

UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ – UFC CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

AMANDA GERMANO SILVEIRA

DESENVOLVIMENTO DE PÓ DE EXTRATO DE FRUTOS VERDES DE ACEROLEIRA COM ELEVADO POTENCIAL ANTIOXIDANTE

FORTALEZA

AMANDA GERMANO SILVEIRA

DESENVOLVIMENTO DE PÓ DE EXTRATO DE FRUTOS VERDES DE ACEROLEIRA COM ELEVADO POTENCIAL ANTIOXIDANTE

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Centro de Ciências Agrárias da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Área de concentração: Produtos de Origem Vegetal.

Orientador: Prof^a. Dr^a. Luciana de Siqueira Oliveira.

Coorientador: Dr. Carlos Farley Herbster Moura.

FORTALEZA

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação Universidade Federal do Ceará Biblioteca Universitária

Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

S586d Silveira, Amanda Germano.

DESENVOLVIMENTO DE PÓ DE EXTRATO DE FRUTOS VERDES DE ACEROLEIRA COM ELEVADO POTENCIAL ANTIOXIDANTE / Amanda Germano Silveira. – 2020.

Dissertação (mestrado) — Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências Agrárias, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Fortaleza, 2020. Orientação: Profa. Dra. Luciana de Siqueira Oliveira.

1. Aceroleira. 2. Antioxidantes. 3. Composição química. I. Título.

CDD 664

AMANDA GERMANO SILVEIRA

DESENVOLVIMENTO DE PÓ DE EXTRATO DE FRUTOS VERDES DE ACEROLEIRA COM ELEVADO POTENCIAL ANTIOXIDANTE

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Centro de Ciências Agrárias da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Área de concentração: Produtos de Origem Vegetal.

Dissertação	aprovada em	: /	′	/

BANCA EXAMINADORA

Pauciana de Sigueira Cliveira

Prof^a. Dr^a. Luciana de Siqueira Oliveira (Orientador) Universidade Federal do Ceará (UFC)

