jabuticaba (Rosa et al., 2023; Miranda et al., 2023; Castel et al., 2023). Esses resíduos possuem potencial ainda pouco explorado, tanto do ponto de vista nutricional como na utilização em diferentes setores industriais (Faller et al., 2023; Aschemann-Witzel et al., 2023).

A valorização desses resíduos, considerando os subprodutos, pode trazer benefícios econômicos, ambientais e sociais. A utilização adequada desses materiais pode contribuir para a redução do desperdício, a geração de novos produtos e a diversificação da cadeia produtiva da jabuticaba (Rosa et al., 2023).

Os resíduos gerados no processamento da jabuticaba possuem características específicas a depender do processamento. Podem incluir cascas, talos, sementes, bagaços, polpa residual e outros componentes (Figura 2), descartados durante as etapas de produção (Fidelis et al., 2021; Barroso et al., 2023) podendo representar até 50% do peso total da fruta (Barroso et al., 2023).



**Figura 5.** Frutos de jabuticaba (A); Resíduo gerado após produção de licor (B); Resíduo gerado após despulpamento (C). Fonte: Autora (2024).

A jabuticaba também apresenta em sua composição fibras (principalmente pectina), que contêm propriedades tecnológicas como gelificante, emulsificante, espessante e encapsulante. Estudos relatam que uma baga de jabuticaba apresenta pode apresentar até 5% de fibra alimentar, e o consumo de 100 g da fruta fresca pode atender até 15% da ingestão diária recomendada de fibras por dia (Inada et al., 2021). No entanto, estas fibras são encontradas apenas nas frações habitualmente não consumidas, casca e semente (Inada et al., 2015).

Rica em compostos fenólicos, no fruto inteiro e suas frações, bem como em seus produtos derivados, já foram descritos antocianinas, derivados do ácido hidroxibenzoico (ellagitaninas, gallotanas, derivados do ácido elágico), ácidos hidroxicinâmicos, flavonóis, flavanóis, flavanonas e flavonas.

Os fenólicos são responsáveis pelos seus efeitos fisiológicos benéficos à saúde humana (Gasparotto et al., 2019; Moreno et al., 2016), incluindo propriedades antioxidantes (Wang et al., 2021), anticâncer (Romanos-Nanclares et al., 2020), o potencial para reduzir o risco de doenças degenerativas (Holland et al., 2020), síndrome metabólica (Wisnuwardani et al., 2020) e antimicrobiana (El-Moaty et al., 2020).

Em comparação com outros resíduos de frutas brasileiras, o teor total de antocianinas no extrato do epicarpo da jabuticaba é maior do que os encontrados no extrato obtido a partir da casca da uva e do resíduo de juçara (7,9 e 11,54 µg/g de extrato, respectivamente) (Garcia et al., 2019; Peixoto et al., 2019).

### 2.2.3 Uva (*Vitis labrusca* L)

As uvas (*Vitis* sp.) estão entre os frutos consumidos em maiores quantidades em todo o mundo, sejam processados ou em sua forma natural, constituindo, este vegetal, uma das maiores fontes de compostos fenólicos (Manach et al., 2005). Os vinhedos brasileiros fazem uso de uma grande diversidade de materiais genéticos, contando com cerca de 40 cultivares da espécie *Vitis labrusca* e aproximadamente 120 cultivares da espécie *Vitis vinifera* (Camargo et al., 2011). As representantes da espécie *Vitis labrusca*, são responsáveis por aproximadamente 86% da produção total de uvas, utilizada preferencialmente para produção de vinho de mesa e suco, por fornecerem um vinho de sabor adocicado com aroma frutado (SEAPDR, 2023).

Nesta espécie, encontra-se a cultivar Isabel, pertencente à família das *Vitaceae*. São muito valorizadas na indústria devido à sua alta produtividade e resistência a doenças, sendo a preferência dos viticultores (Nixdorf; Hermosín-Gutiérrez, 2010).

Como demonstrado na figura 6, são caracterizadas por cachos pequenos, forma cilindro alado, compacidade solta. Baga de tamanho médio, forma elipsóide, cor azulada a roxa, casca polpa mucilaginoso, sabor foxado e certa acidez, apresentando até 4 sementes. Folha adulta grandes ou médias, cúneo truncadas, inteiras ou trilobadas, seio peciolar em V, seios laterais superiores, quando os há, em V, seios laterais inferiores inexistentes, medianamente brilhantes, espessas, limbo e lobos planos a levemente revolutos, superfícies do limbo bolhosa, crespas no ponto peciolar, ângulo sobre o lobo terminal medianamente agudos, face superior glabra com alguma pilosidade esparsa, face inferior cotonosa e bege e nervuras lanosas também bege (EMBRAPA, 2014).



**Figura 6.** Parreiral de Cultivar Isabel (*Vitis labrusca* L) da vinícola localizada em Itaberaí – GO. Fonte: Autora (2024).

O cultivo de uva tem ganhado destaque no estado de Goiás. Segundo o Levantamento Sistemático da Produção Agrícola do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (LSPA/IBGE), a produção de uva atingiu em 2022, 1.698 toneladas.

Embora o volume ainda seja modesto se comparado a outros estados, como o Rio Grande do Sul, líder nacional com 735 mil toneladas na safra de 2022, e Pernambuco, que alcançou 399 mil toneladas, a produção de uva em Goiás mostra potencial de crescimento. A produção goiana, ocupando o 10º lugar no ranking nacional, demonstra espaço para expansão, especialmente no mercado interno, onde cerca de 25% das mais de 9 mil toneladas de uva comercializadas na Ceasa no ano passado têm origem no estado.

No estado de Goiás, não há frio hibernal suficiente para induzir a dormência da videira, o que possibilita a obtenção de duas colheitas/ano. Todavia, no período das águas, a pressão de doenças é muito forte, aumentando o risco de perdas e elevando os custos de produção para o controle sanitário dos vinhedos. Assim, o modelo/sistema de produção mais utilizado é o de duas podas e apenas uma colheita, com um ciclo de produção e um ciclo de formação.

Quanto a composição química, a uva apresenta elevados teores de açúcares e ácidos orgânicos, que são responsáveis pelo seu sabor característico, minerais como o potássio, cálcio, ferro, cobre, entre outros e compostos fenólicos (Santana, 2012; Natividade, et al., 2013). O bagaço, composto por cascas, sementes e engaços, é o principal resíduo sólido proveniente do processamento da uva, representando aproximadamente 20% do peso das uvas processadas (Mello; Silva, 2014). Estes resíduos apresentam importante valor nutricional, são formados por proteínas, lipídios, carboidratos, vitaminas, minerais e compostos com propriedades biológicas,

como as fibras e compostos fenólicos, dentre eles, os taninos, resveratrol, ácidos fenólicos e antocianinas (Sousa; Uchôa-Thomaz; carioca, 2014; Caldas et al., 2018)

Os polifenóis têm sido associados ao potencial bioativo das uvas, devido às suas atividades antioxidantes, anti-inflamatórias, anticancerígenas e antibacterianas (Bagchi et al., 2000; Gris et al., 2011). Os compostos fenólicos das uvas são responsáveis não só por importantes características do vinho e do suco – como cor, adstringência, sabor e corpo – mas por estarem, também, relacionados a efeitos benéficos para a saúde humana, com o consumo moderado da bebida (López-Miranda et al., 2016).

Além disso, a vitamina C presente na uva também contribui para a proteção contra espécies reativas de oxigênio e tem papel importante na síntese de antocianidinas e outros metabólitos secundários. Enzimas como a polifenoloxidase (PPO) e peroxidases (POD) estão envolvidas no escurecimento enzimático das bagas de uva, um problema de conservação dos frutos que pode ser mitigado por técnicas de redução de perdas decorrentes do escurecimento (Alamed et al., 2009; Frumento et al., 2013; Hosu et al., 2014).

### **2.3 Nanoencapsulação**

A tecnologia de encapsulação consiste em aprisionar um agente ativo em um material encapsulante que mantém sua estrutura mesmo em condições adversas, liberando-o apenas em condições específicas no local desejado (Olaizola et al., 2016). Essa técnica tem sido utilizada para prolongar a vida útil de compostos bioativos, como os fenólicos, e protegê-los de fatores ambientais, como oxigênio, luz e radicais livres, quando aplicados em alimentos (Bagheri; Ariaii; Motamedzadegan, 2021).

Os compostos bioativos são frequentemente sensíveis a fatores ambientais, como luz, pH, temperatura, oxigênio e degradação enzimática. O encapsulamento bioativos é um método adequado para superar muitos desses problemas, pois pode proteger moléculas bioativas com em um material de revestimento (Souza et al., 2018). A encapsulação em micro ou nanoescala permite a incorporação de compostos bioativos revestidos em em matrizes alimentares e resultando em alimentos funcionais altamente absorvíveis no sistema gastrointestinal (Chuyen et al., 2019; Khorasani et al., 2021).

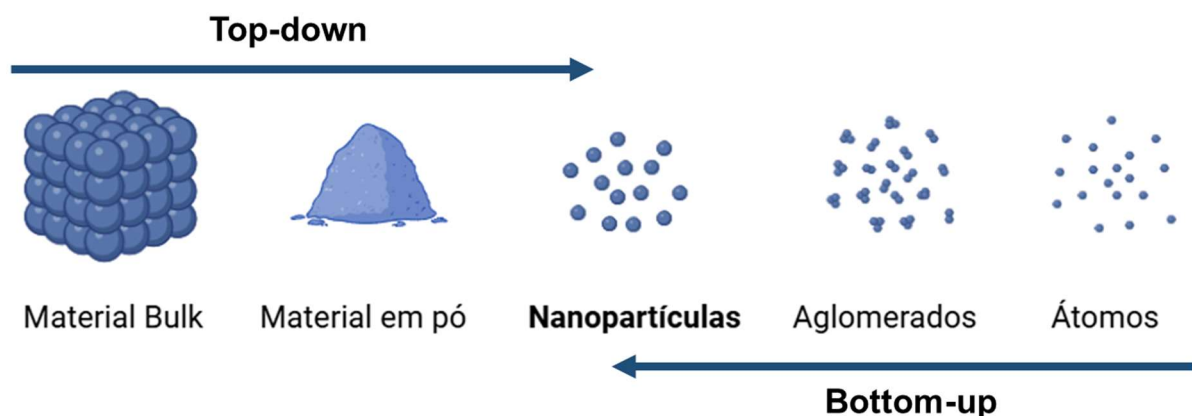
Enquanto a microencapsulação forma partículas com tamanho de escala microns até vários milímetros (Etchepare et al., 2015), na nanoencapsulação as substâncias são encapsuladas em nanoescala, o nanômetro é a bilionésima parte do metro ( $10^{-9}$  metro)

(Madureira; Pereira; Pintado, 2015), portanto, nanopartículas são atribuídas a partículas microscópicas sólidas ou dispersões de partículas com faixa de tamanho de 1–100 nm (Liang et al., 2017), tamanho abaixo de 100 nm são essenciais mas considera-se a escala nanométrica até 1000 nm (<1,0 mm).

A tecnologia de encapsulação tem sido usada na indústria de alimentos principalmente para proteger os materiais centrais (agente ativo) contra a condições ambientais. Também é considerada um método conveniente para melhorar a entrega e liberação de compostos bioativos e células vivas, os materiais do núcleo são usados em baixas quantidades e com dispersão adequada. Ainda, podem mascarar o sabor dos materiais do núcleo, pode ser usado para separar compostos centrais dentro de uma matriz alimentar que, de outra forma, reagiriam entre si (Đorđević et al., 2015).

As técnicas de nanoencapsulação utilizam abordagens de cima para baixo (*top-down*) ou de baixo para cima (*bottom-up*) para o desenvolvimento de nanopartículas (Figura 7). Na abordagem *top-down*, são aplicadas ferramentas precisas para reduzir o tamanho e modelar a estrutura dos nanomateriais conforme a aplicação desejada. Já na abordagem *bottom-up*, os materiais são construídos pela automontagem e auto-organização de moléculas, influenciadas por fatores como pH, temperatura, concentração e força iônica (Augustin; Sanguansri, 2009).

Técnicas como emulsificação e emulsificação-evaporação de solventes são utilizadas na abordagem *top-down*. Por outro lado, a técnica de fluido supercrítico, complexação de inclusão, coacervação, gelificação iônica e nanoprecipitação são aplicadas na abordagem *bottom-up* (Figura 7) (Sanguansri; Augustin, 2006; Mishra et al., 2010). Essas técnicas de nanoencapsulação podem ser usadas para encapsular vários compostos bioativos hidrofílicos e lipofílicos. Emulsificação, coacervação e técnicas de fluidos supercríticos são adequadas para encapsulação de ambos os tipos de compostos (McClements et al., 2009; Chong et al., 2009; Leong et al., 2009).



**Figura 7.** Abordagens *top-down* e *bottom-up* em técnicas de nanoencapsulação. Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Dentre as aplicações, podem ser utilizados para vitaminas e fenólicos para melhorar a estabilidade desses compostos sensíveis durante a produção, armazenamento e ingestão (Khayata et al., 2012, Sáiz-Abajo et al., 2013), diminuir a evaporação e degradação de bioativos voláteis, como aromas, por exemplo (Donsi et al., 2011), mascarar sabores desagradáveis, de extratos vegetais antioxidantes (Fathi et al., 2013), e ainda podem limitar a exposição ao oxigênio, água ou luz, em ácidos graxos insaturados (Nedovic et al., 2011, Zimet; Livney, 2009).

O material a ser usado como encapsulante deve ser de grau alimentício, biodegradável e estável em sistemas alimentares durante o processamento, armazenamento e consumo. Os materiais carreadores em nanoescala mais adequados para aplicações alimentares são à base de carboidratos, proteínas ou lipídios. Os sistemas de liberação baseados em polissacarídeo são adequados para muitas aplicações industriais, uma vez que são biocompatíveis, biodegradáveis e possuem um alto potencial para serem modificados para atingir as propriedades necessárias.

Ao contrário dos transportadores de lipídios, os sistemas de liberação à base de carboidratos podem interagir com uma ampla gama de compostos bioativos por meio de seus grupos funcionais, o que os torna transportadores versáteis para ligar e prender uma variedade de ingredientes alimentares bioativos hidrofílicos e hidrofóbicos.

Diferentes nanocarreadores para componentes fenólicos podem ser usados como barreira protetora, e eles podem ser divididos em sistemas de liberação baseados em polissacarídeos e proteínas (Ribeiro; Bornéu, 2019). Substâncias como ciclodextrinas, nanopartículas poliméricas, nanomicelas (Ribeiro; Jafari, 2016), nanopartículas e filmes de gelatina (Oliveira et al., 2017; Oliveira et al., 2015; Oliveira et al., 2010), nanopartículas de proteína alimentar como caseína, proteínas de soro de leite, proteínas de soja (Ribeiro; Azad Mandal, 2017) nanopartículas de zeína (Oliveira et al., 2018), quitosana (Ribeiro e Bornéu, 2019) nanocarreadores lipídicos (Pimentel-Moral et al., 2018; Ribeiro et al., 2018) ou nanopartículas do complexo proteína-polissacarídeo (Oliveira et al., 2017) provaram ser carreadores adequados para a nanoencapsulação de compostos polifenólicos.

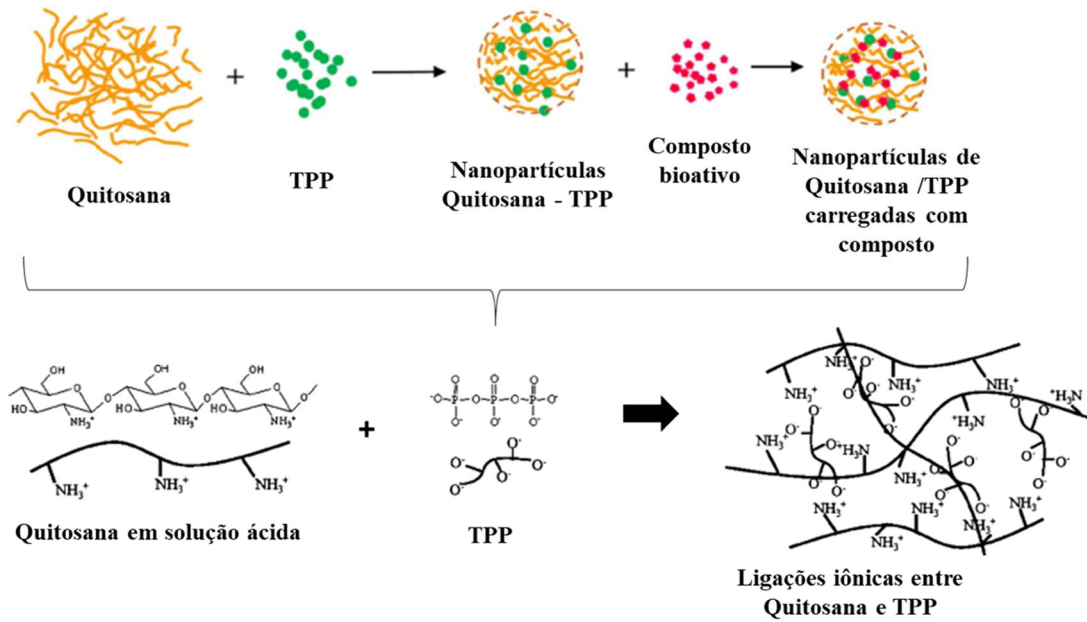
A escolha do material carreador afeta as características físico-químicas das substâncias encapsuladas (Kalušević et al., 2017). Nanopartículas de proteína alimentar e quitosana são os nanocarreadores mais comumente usados para a liberação de polifenóis vegetais, pois há evidências sólidas de que eles melhoram a absorção intestinal de compostos fenólicos (Oliveira et al., 2017).

A quitosana é um polissacarídeo natural extraído do exoesqueleto de crustáceos, insetos e fungos, tem sido amplamente estudada devido às suas propriedades biocompatíveis, biodegradáveis e não tóxicas (Divya; Jisha, 2018). Composta por unidades de N-acetilglucosamina e glucosamina, sua fração de glucosamina influencia suas propriedades físico-químicas, sendo seu caráter policatiônico explorado em aplicações como interação com poliânions para formar complexos polieletrólíticos.

É frequentemente utilizada na produção de nanomateriais para as indústrias alimentícia e farmacêutica, especialmente em sistemas de liberação controlada de bioativos (Grenha, 2010). Na indústria de alimentos, a quitosana é empregada na geração de biofilmes para proteção de diversos produtos, como frutas, aves, frutos do mar e vegetais.

Os principais métodos para o preparo de nanopartículas de quitosana são micelas reversas, gelificação iônica, emulsificação (Jafari, 2017; Zhao et al., 2011). O procedimento de gelificação iônica ou reticulação iônica tem sido muito recorrente, e ocorre de acordo com a interação de macromoléculas que têm carga oposta (Mokhtari et al., 2017). Para este propósito, tripolifosfato (TPP) como um material não tóxico e multivalente geralmente tem sido usado para fornecer a densidade de carga necessária através de interações iônicas com a quitosana.

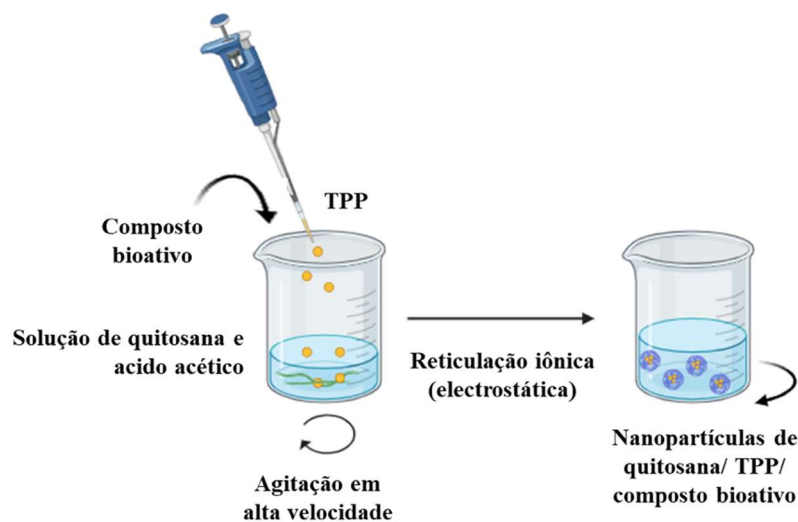
A gelificação iônica, também conhecida como ionotrópica, e ainda reticulação iônica, é uma técnica química utilizada na síntese de nanopartículas, baseada na interação eletrostática entre íons de carga oposta (Calvo et al., 1997). Nesse processo (Figura 8), um polianiônico, como o trifosfato de sódio (NaTPP), é dissolvido em uma solução aquosa contendo quitosana policatiônica em ácido acético. Durante a agitação mecânica contínua, os grupos amina protonada da quitosana ( $R-NH_3^+$ ) realizam reticulação com o polianiônico NaTPP (íon fosfórico –  $PO_4^{3-}$ ), resultando na formação de um hidrogel (Olunusi et al., 2024).



**Figura 8.** Representação do processo de reticulação iônica de quitosana com Tripolifosfato (TPP). Fonte: Deshmukh e Kim (2019) e Hsieh et al. (2008) modificado pela autora (2024).

Esse método emprega reticulação física por meio de interações eletrostáticas, em vez de reticulação química, a fim de evitar toxicidade reativa. O processo é considerado simples, suave e seguro, minimizando efeitos indesejáveis e permitindo a potencial recuperação de solventes orgânicos (Calvo et al., 1997). Ao ser introduzido em uma solução de quitosana, o NaTPP estabelece uma ligação eletrostática com os grupos amino da quitosana (Figura 9), desencadeando um processo de ionização em gel que resulta na formação das nanopartículas, que são recuperadas por meio de centrifugação e liofilização (Olunusi et al., 2024).

Os fatores eficazes no processo de gelificação e preparação de nanopartículas de quitosana/TPP são pH, proporções de componentes, concentração e método de mistura.



**Figura 9.** Esquema ilustrativo do método de reticulação iônica. Fonte: Elaborado pela autora (2024).

## 2.4 Enriquecimento ou fortificação de alimentos

O enriquecimento ou fortificação de alimentos é uma abordagem que envolve a adição controlada de vitaminas e/ou minerais a produtos alimentícios específicos (FAO, 2017). Essa prática é fundamentada em estudos científicos que avaliam o papel desses nutrientes na promoção da saúde humana, considerando fatores como biodisponibilidade e aceitação pelo consumidor (Rosell, 2016; Cardoso et al., 2019).

De acordo com a ANVISA por meio da Portaria n ° 31, de 13 de janeiro de 1998, “alimento fortificado/enriquecido ou simplesmente adicionado de nutrientes é todo alimento ao qual for adicionado um ou mais nutrientes essenciais contidos naturalmente ou não no alimento, com o objetivo de reforçar o seu valor nutritivo e ou prevenir ou corrigir deficiência (s) demonstrada (s) em um ou mais nutrientes, na alimentação da população ou em grupos específicos da mesma” (Brasil, 1998).

A fortificação pode alcançar grandes segmentos da população, incluindo aqueles que não têm acesso fácil a suplementos nutricionais (Oh, Gareth Caverna, Chungui, 2021). Uma vez que os alimentos fortificados são consumidos regularmente, a ingestão de nutrientes adicionados pode ser mais consistente e regular, sem necessitar mudanças nos hábitos alimentares ou no estilo de vida das pessoas. Nesse sentido, a fortificação de alimentos básicos pode ser uma maneira econômica de melhorar o estado nutricional da população. Podendo assim, auxiliar na redução de deficiências de micronutrientes e prevenindo ou mitigando a desnutrição em toda a população, especialmente em grupos de alto risco, como crianças. Esse processo tem se mostrado eficaz a curto, médio e longo prazo, alcançando diversos estratos sociais e apresentando baixo risco de toxicidade (Rosell, 2016; Oh, Gareth Caverna, Chungui, 2021).

Em comparação com as suplementações, que geralmente requerem grandes doses de micronutrientes na forma de cápsulas, comprimidos e xaropes (Smith et al., 2006; Elemike et al., 2019), a fortificação de alimentos requer quantidades relativamente pequenas de micronutrientes. A suplementação pode facilmente causar overdoses (Elemike et al., 2019), a fortificação de alimentos fornece quantidades adequadas de micronutrientes aos consumidores, desde uma escala de massa até uma escala alvo específica (Smith et al., 2006). A suplementação

por medicamento pode causar dependência ao invés de incentivo a uma dieta saudável e ainda requer adesão consistente, mas possui a vantagem de personalização de doses por indivíduo.

O enriquecimento de alimentos pode ser obrigatório ou voluntário, dependendo das exigências governamentais expressas na legislação. No caso da fortificação obrigatória, os produtores são legalmente obrigados a adicionar micronutrientes específicos aos alimentos, visando atender às necessidades nutricionais da população em larga escala (Allen et al., 2006).

No Brasil, a obrigatoriedade da fortificação de farinhas de trigo e milho foi motivada pelos altos índices de anemia e deficiência de ácido fólico. Para garantir resultados positivos, é fundamental escolher micronutrientes com boa absorção pelo organismo, características semelhantes ao alimento original e aceitação pelo consumidor, atendendo à demanda crescente por alimentos nutricionalmente ricos que promovam benefícios à saúde (Allen et al., 2006).

Nesse sentido, compostos bioativos (vitaminas, antioxidantes e micronutrientes) podem enriquecer alimentos com baixo aporte nutricional. Para que esses compostos bioativos sejam extraídos de matrizes vegetais, são preparados extratos com solventes orgânicos não tóxicos, que após a extração são concentrados para eliminação dos solventes.

No entanto, ainda existem muitas restrições para o uso de extratos com compostos bioativos em sistemas alimentares, dentre os desafios mais importantes são baixa solubilidade, baixa vida de prateleira, dificuldade de embalagem e manuseio, perdas devido a estresses ambientais (luz, oxigênio, alta temperatura e pH) e processos alimentares (pasteurização, mistura, cozimento, esterilização, armazenamento, preparação caseira, microondas, fervura, vaporização e secagem), sabor indesejável de compostos fenólicos, liberação não direcionada e instabilidade em várias condições durante a digestão (Fang e Bhandari, 2010).

Uma alternativa a essa restrição é o encapsulamento desses extratos para então ser utilizado como enriquecedor/fortificador em produtos alimentares. Estudos abordam as técnicas de enriquecimento de alimentos com micropartículas (Parente et al., 2021), mas a tecnologia em escala nanométrica ainda é abordada em poucos estudos. Poucos estudos têm focado os efeitos dos fenólicos vegetais nanoencapsulados nas características funcionais e organolépticas de diferentes formulações de alimentos

Alimentos e bebidas como laticínios, produtos de panificação e confeitaria, produtos cárneos, sucos e bebidas energéticas, massas, gomas, doces e spreads são veículos adequados para fenólicos encapsulados (Delfanian e Sahari, 2020). Os polifenóis encapsulados podem ser incorporados em formulações de alimentos com formato semissólido, sólido, em pó ou líquido (Tabela 1).

O queijo é um candidato adequado para fortificação com fenólicos encapsulados devido ao seu valor nutricional, longa vida útil e consumo ubíquo, preservando a qualidade do produto e permitindo uma liberação controlada. O leite, amplamente consumido pelo seu alto valor nutricional, pode servir como veículo para antioxidantes naturais, mas a adição de fenólicos puros pode prejudicar suas propriedades sensoriais, problema resolvido pelo encapsulamento (Kwak et al., 2014). O iogurte, também adequado para suplementação de ingredientes funcionais, enfrenta desafios devido ao seu alto teor de água e baixo pH, que podem ser superados pelo encapsulamento em materiais hidrofílicos como a maltodextrina (da Silva et al., 2019).

A margarina, sendo uma emulsão, pode ser enriquecida com fenólicos encapsulados para atuar como conservante e composto enriquecedor, adequada para a formulação de alimentos como doces e bolos (Zaidel et al., 2014). Produtos de panificação, amplamente consumidos, são ideais para desenvolvimento de alimentos funcionais, necessitando de materiais de revestimento resistentes ao calor para encapsular fenólicos e garantir a estabilidade durante o cozimento (Gonçalves et al., 2017). O uso de fenóis encapsulados é desejável quando não altera os atributos sensoriais dos produtos finais (Gong et al., 2020).

**Tabela 1.** Alimentos enriquecidos com nanopartículas.

<b>Composto encapsulado</b>	<b>Método de encapsulação</b>	<b>Material transportador</b>	<b>Tamanho de partícula</b>	<b>Aplicação</b>	<b>Referência</b>
Licopeno	Nanoemulsão	Lipídios sólidos e líquidos contendo 0,6% (p/p) de lecitina	74,93 a 183,40 nm	Bebidas de laranja	Zardini et al., 2018
Extratos de pétalas de <i>Hibiscus rosa-sinensis</i>	Coprecipitação	Cloreto férrico	65 nm	Biscoitos de trigo	Razack et al., 2020
Extrato de alho	Lipossomas preparados por hidratação por filme fino	fosfatidilcolina de soja purificada (PC, $\geq 94\%$ )	174,6 nm	Leite	Pinilla et al., 2017
Extrato de alho	Lipossomas preparados por hidratação por filme fino	Fosfatidilcolina-ácido oleico	172,2 nm	Pão de trigo	Pinilla et al., 2019

Solução aquosa de polifenóis	Nanoemulsão	Água e óleo de canola (W/O/W)	-	Queijo Chihuahua	Pimentel-González et al., 2015
Extratos da casca do cacau	Lipossomas em dispersão	Quitosana	252 nm	Iogurte	Altin et al., 2018
Extratos de Rosela e repolho roxo	Emulsão	Água óleo de palma/estearina de palma (60:40) (99,5%) e emulsificante (0,5%)	-	Margarina	Zaidel et al., 2014
Extrato de cereja azeda	Nanossuspensão	8 % de maltodextrina e 2 % de solução de revestimento de goma arábica	396 nm	Bolo	Luca et al., 2014

Fonte: Elaborada pela autora (2024).

Portanto, nanopartículas carregadas com polifenóis podem ser utilizadas no processamento de alimentos para a melhoria de características físico-químicas, como estabilidade, textura e perfil de sabor dos alimentos, ou funcionais, como atividade antioxidante ou antimicrobiana (Delfanian e Sahari, 2020). Além de melhorar a biodisponibilidade de compostos encapsulados, impede que esses compostos interajam com componentes dos alimentos. Melhora dos atributos mecânicos e de barreira dos materiais de embalagem de alimentos, podem funcionar como nanosensores para controle da condição dos alimentos durante o transporte e armazenamento. Nesse sentido, a nanoencapsulação tornou-se uma abordagem importante para preservar as propriedades de componentes ativos durante o processamento e consumo de alimentos.

### **3 OBJETIVOS**

#### **3.1 Geral**

Avaliar o potencial bioativo dos resíduos (casca e semente) dos frutos da uva e jabuticaba, e hibisco (cálice e fruto com semente), bem como encapsular esses compostos seguido de sua aplicação em matriz alimentar por meio do enriquecimento de fécula de mandioca e processamento sob a forma de tapioca.

#### **3.2 Específicos**

- Caracterizar as farinhas das cascas e sementes (uva e jabuticaba), cálice e fruto com sementes (hibisco) em relação a: composição proximal, pH, acidez titulável, cor, antinutricionais (cianogênicos e oxalato);
- Determinar os perfis de minerais, carboidratos, compostos fenólicos, flavonoides, ácidos orgânicos e compostos voláteis;
- Quantificar os pigmentos clorofila, carotenoides, antocianinas, flavonoides,
- Produzir extratos com diferentes solventes e concentrações avaliando a atividade antioxidante, compostos fenólicos totais, antocianinas, flavonoides e carotenoides;
- Determinar o melhor solvente/concentração e submeter a extração por maceração + percolação;
- Analisar grupos funcionais por FTIR – ATR das farinhas pré e pós extração por maceração + percolação com melhores solventes;
- Comparar extratos brutos e concentrados obtidos da maceração + percolação, quanto a: ao pH, cor, atividade antioxidante, compostos fenólicos, antocianinas, flavonoides, carotenoides e grupos funcionais dos extratos por FTIR-ATR;
- Avaliar a atividade antimicrobiana dos extratos concentrados;
- Nanoencapsular os extratos concentrados por geleificação iônica com quitosana/TPP, avaliar as características morfológicas das nanopartículas, a eficiência de encapsulamento, cor e compostos bioativos;
- Enriquecer fécula de mandioca com os nanoencapsulados para obter a tapioca;
- Avaliar a estabilidade térmica dos compostos encapsulados após o processamento da fécula sob a forma de tapioca;

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Matérias-primas

Bagas *in natura* de uvas (cultivar Isabel) foram colhidas no estágio maturo, anterior ao período de safra (Mês de maio, início do período seco), em Itaberaí – GO, Brazil (Latitude: 16° 01' 13" S, Longitude: 49° 48' 37" W). As jabuticabas (cultivar Pingo de mel) *in natura* foram colhidas no estágio maturo, após o período de safra (Mês de dezembro, período chuvoso) Hidrolândia-GO, Brazil (Latitude: 16° 57' 44" S, Longitude: 49° 13' 41" W). O hibisco (*Hibiscus sabdariffa*) foi coletado em uma Associação dos Agricultores Familiares, localizada em Bela Vista de Goiás – GO, Brazil (Latitude: 16° 58' 22" S, Longitude: 48° 57' 12" W) após o período normal de frutificação (Mês de julho, período seco). Todas as matérias-primas foram produzidas de forma orgânica, livre de agrotóxicos. Uvas e jabuticabas contaram com irrigação e larga escala de cultivo, ao contrário do hibisco. Todas as matérias-primas foram colhidas em 2022 e 2023.

Após coleta, os vegetais foram acondicionados em embalagens de polietileno e levadas, imediatamente, em caixas térmicas refrigeradas, ao Laboratório de Química e Bioquímica de Alimentos, da Faculdade de Farmácia da Universidade Federal de Goiás (UFG) para a higienização e produção da farinha.

As figuras 10 e 11 demonstram o processo desde a coleta até produção das farinhas. As uvas e jabuticabas maduras foram selecionadas (retirando impurezas e frutos danificados), lavadas em água corrente e sanitizadas em solução de hipoclorito de sódio na concentração de 200 ppm e posterior enxágue. Os frutos da uva e jabuticaba foram despoldados em despoldadeira (Modelo Macanuda DM- SP1), onde peneiras rotativas que separaram a polpa, com a parte fibrosa da casca e da semente. As cascas e sementes foram levadas para secagem a 45 °C (Lenquiste et al., 2015) em estufa com circulação de ar forçada. Após secagem, casca e semente foram separadas e trituradas em moinho (TE-633, TEC MILL) obtendo-se pós com granulometria de 20 mesh. Por fim, as farinhas foram acondicionadas em sacos plásticos de polietileno e estocadas em freezer à -18°C até o uso.



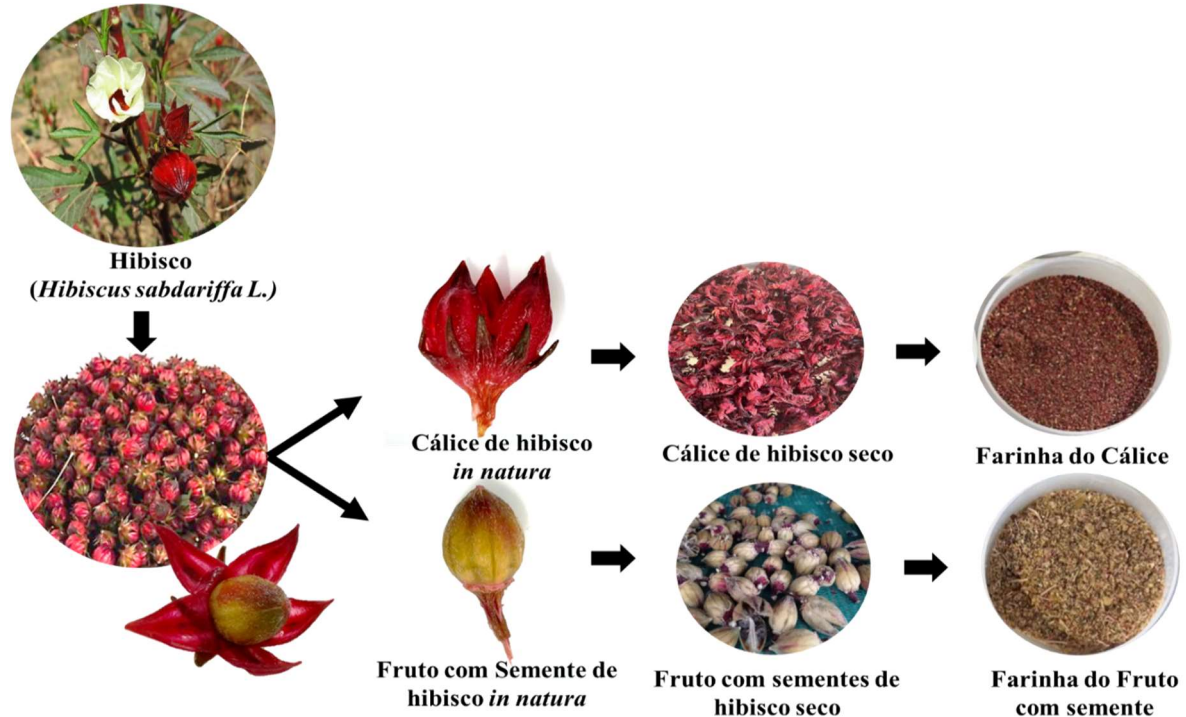
**Figura 10.** Uva: *in natura*, após secagem, e farinhas. Fonte: Autora (2024).



**Figura 11.** Jaboticaba: *in natura*, após secagem, e farinhas. Fonte: Autora (2024).

A figura 12 demonstra o processo desde a coleta até produção das farinhas. Os cálices do hibisco foram lavados em água corrente e sanitizados em solução de hipoclorito de sódio na concentração de 200 ppm e posterior enxágue. Os cálices foram retirados do fruto, este composto com cápsula e sementes. O fruto (cápsula+sementes) foi denominado como uma amostra. As pétalas do cálice, e as cápsulas + sementes foram conduzidas à estufa de circulação a ar, na temperatura de 45°C (Lenquiste et al., 2015). Após secagem, foram separadas e

trituras em moinho (TE-633, TEC MILL) obtendo-se pós com granulometria de 20 mesh, denominados de farinhas. Por fim, foram acondicionadas em sacos plásticos de polietileno e estocadas em freezer à -18°C até o uso.



**Figura 12.** Cálice e fruto com semente de hibisco: *in natura*, após secagem, e farinhas. Fonte: Autora (2024).

## 4.2 Caracterização físico-química

### 4.2.1 Rendimento e diâmetro dos frutos

A caracterização física foi realizada em 15 frutos *in natura*, logo após a colheita. Os frutos foram pesados individualmente em balança analítica para obtenção da massa em gramas. O tamanho (Diâmetro longitudinal e Diâmetro transversal) foi medido em milímetros com paquímetro. Os rendimentos foram calculados a partir da diferença entre os frutos inteiros, e semente e a casca, em porcentagem (%).

### 4.2.2 Composição proximal

A composição proximal e demais análises foram realizadas nas farinhas das cascas de uva (FCU), farinhas das sementes de uva (FSU), farinhas das cascas de jabuticaba (FCJ),

farinhas das sementes de jabuticaba (FSJ), farinhas dos cálices de hibisco (FCH), e farinhas do fruto com sementes de hibisco (FFSH). Foi conduzido um delineamento inteiramente casualizado simples (DIC) em duplicata, com 3 repetições cada.

Para determinar a umidade foi utilizado o método gravimétrico de aquecimento da amostra em estufa a 105 °C até o peso constante. As cinzas foram determinadas por meio da carbonização da amostra em chapa elétrica com posterior incineração em mufla a 550 °C, segundo o método 925.10 e 923.03, respectivamente. O teor de proteína bruta foi obtido pelo processo de digestão Kjeldahl seguida de destilação e titulação da amostra e a conversão de nitrogênio total em proteína foram realizadas utilizando o fator 6,25, segundo o método 979.09. Teor de lipídeos totais foram determinados por Soxhlet. Os carboidratos totais foram calculados por diferença. Todas as análises foram realizadas conforme metodologia proposta pela AOAC (2012). Além disso, o carboidrato disponível também foi calculado por diferença; A quantidade de fibra alimentar é analisada e subtraída do carboidrato total, assim:  $100 - (\text{peso em gramas [proteína + gordura + água + cinza + fibra] em 100 g de alimento})$ . E o valor energético de acordo com Atwater (1896).

#### 4.2.3 Cor

A cor das farinhas FCU, FSU, FCJ, FSJ, FCH e FFSH foi determinada utilizando o colorimêtro konica Minolta modelo CR400, seguindo as coordenadas dos padrões CIE Lab (1986) ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ) sendo  $L^*$  a luminosidade ( $L^* = 0$  preto, 100 branco);  $a^*$  coordenada que varia de vermelho (+) a verde (-); e  $b^*$  o parâmetro de croma amarelo (+) a azul (-). Ainda foram determinados a cromaticidade ( $C^*$ ) e ângulo hue ( $h^\circ$ ) (Canuto et al., 2010).

#### 4.2.4 Potencial hidrogeniônico (pH) e acidez titulável

A determinação do pH foi realizada utilizando potenciômetro calibrado com soluções de pH 10, 7,0 e 4,0, segundo AOAC (2012). A acidez titulável foi realizada por meio de titulação com solução de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 M, conforme a AOAC (2012).

#### 4.2.5 Atividade de água ( $a_w$ )

Atividade de água ( $a_w$ ) foi determinada a partir de um higrômetro elétrico termoconstanter (Aqualab CX – 2) a uma temperatura de 25 °C.

#### 4.2.6 Determinação de Minerais

Os minerais foram identificados através de dois métodos de digestão: nitro-perclórica, com temperatura controlada a 210 °C, e sulfúrica, com temperatura controlada a 350 °C seguindo a metodologia descrita por Silva (2009). A primeira digestão teve como objetivo analisar os teores de magnésio (Mg), potássio (K), fósforo (P), boro (B), enxofre (S), cobre (Cu), manganês (Mn), zinco (Zn) e ferro (Fe). O produto da segunda digestão foi utilizado para detectar o nitrogênio total por meio de destilação no micro-kjedahl. A quantificação do fósforo foi realizada utilizando um espectrofotômetro de absorção molecular (modelo-700 plus, FEMTO, São Paulo, Brasil), operando na faixa de luz de 660 nm, enquanto o boro e o enxofre foram analisados na faixa de luz de 420 nm.

O potássio foi detectado por fotometria de chama (modelo 400, Corning, Nova York, EUA), enquanto magnésio, zinco, cobre e ferro foram medidos utilizando um espectrofotômetro de absorção atômica com chama (modelo AAnalyst-400, Perkin Elmer, Waltham, EUA). A análise de minerais foi conduzida em triplicata no Laboratório de Análise Foliar e de Fertilizantes, localizado na Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás.

##### 4.2.6.1 Determinação das razões minerais

O mol de minerais foi determinado dividindo a massa de minerais com seu peso atômico (K = 39 g/ mol, Na = 23 g/ mol, P = 31 g/ mol, Fe = 56 g/ mol; Zn = 65 g/ mol; Ca = 40 g/ mol) e, em seguida, a razão mineral foi calculada dividindo o mineral do primeiro mol para o mineral do segundo mol (Gemedede, 2020). O fator crítico para as razões minerais foi comparado com a referência padrão considerada como aceitável ou não (OMS, 2003).

Além disso, a razão molar oxalato/cálcio foi calculada dividindo-se o mol de oxalato pelo mol de cálcio (Keyata et al., 2020).

#### 4.2.7 Antinutricionais

Os compostos cianogênicos foram analisados usando o teste de Guignard, onde sementes de ameixa foram empregadas como controle para comparação da presença desses compostos, uma vez que contêm glicosídeos cianogênicos, precursores do ácido cianídrico (Araújo, 2011). Uma grama de amostra foi colocada em um frasco de Erlenmeyer e adicionados 15 mL de água destilada. Em seguida, uma tira de teste amarela, composta por ácido pícrico a 1% e carbonato de sódio a 10%, foi utilizada para verificar a presença ou ausência dos

compostos. O frasco foi então vedado hermeticamente e deixado em repouso por 24 horas. Se a tira adquirisse coloração vermelha, indicaria a presença de compostos cianogênicos; se permanecesse amarela, indicaria a ausência desses compostos.

O teor de oxalato total foi determinado de acordo com Pinheiro et al. (2020). No qual o ácido oxálico foi extraído à quente com ácido sulfúrico, precipitado e quantificado pela titulação do oxalato com permanganato de potássio.

### **4.3 Compostos bioativos**

#### **4.3.1 Antocianinas totais e flavonoides**

Para a determinação de antocianinas totais e flavonoides foi seguido o método descrito por Lee e Francis (1972), onde pesa-se 1,0 g da amostra, em seguida, adiciona-se 10mL da solução extratora etanol 95% - HCl 1,5 N na proporção 85:15; as amostras são então homogeneizadas por 1 minuto em agitador vórtex, e depois devem foram acondicionadas em frascos envoltos em papel alumínio, descansando por uma noite a 4 °C. Logo após filtra-se o material para recipiente sempre envolto com papel alumínio e as leituras são feitas para antocianinas ( $\lambda = 535$  nm) e flavonoides ( $\lambda = 374$  nm) em espectrofotômetro, com os resultados expressos em mg/100g.

#### **4.3.2 Carotenoides**

A determinação do teor de carotenoides foi realizada de acordo com Rodriguez-Amaya (2001) e Rodriguez-Amaya e Kimura (2004), a partir da extração com hexano e leitura em espectrofotômetro a 450 nm. Os resultados foram expressos em mg de  $\beta$ -caroteno/ 100g.

#### **4.3.3 Clorofila**

Clorofila foi extraída e determinada pela metodologia pelo método de Arnon (1985) e Engel e Poggiani (1991) com modificações, onde 2 g de farinha, foi diluída com 40 mL de acetona 80% e 5 mg de CaCO<sub>3</sub> (carbonato de cálcio) e macerada por aproximadamente 1 minuto e transferido para um balão de 25 mL envolto com alumínio, para não ter interferência da luz. A amostra foi filtrada e leitura realizada no espectrofotômetro com comprimento de onda de 652nm. Os resultados de clorofila total foram expressos em mg/100 g de amostra.

#### 4.3.4 Taninos

O teor de taninos totais foi determinado conforme a metodologia de Swain e Hills (1959) e Singleton e Rossi (1965). A farinha (1,5 g) foi adicionada em água destilada a 80°C por 5 minutos com agitação. Após filtração, o extrato obtido foi utilizado para a análise. Utilizando o reagente Folin-Denis e carbonato de sódio saturado, a leitura foi feita em espectrofotômetro (modelo UV-1800, Beijing Rayleigh Analytical Instrument Corporation, China) a 760 nm, com resultados expressos em mg/100g de taninos totais.

### 4.4 Determinação de compostos individuais por cromatografia

#### 4.4.1 Carboidratos

Para cada amostra de farinha foi pesada 2,5 g e diluídas em 30 mL de água ultrapura (Milli-Q). Em seguida foi, homogeneizadas e deixadas para descansar por 4 horas em temperatura ambiente (25°C). Após esse processo a amostra foi centrifugada e foi recolhido o sobrenadante. A seguir, filtrou-se em filtro PTFE (Politetrafluoretileno) hidrofílico com tamanho de poro de 0,22 µm e mantidas a -18 °C até serem injetadas no cromatógrafo.

A determinação e quantificação de carboidratos foi realizada por cromatografia líquida de alta eficiência – HPLC, nas seguintes condições de análise: equipamento marca Agilent, modelo 1260 infinity II, equipado com detector de índice de refração-RID a 40 °C, usando uma coluna cromatográfica Supelcogel C-610H (30 cm x 7.8 mm) – Sigma-Aldrich, pré-coluna Supelguard C610H (5cm x 4,6 mm) – sigma – Aldrich, a fase móvel utilizada foi 0.1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (água deionizada e ácido fosfórico), com fluxo (vazão da fase móvel) de 0,5 mL.min<sup>-1</sup>, tempo total de corrida de 18 min e temperatura de forno de 40 °C. Glicose, xilose, frutose, celobiose e arabinose foram usados como padrão para identificação dos compostos por meio de comparação com o tempo de retenção de cada um. O método cromatográfico utilizado foi segundo metodologia do manual de aplicações da Coluna Supelcogel - Sigma Aldrich.

#### 4.4.2 Ácidos orgânicos

Pesou-se 2,5 g da amostra com posterior diluição em 30 mL de água ultrapura (Milli-Q). Em seguida foi homogeneizada e deixada em repouso por quatro horas em temperatura ambiente (25°C). Após esse processo a amostra foi centrifugada e foi recolhido o sobrenadante.

A seguir, filtrou-se em filtro PTFE (Politetrafluoretileno) hidrofílico com tamanho de poro de 0,22  $\mu\text{m}$  e mantidas a  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$  até serem injetadas no cromatógrafo.

Soluções estoque individuais de ácido cítrico, ácido málico e ácido tartárico, foram preparadas em água ultrapura (Milli-Q) e armazenadas a  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . A solução de ácido cítrico padrão foi feita diluindo a quantidade apropriada para obter cinco níveis de calibração (concentrações finais de 20, 100, 340, 420 e 500 mg/L). Já as soluções de ácido málico e ácido tartárico foram feitas diluindo a quantidade apropriada de cada solução padrão para obter sete níveis de calibração (concentrações finais de 10, 50, 90, 130, 170, 210 e 250 mg/L). As curvas padrão de cada ácido podem ser obtidas traçando a área do pico (eixo y) em relação à concentração padrão (eixo x).

A determinação e quantificação de ácidos orgânicos foi realizada por cromatografia líquida de alta eficiência – HPLC. , nas seguintes condições de análise: equipamento marca Agilent, modelo 1260 infinity II, equipado com detector de arranjo de diodo-DAD a  $40^{\circ}\text{C}$ , usando uma coluna cromatográfica Supelcogel C-610H (30 cm x 7.8 mm) – Sigma-Aldrich, pré-coluna Supelguard C610H (5 cm x 4,6 mm) – sigma – Aldrich, a fase móvel utilizada foi 0.1%  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (água deionizada e ácido fosfórico), com fluxo (vazão da fase móvel) de 0,5 mL.min<sup>-1</sup> , tempo total de corrida de 18 min e temperatura de forno de  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ , no comprimento de onda de 215 nm. Ácido cítrico, ácido málico e ácido tartárico foram usados como padrão para identificação dos compostos por meio de comparação com tempo de retenção de cada um. O método cromatográfico utilizado foi baseado na metodologia do manual de aplicações da Coluna Supelcogel - Sigma Aldrich.

#### 4.4.3 Compostos fenólicos e flavonoides

Os ácidos fenólicos conjugados foram extraídos de acordo com o estudo de Escriche e Juan-Borrás (2018). Resumidamente, 1 g de amostra foi pesado e dissolvido em 30 mL de solução etanólica a 70% (70:30 etanol: água ultrapura). O processo de extração foi realizado em um banho ultrassônico a  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$  por 25 min.

Em seguida, centrifugou-se e filtrou-se com filtro de PTFE (Politetrafluoretileno) hidrofílico com tamanho de poro de 0,22  $\mu\text{m}$ . Soluções estoque individuais de ácido cafeico, ácido clorogênico, ácido elágico, ácido gálico, catequina, kaempferol, miracetina, naringina, quercetina e rutina foram preparadas em metanol a 10 mg/mL e armazenadas a  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . As soluções de mistura padrão de trabalho foram feitas diluindo a quantidade apropriada de cada solução padrão para obter sete níveis de calibração (concentrações finais de 2, 10, 50, 100, 200,

500 e 1000 µg/mL). As curvas padrão de cada ácido fenólico podem ser obtidas traçando a área do pico (eixo y) em relação à concentração padrão (eixo x).

Um HPLC-DAD Agilent modelo 1260 infinity II, com detector de matriz de diodos, foi usado para determinar os compostos fenólicos comprimento de onda de detecção de 295 nm a 350 nm e o software OpenLab-Chemstation para análise de dados. A separação cromatográfica foi realizada em uma coluna Zorbax C18 (250 mm × 4,6 mm, 5 µm) - Agilent. O método cromatográfico foi baseado nas informações fornecidas por Escriche e Juan-Borrás (2018).

O tempo de execução foi de 30 min, com 1 min de tempo pós-execução. Os detalhes sobre o método são os seguintes: forno de coluna (30 °C); fase móvel A (ácido fórmico a 5%); fase móvel B (acetonitrila); taxa de fluxo (0,8 mL/min); lavagem com agulha (100% acetonitrila); volume de injeção (20 µL). O gradiente aplicado foi: 0 min (10% B); 3 min (15% B); 18 min (40% B); 24 min (40% B); 27 min (66% B); 33 min (70% B); 40 min (80% B).

Os tempos de retenção de todos os padrões foram confirmados por injeções padrão individuais. Uma mistura padrão para verificar os tempos de retenção foi injetada a cada dia útil. A análise foi realizada em duplicata.

#### 4.4.4 Compostos voláteis

As análises foram realizadas em um cromatógrafo gasoso (Shimadzu Nexis GC2030) acoplado ao espectrômetro de massas (Shimadzu QP2020 NX), equipado com uma coluna capilar (SH-Stabilwax-MS: 30 m × 0,25 mm × 0,25 µm). As amostras foram previamente aquecidas via headspace a 80 °C por 30 min e uma quantidade de 2 g foi injetado no cromatógrafo.

O modo *split* foi utilizado com uma proporção 10:1 e 3 minutos de equilíbrio. A temperatura do forno foi inicialmente programada em 40 °C min<sup>-1</sup>, mantida por 1 minuto. A temperatura foi aumentada em 5 °C/ min até 160 °C, em seguida, foi aumentado em 10 °C min<sup>-1</sup> a 250 °C e mantido por 15 min. O tempo total de análise foi de 52 min. O hélio 5.0 foi usado como gás de arraste, com uma pressão de 45.1 kPa, uma taxa de fluxo de 0,94 mL min<sup>-1</sup> e uma velocidade linear de 35 cm s<sup>-1</sup>. A temperatura do injetor, interface e fonte de íons foi mantida em 220 °C. O espectrômetro de massa operado no modo de varredura registrou íons na faixa de 20 a 400 m/z com um tempo de varredura de 150 ms.

Os compostos foram considerados identificados quando o tempo de retenção correspondiam a pelo menos 80% dos disponíveis na biblioteca computadorizada.

## 4.5 Extração de compostos bioativos por maceração

### 4.5.1 Produção dos extratos e seleção de solventes

Os extratos foram preparados com as farinhas de cascas e sementes de uva e jabuticaba, e farinhas do cálice e sementes do hibisco. Foram preparados extratos hidroalcoólicos com etanol 10%, etanol 50%, etanol 70%, e etanol 80% e extrato aquoso. Para a obtenção dos extratos foi utilizada a razão de 1:20 (m/v) de farinha e solvente avaliado. A mistura foi homogeneizada em vórtex e deixada em maceração por 20 horas a 4° C. Em seguida, foi filtrada em papel filtro, o extrato filtrado foi armazenado em frasco âmbar e armazenado a -18°C até o momento das análises.

Todos os extratos preparados foram avaliados quanto ao seu teor de compostos fenólicos totais, mas somente os extratos etanol 10%, etanol 50% e etanol 80%, foram avaliados quanto a atividade antioxidante (DPPH e ABTS), antocianinas, flavonoides e carotenoides.

### 4.5.2 Compostos fenólicos totais

O conteúdo de compostos fenólicos totais (CFT) dos extratos foram determinados pelo método de Folin–Ciocalteu, conforme descrito por Zielinski e Kozłowska (2000) que se baseia na reação colorimétrica de oxidação/redução de fenóis. Os resultados foram expressos em mg de equivalentes de ácido gálico (EAG) por 100 g de amostra (mg EAG/100g).

### 4.5.3 Antocianinas, flavonoides e carotenoides

Para a determinação de antocianinas totais e flavonoides, foi seguido o método descrito por Lee e Francis (1972) com modificações. As leituras para quantificar antocianinas foram realizadas a 535 nm e flavonoides a 374 nm em espectrofotômetro, com os resultados de antocianinas totais foi expresso em mg/100g, e os flavonoides em mg/100g.

A determinação do teor de carotenoides das amostras foi realizada de acordo com Rodriguez-Amaya (2001) e Rodriguez-Amaya e Kimura (2004), em espectrofotômetro. Para determinação do licopeno, foi utilizada a absorbância lida em 470 nm e, para o betacaroteno, a absorbância lida em 450 nm.

### 4.5.4 Atividade antioxidante

Para o ensaio da capacidade de redução do radical ABTS<sup>+</sup>, o procedimento seguiu o método de Rufino et al. (2010). Os extratos em diferentes solventes (30µl) foram colocados para reagir com 3,0 ml de ABTS por 6 min em ambiente escuro. A absorbância medida a 734 nm contra um branco em espectrofotômetro digital (Rayleigh, UV-1800). Os resultados foram expressos em % de sequestro de radicais livres (% de inibição).

A capacidade de eliminação de radicais livres de DPPH foi estimada usando o método proposto por Brand - Williams et al. (1995) adaptado por Rufino et al. (2010). Os extratos em diferentes solventes (0,1 ml) foram colocados para reagir com 3,9 ml da solução radical DPPH por 30 min em ambiente escuro. A absorbância medida a 515 nm contra um branco em espectrofotômetro digital (Rayleigh, UV-1800). Os resultados foram expressos em % de sequestro de radicais livres (% de inibição).

## **4.6 Extração de compostos bioativos por combinação de maceração e percolação/lixiviação**

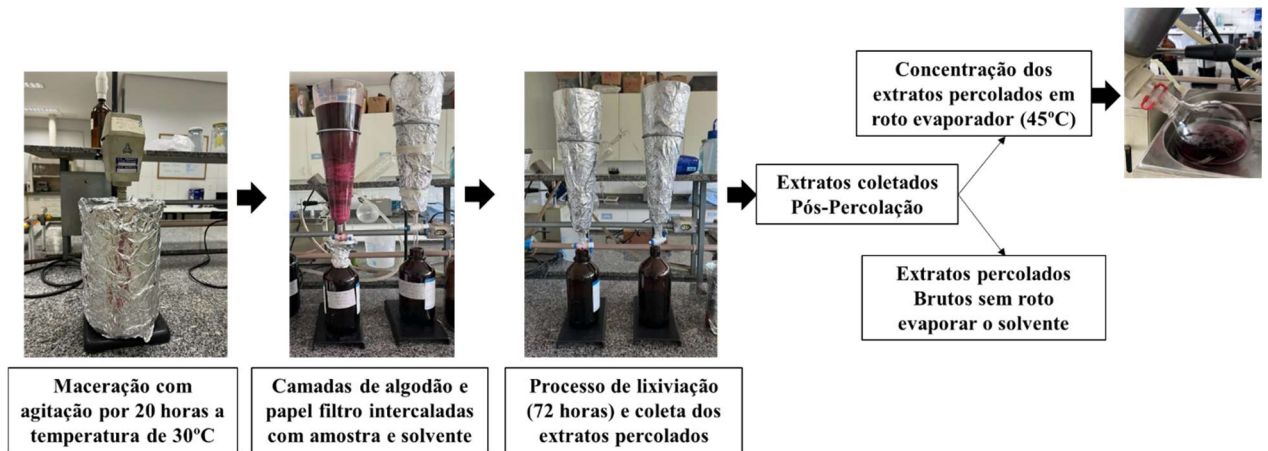
### **4.6.1 Extração por combinação de maceração e percolação/lixiviação**

Para aprimorar a extração de compostos bioativos presentes nas farinhas, foram combinadas a extração por maceração e por percolação. As obtenções dos extratos brutos das farinhas foram realizadas de acordo com por Borges et al. (2017), com modificações, usando a proporção 1:20 (amostra/solvente), o solvente foi determinado a partir dos resultados da extração por maceração. Os solventes foram etanol 80% (FCU), etanol 10% (FSU), etanol 50% (FCJ), etanol 80% (FSJ), etanol 80% (FCH), etanol 10% (FSH).

Inicialmente, foi realizado o índice de intumescência, que consiste na utilização de um cilindro graduado de 25 mL contendo 1,0 g da amostra incluindo a mucilagem aderida e adição do solvente extrator até completar o volume. A suspensão foi agitada por 30 min para completa hidratação da amostra; Logo após, foi deixado em repouso por aproximadamente 4 h.

O volume ocupado pela amostra no espécime, ao final do inchamento, foi denominado IE (índice de inchamento) e é expresso em m<sup>3</sup>/kg volume específico de matéria seca, que foi calculado pela diferença entre o volume inicial da amostra desidratada e o volume final do inchamento, de acordo com a fórmula  $IE = \text{volume final da amostra} - \text{volume inicial da amostra}$  (Farmacopeia, 2005, p. 47). O índice de intumescência foi determinado para identificar qual seria o aumento de volume da amostra quando entrasse em contato com o solvente. Esta análise

deve ser feita para escolher o volume de solvente no percolador para que o extrato não transborde durante a extração.



**Figura 13.** Processo de produção dos extratos hidroalcoólicos percolados concentrados. Fonte: Autora (2024).

Conforme demonstrado na Figura 13, a primeira etapa da extração consistiu de maceração, onde 200 g da amostra foi homogeneizada em 2 litros do solvente, e deixado sob agitação por 4 horas em temperatura ambiente (30 °C). Após o período de tempo, outros 2 litros foram adicionados e deixado por maceração (agitação constante) por 20 horas em temperatura ambiente (30 °C). O percolador foi preparado inicialmente com uma camada de algodão e papel filtro, onde o 1 litro do extrato após maceração foi vertido, evitando canais preferenciais e formação de redemoinhos.

Após a completa lixiviação do extrato, outra camada de algodão e papel filtro foi colocada acima do resíduo sólido lixiviado do primeiro litro de extrato. Uma vez preparada essa segunda camada de algodão e papel de filtro, o segundo litro de extrato foi derramado. Esse procedimento foi realizado em mais uma camada de algodão e papel filtro, totalizando três camadas, e o último litro de extrato foi lixiviado sobre o resíduo final. Todo o procedimento foi repetido por quatro vezes, e após o último ciclo, foi adicionado 1 litro do solvente límpido para extração de todos os compostos residuais presente na amostra. Todo o processo ocorreu sem penetração de luz, para isso todos os frascos e percolador foram revestidos com folhas de alumínio (Mendes et al., 2021; Pandeia; Tripathi, 2014).

Todo o extrato percolado recolhido foi homogeneizado, parte desse extrato foi reservada com o solvente e a outra parte o solvente foi evaporado. Os extratos percolados brutos (sem evaporação do solvente) das farinhas de uva, jabuticaba e hibisco, foram denominados: Extrato bruto da farinha das cascas de uva (EBFCU), Extrato bruto de farinhas das sementes de uva (EBFSU), Extrato bruto de farinhas das cascas de jabuticaba (EBFCJ), Extrato bruto de farinhas

das sementes de jabuticaba (EBFSJ), Extrato bruto de farinhas dos cálices de hibisco (EBFCH), e Extrato bruto de farinhas do fruto com sementes de hibisco (EBFFSH).

Parte dos extratos percolados foram concentrados em rota-evaporador a 45 °C, até a remoção de 85% do solvente extrator. Os extratos concentrados foram denominados: Extrato concentrado de farinha das cascas de uva (ECFCU), Extrato concentrado de farinhas das sementes de uva (ECFSU), Extrato concentrado de farinhas das cascas de jabuticaba (ECFCJ), Extrato concentrado de farinhas das sementes de jabuticaba (ECFSJ), Extrato concentrado de farinhas dos cálices de hibisco (ECFFCH), e Extrato concentrado de farinhas do fruto com sementes de hibisco (ECFSH).

Todos os extratos foram armazenados em frascos de vidro âmbar e mantidos em freezer à -18 °C até a realização das análises.

#### 4.6.2 Caracterização dos extratos macerados e percolados brutos e concentrados

Com o objetivo de investigar o impacto do processo de rota-evaporação nos extratos, foram analisados tanto os extratos brutos quanto os extratos concentrados obtidos após a rota-evaporação.

##### 4.6.2.1 Cor e pH dos extratos

A cor dos extratos foi determinada utilizando o colorímetro konica Minolta modelo CR400, seguindo as coordenadas dos padrões CIE Lab (1986) ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ) sendo  $L^*$  a luminosidade ( $L^* = 0$  preto, 100 branco);  $a^*$  coordenada que varia de vermelho (+) a verde (-); e  $b^*$  o parâmetro de croma amarelo (+) a azul (-). Ainda foram determinados a cromaticidade ( $C^*$ ) e ângulo hue ( $h^\circ$ ) (Canuto et al., 2010).

A determinação do pH foi realizada utilizando potenciômetro calibrado com soluções de pH 10, 7,0 e 4,0, segundo AOAC (2012).

##### 4.6.2.2 Determinação do conteúdo de compostos fenólicos nos extratos

O conteúdo de compostos fenólicos totais (CFT) foram determinados pelo método de Folin–Ciocalteu, conforme descrito por Zielinski e Kozłowska (2000) que se baseia na reação colorimétrica de oxidação/redução de fenóis. Os resultados foram expressos em mg de equivalentes de ácido gálico (EAG) por 100 g de amostra (mg EAG/100g).

#### 4.6.2.3 Determinação da Atividade antioxidante nos extratos

Para o ensaio da capacidade de redução do radical ABTS<sup>+</sup>, o procedimento seguiu o método de Rufino *et al.* (2010). Os extratos em diferentes solventes (30µl) foram colocados para reagir com 3,0 ml de ABTS por 6 min em ambiente escuro. A absorbância medida a 734 nm contra um branco em espectrofotômetro digital (Rayleigh, UV-1800). Os resultados foram expressos em % de sequestro de radicais livres (% de inibição).

A capacidade de eliminação de radicais livres de DPPH foi estimada usando o método proposto por Brand - Williams *et al.*, (1995) adaptado por Rufino *et al.* (2010). Os extratos foram colocados para reagir com 3,9 ml da solução radical DPPH por 30 min em ambiente escuro. A absorbância medida a 515 nm contra um branco em espectrofotômetro digital (Rayleigh, UV-1800). Os resultados foram expressos em % de sequestro de radicais livres (% de inibição).

#### 4.6.2.4 Determinação do conteúdo de antocianinas, flavonoides e carotenoides nos extratos

Para a determinação de antocianinas totais e flavonoides, foi seguido o método descrito por Lee e Francis (1972) com modificações. As leituras para quantificar antocianinas foram realizadas a 535 nm e flavonoides a 374 nm em espectrofotômetro, com os resultados de antocianinas totais foi expresso em mg/100g, e os flavonoides em mg/100g.

A determinação do teor de carotenoides das amostras foi realizada de acordo com Rodriguez-Amaya (2001) e Rodriguez-Amaya e Kimura (2004), em espectrofotômetro. Para determinação do licopeno, foi utilizada a absorbância lida em 470 nm e, para o betacaroteno, a absorbância lida em 450 nm.

### 4.7 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR) das farinhas e extratos

As estruturas químicas das farinhas antes e após extração (resíduo), bem como os extratos obtidos na extração, bruto (sem evaporação) e concentrados (solvente evaporado) foram analisadas e comparadas através da espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier. Uma amostra de 2 mL e de 2 gramas foi submetida à radiação no infravermelho no equipamento Frontier no intervalo das regiões de espectro de 4000 – 500 cm<sup>-1</sup>, resoluções de 4 cm<sup>-1</sup> e 20 varreduras min<sup>-1</sup>. O padrão espectral FT-IR resultante foi então analisado e combinado com os correspondentes grupos funcionais e de ligação característicos.

#### 4.8 Atividade antimicrobiana dos extratos concentrados

A partir desta etapa, serão utilizados os extratos obtidos por maceração + percolação concentrados, por não conter o solvente etanol.

A atividade antimicrobiana dos extratos concentrados (ECFCU, ECFSU, ECFCJ, ECFSJ, ECFCH e ECFFSH) foi determinada conforme Chaul *et al.* (2022), seguindo o método de microdiluição em caldo de acordo com a recomendação do *Clinical and Laboratory Standards Institute* (CLSI 2012). Foram avaliados oito patógenos: *Staphylococcus aureus* ATCC USA 300/Multirresistente, *Escherichia coli* ATCC 8739, *Salmonella typhimurium* ATCC 14028, *Salmonella choleraesuis* ATCC 10708, *Bacillus subtilis* ATCC 6633, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, *Klebsiella pneumoniae* ATCC 700603 e *Enterobacter aerogenes* ATCC 13048.

Os patógenos foram ativados e crescidos em caldo BHI (*Brain Heart Infusion*) durante 24 horas a 35 °C. Em seguida, foram transferidos para placas contendo ágar nutriente e cultivados durante 24 horas a 35 °C para obtenção de colônias isoladas.

Inicialmente, os extratos concentrados das farinhas foram analisados quanto a sua inocuidade, para isso foram inoculados em placas de ágar nutriente e verificou-se se houve crescimento. Após garantir que os extratos não estavam contaminados por algum patógeno, foi realizado o preparo e diluição das amostras. Para o preparo do extrato foi pesado 0,020 g de cada amostra de extrato concentrado em tubo esterilizado, solubilizado com 1 mL de DMSO e diluído em 9 mL de caldo BHI estéril.

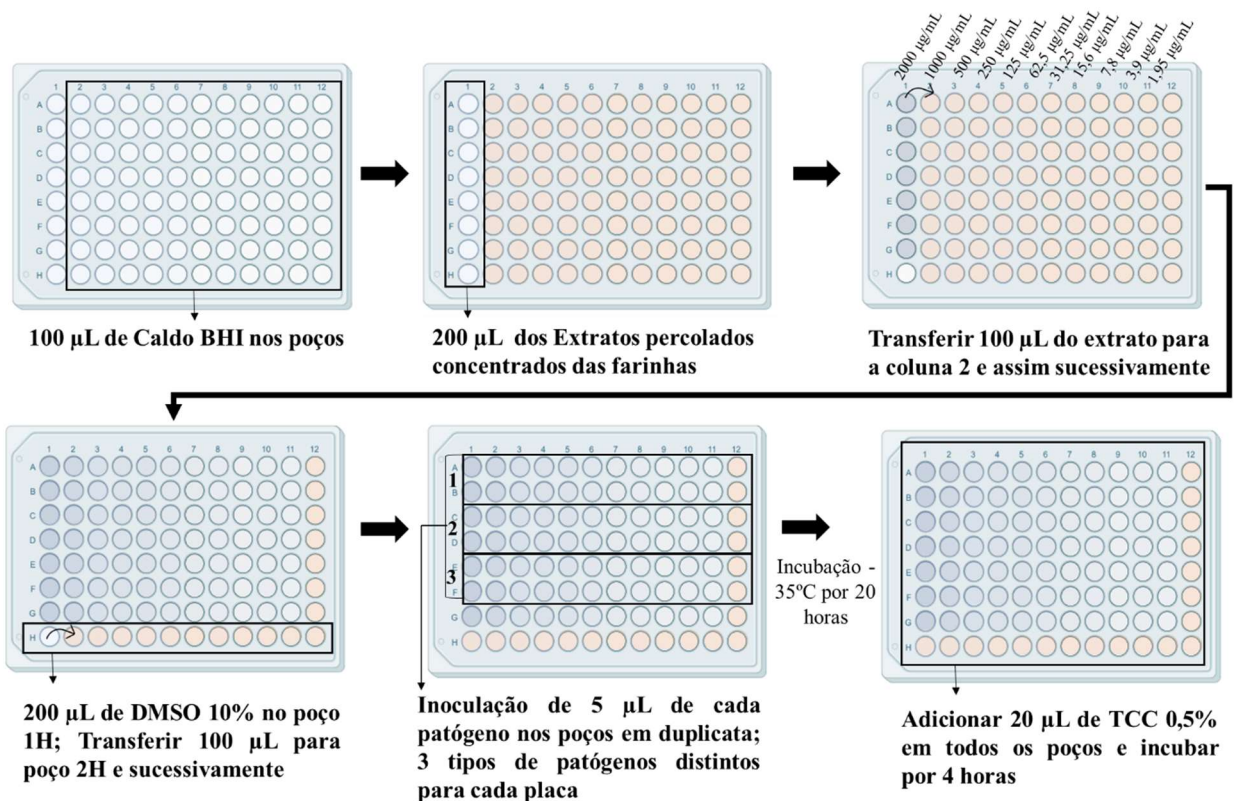
Em microplacas estéreis de 96 orifícios de fundo “U”, foram adicionados 100 µL do caldo BHI duplo a partir da coluna 2 até a 12. A partir da diluição inicial do extrato concentrado (concentração de 2000 µg/mL), foram transferidos 200 µL para os poços da coluna 1, destes foi retirado 100 µL e transferido a coluna 2, e assim sucessivamente foram feitas diluições seriadas nos poços até a coluna 11, obtendo as concentrações de 2000 µg/mL, 1000 µg/mL, 500 µg/mL, 250 µg/mL, 125 µg/mL, 62,5 µg/mL, 31,25 µg/mL, 15,6 µg/mL, 7,8 µg/mL, 3,9 µg/mL e 1,95 µg/mL. Todo o processo é demonstrado na figura 7.

Essa etapa foi realizada para todos os extratos, e cada placa foi utilizado um extrato e três microorganismos em duplicata. As linhas G e H não recebem extrato. A linha G é o controle do extrato, e, portanto, recebe apenas caldo BHI e o extrato avaliado. A linha H recebe somente caldo BHI, DMSO e inóculo, sendo o controle de DMSO. No poço 1H é adicionado 200 µL de DMSO 10%, retirado 100 µL e transferido para o poço da coluna 2 e assim sucessivamente em diluição seriada.

Para determinar a CIM, o inóculo bacteriano foi preparado, adicionando-se uma colônia do meio ágar nutriente em tubo de ensaio com 3 mL de solução de cloreto de sódio (NaCl) a 0,85% (m/v) previamente esterilizada, os tubos foram homogeneizados por 15 segundos, e a leitura foi realizada em espectrofotômetro a 625 nm, onde deveriam estar no intervalo de transmitância entre 79,4% e 83,2%. Em seguida, 500 µL da suspensão bacteriana foi transferida para um tubo de ensaio com 4,5 mL de solução de NaCl 0,85%, para obter uma concentração do inóculo de aproximadamente  $10^7$  UFC/mL.

Logo após a diluição, foi adicionado 5 µL de cada inóculo a cada 2 linhas, onde linhas A e B representavam uma duplicata de um patógeno, C e D de um segundo patógeno e E e F de um terceiro patógeno. A coluna 12 foi considerada o controle positivo do crescimento do microrganismo (meio de cultura + inóculo). O processo é demonstrado na figura 14.

As microplacas foram incubadas a 35°C por 20 horas. Após o período de incubação foram adicionados 20 µL de cloreto de trifetil tetrazolium (TTC) a 0,5% em todos os poços da placa e incubados novamente por 30 minutos.



**Figura 14.** Fluxograma do processo de determinação da CIM. Fonte: Autora (2024).

A CIM foi considerada como sendo a menor concentração do extrato capaz de inibir o crescimento bacteriano, ou seja, o orifício com a menor concentração do extrato que não apresentou crescimento microbiano (coloração vermelha após adição do TTC).

A classificação desta atividade antimicrobiana foi avaliada considerando os seguintes critérios: atividade inibitória boa - CIM < 100 µg/mL; atividade inibitória moderada - CIM de 100 – 499 µg/mL; atividade inibitória fraca- CIM 500 – 1000 µg/mL; Inativo - CIM > 1000 (Holetz et al., 2002).

## **4.9 Determinação de perfis cromatográficos dos extratos concentrados**

### **4.9.1 Carboidratos**

As amostras de extratos foram diluídas 30 vezes de água ultrapura. Em seguida foi, homogeneizada e deixada para descansar por 4 horas em temperatura ambiente (25°C). Após esse processo a amostra foi centrifugada e foi recolhido o sobrenadante. A seguir, filtrou-se em filtro PTFE (Politetrafluoretileno) hidrofílico com tamanho de poro de 0,22 µm e mantidas a - 18 °C até serem injetadas no cromatógrafo.

A determinação e quantificação de carboidratos foi realizada por cromatografia líquida de alta eficiência – HPLC, nas seguintes condições de análise: equipamento marca Agilent, modelo 1260 infinity II, equipado com detector de índice de refração-RID a 40 °C, usando uma coluna cromatográfica Supelcogel C-610H (30 cm x 7.8 mm – Sigma-Aldrich), pré-coluna Supelguard C610H (5cm x 4,6 mm – Sigma – Aldrich), a fase móvel utilizada foi 0,1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (água deionizada e ácido fosfórico), com fluxo (vazão da fase móvel) de 0,5 mL.min<sup>-1</sup>, tempo total de corrida de 18 min e temperatura de forno de 40 °C. Glicose, xilose, frutose, celobiose e arabinose foram usados como padrão para identificação dos compostos por meio de comparação com o tempo de retenção de cada um. O método cromatográfico utilizado foi segundo metodologia do manual de aplicações da Coluna Supelcogel - Sigma Aldrich.

### **4.9.2 Minerais**

Os minerais foram identificados através de dois métodos de digestão: nitro-perclórica, com temperatura controlada a 210 °C, e sulfúrica, com temperatura controlada a 350 °C seguindo a metodologia descrita por Silva (2009). O método foi descrito no item 4.2.6, desta vez somente o mineral Boro não foi quantificado.

### **4.9.3 Compostos voláteis**

As análises foram realizadas em um cromatógrafo gasoso (Shimadzu Nexis GC2030) acoplado a um espectrômetro de massas (Shimadzu QP2020 NX), equipado com uma coluna capilar (SH-Stabilwax-MS: 30 m × 0,25 mm × 0,25 µm). As amostras foram previamente aquecidas via headspace a 80 °C por 30 min, e 2 mL foi injetado no cromatógrafo. O modo split foi utilizado com uma razão de 10:1 e equilíbrio de 3 min. A temperatura do forno foi inicialmente programada a 40 °C/min e mantida por 1 min.

A temperatura foi aumentada em 5 °C/min até 150 °C; em seguida, foi aumentada em 5 °C/min até 230 °C e mantida por 15 min. O tempo total de análise foi de 60 min. Hélio 5.0 foi utilizado como gás de arraste, com uma pressão de 45,1 kPa, uma taxa de fluxo de 0,94 mL/min e uma velocidade linear de 35 cm/s. As temperaturas do injetor, interface e fonte de íons foram mantidas a 220 °C.

O espectrômetro de massas no modo de varredura registrou íons na faixa de 40 a 400 m/z com um tempo de varredura de 150 ms. Os compostos foram identificados quando o tempo de retenção correspondeu a pelo menos 80% daqueles disponíveis na biblioteca computacional.

#### 4.9.4 Compostos fenólicos

O extrato foi diluído em 30 mL de água e filtrados usando um filtro de membrana com diâmetro de 13 mm e tamanho de poro de 0,22 µm. A determinação e quantificação dos fenólicos foram realizadas no Centro de Análises Químicas e Prospecção da Universidade Federal de Lavras, utilizando um cromatógrafo líquido de alta eficiência (HPLC–DAD–UV–Vis), modelo Shimadzu, composto por bomba quaternária LC-20AT, desgaseificador DGU-20A5 (nº de série: L20244808404), injetor SIL-20A (nº de série: L20164503197), controlador CBM-20A (nº de série: L20234505269), forno CTO-20AC (nº de série: L20214503287), detector SPDM-20A (nº de série: L20154503047), detector RID-10A (nº de série: C20934806770) e coletor de frações FRC-10A. (nº de série: C20374504580). A análise seguiu os seguintes parâmetros: temperatura do forno 35 °C; coluna Shim-pack VP-ODS 250 mm × 4,6 mm × 5 µm; e pré-coluna Shim-pack GVP-ODS 10 mm × 4,6 mm × 5 µm. A fase móvel consistiu em 2% (v/v) de ácido acético glacial em água tipo 1.5.10.2 (fase móvel A) e 70:28:2% (v/v/v) de metanol/água/ácido acético (fase móvel B), a uma vazão de 1,0 mL min<sup>-1</sup> com um programa de eluição de gradiente em execução por 65 min. O volume de injeção foi de 20 µL e os compostos fenólicos foram detectados a 280 nm. As soluções padrões foram trigonelina, teobromina, catequina, vanilina, resveratrol, ácidos gálico, clorogênico, cafeico, siríngico, p-, o- e m-cumárico, ferúlico, rosmarínico e trans-cinâmico. Curvas de descoberta foram encontradas a partir de injeções de dez concentrações diferentes de cada padrão, em duplicata.

Compostos fenólicos e alcalóides foram identificados comparando os tempos de retenção dos picos da amostra com os tempos dos padrões disponíveis. Os resultados foram expressos em mg 100 g<sup>-1</sup> da amostra fresca.

#### **4.10 Nanoencapsulação dos extratos concentrados**

Os extratos percolados concentrados (ECFCU, ECFSU, ECFCJ, ECFSJ, ECFCH e ECFSH) foram encapsulados em nanocarreadores de quitosana e tripolifosfato de sódio (TPP) pelo método de gelificação iônica descrita por Madureira, Pereira e Pintado (2016) e Algharib et al. (2022) com modificações. A quitosana foi utilizada como agente redutor e estabilizante, enquanto a TPP foi utilizada como agente reticulante.

Para isso, uma solução de quitosana 0,3% (p/v), de baixo peso molecular (grau de acetilação 85%) foi preparada pela dissolução em ácido acético (1% v/v), à temperatura ambiente por 24 h, sob agitação magnética. O pH foi ajustado para 5 com NaOH 1 M. Em seguida, foi preparado uma solução de tripolifosfato de sódio (TPP) a 0,1% em água destilada sob agitação magnética durante 30 minutos.

Para o preparo das nanopartículas foi utilizada a proporção 1:1 (v/v) de quitosana: TPP. Inicialmente, 2 mL do extrato concentrado foi adicionado lentamente, gota a gota, em 6 mL de solução de quitosana 0,3% enquanto se agita a temperatura ambiente por 15 min. Posteriormente, a mistura foi sonicada usando o Banho Ultrassônico (Logen scientific) por 2 min. Para induzir a gelificação iônica, 6 mL de TPP foi adicionado gota a gota nesta solução em uma distância de 10 cm e mantida sob agitação magnética durante 30 minutos. Posteriormente, a dispersão foi sonicada usando o Banho Ultrassônico (Logen scientific) por 4 min. Controles de nanopartículas sem o extrato também foi produzido pelo mesmo método.

##### **4.10.1 Determinação da atividade antioxidante, compostos fenólicos Totais, antocianinas, flavonoides e carotenoides**

Para determinar o total de compostos fenólicos aprisionados nas nanopartículas e sua atividade antioxidante foi necessário dissolvê-las de acordo com Woranuch e Yoksan (2013), com modificações. Após a obtenção das nanopartículas, a suspensão foi centrifugada a 10.000 rpm por 10 minutos, o sobrenadante foi descartado, as nanopartículas foram suspensas em água destilada, centrifugadas novamente, a água descartada. As nanopartículas após lavagem, foram dispersas em 7 mL de água destilada agitadas e mantidas a 6 °C.

A partir da dispersão, 2 mL foi misturado com 5 mL de ácido clorídrico a 1M e levado ao banho ultrassônico a 40 °C durante 30 minutos. Após esse período, foi adicionado 1 mL de álcool etílico 95% à mistura e foi centrifugado novamente a 9000 rpm durante 1 minuto e então o sobrenadante foi analisado seguindo a metodologia descrita anteriormente para determinação de compostos fenólicos (item 3.5.2) e atividade antioxidante por DPPH e ABTS (item 3.5.4) e compostos bioativos.

#### 4.10.1.1 Eficiência de encapsulação (EE)

Após a determinação do teor de compostos fenólicos totais, a eficiência de aprisionamento das nanopartículas (eficiência de encapsulação – EE) foi calculada usando a equação (Equação 1) descrita por Algharib et al. (2020).

$$EE (\%) = \frac{CFT \text{ no extrato adicionado} - \text{no sobrenadante}}{CFT \text{ adicionado}} * 100 \quad \text{Equação 1}$$

#### 4.10.4 Caracterização das nanopartículas

##### 4.10.2.1 Morfologia das nanopartículas

O tamanho da partícula, índice de polidispersão (PDI), potencial zeta e condutividade das nanopartículas de quitosana com extratos concentrados das farinhas (uva, jabuticaba e hibisco) e do controle (nanopartículas sem extrato) serão avaliadas pela técnica de espalhamento dinâmico de luz (DLS) utilizando o equipamento Zetasizer Nano-ZS90 do Laboratório de Nanosistemas e Dispositivos de Liberação Modificada de Fármacos (NANOSYS) da Universidade Federal de Goiás. Para isso, as dispersões de nanopartículas serão colocadas em banho ultrassônico (Logen Scientific) durante 4 minutos para obter uma suspensão mais homogênea (Hosseini et al., 2015). Em seguida, as medições serão realizadas em triplicata a 25°C.

A fim de evitar efeitos de espalhamento, a dispersão foi diluída para uma concentração de 1:4 com água MilliQ antes da medição desses parâmetros (Tamjidi et al. 2013).

##### 4.10.2.2 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR)

A análise de reflectância atenuada total (FTIR-ATR) foi realizada nas nanopartículas com extratos percolados concentrados a 26 °C na faixa de 4000 a 540 cm<sup>-1</sup>, 4 cm<sup>-1</sup> e 20 varreduras min<sup>-1</sup>, para analisar a organização molecular nas amostras e as alterações estruturais

causadas pela interação dos compostos bioativos do extrato com a quitosana e o tripolifosfato de sódio.

#### *4.10.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)*

A morfologia das nanopartículas com o extrato concentrado e as nanopartículas controle (sem o extrato) foram visualizadas através de um Microscópio Eletrônico de Varredura, no Laboratório Multiusuário de Microscopia de Alta Resolução (LabMic) do Instituto de Física da UFG. Para isso, uma gota das nanocápsulas em suspensão de água ultrapura foi depositada em lamínulas de vidro para secagem em temperatura ambiente por 24h. Após esse tempo, as lamínulas foram fixadas à porta amostra "stub" com uma fita dupla face de carbono e, em seguida, recobertas com material condutor (ouro), usando o sistema para deposição de filmes de ouro Desk V (Denton Vacuum LLC, Moorestown, New Jersey, USA) e analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) JSM - 6610, JEOL, Tokyo, Japan, equipado com EDS, Thermo Scientific NSS Spectral.

#### *4.10.2.4 Estabilidade das nanopartículas em diferentes pHs*

O efeito do pH na estabilidade das nanocápsulas foi determinado pela preparação de uma escala de pH com 13 tubos. Onde as amostras serão diluídas na proporção 1:60 (m/v) nos diferentes meios constituídos por água em que o pH foi ajustado com HCl e NaOH para representar uma faixa de pH de 1 a 13.

#### *4.10.3.5 Cor de nanopartículas*

A cor das nanopartículas carregadas de extratos concentrados das farinhas Nps - ECFCU, Nps - ECFSU, Nps - ECFCJ, Nps - ECFSJ, Nps - ECFCH e Nps - ECFFSH foi determinada utilizando o colorimêtro konica Minolta modelo CR400, seguindo o descrito no item 4.2.3.

### **4.11 Enriquecimento de matriz alimentar com nanopartículas**

#### **4.11.1 Enriquecimento da fécula e preparo da tapioca**

A fécula utilizada para a produção da tapioca, foi adquirida no comércio local. Para a produção de tapioca, uma goma enriquecida foi preparada, a partir da fécula de mandioca, água, sal e as nanopartículas, preparadas 12 horas antes do processamento. Para cada amostra foram preparadas 100 gramas de fécula enriquecida, onde as nanopartículas nas concentrações 1 e 10% foram pesadas em um Becker de 250 mL, depois acrescentado o amido de 20 em 20

gramas, após obter a homogeneidade dos pós, foi acrescentado 60% de água de acordo com o peso da goma (60 mL). Também foram preparadas tapiocas controle (sem adição de nanopartículas).

A indústria de goma de tapioca não apresenta um padrão para a elaboração da mesma, portanto, a goma de tapioca para esse estudo foi produzida baseando-se nas características das gomas comercializadas, que se sugere que a quantidade de água a ser adicionada ao amido de mandioca é em média de 60 %.

O preparo das tapiocas seguiu o proposto por Parente et al. (2021). Onde, inicialmente, uma frigideira foi aquecida em 200 °C, a temperatura deve ser medida por um termômetro infravermelho. Em seguida, um molde cilíndrico (aproximadamente 9 cm de diâmetro) foi colocado sobre a frigideira e 35 g de goma de mandioca enriquecida com nanopartículas dos extratos concentrados de uva, jaboticaba e hibisco, foram homogeneamente distribuídos no interior do molde até formar uma fina camada (espessura aproximada de 0,5 cm). Após 60 s, a amostra foi virada de cabeça para baixo e deixada para cozinhar por mais 60 s, totalizando 120 segundos de processamento. As tapiocas foram acondicionadas em dessecador para as análises.