Dr. Carlos Farley Herester Moura (Coorientador) Embrapa Agroindústria Tropical

Kaliona Sitemie Ega

Prof^a. Dr^a. Kaliana Sitonio Eça Universidade Federal do Ceará - UFC

Anavaula Colores de Androde Prof^a. Dr^a. Ana Paula Colares de Andrade

Universidade Federal do Ceará – UFC

Profa. Dra. Joélia Marques de Carvalho

Foelia Narques de Carrollo

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará -IFCE

RESUMO

A acerola é uma fruta tropical que possui elevada quantidade de compostos bioativos que variam principalmente de acordo com sua genética e estádio de maturação. O objetivo deste estudo foi identificar quais compostos estão possivelmente relacionados com a atividade antioxidante de frutos de aceroleira verde, e a partir do clone mais promissor para obtenção desses fitoquímicos estudar as melhores condições de extração desses compostos, e então realizar a secagem do extrato otimizado utilizando diferentes adjuvantes de secagem, a fim de obter um pó com elevada capacidade antioxidante que tenha a possibilidade de ser utilizado como aditivo ou matéria prima para elaboração de alimentos, medicamentos e/ou cosméticos. Para isso, foram colhidos frutos em estádio de maturação verde de quatro clones de aceroleira, BRS 235 (Apodi), BRS 236 (Cereja), BRS 237 (Roxinha), BRS 238 (Frutacor) que foram avaliados quanto aos conteúdos de vitamina C, polifenóis totais e atividade antioxidante (ABTS e FRAP) e seu perfil químico foi determinado por UPLC-QTOF-MS, e a partir dos dados obtidos, foi realizada uma análise quimiométrica. Condições de extração de fenólicos foram estudadas, com base em metodologia de superfície de resposta (MSR) utilizando como variáveis independentes a concentração de etanol (%) na solução extratora e o tempo de exposição ao ultrassom (minutos) e como variável resposta o conteúdo de polifenóis totais. A secagem do extrato obtido em condições ótimas foi realizada por liofilização, utilizando maltodextrina, goma arábica e pectina como adjuvantes de secagem em diferentes proporções, Formulação 1 (F1): 100% maltodextrina, Formulação 2 (F2): 98% maltodextrina + 2% pectina, Formulação 3 (F3): 50% maltodextrina + 50% goma arábica e Formulação 4 (F4): 48% maltodextrina + 50% goma arábica + 2% pectina. De acordo com o perfil químico obtido dos quatro clones estudados, vinte e quatro compostos bioativos foram identificados, e os frutos do clone BRS 236 apresentaram maiores conteúdos de ácido ascórbico e seu isômero, ácido cítrico, trímero de procianidina B, rutina e maiores conteúdos de vitamina C total, polifenóis totais e atividade antioxidante (ABTS E FRAP). Este estudo mostrou que os altos conteúdos de ácido ascórbico e seu isômero, ácido cítrico, trímero de procianidina B e rutina estão fortemente associados com a capacidade antioxidante de frutos verdes de aceroleira. Os frutos do clone BRS 236 possuem valores significativamente maiores desses compostos e atividade antioxidante, o que contribui para seu elevado potencial antioxidante. As melhores condições de extração de compostos fenólicos de frutos verdes foram alcançadas quando combinados solução hidroalcóolica (49,07% de etanol) com tempo de exposição ao ultrassom de 14,55 minutos. A maltodextrina combinada com a goma arábica proporcionou maior retenção de compostos fenólicos, embora todas as formulações estudadas apresentaram alta solubilidade e capacidade antioxidante indicando que possivelmente possam ser utilizadas como matéria prima rica em compostos bioativos.

Palavras-chave: Compostos bioativos; Extração assistida por ultrassom; Metodologia de superfície de resposta; Liofilização; *Malpighia emarginata* D.C.

ABSTRACT

Acerola is a tropical fruit that has a highest number of bioactive compounds that vary mainly according to its genetics and maturation stage. The objective of this study was to identify which compounds are possibly related to the antioxidant activity of green acerola fruits, and from the most promising clone to obtain these phytochemicals, to study the best extraction conditions for these compounds, and then to perform the drying of the optimized extract using different drying aids, in order to obtain a powder with a high antioxidant capacity that has the possibility of being used as an additive or raw material for the preparation of foods, medicines and / or cosmetics. For this, fruits were harvested at the green maturation stage of four clones of aceroleira, BRS 235 (Apodi), BRS 236 (Cherry), BRS 237 (Roxinha), BRS 238 (Frutacor) that were evaluated for vitamin C content, total polyphenols and antioxidant activity (ABTS and FRAP) and their chemical profile was determined by UPLC-QTOF-MS, and from the data obtained, a chemometric analysis was performed. Phenolic extraction conditions were studied, based on response surface methodology (MSR) using ethanol concentration (%) in the extraction solution and the time of exposure to ultrasound (minutes) as independent variables and the response content of total polyphenols. Drying of the extract obtained under optimal conditions was carried out by lyophilization, using maltodextrin, gum arabic and pectin as drying aids in different proportions, Formulation 1 (F1): 100% maltodextrin, Formulation 2 (F2): 98% maltodextrin + 2% pectin, Formulation 3 (F3): 50% maltodextrin + 50% gum arabic and Formulation 4 (F4): 48% maltodextrin + 50% arabic gum + 2% pectin. According to the chemical profile obtained from the four studied clones, twenty-four bioactive compounds were tentatively identified, and the fruits of the BRS 236 clone had higher ascorbic acid content and its isomer, citric acid, procyanidin B trimer, rutin and higher contents of total vitamin C, total polyphenols and antioxidant activity (ABTS AND FRAP). This study showed that the high contents of ascorbic acid and its isomer, citric acid, procyanidin B trimer and rutin are strongly associated with the antioxidant capacity of green acerola fruits. The fruits of the BRS 236 clone have significantly higher values of these compounds and antioxidant activity, which contributes to its high antioxidant potential. The best conditions for extracting phenolic compounds from green acerolas were achieved when combined hydroalcoholic solution (49.07% ethanol) with a time of exposure to ultrasound of 14.55 minutes. Maltodextrin combined with gum arabic provided greater retention of phenolic compounds, although all formulations studied showed high solubility and antioxidant capacity indicating that they can possibly be used as a raw material rich in bioactive compounds.