Os produtos enriquecidos foram acondicionados em embalagens de polietileno e envoltos por papel alumínio para não exposição a luz.

A quantidade de nanopartículas adicionadas à goma de tapioca foi orientada pela Resolução RDC nº 269/2005 que exige a necessidade de pelo menos 30% de adição da ingestão diária recomendada para adultos (ou seja, pelo menos 30% de 600 µg de retinol em 100g), correspondendo a 600 µg de retinol ou 214,3 mg de carotenoide por 100 g de produto goma de tapioca.

#### **4.11.4 Compostos fenólicos totais e cor**

Três porções da goma enriquecida e da tapioca enriquecida foram utilizadas para realização nas análises. O procedimento seguiu o proposto no item 10.2.1 para romper as nanopartículas e posteriormente avaliar o conteúdo de compostos fenólicos totais (CFT) pelo método de Folin–Ciocalteu, conforme descrito por Zielinski e Kozłowska (2000).

A cor das tapiocas enriquecidas com nanopartículas carregadas de extratos concentrados das farinhas Nps - ECFCU, Nps - ECFSU, Nps - ECFCJ, Nps - ECFSJ, Nps - ECFCH e Nps - ECFFSH foi determinada utilizando o colorimêtro konica Minolta modelo CR400, seguindo o descrito no item 4.2.3.

#### **4.12 Análise estatística**

Todas as análises foram realizadas em triplicata. As diferenças foram detectadas pelo teste de Tukey para comparação de médias ao nível de significância de 5% ( $p < 0,05$ ) utilizando o software Sisvar® (Ferreira, 2019). A correlação de Pearson, avaliada ao nível de significância de 5% ( $p < 0,05$ ) foi realizada no Statsoft Statistica 12.5. As de correlogramas foram aplicadas para verificar as associações entre compostos bioativos, potencial antioxidante e os compostos fenólicos individuais dos extratos concentrados. O software OriginPro 2022 (OriginLab Corporation, Northampton, MA, EUA) foi utilizado para executar a análise e plotar os gráficos.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Caracterização físico-química e proximal das matérias-primas

A tabela 2 apresenta os resultados da caracterização física e do rendimento dos frutos da uva e jabuticaba e dos cálices de hibisco.

**Tabela 2.** Características físicas dos frutos da uva e jabuticaba e cálice de hibisco frescos.

	UVA	JABUTICABA	HIBISCO
<b>Peso por fruto (g)*</b>	2,76 ± 0,23	4,65 ± 0,54	3,98 ± 0,86
<b>Comprimento (mm)*</b>	14 ± 1,2	20,6 ± 0,7	26,5 ± 2,4
<b>Diâmetro (mm)*</b>	15,8 ± 1,0	20,9 ± 1,7	20,73 ± 1,4
<b>Rendimento</b>			
<b>Polpa (%)</b>	67,84 ± 4,21	59,30 ± 3,78	-
<b>Casca/Cálice (%)</b>	28,29 ± 3,20	31,08 ± 4,56	41,37 ± 4,12
<b>Semente/ fruto com sementes (%)</b>	5,87 ± 1,45	9,62 ± 2,12	58,63 ± 2,59
<b>Resíduo total (%)</b>	34,16	40,7	58,63

\*Dados apresentados são médias de 15 frutas.

Os resultados para uva isabel corroboram os valores encontrados no estudo de Sato e colaboradores (2008), que obtiveram bagas cultivadas no sul do Brasil, com 14,8 mm de diâmetro e massa de 2,8 gramas por fruto fresco. Segundo Guller (2023), a uva Isabel destaca-se por possuir uma casca espessa e bagas pequenas. Essa característica justifica seu maior rendimento em casca quando comparada à jabuticaba, já que a uva apresenta um diâmetro menor.

Os valores de peso e tamanho encontrados para jabuticaba neste estudo (4,65 g, 20,6 – 20,9 mm) se apresentaram superiores aos encontrados por Souza *et al.* (2021) com a cultivar Sabará em Goiás, registrando comprimento entre 16,81 e 19,45 mm, diâmetro 16,46 e 19,15 mm, e massa de fruto entre 3,69 e 4,12 g. O estudo de Seraglio *et al.* (2018), obtiveram média de diâmetro e massa de frutos de 20,00 mm e 7,85 g, respectivamente.

As porções comumente utilizadas da uva e jabuticaba são a polpa, do hibisco são as flores. Diante disso, os subprodutos do hibisco, composto por cálice e fruto com sementes compreende 100% da matéria-prima, e caso o cálice seja consumido, o fruto com as sementes representam 58,63 ± 2,59%, sendo o maior rendimento dentre as matérias-primas do estudo,

uma vez que não apresenta polpa. A jabuticaba e a uva demonstraram um teor de resíduo após despulpamento de 40,7 % e uva 34,16% (Tabela 2) respectivamente. Indicando que uma quantidade significativa das frutas não está sendo utilizadas diretamente no consumo.

O alto percentual de resíduos, indica a necessidade de aproveitamento minimizando desperdícios e transformando resíduos em subprodutos. Podendo ser utilizados em indústrias alimentícias, cosméticas e farmacêuticas, como suplementos alimentares, corantes naturais, fontes de antioxidantes, dentre outros. Contribuindo não só para a redução do impacto ambiental, mas gerando novas fontes de renda e inovação, beneficiando produtores e consumidores.

A tabela 3 apresenta os resultados quanto à caracterização físico-química e composição proximal das cascas e sementes de uva e jabuticaba já na forma de farinha, cálices e frutos com sementes do hibisco.

**Tabela 3.** Composição proximal e físico-química das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.

Parâmetros	Amostras					
	FCU	FSU	FCJ	FSJ	FCH	FFSH
<b>Composição (g/100g)</b>						
Umidade	14,86 ± 0,02	8,24 ± 0,01	10,51 ± 0,08	11,02 ± 0,05	11,92 ± 0,02	10,15 ± 0,01
Proteína	2,81 ± 0,19	6,19 ± 0,32	8,06 ± 0,39	6,82 ± 0,23	12,59 ± 0,45	17,46 ± 0,58
Lipídeos	0,90 ± 0,07	8,65 ± 1,34	0,57 ± 0,01	0,38 ± 0,15	1,09 ± 0,05	3,97 ± 0,12
Cinzas	9,28 ± 0,18	5,69 ± 0,11	3,40 ± 0,11	2,28 ± 0,06	6,43 ± 0,01	3,34 ± 0,20
Carboidratos	59,87 ± 0,06	17,66 ± 0,02	67,24 ± 0,92	75,10 ± 0,12	56,86 ± 0,07	36,94 ± 0,05
Fibras	12,54 ± 2,12	53,57 ± 3,91	10,22 ± 1,83	3,60 ± 0,05	12,48 ± 4,77	27,31 ± 0,75
VET**	293,51 ± 0,20	181,28 ± 0,12	306,33 ± 0,48	331,49 ± 2,28	292,61 ± 0,22	256,73 ± 0,22
Aw*	0,29 ± 0,001	0,33 ± 0,003	0,32 ± 0,002	0,33 ± 0,004	0,57 ± 0,001	0,37 ± 0,002
pH	3,52 ± 0,007	4,13 ± 0,009	3,21 ± 0,01	4,78 ± 0,02	1,88 ± 0,01	3,12 ± 0,01
Acidez tit.***	1,78 ± 0,01	1,60 ± 0,12	1,98 ± 0,01	1,53 ± 0,03	8,7 ± 0,03	1,89 ± 0,04
<b>Cor</b>						
L*	41,49 ± 0,36	47,11 ± 0,19	41,88 ± 0,14	60,05 ± 0,34	51,79 ± 0,95	65,13 ± 1,14
a*	4,37 ± 0,25	10,54 ± 0,30	4,35 ± 0,06	5,37 ± 0,37	13,05 ± 0,07	6,48 ± 0,34
b*	0,63 ± 0,24	10,19 ± 0,46	1,93 ± 0,17	10,97 ± 1,13	6,68 ± 0,41	15,79 ± 1,01
°Hue (h)	12,09 ± 2,68	44,04 ± 0,62	23,33 ± 1,61	64,11 ± 0,88	27,10 ± 1,65	67,68 ± 1,36
Chroma (C*)	4,47 ± 0,28	14,00 ± 0,53	4,93 ± 0,11	12,57 ± 1,18	14,02 ± 0,11	17,01 ± 0,99
<b>Antinutrientes</b>						
Oxalato total (mg/100g)	27,31 ± 4,78	13,02 ± 3,08	6,79 ± 1,11	20,21 ± 0,73	10,27 ± 5,77	6,73 ± 0,98
Compostos cianogênicos	-	-	-	-	-	-

FCU = Farinha da casca da uva; FSU = Farinha da semente da uva; FCJ = Farinha da casca da jabuticaba; FSJ = Farinha da semente da jabuticaba; FCH = Farinha do cálice de hibisco; FFSH = Farinha do fruto com semente de

hibisco. \*Aw = Atividade de água; \*\* VET = Valor Energético Total expresso em Kcal/100g; \*\*\* Valor expresso em g de ácido cítrico/100 g.

No geral, os teores de umidade variaram entre 8,24 g/100g (FCU) a 14,86 g/100g (FFSH). Todas as farinhas avaliadas estão dentro dos limites máximos estabelecidos pela RDC 263 (Brasil, 2005), que determina um limite máximo de 15%, para garantir a qualidade de farinhas.

Observa-se que as farinhas apresentaram resultados para Aw (0,29 – 0,56) abaixo de 0,6, o que as conferem maior vida útil, devido a menor disponibilidade de água livre no alimento para o possível desenvolvimento dos microorganismos (Silva et al., 2021). Esse valor também permite com que as farinhas sejam conservadas a temperatura ambiente (Almeida e Schwing, 2018).

O teor de proteína das farinhas variou entre  $2,81 \pm 0,19$  g/100g (FCU) e  $17,46 \pm 0,58$  g/100g (FFSH), sendo as farinhas de sementes com maior potencial proteico a da uva e do hibisco. A ingestão diária recomendada de proteína para um adulto saudável, varia em todo o mundo, mas a média é de 0,8 gramas por quilograma de peso corporal/dia. Logo para uma pessoa de 70 kg são necessários 56 gramas (Institute of medicine, 2005; Anvisa, 2005; WHO, 2007). Diante disso, 100 gramas de FFSH atenderia a aproximadamente 31,18% da ingestão diária de proteína.

Já o conteúdo de lipídios variou entre 0,57 g/100g (FCJ) e 8,65 g/100g (FSU). Teores considerados relativamente baixos em comparação com alimentos ricos em lipídeos, como nozes, sementes de chia, ou abacate. A FSU (8,65 g/100g) pode ser potencialmente promissora para produtos que buscam fornecer uma quantidade de lipídeos moderada. O óleo de semente de uva é rico em ácidos graxos insaturados, onde o ácido linoleico representa 53,6 a 69,6%, seguido pelo ácido oleico 16,2 a 31,2%, ácido palmítico 6,9 a 12,9% e ácido esteárico 1,4 a 4,7% (Sabir; Unve; Kara, 2012).

Quanto aos teores de cinza, observou-se que a FCU seguida da FSU apresentaram maiores teores, com 9,28 g/100g e 5,69g/100g, respectivamente. Estes altos teores indicam que essas farinhas podem ser ricas em minerais, o que pode agregar valor nutricional (Conforme evidenciado na tabela 5). A FCU, com o teor mais elevado de cinzas, demonstra um potencial especialmente promissor para a fortificação de alimentos com minerais essenciais.

O teor de fibra bruta variou de 3,60 a 53,57 g/100g. A ingestão dietética recomendada (IDR) de fibras para adultos saudáveis é entre 25 e 35 g em uma dieta com 2.000 kcal (Brasil, 2003). Portanto, o consumo de FSU (53,57 g/100g) e FFSH (27,31 g/100g) representam mais de 100% do recomendado de ingestão de fibras. A FSU ainda apresenta o menor teor de carboidratos ( $19,66 \pm 0,02$  g/100g) e menor valor energético total ( $181,28 \pm 0,12$  g/100g).

Alimentos com baixo teor de carboidratos e alto teor de fibras tendem a ter um índice glicêmico mais baixo, provocando um aumento mais lento e gradual nos níveis de açúcar no sangue (Mao et al., 2021; Ni et al., 2022). Isso evita picos glicêmicos, controlando a glicemia, sendo benéfico para pessoas com diabetes ou resistência à insulina (Weickert & Pfeiffer, 2018). Além disso, o alto teor de fibras aumentam a saciedade e atuam como prebióticos, alimentando bactérias benéficas no intestino (Mao et al., 2021).

Além da umidade e da atividade de água, o pH também é um importante parâmetro na determinação da conservação do alimento (Freitas et al., 2015). Os valores de pH e acidez titulável encontrados variaram entre 1,88 e 4,78 e 1,53 e 8,7 g de ácido cítrico/ 100g, respectivamente. As farinhas de cálice de hibisco (FCH) se destacaram por sua alta acidez, seguida das FFSH, FCJ e FCU.

A alta acidez pode auxiliar na conservação do produto, uma vez que limita o crescimento de patógenos, no entanto, em uma possível aplicação tecnológica da farinha, o ajuste de pH e acidez pode ser necessário para atender a requisitos específicos de formulação, sensorial, textura ou estabilidade do produto final (Ott et al., 2000). Além disso, algumas reações químicas, como a fermentação ou a eficácia de certos conservantes, dependem de um pH específico (Hautrive, 2021).

A luminosidade ( $L^*$ ) está relacionada à quantidade de luz refletida pela superfície das farinhas, e ao quão clara e escura estão (0 branco a 100 preto). Diante desse parâmetro observa-se que as farinhas mais claras foram as de sementes, que também apresentaram maiores valores para os parâmetros  $a^*$  (tons avermelhados) e  $b^*$  (tons amarelados), exceto a farinha de semente de hibisco, que tendeu mais para o tom amarelado. As cascas de uva e jabuticaba se mostraram mais escuras, com luminosidade de 41,49 e 51,79, respectivamente, com parâmetros  $a^*$  (4,35 e 4,37) tendendo a tons de vermelho e  $b^*$  (0,63 e 1,93) tons de azul. Esses valores seguem a linha da matéria-prima original, refletindo suas características naturais.

Os ângulos de tonalidade °hue (h) confirmam os resultados, onde as farinhas de cascas de uva e jabuticaba tendem ao vermelho-azulado ou vermelho-violeta e a farinha do cálice vermelho-amarelado. Sementes de uva apresentam tons vermelhos e sementes de jabuticaba e hibisco vermelho-amarelado. A intensidade da cor ( $C^*$ ) variou de 4,47 a 17,1, indicando cores mais neutras, sem brilho.

Os teores de oxalato encontrados nas farinhas foram relativamente baixos (6,73 e 27,31 mg/100g) comparados aos encontrados por Gómez-mejía *et al.* (2021) em sementes de uva variedade Albariño (38,9 mg/100 g), e ainda comparados com cálices e sementes de hibisco cultivados no Egito, com 33,3 mg/100g e 115,2 mg/100g (base seca), respectivamente (Keyata

et al., 2020). A ingestão máxima recomendada de oxalato é de até 60mg/100g/dia, especialmente para pessoas com cálculo renal (Massey; Palmer; Horner, 2001). Portanto, as farinhas analisadas, com seus baixos teores de oxalato, são adequadas para consumo seguro dentro das recomendações, oferecendo uma opção nutritiva que pode ser incorporada a dietas específicas sem aumentar significativamente o risco de formação de cálculos renais.

Compostos cianogênicos, são considerados antinutricionais, uma vez que tais compostos liberam ácido cianídrico, que por meio da ação de enzimas causam toxicidade, podendo levar a intoxicação (Abreu, 2015). Desta forma sua ausência é recomendada, fato esse observado em todas as farinhas analisadas (Tabela 3).

### 5.1.1 Determinação de Carboidratos

A identificação e quantificação de carboidratos foi realizada por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE-DAD/UV-Vis) é apresentada na Tabela 4. Em geral, as farinhas das cascas de uva e jabuticaba apresentaram as maiores concentrações de açúcares, como já esperado (Tabela 4) devido ao teor de carboidratos. A frutose e glicose foram os principais carboidratos da FCU (21,82 g e 16,27 g/100g), conforme já descrito por Walker et al. (2022), e a sacarose e frutose os principais carboidratos de FCJ (23,52 e 16,02 g/100g).

**Tabela 4.** Carboidratos das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.

Padrões (g/100g)	Amostras					
	FCU	FSU	FCJ	FSJ	FCH	FFSH
<b>Glicose</b>	16,27	3,31	10,32	3,26	2,70	1,10
<b>Frutose</b>	21,82	3,84	16,02	4,35	2,38	1,00
<b>Sacarose</b>	4,69	1,89	23,52	3,96	5,45	0,97
<b>Celobiose</b>	0,86	ND	0,22	ND	18,38	4,04
<b>Açúcares totais</b>	42,78	9,04	50,08	11,57	28,91	7,11

\*N/D: Não detectado. \*FCU = Farinha da casca da uva; FSU = Farinha da semente da uva; FCJ = Farinha da casca da jabuticaba; FSJ = Farinha da semente da jabuticaba; FCH = Farinha do cálice de hibisco; FFSH = Farinha do fruto com semente de hibisco.

A sacarose e seus constituintes, glicose e frutose, são responsáveis pela maior parte do teor de açúcares não estruturais de muitas frutas maduras (Walker et al., 2022). Esses carboidratos são responsáveis por fornecer substrato metabólico, atuar como armazenamento de carbono, osmorregulação, transporte, sinalização e, em seus ancestrais selvagens, atrair animais para dispersar os frutos/sementes (Oliveira et al., 2020). A frutose, obtida por meio da

hidrólise de inulina ou da sacarose (frutose + glicose) é o açúcar de sabor mais doce, seguido da sacarose. Portanto a FCJ é mais doce que a FCU.

As concentrações de açúcares nas farinhas das cascas de uva (FCU) e jabuticaba (FCJ) têm vantagens e desvantagens, dependendo do contexto de consumo e dos objetivos dietéticos. Açúcares como glicose, frutose e sacarose são fontes rápidas de energia, o que pode ser benéfico para atletas ou pessoas que necessitam de um aumento rápido de energia (Vasey, 2020). Além disso, essas farinhas podem ser usadas como adoçantes naturais em receitas, reduzindo a necessidade de açúcar refinado (Rosset et al., 2017).

A Organização Mundial da Saúde (OMS) sugere que sejam ingeridas no máximo 50 gramas de açúcar por dia, o que corresponde a 10% da alimentação de uma pessoa adulta, considerando-se uma dieta de 2 mil calorias. Portanto, o uso das farinhas FCU e FCJ deve ser moderado e integrado a uma dieta equilibrada, uma vez que apresentam 42,78 g/100g e 50,08 g/100g de açúcares totais. Embora apresentem valor nutricional e funcionalidade, é importante a cautela com o consumo excessivo, especialmente para indivíduos com restrições dietéticas específicas.

As farinhas das sementes (FSU, FSJ e FFSH) apresentaram baixas concentrações de açúcares, em especial a FFSH. A FCH se mostrou baixa em glicose e sacarose, mas apresentou teor de sacarose (5,45 g/100g) maior que FCU, FSU, FSJ e FFSH. (4,69 g/100g, 1,89 g/100g, 3,96 g/100g, e 0,97 g/100g, respectivamente). O acúmulo, metabolismo e transporte de açúcares, e especialmente os de sacarose, são fortemente dependentes de parâmetros ambientais e físicos, como CO<sub>2</sub> elevado, frio e seca (Jeandet et al., 2022). A escassez de água no período de cultivo do hibisco pode ter desencadeado um aumento no teor de sacarose na FCH, este que não foi cultivado em grande escala como as uvas e jabuticabas.

A celobiose é um açúcar redutor e componente majoritário da parede celular vegetal, encontrado nas plantas como consequência da hidrólise da celulose, possui diferentes atividades enzimáticas no intestino delgado (Qi; Tester, 2018) e apresenta as mesmas propriedades químicas da maltose (Lehninger, 2014). Neste estudo, a farinha FCH demonstrou o maior conteúdo (18,38 g/100g), já nas farinhas FSU e FSJ não foi detectada.

### 5.1.2 Determinação de macro e micronutrientes

Um total de onze minerais foram identificados nas farinhas das matérias primas analisadas e são apresentados na Tabela 5.

**Tabela 5.** Teores de macro e microminerais das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.

	Amostras						RDI**
	FCU	FSU	FCJ	FSJ	FCH	FFSH	
<b>Macrominerais (mg/100g)</b>							
<b>N</b>	658 ± 0,52	1663 ± 0,63	1070 ± 0,64	991 ± 0,25	1327 ± 0,41	2327 ± 0,25	-
<b>P</b>	98 ± 0,01	217 ± 0,06	109 ± 0,09	150 ± 0,12	260 ± 0,14	431 ± 0,14	700
<b>K</b>	2080 ± 1,61	480 ± 0,52	960 ± 0,24	920 ± 0,42	1760 ± 0,36	1080 ± 2,87	-
<b>Ca</b>	137 ± 0,21	326 ± 0,14	82 ± 0,11	55 ± 0,17	951 ± 0,21	430 ± 0,69	1000
<b>Mg</b>	64 ± 0,12	120 ± 0,42	81 ± 0,87	122 ± 0,56	202 ± 0,61	264 ± 0,63	260
<b>S</b>	17 ± 0,11	33 ± 0,36	24 ± 0,12	66 ± 0,02	96 ± 0,03	126 ± 0,16	-
<b>Soma</b>	3054	2839	2326	2304	4596	4658	
<b>Microminerais (mg/100 g)</b>							
<b>B</b>	1,66 ± 0,23	1,03 ± 0,01	0,92 ± 0,02	0,92 ± 0,14	5,52 ± 0,68	1,61 ± 0,17	-
<b>Cu</b>	0,94 ± 0,12	1,14 ± 0,03	2,47 ± 0,15	1,40 ± 0,21	1,29 ± 0,21	1,06 ± 0,01	0,9
<b>Fe</b>	4,92 ± 2,11	4,95 ± 1,56	6,92 ± 1,41	4,23 ± 2,1	15,67 ± 3,45	5,90 ± 1,96	14
<b>Mn</b>	NI	0,38 ± 0,12	3,09 ± 0,03	3,18 ± 0,09	1,78 ± 0,08	3,10 ± 0,02	2,3
<b>Zn</b>	0,62 ± 0,02	0,55 ± 0,03	1,56 ± 0,14	1,29 ± 0,13	1,93 ± 0,19	3,22 ± 0,11	7
<b>Soma</b>	8,14	8,05	14,96	11,02	26,20	14,88	

\*NI = Não identificado. \*FCU = Farinha da casca da uva; FSU = Farinha da semente da uva; FCJ = Farinha da casca da jabuticaba; FSJ = Farinha da semente da jabuticaba; FCH = Farinha do cálice de hibisco; FFSH = Farinha do fruto com semente de hibisco. \*\*IDR=Ingestão diária recomendada para adultos saudáveis (Brasil, 2005).

Em geral as porções que comumente não são comestíveis (sementes) apresentaram os maiores teores em grande parte dos minerais, o que se justifica o processamento total dessas matérias-primas. Os macronutrientes mais abundantes entre as farinhas avaliadas foram o nitrogênio (N) e potássio (K).

As farinhas de hibisco apresentaram os melhores valores de nutrientes, especialmente FFSH com maior teor de N (2327 mg/100g), P (431 mg/100g), Mn (3,10mg/100g) e Zn, enquanto a FCH apresentou o maior teor de K (1760mg/100g), Ca (951 mg/100g) e B (5,52 mg/100g). O alto teor de nitrogênio é indicativo de alto teor de proteína, conforme foi encontrado em resultados apresentados na Tabela 2.

As farinhas de hibisco demonstram ser fontes de cálcio (Ca), onde FCH com 951 mg/100 g, ficando próximo da recomendação diária do macronutriente (1000 mg/dia), e FFSH requer o consumo de 232 g para fornecer a RDI. Os resultados sugerem que o consumo de farinhas de cálice (FCH) e fruto com semente (FFSH) do hibisco, podem ser importantes na construção dos ossos, prevenção de coágulos sanguíneos e ainda para contração dos nervos e músculos (National Osteoporosis Foundation, 2016).

A absorção ocorre majoritariamente no intestino delgado (90%) e, em menor grau, no cólon (Bargerlux, Heaney, & Recker, 1989; Wasserman, 2004). Existem dois processos de absorção: o transporte transcelular, regulado pela vitamina D, e o transporte paracelular, dependente da solubilidade do cálcio e do tempo de permanência no intestino. Para que o cálcio seja biodisponível, ele deve ser absorvido sem precipitar nos intestinos, o que é facilitado por inibidores de precipitação e ligantes complexantes (Duflos et al., 1995; Hansen et al., 1996; Vavrusova, & Skibsted, 2014). A ausência de inibidores de precipitação e a interação do cálcio com outros componentes pode reduzir sua biodisponibilidade, do cálcio, prejudicando a saúde óssea (Vavrusova, & Skibsted, 2014).

O principal micronutriente dentre as farinhas foi ferro (Fe), com destaque para FCH. Embora a biodisponibilidade de ferro em vegetais seja geralmente menor do que de origem animal, o teor de ferro encontrado nas farinhas (4,92 a 15,67), foi maior que o encontrado em farinhas de vegetais consumidos diariamente, como beterraba (2,1mg/100g), cenoura (1,28mg/100g), e espinafre (12,6 mg/100g) (Zanata et al., 2010). A ingestão de 100 g de farinha de cálice de hibisco fornece a ingestão diária recomendada de ferro. O ferro é essencial para o transporte de oxigênio, funções do sistema imunológico e combate à anemia. Considerando que um terço da população mundial sofre de anemia, as farinhas de uva, jabuticaba e hibisco podem ser valiosas na dieta para aumentar a ingestão de ferro e ajudar a combater essa condição (Cardoso et al., 2024).

Recomenda-se que uma pessoa adulta saudável faça a ingestão de 0,9 mg/100g de cobre, 2,3 mg/100g de Manganês e 7 mg/100g de zinco, por dia. Atendendo a recomendação em 100 gramas consumidas, todas as farinhas apresentam cobre entre 0,94 e 2,47 mg/100g. Quanto ao Mg, as farinhas FCJ, FSJ e FFSH atendem a recomendação em 100 gramas, e a ingestão de Zn a FFSH atenderá caso seja consumido 200 gramas de farinha.

Pesquisadores observaram uma influência significativa na biodisponibilidade e bioacessibilidade de Fe e Zn em alimentos, com a adição de ácidos orgânicos, como ácido cítrico, ácido tartárico, ácido málico e outros (Diaz et al., 2003, Hemalatha et al., 2005). Portanto, alimentos mais ácidos apresentariam teores maiores de Fe e Zn. Tal achado corrobora aos resultados desse estudo, pois as farinhas de hibisco, se mostraram mais ácidas e com maiores teores desses micronutrientes.

Diversos estudos mostraram que as cascas de uva são mais ricas em potássio (K), magnésio (Mg) e cálcio (Ca), quando comparadas às sementes de uva, que se mostram abundantes em ferro, manganês e zinco (Gomes et al., 2019; Gülcü et al., 2019). Neste estudo os minerais mais abundantes nas cascas de uva e sementes foram nitrogênio (N), potássio (K)

e cálcio (Ca). A farinha da semente de uva, quando comparada com a farinha da casca de uva, tem valores superiores em todos os macrominerais, exceto para potássio. O teor de K, na farinha FCU, foi cerca de 4,3 vezes maior que FSU.

Tanto farinha da casca, quanto de semente da jabuticaba, contém macronutrientes que são essenciais para dieta, com níveis particularmente significativos de nitrogênio, com destaque para FCJ (1070 mg/100g). Os valores superaram os encontrados em por Inara *et al.* (2015) para o fruto integral e as frações de casca e semente secos. Essas farinhas podem ser valiosas adições dietéticas para apoiar a saúde geral e o bem-estar, proporcionando nutrientes importantes que suportam funções corporais cruciais. A presença desses macronutrientes em quantidades adequadas reforça a importância de incluir essas farinhas na alimentação diária para promover uma saúde otimizada e prevenir deficiências nutricionais (Awuchi; Igwe; Amagwula, 2020).

#### 5.1.2.1 Proporções minerais

A biodisponibilidade dos minerais para absorção pode ser influenciada por outros componentes da farinha (Soetan; Olaiya; Oyewole, 2010). A interação de certos nutrientes podem influenciar o sistema imunológico e causar reações alérgicas (Keyata et al., 2020). Identificar e compreender estas interações é essencial para a seleção de vegetais que atendam a critérios dietéticos específicos e melhorem a absorção de nutrientes (Gemedede, 2020). As proporções entre minerais são muitas vezes mais importantes do que os níveis individuais, pois refletem inter-relações nutricionais e podem indicar condições patológicas, fatores fisiológicos, e efeitos dietéticos (Watts, 2010).

As proporções minerais das farinhas avaliadas são mostradas na Tabela 6.

**Tabela 6.** Proporções minerais das farinhas de de subprodutos uva, jabuticaba e hibisco

Amostras	FCU	FSU	FCJ	FSJ	FCH	FFSH	Limites
Ca/ P	1,08	1,16	0,58	0,28	2,83	0,77	> 0,5
Ca/ K	0,06	0,66	0,08	0,06	0,53	0,39	< 4
Ca/Mg	1,28	1,63	0,61	0,27	2,82	0,98	1*
[K/(Ca+Mg)]	8,76	0,94	4,54	3,65	1,40	1,27	<2,2*
Ca/Fe	0,04	0,09	0,02	0,02	0,08	0,10	-
Fe/ Zn	9,19	10,44	5,16	3,81	9,41	2,13	> 2
Oxalato/Ca	0,009	0,004	0,015	0,023	0,001	0,003	1

\*FCU = Farinha da casca da uva; FSU = Farinha da semente da uva; FCJ = Farinha da casca da jabuticaba; FSJ = Farinha da semente da jabuticaba; FCH = Farinha do cálice de hibisco; FFSH = Farinha do fruto com semente de hibisco.

As relações cálcio-fósforo (Ca/ P) das seis farinhas variaram de 0,28 a 1,16. A relação Ca/ P recomendada deve ser de >0,5 para garantir a absorção de cálcio no intestino delgado (Jacob et al., 2015). Para Alinor e Oze (2011) e Chandran *et al.* (2013) a alimentação é

considerada boa se a relação Ca/ P for maior que 1,0, e ruim se essa relação for abaixo de 0,5, para uma boa utilização intestinal de Ca e P. Neste estudo as farinhas FCU, FSU, FCJ, FCH e FFSH obtiveram proporções acima do requisito mínimo (0,5), e FCU, FSU e FCH ficaram acima de 1,0, indicando que estas farinhas apresentam uma absorção favorável de cálcio no intestino, para a formação e manutenção óssea, principalmente em crianças e idosos (Adeyeye; Orisakeye; Oyarekua, 2012).

As relações cálcio-potássio (Ca/ K) das farinhas variaram de 0,06 a 0,53. Um nível de Ca/K ideal é 4, para que a absorção de cálcio no intestino e desenvolvimento ósseo seja positiva (Jacob et al., 2015). A relação desses minerais também é denominada de razão tireoidiana, devido ao cálcio e o potássio desempenharem um papel vital na regulação da atividade tireoidiana (Olagbemide; Ojizeh; Adarabioyo, 2016). Watts (2010) indica que a baixa relação Ca/ K possa estar relacionada ao aumento da expressão tireoidiana (Watts, 2010). Como as relações Ca/K das farinhas são baixas em relação ao limite, a ingestão de outras fontes de cálcio ao consumir as farinhas seria uma estratégia para melhorar a relação.

O cálcio e o magnésio são essenciais ao funcionamento do organismo, visto que são elementos associados, são considerados como "padrão-ouro" quando em questões de saúde relacionadas a minerais (Roth, 2016). Estudos relatam que uma relação Ca/Mg elevada está relacionada a um aumento no nível de insulina (Watts, 2010), e uma redução correspondente está associada à deficiência de cálcio, levando a uma diminuição na proporção disponível para a formação de ossos e dentes (Hathcock, 2014).

As proporções de Ca/Mg nas farinhas ficaram entre 0,27 e 2,82. As farinhas FCU, FSU e FCH foram superiores a 1,0, valor mínimo necessário para a absorção de cálcio (Hailu; Addis, 2016). Farinhas de casca e semente de uva, e de cálice de hibisco apresentaram proporções mais elevadas de cálcio em relação ao magnésio e por isso não apresentam interferência na absorção de magnésio. Em dietas dependentes somente das farinhas FCJ, FSJ e FFSH como fontes alimentares, haveria a necessidade de complemento de cálcio. Uma proporção baixa de Ca/Mg pode sugerir baixos níveis de insulina, o que pode impactar o controle do açúcar no sangue. Também pode indicar uma maior produção de hormônios do córtex adrenal, como o cortisol, que está envolvido na resposta ao estresse e no metabolismo (Roth, 2016).

Tal proporção entre Ca/Mg tem sido relatada como dependente do nível de potássio na dieta devido ao sinergismo entre potássio e magnésio (Roth, 2016). Por isso, a razão miliequivalente  $[K/(Ca + Mg)]$  tem sido relatada como um melhor indicador da biodisponibilidade do magnésio na presença de potássio do que a relação cálcio/magnésio isoladamente (Adeyey et al., 2012). Neste estudo, as relações  $[K/(Ca + Mg)]$  das farinhas FSU,

FCH e FFSH foram inferiores ao limite crítico (2,2), indicando que os teores de cálcio e magnésio foram maiores em relação aos teores de potássio. Portanto, o consumo de 100 g destas farinhas não apresenta risco de hipermagnesemia no homem (Adeyeye et al., 2012).

Estudos indicam que o cálcio (Ca) pode interferir na absorção de ferro (Fe). No entanto, ainda não há uma proporção exata de ingestão de Ca/Fe para evitar interferência na absorção, pois depende de diversos fatores individuais, como idade, sexo, estado de saúde, e a composição geral da dieta (Singh & Prad, 2023). Para minimizar a interferência na absorção de ferro, recomenda-se evitar o consumo de grandes quantidades de cálcio (mais de 500 mg) junto com refeições ricas em ferro e incluir vitamina C na dieta, podem ajudar a mitigar esses efeitos (Hallberg, Brune; Rossander-Hulthén, 1992; Wawrzyniak; Suliburska, 2021; Singh; Prad, 2023).

As relações ferro-zinco (Fe/Zn) variaram de 2,13 a 10,44 entre as farinhas. Péres et al. (2001) relataram que o ferro não prejudicou a absorção de zinco até uma proporção de ferro-zinco de 2, em ratos normais. A partir desse ponto, foi observado um efeito dose-dependente, ou seja, quanto maior a proporção de ferro em relação ao zinco, maior foi a inibição na absorção de zinco, até atingir uma proporção de 5. No entanto, quando a relação foi aumentada para 10, não houve mais uma inibição adicional na absorção de zinco. Nos ratos deficientes em ferro, não houve alterações na absorção e retenção zinco.

Peres et al. (2001) relataram que o ferro não prejudicou a absorção de zinco até uma relação Fe de 2:1 em ratos normais. A partir dessa proporção, foi observado um efeito dose-dependente, onde o aumento na proporção de ferro em relação ao zinco levou a uma maior inibição na absorção de zinco, até alcançar uma proporção de 5:1. Contudo, ao aumentar a relação para 10:1, não houve inibição adicional na absorção de zinco. Em ratos com deficiência de ferro, não foram observadas alterações na absorção e retenção de zinco. As relações Fe nas farinhas variaram de 2,13 a 10,44, indicando que o ferro presente possivelmente não prejudicou a absorção de zinco. Dessa forma, o consumo das farinhas analisadas pode ajudar a corrigir deficiências de ferro e zinco, que são conhecidas por impactar o crescimento, o desenvolvimento cognitivo e a função imunológica.

A tabela 6 apresenta a proporção oxalato/Ca nas farinhas. Uma relação oxalato/cálcio maior que 1 poderia comprometer a absorção de cálcio (Frontela; Ros; Martínez, 2009; Gemedé, 2020). Uma ingestão reduzida de cálcio leva a uma maior absorção intestinal de oxalato, o que por si só pode ser responsável por um risco aumentado de formação de cálculos. Suplementos de cálcio podem reduzir a absorção de oxalato porque o cálcio se liga ao oxalato dietético no lúmen intestinal (Roja, 2019). Considerando os teores de cálcio mostrados na

Tabela 3 e o teor de ácido oxálico na Tabela 2, a relação oxalato/Ca foi inferior a 1 em todas as amostras de farinhas, com valores médios de 0,001 a 0,021. Assim, a presença de ácido oxálico em relação ao cálcio não compromete a bioacessibilidade do cálcio.

#### 5.1.2.2 *Correlação entre composição proximal e mineral*

Para analisar de que forma a composição proximal (Umidade, proteínas, lipídeos, carboidratos e fibras), o pH e acidez total, e o teor de minerais (macro e micro) se relacionavam entre si nas farinhas, a matriz de correlação é apresentada na Tabela 5. O coeficiente de correlação ( $r$ ) mede o grau de relação entre duas variáveis, variando de -1 a 1. Valores positivos indicam que as variáveis crescem no mesmo sentido, enquanto valores negativos indicam que crescem em sentidos opostos. Conforme estabelecido por Baba et al. (2014), os graus de correlação podem ser classificados como muito fortes ( $r \geq 0,9$ ), fortes ( $r = 0,7$  a  $0,89$ ), moderados ( $r = 0,4$  a  $0,69$ ), fracos ( $r = 0,2$  a  $0,39$ ) e muito fracos ( $r = 0,0$  a  $0,19$ ).

Observou-se uma correlação negativa significativa ( $p < 0,05$ ) muito forte entre carboidratos e lipídeos ( $r = -0,96$ ) indicando quanto maior o teor de lipídeos, menor será o teor de carboidratos e vice-versa. Esse comportamento pode ser explicado pela densidade energética dos lipídeos (9 kcal/g), que é mais que o dobro que os carboidratos (4 kcal/g). Além disso, pode estar relacionada a processos metabólicos dos frutos, onde a produção de diferentes compostos, como carboidratos e lipídeos, é resultado de vias metabólicas que podem competir entre si. Assim, a presença de maiores quantidades de lipídeos pode refletir um redirecionamento metabólico que resulta em menor acúmulo de carboidratos.

Outra correlação negativa muito forte ( $p < 0,05$ ) foi observada entre carboidratos e fibras ( $r = -0,96$ ). Fibras são um tipo de carboidrato que não é digerível e não fornece calorias. Portanto, alimentos ricos em fibras podem ter menos carboidratos digeríveis (como açúcares e amidos), resultando numa correlação negativa entre carboidratos totais e fibras. Já a correlação negativa forte e significativa entre carboidratos e fósforo ( $r = -0,94$ ) pode ser explicada pelo fato de que fósforo é um mineral presente em muitas fontes de proteínas, que geralmente são ricas em lipídeos. Dessa forma, alimentos ricos em proteínas e lipídeos tendem a ter menor quantidade de carboidratos.

Além disso, foram observadas correlações negativas significativas fortes entre cinzas e manganês ( $r = -0,89$ ), e entre o pH e os minerais boro e ferro ( $r = -0,82$ ;  $r = -0,86$ ). A correlação negativa entre pH e Fe, por exemplo, sugere que valores mais baixos de pH, indicando maior acidez, estão associados a maiores teores de ferro, corroborando estudos anteriores (Diaz et al., 2003; Hemalatha et al., 2005).

Por outro lado, correlações positivas significativas muito fortes foram encontradas. Como a correlação entre umidade e manganês ( $r = 0,98$ ), que pode ser explicada pelo fato de alimentos com maior teor de umidade tendem a ter uma maior mobilidade de íons, incluindo disponibilidade (Wickramasinghe et al., 2023).

Ainda, correlacionam-se positivamente lipídeos e fibras e fósforo ( $r = 0,99$ ;  $r = 0,98$ ), cinzas e cromo ( $r = 0,89$ ); entre nitrogênio e magnésio ( $r = 0,84$ ), cálcio e boro, e ferro ( $r = 0,92$ ;  $r = 0,89$ ) e entre magnésio e enxofre e zinco ( $r = 0,97$ ;  $r = 0,86$ ). Indicando que estas variáveis crescem no mesmo sentido.

A correlação positiva entre proteínas, nitrogênio, magnésio, enxofre e zinco ( $r = 0,82$ ;  $r = 0,94$ ;  $r = 0,92$ ;  $r = 0,95$ ) pode ser explicada pelas funções essenciais que esses elementos desempenham na estrutura e no funcionamento das proteínas. O nitrogênio é o componente principal dos aminoácidos, que são os blocos de construção das proteínas. O magnésio é fundamental para a estabilização das estruturas ribossomais e enzimáticas, além de atuar como componente central da clorofila, sendo indispensável na fotossíntese e na assimilação de nitrogênio em aminoácidos e proteínas (Malvi, 2011). O enxofre está presente em aminoácidos importantes como cisteína e metionina, contribuindo para a conformação e estabilidade das proteínas. Por sua vez, o zinco atua como cofator em diversas enzimas envolvidas no metabolismo proteico, facilitando reações bioquímicas críticas nesse processo (Malvi, 2011).

A correlação positiva entre lipídeos e fósforo ( $r = 0,98$ ) nas farinhas está relacionada à necessidade de fósforo para a síntese de fosfolipídios, que são componentes essenciais das membranas celulares e necessários para a produção de ATP (Biel et al., 2021). Isso indica que alimentos ricos em lipídeos também precisam ter um teor adequado de fósforo para suportar essas funções bioquímicas.

A correlação entre cálcio e boro ( $r = 0,92$ ;  $r = 0,89$ ) pode ser explicada pela importância do boro na estruturação da parede celular e na mobilização do cálcio dentro das plantas. A relação com o ferro pode estar ligada ao papel do cálcio na estrutura e na função de várias enzimas que contêm ferro (Biel et al., 2021).

**Tabela 7.** Matriz de correlação de Pearson entre composição proximal e mineral das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.

	Umid	Prot	Lip	Cin	Carb	Fib	pH	AA	N	P	K	Ca	Mg	S	B	Cu	Fe	Mn	Zn	
Umid	1	0,65	-0,38	-0,86*	0,27	-0,45	-0,01	0,48	0,35	-0,38	-0,55	-0,01	0,52	0,64	-0,03	0,36	0,05	0,98*	0,76	
Prot		1	0,07	-0,44	-0,31	0,066	-0,52	-0,16	0,82*	0,05	-0,23	0,58	0,94*	0,92*	0,37	-0,04	0,41	0,57	0,95*	
Lip			1	0,04	-0,96*	0,99*	0,21	-0,36	0,6	0,98*	-0,33	0,11	0,19	0	-0,22	-0,36	-0,24	-0,4	-0,13	
Cin				1	-0,02	0,12	-0,32	-0,51	-0,38	0,017	0,89*	0,237	-0,31	-0,38	0,35	-0,47	0,2	-0,89*	-0,48	
Carb					1	-0,96*	0,01	0,48	-0,76	-0,94*	0,28	-0,29	-0,4	-0,2	0,06	0,36	0,07	0,3	-0,09	
Fib						1	0,13	-0,46	0,58	0,97*	-0,25	0,14	0,17	-0,03	-0,19	-0,34	-0,2	-0,45	-0,14	
pH							1	0,62	-0,18	0,2	-0,5	-0,79	-0,44	-0,38	-0,82*	-0,06	-0,86*	0,01	-0,46	
AA								1	-0,27	-0,29*	-0,34	-0,35	-0,1	0,1	-0,23	-0,01	-0,28	0,43	-0,08	
N									1	0,56	-0,43	0,38	0,84*	0,72	0,02	-0,23	0,04	0,28	0,7	
P										1	-0,34	0,17	0,18	0,01	-0,14	-0,33	-0,15	-0,39	-0,18	
k											1	0,36	-0,13	-0,12	0,57	-0,44	0,4	-0,62	-0,21	
Ca												1	0,66	0,6	0,92*	-0,29	0,89*	-0,09	0,39	
Mg													1	0,97*	0,43	-0,33	0,39	0,4	0,86*	
S														1	0,44	-0,31	0,39	0,51	0,87*	
B															1	-0,2	0,95*	-0,11	0,25	
Cu																1	0,06	0,53	0,03	
Fe																	1	0,03	0,29	
Mn																		1	0,69	
Zn																				1

\*Correlação significativa ao nível de 5%.

## 5.2 Compostos bioativos das farinhas de uva, jabuticaba e hibisco

### 5.2.1 Carotenoides, clorofila, flavonoides, antocianinas e taninos

A tabela 8 apresenta o teor de carotenoides, flavonoides, clorofila e taninos presentes nas farinhas.

**Tabela 8.** Compostos bioativos das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco

	Amostras					
	FCU	FSU	FCJ	FSJ	FCH	FFSH
<b>Carotenoides (mg <math>\beta</math>-caroteno/100g)</b>	18,56 $\pm$ 1,95	6,97 $\pm$ 0,03	11,33 $\pm$ 0,54	4,27 $\pm$ 0,27	15,19 $\pm$ 0,05	2,0 $\pm$ 0,60
<b>Clorofila totais (mg/ 100g)</b>	37,16 $\pm$ 0,27	5,22 $\pm$ 0,35	40,95 $\pm$ 0,122	5,40 $\pm$ 0,48	32,85 $\pm$ 0,23	7,45 $\pm$ 0,11
<b>Clorofila a (mg/ 100g)</b>	20,03 $\pm$ 0,16	4,90 $\pm$ 0,26	22,56 $\pm$ 0,64	2,22 $\pm$ 0,33	22,58 $\pm$ 0,14	5,18 $\pm$ 0,12
<b>Clorofila b (mg / 100g)</b>	6,11 $\pm$ 0,07	1,66 $\pm$ 0,11	14,22 $\pm$ 0,10	2,93 $\pm$ 0,06	6,32 $\pm$ 0,17	1,46 $\pm$ 0,13
<b>Flavonoides totais (mg/100g)</b>	139,15 $\pm$ 3,07	36,32 $\pm$ 1,16	156,14 $\pm$ 0,38	234,99 $\pm$ 0,61	115,86 $\pm$ 2,80	19,83 $\pm$ 1,21
<b>Antocianinas (mg/100g)</b>	113,32 $\pm$ 2,20	15,41 $\pm$ 1,16	121,83 $\pm$ 0,06	8,47 $\pm$ 0,08	112,09 $\pm$ 1,72	4,0 $\pm$ 0,03
<b>Taninos mg/100g</b>	1361,61 $\pm$ 6,28	304,12 $\pm$ 3,56	1539,22 $\pm$ 2,12	684,21 $\pm$ 3,96	21,25 $\pm$ 0,32	36,41 $\pm$ 0,76

\*FCU = Farinha da casca da uva; FSU = Farinha da semente da uva; FCJ = Farinha da casca da jabuticaba; FSJ = Farinha da semente da jabuticaba; FCH = Farinha do cálice de hibisco; FFSH = Farinha do fruto com semente de hibisco.

O conteúdo de carotenóides (Tabela 8) encontrados nas amostras estudadas apresentaram-se altos, com maior destaque para FCU, FCH e FCJ, com 18,56 mg/100g, 15,19 mg/100g e 11,33 mg/100g, respectivamente. No entanto, todas as farinhas avaliadas podem ser consideradas fontes de carotenoides, pois alimentos que contêm mais de 0,02 mg/g de carotenoides são considerados fontes ricas destes compostos (Rodriguez-Amaya et al., 2008).

A análise do conteúdo de carotenóides em bagas de uva e jabuticaba são importantes principalmente para a indústria, pois são considerados compostos precursores de importantes aromas (Resende; Oliveira; França, 2020).

A clorofila, é o pigmento responsável pela cor verde das plantas e vegetais, está presente em maior quantidade em frutas quando imaturas (Miranda et al., 2020). Conforme essas frutas amadurecem, a clorofila é degradada, resultando na diminuição da cor verde e no surgimento de outras cores, como o roxo nas jabuticabas e diferentes tons roxo e vermelho nas uvas (Lichtenthaler & Buschmann, 2001). As farinhas das cascas apresentaram os maiores teores de clorofila total, FCU (40,95 mg/100g), seguido de FCU (37,16 mg/100g), FCH (32,85 mg/100g). As farinhas das sementes apresentaram teores mais baixos.

As diferenças nos níveis de clorofila entre sementes e cascas são atribuídas às funções biológicas distintas. Enquanto folhas e cascas são principalmente responsáveis pela fotossíntese e contêm altos níveis de clorofila para captar energia solar, as sementes são estruturas de reserva de nutrientes e proteção para o embrião em desenvolvimento. Por isso, as sementes não precisam de grandes quantidades de clorofila para realizar suas funções biológicas específicas, resultando em teores mais baixos desse pigmento em comparação com as cascas e folhas.

A FCJ apresentou o maior teor de clorofila total entre as farinhas de cascas (40,95 mg/100g), o que pode indicar estar em estágio de desenvolvimento mais jovem. Uma vez que, a clorofila durante a maturação se degrada, e ocorre a biossíntese de antocianinas (Pádua et al., 2020).

Quanto ao conteúdo de flavonoides (Tabela 8), dentre as farinhas avaliadas foram obtidos maiores conteúdos na FSJ (234,99 mg/100g) e FCJ (156,14 g/100g). Os flavonoides são a maior classe de compostos fenólicos encontrados na natureza e são amplamente conhecidos por seus efeitos promotores de saúde e propriedades funcionais, incluindo propriedades anticancerígenas, antioxidantes, antiinflamatórias e antivirais (Ullah et al., 2020).

As farinhas de cascas de jabuticaba e uva (FCJ – 121,83 mg/100g; FCU – 113,32 mg/100g), bem como o cálice do hibisco (FCH – 112,09 mg/100g) apresentaram maior quantidade de antocianinas. As principais antocianinas da casca da jabuticaba são cianidina 3-glicosídeo e delphinidina 3-glicosídeo (Leite et al., 2011), do cálice do hibisco são delphinidina 3-O-sambubioside e cianidina 3-O-sambubioside (responsáveis pela coloração vermelho brilhante) (Wu et al., 2018).

A Tabela 8, demonstra que o teor de taninos se concentrou nas amostras FCU e FCJ, 1361,61 mg/100g e 1539,22mg/100g, respectivamente. Estudos e vinicultores relatam que maiores concentrações de taninos são encontradas uvas com cascas mais espessas, como a deste estudo. Os taninos da casca da uva tendem a ser mais adstringentes, enquanto os que estão nas sementes e engaços tendem a ser mais amargos. Já os teores de taninos de FCH e FFSH foram menores que encontrados por Keyata *et al.* (2020) em cálices e sementes de *hibiscus sabdariffa* vermelho cultivados na Etiópia.

A ação antinutricional dos taninos é relatada em concentrações acima de 5% da porção consumida, provocando um efeito negativo na palatabilidade (adstringência) e redução da digestibilidade de proteínas, vitaminas e minerais (Ryszard, 2007). Neste estudo, quanto em porcentagem todos os percentuais ficaram abaixo de 5% em 100 gramas de amostra. Por outro lado, esses antinutricionais são termolábeis, ou seja, sensíveis ao aquecimento, e podem ser eliminados após cocção (Ojimekwe et al., 1995; Damiani et al., 2020).

### 5.2.2 Determinação de ácidos orgânicos individuais

No que tange os ácidos orgânicos, como pode ser observado na Tabela 9, os ácidos cítrico, málico, tartárico e ascórbico foram identificados. Porém, somente os ácidos tartárico e ascórbico foram encontrados em todas as farinhas. O ácido cítrico foi detectado apenas na FFSH e para o ácido málico somente na FCJ.

**Tabela 9.** Ácidos orgânicos das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco

Padrões (mg/100g)	Amostras					
	FCU	FSU	FCJ	FSJ	FCH	FFSH
Ác. Cítrico	nd	nd	nd	nd	nd	275,98
Ác. Málico	nd	nd	1692,23	nd	nd	nd
Ác. Tartárico	988,77	1452,42	4381,54	7000,58	1042,78	606,72
Ác. Ascórbico	10,98	7,61	1,15	0,56	48,48	101,38

\*nd: Não detectado. \*FCU = Farinha da casca da uva; FSU = Farinha da semente da uva; FCJ = Farinha da casca da jabuticaba; FSJ = Farinha da semente da jabuticaba; FCH = Farinha do cálice de hibisco; FFSH = Farinha do fruto com semente de hibisco.

O ácido tartárico (Tabela 9) é naturalmente encontrado em diversas frutas, principalmente uvas, bananas e tamarindo. Atua como um importante controlador de acidez, e influencia diretamente o pH e características sensoriais (Silva, 2017). Nesse estudo, este ácido foi considerado majoritário, em especial a FSJ e FCJ, com 7000,58 mg/100g e 4381,54 mg/100g, respectivamente.

Os resultados obtidos para ácido ascórbico, mais conhecido como vitamina C (Tabela 9) apresentaram-se altos nas farinhas FCH (48,38 mg/100g) e FFSH (101,38 mg/100g). Portanto, as farinhas de cálice e frutos com sementes de hibisco, possuem quantidades relativamente altas desse composto, uma vez que a recomendação diária de vitamina C é de 45 mg a 75 mg para mulheres e 45 mg a 90 mg para homens adultos (Radmann; Bergmann, 2021).

### 5.2.3 Determinação de compostos fenólicos e flavonoides individuais

Compostos fenólicos têm ganhado grande interesse devido às suas propriedades funcionais, tais como efeitos antioxidantes, anti-inflamatórios, anticarcinogênicos e antimicrobianos (Friedman, 2007). Os principais compostos fenólicos presentes nas farinhas foram catequina e ácido gálico (Tabela 10). Nas farinhas de casca (FCU e FCJ) foram encontradas altas concentrações de catequina, 149,3 mg/100g e 607,38 mg/100g. Enquanto para FSU os valores de catequina foram de apenas 256,36 mg/100g (Tabela 10).

**Tabela 10.** Compostos fenólicos e flavonoides das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.

Padrões (mg/100g)	Amostras					
	FCU	FSU	FCJ	FSJ	FCH	FFSH
Ácido Cafeico	2,01	0,98	6,63	21,94	ND	0,207
Ácido Clorogênico	10,18	2,71	ND	ND	ND	31,83
Ácido Elágico	31,53	ND	41,4	ND	ND	25,02
Ácido Gálico	51,08	20,89	49,86	54,57	50,28	ND
Catequina	149,3	256,36	607,38	ND	ND	ND
Kaempferol	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Miricetina	ND	0,05	ND	6,81	233,17	ND
Quercetina	295,01	104,32	238,14	540,48	ND	ND
Naringina	ND	ND	ND	ND	27,54	ND
Rutina	24,89	0,51	92,4	26,52	ND	30,66

\*N/D: Não detectado. \*FCU = Farinha da casca da uva; FSU = Farinha da semente da uva; FCJ = Farinha da casca da jabuticaba; FSJ = Farinha da semente da jabuticaba; FCH = Farinha do cálice de hibisco; FFSH = Farinha do fruto com semente de hibisco.

Inada et al. (2015) avaliaram a composição fenólica de uma mistura entre sementes e casca de jabuticabeira e verificaram que o ácido gálico e ácido elágico, foram os principais compostos não-antocianinas encontrados. Neste estudo, o composto ácido elágico apresentou teor de 41,4 mg/100g em FCJ e não foi encontrado em FSJ.

A presença do ácido elágico em maior concentração na farinha de casca de jabuticaba (FCJ) é positiva devido aos seus benefícios à saúde. Este polifenol possui propriedades antioxidantes, anti-inflamatórias e potencial anticancerígeno, ajudando a combater radicais livres e protegendo as células contra danos oxidativos (Sharifi-Rad et al., 2022). Além disso, pode contribuir para a saúde cardiovascular ao reduzir a oxidação do colesterol LDL (Lahlou; Silva, 2024).

Abe et al. (2012) determinaram que a jabuticaba, da família Myrtaceae, possui os maiores teores de ellagitaninas, enquanto não encontraram ácido elágico em nenhuma cultivar de uvas analisadas. Derivados do ácido elágico atraem interesse científico por suas atividades antioxidantes, antiproliferativas, cardioprotetoras e inibição da enzima conversora de angiotensina (Sharifi-Rad et al., 2022; Carvalho; Lahlou; Silva, 2024). À medida que os frutos amadurecem, os níveis de antocianinas aumentam e os teores de taninos e ácido elágico total diminuem (Abe et al., 2012).

Na fase madura, a contribuição para o conteúdo elágico total segue a proporção de 1:3:1 (polpa:casca:semente), com comportamento semelhante para taninos (Abe et al., 2012). Embora o ácido elágico não tenha sido detectado nas sementes, estas podem conter outros compostos benéficos. Assim, a presença de ácido elágico em FCJ é vantajosa, e o uso combinado de diferentes partes da planta pode maximizar os benefícios nutricionais.

Ácido cafeico é um ácido fenólico com alta atividade antioxidante e anti-inflamatória, normalmente encontrado no grão do café, vinho e maçãs (Oliveira; Bastos, 2011). A FSJ apresentou um teor elevado desse composto em comparação a FCJ e as demais farinhas. Desde a variedade, metabolismo, composição, densidade, tamanho das bagas, bem como à posição dos cachos e às condições ambientais podem refletir na produção de compostos polifenóis (Du Plessis et al., 2017; Guler, 2022).

O ácido clorogênico foi detectado em FFSH, FCU e FSU. Esse composto apresenta ações biológicas benéficas para a regulação da glicose e o desenvolvimento do diabetes tipo 2, inibindo a absorção de glicose relacionada ao Na<sup>+</sup> e a secreção de insulina (Tunnicliffe et al., 2015). E ainda está associado à redução do estresse inflamatório e oxidativo (Liang; Kitts, 2015).

Dentre os flavonoides, o composto kaempferol não foi identificado em nenhuma amostra, e a naringina foi determinada somente em FCH (27,54 mg/100g). Este composto é comumente encontrado em frutas cítricas, conhecido por seus efeitos antioxidantes, anti-inflamatórios e potencial para melhorar a saúde cardiovascular (Chen; Wang; Li, 2016), e embora esteja presente em menor quantidade e apenas em FCH, sua presença é benéfica.

A quercetina foi o principal compostos encontrado em farinhas de uva e jabuticaba, em especial em FCU (295,01 mg/100g) e FSJ (540,48 mg/100g). Este poderoso antioxidante pode ajudar a reduzir a inflamação, melhorar a função imunológica e proteger contra doenças cardíacas e câncer, tornando sua presença extremamente vantajosa.

Rutina e miricetina também foram identificadas nas farinhas, com destaque para FCH, que apresentou 233,17 mg/100g. Ambos os compostos possuem propriedades antioxidantes e anti-inflamatórias, contribuindo para a proteção celular e a prevenção de doenças crônicas (Ganeshpurkar; Saluja, 2017). Portanto, a presença e a alta concentração desses flavonoides nas farinhas de uva e jabuticaba são muito benéficas para a saúde.

#### 5.2.4 Determinação de compostos voláteis individuais

A tabela 11 apresenta a identificação dos compostos voláteis encontrados nas farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco, associando esses compostos aos seus respectivos odores e ao conteúdo relativo em diferentes amostras.

No total, 119 diferentes compostos voláteis foram identificados nas farinhas. Em destaque a FCJ com 29 diferentes compostos detectados, seguida da FCU com 22 tipos de

compostos, FFSH com 16 compostos, FSJ com 15 compostos, FSU com 10 compostos e FCH com 8 compostos diferentes.

Esses compostos pertencem principalmente à classe dos ésteres (27 compostos), terpenos (25 compostos), cetonas (17 compostos), ácidos carboxílicos (10 compostos), aldeídos (10 compostos), álcoois (9 compostos), alcanos (9 compostos), lactonas (4 compostos), furanos (2 compostos), fenóis (2 compostos) e 4 outros compostos (cumarina, octadecan-2-ona, heptadecan-2-ona, nonadecan-2-ona). Os ésteres e os terpenos são as classes predominantes, seguidos por cetonas e ácidos carboxílicos.

Os álcoois apresentam a maior proporção de área de pico em relação à área total de pico de todas as farinhas, representando 45,8% da área total, seguido dos aldeídos com 19,3% da área total, e ésteres com 12,7% da área total.

Ao analisar os compostos encontrados em FCJ, o principal composto é o etanol (31,18%). Certos vegetais naturalmente contêm etanol em suas matrizes, devido a processos metabólicos ou pela degradação de outros compostos orgânicos. As matérias-primas analisadas podem ter altos níveis de precursores que se transformam em etanol. O método de extração por headspace pode volatilizar e concentrar compostos como o etanol, aumentando a sua detecção. Durante o aquecimento a 80 °C por 30 min, compostos voláteis são liberados e capturados mais eficientemente, podendo explicar o alto teor identificado.

O segundo composto majoritário identificado Dímero de glicolaldeído (14,31%), O dímero de glicolaldeído é um composto químico resultante da união de duas moléculas de glicolaldeído, um aldeído simples com a fórmula  $\text{HOCH}_2\text{CHO}$ . Esse dímero, conhecido como 1,2-etilenoglicolaldeído, possui a fórmula  $\text{HOCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CHO}$ . Ele se forma através de uma reação de condensação em soluções aquosas de glicolaldeído, onde as moléculas interagem e se combinam. O dímero é relevante em estudos de química orgânica e pode ter aplicações na síntese de outros compostos químicos ou no entendimento de reações envolvendo aldeídos.

**Tabela 11.** Compostos voláteis identificados e odor correspondente em farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.

Compostos	Odor relacionado	TR	Conteúdo relativo (%)					
			FCU	FSU	FCJ	FSJ	FCH	FFSH
2-metilfuran	Éter e chocolate	2,80	–	–	–	1,66	–	–
Acetato de etila	Abacaxi	2,90	–	0,43	–	1,21	–	–
Acetaldeído	Picante e frutado	3,12	12,74	6,24	12,82	1,02	56,60	3,80

<b>Dímero de glicolaldeído</b>	Ceroso, cítrico e gorduroso	3,15	–	10,08	14,31	3,36	–	–
<b>3-Metilbutanal</b>	Frutado, tostado e maltado	3,25	–	–	–	–	–	19,06
<b>Etanol</b>	Alcoólico e doce	3,54	38,68	74,54	31,18	77,80	–	13,25
<b>Pentanal</b>	Farinha, casca de grão, batata assada e carne cozida	4,15	–	–	–	–	–	0,73
<b>2,3-Butanediona</b>	Semelhante ao cloro	4,16	4,28	–	–	–	–	–
<b>2-metil-1-propanol</b>	Etéreo	5,28	–	–	–	1,81	–	–
<b>Éster butil</b>	Frutado, vinagre e azedo	5,83	0,86	0,64	–	–	–	–
<b>Hexanal</b>	Frutado, herbáceo e floral	6,04	1,76	0,26	–	0,48	0,59	4,48
<b>6.6-dimetil-2-metileno</b>	Herbáceo	6,27	0,76	–	–	–	–	–
<b>5-Decino</b>	nd.	7,84	–	–	–	–	–	2,89
<b>2-Ácido butanóico</b>	Pungente	8,02	1,06	–	–	–	–	–
<b>1-Penten-3-ol</b>	Pungente e frutado	8,07	–	–	–	–	0,15	–
<b>Heptanal</b>	Herbáceo	8,47	–	–	–	–	0,22	–
<b>d-limoneno</b>	Cítrico	8,68	13,60	4,91	–	–	–	0,89
<b>Eucaliptol</b>	Frescor, semelhante a cânfora	8,87	–	–	0,28	0,59	–	–
<b>1-Decino</b>	nd.	9,50	–	–	–	–	–	35,61
<b>2-Pentilfurano</b>	Frutado e feijão verde	9,55	–	–	–	–	0,12	–
<b>trans-β-ocimeno</b>	Herbáceo e amadeirado	9,69	–	–	0,24	–	–	–
<b>γ-terpireno</b>	Herbáceo e cítrico	9,94	3,03	0,72	–	–	–	–
<b>1-Pentanol</b>	Fermentado, Arroz doce, grama, cozido	10,39	–	–	–	–	0,15	0,24
<b>o-Cimeno</b>	Cítrico e limão	10,65	1,35	–	0,22	–	–	–
<b>Hexil acetato</b>	Frutado e herbáceo	10,85	4,03	0,64	–	–	–	–

<b>Octanal</b>	Aldeídico	11,31	0,85	–	–	–	0,23	–
<b>6-Metil-5-hepteno-2-ona</b>	Cogumelo, terroso e amadeirado	12,62	0,66	–	–	–	–	0,81
<b>Nonanal</b>	Gorduroso, cítrico e verde	14,09	2,50	–	–	–	–	–
<b>Ácido hoxanóico</b>	Gorduroso, queijo e ceroso	14,56	0,98	–	–	–	–	0,17
<b>Copaeno</b>	Madeira e especiarias	15,52	–	–	2,13	–	–	–
<b>Ácido acetico</b>	Frutado, vinagre e azedo	15,80	1,20	1,54	11,05	7,11	36,28	13,81
<b>Furaldeído</b>	Amêndoado	16,04	7,20	–	3,14	0,23	5,81	3,24
<b>2,3-butanodiol</b>	Inodoro	17,89	2,83	–	2,10	–	–	–
<b>Linalol</b>	Floral, lavanda e limão	18,02	–	–	0,68	0,30	–	–
<b>Isoledeno</b>	nd.	18,43	–	–	1,56	–	–	–
<b>Cariofileno</b>	Erva, doce e especiarias	18,95	–	–	2,98	2,53	–	–
<b>Propileno glicol</b>	Ligeiramente éster	19,16	0,45	–	–	–	–	–
<b>1,2,4-Meteno-1H-indeno</b>	Laranja e rosas diluídas	19,22	–	–	0,75	–	–	–
<b>Alloaromadendreno</b>	Madeira e mel	19,82	–	–	0,55	–	–	–
<b>Benzenoacetaldeído</b>	Grão, vegetal cozido e enxofre	20,35	–	–	0,38	–	–	0,23
<b>Bicicloesquifelandreno</b>	Floral, cítrico e amadeirado	20,76	–	–	1,11	–	–	–
<b><math>\alpha</math>-terpinol</b>	Pimenta, amadeirado e terra	21,56	–	–	0,63	0,46	–	–
<b>Naftaaleno</b>	Naftalina ou semelhante ao benzeno	21,84	–	–	1,49	1,47	–	–
<b>Ciclohexano metanol</b>	Odor leve de cânfora	22,74	–	–	2,19	–	–	–
<b>2.4-ácido decanoico</b>	Pera Bartlett, frutado e doce	24,77	0,56	–	–	–	–	–
<b>2-naftalenometanol</b>	nd.	29,99	–	–	3,40	–	–	–

<b>Ácido nonanoíco</b>	Picante e gorduroso	30,09	–	–	–	–	–	0,81
<b>Agarospirrol</b>	nd.	30,14	–	–	1,37	–	–	–

\*As descrições de aroma baseadas em dados relatados na literatura (Ajarayasiri; Chaiseri, 2008; Cirlini et al., 2012; Rea; Patel, 2017; Freitas et al., 2020; Dias et al., 2021; Galvan-Lima et al., 2021; Juhari et al., 2021; Morais et al., 2022).

Quanto aos aromas em maior concentração, em destaque, o acetaldeído, apresenta odor picante e frutado, aparece com uma concentração significativa nas farinhas de uva e jabuticaba, com valores de 12,74% na farinha de semente de uva (FSU) e 12,82% na farinha de casca de jabuticaba (FCJ). O etanol conferindo um odor alcoólico e doce às amostras, principalmente em semente de uva (FSU - 74,54%) e semente de jabuticaba (FSJ - 77,80%). Além disso, o ácido acético, com odor frutado e azedo, aparece em concentrações relevantes na farinha de flores de hibisco (FFSH - 13,81%) e na farinha de casca de hibisco (FCH - 36,28%).

Observa-se uma diversidade de compostos em cada uma das amostras. A farinha de casca de uva (FCU), apresenta, por exemplo, o d-limoneno (cítrico), 2-metilfuran (éter e chocolate), e furaldeído (amêndoas), que contribuem para um perfil de aroma complexo. Já a farinha de semente de hibisco (FFSH) contém o 3-metilbutanal, com odor frutado e tostado, em uma concentração de 19,06%, sendo um dos compostos predominantes.

A farinha de semente de jabuticaba (FSJ), contém altos teores de etanol e acetaldeído, indicando que pode conferir características sensoriais fortes a produtos alimentícios. Por outro lado, a farinha de casca de hibisco (FCH) se destaca pelo alto teor de ácido acético, sugerindo um perfil sensorial mais ácido e pungente, comportamento verificado nos resultados de pH e perfil de compostos orgânicos.

Diante disso, é possível definir um perfil aromático para cada farinha. As farinhas de subprodutos de uva, FCU apresenta um perfil frutado, doce e levemente herbáceo (nota mais citada), com algumas notas alcoólicas e picantes. Já FSU, possui um perfil frutado e floral, com notas amadeiradas e alcólicas.

Nas farinhas de subprodutos de jabuticaba, a FCJ é predominantemente frutado e floral, com toques de acidez e notas alcoólicas. A FSJ apresenta um perfil frutado e doce, com notas amadeiradas e de especiarias. Quanto as farinhas de hibisco, FCH exibe perfil floral e cítrico, com notas de especiarias e herbáceas. E FFSH tem um perfil frutado, doce e levemente herbáceo, com notas frescas e aromáticas.

Esses perfis sugerem que os subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco têm potencial para aplicação não só na indústria alimentícia, mas também em fragrâncias e cosméticos, onde as nuances aromáticas podem ser exploradas de diferentes maneiras.

### **5.3 Extração de compostos bioativos por maceração das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco**

O conteúdo dos compostos fenólicos totais dos extratos, produzidos a partir das farinhas das cascas e sementes da uva e jabuticaba com diferentes solventes podem ser observados na Tabela 12. O teor de compostos fenólicos totais apresentou diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre os solventes utilizados para sua extração. Dentre os solventes analisados, o etanol 80% foi capaz de extrair mais compostos fenólicos das farinhas da casca da uva (321,40 mgEAG/100g), seguido pelo solvente etanol 50% (308,37 mgEAG/100g), embora os solventes hidroalcoólicos 10, 50, 70 e 80% não tenham apresentado diferença significativa.

A farinha de semente de uva (FSU) apresentou um teor maior de CFT extraídos com etanol 50% (350,23 mgEAG/100g), 80% (349,77 mgEAG/100g), e 10% (346,05 mgEAG/100g). No entanto, os solventes hidroalcoólicos 10, 50, 70 e 80% não apresentaram diferença significativa ( $p < 0,05$ ).

Já nas farinhas de jabuticaba (Tabela 12), os solventes hidroalcoólicos que se sobressaíram na casca foram Etanol a 50% (368,84 mgEAG/100g) e 10% (331,16 mgEAG/100g). Todos os solventes apresentaram diferença estatística para FCJ. Nas farinhas de semente de jabuticaba, os solventes 80% (463,72mgEAG/100g) e 70% (433,49 mgEAG/100g) apresentaram as melhores extrações e não diferiram estatisticamente entre si, embora tenham diferido dos demais solventes.

As farinhas das sementes, tanto para uva quanto para jabuticaba demonstraram maiores teores fenólicos, comportamento também observado no estudo de Rockenbach e colaboradores (2011) ao investigarem diversas cultivares de uvas, dentre elas a Isabel. De acordo com os autores o teor de fenólicos encontrados nas sementes foi maior 26,7% que na casca. Mas, neste estudo o teor de fenólicos das sementes pode ter sofrido influência do teor de fenólicos da casca, pois foram secos sem separação, e parte da polpa e casca pode ter aderido a semente.

Quanto as farinhas de hibisco (Tabela 12), a FCH com solvente hidroalcoólicos 80% (278,63 mg/100g) demonstrou melhores resultados, diferindo de todas os demais solventes. Já a FFSH apresentou a melhor extração com solvente Etanol a 10% (326,10 mg/100g), também diferindo dos demais solventes avaliados.

A adição de água aos solventes orgânicos facilita a extração devido os açúcares e proteínas ligados aos compostos fenólicos serem solúveis em água (Zielinski e Kozłowska, 2000). Um maior rendimento de extração de compostos fenólicos pode estar relacionado à natureza e ao grau de polaridade dos solventes (Casa-Grande et al., 2018).

De acordo com Morais *et al.* (2023) a concentração de compostos fenólicos pode ser classificada em baixa (<100 mg GAE/100 g), médio (100 – 500 mg GAE/ 100 g) e alto teor (>500 mg GAE/ 100 g). Portanto o método de extração por maceração foi eficaz e apresentou resultados satisfatórios. A simplicidade, custo-benefício e preservação de compostos sensíveis são fatores que reforçam a adequação desse método, mesmo que não tenha alcançado o teor máximo possível de fenólicos.

O consumo de alimentos ricos em compostos fenólicos é altamente recomendado, pois estes apresentam inúmeras propriedades fisiológicas, como antialérgicas, antiinflamatórias, antioxidantes, antitrombóticas e cardioprotetoras (Manach; Mazur; Scalbert, 2005; Morais et al., 2019; Rodríguez-Salazar et al., 2020). Nesse sentido, os compostos fenólicos presentes nas farinhas podem ser extraídos e incorporados em matrizes alimentares, com o intuito de aumentar suas propriedades funcionais e nutracêuticas.

**Tabela 12.** Teor de Compostos fenólicos totais (mgEAG/100g) em farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco em diferentes solventes.

Solventes (%)	Amostras					
	FCU	FSU	FCJ	FSJ	FCH	FFSH
<b>Etanol 10</b>	306,05 ± 2,12a	346,05 ± 4,01a	331,16 ± 2,09b	232,34 ± 4,23c	238,63± 0,96b	326,10 ± 1,26a
<b>Etanol 50</b>	308,37 ± 3,15a	350,23 ± 6,02a	368,84 ± 4,05a	314,42 ± 10,02b	240,47± 1,74a	105,53 ± 1,06e
<b>Etanol 70</b>	298,60 ± 1,19a	330,56 ± 11,11a	232,34 ± 6,08d	433,49 ± 9,03a	246,69± 1,01a	239,02 ± 1,09c
<b>Etanol 80</b>	321,40 ± 8,32a	349,77 ± 9,18a	297,21 ± 6,10c	463,72 ± 8,05a	278,63± 0,68a	251,18 ± 0,89b
<b>Água</b>	200,35 ± 10,01e	186,29 ± 1,22b	131,04 ± 4,33e	195,55 ± 1,06c	253,49± 0,10a	224,28 ± 1,13d

Médias ± desvio padrão. Letras iguais nas mesmas colunas não se diferenciam entre si pelo Teste de tukey com nível de significância  $p < 0,05$ . \*FCU = Farinha da casca da uva; FSU = Farinha da semente da uva; FCJ = Farinha da casca da jabuticaba; FSJ = Farinha da semente da jabuticaba; FCH = Farinha do cálice de hibisco; FFSH = Farinha do fruto com semente de hibisco.

O estudo seguiu com os solventes Etanol 10, 50 e 80% (Tabela 13), avaliando a atividade antioxidante pelo método DPPH e ABTS, e quantificando antocianinas, flavonoides e carotenoides.

A capacidade de sequestro de radicais livres das farinhas e diferentes concentrações de etanol foi investigada usando o ensaio de DPPH e ABTS. Logo, quanto maior a capacidade de sequestro/inibição do radical, maior a atividade antioxidante. Os resultados (Tabela 13) demonstraram maior percentual de inibição do radical livre dentre as farinhas foi obtido pelo método ABTS (30,84% a 99,57%). Esse método tem sido utilizado para avaliar compostos de caráter lipofílico e hidrofílico, obtendo resultados com melhor precisão, comparado ao DPPH (8,20 % a 90,79%). Diante disso, os resultados sugerem que os compostos fenólicos presentes nas farinhas FCU, FSU, FCJ, FSJ e FCH possuem um caráter mais polar.

Segundo Melo *et al.* (2008), a capacidade de sequestro de radicais livres em extratos de frutas pode ser classificada em três categorias: forte, moderada e fraca. Extratos que apresentam uma porcentagem de inibição superior a 70% são considerados como tendo uma forte capacidade de sequestro de radicais livres. Aqueles com uma porcentagem de inibição entre 50% e 70% são classificados como tendo uma capacidade moderada, enquanto extratos com uma porcentagem de inibição inferior a 50% são classificados como tendo uma capacidade fraca de sequestro de radicais livres.

Diante disso, FSU, FCJ, FSJ são consideradas com capacidade de inibição forte do radical DPPH, já para o radical ABTS são as farinhas FCU, FSU, FCJ, FSJ e FCH.

**Tabela 13.** Atividade Antioxidante (DPPH e ABTS), antocianinas e flavonoides em extratos hidroalcoólicos de farinha de uva, jabuticaba e hibisco.

Solventes/ Parâmetro	Amostras					
	FCU	FSU	FCJ	FSJ	FCH	FFSH
<b>DPPH (% sequestro do radical)</b>						
Etanol 10	42,03±0,30b	74,37±0,35b	81,09 ± 0,01a	84,32 ± 0,88a	9,45±1,40b	8,20±0,35b
Etanol 50	11,69±0,35a	86,81 ± 0,45a	75,87 ± 0,11b	89,55 ± 0,51a	35,57±0,35a	17,66±0,35a
Etanol 80	40,04±0,35a	88,30 ± 0,56a	88,05 ± 0,33a	90,79 ± 0,74a	26,61±0,35a	14,67±1,75a
<b>ABTS (% sequestro do radical)</b>						
Etanol 10	97,54 ± 0,20a	98,69 ± 0,20b	98,12 ± 0,16b	96,67 ± 0,20a	97,54±0,20a	21,68±0,23b
Etanol 50	99,57 ± 0,21a	98,41 ± 0,21a	99,40 ± 0,22b	99,27 ± 0,21a	99,56±0,21a	30,84±0,11a
Etanol 80	85,98 ± 0,20a	98,26 ± 0,40a	98,41 ± 0,10a	98,12 ± 0,20a	85,98±0,20a	29,66±0,11a
<b>Antocianinas (mg/100g)</b>						
Etanol 10	36,50 ± 0,22b	16,50 ± 0,21a	34,44 ± 0,05b	14,50 ± 0,01a	9,71 ± 0,08b	3,32 ± 0,13a
Etanol 50	57,09±0,21a	10,43 ± 0,15b	59,19 ± 0,09a	11,18 ± 0,10a	19,16 ± 0,21a	0,33 ± 0,01b
Etanol 80	26,82 ± 0,06b	16,01 ± 0,76a	27,58 ± 0,08c	9,98 ± 0,01a	21,78 ± 0,18a	5,94 ± 0,14a

<b>Flavonoides (mg/100g)</b>						
<b>Etanol 10</b>	73,21± 0,05b	73,39± 0,19a	126,96,12± 1,23b	49,56± 0,02b	29,91± 5,21b	4,25± 0,02b
<b>Etanol 50</b>	85,69 ±0,17a	66,42± 0,02b	266,82 ± 8,62a	36,56 ± 0,03b	46,40 ± 1,12b	4,18 ± 0,03b
<b>Etanol 80</b>	71,23 ± 0,06b	43,34 ± 0,11c	114,17 ± 2,21b	72,86 ± 0,06a	101,78± 0,06a	7,62 ± 0,06a
<b>Carotenoides (mg/100g)</b>						
<b>Etanol 10</b>	9,02 ± 0,30b	11,94 ± 0,57a	11,86 ± 0,71b	4,44 ± 0,51a	4,82 ± 0,53b	1,32 ± 0,02a
<b>Etanol 50</b>	14,58 ± 0,28a	7,04 ± 0,43b	17,33 ± 3,04a	5,68 ± 0,57a	7,10 ± 0,49a	0,15 ± 0,04b
<b>Etanol 80</b>	6,86 ± 0,08b	3,29 ± 0,31c	9,76 ± 1,90c	6,85 ± 0,31b	7,65± 0,03a	0,10 ± 0,06b

Médias ± desvio padrão. Letras iguais nas mesmas colunas não se diferenciam entre si pelo Teste de tukey com nível de significância  $p < 0,05$ . \*FCU = Farinha da casca da uva; FSU = Farinha da semente da uva; FCJ = Farinha da casca da jabuticaba; FSJ = Farinha da semente da jabuticaba; FCH = Farinha do cálice de hibisco; FFSH = Farinha do fruto com semente de hibisco.

Observa-se na Tabela 13 que o teor de antocianinas, flavonoides e carotenoides foi afetado pela concentração do solvente. A FCU obteve melhores concentrações de antocianinas, flavonoides e carotenoides em Etanol 50%, com 57,09 mg/100g, 85,69 mg/100g e 14,58 mg/100g, respectivamente. Já FSU obteve menores concentrações de antocianinas (10, 43 – 16,50 mg/100g), flavonoides (43,34 – 73,39 mg/100g) e carotenoides (3,29 – 11,94 mg/100g), destacando o solvente Etanol a 10%.

A FCJ demonstrou um teor de antocianinas maior em Etanol 50% (59,19 mg/100g). Esta farinha apresentou maiores teores de flavonoides comparados as demais (114,17 – 266,82 mg/100g), em especial com solvente Etanol 50%. O teor de carotenoides também foi melhor recuperado em Etanol a 50% (17,33mg/100g). Já FSJ apresentou valores de antocianinas entre 9,98 e 14,50 mg/100g, os flavonoides foram mais baixos (36,56 a 72,86 mg/100g) e carotenoides (4,44 a 6,85 mg/100g), os melhores valores foram encontrados em Etanol 80%.

Quanto ao hibisco, a FCH demonstrou uma menor quantificação de antocianinas comparada as farinhas pigmentadas (FCU e FCJ), variando entre 9,71 e 21, 78 mg/100g. Fato pode estar relacionado ao processo que envolve a separação desses pigmentos naturais da matriz vegetal do cálice, que é diferente da casca de jabuticaba e uva. No entanto, demonstraram um teor de flavonoides significativo (101,78 mg/100g). O teor de carotenoides foi ligeiramente maior em etanol 80% (7,65 mg/100g) embora não tenha apresentado diferença significativa com etanol 50% (7,10 mg/100g), pois esses pigmentos tendem a apresentar maior solubilidade em solventes apolares.

As farinhas de fruto com semente de hibisco (FFSH) demonstraram baixas concentrações destes bioativos, antocianinas variaram entre 0,33 a 5,94 mg/100g, flavonoides entre 4,18 e 7,62 mg/100g e carotenoides 0,10 e 1,32 mg/100g. Corroborando com o comportamento da atividade antioxidante.

Diante, aos resultados apresentados foram selecionados os solventes com melhores resultados de extração de compostos fenólicos, atividade antioxidante e compostos bioativos para serem submetidos a extração por combinação de maceração e percolação. Os solventes foram Etanol 80% (casca de uva) e Etanol 10% (semente de uva), Etanol 50% (casca de jabuticaba), Etanol 80% (semente de jabuticaba), Etanol 80% (cálice de hibisco) e Etanol 10% (fruto com semente de hibisco).

## **5.4 Extração de compostos bioativos por combinação de maceração e percolação/lixiviação das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco**

### 5.4.1 Caracterização dos extratos macerados e percolados sob a forma bruta e concentrada

Nota-se na tabela 14 que o pH dos extratos da casca de uva não apresentou diferença antes e após evaporação do solvente. Por outro lado, os extratos das sementes após evaporação do solvente se mostraram mais ácidos (5,51 – 4,94). O pH pode influenciar na estabilidade dos extratos, pois apresentam ainda concentrações de água e estão suscetíveis a deterioração.

Comparando os valores colorimétricos mostraram uma redução na luminosidade ( $L^*$ ), após evaporação indicando um escurecimento nos extratos, em especial entre EBFSU (51,87) e ECFSU (44,77), devido a concentração do extrato que ocorreu pela evaporação do solvente. O valor de  $a^*$  (intensidade vermelha) foi maior em extrato de casca de uva antes de evaporação, após, o valor diminuiu em direção a cor azul. Já para semente, ECFSU se mostrou mais vermelho após concentração. Pode ter ocorrido em função em função do acúmulo de pigmentos, determinado outra coloração. Os valores de  $b^*$  (tons amarelados), foram maiores em extratos de sementes, apresentando redução em relação ao extrato bruto (22,12 para 8,3).

O ângulo  $^{\circ}hue$  ( $h$ ) especifica a matiz de uma cor, que pode definir a cor como avermelhado, esverdeado, etc. Gráficamente,  $0^{\circ}$  é atribuído ao vermelho,  $90^{\circ}$  ao amarelo,  $180^{\circ}$  ao verde e  $270^{\circ}$  para azul (Cuadros et al., 2020). Todos os valores de extratos ficaram abaixo de  $90^{\circ}$ , confirmando que os extratos de casca se mostraram mais vermelhos e as sementes amareladas. O valor de ( $C^*$ ) indica a saturação da cor perceptível aos humanos, de acordo com a Tabela 3, foi maior em extratos brutos (EBFCU e EBFSU).

Nota-se o incremento significativo de compostos fenólicos após evaporação do solvente (Tabela 14). Para ECFCU em comparação ao EBFCU o incremento foi cerca de 12 vezes, e comparando EBFSU e ECFSU o aumento foi de 6 vezes. Estudos demonstram que polifenóis são termolábeis e sua extração é maior em temperaturas entre  $60$  e  $80^{\circ}C$  (Jokic et al., 2010; Zakari; Kamal, 2016; Antony; Farid, 2022). A temperatura também ainda impacta em diferentes

tipos de polifenóis extraídos (Antony; Farid, 2022). Ressalta-se que a extração por maceração+percolação ocorreu a temperatura ambiente (25 °C) e a evaporação a 55 °C.

As antocianinas, em comparação com outros corantes naturais (betalaínas, carotenoides, clorofilas), são mais estáveis em relação ao calor (Albuquerque et al., 2021). Observa-se um alto incremento de antocianinas em ECFCU (252,80), cerca de 9 vezes em relação a EBFCU (2275,20). O mesmo comportamento foi observado para flavonoides, na mesma proporção, indicando que o teor de flavonoides do extrato de casca de uva é influenciado em maior parte por antocianinas.

Ambos os métodos para quantificar atividade antioxidante demonstraram alto percentual de inibição de radicais livres. Para DPPH (98 e 99,50%) os valores de inibição foram maiores em extratos concentrados comparado a ABTS. Por outro lado, ABTS demonstrou valores de inibição maiores em extratos brutos (98,13 e 99,40%).

Sridhar e Charles (2019) encontraram inibições inferiores em extratos concentrados de sementes, casca e polpa de uva produzidos com água, etanol e acetona assistidos com ultrassom a temperatura ambiente. Os valores máximos de inibição do radical DPPH foram 95,71 %, 92,02% e 57,78%, para casca, semente e polpa, respectivamente.

**Tabela 14.** Caracterização dos extratos macerados e percolados brutos e concentrados de casca e semente de uva

Parâmetros	CASCA		SEMENTE	
	EBFCU	ECFCU	EBFSU	ECFSU
<b>pH</b>	5,23 ± 0,01a	5,23 ± 0,02a	5,51 ± 0,05a	4,94 ± 0,001b
<b>L*</b>	36,17 ± 3,79a	35,5 ± 1,53a	51,87 ± 2,12a	44,77 ± 1,00a
<b>a*</b>	4,77 ± 0,61a	1,12 ± 0,35d	1,68 ± 0,10c	2,10 ± 0,10b
<b>b*</b>	2,38 ± 0,15c	1,30 ± 0,20d	22,12 ± 0,15a	8,3 ± 0,06b
<b>°Hue (h)</b>	26,57 ± 2,80b	49,34 ± 4,73b	85,65 ± 0,53a	75,8 ± 0,68a
<b>Chroma (C*)</b>	5,20 ± 0,57b	1,49 ± 0,07c	8,88 ± 0,16a	8,3 ± 0,06a
<b>CFT (mgEAG/100g)</b>	332,27 ± 4,72c	4175,58 ± 17,26a	265,99 ± 12,74d	1787,79 ± 6,16b
<b>Carotenoides (mg/100g)</b>	78,34 ± 1,71c	706,16 ± 18,72a	52,33 ± 2,94d	269,68 ± 14,82b
<b>Flavonoides totais (mg/100g)</b>	324,74 ± 5,61c	2916,78 ± 27,77a	92,69 ± 1,29d	887,73 ± 4,28b
<b>Antocianinas (mg/100g)</b>	252,80 ± 6,84b	2275,20 ± 61,57a	10,79 ± 1,0d	53,97 ± 5,01c
<b>DPPH (% sequestro do radical)</b>	98,25 ± 0,35a	98,00 ± 0,70a	97,26 ± 1,75a	99,50 ± 1,40a
<b>ABTS (% sequestro do radical)</b>	99,40 ± 0,11a	93,14 ± 6,34a	98,13 ± 0,95a	97,54 ± 2,27a

Médias ± desvio padrão. Letras iguais nas mesmas colunas não se diferenciam entre si pelo Teste de tukey com nível de significância  $p < 0,05$  \*EBFCU = Extrato bruto da farinha da casca de uva; ECFCU = Extrato concentrado da farinha da casca de uva; EBFSU = Extrato bruto da farinha da semente de uva; ECFSU = Extrato concentrado da farinha da semente de uva

Os extratos da casca de jabuticaba (Tabela 15) se mostraram ligeiramente ácidos (4,39 – 4,19), após a evaporação tenha ocorrido uma redução neste valor, esta não foi uma redução significativa ( $p > 0,05$ ). A redução também foi observada em extratos de semente (ECFSJ), estes foram mais alcalinos comparados aos extratos de casca.