Keywords: Bioactive compounds; Ultrasound-assisted extraction; Response surface methodology; Lyophilization; *Malpighia emarginata* D.C.

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	1
2.	OBJETIVOS	3
	2.1 Objetivo Geral	3
	2.2 Objetivos específicos	3
3.	REVISÃO DE LITERATURA	4
	3.1 Acerola como fonte de bioativos	4
	3.2 Processos de extração de fenólicos	5
	3.3 Secagem por Liofilização	7
	3.4 Adjuvantes de secagem	8
	3.4.1 Maltodextrinas	8
	3.4.2 Goma Arábica	9
	3.4.3 Pectina	10
4.	MATERIAIS E MÉTODOS	12
	4.1 Obtenção dos frutos de aceroleira e da polpa utilizada nas análises	13
	4.2 Determinação do conteúdo de vitamina C total	13
	4.3 Polifenóis extraíveis totais (PET)	14
	4.3.1 Obtenção do extrato	14
	4.3.2 Quantificação de polifenóis extraíveis totais	14
	4.4 Atividade Antioxidante Total (AAT)	14
	4.4.1 Atividade antioxidante pelo método ABTS	14
	4.4.2 Atividade antioxidante pelo método de redução do ferro (FRAP)	15
	4.5. Análise por <i>UPLC-QTOF-MS</i>	15
	4.5.1. Preparo da amostra	15
	4.5.2 Extração dos fenólicos	16
	4.5.3 Ensaio	16
	4.5.4 Análise cromatográfica e condições do Massas de Alta resolução - XEVO-QToF	16
	4.6 Análise estatística	17
	4.7 Extração assistida por ultrassom	17

4.8 Caracterização dos extratos
4.8.1 Obtenção do Extrato em condições otimizadas
4.8.2 Obtenção do Extrato convencional
4.8.3 Quantificação de polifenóis extraíveis totais (PET)
4.8.4 Atividade Antioxidante Total (AAT)
4.9 Análise estatística
4.10 Preparação do extrato e Elaboração dos pós com diferentes adjuvantes para a secagem
4.11 Caracterização dos pós
4.11.1 Umidade, Atividade de água e Solubilidade
4.11.2 Polifenóis extraíveis totais (PET) dos pós
4.11.3 Atividade Antioxidante Total (AAT) dos pós
4.12 Análise estatística
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO
5.1.1 Vitamina C
5.1.2 Polifenóis
5.1.3 Atividade Antioxidante
5.1.4 Perfil fenólico
5.1.5 Análise quimiométrica
5.2 ETAPA 2
5.2.1 Otimização de extração
5.3 ETAPA 3 - Caracterização do pó
5.3.1 Atividade de água (Aw), umidade e solubilidade
5.3.2 Polifenóis extraíveis totais e Atividade antioxidante
6. CONCLUSÕES
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS41

1. INTRODUÇÃO

Os frutos da aceroleira (*Malpighia emarginata* D.C.) são conhecidos por seu alto conteúdo de fitoquímicos, os quais são resultantes do seu metabolismo secundário, principalmente vitamina C e compostos fenólicos, como os derivados do ácido benzoico, flavonoides, antocianinas e carotenoides, tornando esses frutos atrativos para extração de seus componentes bioativos (BELWAL *et al.*, 2018).