Ao avaliar a luminosidade ( $L^*$ ), os extratos de sementes foram mais claros em comparação aos das cascas. Comparando os valores colorimétricos mostraram uma redução discreta em  $L^*$ , após evaporação indicando um escurecimento nos extratos, em especial entre EBFSJ (50,68) e ECFSJ (42,73). O valor de  $a^*$  (intensidade vermelha) foi maior em extrato de casca de jabuticaba antes de evaporação, após, o valor diminuiu significativamente em direção a cor azul. Já para semente, ECFSJ se mostrou mais vermelho após concentração. Os valores de  $b^*$  (tons amarelados), foram maiores em extratos de sementes, apresentando redução em relação ao extrato bruto (20,10 para 11,52).

O ângulo  $^{\circ}$ hue (h) apresentou valores em direção ao ângulo  $0^{\circ}$  para extratos de cascas, em especial ao bruto (18,21). Os extratos de sementes (EBSFJ e ECSFJ) ficaram com a cor mais próximas de amarelo, como já demonstrado anteriormente em  $a^*$  e  $b^*$  e são denominadas amareladas.

Quanto ao CFT houve um aumento significativo de compostos fenólicos após evaporação do solvente (tabela 15). Esse aumento de CFT dos extratos concentrados em relação aos brutos foi de 6 vezes. Nota-se que embora tenha apresentado teores mais elevados de CFT em comparação aos extratos de uva, após a concentração não houve um aumento desses compostos. Esse comportamento pode estar relacionado a compostos presentes nos extratos serem mais instáveis a temperatura.

O teor de antocianinas recuperado após extração com a combinação de maceração e percolação (73,78 mg/100g) foi maior quando comparado somente a extração por maceração (59,19 mg/100g), mas foi menor quando comparado ao teor de antocianinas recuperadas em extratos de cascas de uva (252,80 mg/100g). De acordo com Sharidi (2012) algumas antocianinas são mais suscetíveis ao calor, em particular monoglicosídeos, por exemplo, cianidina-3-O-glicosídeo e pelargonidina-3-O-glicosídeo. A cianidina 3-glicosídeo é uma das principais antocianinas da casca da jabuticaba (Leite et al., 2011). Diante disso, é possível dizer que as antocianinas foram degradadas com a temperatura de  $45^{\circ}$  utilizada na evaporação de extratos concentrados.

O teor de flavonoides foi maior em EBFSJ (178,20 mg/100g) que EBFCJ (157,64 mg/100g), no entanto após a concentração o EBFCJ foi maior (1670,37 mg/100g). Ambos os

métodos para quantificar atividade antioxidante demonstraram alto percentual de inibição de radicais livres. Para DPPH (87,33 a 100%), entretanto os valores de inibição foram maiores.

**Tabela 15.** Caracterização dos extratos macerados e percolados brutos e concentrados de casca e semente de jabuticaba

Parâmetros	CASCA		SEMENTE	
	EBFCJ	ECFCJ	EBFSJ	ECFSJ
<b>pH</b>	4,39 ± 0,001b	4,19 ± 0,001b	5,28 ± 0,01a	5,18 ± 0,88a
<b>L*</b>	37,65 ± 0,26b	35,9 ± 1,13b	50,68 ± 0,58a	42,73 ± 1,33a
<b>a*</b>	5,02 ± 0,56a	3,58 ± 0,49b	1,55 ± 0,36d	2,62 ± 0,32c
<b>b*</b>	1,65 ± 0,31d	2,53 ± 0,15c	20,10 ± 1,02a	11,52 ± 0,94b
<b>°Hue (h)</b>	18,21 ± 4,77d	35,26 ± 4,45c	85,58 ± 1,05a	77,21 ± 1,14b
<b>Chroma (C*)</b>	4,89 ± 0,48c	4,32 ± 0,40c	20,16 ± 1,03a	11,81 ± 0,96b
<b>CFT (mgEAG/100g)</b>	436,63±4,52	2793,02±75,64a	299,42±9,81	1909,88±34,94b
<b>Carotenoides (mg/100g)</b>	27,63±1,36c	165,80±8,18a	6,98±0,18d	34,92±0,89b
<b>Flavonoides totais (mg/100g)</b>	157,64±5,18b	1670,37±5,52a	178,20±13,25b	1360,31±25,65a
<b>Antocianinas (mg/100g)</b>	73,78±2,43b	430,75±18,36a	5,12±0,12d	35,64±2,56c
<b>DPPH (% sequestro do radical)</b>	100±1,40a	96,01±4,22a	97,26±1,75a	100±0,70a
<b>ABTS (% sequestro do radical)</b>	87,33±8,82a	91,79±0,11a	94,67±0,83a	93,32±3,93a

Médias ± desvio padrão. Letras iguais nas mesmas colunas não se diferenciam entre si pelo Teste de tukey com nível de significância  $p < 0,05$ . \*EBFCJ = Extrato bruto da farinha da casca de jabuticaba; ECFCJ = Extrato concentrado da farinha da casca de jabuticaba; EBFSJ = Extrato bruto da farinha da semente de jabuticaba; ECFSJ = Extrato concentrado da farinha da semente de jabuticaba.

Quanto aos extratos produzidos com farinhas de hibisco (Tabela 16) apresentaram o pH mais baixo. Os extratos brutos (EBFCH) ficaram significativamente mais ácidos após concentração (ECFCH), variando de 3,67 para 2,37. Havlíková e Míková (1985) investigaram a estabilidade de antocianinas sob vários pH e temperaturas. Em temperaturas mais baixas (50–60°C), o pH desempenha um papel significativo na estabilidade térmica da antocianina. Isso significa que antocianinas dos extratos de farinha de cálice de hibisco são mais estáveis até temperaturas de 60°C.

Ao avaliar a luminosidade (L\*), os extratos frutas com sementes (EBFFSH e ECFFSH) foram mais claros em comparação aos das cascas. Comparando os valores colorimétricos mostraram uma redução em L\*, após evaporação indicando um escurecimento nos extratos, em especial entre EBFSJ (60,03) e ECFSJ (53,80), sendo os extratos mais claros em comparação aos extratos de sementes de uva e jabuticaba. O valor de a\* (intensidade vermelha) foi maior em extrato de cálice antes de evaporação, após, o valor diminuiu significativamente. Já para semente, tanto extrato bruto quanto concentrado ficaram próximos de 0, se mostrando neutro

tendendo ao verde. Os valores de  $b^*$  (tons amarelados), foram maiores em extratos de frutos com sementes, apresentando um discreto aumento (7,50 a 7,85), mas que não foi significativo.

O ângulo °hue (h) apresentou valores em direção ao ângulo  $0^\circ$  para extratos de cálices em especial ao bruto (10,79). Os extratos de frutos com sementes (EBFFSH e ECFFSH) ficaram com a cor mais próximas de amarelo, sendo denominadas amarelo-esverdeadas. O  $C^*$  demonstrou que EBFCH tem cores mais intensas (12,33), seguido de ECFFSH (7,90).

A proporção da forma vermelha das antocianinas, o chamado cátion flavínio, aumenta à medida que o valor de pH diminui. Além disso, outro fator importante que pode modificar a intensidade da cor e a tonalidade de uma solução aquosa contendo antocianinas é o fenômeno da copigmentação, que por sua vez é afetado pelo valor de pH, pela natureza do copigmento ou pela razão de concentração entre copigmentos e antocianinas (Boulton, 2001).

O teor de CFT foi maior em extratos concentrados, principalmente em ECFCH (1406,98 mg EAG/100g), apresentando um aumento de 4 vezes em relação ao extrato não evaporado (349,71 mgEAG/100g). O mesmo comportamento foi observado para os pigmentos bioativos carotenoides, flavonoides e antocianinas, exceto para extrato concentrado de farinha de cálice que apresentou uma concentração de 8 vezes seu teor de antocianinas.

Tanto o método DPPH quanto o ABTS indicaram uma alta capacidade antioxidante nos extratos de cálice de hibisco (FCH), com inibição dos radicais livres superiores a 80% em todos os casos. O método DPPH apresentou uma inibição de 82,40% para o extrato bruto e 100% para o concentrado, enquanto o método ABTS apresentou uma inibição de 100% para o extrato bruto e 86,88% para o concentrado.

Os extratos de fruto e semente de hibisco (FFSH) demonstraram alta capacidade antioxidante, com inibição de radicais DPPH de 99,91% para o extrato bruto e 61,44% para o concentrado. No entanto, a atividade antioxidante medida pelo método ABTS foi menor, com valores de 25,46% para o extrato bruto e 66,66% para o concentrado.

A redução da atividade antioxidante por DPPH após a concentração do extrato sugere que a evaporação do solvente polar (provavelmente etanol ou metanol) concentrou compostos polares, como flavonoides, diminuindo a proporção de compostos apolares, como carotenoides, responsáveis pela maior parte da atividade antioxidante medida pelo DPPH.

**Tabela 16.** Caracterização dos extratos macerados e percolados brutos e concentrados de cálice e fruto com semente de hibisco

Parâmetros	CÁLICE		FRUTO + SEMENTE	
	EBFCH	ECFCH	EBFFSH	ECFFSH
CFT (mgEAG/100g)	349,71±17,67c	1406,98±6,57a	217,44±10,01d	977,91±12,33b

<b>Carotenoides (mg/100g)</b>	42,25±0,98b	264,03±6,14a	5,75±0,27c	57,48±2,68b
<b>Flavonoides totais (mg/100g)</b>	221,28±5,18c	894,42±15,5a	71,87±0,10d	333,55±6,71b
<b>Antocianinas (mg/100g)</b>	160,39±6,31b	1336,56±13,75a	2,29±0,85d	22,91±4,68c
<b>DPPH (% sequestro do radical)</b>	82,40±2,82b	100±0,35a	99,91±0,004b	61,44±0,35c
<b>ABTS (% sequestro do radical)</b>	100±0,83a	86,88±2,51b	25,46±8,49d	66,66±12,22c

Médias ± desvio padrão. Letras iguais nas mesmas colunas não se diferenciam entre si pelo Teste de tukey com nível de significância  $p < 0,05$ . \*EBFCU = Extrato bruto da farinha da casca de uva; ECFCU = Extrato concentrado da farinha da casca de uva; EBFSU = Extrato bruto da farinha da semente de uva; ECFSU = Extrato concentrado da farinha da semente de uva

## 5.5 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR) das farinhas e extratos

A figura 15 apresenta os espectros de infravermelho das farinhas antes da extração (15A) e os resíduos das farinhas recolhidos após a extração por combinação de maceração e percolação (15B). Os espectros mostram fornecem informações sobre a composição molecular a partir da absorção em diferentes comprimentos de onda, associadas aos grupos funcionais presentes na amostra.

Observa-se que a região entre  $3600$  a  $3200\text{ cm}^{-1}$  correspondendo ao estiramento O–H, geralmente associado à umidade (Barbosa, 2007). O espectro indica absorção com maior intensidade em FCU e FSH, já em FSU, FCJ e FSH são menos intensas, comportamento observado no teor de umidade na Tabela 2.

Absorção próximo a  $2900\text{ cm}^{-1}$ , representam as ligações C–H, comuns em cadeias de carboidratos e lipídios. Observa-se que são mais intensas em FCU e FSH (Figura 15A) representando as farinhas secas, as farinhas após passarem por processo de extração apresentam menor intensidade, o que sugere que esses compostos foram extraídos para o extrato ou retidos nas camadas de algodão e filtro do percolador.

Verifica-se picos nas farinhas antes (exceto FCH) e após extração na região entre  $2960$  e  $2850\text{ cm}^{-1}$ , este é característico do grupo funcional C–H alifáticos, que são as principais ligações que a molécula de etanol possui. Esses resultados corroboram com compostos voláteis identificados, onde foi determinado etanol em nas amostras de farinhas antes da extração, exceto em FCH (Tabela 11).

Já, as bandas na região  $1760$ - $1650\text{ cm}^{-1}$  são características de grupos carboxila esterificados e não esterificados em pectinas, estando presentes nas farinhas FCH.

Bandas em torno de  $1700$ - $1600\text{ cm}^{-1}$ , indicam a presença de ligações duplas C=C, típicas em compostos aromáticos e alguns ácidos orgânicos. Nesse intervalo todas as farinhas

(Figura 15A) demonstraram picos intensos, corroborando com a tabela 11, que relata inúmeros compostos voláteis presentes nas farinhas secas, em especial a farinha FCH demonstrou picos com maiores intensidades. No entanto, as farinhas após extração demonstraram menos intensidade, fato pode ter ocorrido devido a extração desses compostos pelo solvente, os restando nos extratos.

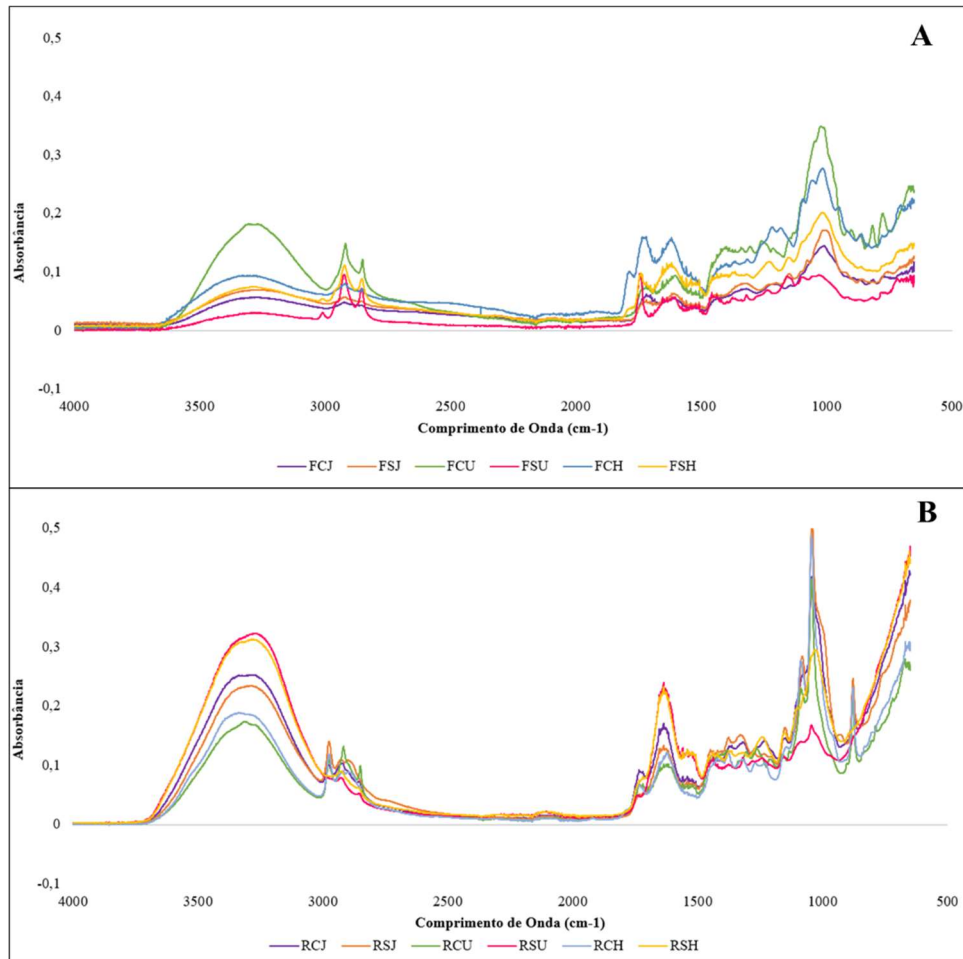
A região entre 1200 e 900  $\text{cm}^{-1}$  é denominada como a 'impressão digital' para carboidratos, indicativa de ligações C-O e C-C (Černá et al., 2003), sugerindo a presença de açúcares, polissacarídeos e celulose nas farinhas (15A). A FCU apresenta o maior pico no espectrograma (Figura 15A), corroborando com o perfil de carboidratos encontrados na Tabela 4, que apresentou maiores concentrações de açúcares individuais, juntamente com FCJ.

A presença de compostos fenólicos pode ser verificada pela observação simultânea de três bandas: 3600-3200  $\text{cm}^{-1}$  (alongamento O-H), 1410-1320  $\text{cm}^{-1}$  e 1260-1180  $\text{cm}^{-1}$ , resultante da interação da deformação angular do alongamento O-H e C-O (Barbosa, 2007). Verificados na figura 15A, mas em menor intensidade após a extração (Figura 15B)

Após o processo de extração, representado pelo espectro (Figura 15B), observa-se uma diminuição na intensidade das bandas associadas ao grupo O-H, o que indica uma redução de compostos polares e hidrofílicos, como fenóis e flavonoides, que foram extraídos pelo solvente.

As bandas de estiramento C-H, que correspondem a compostos apolares, como lipídeos e outros compostos orgânicos, também apresentam redução de intensidade, sugerindo que a extração com foi eficaz na remoção de parte dos lipídeos e compostos apolares.

Essas mudanças no espectro sugerem que os extratos obtidos podem ser ricos em compostos bioativos, o que reforça a viabilidade desses subprodutos para uso em aplicações funcionais na indústria alimentícia e farmacêutica.



**Figura 15.** Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR) das farinhas FCU - casca de uva e FSU - semente de uva; FCJ – casca de jabuticaba e FSJ – semente de jabuticaba e FCH – cálice de hibisco e FFSH – fruto com semente de hibisco; Antes da extração (A) e após extração (B).

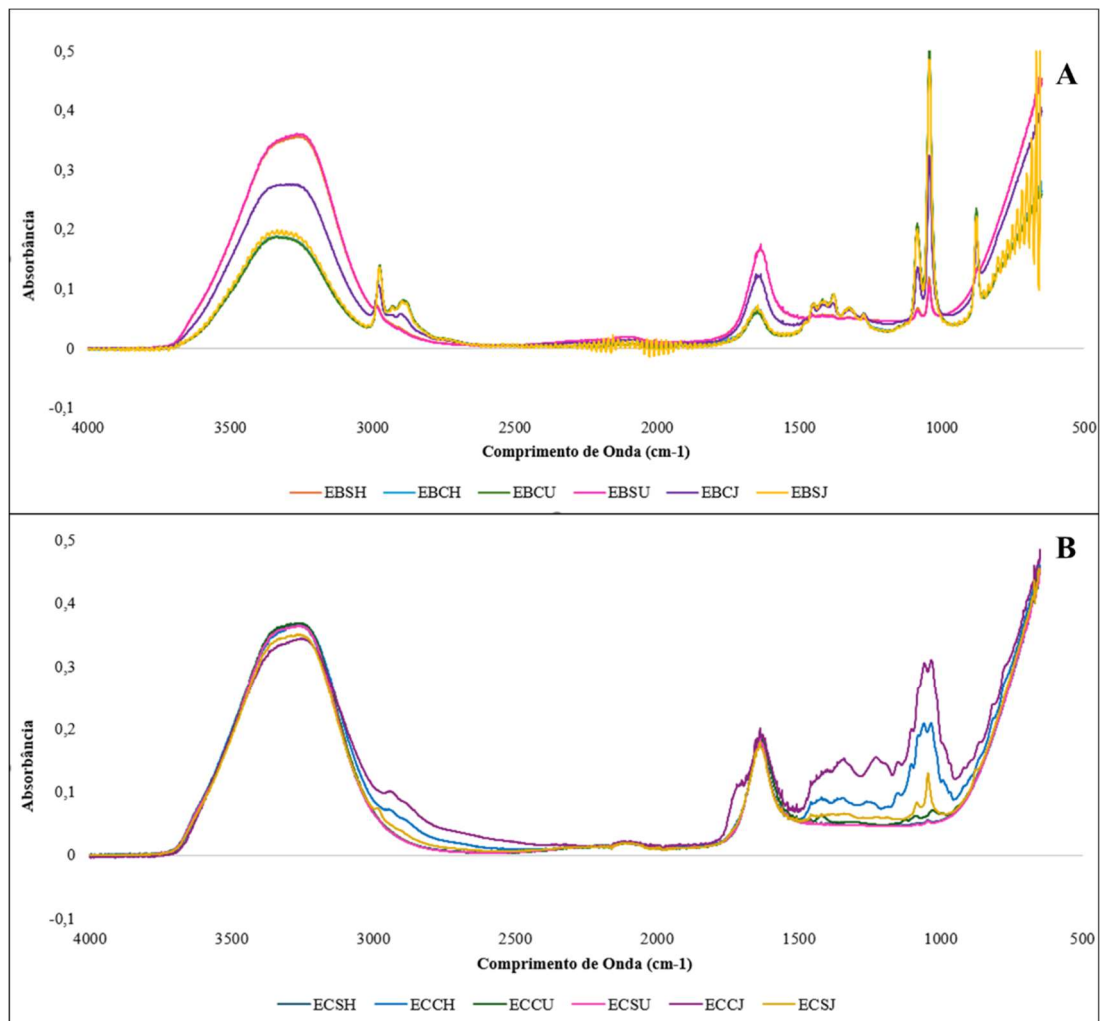
Os espectros FTIR-ATR foram analisados para encontrar estruturas químicas de compostos de extratos brutos (com solvente) e extratos concentrados (com evaporação de solvente) e avaliar se a concentração a 55°C causou alguma mudança nos extratos (Figuras 16A e 16B).

Os espectros dos extratos brutos demonstraram a diferença no conteúdo de água, observado na faixa entre 3600 e 3200  $\text{cm}^{-1}$  associada à vibração de alongamento de ligações simples OH, esperada, uma vez que possuem diferentes concentrações de etanol. Nota-se que a amostra de EBSJ demonstrou grande quantidade de grupos funcionais encontrados, bem como a EBSU (Figura 16A).

Os extratos concentrados, apresentaram bandas mais largas e definidas (Figura 16B) devido a concentração de compostos. A presença de compostos fenólicos pode ser verificada pela observação simultânea de bandas em três regiões: 3600-3200  $\text{cm}^{-1}$  (alongamento O-H),

1410-1320  $\text{cm}^{-1}$  e 1260-1180  $\text{cm}^{-1}$ , resultante da interação da deformação angular do alongamento O–H e C–O (Barbosa, 2007). Observadas com maior expressividade nos extratos concentrados (Figura 16B).

O pico localizado em 2930  $\text{cm}^{-1}$  foi correspondendo ao alongamento assimétrico do  $\text{CH}_2$  (Ricci et al., 2015) observado nos extratos brutos. Observa-se ainda, bandas em torno de 1700  $\text{cm}^{-1}$  a 1600  $\text{cm}^{-1}$  que indicam a presença de estiramentos C=C, característicos de compostos aromáticos, como flavonoides.



**Figura 16.** Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR) dos extratos brutos (antes da remoção do etanol - **A**): EBFCU - casca de uva e EBFSU - semente de uva; EBFCJ - casca de jabuticaba e EBFSJ - semente de jabuticaba e EBFCJ - cálice de hibisco e EBFFSH - fruto com semente de hibisco; Extratos concentrados (após a concentração - **B**): ECFCU - casca de uva e ECFSU - semente de uva; ECFCJ - casca de jabuticaba e ECFSJ - semente de jabuticaba e ECFCH - cálice de hibisco e ECFFSH - fruto com semente de hibisco

## 5.6 Determinação de perfis cromatográficos dos extratos concentrados

### 5.6.1 Carboidratos

Observa-se na Tabela 17 uma maior concentração de glicose na farinha da casca da uva (ECFCU) (81,81 g/L), enquanto a menor concentração foi registrada na farinha da semente da uva (ECFSU) (1,92 g/L). Isso sugere que a casca da uva retém mais glicose que as sementes ou outras partes das frutas analisadas, o que pode ser explicado por diferenças estruturais ou funcionais no tecido da fruta, ou mesmo pelo processamento dos subprodutos.

A frutose também está mais presente na casca da uva (114,07 g/L), seguido pela farinha da casca de jabuticaba (ECFCJ) com 17,56 g/L. O baixo nível de frutose no extrato da semente de hibisco (0,39 g/L) destaca uma composição bem diferente para essa amostra. Esse fato pode ser importante ao considerar o uso desses subprodutos em formulações alimentares voltadas para diferentes perfis de consumo energético e dietético.

A sacarose foi detectada em quantidades moderadas em todas as amostras, com exceção do extrato da semente de uva (ECFSU), onde não foi detectada (nd). A amostra com maior concentração de sacarose foi a casca de jabuticaba (27,56 g/L), o que pode ser interessante do ponto de vista sensorial, já que a sacarose contribui para a doçura nos alimentos.

O total de açúcares também mostra variação significativa entre as amostras, com os extratos de casca da uva (218,94 g/L) e da casca da jabuticaba (72,28 g/L) contendo as maiores quantidades de carboidratos. Já as sementes e o fruto com semente de hibisco apresentam valores bem mais baixos. Essa diferença pode impactar diretamente o potencial de utilização desses subprodutos em diferentes aplicações industriais e de consumo, como alimentos funcionais e nutracêuticos (Routray; Orsat, 2019).

A variação entre as amostras pode ser explicada por fatores intrínsecos às frutas e ao processamento dos subprodutos. O teor de carboidratos afeta diretamente o potencial de fermentação, a doçura, e as propriedades físicas dos produtos, como viscosidade e textura, sendo características importantes para a formulação de alimentos e bebidas (Ródriguez-Solana et al., 2021).

**Tabela 17.** Carboidratos dos extratos concentrados das farinhas de uva, jabuticaba e hibisco.

Padrões (g/L)	Amostras					
	ECFCU	ECFSU	ECFCJ	ECFSJ	ECFCH	ECFFSH
<b>Glicose</b>	81,81	1,92	27,56	1,31	9,44	1,31
<b>Frutose</b>	114,07	1,35	17,16	2,67	9,20	0,39
<b>Sacarose</b>	23,06	nd	27,56	4,56	9,71	1,02
<b>Açúcares totais</b>	218,94	3,27	72,28	8,54	28,35	2,72

\*nd: Não detectado. \*ECFCU = Farinha da casca da uva; ECFSU = Farinha da semente da uva; ECFCJ = Farinha da casca da jabuticaba; ECFSJ = Farinha da semente da jabuticaba; ECFCH = Farinha do cálice de hibisco; ECFFSH = Farinha do fruto com semente de hibisco.

### 5.6.2 Minerais

A tabela 18 mostra os teores de macro e microminerais nos extratos concentrados das extraídos das farinhas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco. No geral, os níveis de macroelemento podem ser apresentados em ordem decrescente da seguinte forma: N > K > P > Mg > Ca > S, já os microelementos Fe > Cu > Zn > Mn.

**Tabela 18.** Teores de macro e microminerais dos extratos concentrados das farinhas de uva, jabuticaba e hibisco.

	Amostras						RDI**
	ECFCU	ECFSU	ECFCJ	ECFSJ	ECFCH	ECFFSH	
<b>Macrominerais (mg/100g)</b>							
<b>N</b>	496 ± 0,12	333 ± 0,93	493 ± 0,45	246 ± 0,22	4122 ± 1,96	1142 ± 0,89	-
<b>P</b>	19 ± 0,10	46 ± 0,99	109 ± 0,09	10 ± 0,69	251 ± 0,55	47 ± 0,56	700
<b>K</b>	80 ± 1,12	400 ± 0,12	960 ± 0,24	80 ± 0,82	1400 ± 1,0	300 ± 0,74	-
<b>Ca</b>	20 ± 1,02	40 ± 0,24	82 ± 0,11	30 ± 0,10	70 ± 0,15	50 ± 1,23	1000
<b>Mg</b>	10 ± 0,05	30 ± 0,11	81 ± 0,87	20 ± 0,66	150 ± 0,91	70 ± 0,87	260
<b>S</b>	nd	nd	24 ± 0,12	nd	16 ± 0,10	nd	-
<b>Soma</b>	545	849	1,749	386	6,009	1,609	
<b>Microminerais (mg/100 g)</b>							
<b>Cu</b>	0,13 ± 0,12	0,20 ± 0,04	1,47 ± 0,11	0,15 ± 0,04	0,13 ± 0,12	0,17 ± 0,01	0,9
<b>Fe</b>	2,25 ± 2,11	1,71 ± 0,54	2,26 ± 0,56	3,33 ± 1,03	1,58 ± 0,49	1,42 ± 0,16	14
<b>Mn</b>	0,05 ± 0,01	0,04 ± 0,01	0,49 ± 0,14	0,04 ± 0,09	0,10 ± 0,08	0,13 ± 0,02	2,3
<b>Zn</b>	nd	0,06 ± 0,03	0,49 ± 0,09	1,65 ± 0,13	0,49 ± 0,19	0,37 ± 0,01	7
<b>Soma</b>	2,43	4,44	4,71	5,17	2,3	2,09	

\*nd: Não detectado \*ECFCU = Extrato concentrado de farinha da casca da uva; ECFSU = Extrato concentrado de farinha da semente da uva; ECFCJ = Extrato concentrado de farinha da casca da jabuticaba; FSJ = Extrato concentrado de farinha da semente da jabuticaba; ECFCH = Extrato concentrado de farinha do cálice de hibisco; Extrato concentrado de ECFFSH = farinha do fruto com semente de hibisco. \*\*IDR=Ingestão diária recomendada para adultos saudáveis (Brasil, 2005).

É possível observar na tabela 18, que o extrato concentrado de hibisco (ECFCH) apresenta um valor elevado de nitrogênio (N) (4122 mg/100g), acima dos demais extratos. Indicando que o extrato contém um alto teor de proteínas. O extrato da farinha de fruto com semente de hibisco (ECFFSH) também apresenta altos níveis de nitrogênio (1142 mg/100g), reforçando dados deste estudo quanto ao teor de proteínas (Tabela 3) e confirmando alta concentração proteica dessa planta. A casca da uva (ECFCU) e a casca da jabuticaba (ECFCJ),

por outro lado, possuem valores mais baixos, o que sugere que essas partes das frutas são menos ricas em proteínas.

O potássio (K) apresenta comportamento similar, com o hibisco destacando-se com um valor mais elevado (1400 mg/100g), seguido pela semente de uva (960 mg/100g). O hibisco é conhecido por ser uma boa fonte de minerais, e o potássio é fundamental para o funcionamento celular e o equilíbrio eletrolítico (Keyata et al., 2021). A quantidade de potássio nas cascas de uva e jabuticaba é significativamente menor, o que sugere que essas partes das frutas não são tão relevantes para o armazenamento desse mineral.

No que diz respeito ao fósforo (P), o cálice do hibisco (ECFCH) se destaca (251 mg/100g), seguido do extrato ECFCJ (109 mg/100g). De acordo com a ingestão diária recomendada (700mg/dia), a ingestão de 100 gramas de extrato de cálice de hibisco atenderia a 35,71% do recomendado. No entanto, extratos vegetais são geralmente usados em pequenas quantidades e, portanto, sua contribuição para a ingestão reduziria (Witkowicz, 2016).

O magnésio segue uma tendência semelhante, com hibisco (ECFCH) e casca de jabuticaba (ECFCJ) apresentando os maiores valores (150 mg e 81 mg/100g, respectivamente). O cálcio, outro mineral importante, também é mais abundante em casca de jabuticaba e cálice de hibisco (82 e 70 mg/100g, respectivamente).

Ao comparar os resultados de extratos com os encontrados para as farinhas utilizadas na extração (Tabela 5), os valores de nitrogênio (N), potássio (K), cálcio (Ca), magnésio (Mg), e fósforo (P) são mais elevados do que nos extratos concentrados (Tabela 18). No entanto, para as amostras de cálice de hibisco houve um aumento significativo de Nitrogênio (N) de cerca de 3 vezes o valor da encontrado na farinha de hibisco.

Oligoelementos como zinco, manganês, cobre, e ferro desempenham um papel importante no combate ao estresse oxidativo, sendo componentes da defesa enzimática (Biel et al., 2019). A casca da jabuticaba (ECFCJ) se destaca como fonte de cobre (1,47 mg/100g), o que pode estar relacionado com a capacidade das cascas de frutas de proteger contra fatores externos, como radiação ultravioleta, onde o cobre pode desempenhar um papel antioxidante.

No que diz respeito ao ferro, as farinhas de jabuticaba se destacam, onde ECFSJ e ECFCJ apresentam uma concentração de 3,33 mg/100g e 2,26 mg/100g, respectivamente. O ferro é essencial para o funcionamento de certas enzimas que protegem o corpo contra radicais livres, como a catalase, que decompõe o peróxido de hidrogênio, um subproduto potencialmente nocivo do metabolismo celular (Halliwell; Gutteridge, 2015). Embora o excesso de ferro possa promover a formação de radicais livres por meio da reação de Fenton,

em níveis adequados ele participa de reações críticas que ajudam a manter o equilíbrio redox, contribuindo para a saúde celular.

O manganês, necessário para várias funções enzimáticas nas plantas e no corpo humano, é encontrado em maiores quantidades no ECFCJ (0,49 mg/100g). Já o zinco, outro micronutriente essencial, é encontrado em maior concentração no ECFSJ (1,65 mg/100g), o que pode ser uma resposta da fruta à necessidade de proteção contra agentes patogênicos e ambientais, já que o zinco é importante para a função imunológica nas plantas (Mousavi et al., 2024). A deficiência de zinco é frequentemente causada por desnutrição, consumo de alimentos pouco diversificados ou doenças (Biel et al., 2019).

Ao comparar com o encontrado neste estudo para farinhas, observa-se o mesmo comportamento de redução nos teores após o processo de extração. A maior redução entre microminerais foi observada nos teores de zinco (Zn), que não foi detectado no extrato da farinha de casca de jaboticaba (ECFCJ), foram quase eliminados no extrato concentrado (ECFSJ). Dentre os extratos, ECFCU e ECFSU apresentaram as maiores reduções.

O processo de extração por maceração aliado a percolação, e ainda a concentração dos extratos resultou em uma diminuição significativa na concentração de macro e microminerais em comparação com as farinhas. O que pode ser explicado ao fato de que muitos minerais não são totalmente extraídos ou podem ser eliminados durante o processo de concentração dos extratos. Mesmo assim, os extratos apresentam minerais essenciais, embora em menor quantidade na maioria das amostras, podendo ser utilizados em formulações industriais onde há interesse em manter a presença desses minerais, ou ainda fortificar/enriquecer alimentos pobres nesses elementos.

### 5.6.3 Compostos fenólicos

A tabela 19 demonstra os compostos fenólicos individuais encontrados nos extratos concentrados de subprodutos das farinhas de uva, jaboticaba e hibisco. Os principais compostos fenólicos presentes nos extratos, quanto a sua concentração, foram teobromina, trigonelina, ácido gálico e catequina (Tabela 19).

**Tabela 19.** Compostos fenólicos individuais em extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.

Composto (mg/L)	Amostras					
	ECFCU	ECFSU	ECFCJ	ECFSJ	ECFCH	ECFFSH
Trigonelina	20,3±0,6	4,0±0,6	754,2±0,9	140,7±0,1	23,9±0,5	327,5±1,3
Ácido gálico	10,8±0,3	7,7±0,1	134,7±0,0	766,6±0,1	9,9±0,6	nd
Teobromina	18,6±1,2	0,1±0,0	43,0±0,1	163,3±0,3	1250,2±5,1	21,3±1,2
Catequina	27,2±3,6	256,7±2,7	115,1±0,0	346,4±0,5	19,9±1,1	3,5±0,1
Clorogênico	nd	2,2±0,0	nd	nd	522,7±2,3	20,7±1,4
Cafeico	77,2±1,2	21,2±0,5	11,1±0,0	19,5±0,1	3,5±0,1	0,1±0,0
Ácido siringico	124,9±4,9	0,6±0,1	nd	nd	22,7±0,9	0,3±0,0
Vanilina	nd	nd	2,2±0,2	15,7±0,5	29,3±0,7	0,8±0,1
p-cumárico	17,2±2,2	0,6±0,0	1,4±0,0	1,7±0,2	nd	5,8±0,2
ferrulico	Nd	nd	nd	nd	7,3±0,7	nd
m-cumárico	3,0±0,0	nd	1,5±0,7	1,5±0,0	nd	nd
o-cumárico	nd	nd	nd	nd	5,5±0,3	0,2±0,0
Resveratrol	nd	nd	85,2±2,9	nd	nd	nd
Ácido Rosmarinico	nd	nd	nd	nd	nd	nd
Trans-cinâmico	4,3±0,0	nd	2,1±0,0	nd	2,0±0,2	nd

\*nd: Não detectado. \*ECFCU = Extrato concentrado de farinha da casca da uva; ECFSU = Extrato concentrado de farinha da semente da uva; ECFCJ = Extrato concentrado de farinha da casca da jabuticaba; FSJ = Extrato concentrado de farinha da semente da jabuticaba; ECFCH = Extrato concentrado de farinha do cálice de hibisco; Extrato concentrado de ECFFSH = farinha do fruto com semente de hibisco. \*\*IDR=Ingestão diária recomendada para adultos saudáveis (Brasil, 2005).

O extrato ECFCJ apresentou o maior conteúdo de trigonelina (754,2 mg/L), seguido pelo ECFFSH com 327,5 mg/L. A principal fonte comercial de trigonelina é o café (até 720 mg/100g) e subprodutos de café (até 6260 mg/100g) (Konstantinidis et al., 2023). Isso indica uma alta concentração desse alcaloide em ambas as amostras, o que pode contribuir com propriedades antimicrobianas, anticariogênicas, antioxidantes, antilipidêmicas, hipocolesterolêmicas e hipoglicêmicas (Özçelik et al., 2011; Bhandarkar et al., 2021; Pinheiro et al., 2021; Nazir Lone et al., 2020). Recentemente, também foi identificada sua capacidade de proteger contra a formação de pedras nos rins (Peerapen et al., 2022).

O extrato ECFSJ apresentou a maior concentração de ácido gálico (766,6 mg/L), enquanto o ECFCJ também mostrou uma quantidade significativa (134,7 mg/L). O ácido gálico é conhecido por suas propriedades antioxidantes e anti-inflamatórias, e essas concentrações indicam que os extratos de jabuticaba são fontes promissoras desse composto. Inada et al. (2015) identificaram o ácido gálico como principal composto fenólico de uma mistura entre sementes e casca de jabuticaba.

Quanto a teobromina, os extratos ECFCH e ECFSJ apresentaram alta concentrações desse composto, com 1250,2 mg/L e 163,3 mg/L, respectivamente. A teobromina é um alcaloide

presente em cacau, com propriedades estimulantes semelhantes à cafeína, e sua presença em hibisco sugere novos potenciais usos desse extrato (Zhang; Björn, 2009). Até o momento, nenhum estudo encontrou esse composto presente em hibisco, especialmente em extratos.

A catequina é mais concentrada no extrato da semente de uva (ECFSU) com 256,7 mg/L, enquanto o extrato da semente de jabuticaba (ECFSJ) apresentou a maior quantidade entre os extratos de jabuticaba (346,4 mg/L). Como antioxidante poderoso, a catequina desempenha um papel importante na prevenção de doenças cardiovasculares e neurodegenerativas. Em relação aos efeitos neuroprotetores, descobriu-se que as catequinas, especialmente a epigallocatequina, atravessam a barreira hematoencefálica e ajudam a prevenir a degeneração neuronal, mitigando o estresse oxidativo, inibindo o acúmulo de beta-amilóide e reduzindo a inflamação (Sheng et al., 2023).

O cálice de hibisco (ECFCH) apresentou um teor significativo de ácido clorogênico (522,7 mg/L). Esse composto apresenta ações biológicas benéficas para a regulação da glicose e o desenvolvimento do diabetes tipo 2, inibindo a absorção de glicose relacionada ao Na<sup>+</sup> e a secreção de insulina (Tunnicliffe et al., 2015). E ainda está associado à redução do estresse inflamatório e oxidativo (Liang; Kitts, 2015). Esse dado destaca o potencial do hibisco como uma fonte promissora de compostos bioativos com efeitos na saúde cardiovascular.

O extrato da casca de uva (ECFCU) apresentou um teor relativamente elevado de ácido cafeico (77,2 mg/L). Um ácido fenólico com alta atividade antioxidante e anti-inflamatória, normalmente encontrado no grão do café, vinho e maçãs (Oliveira; Bastos, 2011).

O extrato da casca de uva (ECFCU) apresentou a maior concentração de ácido sirínico (124,9 mg/L), um fenol natural, presente em diversos vegetais, frutas e especiarias, como abóbora, azeitonas, uva, açaí, arroz, avei, milho, mel, cana-de-açúcar (Ji et al., 2019; Li et al., 2021). Apresenta biodisponibilidade absoluta de 86,27% (Liu et al., 2003), conhecido por suas atividades biológicas, como propriedades neuroprotetoras, cardioprotetoras e hepatoprotetoras (Srinivasulu et al., 2018).

O resveratrol, encontrado apenas no extrato ECFCJ (85,2 mg/L), é um composto amplamente estudado por suas propriedades antioxidantes e anti-inflamatórias, especialmente no combate ao envelhecimento celular e na proteção cardiovascular (Gal et al., 2021). Além disso, também é conhecido por atuar em processos antienvhecimento e na promoção da saúde do coração, modulando as principais vias celulares, como a via de sinalização Notch/ NF-κB (Yu et al., 2024).

Ácidos como p-cumárico, m-cumárico e trans-cinâmico foram encontrados em quantidades menores, mas ainda contribuem para o perfil antioxidante geral dos extratos. Cada

extrato demonstrou perfis fenólicos distintos, com diferenças significativas na quantidade e tipo de composto. Os extratos ECFCU destacaram-se pelos altos níveis de ácido síngico, ECFSU pela catequina. Já extratos ECFCJ pelas concentrações de trigonelina, ácido gálico, catequina e resveratrol, enquanto ECFSJ, trigonelina, ácido gálico, teobromina e catequina. Enquanto o hibisco, ECFCH, mostrou ser uma excelente fonte de teobromina e ácido clorogênico. O ECFSSH apresentou altos níveis de trigonelina. Esses resultados indicam o potencial uso desses extratos em formulações nutracêuticas e alimentares enriquecidas.

Ao comparar as tabelas de compostos fenólicos das farinhas (Tabela 10) e dos extratos concentrados (Tabela 19), podemos observar que catequina é um dos compostos mais abundantes tanto nas farinhas quanto nos extratos. Nas farinhas, destaca-se na FSU (256,36 mg/100g) e na FCJ (607,38 mg/100g). Nos extratos, os valores são também elevados, com destaque para a ECFCH (346,4 mg/L) e ECFSJ (115,1 mg/L). Observa-se uma redução, especialmente nas cascas de jabuticaba (FCJ para ECFCJ), sugerindo que parte dos compostos pode ter sido perdida durante a extração.

O ácido gálico apresenta uma presença significativa tanto nas farinhas quanto nos extratos. Nas farinhas, as maiores concentrações foram em FSJ (54,57 mg/100g), enquanto nos extratos foi observada em ECFSJ (766,6 mg/L), indicando uma concentração do composto.

Outros compostos que estavam mais disponíveis (em maior quantidade) após a extração, foram: ácido clorogênico, nas farinhas de FCH (31,83 mg/100g) e nas amostras de jabuticaba, sendo particularmente elevado no extrato de cálice de hibisco (ECFCH) com 522,7 mg/L.

#### *5.6.3.1 Correlação entre compostos bioativos e atividade antioxidante*

Interações entre compostos fenólicos afetam a eficácia antioxidante e as propriedades bioativas dos extratos vegetais, conseqüentemente a composição final do extrato pode ser determinada por essas interações entre eles. Para avaliar as correlações foi realizado um correlograma entre os principais compostos bioativos e a atividade antioxidantes dos dos extratos concentrados das farinhas dos subprodutos da uva, jabuticaba e hibisco (Figura 17).