O consumo de frutas, como a acerola, é de grande relevância na promoção a saúde e prevenção de doenças, já que os alimentos com propriedades funcionais estão mais populares na indústria alimentícia para o desenvolvimento de novos produtos e como auxiliares na prevenção de enfermidades crônicas, como doenças cardiovasculares, Alzheimer e osteoporose (KHAN *et al.*, 2013). Estudos com acerolas (polpas e sucos) demonstram que além de sua capacidade antioxidante, podem auxiliar no controle da diabetes, por possuir ação antihiperglicêmica, além de aumentar o colesterol bom (HDL) e diminuir o colesterol ruim (LDL), também apresenta atividade antimutagênica, sendo capaz de proteger o DNA de danos causados pelo íon ferro, também têm ação anti-inflamatória e ajuda na prevenção da obesidade (BARBALHO *et al.*, 2011; DIAS *et al.*, 2014; HORTA *et al.*, 2016).

Embora a acerola apresente todos esses benefícios devido a sua composição, a quantidade dessas substâncias bioativas presentes na acerola pode depender de vários fatores, como condições climáticas, tratos culturais, localização geográfica, condições de processamento e armazenamento, fatores genéticos e estádio de maturação (MEZADRI *et al.*, 2008). Sendo assim, o conhecimento sobre a composição química desses frutos é importante, visto que pode auxiliar no processo de seleção e aprimoramento de variedades, verificando as semelhanças e diferenças entre cultivares.

A determinação dos constituintes químicos da acerola pode ser realizada por meio de análises metabólicas, através das quais pode-se adquirir o perfil químico dos frutos, e assim, as substâncias presentes são identificadas e correlacionadas com a sua atividade biológica, por meio da aplicação de métodos estatísticos multivariados, como a análise de componentes principais, e o resultado obtido pode ser usado para ressaltar seu potencial para consumo ou aplicação (FUJIMURA *et al.*, 2011; OMS-OLIU; ODRIOZOLA-SERRANO e MARTÍN-BELLOSO, 2013; SILVA *et al.*, 2016).

Os compostos fenólicos presentes nos vegetais apresentam elevada atividade biológica, mas para se obter uma alta demanda de fenólicos de diferentes matrizes alimentares é necessário escolher um processo de extração que proporcione alto rendimento do processo. O procedimento de extração depende principalmente do material utilizado, solvente e da técnica escolhida, muitas metodologias convencionais fazem o uso de solventes orgânicos, utilizam temperatura, agitação e maceração, já os processos de extração não convencionais diminui-se o uso de solventes e a necessidade de maior uso de tecnologia como por exemplo, a extração assistida por ultrassom, microondas e fluido super-crítico (COSTA *et al.*, 2020; OLIVEIRA *et al.*, 2016; SOQUETTA; TERRA; BASTOS, 2018).

Técnicas de otimização de processos como a metodologia de superfície resposta (MSR) auxiliam na obtenção de excelentes condições de vários procedimentos, diminuindo a quantidade de experimentos necessários e podem ser aplicadas em várias áreas, como na extração de componentes de interesse presentes em plantas, compostos bioativos que possuem propriedades benéficas para humanos e através dela, pode-se obter as melhores condições e rendimentos dos métodos de extração de materiais vegetais (COSTA *et al.*, 2020).

Após a obtenção de extratos com altos conteúdos de compostos bioativos é importante levar em consideração sua durabilidade que pode ser limitada devido sua baixa estabilidade química, influenciada por fatores como alta umidade, pH, temperatura, oxigênio, luz e enzimas que restringem a aplicação desses antioxidantes naturais em alimentos (ÇAM; IÇYER e ERDOĞAN, 2014; REZENDE; NOGUEIRA e NARAIN, 2018). Portanto, para a proteção desses compostos contra esses agentes, é interessante reduzir a atividade de água do material, para impedir que as reações de degradação ocorram mais rapidamente, o processo de secagem como por exemplo, a liofilização utilizando agentes coadjuvantes de secagem, além de ajudar a proteger os ativos contra sua degradação e dos fatores ambientais adversos, podem aumentar sua solubilidade, facilitando sua possível aplicação em alimentos (ISIK; ALTAY e CAPANOGLU, 2018; NGUYEN et al., 2018).