Para o extrato da casca de uva (ECFCU) é possível observar, Figura 17A, uma forte correlação positiva ( $r = 0,82$ ) entre o ácido gálico e a atividade antioxidante medida por DPPH, indicando que esse composto pode ser um dos principais responsáveis pela atividade antioxidante do extrato. Compostos fenólicos como o ácido gálico atuam como antioxidantes ao doar átomos de hidrogênio de seus grupos hidroxila, interrompendo as reações em cadeia de radicais livres, prevenindo a oxidação de lipídios e outras moléculas essenciais (Shahidi;

Ambigaipalan, 2015). Além disso, flavonoides demonstraram correlação positiva forte com atividade antioxidante por ABTS ( $r = 0,99$ ) e antocianinas ( $r = 0,81$ ).

O ácido cafeico apresentou correlação positiva forte (Figura 17A) com compostos fenólicos totais ( $r = > 0,9$ ), por outro lado demonstrou correlação negativa com a atividade antioxidante por DPPH ( $r = -0,84$ ), indicando que sua concentração é inversamente relacionada com a captura de radicais livres. Tal fato pode ter ocorrido pois o ácido cafeico, em concentrações elevadas pode se oxidar facilmente, gerando intermediários que participam de reações pro-oxidantes em vez de antioxidantes. Ainda, a estrutura do ácido cafeico contém grupos hidroxila em anéis aromáticos, que permite interações com outras moléculas na matriz do extrato, o que pode reduzir sua eficácia na neutralização direta de radicais (Luceri et al., 2008).

Ácido siríngico mostrou correlação forte com p-cumárico ( $r = 0,96$ ), enquanto que a catequina demonstrou forte correlação positiva com antocianinas e flavonoides ( $r = > 0,9$ ), o que reforça seu papel no potencial antioxidante. Os flavonoides atuam em muitas reações metabólicas, sendo conhecidos por sua capacidade de estabilizar radicais livres através da doação de elétrons ou prótons, bem como por sua interação com enzimas antioxidantes endógenos como a superóxido dismutase (SOD) e a catalase. A catequina e outros flavonoides também modulam vias de sinalização celular associadas à resposta ao estresse oxidativo, o que pode explicar sua contribuição para a atividade antioxidante (Yao et al., 2004).

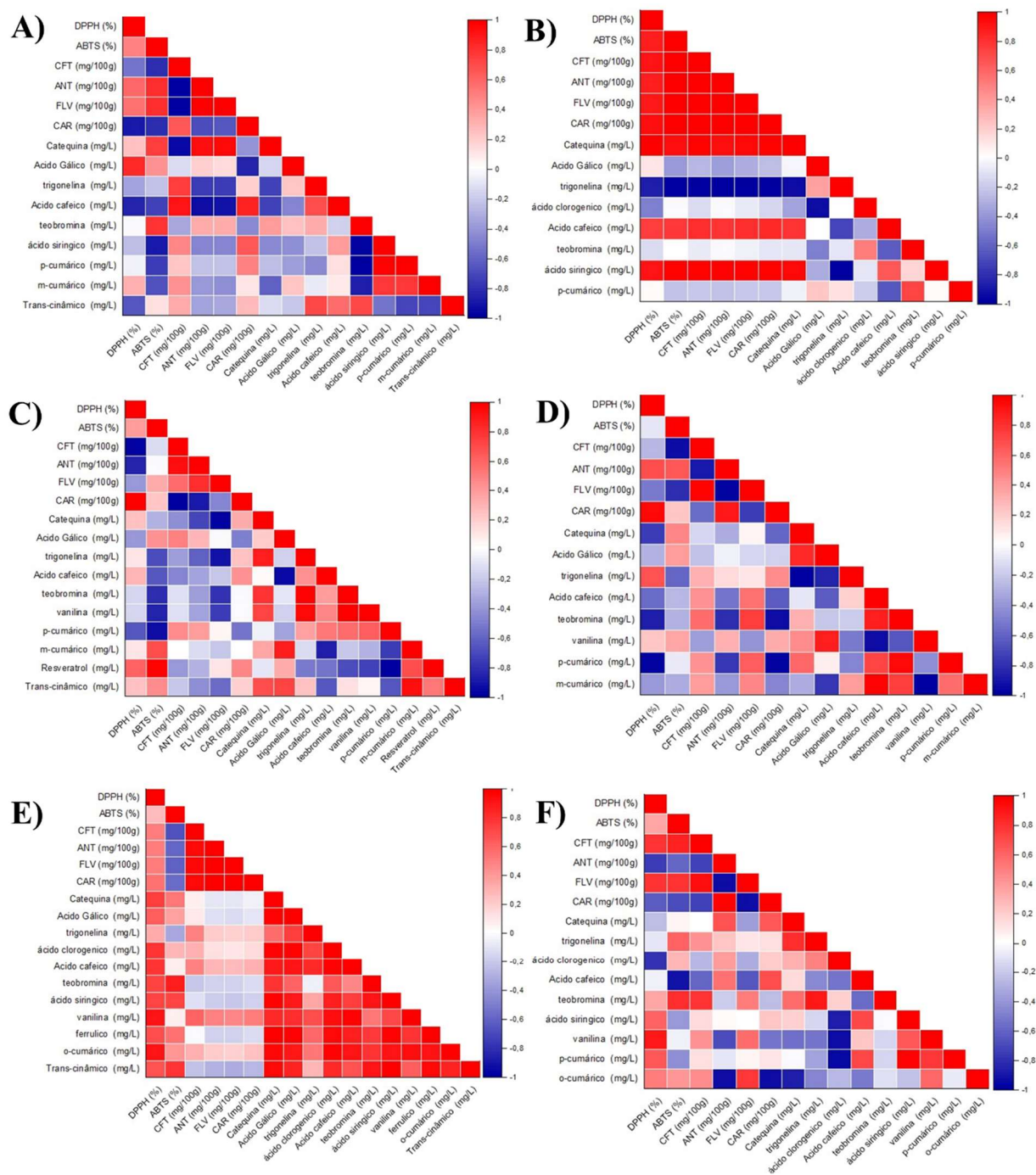
No extrato de semente de uva (ECGSU), nota-se na Figura 17B uma correlação positiva forte ( $r = > 0,9$ ) entre compostos fenólicos totais com flavonoides, carotenoides, ácido siríngico e catequina. Os altos níveis de correlação entre esses compostos indicam que estão intimamente relacionados para o aumento da atividade antioxidante. Que pode ser confirmado pela alta correlação desses compostos com a atividade antioxidante por DPPH e ABTS. Já a trigonelina expressou uma correlação negativa forte ( $r = > -0,9$ ) com ABTS, logo, sua presença pode estar relacionada inversamente a eficiência antioxidante nesse extrato.

Quanto ao extrato de casca de jaboticaba (ECFCJ), A Figura 17C destaca a correlação positiva forte ( $r = > 0,9$ ) entre antioxidante por DPPH e carotenoides, e moderada com resveratrol ( $r = 0,6$ ) sugerindo que a presença desses compostos influencia a atividade antioxidante. Já por ABTS houve uma influência forte do resveratrol ( $r = 0,96$ ) e m-cumárico ( $r = 0,68$ ). O resveratrol exibe correlação negativa forte o p-cumárico ( $r = -0,98$ ), isso ocorre porque competem por mesmas enzimas polifenoloxidasas, com isso um pode alterar a concentração do outro (Lin et al., 2014).

No extrato da semente de jabuticaba (ECFSJ), Figura 17D, os compostos fenólicos totais não são fundamentais para a atividade antioxidante pois demonstram correlação negativa. Sugerindo que, apesar da presença desses compostos, eles não são os principais responsáveis pela atividade antioxidante nesse método. Já os compostos trigonelina, carotenoides e antocianinas têm correlações positivas com a atividade antioxidante por DPPH ( $r = 0,66; 0,94; 0,68$ ), enquanto antocianinas, catequina, ácido gálico e vanilina contribuem para a atividade antioxidante por ABTS. Antocianinas demonstram uma correlação negativa forte com flavonoides ( $r = -0,9$ ), pois a classe de compostos antocinicos não representa os flavonoides das sementes.

O extrato concentrado do cálice de hibisco (ECFCH), Figura 17E apresenta correlação positiva entre a maioria dos parâmetros. Nota-se que a atividade antioxidante por DPPH tem influência ( $r \Rightarrow 0,8$ ) de todos os compostos avaliados, especialmente vanilina, ácido clorogenico, ácido cafeico e o-cumárico. A teobromina também aparece com correlação positiva ( $r=0,86$ ), o que é um dado inesperado, pois não é um composto tradicionalmente associado ao hibisco. Ao atuar como inibidor da fosfodiesterase, a teobromina pode aumentar os níveis de cAMP, uma molécula que regula vias celulares de defesa antioxidante, mesmo não sendo um antioxidante direto, ela pode influenciar positivamente as respostas antioxidantes no organismo (Franco et al., 2013).

Já para o extrato concentrado de fruto com semente de hibisco (ECFFSH) nota-se na Figura 17F que os compostos fenólicos totais, flavonoides, e vanilina se correlacionaram positivamente com a atividade antioxidante medida por DPPH ( $r = 0,78; 0,78; 0,88$ ), enquanto para ABTS foram compostos fenólicos totais, flavonoides e teobromina ( $r = 0,84; 0,79; 0,81$ ). Ácido p-cumárico e ácido o-cumárico apresentaram uma correlação muito alta ( $r = 0,93$ ), indicando uma interdependência forte entre esses dois ácidos no extrato. Ácido p-cumárico e flavonoides também mostraram uma correlação negativa forte ( $r = -0,93$ ), sugerindo que esses compostos podem ter comportamentos opostos em relação à concentração ou função antioxidante.



**Figura 17.** Mapa de calor da correlação entre compostos bioativos e atividade antioxidante de extratos concentrados de farinhas de subprodutos: ECFCU (A) ECFSU (B), ECFCJ (C) ECFSJ (D), ECFCH (E) ECFFSH (F).

#### 5.6.4 Compostos voláteis

Os resultados obtidos com a análise dos compostos voláteis nas amostras de extratos concentrados de subprodutos de uva, jaboticaba e hibisco indicam a diversidade de compostos

aromáticos presentes nessas matrizes. Tais compostos são importantes não apenas para a definição do perfil sensorial, mas também para indicar possíveis propriedades funcionais dos extratos.

Entre os compostos mais relevantes, destaca-se o etanol, presente em altas concentrações, especialmente em CFSH (99,52%) e CCU (97,62%). O etanol, tem o odor alcoólico e doce, pode indicar que essas amostras têm uma composição aromática fortemente influenciada por esse composto. É um volátil comum em processos fermentativos, mas nesse estudo foi o solvente de extração, que já estava presente desde a matriz (farinhas).

A presença do acetato de etila, com odor relacionado a abacaxi, é observada em todas as amostras exceto CSU, em concentração elevada na amostra de CCH (10,58%), visto que este composto é frequentemente associado a aromas frutados, comumente percebidos em produtos alimentares frescos e fermentados (Mamede; Pastore, 2007). Vale ressaltar que nas farinhas esse composto só foi encontrado em FSJ.

Algumas enzimas, presentes naturalmente nas frutas podem catalisar a formação de acetato de etila, como a enzima acetato transferase, que pode facilitar a esterificação entre o etanol e o ácido acético, formando ésteres voláteis (Avalos-Martínez et al., 2019). Como visto no perfil volátil das farinhas (Tabela 11) a amostra CCH apresentou alta concentração de ácido acético e isso pode ter gerado uma maior concentração de acetato de etila nessa amostra.

Outro composto de interesse é o 3-metilbutanal, encontrado em concentrações baixas nas amostras. Este composto é conhecido por seu odor frutado tostado e maltado, e sua presença, mesmo que em pequenas quantidades, pode contribuir para notas sensoriais mais complexas, especialmente em produtos processados. Da mesma forma, a 2,3-butanediona, identificada com odor amanteigado e cremoso, é outro composto que pode enriquecer o perfil aromático, contribuindo para a sensação de suavidade e doçura nas amostras.

Outro aspecto observado nos resultados é o ácido butanoico, presente em pequenas quantidades nas amostras de CCU (0,34%) e CSJ (0,34%). Esse composto, com odor característico e forte, pode ter impacto sensorial significativo, mesmo em pequenas concentrações.

Ao compararmos os compostos voláteis encontrados nos extratos concentrados (Tabela 20) com os voláteis das farinhas (Tabela 11), antes de serem submetidas a extração com solvente e concentração, percebe-se uma variação na composição, onde nos extratos quantidade de compostos reduziu consideravelmente, isso pode ser explicado pela volatilidade desses compostos, que são facilmente perdidas durante o processo de extração e rota evaporação durante a concentração do extrato (Freitas et al., 2020). No entanto, compostos como o acetato

de etila e o ácido hexanoico permaneceram presentes tanto nos extratos quanto nas farinhas, o que sugere uma estabilidade relativa durante o processamento térmico, preservando parte do perfil aromático.

Ao comparar as farinhas com seus respectivos extratos percebe-se que, embora haja perda de alguns compostos voláteis durante o processamento, o perfil geral de aroma é parcialmente preservado. Isso sugere que, apesar das variações, tanto os extratos concentrados quanto as farinhas poderiam manter uma identidade aromática própria, tornando-se opções interessantes para aplicação em alimentos funcionais ou enriquecidos com aromas naturais.

Portanto, os extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco apresentam uma variada composição de compostos voláteis, com destaque para compostos com odores frutados, cremosos e alcoólicos. Esses compostos são parcialmente preservados após o uso das farinhas na extração, o que evidencia a possibilidade de uso tanto dos extratos quanto das farinhas para aplicação sensorial em produtos alimentícios, enriquecendo-os com notas aromáticas específicas de cada matriz vegetal estudada.

**Tabela 20.** Compostos voláteis individuais dos extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.

Compostos	Odor relacionado	TR	[M-H]- (m/z)	Similaridade	Conteúdo relativo (%)					
					CCU	CSU	CCJ	CSJ	CCH	CFSH
Acetato de etila	Aroma frutado, com notas de abacaxi	2,90	43	98	1,91	–	0,83	1,83	10,58	0,34
2-butanona	nd	3,15	43	98	–	1,25	–	–	–	–
Etanol	Aroma alcoólico e doce	3,54	45	98	97,62	97,99	99,07	87,30	87,19	99,52
1,2 - Propanodiol	Aroma sutil, neutro, leve adocicado	3,82	46,05	87	–	–	–	9,21	–	–
2,3-Butanediona	Amanteigado, suave, com notas lácteas e cremosas	4,16	43	98	–	1,25	–	0,13	0,10	–
1,3-Pentanediol	Aroma sutil, neutro, leve adocicado	6,12	59,05	84	0,26	–	0,67	0,64	–	–
1-Propanol	Aroma levemente alcoolico	7,77	43,05	95	0,05	0,19	–	0,67	0,26	–
2-Ácido butanóico	Pungente	8,02	69,05	94	0,34	–	–	–	–	–
1 – Butanol	Levemente alcoolico com notas frutadas	8,35	55,05	96	–	1,24	–	0,96	1,16	–
3-Metilbutanal	Aroma de nozes, maltado, com notas de torrado e caramelo	11,29	55,05	96	–	–	–	0,49	–	–
Acetoína	Aroma Herbal	13,60	45	95	–	0,11	–	–	–	–
Ácido hoxanóico	Aroma remete a gorduroso, queijo e ceroso	14,56	88,05	98	–	–	–	–	0,06	–
1 – hexanol	Aroma herbal	15,62	56,05	97	–	–	–	–	–	0,14
2-naftalenometanol	Almiscarada e aromático	29,99	189,15	97	–	–	0,10	–	–	–
Ácido hexadecanóico	Aroma ceroso, neutro	37,43	88,05	93	–	–	–	–	0,02	–

\*As descrições de aroma baseadas em dados relatados na literatura (Ajarayasiri; Chaiseri, 2008; Cirlini et al., 2012; Rea; Patel, 2017; Freitas et al., 2020; Dias et al., 2021; Galvan-Lima et al., 2021; Juhari et al., 2021; Morais et al., 2022).

## 5.7 Atividade Antimicrobiana dos extratos percolados concentrados

A atividade antimicrobiana dos extratos hidroalcoólicos concentrados das farinhas de casca e semente de uva e jabuticaba, e de cálice e frutos com sementes foram avaliados pelo método de microdiluição em caldo, onde é possível observar a concentração mínima do extrato capaz de inibir o crescimento de patógenos.

A classificação desta atividade antimicrobiana foi avaliada considerando os seguintes critérios: atividade inibitória boa - CIM < 100 µg/mL; atividade inibitória moderada - CIM de 100 – 499 µg/mL; atividade inibitória fraca - CIM 500 – 1000 µg/mL; Inativo - CIM > 1000 (Holetz et al., 2002). De acordo com a Tabela 21, somente o extrato concentrado de semente de jabuticaba foi capaz de inibir o crescimento de *Salmonella choleraesuis* (500 µg mL<sup>-1</sup>), *Escherichia coli* (500 µg mL<sup>-1</sup>), *Klebsiella pneumoniae* (1000 µg mL<sup>-1</sup>), e *Bacillus subtilis* (1000 µg mL<sup>-1</sup>). Embora tenha inibido patógenos, a CIM foi considerada fraca.

Os resultados encontrados para atividade antimicrobiana podem estar relacionados aos achados de compostos fenólicos (Tabela 19), como catequina e ácido gálico, que se apresentam em concentrações altas para o extrato ECFSJ. Esses compostos são conhecidos por suas propriedades antibacterianas, que podem agir através da inibição de enzimas e danos à membrana celular de bactérias patogênicas (Othman et al., 2019).

De acordo com Hadidi et al. (2024) o ácido gálico inibe o crescimento de *Klebsiella pneumoniae* e *Escherichia coli*, afetando a permeabilidade da membrana bacteriana e a disponibilidade de ferro, levando à redução da virulência desses patógenos.

Embora não tenha causado inibição total de patógenos, os extratos ocasionaram a diminuição no crescimento, como é possível observar nos poços (Figuras, 18, 19 e 20), em que as maiores concentrações de extratos apresentam biomassa em menor quantidade.

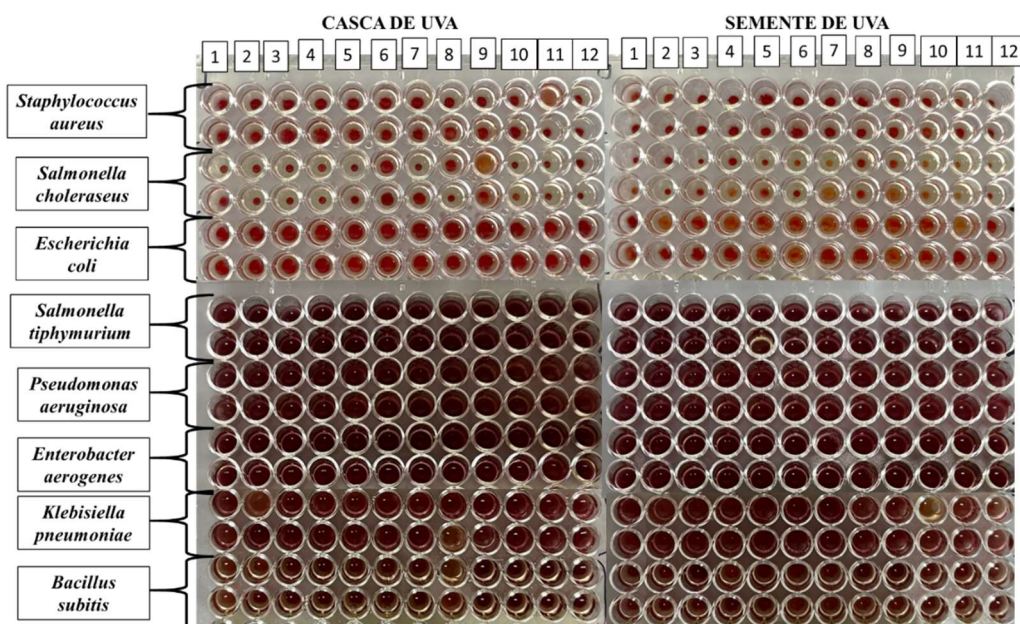
Diante disso, os resultados sugerem que, embora as concentrações testadas dos extratos possam não ser potentes o suficiente para fortes aplicações antimicrobianas, elas ainda demonstram potencial, onde em combinação com outros métodos de preservação ou concentrações mais altas seriam mais eficientes.

**Tabela 21.** Concentração inibitória mínima (CIM) (µg mL<sup>-1</sup>) de extratos concentrados.

Microrganismos	Amostras					
	ECFCU	ECFSU	ECFCJ	ECFSJ	ECFCH	ECFFSH
<i>Staphylococcus aureus</i>	NI	NI	NI	NI	NI	NI
<i>Salmonella choleraesuis</i>	NI	NI	NI	500	NI	NI

<i>Escherichia coli</i>	NI	NI	NI	500	NI	NI
<i>Salmonella</i> <i>tiphymurium</i>	NI	NI	NI	NI	NI	NI
<i>Pseudomonas</i> <i>aeruginosa</i>	NI	NI	NI	NI	NI	NI
<i>Enterobacter aerogenes</i>	NI	NI	NI	NI	NI	NI
<i>Klebsiella pneumoniae</i>	NI	NI	NI	1000	NI	NI
<i>Bacillus subtilis</i>	NI	NI	NI	1000	NI	NI

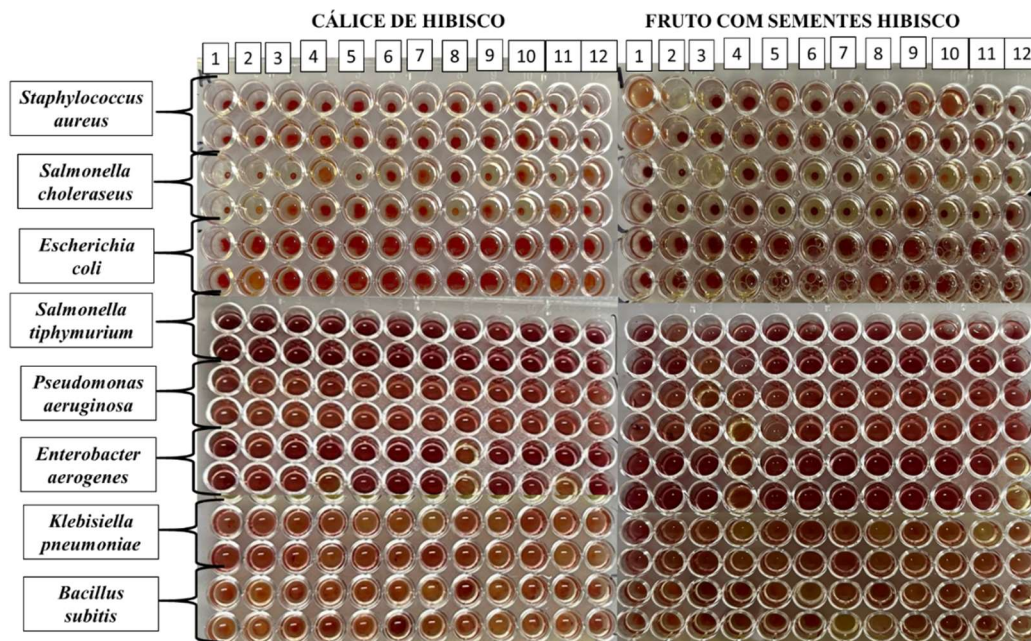
\*NI=Não inibiu



**Figura 18.** Atividade antimicrobiana em microplaca dos extratos hidroalcoólicos concentrados das farinhas da casca (ECFCU) e semente (ECFSU) de uva.



**Figura 19.** Atividade antimicrobiana em microplaca dos extratos hidroalcoólicos concentrados das farinhas da casca (ECFCJ) e semente (ECFSJ) de jaboticaba.



**Figura 20.** Atividade antimicrobiana em microplaca dos extratos hidroalcoólicos concentrados das farinhas do cálice (ECFCH) e fruto com sementes (ECFFSH) de hibisco.

## 5.8 Nanoencapsulação dos extratos concentrados

### 5.8.1 EE e propriedades físicas das nanopartículas

A tabela 22 apresenta a eficiência de encapsulamento (EE), o tamanho médio de partícula (DZ), Potencial Zeta (ZP), índice de polidispersidade (PDI) e a condutividade das nanopartículas de nanopartículas carregadas com extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.

**Tabela 22.** Eficiência de encapsulamento (EE), tamanho médio de partícula (DZ), índice de polidispersidade (PDI), potencial zeta (ZP) e a condutividade das nanopartículas de nanopartículas carregadas com extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco.

Nanopartículas	EE (%)	DZ (nm)	PDI	ZP (mV)	Condutividade (mS/ cm)
Nps - Branco	-	164,25±80,56	0,71±0,13	-6,28±6,41	0,67±0,12
Nps - ECFCU	87,54±0,22	624,9±96,16	0,79±0,08	-13,9±3,63	0,55±0,01
Nps - ECFSU	50,68±0,90	680,35±25,10	0,51±0,02	-20±3,56	0,63±0,01
Nps - ECFCJ	78,08±0,74	1539±54,7	0,56±0,22	-9,28±3,49	0,74±0,08
Nps - ECFSJ	24,01±0,27	1045,75±68,41	0,61±0,39	-9,82±3,55	0,67±0,10

<b>Nps - ECFCH</b>	54,01±2,28	545,85±34,85	0,63±0,05	-15±5,69	4,35±1,23
<b>Nps - ECFFSH</b>	13,61±1,77	902,55±30,02	0,48±0,03	-10,6±3,39	0,84±0,03

Média ± DP, n = 3. \*Nps - ECFCU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da casca da uva; Nps - ECFSU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da uva; Nps - ECFCJ = Nanopartículas do Extrato concentrado de farinha da casca da jabuticaba; Nps - ECFSJ = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da jabuticaba; Nps - ECFCH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do cálice de hibisco; Nps - ECFFSH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do fruto com semente de hibisco.

A eficiência de encapsulamento variou entre as diferentes nanopartículas. A Nps-ECFCU teve a maior EE, com 87,54%, sugerindo uma boa retenção dos compostos bioativos no processo de encapsulamento. Por outro lado, a Nps-ECFFSH apresentou a menor eficiência, com 13,61%, o que pode estar relacionado à perda significativa de compostos durante o processo. As demais amostras apresentaram os seguintes percentuais: Nps-ECFCJ com 78,08%, Nps-ECFCH com 54,01%, Nps-ECFSU com 50,68% e Nps-ECFSJ com 24,01%.

Os resultados de eficiência podem ser influenciados pela polaridade e peso molecular dos compostos fenólicos, que afetam sua interação com as cadeias de quitosana e a retenção na matriz polimérica. Compostos mais voláteis ou com menor afinidade pelo material encapsulante podem sofrer perdas durante o processo, enquanto a solubilidade e as interações físico-químicas também impactam o resultado final (Medina-Torres et al., 2019).

O tamanho médio das partículas (Dz) variou consideravelmente entre as amostras. As nanopartículas controle (Nps-Branco) apresentaram o menor tamanho, com 164,25 nm, enquanto as nanopartículas encapsuladas com o extrato da casca de jabuticaba (Nps-ECFCJ) tiveram o maior tamanho, atingindo 1539,96 nm. As demais amostras apresentaram tamanhos intermediários, onde Nps-ECFCU com 624,9 nm, Nps-ECFSU com 680,35 nm, Nps-ECFSJ com 1045,75 nm, Nps-ECFCH com 545,85 nm e Nps-ECFFSH com 902,55 nm.

O aumento no tamanho das partículas após a adição dos extratos pode ser resultado da menor interação iônica do TPP, levando à formação de partículas maiores. Os tamanhos obtidos são os desejados, uma vez que essas nanopartículas serão utilizadas para administração oral, o tamanho recomendado é  $\geq 300$  nm, a fim de não ultrapassar o tamanho do epitélio intestinal celular, evitando a passagem para a corrente sanguínea e a toxicidade por acúmulo nos órgãos (Severino et al., 2011).

O índice de polidispersão (PDI) avalia a uniformidade dos tamanhos das partículas, sendo que valores superiores a 0,30 indicam a presença de partículas com diferentes tamanhos e possíveis aglomerações, caracterizando uma dispersão heterogênea (Hanaor et al., 2012). No estudo, o PDI variou entre as amostras, com as Nps-ECFFSH apresentando maior

homogeneidade (PDI de 0,48) e as Nps-ECFCU maior heterogeneidade (PDI de 0,79). As demais amostras apresentaram os seguintes valores: controle (0,71), Nps-ECFSU (0,51), Nps-ECFCJ (0,56), Nps-ECFSJ (0,61) e Nps-ECFCH (0,63).

Todas as amostras apresentaram ZP negativo. A Nps-ECFSU tiveram o valor maior negativo, com -20,3 mV, sugerindo boa estabilidade, enquanto as Nps-Branco apresentou o valor menor com -6,28 mV, sugerindo estabilidade baixa. Outros valores incluíram Nps-ECFCU com -13,9 mV, Nps-ECFCJ com -9,22 mV, Nps-ECFSJ com -9,82 mV, Nps-ECFCH com -15,5 mV e Nps-ECFFSH com -10,63 mV. Ressalta-se que todas as amostras carregadas com extratos apresentaram ZP maiores que as Nps-Branco, indicando que o extrato pode melhorar a estabilidade das nanopartículas, gerando menos aglomerados.

As diversas variações encontradas nos estudos de nanoencapsulação estão relacionadas ao tipo e peso molecular da quitosana usada para encapsulação, pH e concentração das soluções de quitosana e TPP, volume e o tipo de extrato utilizado para produção das nanopartículas, distância do gotejamento e dentre vários outros fatores (Madureira, Pereira e Pintado, 2016). Silva et al. (2021) observaram um valor do potencial zeta de  $+31,8 \pm 0,7$  mV e tamanho de 295 nm das nanopartículas de quitosana carregada com extrato do subproduto da acerola.

A condutividade está relacionada com a concentração de íons na solução e pode afetar a estabilidade das nanopartículas (Butstraen; Salaün, 2014). Além disso, é possível antecipar a mudança no grau de protonação e ionização do polímero com base na mudança na condutividade (Kizilay et al., 2011). Quando a quitosana é dissolvida em uma solução de ácido acético, seus grupos amino ( $\text{NH}_2$ ) se convertem em carga positiva ( $\text{NH}_3^+$ ) devido à ligação de íons de hidrogênio (H) (Jang; Lee, 2008). O valor mais alto foi registrado nas nanopartículas de extrato concentrado de farinha do cálice de hibisco (ECFCH), com  $4,35 \pm 1,23$  mS/cm, o que pode estar associado a uma maior presença de íons na suspensão. Valores de condutividade mais elevados podem também indicar uma maior interação eletrostática entre as partículas, o que pode afetar a agregação e a dispersão coloidal (Kim et al., 2021).

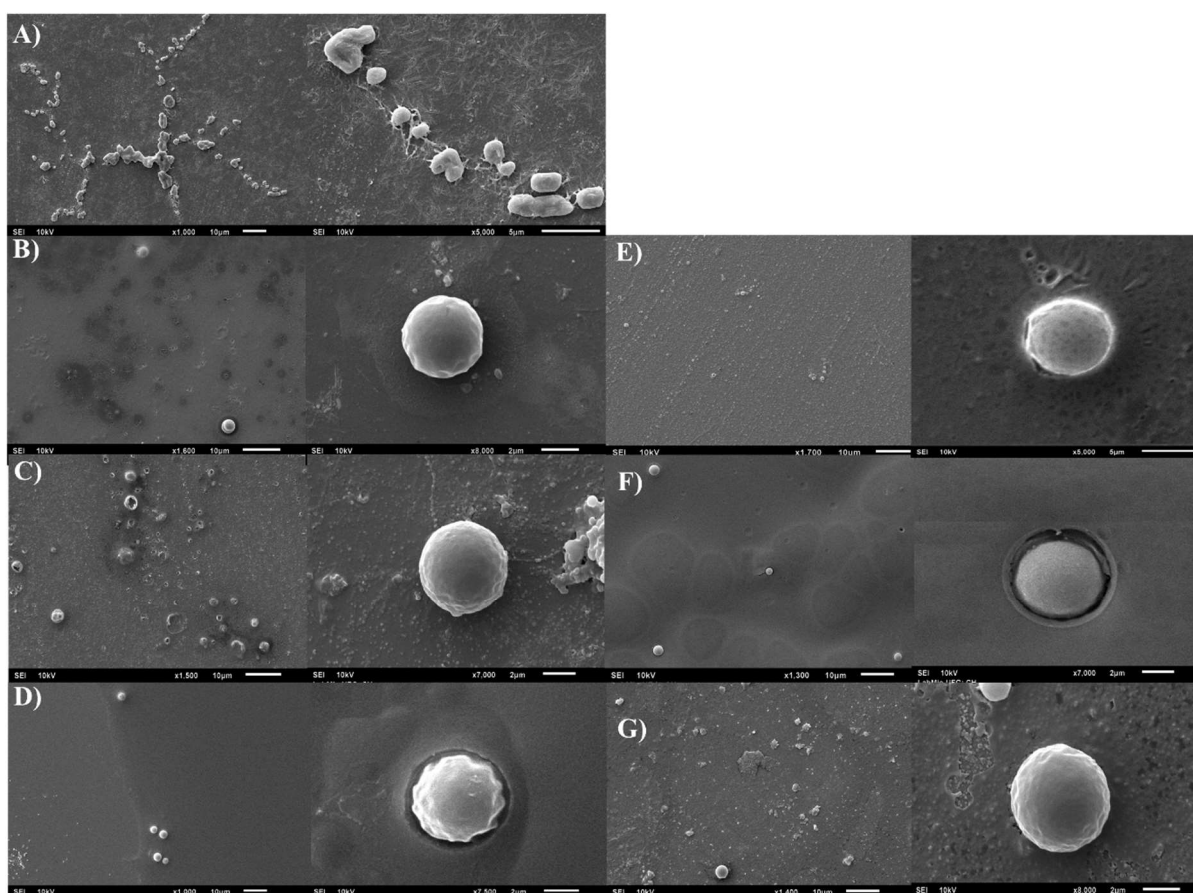
Esses resultados indicam que os extratos bioativos influenciam significativamente as propriedades físico-químicas das nanopartículas. A eficiência de encapsulamento, o tamanho das partículas e a estabilidade coloidal dependem tanto do tipo de extrato quanto da interação com a matriz de quitosana/TPP.

#### *5.8.1.1 Microspocia eletrônica de varredura de nanopartículas de extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco*

A Figura 21 apresenta as micrográficas que demonstram as características morfológicas de nanopartículas (Nps) de quitosana/TPP, tanto sem extrato (Np – Branco) quanto com extratos concentrados (Nps- ECFCU, ECFSU, ECFCJ, ECFSJ, ECFCH, ECFFSH)

Na amostra Nps – Branco (Figura 21A), controle sem extrato, as nanopartículas apresentam superfície rugosa e formação de agregados, característica comum em quitosana, que pode influenciar sua estabilidade e liberação de compostos bioativos.

**Figura 21.** Imagens em Microscopia eletrônica de varredura de nanopartículas de quitosana/TPP, sem e com extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco, em menor até 1600x e escala maior até 8500x.



A) Nps - Branco = Nanopartículas sem extrato; B) Nps - ECFCU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da casca da uva; C) Nps - ECFSU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da uva; D) Nps - ECFCJ = Nanopartículas do Extrato concentrado de farinha da casca da jabuticaba; E) Nps - ECFSJ = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da jabuticaba; F) Nps - ECFCH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do cálice de hibisco; G) Nps - ECFFSH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do fruto com semente de hibisco.

A Nps – ECFCU (Figura 21B), com extrato da casca de uva, exibe morfologia esférica sugerindo encapsulamento eficiente do extrato. Na Nps – ECFSU (Figura 21C), com extrato da semente de uva, a morfologia é esférica e menos agregada, sugerindo encapsulamento

uniforme. As amostras com extratos de subprodutos de jabuticaba também mostram encapsulamento eficiente. As Nps – ECFCJ (Figura 20D) e Nps – ECFSJ (Figura 21E), apresentam partículas esféricas e pouca aglomeração. Nps – ECFCJ (Figura 21D) apresentou uma maior rugosidade.

As nanopartículas com hibisco também mantêm morfologia esférica. Na Nps – ECFCH (Figura 21F), com extrato do cálice, partículas menores indicam variação no encapsulamento, no entanto como demonstrado na tabela 22, essa amostra apresentou os menores tamanhos (545,85 nm), fator positivo, pois aumentam a superfície de contato e podem melhorar a liberação controlada e a biodisponibilidade dos compostos encapsulados (McClements, 2018). Na Nps – ECFFSH (Figura 21G), com fruto e semente de hibisco, as partículas já são mais texturizadas, o que pode influenciar na estabilidade do aprisionamento dos compostos encapsulados.

Comparando as imagens entre as nanopartículas sem extrato (Nps – Branco) e aquelas contendo os diferentes extratos, observa-se que os extratos bioativos desempenham um papel significativo na morfologia, no tamanho e na distribuição das nanopartículas. Alterações na morfologia e tamanho podem ser benéficas, indicando melhor interação, estabilidade e potencial para aumentar a liberação controlada e biodisponibilidade dos compostos (Pérez-Pérez, 2024). No entanto, se houver grande variação no tamanho e distribuição, pode haver encapsulamento inconsistente, levando à instabilidade e à liberação imprevisível dos compostos.

A esfericidade mais definida, a menor agregação e as variações no tamanho observadas nas nanopartículas com extratos sugerem que o encapsulamento foi eficiente, com potencial para melhorar a estabilidade e a liberação controlada dos compostos bioativos. Esses resultados são importantes para avaliar a eficácia das nanopartículas na entrega de compostos bioativos em aplicações alimentares e/ou farmacêuticas.

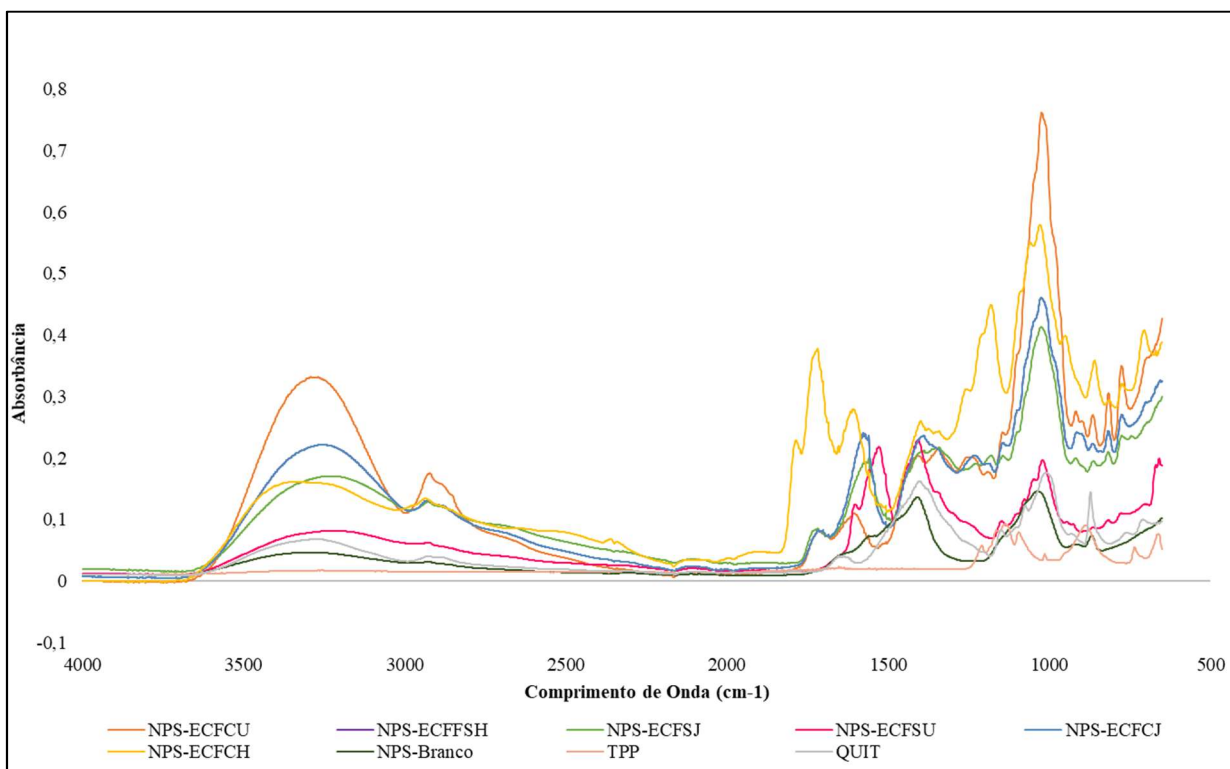
As imagens das nanopartículas (Figura 21) mostram variações significativas na morfologia e dispersão, as quais estão alinhadas com as propriedades físicas observadas anteriormente na Tabela 22. De modo geral, amostras com maior índice de polidispersão (PDI) e menor potencial zeta (ZP) exibem maior tendência à formação de aglomerados e maior heterogeneidade no tamanho das partículas.

As nanopartículas com melhor estabilidade eletrostática, indicadas por um ZP mais elevado, tendem a apresentar uma dispersão mais uniforme, com menor incidência de aglomerações visíveis nas imagens (Algharib et al., 2022). Tais correlações entre os parâmetros

físicos e a morfologia das nanopartículas demonstram a influência da composição e da carga superficial na estabilidade e homogeneidade das formulações.

#### 5.8.1.2 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR- ATR) de nanopartículas de extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco

Os resultados do espectro FTIR da quitosana (Figura 22) mostraram picos importantes que ajudam a caracterizar a estrutura do biopolímero. O pico em  $3423\text{ cm}^{-1}$  pode ser atribuído ao grupo hidroxila (OH), enquanto o pico em  $1577\text{ cm}^{-1}$  está relacionado ao grupo amônio ( $\text{NH}_3^+$ ). Além disso, foi observada uma banda em  $1654\text{ cm}^{-1}$ , correspondente ao alongamento de ligação C=O no grupo amida, caracterizando a vibração da Amida I. Os resultados corroboram com os autores Anitha et al. (2009), Nie et al. (2015) e Yasmeen et al. (2016), que também encontraram essas características em estudos anteriores da quitosana.



**Figura 22.** Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR) das nanopartículas: BRANCO, ECFCU, ECFSU, ECFCJ, ECFSJ, ECFCH, ECFFSH.

Na amostra de TPP, é possível observar picos característicos dos grupos fosfato, entre  $1100\text{--}880\text{ cm}^{-1}$  (Jafary et al., 2016), esses grupos são essenciais para formar as ligações iônicas e formar as nanopartículas.

Nas amostras de nanopartículas carregadas com extratos concentrados observa-se picos amplo em  $3400 - 3420 \text{ cm}^{-1}$  que devido à interação dos grupos fosfóricos de TPP com os grupos de amônio de da quitosana (Bangun et al., 2018). Nota-se que picos de  $\text{NH}_3^+$  não estão presentes nas nanopartículas, pois surgem picos em  $1580-1590 \text{ cm}^{-1}$ , indicando a interação entre o TPP e a quitosana. O espectro FTIR de nanopartículas indicou que a reticulação foi realizada com sucesso.

### *5.8.1.3 Cor das nanopartículas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco*

A Tabela 23 demonstra dados de colorimetria de nanopartículas de extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco. A luminosidade ( $L^*$ ) das amostras variou significativamente, uma vez que são diferentes pigmentos, sendo que as Nps –Branco (vazias) que são o controle apresentou o maior valor (98,01), refletindo cor clara presentes nas soluções de material de parede (Quitosana/TPP). Nas nanopartículas carregadas com extratos, observou-se uma redução da luminosidade, especialmente nas amostras contendo nanopartículas de casca de jabuticaba (Nps-ECFCJ,  $L^*$  de 39,15) e hibisco (Nps-ECFCH,  $L^*$  de 37,22), devido aos pigmentos das antocianinas do extrato. Isso indica que as nanopartículas poderão ser utilizadas como pigmentos e definir cores a um produto alimentício.

Em relação ao parâmetro  $a^*$  (tendência para vermelho-verde), as amostras com nanopartículas de casca de jabuticaba (5,69) e de cálice de hibisco (7,02) apresentaram os maiores valores, indicando uma forte tendência para o vermelho. Isso está relacionado à presença de antocianinas, compostos bioativos conhecidos por conferir tons avermelhados a alimentos.

O parâmetro  $b^*$  (tendência para amarelo-azul) foi mais pronunciado nas amostras de Nps-ECFSU (9,54), sugerindo uma tendência para tons amarelados. Esse comportamento pode ser explicado pela presença de carotenoides, compostos bioativos conhecidos por suas propriedades antioxidantes e coloração amarela. As amostras de hibisco e jabuticaba apresentaram valores menores de  $b^*$ , indicando uma coloração menos amarelada.

Os valores de Hue ( $h^\circ$ ) variaram entre 80,71 (Nps-ECFSU) e 33,74 (Nps-ECFCJ) refletindo diferenças significativas na tonalidade entre as amostras. A maior tonalidade amarela foi observada na amostra de Nps-ECFSU, enquanto uma tonalidade mais avermelhada foi encontrada na Nps-ECFCJ. Já a saturação (Chroma  $C^*$ ) foi mais alta nas amostras de semente de jabuticaba (12,23).

**Tabela 23.** Paramêtros de cor das nanopartículas de extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.

<b>Tapiocas</b>	<b><i>L</i>*</b>	<b><i>a</i>*</b>	<b><i>b</i>*</b>	<b>°Hue (h)</b>	<b>Chroma (C*)</b>
Nps - Branco	98,01±0,98	0,84±0,74	0,98±0,12	49,40±0,54	1,29±0,41
Nps - ECFCU	38,50 ± 1,01	3,54 ± 0,48	2,87 ± 0,10	39,03 ± 1,71	4,56 ± 0,17
Nps - ECFSU	48,07 ± 1,06	1,56 ± 0,12	9,54 ± 0,26	80,71 ±0,68	9,67±0,06
Nps - ECFCJ	39,15 ± 0,95	5,69 ± 0,71	3,80 ± 1,26	33,74 ± 2,45	6,84 ± 0,71
Nps - ECFSJ	41,21 ± 1,51	2,01± 0,12	12,06 ± 0,14	80,54 ± 1,14	12,23 ± 1,06
Nps - ECFCH	37,22 ± 0,3	7,02 ± 0,26	1,92 ± 1,10	14,5 ± 0,58	4,88 ± 0,23
Nps - ECFFSH	51,06 ± 1,58	1,29 ± 0,17	7,02 ± 0,18	79,59 ± 0,51	7,14 ± 0,15

\*Nps – Branco = nanocapsulas vazias; Nps - ECFCU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da casca da uva; Nps - ECFSU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da uva; Nps - ECFCJ = Nanopartículas do Extrato concentrado de farinha da casca da jabuticaba; Nps - ECFSJ = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da jabuticaba; Nps - ECFCH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do cálice de hibisco; Nps - ECFFSH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do fruto com semente de hibisco.

### 5.8.2 Compostos fenólicos totais (CFT), antocianinas, flavonoides, carotenoides, e atividade antioxidantes de nanopartículas de extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco.

Após a nanoencapsulação dos extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco, observa-se uma redução significativa nos teores de compostos bioativos (Tabela 24), como compostos fenólicos totais (CFT), antocianinas, flavonoides e carotenoides, bem como uma diminuição na capacidade antioxidante (DPPH e ABTS). A encapsulação, nesse caso, por gelificação iônica com quitosana e tripolifosfato de sódio (TPP), é um processo que pode reduzir a concentração desses compostos devido a perdas durante a encapsulação e a não encapsulação pelo material de parede (Baek et al., 2022). Diante disso, algumas nanopartículas se destacaram por manterem níveis mais elevados de compostos bioativos e atividade antioxidante.

Quanto aos extratos de subproduto da uva, as nanopartículas carregadas com o extrato da casca (Nps-ECFCU) apresentaram os melhores resultados. O extrato apresentava 4175,58 mgEAG/100 g (Tabela 14) e após a encapsulação, a concentração foi reduzida para 3655,38 mg/100 g. A atividade antioxidante medida pelo DPPH caiu de 98% para 92,03%, uma redução relativamente moderada, e para ABTS, houve um aumento de 93,14% para 93,81%, o que indica que essas nanopartículas mantiveram grande parte de sua atividade antioxidante. Já as

nanopartículas com extrato concentrado da semente (Nps-ECFSU) sofreram uma redução maior, com o CFT caindo de 1787,79 mg/100 g para 906,10 mg/100 g. A atividade antioxidante DPPH caiu para 89,79% e a ABTS para 86,01%, indicando uma perda significativa na capacidade antioxidante, e que os tipos de compostos encapsulados possuem um caráter mais apolar.

As nanopartículas carregadas com o extrato concentrado de subprodutos da jabuticaba, Nps-ECFCJ apresentou excelentes resultados. Onde, o extrato inicial apresentava 2793,02 mgEAG/100g de CFT, e após a encapsulação, o valor foi reduzido para 2180,81 mg/100 g, uma redução de quase 22%. A atividade antioxidante por DPPH reduziu de 96,01% no extrato para 88,90% após a encapsulação, enquanto no ABTS foi de 91,79% no extrato e caiu para 86,54%. Esses dados são corroborados pelo estudo de Zarei e Pouramin (2021), que reportaram que a encapsulação de antocianinas de Aronia melanocarpa em nanocápsulas de quitosana ajudou a preservar sua atividade antioxidante sob condições de estresse oxidativo e digestão simulada.

Já as Nps-ECFSJ tiveram uma redução muito maior, com o CFT caindo de 1909,88 mg/100 g para 458,58 mg/100 g, uma diminuição de 76%. A atividade antioxidante também foi impactada, com o DPPH caindo para 75,01% e o ABTS para 70,91%.

Para os extratos concentrados de subprodutos de hibisco, Nps-ECFCH demonstraram melhores resultados, apesar das reduções. O extrato de cálice continha inicialmente 1406,98 mg de CFT/ 100 g, e após a encapsulação, a concentração caiu para 759,88 mg/100 g, uma redução de 46%. A atividade antioxidante no DPPH foi reduzida de 100,35% para 85,66%, e no ABTS de 86,88% para 81,20%, o que ainda representa uma boa retenção de atividade antioxidante. Já as Nps-ECFFSH sofreram a maior redução entre os extratos, com o CFT caindo de 977,91 mg/100 g para 133,14 mg/100 g, uma queda de 86%. A atividade antioxidante DPPH foi drasticamente reduzida de 61,44% para 40,65%, e no ABTS de 66,66% para 47,21%.

A nanopartículas dos extratos de casca de uva (Nps-ECFCU), casca de jabuticaba (Nps-ECFCJ) e cálice de hibisco (Nps-ECFCH) se sobressaíram, retendo as maiores concentrações de compostos bioativos e atividades antioxidantes após a encapsulação.

**Tabela 24.** Compostos bioativos e atividade antioxidante das nanopartículas de extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco.

Nanopartículas	CFT (mg GAE/100g)	Antocianinas (mg/100g)	Flavonoides (mg/100g)	Carotenoides (mg betacaroteno/ 100g)	DPPH (% sequestro do radical)	ABTS (% sequestro do radical)
----------------	-------------------	------------------------	-----------------------	--------------------------------------	-------------------------------	-------------------------------

Nps - ECFCU	3655,38±9,25	1802,98±3,30	2415,61±10,84	617,61±0,76	92,03±2,54	93,8±1,01
Nps - ECFSU	906,10±16,03	27,94±1,31	440,72±5,07	134,80±0,24	89,79±0,84	86,01±2,54
Nps - ECFCJ	2180,81±20,56	337,51±4,83	1313,15±2,95	129,12±0,74	88,90±1,03	86,54±0,56
Nps - ECFSJ	458,58±5,14	8,37±0,17	323,34±0,98	8,57±0,36	75,01±0,98	70,91±0,47
Nps - ECFCH	759,88±32,07	724,37±4,38	939,62±10,28	142,43±4,35	85,66±1,02	81,20±0,89
Nps - ECFH	133,14±17,27	3,43±0,04	45,31±6,03	7,94±1,18	40,65±1,42	47±2,06

\*Nps - ECFCU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da casca da uva; Nps - ECFSU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da uva; Nps - ECFCJ = Nanopartículas do Extrato concentrado de farinha da casca da jabuticaba; Nps - ECFSJ = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da jabuticaba; Nps - ECFCH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do cálice de hibisco; Nps - ECFH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do fruto com semente de hibisco.

As reduções são inevitáveis devido ao processo de encapsulação, mas essas nanocápsulas demonstram a viabilidade da técnica de encapsulação por gelificação iônica com quitosana e TPP na preservação de compostos bioativos e na manutenção de uma boa capacidade antioxidante, o que as torna promissoras para aplicações alimentares e nutraceuticas.

### 5.8.3 Estabilidade ao pH de nanopartículas de extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco.

A análise visual das nanopartículas em diferentes pHs revela variações significativas em termos de estabilidade, com diferenças visíveis em termos de turvação, precipitação e transparência das soluções (Figura 22). Essas mudanças indicam que, em determinados pHs, as nanopartículas podem estar passando por processos de agregação ou degradação, comprometendo sua estabilidade.

Na figura 22A (Nps -ECFCU), observa-se que as nanopartículas mantêm uma boa estabilidade em pHs intermediários, especialmente de 3 a 7. Nessas faixas de pH, a coloração permanece uniforme, sem sinais evidentes de precipitação. No entanto, em pHs extremos, como 1, 2 e 12, 13, há uma alteração na transparência, indicando que as nanopartículas podem estar se agregando ou degradando, o que compromete sua estabilidade nesses ambientes.

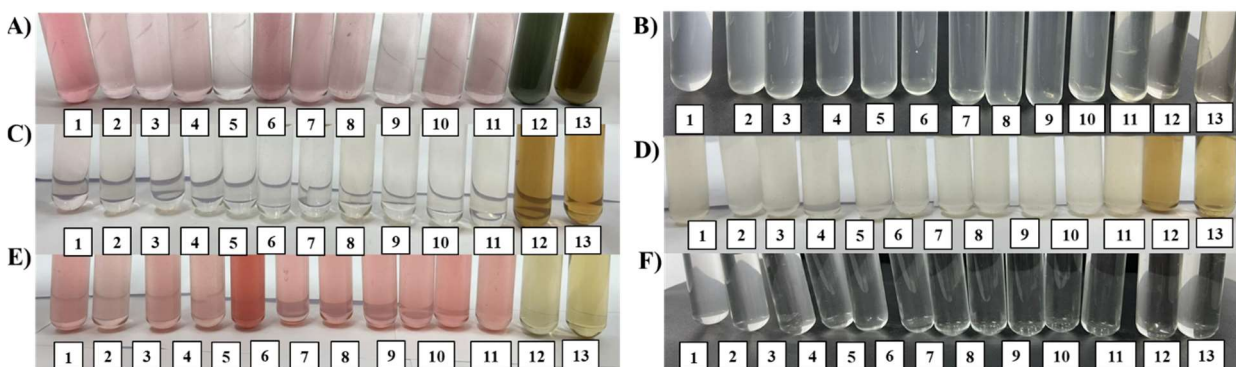
A figura 22B (Nps-ECFSU) mostra um comportamento semelhante. As nanopartículas permanecem estáveis em pHs neutros e levemente ácidos, particularmente entre 3 e 6. Contudo, nos extremos de pH, como 1 e 13, a turbidez aumenta significativamente, o que sugere que as nanopartículas se tornam instáveis, agregando-se em condições ácidas e alcalinas extremas.

Para as nanopartículas ECFCJ (Figura 22C), a estabilidade é maior em pHs ácidos, especialmente entre 3 e 5. Já em pHs alcalinos, como 12 e 13, há sinais de instabilidade, com as nanopartículas apresentando maior precipitação e alteração de cor, sugerindo que as condições alcalinas prejudicam sua estabilidade.

As nanopartículas de ECFSJ (Figura 22D) também demonstram boa estabilidade em pHs ácidos, mas começam a perder estabilidade em pHs neutros e, principalmente, alcalinos. A partir do pH 7, nota-se uma maior turbidez, indicando que as nanopartículas estão se agregando ou precipitando em ambientes mais básicos.

As nanopartículas de ECFCH (Figura 22E), as nanopartículas se mostram estáveis em pHs mais ácidos, entre 3 e 6, com uma coloração consistente e pouca turbidez. Entretanto, em pHs básicos, especialmente de 9 a 13, observa-se um aumento da turbidez, o que sugere que a agregação das nanopartículas ocorre de maneira mais acentuada nesses ambientes. Nota-se no pH 5 que houve uma coloração mais intensa, que pode sugerir rompimento de nanopartículas, liberando assim o extrato.

Já as nanopartículas de ECFESH (Figura 22F) demonstram estabilidade em uma faixa intermediária de pH, de 3 a 7. Em pHs extremos, como 1, 2 e 12, 13, nota-se um aumento na turbidez e mudanças de coloração, o que indica que as nanopartículas perdem estabilidade em condições muito ácidas ou alcalinas.



**Figura 23.** Estabilidade das nanopartículas em diferentes pHs. A) Nps - ECFCU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da casca da uva; B) Nps - ECFSU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da uva; C) Nps - ECFCJ = Nanopartículas do Extrato concentrado de farinha da casca da jaboticaba; D) Nps - ECFSJ = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da jaboticaba; E) Nps - ECFCH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do cálice de hibisco; F) Nps - ECFESH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do fruto com semente de hibisco.

Todas as amostras analisadas apresentaram instabilidade em pHs extremos alcalinos (12 e 13), com sinais claros de aglomeração e sedimentação das nanopartículas. Em contraste, as nanopartículas se mostram mais estáveis em pHs intermediários, principalmente entre 3 e 7, o

que é indicado pela uniformidade na coloração e ausência de precipitação. A composição dos extratos influencia diretamente a estabilidade, com as nanopartículas de uva e hibisco, especialmente as derivadas das cascas, apresentando maior estabilidade em uma gama mais ampla de pH.

Esses resultados são fundamentais para determinar a viabilidade das nanopartículas em diferentes aplicações, especialmente em produtos alimentícios ou farmacêuticos que operam em faixas variadas de pH.

### 5.9 Tapiocas enriquecidas com nanopartículas de extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco

Os resultados da estabilidade das tapiocas produzidas são descritos na tabela 25.

**Tabela 25.** Estabilidade térmica das nanopartículas e das formulações de tapiocas enriquecidas com nanopartículas de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco.

Tapiocas	Goma de mandioca (Sem aquecimento)		Tapioca (Após aquecimento 200 °C por 120s)		Retenção (%)
	CFT (mg GAE/35g)	CFT (mg GAE/g)	CFT (mg GAE/35g)	CFT (mg GAE/g)	
Nps-ECFCU 1%	12,79±1,23	0,37±1,23	9,96±0,55	0,28±0,55	77,84
Nps-ECFCU 10%	127,94±0,54	3,66±0,54	89,57±1,12	2,56±1,12	70,01
Nps-ECFSU 1%	3,17±1,03	0,09±1,03	2,49±0,11	0,07±0,11	78,54
Nps-ECFSU 10%	31,21±0,12	0,89±0,12	24,31±0,28	0,69±0,28	77,89
Nps-ECFCJ 1%	7,63±1,20	0,22±1,20	6,83±1,10	0,20±1,10	89,54
Nps-ECFCJ 10%	76,33±2,12	2,18±2,12	61,92±2,22	1,77±2,22	81,12
Nps-ECFSJ 1%	1,60±0,18	0,05±0,18	1,22±0,02	0,03±0,02	76,3
Nps-ECFSJ 10%	16,05±1,66	0,46±1,66	12,19±1,03	0,35±1,03	75,98
Nps-ECFCH 1%	2,66±0,36	0,08±0,36	1,68±0,21	0,05±0,21	63,03
Nps-ECFCH 10%	26,60±3,14	0,76±3,14	15,95±3,01	0,46±3,01	59,98
Nps-ECFFSH 1%	0,47±0,17	0,01±0,17	0,31±0,02	0,01±0,02	66,09
Nps-ECFFSH 10%	4,66±1,02	0,13±1,02	3,01±0,41	0,09±0,41	64,54

\*Nps - ECFCU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da casca da uva; Nps - ECFSU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da uva; Nps - ECFCJ = Nanopartículas do Extrato concentrado de farinha da casca da jabuticaba; Nps - ECFSJ = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da jabuticaba; Nps - ECFCH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do cálice de hibisco; Nps - ECFFSH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do fruto com semente de hibisco.

Observa-se que as nanopartículas com maior retenção de compostos fenólicos após inserção nas tapiocas foram as Nps-ECFCJ, com 89,54% (1%) e 81,12% (10%), indicando que a encapsulação da casca de jabuticaba oferece boa proteção térmica, possivelmente devido a uma estrutura encapsulada mais estável. Seguida das Nps-ECFSU apresentaram 78,54% (1%) e 77,89% (10%), com estabilidade térmica semelhante entre as concentrações. As Nps-ECFCU mostraram uma retenção de 77,84% (1%) e 70,01% (10%), sugerindo alguma degradação térmica em concentrações mais altas.

As Nps-ECFCH apresentou as menores retenções após inserção na matriz alimentar proposta, 63,03% (1%) e 59,98% (10%), possivelmente influenciadas pela rugosidade observada na estrutura das nanopartículas (Mendes et al., 2021). Esse fator estrutural pode ter reduzido a eficácia de encapsulação, levando a maiores perdas de compostos fenólicos após o aquecimento.

Diante disso, é possível afirmar preservação dos compostos fenólicos depende do tipo de subproduto utilizado como núcleo, e sua composição de bioativos, já que o tempo e a temperatura de aquecimento não foram alterados. Identificou-se que as nanopartículas provenientes de cascas tendem a ter melhor desempenho em relação às de sementes, possivelmente devido à maior eficiência na proteção contra o calor.

Nota-se que as formulações com menor concentração de compostos fenólicos apresentaram uma maior retenção desses compostos. A explicação é o amido da goma formar uma matriz protetora ao ser aquecido, formando uma barreira para as nanopartículas, diminuindo sua exposição ao calor (Falcão et al., 2022), quando em maior concentração de amido como é o caso das menores concentrações incorporadas, a proteção se torna maior.

### 5.9.1 Cor das tapiocas enriquecidas com nanopartículas carregadas com extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco

A tabela 26, apresenta os parâmetros de cor de nanopartículas de extratos concentrados de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco incorporadas à tapioca.

**Tabela 26.** Cor das tapiocas enriquecidas com nanopartículas de extratos concentrados de uva, jabuticaba e hibisco.

Tapiocas	L*	a*	b*	°Hue (h)	Chroma (C*)
Branco	98,01±0,87	0,84±0,01	0,98±0,11	49,4±1,25	1,29±0,87

Nps-ECFCU 1%	70,33±0,70	2,78±0,06	5,62±0,21	63,68±1,09	7,32±0,70
Nps-ECFCU 10%	62,47±0,95	4,98±0,08	4,02±1,03	38,91±13,16	6,40±0,95
Nps-ECFSU 1%	75,46±1,81	0,94±0,10	7,47±0,94	84,33±0,93	9,46±1,81
Nps-ECFSU 10%	71,85±1,74	1,77±0,35	8,46±1,36	78,18±3,83	8,75±1,74
Nps-ECFCJ 1%	70,0±2,41	2,69±0,54	6,26±0,12	71,96±3,12	8,54±2,41
Nps-ECFCJ 10%	48,03±1,11	4,02±0,23	8,67±0,22	58,92±1,06	7,72±1,11
Nps-ECFSJ 1%	74,01±2,03	2,11±0,44	6,54±0,45	72,12±0,77	6,83±2,03
Nps-ECFSJ 10%	68,54±1,54	1,88±0,98	7,56±0,75	76,08±0,81	7,16±1,54
Nps-ECFCH 1%	60,04±4,20	8,58±1,62	4,92±0,84	29,83±1,26	9,93±4,20
Nps-ECFCH 10%	49,08±2,22	15,03±1,74	3,53±1,09	13,22±0,86	16,41±2,22
Nps-ECFFSH 1%	67,10±1,98	1,29±1,11	3,89±0,02	71,65±1,99	4,29±1,08
Nps-ECFFSH 10%	60,53±1,01	0,87±0,13	6,04±0,74	81,80±1,33	6,21±1,01

Nps - ECFCU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da casca da uva; Nps - ECFSU = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da uva; Nps - ECFCJ = Nanopartículas do Extrato concentrado de farinha da casca da jabuticaba; Nps - ECFSJ = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha da semente da jabuticaba; Nps - ECFCH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do cálice de hibisco; Nps - ECFFSH = Nanopartículas do extrato concentrado de farinha do fruto com semente de hibisco.

O parâmetro L\* indica luminosidade da amostra, ou seja, o quão clara ou escura é uma amostra, essas mudanças são bastante pronunciadas com a adição de nanopartículas de extratos concentrados. A tapioca branca, por ser o controle, exibiu a maior luminosidade (98,01), sendo a mais clara dentre as amostras. Com a adição dos extratos, há uma redução evidente de L\*, sendo a maior queda observada nas amostras com Nps-ECFCJ 10% (casca de jabuticaba), cujo valor de L\* foi 48,03. Isso indica um escurecimento considerável, provavelmente devido à alta concentração de antocianinas, pigmentos responsáveis pelas cores avermelhadas e roxas presentes na casca da jabuticaba. Esses pigmentos são conhecidos por absorver a luz em comprimentos de onda específicos, o que resulta em um escurecimento perceptível na matriz alimentar (Gonçalves; Mambro; Perazzo, 2020).

Os valores de a\*, que indicam a tendência para tons vermelhos (-) ou verdes (+), apresentaram variações significativas com a adição de nanopartículas. A tapioca branca exibiu um valor de a\* próximo ao neutro (0,84), conforme o esperado. Entretanto, as formulações com nanopartículas de Nps-ECFCH e Nps-ECFCJ mostraram valores mais elevados de a\*, destacando-se a amostra Nps-ECFCH 10% com 15,03. Esse aumento reflete uma tendência para tons avermelhados, confirmando a presença de compostos pigmentantes, como as antocianinas, abundantes tanto no cálice do hibisco quanto na casca da jabuticaba (Lopes;

Moraes; Campos, 2014). Demonstrando que esses extratos são eficazes em promover uma coloração avermelhada nos alimentos, o que pode ser interessante para determinados produtos.

Os valores de  $b^*$  indicam a tendência para tons amarelos (-) ou azuis (+). A tapioca branca apresentou um valor baixo de  $b^*$  (0,98), o que é coerente com sua aparência visual neutra. Já as amostras enriquecidas com nanopartículas, demonstraram um aumento em todas as amostras, onde Nps – ECFCJ (6,26; 8,67), Nps – ECFSJ (6,54; 7,56), Nps – ECFCU (5,62; 4,02) e Nps – ECFSJU (7,47; 8,46), demonstraram os maiores valores, tendendo ao azul.

Os valores de  $^{\circ}$ Hue, que refletem a tonalidade da cor, variaram entre as amostras. Onde, a tapioca branca apresentou um  $^{\circ}$ Hue intermediário (49,4), enquanto a adição de nanopartículas modificou substancialmente essa tonalidade. A Nps-ECFSU 10% (farinha de semente de uva) teve o maior valor de  $^{\circ}$ Hue (81,80), indicando uma tonalidade tendendo ao verde-amarelo. Por outro lado, a Nps-ECFCH 10% apresentou um Hue muito baixo (13,22), refletindo uma tonalidade vermelha intensa. Seguido das amostras Nps- ECFCH 1% e Nps- ECFCU 10%.

Para o parâmetro Chroma, que mede a saturação ou intensidade da cor, observa-se que a tapioca branca teve um Chroma de apenas 1,29, indicando uma cor muito pouco saturada, quase neutra. No entanto, as amostras enriquecidas com nanopartículas, especialmente a Nps-ECFCH 10%, apresentaram valores muito mais elevados, chegando a 16,41. Isso demonstra que a adição de nanopartículas não só altera a tonalidade e a luminosidade, mas também aumenta significativamente a intensidade da cor, tornando a aparência do alimento mais vibrante. Esse efeito pode ser especialmente interessante do ponto de vista comercial, pois alimentos com cores mais saturadas tendem a ser percebidos como mais atrativos pelos consumidores.

Os resultados demonstrados indicam que o enriquecimento com as nanopartículas de extratos bioativos, particularmente os ricos em antocianinas, tem um impacto marcante nas propriedades colorimétricas de alimentos, como a tapioca. A modificação da cor é influenciada não apenas pela natureza do extrato, mas também pela sua concentração. Esses extratos, em especial os de casca de jabuticaba e cálice de hibisco, demonstram ser poderosos modificadores de cor, oferecendo uma gama de tonalidades que vão do vermelho ao azul e uma intensidade elevada de cor, o que pode ser explorado na formulação de novos produtos alimentícios com apelo visual. A escolha do extrato e sua concentração devem, portanto, ser cuidadosamente consideradas de acordo com o efeito visual desejado no produto final.

## 6 CONCLUSÃO

Os resultados obtidos a partir da caracterização físico-química das matérias-primas utilizadas neste estudo (uva, jabuticaba e hibisco) revelaram diferenças significativas em termos de peso, comprimento, diâmetro e rendimento de polpa e casca/cálice. A jabuticaba e a uva demonstraram um teor de resíduo após despulpamento de 40,7 % e uva 34,16%, respectivamente.

Quanto a composição centesimal e de minerais, os resultados indicaram um excelente teor de proteína, destacando-se as farinhas de sementes de uva e hibisco. A FSU se apresentou promissora para produtos com quantidades moderadas de lipídeos. Os teores de cinza foram altos na FCU e FSU, indicando riqueza em minerais. O teor de fibra em FSU e a FFSH atendendo mais de 100% da ingestão dietética recomendada de fibras.

As farinhas de hibisco demonstraram ser fontes significativas de cálcio e ferro, destacando-se a FCH. Os níveis de oxalato foram baixos, adequados para consumo seguro, e todas as farinhas estavam isentas de compostos cianogênicos. Em relação aos minerais, a FSU apresentou altos valores, exceto em potássio, e as farinhas de hibisco foram fontes notáveis de cálcio e ferro. O consumo regular das farinhas de uva, jabuticaba e hibisco, especialmente FCH e FFSH, pode aumentar a ingestão de nutrientes essenciais, promovendo saúde e bem-estar.

A análise das farinhas destacou a importância das proporções entre os minerais para a saúde. A maioria das farinhas tem níveis adequados de cálcio e fósforo para promover a saúde óssea e uma boa função tireoidiana. Algumas farinhas também têm boas proporções de cálcio e magnésio, embora o consumo exclusivo possa levar a deficiências de magnésio. A relação entre ferro e zinco é desequilibrada, com excesso de zinco, o que pode causar problemas de saúde. A presença de ácido oxálico não compromete a absorção de cálcio.

As correlações entre a composição dos alimentos e os minerais mostram que nutrientes como carboidratos, lipídeos, fibras e vários minerais estão inter-relacionados. Alimentos ricos em um componente tendem a ter menos de outro, enquanto outros nutrientes, como proteínas e minerais, mostram uma tendência a coexistir em altas quantidades. Essas inter-relações são essenciais para a saúde e o equilíbrio nutricional.

Os resultados demonstram como os compostos voláteis influenciam as características sensoriais dos subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco, podendo contribuir significativamente para o seu potencial uso em aplicações na indústria alimentícia, especialmente na criação de produtos com perfis aromáticos distintos.

O método de extração maceração + percolação foi eficaz na recuperação e preservação de compostos fenólicos das farinhas, com resultados melhores para casca e semente de jabuticaba. A avaliação de compostos bioativos e potencial antioxidante das farinhas e extratos demonstrou que esses subprodutos são ricos em componentes benéficos, reforçando seu potencial uso como ingredientes funcionais e o extrato da semente de jabuticaba como antimicrobiano frente a *Salmonella choleraesuis*, *Escherichia Klebsiella pneumoniae* e *Bacillus subtilis*.

A nanoencapsulação dos extratos concentrados apresentou resultados significativos nas propriedades físico-químicas das nanopartículas. As variações na eficiência de encapsulamento, tamanho de partícula e estabilidade coloidal demonstraram que o tipo de extrato bioativo influencia diretamente a performance das nanopartículas. As nanopartículas de cascas de uva e jabuticaba, e do cálice de hibisco demonstraram as maiores eficiências de encapsulação, sugerindo que fatores como polaridade e volatilidade dos compostos afetam o encapsulamento. As nanopartículas apresentaram tamanhos desejados para aplicação em alimentos, com potencial para liberação controlada e maior biodisponibilidade, destacando sua aplicabilidade em alimentos ou fármacos.

A nanoencapsulação de compostos bioativos provenientes de subprodutos de uva, jabuticaba e hibisco proporcionou proteção significativa desses compostos após aplicação na tapioca, especialmente em relação à estabilidade térmica e à preservação da atividade antioxidante após o processo de encapsulação e aquecimento, onde Nps-ECFCJ e Nps-ECFCU apresentaram as maiores retenções. As amostras enriquecidas com nanopartículas de casca de jabuticaba e cálice de hibisco apresentaram maior alteração na cor, com reduções na luminosidade e aumento da intensidade e saturação da cor. Esses efeitos sugerem que a adição de nanopartículas pode ser utilizada para modificar visualmente produtos alimentícios, aumentando o apelo visual sem comprometer a estabilidade e a retenção de compostos bioativos. Esses resultados indicam que as cascas desses frutos são fontes ricas de compostos fenólicos, sendo adequadas para aplicações alimentícias e nutraceuticas que visam melhorar o valor funcional dos alimentos.

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

ABOU-ARAB, Azza A.; ABU-SALEM, Ferial M.; ABOU-ARAB, Esmat A. Physico-chemical properties of natural pigments (anthocyanin) extracted from Roselle calyces (*Hibiscus subdariffa*). *Journal of American science*, v. 7, n. 7, p. 445-456, 2011.

ADDOR FAS, COTTA VIEIRA J, ABREU MELO CS. Improvement of dermal parameters in aged skin after oral use of a nutrient supplement. *Clin Cosmet Investig Dermatol* 11:195–201, 2018.

AJALA, L. O., OKAFOR, M. C., NDUKWE, M. K., OKORO, O. E., OGUNDELE, G. J., & OGUNDELE, R. B. (2021). In Vitro Element Bioavailability Studies of Some Underutilized Seeds in Southeast Nigeria. *Biological Trace Element Research*, 199(10), 3977-3986.

AKHOOND ZARDINI, A., MOHEBBI, M., FARHOOSH, R. et al. Produção e caracterização de carreadores lipídicos nanoestruturados e nanopartículas lipídicas sólidas contendo licopeno para fortificação de alimentos. *J Alimentos Sci Technol* 55, 287–298, 2018. <https://doi.org/10.1007/s13197-017-2937-5>

ALBUQUERQUE, Bianca R. et al. Could fruits be a reliable source of food colorants? Pros and cons of these natural additives. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, v. 61, n. 5, p. 805-835, 2021.

ALAMED, J. et al. Relationships between free radical scavenging and antioxidant activity in foods. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 57, n. 7, p. 2969–2976, 2009.

AL JITAN, Samar; ALKHOORI, Saeed A.; YOUSEF, Lina F. Phenolic acids from plants: Extraction and application to human health. *Studies in natural products chemistry*, v. 58, p. 389-417, 2018.

ALLEN, L. H., ROSENBERG, I. H., OAKLEY, G. P., AND OMENN, G. S. (2010). Considering the case for vitamin B12 fortification of flour. *Food Nutrit. Bull.* 31(1 Suppl.), 36–46. doi: 10.1177/15648265100311s104

ALGHARIB, Samah Attia et al. Preparation of chitosan nanoparticles by ionotropic gelation technique: Effects of formulation parameters and in vitro characterization. *Journal of Molecular Structure*, v. 1252, p. 132129, 2022.

ALTIN, G.; GÜLTEKIN-ÖZGÜVEN, M.; OZCELIK, B.t. Liposomal dispersion and powder systems for delivery of cocoa hull waste phenolics via Ayran (drinking yoghurt): Comparative studies on in-vitro bioaccessibility and antioxidant capacity. *Food hydrocolloids*, v. 81, p. 364-370, 2018.

ANDREO, D.; JORGE, N. Antioxidantes naturais: técnicas de extração. *Boletim do CEPPA*. Paraná: Curitiba, 2006. v. 24, n. 2, p. 319-336.

ANVISA. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. Ministério da saúde. Resolução RDC n. 269, de 22 de setembro de 2005. Regulamento técnico sobre a ingestão diária recomendada (idr) de proteína, vitaminas e minerais. Disponível em: [https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2005/rdc0269\\_22\\_09\\_2005.html](https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2005/rdc0269_22_09_2005.html). Acesso em 23 de setembro de 2023.

AOAC, 2012. AOAC INTERNATIONAL Methods Committee Guidelines for Validation of Microbiological Methods for Food and Environmental Surfaces. AOAC® Standards Development ©2012 AOAC INTERNATIONAL ALL RIGHTS RESERVED.

ASCHERI, D. P. R., ASCHERI, J. L. R., & CARVALHO, C. W. P. D. (2006). Caracterização da farinha de bagaço de jabuticaba e propriedades funcionais dos extrusados. *Food Science and Technology*, 26, 897-905.

ASSADPOUR E.; JAFARI SM. **3-nanoencapsulation: techniques and developments for food applications**, *Nanomaterials for food applications*, 2019.

ASSADPOUR E.; JAFARI SM ; ESFANJANI, AF. **Protection of phenolic compounds within nanocarriers** *CAB Rev*, 12 (057) (2017), pp. 1-8.

AVALOS-MARTÍNEZ, E., PINO, J. A., SÁYAGO-AYERDI, S., SOSA-MOGUEL, O., CUEVAS-GLORY, L. Assessment of volatile compounds and sensory characteristics of Mexican hibiscus (*Hibiscus sabdariffa* L.) calyces hot beverages. *Journal of food science and technology*, 56(1), 360-366, 2019.

BANERJEE, S.; BANERJEE, A.; PALIT, D. Morphological and biochemical study of plant species-a quick tool for assessing the impact of air pollution. **J. Clean. Prod.** 2022, 339, 130647

BAUR JA, PEARSON KJ, PRICE NL, JAMIESON HA, LERIN C, KALRA A, et al. Resveratrol improves health and survival of mice on a high-calorie diet. *Nature* 2006;444:337–42.

BEGUM Z, YOUNUS I (2018) Hibiscus rosa sinensis mediate anxiolytic effect via modulation of ionotropic GABA—a receptors: possible mechanism of action. *Metab Brain Dis* 33:823–827

BEN-ERIK, VAN, WYK (2014). *Culinary Herbs and Spices of the World*. University of Chicago Press. p. 146. ISBN 978-0-226-09183-9.

BERTOLINO, M. et al. Influence of the addition of different hazelnut skins on the physicochemical, antioxidant, polyphenol and sensory properties of yogurt. *LWT - Food Science and Technology*, v. 63, n. 2, p. 1145–1154, 2015.

BIEL, W. et al. Comparison of yield, chemical composition and farinograph properties of common and ancient wheat grains. *European Food Research and Technology*, v. 247, n. 6, p. 1525-1538, 2021.

BRASIL. Ministério da Saúde. Portaria nº 519, de 26 de junho de 1998. Aprova o Regulamento Técnico para Fixação de Identidade e Qualidade de “Chás – Plantas Destinadas à Preparação de Infusões ou Decocções”. *Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil*. Brasília, DF, 29 jun 1998.

BRASIL. (2005a). Ministério da Saúde. Resolução RDC nº 263 de 22 de setembro de 2005 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Regulamento Técnico para produtos de cereais, amidos, farinhas e farelos. *Diário Oficial da União*. Brasília, DF, 23 set. 2005

BOESSO, F.F.; VENTURINI FILHO, W.G.; BRUNELLI, L.T. et al. Caracterização Físico-Química, Energética e Sensorial de Refresco Adoçado de Jabuticaba. *Energia Na Agricultura*, v.30, n.4, p.429-436, 2015

BOUCHOUCHA, M., FAYE, A., SAVARIEAU, B., ARSAC, M., 2004. Effect of an oral bulking agent and a rectal laxative administered alone or in combination for the treatment of constipation. *Gastroenterol. Clin. Biol.* 28, 438–443.

BUENO, T. M., SCHIASSI, M. C. E. V., SOUZA, R. H., CARVALHO, G. R., & QUEIROZ, F. (2020). Efeito do forneamento e resfriamento em barras de cereais elaboradas com resíduos de uva e de jaboticaba. *Research, Society and Development*, 9(11), e2879119783-e2879119783.

CARVALHO. Caracterização da cadeia industrial. In: SOUZA, L.S.; FARIAS, A.R.; MATTOS, P.L.P.; FUKUDA, W.M.G. (eds.). Aspectos socioeconômicos e agrônômicos da mandioca. Cruz das Almas: Embrapa Mandioca e Fruticultura Tropical, cap. 5, p. 112-125, 2006.

CARDOSO, M. A., LOURENÇO, B. H., MATIJASEVICH, A., CASTRO, M. C., & FERREIRA, M. U. (2024). Prevalência e preditores de anemia na infância no estudo de coorte de nascimentos MINA-Brasil. *Revista de Saúde Pública*, 57, 6s.

CARDOSO, R. V. C. et al. Flour fortification for nutritional and health improvement: A review. *Food Research International*, v. 125, n. May, p. 108576, 2019.

CASTRO NEA, PINTO JEBP, CARDOSO MG, MORAIS AR, BERTOLUCCI SKV, SILVA FG, et al. Planting time for maximization of yield of vinegar plant calyx (*Hibiscus sabdariffa* L.). *Ciênc Agrotec.* 2004;28(3):542-51.

CATALGOL, B. et al. Resveratrol: French paradox revisited. *Frontiers in Pharmacology*, v. 3 JUL, n. July, p. 1–18, 2012.

CEREDA, M.P.; VILPOUX, O.F. (Coord.). Tecnologias, usos e potencialidades de tuberosas amiláceas latino americanas. v. 3. São Paulo: Fundação Cargill, 2003, 711p. (Série Cultura de tuberosas amiláceas latino-americanas).

CHAOUCHE et al. **Avaliação da atividade antioxidante de extratos hidrometanólicos de algumas espécies medicinais da Argélia do Sul** *J. Chinese Med. Assoc.*, 77 ( 6 ) ( 2014 ), pp. 302 - 307

CHEN J, ZHOU Y, MUELLER-STEINER S, CHEN LF, KWON H, YI S, MUCKE L, GAN L (2005) SIRT1 protects against microglia-dependent amyloid-beta toxicity through inhibiting NF-kappaB signaling. *J Biol Chem* 280, 40364-40374

CHUYEN, Hoang V. et al. Encapsulation of carotenoid-rich oil from Gac peel: Optimisation of the encapsulating process using a spray drier and the storage stability of encapsulated powder. *Powder Technology*, v. 344, p. 373-379, 2019.

COELHO, C. Almeida; AMORIM, B.S. Expandindo a distribuição geográfica de *Hibiscus sabdariffa* L. (Malvaceae): uma espécie naturalizada e negligenciada para a flora brasileira. **Hoehnea**, São Paulo, v. 46, n. 1, e1012018, 2019.

CORPAS, R.; GRINAN-FERRE, C.; RODRIGUEZ-FARRE, E.; PALLAS, M.; SANFELIU, C. Resveratrol induces brain resilience against Alzheimer neurodegeneration through proteostasis enhancement. *Mol. Neurobiol.* 2019, 56, 1502–1516.

CROZIER, A., CLIFFORD, M. N., & ASHIHARA, H. (2006). Plant secondary metabolites. Occurrence, Structure and Role in the Human Diet, Blackwell-Publishers.

DAI, W., RUAN, C., SUN, Y., GAO, X., & LIANG, J. (2020). Controlled release and antioxidant activity of chitosan and  $\beta$ -lactoglobulin complex nanoparticles loaded with epigallocatechin gallate. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 188, 110802.

DANNER, M. A., SASSO, S. A. Z., BITTENCOURT, J. V. M., CITADIN, I., & SACHET, M. R. (2011). Protocol suggested for DNA extraction of jaboticaba trees. *Ciência Florestal*, 21(2), 363-367.

DHAR, Priyanka et al. Chemistry, phytotechnology, pharmacology and nutraceutical functions of kenaf (*Hibiscus cannabinus* L.) and roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) seed oil: An overview. *Industrial Crops and Products*, v. 77, p. 323-332, 2015.

DELFANIAN, Mojtaba; KENARI, Reza Esmailzadeh; SAHARI, Mohammad Ali. Antioxidant activity of loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) fruit peel and pulp extracts in stabilization of soybean oil during storage conditions. *International Journal of Food Properties*, v. 18, n. 12, p. 2813-2824, 2015.

DELFANIAN, Mojtaba; SAHARI, Mohammad Ali. Improving functionality, bioavailability, nutraceutical and sensory attributes of fortified foods using phenolics-loaded nanocarriers as natural ingredients. *Food Research International*, p. 109555, 2020.

DESHMUKH, A. R., & KIM, B. S. (2019). Chitosan-vitamin C nanoparticles. *KSBB Journal*, 34(4), 221-232.

DE LUNA, Aurilene Tavares et al. Estudo físico-químico, bromatológico e microbiológico de *Manihot esculenta* Crantz (Mandioca). **Revista Interfaces: Saúde, Humanas e Tecnologia**, v. 1, n. 2, 2013.

D'Heurex-Calix F, Badrie N. Consumer acceptance and physicochemical quality of processed red sorrel/roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) sauces from enzymatic extracted calyces. *Food Serv Technol*. 2004;4:141-8.

DIAS, L. G. et al. Identification of volatiles and odor-active compounds of aromatic rice by OSME analysis and SPME/GC-MS. *Food Research International*, v. 142, p. 110206, 2021.

DOGAN, Aysegul; EYLEM, Cemil Can; AKDUMAN, Nursabah E. Basci. Application of green methodology to pharmaceutical analysis using eco-friendly ethanol-water mobile phases. *Microchemical Journal*, v. 157, p. 104895, 2020.

El-Sayed NS, Bayan Y (2015) Possible role of resveratrol targeting estradiol and neprilysin pathways in lipopolysaccharide model of Alzheimer disease. *Adv Exp Med Biol* 822, 107-118.

EL-SHIEKH, Riham A. et al. *Hibiscus sabdariffa* L.: A potent natural neuroprotective agent for the prevention of streptozotocin-induced Alzheimer's disease in mice. *Biomedicine & Pharmacotherapy*, v. 128, p. 110303, 2020.

ELEMIKE, E. E., UZOH, I. M., ONWUDIWE, D. C., AND BABALOLA, O. O. (2019). The role of nanotechnology in the fortification of plant nutrients and improvement of crop production. *Appl. Sci.* 9:499. doi: 10.3390/app9030499

AF Esfanjani , E. Assadpour , SM Jafari **Melhorar a biodisponibilidade de compostos fenólicos, carregando-os em nanocarreadores baseados em lipídios** 76 (2018) , pp. 56 – 66.

FANG, Zhongxiang; BHANDARI, Bhesh. Encapsulation of polyphenols—a review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 21, n. 10, p. 510-523, 2010.

FAO. Nutrition-Sensitive Agriculture and Food Systems in Practice. Options for Intervention. In Nutrition-Sensitive Agriculture and food Systems in practice. Options for Intervention. Rome: FAO, 2017.

FAO. FAOSTAT. Production - crops. Disponível em:<http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC/visualize>> Acesso em: 20 mai. 2020.

FALCÃO, A. P. et al. Rheological behavior and color stability of anthocyanins from Merlot (*Vitis vinifera* L.) and Bordô (*Vitis labrusca* L.) grapes in a jam model system. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 29, n. 4, p. 857–862, 2009.

Falcão, L. D. S., Coelho, D. B., Veggi, P. C., Campelo, P. H., Albuquerque, P. M., & de Moraes, M. A. (2022). Starch as a matrix for incorporation and release of bioactive compounds: fundamentals and applications. *Polymers*, 14(12), 2361.

Federico A, Cardaioli E, Da Pozzo P, Formichi P, Gallus GN, Radi E (2012) Mitochondria, oxidative stress and neurodegeneration. *J Neurol Sci* 322:254-262.

FDA Talk Paper. (1998). FDA allows foods containing psyllium to make health claim on reducing risk of heart disease.

Ferreira A. E., Ferreira, B. S., Lages, M. M. B., Rodrigues, V. A. F., Thé, P. M. P., & Pinto, N. A. V. D. (2012). Produção, caracterização e utilização da farinha de casca de jabuticaba em biscoitos tipo cookie. *Alimentos e Nutrição, Araraquara*, 23(4), 603-607.

FERREIRA, D. M.; CARVALHO, K. C. M. .; NATEL, A. S. .; AGUIAR , Édina de F. .; SILVA, L. F. L. e. Physical and chemical characterization of biscuit with or without hibiscus flour. *Research, Society and Development*, [S. l.], v. 11, n. 2, p. e49011226094, 2022.

Fradinho, P., Nunes, M. C., & Raymundo, A. (2015). Developing consumer acceptable biscuits enriched with Psyllium fibre. *Journal of Food Science and Technology*, 52(8), 4830–4840. <https://doi.org/10.1007/s13197-014-1549-6>

Franco, E. A. N., Sanches-Silva, A., Ribeiro-Santos, R., & de Melo, N. R. (2019). Psyllium (*Plantago ovata* Forsk): From evidence of health benefits to its food application. *Trends in Food Science & Technology*.

Franco, R., Oñatibia-Astibia, A., & Martínez-Pinilla, E. (2013). Health benefits of methylxanthines in cacao and chocolate. *Nutrients*, 5(10), 4159-4173.

FREITAS, T. P., TAVER, I. B., SPRICIGO, P. C., DO AMARAL, L. B., PURGATTO, E., JACOMINO, A. P. (2020). Volatile compounds and physicochemical quality of four jabuticabas (*Plinia* sp.). *Molecules*, 25(19), 4543.

FRUMENTO, D. et al. Development of milk fermented with *Lactobacillus acidophilus* fortified with *Vitis vinifera* Marc Flour. *Food technology and biotechnology*, v. 51, n. 3, p. 370 – 375, 2013.

Gal, R., Deres, L., Toth, K., Halmosi, R., & Habon, T. (2021). The effect of resveratrol on the cardiovascular system from molecular mechanisms to clinical results. *International journal of molecular sciences*, 22(18), 10152.

GANDHI S, ABRAMOV AY (2012) Mechanism of oxidative stress in neurodegeneration. *Oxid Med Cell Longev* 2012:428010.

GAVIRIA, Y.A.; Rodriguez et al. Smart labels based on polyvinyl alcohol incorporated with chitosan nanoparticles loaded with grape extract: Functionality, stability and food application. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 263, p. 130513, 2024.

Ghasemzadeh Rahbardar, M., & Hosseinzadeh, H. (2020). Effects of rosmarinic acid on nervous system disorders: an updated review. *Naunyn-Schmiedeberg's Archives of Pharmacology*, 393(10), 1779-1795.

GUEDES, M.N.S., RUFINI, J.C.M., AZEVEDO, A.M. et al. Fruit quality of jaboticaba progenies cultivated in a tropical climate of altitude. *Fruits, The International Journal of Tropical and Subtropical Horticulture*, v.69, n.6, p.449-458, 2014

GIBB, R. D. et al. Psyllium fiber improves glycemic control proportional to loss of glycemic control : a meta-analysis of data in euglycemic subjects , patients at risk of type 2 diabetes mellitus , and patients being treated for type 2 diabetes mellitus 1. *The American Journal of Clinical Nutrition*, v. 102, p. 1604–1614, 2015.

Gligor, O., Mocan, A., Moldovan, C., Locatelli, M., Crişan, G., & Ferreira, I. C. (2019). *Enzyme-assisted extractions of polyphenols – a comprehensive review. Trends in Food Science & Technology*. doi:10.1016/j.tifs.2019.03.029

Gross, J. *Pigments in Vegetables: Chlorophylls and Carotenoids*; Van Nostrand Reinhold: New York, 1991.

GRUJIC, Nevena et al. Effects of different extraction methods and conditions on the phenolic composition of mate tea extracts. *Molecules*, v. 17, n. 3, p. 2518-2528, 2012.

GOMES, P. T. C. Avaliação de características nutricionais da mandioca e de seus híbridos interespecíficos. Dissertação (Mestrado em Nutrição Humana) –Universidade de Brasília, Brasília, 2010.

Gossiau A, Chen KY. Nutraceuticals, apoptosis, and disease prevention. *Nutrition* 2004;20:95-102.

Gundgaard J, Nielsen JN, Olsen J, Sorensen J. Increased intake of fruit and vegetables: Estimation of impact in terms of life expectancy and healthcare costs. *Public Health Nutrition* 2003;6:25-30.

Hadidi, M., Liñán-Atero, R., Tarahi, M., Christodoulou, M. C., & Aghababaei, F. (2024). The Potential Health Benefits of Gallic Acid: Therapeutic and Food Applications. *Antioxidants*, 13(8), 1001.

HAILU AA, ADDIS G (2016) The content and bioavailability of mineral nutrients of selected wild and traditional edible plants as affected by household preparation methods practiced by local community in Benishangul Gumuz Regional State. *Ethiopia Intl J Food Sci* 2016:1–7.

HALLBERG, Leif; BRUNE, M. A. T. S.; ROSSANDER-HULTHÉN, L. E. N. A. Is there a physiological role of vitamin C in iron absorption?. *Annals of the New York Academy of Sciences*, v. 498, p. 324-332, 1987.

HAMADJIDA, A., MBOMO, R. E. A., MINKO, S. E., NTCHAPDA, F., MINGOAS, J. P. K., & NNANGA, N. Antioxidant and anti-inflammatory effects of *Boswellia dalzielii* and *Hibiscus sabdariffa* extracts in alloxan-induced diabetic rats. ***Metabolism Open***, 100278, 2024..

HATHCOCK, J. N. (1997). Vitamin and mineral safety.

HEGARTY, S. V., LEE, D. J., O'KEEFFE, G. W., & SULLIVAN, A. M. (2017). Effects of intracerebral neurotrophic factor application on motor symptoms in Parkinson's disease: A systematic review and meta-analysis. *Parkinsonism & related disorders*, 38, 19–25.

HRITCU, Lucian et al. Neuroprotective effect of the methanolic extract of *Hibiscus asper* leaves in 6-hydroxydopamine-lesioned rat model of Parkinson's disease. ***Journal of ethnopharmacology***, v. 137, n. 1, p. 585-591, 2011.

HOJJATOLESLAMY, M. et al. Rheological properties of the gum fractions from psyllium (*Plantago psyllium* L.) Mohammad. *Journal of Herbal Drugs*, v. 4, n. 2, p. 69–74, 2013.

Holetz, F.B., Pessini, G. L., Sanches, N. R., Cortez, D. A. G., Nakamura, C. V., Filho, B. P. D. (2002). Screening of Some Plants Used in the Brazilian Folk Medicine for the Treatment of Infectious Diseases. *Memorias Do Instituto Oswaldo Cruz*, 97 (7), 1027–31.

HOSU, A. et al. Analysis of total phenolic, flavonoids, anthocyanins and tannins content in Romanian red wines: Prediction of antioxidant activities and classification of wines using artificial neural networks. *Food Chemistry*, v. 150, n. 1, p. 113–118, 2014.

HOUNSOME, N., HOUNSOME, B., TOMOS, D., & EDWARDS-JONES, G. (2008). Plant metabolites and nutritional quality of vegetables. *Journal of food science*, 73(4), R48-R65.

HSIEH, F. M., HUANG, C., LIN, T. F., CHEN, Y. M., & LIN, J. C. (2008). Study of sodium tripolyphosphate-crosslinked chitosan beads entrapped with *Pseudomonas putida* for phenol degradation. *Process Biochemistry*, 43(1), 83-92.

IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística, Levantamento Sistemático da Produção Agrícola. 2020. Disponível em: <https://sidra.ibge.gov.br/pesquisa/lspa/tabelas> Acesso em : 25 mai. 2020.

Ilk, S.; Saglam, N.; Ozgen, M.; Korkusuz, F. Chitosan nanoparticles enhances the anti-quorum sensing activity of kaempferol. *Int. J. Biol. Macromol.* 2017, 94, 653–662.

Institute of Medicine. Dietary reference intakes for energy, carbohydrate, fiber, fat, fatty acids, cholesterol, protein, and amino acids. Washington, DC, USA: The National Academies Press; 2005. <https://doi.org/10.17226/10490>

INSTITUTO BRASILEIRO DE DEFESA DO CONSUMIDOR. IDEC. PANCs: saiba o que são e porque podem ajudar a tornar seu prato mais variado, 2021. Disponível em: <<https://idec.org.br/consultas/dicas-e-direitos/plantas-alimenticias-no-convencionais-saiba-o-que-so-e-porque-podem-ajudar-a-tornar-seu-prato-mais-variado>> Acesso em 30 mai 2022.

IZQUIERDO-VEGA, J.A.; ARTEAGA-BADILLO, D.A.; SÁNCHEZ-GUTIÉRREZ, M.; MORALES-GONZÁLEZ, J.A.; VARGAS-MENDOZA, N.; GÓMEZ-ALDAPA, C.A.; CASTRO-ROSAS, J.; DELGADO-OLIVARES, L.; MADRIGAL-BUJAJIDAR, E.; MADRIGAL-SANTILLÁN, E. Organic Acids from Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.)—A Brief Review of Its Pharmacological Effects. *Biomedicines* 2020, 8, 100.

S.M. Jafari, E. Assadpour, Y. He, B. Bhandari **Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying** *Drying Technol*, 26 (2008), pp. 816-835.

JAFARI, S. M. (2017a). An overview of nanoencapsulation techniques and their classification. In *Nanoencapsulation technologies for the food and nutraceutical industries* (pp. 1–34). Elsevier.

JAKOBEK, L. Interactions of polyphenols with carbohydrates, lipids and proteins. *Food chemistry*, v. 175, p. 556-567, 2015.

JANG, M.; CAI, L.; UDEANI, G.O.; SLOWING, K.V.; THOMAS, C.F.; BEECHER, C.W.; FONG, H.H.; FARNSWORTH, N.R.; KINGHORN, A.D.; MEHTA, R.G.; et al. Cancer chemopreventive activity of resveratrol, a natural product derived from grapes. *Science* 1997, 275, 218–220.

JESUS, N. D., MARTINS, A. B. G., ALMEIDA, E. J. D., LEITE, J. B. V., GANGA, R. M. D., SCALOPPI JUNIOR, E. J., ... & MOREIRA, R. F. C. (2004). Caracterização de quatro grupos de jaboticabeira, nas condições de Jaboticabal-SP. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 26, 482-485.

Jl, J.; YANG, X.; FLAVEL, M.; SHIELDS, Z. P.-I.; KITCHEN, B. Antioxidant and Anti-Diabetic Functions of a Polyphenol-Rich Sugarcane Extract. *J. Am. Coll. Nutr.* 2019, 38, 670,

JULIANO, B. (1979). Amylose analysis- A review. In: *Proc. Workshop on chemical aspects of rice grain quality* (pp. 251–260). International Rice Research Institute.

JUNG, E., KIM, Y., & JOO, N. (2013). Physicochemical properties and antimicrobial activity of Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93(15), 3769-3776.

KALE, M. S.; YADAV, M. P.; HANAH, K. A. Suppression of psyllium husk suspension viscosity by addition of water soluble polysaccharides. *Journal of Food Science*, v. 81, n. 10, p. E2476– E2483, 2016.

Karuppagounder SS, Pinto JT, Xu H, Chen HL, Beal MF, Gibson GE. Dietary supplementation with resveratrol reduces plaque pathology in a transgenic model of Alzheimer's disease (2009) *Neurochem Int* 54, 111-118.

Kim, E.S.; Kim, D.Y.; Lee, J.-S.; Lee, H.G. Quercetin delivery characteristics of chitosan nanoparticles prepared with different molecular weight polyanion cross-linkers. *Carbohydr. Polym.* 2021, 267, 118157–118165

KLEIN, Rosecler Scacchetti et al. **Sensor eletroquímico baseado em eletrodo nanoporoso para detecção e quantificação de trans-resveratrol**. 2020. Dissertação de Mestrado. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

KOUSHKI, M. et al. Resveratrol: A miraculous natural compound for diseases treatment. *Food Science and Nutrition*, v. 6, n. 8, p. 2473–2490, 2018.

KOYUNCU, F. Organic acid composition of native black mulberry fruit. *Chemistry of natural compounds*, v. 40, p. 367-369, 2004.

KONSTANTINIDIS, N., FRANKE, H., SCHWARZ, S., & LACHENMEIER, D. W. Risk assessment of trigonelline in coffee and coffee by-products. *Molecules*, 28(8), 3460, 2023.

KUMAR, Manoj et al. Recent trends in extraction of plant bioactives using green technologies: A review. *Food Chemistry*, v. 353, p. 129431, 2021.

KUNDU, J. K.; SURH, Y. J. Cancer chemopreventive and therapeutic potential of resveratrol: Mechanistic perspectives. *Cancer Letters*, v. 269, n. 2, p. 243–261, 2008.

JA Larrauri , P. Ruperez , F. Saura-Calixto **Efeito da temperatura de secagem na estabilidade de polifenóis e na atividade antioxidante de cascas de bagaço de uva vermelha** *J Agric Food Chem* , 45 ( 1997 ) , pp. 1390 – 1393

MACIEL, L. G., DO CARMO, M. A. V., AZEVEDO, L., DAGUER, H., MOLOGNONI, L., DE ALMEIDA, M. M., ... & ROSSO, N. D. (2018). Hibiscus sabdariffa anthocyanins-rich extract: Chemical stability, in vitro antioxidant and antiproliferative activities. *Food and Chemical Toxicology*, 113, 187-197.

LEE, D. H.; FRANCIS, F. J. Standardization of Pigment Analyses in Cranberries. *Hort Science*, v. 7, n. 1, p. 83–84, 1972.

LEONEL, M. et al. Extração e caracterização de amido de biri (*Canna edulis*). *Brazilian Journal of Food Technology*, Campinas, v. 5, n. 1, p. 27-32, 2002a.

LI, D., RUI, Y. X., GUO, S. D., LUAN, F., LIU, R., & ZENG, N. (2021). Ferulic acid: A review of its pharmacology, pharmacokinetics and derivatives. *Life sciences*, 284, 119921.

LIANG, J., YAN, H., PULIGUNDLA, P., GAO, X., ZHOU, Y., & WAN, X. (2017). Applications of chitosan nanoparticles to enhance absorption and bioavailability of tea polyphenols: a review. *Food Hydrocolloids*, 69, 286–292.

LIANG, Ningjian; KITTS, David D. Role of chlorogenic acids in controlling oxidative and inflammatory stress conditions. *Nutrients*, v. 8, n. 1, p. 16, 2015.

LIMA, Annete de Jesus Boari et al. Caracterização química do fruto jaboticaba (*Myrciaria cauliflora* Berg) e de suas frações. **Archivos Latinoamericanos de Nutricion**, v. 58, n. 4, p. 416, 2008.

LIM, K. G., GRAY, A. I., ANTHONY, N. G., MACKAY, S. P., PYNE, S., & PYNE, N. J. Resveratrol and its oligomers: modulation of sphingolipid metabolism and signaling in disease. *Archives of toxicology*, 88, 2213-2232, 2014.

LIN MT, BEAL MF (2006) Mitochondrial dysfunction and oxidative stress in neurodegenerative diseases. *Nature* 443: 787-795.

LIN, Y.; YNGVE, A.; LAGERGREN, J.; LU, Y. A dietary pattern rich in lignans, quercetin and resveratrol decreases the risk of oesophageal cancer. *Br. J. Nutr.* 2014, 112, 2002–2009.

LINNEWIEL K, KHANIN M, DANILENKO, ZANGO G, AMOSI Y, LEVY J, et al. The anti-cancer effects of carotenoids and other phytonutrients resides in their combined activity. *Archives of Biochemistry and Biophysics* 2015;572:28-35.

LIU KS, TSAO SM, YIN MC. In vitro antibacterial activity of roselle calyx and protocatechuic acid. *Phytother Res.* 2005; 19:942-5.

LIU, Y.; GUO, X.; LÜ, Z.; XIE, W. Study on the Pharmacokinetics and Bioavailability of Syringic Acid in Rabbits. *J. Chin. Med. Mater.* 2003, 26, 798

LOCKOWANDT, L., PINELA, J., RORIZ, C. L., PEREIRA, C., ABREU, R. M., CALHELHA, R. C., & FERREIRA, I. C. (2019). Chemical features and bioactivities of cornflower (*Centaurea cyanus* L.) capitula: The blue flowers and the unexplored non-edible part. *Industrial Crops and Products*, 128, 496-503.

LUCA, A. et al. Storage and baking stability of encapsulated sour cherry phenolic compounds prepared from micro-and nano-suspensions. *Food and Bioprocess Technology*, v. 7, p. 204-211, 2014.

LUCERI, C., GIOVANNELLI, L., PITOZZI, V.. Beneficial vs. harmful effects of phenolic compounds in the body: Pro-oxidant vs. antioxidant effects." In *Journal of Physiology and Biochemistry*. Este artigo aborda como compostos fenólicos, como o ácido cafeico, podem ter uma ação pró-oxidante dependendo de sua concentração e ambiente bioquímico, 2008.

MA, C.; SUN, Z.; CHEN, C.; ZHANG, L.; ZHU, S. Simultaneous separation and determination of fructose, sorbitol, glucose and sucrose in fruits by HPLC–ELSD. **Food chemistry**, v. 145, p. 784-788, 2014.

MACIEL, M. J.; PAIM, M. P. ; Heloisa Helena Carvalho ; WIEST, J. M. . Avaliação do extrato alcoólico de hibisco (*Hibiscus sabdariffa* L.) como fator de proteção. *REVISTA DO INSTITUTO ADOLFO LUTZ*, v. 71, p. 462-470, 2012.

McCaleb RS. Roselle Production Manual (*Hibiscus sabdariffa*). Herb Research Foundation, USA, 1998.

MALVI, Ujwala Ranade. Interaction of micronutrients with major nutrients with special reference to potassium. *Karnataka Journal of Agricultural Sciences*, v. 24, n. 1, 2011.

MAMEDE, M. E. de O.; PASTORE, G. M. Avaliação de mosto de uva fermentado. *Food Science and Technology*, v. 27, p. 281-284, 2007.

MANOHARAN, Shanmugam et al. The role of reactive oxygen species in the pathogenesis of Alzheimer's disease, Parkinson's disease, and Huntington's disease: a mini review. **Oxidative medicine and cellular longevity**, v. 2016, 2016.

L. Manzocco, S. Calligaris, D. Mastrocola, MC Nicoli, CR Lerici **Revisão do escurecimento não enzimático e capacidade antioxidante em alimentos processados** Trends Food Sci Technol, 11 (2000), pp. 340–346.

MARALDI, Tullia; VAUZOUR, David; ANGELONI, Cristina. Dietary polyphenols and their effects on cell biochemistry and pathophysiology 2013. Oxidative Medicine and Cellular Longevity, Hindawi Publishing Corporation 2014.

Mahadevan N, Shivali, Pradeep K. Hibiscus sabdariffa Linn. An overview. Nat Prod Radiance. 2009;8(1):77-83.

Mattison, J.A.; Wang, M.; Bernier, M.; Zhang, J.; Park, S.; Maudsley, S.; An, S.S.; Santhanam, L.; Martin, B.; Faulkner, S.; et al. Resveratrol prevents high fat/sucrose diet-induced central arterial wall inflammation and stiffening in nonhuman primates. Cell Metab. 2014, 20, 183–190.

Mendes-Pinto, M. M., Silva Ferreira, A. C., Caris-Veyrat, C., & Guedes de Pinho, P. (2005). Carotenoid, chlorophyll, and chlorophyll-derived compounds in grapes and port wines. Journal of agricultural and food chemist

MELO, Enayde de Almeida et al. Capacidade antioxidante de frutas. Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas, v. 44, p. 193-201, 2008.ry, 53(26), 10034-10041.

GÓMEZ-MEJÍA, E., RORIZ, C. L., HELENO, S. A., CALHELHA, R., DIAS, M. I., PINELA, J., ... & BARROS, L. (2021). Valorisation of black mulberry and grape seeds: Chemical characterization and bioactive potential. Food Chemistry, 337, 127998.

MENG, X.; LI, Y.; LI, S.; ZHOU, Y.; GAN, R.-Y.; XU, D.-P.; LI, H.-B. Dietary sources and bioactivities of melatonin. Nutrients 2017, 9, 367.

MORALES, P; BARROS, L; DIAS, M.I.; SANTOS-BUELGA, C; FERREIRA, I.C; ASQUIERI, E.R; BERRIOS, J.D.J. (2016). Non-fermented and fermented jabuticaba (Myrciaria cauliflora Mart.) pomaces as valuable sources of functional ingredients. Food chemistry, 208, 220-227.

MORTREUX, M. et al. A moderate daily dose of resveratrol mitigates muscle deconditioning in a martian gravity analog. Frontiers in Physiology, v. 10, n. JUL, p. 1–6, 2019.

MOORE, R. Y. (2003). Organization of midbrain dopamine systems and the pathophysiology of Parkinson's disease. Parkinsonism & related disorders, 2, 65–71.

MORELLI, L. L. L.; PRADO, M. A. Extraction optimization for antioxidant phenolic compounds in red grape jam using ultrasound with a response surface methodology. Ultrasonics Sono chemistry, v. 19, n. 6, p. 1144–1149, 2012.

MOHAN, Anand; POHLMAN, F. W. Role of organic acids and peroxyacetic acid as antimicrobial intervention for controlling Escherichia coli O157: H7 on beef trimmings. LWT-Food Science and Technology, v. 65, p. 868-873, 2016.

NADE V, KANHERE S, KAWALE L, YADAV A (2011) Cognitive enhancing and antioxidant activity of ethyl acetate soluble fraction of the methanol extract of Hibiscus rosa sinensis in scopolamine-induced amnesia. Indian J Pharmacol 43(2):137.

NAGATA, M.; YAMASHITA, I. Simple method for simultaneous determination of chlorophyll and carotenoids in tomato fruit. *Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi*, v. 39, n. 10, p. 925-928, 1992.

NERI-NUMA, I.A.; SANCHO, R.A.S.; PEREIRA, A.P.A.; PASTORE, G.M. (2018). Small Brazilian wild fruits: Nutrients, bioactive compounds, health-promotion properties and commercial interest. *Food Research International*, 103, 345-360.

O.A. OLAIZOLA, P. NAVARRO, A. VALLEJO, M. OLIVARES, N. ETXEBARRIA, A. USOBIAGA Microencapsulation and storage stability of polyphenols from *Vitis vinifera* grape wastes *Food Chemistry*, 190 (2016), pp. 614-62

OH, SOOJIN; CAVE, GARETH; LU, CHUNGUI. Vitamin B12 (cobalamin) and micronutrient fortification in food crops using nanoparticle technology. *Frontiers in Plant Science*, v. 12, p. 668819, 2021.

OLIVEIRA, R.M.; OLIVEIRA, F.G.; KIEMLE, D.J. Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos, 7ª ed.; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ, EUA, 2005.

OLIVEIRA, J.A.; ARTEAGA-BADILLO, D.A.; OLIVEIRA, M.; OLIVEIRA, J.A.; OLIVEIRA, A.; OLIVEIRA, A.C.; OLIVEIRA, J.; DELGADO-OLIVARES, L.; MADRIGAL-BUJAJIDAR, E.; MADRIGAL-SANTILLÁN, E. Ácidos orgânicos de Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) —uma breve revisão dos seus efeitos farmacológicos. *Biomedicamentos* 2020, 8, 100.

OLIVEIRA, D.W.I.; RIBEIRO, E.M.A.; OLIVEIRA, A.; WAHYUNINGSIH, M.S.H. O Efeito da Rosella (*Hibiscus sabdariffa* Linn) na Resistência à Insulina em Pacientes com Diabetes Mellitus Tipo 2: Um Ensaio Clínico Randomizado. *Int. J. Pharm.* 2019, 11, 547–557.

OLIVEIRA, D.C.; OLIVEIRA, E.I.; RIBEIRO, J.A.; OLIVEIRA, A.; OLIVEIRA, L.F. O consumo de um extrato aquoso de *Hibiscus sabdariffa* afeta a função renal em indivíduos com hipertensão leve a moderada? *J. Fisiol.* 2017, 67, 227–234.

OLIVEIRA, R.; OLIVEIRA, A.; OLIVEIRA, A.; OLIVEIRA, M.; OLIVEIRA, R.; OLIVEIRA, J.Z.; OLIVEIRA, A.; RAMEZANI-JOLFAIE, N. Efeitos cardiovasculares e renais do *Hibiscus sabdariffa* Linnaeus. em Pacientes com Nefropatia Diabética: Um Estudo Randomizado, Duplo-Cego e Controlado. *J. Nutr. Alimentos Secur.* 2021a, 6, 116-126.

OLIVEIRA, D.C.; OLIVEIRA, E.I.; RIBEIRO, J.A.; OLIVEIRA, A.; OBIKA, L.F.O. Percepção da sede em nigerianos hipertensos leves a moderados tratados com extrato aquoso de *Hibiscus sabdariffa* L. *Afr. J. Pharm.* 2016, 10, 403–410.

OLIVEIRA, A.; ABBAS AHMED SINDI, H.; HUSSAIN AL-QAHTANI, M. Regulação da expressão do gene CD36 por extratos de chá de *Hibiscus sabdariffa* para afetar os biomarcadores de aterosclerose em mulheres sauditas. *J. Alimentos Nutr.* 2021b, 9, 45–49.

OTHMAN, L.; SLEIMAN, A.; ABDEL-MASSIH, R. M. Antimicrobial activity of polyphenols and alkaloids in middle eastern plants. *Frontiers in microbiology*, v. 10, p. 911, 2019.

OZOGUL, Yesim et al. Evaluation of effects of nanoemulsion based on herb essential oils (rosemary, laurel, thyme and sage) on sensory, chemical and microbiological quality of rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) fillets during ice storage. *Lwt*, v. 75, p. 677-684, 2017.

PÁDUA, D. R. L., ASQUIERI, E. R., BAZZO, Y. M. F., MARTINS, D. H. N., RIBEIRO, K. O., DAMIANI, C.; SILVA, F. A. Study of the profile of bioactive compounds of the early Isabel grape cultivar (*Vitis labrusca* l) cultivated in the Brazilian savanna. *Research, Society and Development*, 9(7), e320974217, 2020.

PANIZZA S. *Plantas que curam: cheiro de mato*. 2. ed. São Paulo (SP): IBRASA; 1997.

PARVEZ MK. Natural or Plant Products for the Treatment of Neurological Disorders: Current Knowledge. *Curr Drug Metab*. 2018;19(5):424-428.

PARENTE, Gisleânia Dourado Landim et al. Fortification of traditional tapioca “pancakes” from the Brazilian northeast with microencapsulated carrot carotenoid. *Lwt*, v. 152, p. 112301, 2021.

PATTEN DA, GERMAIN M, KELLY MA, SLACK RS (2010) Reactive oxygen species: stuck in the middle of neurodegeneration. *J Alzheimers Dis* 20 Suppl 2:S357-S367.

PÉRÈS, J. M., BUREAU, F., NEUVILLE, D., ARHAN, P., & BOUGLÉ, D. (2001). Inhibition of zinc absorption by iron depends on their ratio. *Journal of Trace Elements in Medicine and Biology*, 15(4), 237-241.

PÉREZ-PÉREZ, Viridiana et al. Exploring the impact of encapsulation on the stability and bioactivity of peptides extracted from botanical sources: trends and opportunities. *Frontiers in Chemistry*, v. 12, p. 1423500, 2024.

PERES, Renato G. et al. HPLC-DAD-ESI/MS identification and quantification of phenolic compounds in *Ilex paraguariensis* beverages and on-line evaluation of individual antioxidant activity. *Molecules*, v. 18, n. 4, p. 3859-3871, 2013.

PÉREZ-PACHECO, E.; MOO-HUCHIN, V. M.; ESTRADA-LEÓN, R. J.; ORTIZ FERNÁNDEZ, A.; MAY-HERNÁNDEZ, L. H.; RÍOS-SOBERANIS, C. R.; BETANCUR-ANCONA, D. Isolation and characterization of starch obtained from *Brosimum alicastrum* Swartz Seeds. *Carbohydrate Polymers*, v.101, p. 920–927, 2014.

PETER, E. L. et al. Efficacy of standardized extract of *Hibiscus sabdariffa* L. (Malvaceae) in improving iron status of adults in malaria endemic area: a randomized controlled trial. *Journal of Ethnopharmacology*, v. 209, p. 288–293, 2017.

PIMENTEL-MORAL, S. et al. Microwave-assisted extraction for *Hibiscus sabdariffa* bioactive compounds. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, v. 156, p. 313–322, 2018.

PIMENTEL-GONZÁLEZ, D. J. et al. The process and maturation stability of C hihuahua cheese with antioxidants in multiple emulsions. *Journal of Food Processing and Preservation*, v. 39, n. 6, p. 1027-1035, 2015.

PINILLA, C. M. B.; THYS, R. C. S.; BRANDELLI, A. Antifungal properties of phosphatidylcholine-oleic acid liposomes encapsulating garlic against environmental fungal in wheat bread. *International Journal of Food Microbiology*, v. 293, p. 72-78, 2019.

PINILLA, Cristian Mauricio Barreto; NOREÑA, Cacio Pelayo Zapata; BRANDELLI, Adriano. Development and characterization of phosphatidylcholine nanovesicles, containing garlic extract, with antilisterial activity in milk. *Food chemistry*, v. 220, p. 470-476, 2017.

PORQUET, D.; GRINAN-FERRE, C.; FERRER, I.; CAMINS, A.; SANFELIU, C.; DEL VALLE, J.; PALLAS, M. Neuroprotective role of trans-resveratrol in a murine model of familial Alzheimer's Disease. *J. Alzheimers Dis.* 2014, 42, 1209–1220.

PORQUET D, CASADESUS G, BAYOD S, VICENTE A, CANUDAS AM, VILAPLANA J, PELEGRÍ C, SANFELIU C, CAMINS A, PALLAS M, DEL VALLE J (2013) Dietary resveratrol prevents Alzheimer's markers and increases life span in SAMP8. *Age* 35, 1851-1865.

QUATRIN, A., PAULETTO, R., MAURER, L. H., MINUZZI, N., NICHELLE, S. M., CARVALHO, J. F. C., ... & EMANUELLI, T. (2019). Characterization and quantification of tannins, flavonols, anthocyanins and matrix-bound polyphenols from jaboticaba fruit peel: A comparison between *Myrciaria trunciflora* and *M. jaboticaba*. *Journal of Food Composition and Analysis*, 78, 59-74.

RAFIEE, Z., JAFARI, S., ALAMI, M., & KHOMEIRI, M. (2011). Microwave-assisted extraction of phenolic compounds from olive leaves; a comparison with maceration. *Journal of Animal and Plant Science*, 21(4), 738–745.

RAMKUMAR, D., RAO, S.S., 2005. Efficacy and safety of traditional medical therapies for chronic constipation: systematic review. *Am. J. Gastroenterol.* 100, 936–971

RAMOS, D.D., VIEIRA, M.C., FORMAGIO, A.S.N., CARDOSO, C.A.L., RAMOS, D.D. & CARVENALLI, T.O. 2011. Atividade antioxidante de *Hibiscus sabdariffa* L. em função do espaçamento entre plantas e da adubação orgânica. *Ciência Rural* 41: 1331-1336.

RE, R., PELLEGRINI, N., PROTEGGENTE, A., PANNALA, A., YANG, M., & RICE-EVANS, C. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. D.K.R. Holanda, et al. *Journal of Functional Foods* 62 (2019) 103529 *Free Radical Biology & Medicine*, 26(9–10), 1231–1237.

REA, William J.; PATEL, Kalpana D. Terpenes and Terpenoids. In: *Reversibility of Chronic Disease and Hypersensitivity*, Volume 4. CRC Press, 2017. p. 905-930.

REGITZ, C.; FITZENBERGER, E.; MAHN, F.L.; DUSSLING, L.M.; WENZEL, U. Resveratrol reduces amyloid-beta (A $\beta$ 1-42)-induced paralysis through targeting proteostasis in an Alzheimer model of *Caenorhabditis elegans*. *Eur. J. Nutr.* 2016, 55, 741–747.

RIBEIRO, V. M., BEDE, T. P., ROCHA, GA., BARROSO, S., VALENÇA, S., & DE AZEREDO, V. B. (2017). High fat diet and high polyphenols beverages effects in enzymatic and non-enzymatic antioxidant activity. *Nutrición Hospitalaria*. doi:10.20960/nh.1219

H. I. ROCHA-GONZÁLEZ, M. AMBRIZ-TUTUTI, AND V. GRANADOS-SOTO, “Resveratrol: a natural compound with pharmacological potential in neurodegenerative diseases,” *CNS Neuroscience and Therapeutics*, vol. 14, no. 3, pp. 234–247, 2008.

ROSSET, R., EGLI, L., & LECOULTRE, V. (2017). Glucose–fructose ingestion and exercise performance: The gastrointestinal tract and beyond. *European journal of sport science*, 17(7), 874-884.

ROSELL, C. M. *Fortification of Grain-Based Foods*. 2. ed. [s.l.] Elsevier Ltd., 2016.

RUFINO, M. D. S. M.; ALVES, R. E.; DE BRITO, E. S.; MORAIS, S. M.; SAMPAIO, C. D. G.; PÉREZ-JIMENEZ, J.; SAURA-CALIXTO, F. D. Metodologia científica: determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical livre DPPH. **Embrapa Agroindústria Tropical-Comunicado Técnico (INFOTECA-E)**. Comunidade tecnico 127, 2007.

RUFINO, M. D. S. M.; ALVES, R. E.; DE BRITO, E. S.; MORAIS, S. M.; SAMPAIO, C. D. G.; PÉREZ-JIMENEZ, J.; SAURA-CALIXTO, F. D. Metodologia científica: determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical livre ABTS<sup>o+</sup>. **Embrapa Agroindústria Tropical-Comunicado Técnico (INFOTECA-E)**. Comunidade tecnico 128, 2007a.

SABIR, Ali; UNVER, Ahmet; KARA, Zeki. The fatty acid and tocopherol constituents of the seed oil extracted from 21 grape varieties (*Vitis* spp.). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, v. 92, n. 9, p. 1982-1987, 2012.

SALAMI, Serifat Olatundun; AFOLAYAN, Anthony Jide. Evaluation of nutritional and elemental compositions of green and red cultivars of roselle: *Hibiscus sabdariffa* L. *Scientific Reports*, v. 11, n. 1, p. 1030, 2021.

SALEHI, B. et al. Resveratrol: A double-edged sword in health benefits. *Biomedicines*, v. 6, n. 3, p. 1–20, 2018.

SARI, T. P.; MANN, B.; KUMAR, R.; SINGH, R. R. B.; SHARMA, R.; BHARDWAJ, M.; ATHIRA, S. Preparation and characterization of nanoemulsion encapsulating curcumin. *Food Hydrocolloids*, [S.l.], v. 43, p. 540-546, 2015.

SATO, Alessandro Jefferson et al. Características físico-químicas e produtivas das uvas 'Isabel'e'BRS-Rúbea'sobre diferentes porta-enxertos na região norte do Paraná. *Revista Brasileira de Fruticultura*, v. 30, p. 553-556, 2008.

SEUNG TW, PARK SK, KANG JY, KIM JM, PARK SH, KWON BS, LEE CJ, KANG JE, KIM DO, LEE U, HEO HJ (2018) Ethyl acetate fraction from *Hibiscus sabdariffa* L. attenuates diabetes-associated cognitive impairment in mice. *Food Res Int* 105:589–598.

SERAGLIO, S.K.T.; SCHULZ, M.; NEHRING, P. et al. Nutritional and bioactive potential of Myrtaceae fruits during ripening. *Food Chemistry*, v.239, n.1. p.649-656, 2018.

SEVERINO, Patrícia et al. Current state-of-art and new trends on lipid nanoparticles (SLN and NLC) for oral drug delivery. *Journal of drug delivery*, v. 2012, n. 1, p. 750891, 2012.

SHAHIDI, F.; AMBIGAIPALAN, P. Phenolics and polyphenolics in foods, beverages and spices: Antioxidant activity and health effects – A review. *Journal of Functional Foods*, 18, 820-897, 2015.

SILVA, A.P.G., SPRICIGO, P.C., PURGATTO, E. et al. *Plinia trunciflora* e *Plinia cauliflora*: duas espécies ricas em compostos bioativos, terpenos e minerais. *Medida Alimentar* 13, 921–931 (2019).

SMITH, M. E., COFFIN, A. B., MILLER, D. L., AND POPPER, A. N. (2006). Guidelines on food fortification with micronutrients. *J. Exp. Biol.* 209, 4193–4202. doi: 10.1242/jeb.02490

SRINIVASULU, C.; RAMGOPAL, M.; RAMANJANEYULU, G.; ANURADHA, C. M.; SURESH KUMAR, C. Syringic acid (SA)—A Review of Its Occurrence, Biosynthesis, Pharmacological and Industrial Importance. *Biomed. Pharmacother.* 2018, 108, 547, DOI: 10.1016/j.biopha.2018.09.069

SOETAN, K. O., OLAIYA, C. O., & OYEWOLE, O. E. (2010). A importância dos elementos minerais para os seres humanos, animais domésticos e plantas – Uma revisão. *Revista Africana de Ciência dos Alimentos*, 4(5), 200–222.

SONG P, ZOU MH (2015) Roles of reactive oxygen species in physiology and pathology. In: *Atherosclerosis: risks, mechanisms, and therapies* (Wang H, Patterson C, eds), pp 379-392. John Wiley & Sons Inc., Hoboken, NJ.

SOUZA, Pedro Henrique Magalhães et al. CARACTERIZAÇÃO DE FRUTOS DE JABUTICABA ‘SABARÁ’ PROVENIENTES DA REGIÃO DE JATAÍ-GO. *Revista Brasileira de Agropecuária Sustentável*, v. 11, n. 1, p. 78-85, 2021.

Szkudelska K, Nogowski L, Szkudelski T. Resveratrol, a naturally occurring diphenolic compound, affects lipogenesis, lipolysis and the antilipolytic action of insulin in isolated rat adipocytes. *J Steroid Biochem Mol Biol* 2009;113:17–24.

STROHECKER, R.; HENNING, H. M. **Análises de vitaminas, métodos comprovados.** No. QP801. V5 S7e. 1967.

Singh, B.(2007) Psyllium as therapeutic and drug delivery agent. *International Journal of Pharmaceutics* 334, 1–14. doi: 10.1016/j.ijpharm.2007.01.028

OLIVEIRA, M. C.; SANTANA, D. G.; SANTOS, C. M. Biometria de frutos e sementes e emergência de plântulas de duas espécies frutíferas do gênero *Campomanesia*. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 33, n. 2, p. 446-455, 2012.

TAMJIDI, Fardin et al. Nanostructured lipid carriers (NLC): A potential delivery system for bioactive food molecules. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, v. 19, p. 29-43, 2013.

TAN, B.L.; NORHAIZAN, ME; LIEW, WPP; SULAIMAN, R. (2018). Antioxidant and oxidative stress: A mutual interplay in age-related diseases. *Frontiers in pharmacology*, 9, 1162.

TOMAZ, Ivana et al. Extraction methods of polyphenol from grapes: extractions of grape polyphenols. In: *Polyphenols in plants*. Academic Press, 2019. p. 151-167.

TUNNICLIFFE, Jasmine M.; COWAN, Theresa; SHEARER, Jane. Chlorogenic acid in whole body and tissue-specific glucose regulation. *Coffee in health and disease prevention*, p. 777-785, 2015.

VERMA, A., & MOGRA, R. (2013). Psyllium (*Plantago ovata*) Husk: A Wonder Food for Good Health. *International Journal of Science and Research (IJSR) ISSN (Online Index Copernicus Value Impact Factor*, 14(9), 2319–7064.

VILCHE C, GELY M, SANTALLA E. Physical properties of quinoa seeds. *Biosyst Eng.* 2003;86(1):59-65.

WALLE T. 2011. Bioavailability of resveratrol. *Anna N Y Acad Sci.* 1215:9–15.

WALLE, F. HSIEH, M. H. DELEGGE, J. E. OATIS JR., AND U. K. WALLE, “High absorption but very low bioavailability of oral resveratrol in humans,” *Drug Metabolism and Disposition*, vol. 32, no. 12, pp. 1377–1382, 2004.

WANG H, JIANG T, LI W, GAO N, ZHANG T (2018) Resveratrol attenuates oxidative damage through activating mitophagy in an in vitro model of Alzheimer’s disease. *Toxicol Lett* 282, 100-108.

WANG CJ, WANG JM, LIN WL, CHU CY, CHOU FP, TSENG TH. Protective effect of hibiscus anthocyanins against tert-butyl hydroperoxide-induced hepatic toxicity in rats. *Food Chem Toxicol.* 2000;38(5):411-16.

WASHINGTON, N., HARRIS, M., MUSSELLWHITE, A., SPILLER, R.C., 1998. Moderation of lactulose-induced diarrhea by psyllium: effects on motility and fermentation. *Am. J. Clin. Nutr.* 67, 317–321.

WATERHOUSE, A. L. Polyphenolics: determination of total phenolics. **Current protocols in food analytical chemistry**, v. 957, n. 1, p. 21-36, 2002.

WEISKIRCHEN, S.; WEISKIRCHEN, R. Resveratrol: How much wine do you have to drink to stay healthy? *Adv. Nutr.* 2016, 7, 706–718.

WICKRAMASINGHE, Malmi Apsara et al. Comparison of nutritional composition, bioactivities, and FTIR-ATR microstructural properties of commercially grown four mushroom species in Sri Lanka; *Agaricus bisporus*, *Pleurotus ostreatus*, *Calocybe sp.*(MK-white), *Ganoderma lucidum*. *Food Production, Processing and Nutrition*, v. 5, n. 1, p. 43, 2023.

Witkowicz R (2016) The influence of mineral composition of naked oat grain on the recommended dietary allowance or adequate intake realization. *Zesz Probl Postep Nauk Rol* 584:127–138 (In Polish)

WORLD HEALTH ORGANIZATION (WHO). Protein and amino acid requirements in human nutrition: report of a Joint FAO/WHO/UNU expert consultation. Geneva, Switzerland: World Health Organisation (WHO); 2007. <https://apps.who.int/iris/handle/10665/43411>

WU, H. Y., YANG, K. M., & CHIANG, P. Y. (2018). Roselle anthocyanins: Antioxidant properties and stability to heat and pH. *Molecules*, 23(6), 1357.

YAO, L. H., JIANG, Y. M., SHI, J., TOMÁS-BARBERÁN, F. A., DATTA, N., SINGANUSONG, R., & CHEN, S. S. Flavonoids in food and their health benefits. *Plant Foods for Human Nutrition*, 59(3), 113-122, 2004.

YU, J., & AHMEDNA, M. (2013). Functional components of grape pomace: their composition, biological properties and potential applications. *International Journal of Food Science & Technology*, 48, 221–237

YU, Xi; JIA, Yuanqiang; REN, Feiyue. Multidimensional biological activities of resveratrol and its prospects and challenges in the health field. *Frontiers in Nutrition*, v. 11, p. 1408651, 2024.

XU, M., JIN, Z., LAN, Y., RAO, J., & CHEN, B. (2019a). HS-SPME-GC-MS/olfactometry combined with chemometrics to assess the impact of germination on flavor attributes of chickpea, lentil, and yellow pea flours. *Food Chemistry*, 280, 83–95.

Zamora-Ros, R.; Urpi-Sarda, M.; Lamuela-Raventós, R.M.; Martínez-González, M.Á.; Salas-Salvadó, J.; Arós, F.; Fitó, M.; Lapetra, J.; Estruch, R.; Andres-Lacueva, C. High urinary levels of resveratrol metabolites are associated with a reduction in the prevalence of cardiovascular risk factors in high-risk patients. *Pharmacol. Res.* 2012, 65, 615–620.

ZAIDEL, Dayang Norulfairuz Abang et al. Encapsulation of anthocyanin from roselle and red cabbage for stabilization of water-in-oil emulsion. *Agriculture and Agricultural Science Procedia*, v. 2, p. 82-89, 2014.

ZANATTA, C. L., SCHLABITZ, C., & ETHUR, E. M. (2010). Avaliação físico-química e microbiológica de farinhas obtidas a partir de vegetais não conformes a comercialização. *Brazilian Journal of Food & Nutrition/Alimentos e Nutrição*, 21(3).

ZHANG, X. WHO Traditional Medicine Strategy 2002–2005. Geneva, World Health Organization, 2002.

ZHAO, C.-N.; MENG, X.; LI, Y.; LI, S.; LIU, Q.; TANG, G.-Y.; LI, H.-B. Fruits for prevention and treatment of cardiovascular diseases. *Nutrients* 2017, 9, 598.

ZHAO, L. M., SHI, L. E., ZHANG, Z. L., CHEN, J. M., SHI, D. D., YANG, J., ET AL. (2011). Preparation and application of chitosan nanoparticles and nanofibers. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 28(3), 353–362.