Diante do exposto, faz-se importante a escolha de um material que tenha uma alta variabilidade de compostos de elevado valor biológico, uma condição de extração que proporcione altas taxas desses compostos e um processo que mantenha a integridade desse material. Assim pode-se obter uma matéria prima de excelente capacidade antioxidante que poderá ser incorporada em alimentos, cosméticos e estudada para fins terapêuticos.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Avaliar o potencial antioxidante *in vitro* de extrato de frutos verdes de acerola e obter um pó com elevada capacidade antioxidante que tenha a possibilidade de ser utilizado como aditivo ou matéria prima para elaboração de alimentos, medicamentos e/ou cosméticos.

2.2 Objetivos específicos

- Identificar quais compostos estão possivelmente relacionados com a atividade antioxidante de frutos de acerola verde;
- A partir do clone mais promissor para obtenção desses fitoquímicos estudar as melhores condições de extração desses compostos;
- Realizar a secagem do extrato otimizado utilizando diferentes adjuvantes de secagem, a
 fim de obter um pó com elevada capacidade antioxidante que tenha a possibilidade de
 ser utilizado como aditivo ou matéria prima para elaboração de alimentos,
 medicamentos e/ou cosméticos.

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Acerola como fonte de bioativos

A aceroleira (*Malpighia emarginata* D.C.) é uma planta de clima tropical naturalmente encontrada das Ilhas do Caribe, Américas Norte, Central e Sul e sua época de plantio ocorre de preferência no começo ou durante a estação chuvosa. Esta cultura surgiu no Brasil na década de 50 através da Universidade de Pernambuco, e a partir dos anos 80 passou a ser explorada comercialmente. Os maiores estados produtores do Brasil são Pernambuco, Ceará, Sergipe, Paraíba, Piauí, São Paulo, Pará, Paraná, Bahia e Espírito Santo (FURLANETO e NASSER, 2015; IBGE, 2017).

A aceroleira apresenta uma grande variabilidade em sua espécie, com isso, o trabalho de melhoramento genético visa melhorar e diminuir essa variabilidade, através da homogeneização do pomar, prevalecendo o crescimento de plantas com características desejáveis como alto teor de vitamina C, maior produtividade, melhor qualidade dos frutos e maior resistência a problemas fitossanitários, obtendo frutos que atendam a necessidade dos produtores e consumidores (MOURA et al., 2007; PAIVA et al., 1999).

Para expansão do crescimento de variedades de aceroleiras, o melhoramento genético, através da variabilidade genética destas plantas, proporciona o desenvolvimento de genótipos com características desejáveis para processamento, consumo *in natura*, levando a Embrapa Agroindústria Tropical, em 2003, a lançar as variedades BRS 235 (Apodi), BRS 236 (Cereja), BRS 237 (Roxinha) e BRS 238 (Frutacor) (RITZINGER e RITZINGER, 2011).

Figura 1 - Frutos verdes de clones de aceroleira: BRS 235 (Apodi), BRS 236 (Cereja), BRS 237 (Roxinha) e BRS 238 (Frutacor).



Fonte: elaborada pelo autor (2020).

Os frutos maduros de acerola são conhecidos por seu elevado conteúdo de vitamina C, e devido a isso, sua alta atividade antioxidante e seus conteúdos de antocianinas, possuem valor significativo para os fabricantes de produtos alimentícios funcionais; além disso, possui uma grande quantidade de outros fitoquímicos como compostos fenólicos e carotenoides, também possui aminoácidos como asparagina, alanina, prolina, ácido aspártico, serina e ácido γ-aminobutírico, ácidos orgânicos como ácido málico, ácidos citríco e tartárico, monossacarídeos frutose e glicose (HANAMURA; UCHIDA e AOKI, 2008).

O fruto verde possui conteúdo mais elevado de vitamina C, como indicado por Oliveira *et al.* (2012), o conteúdo em frutos imaturos é mais alto, cerca de duas vezes maior (3756,47 mg. 100 g⁻¹MF) em comparação ao fruto quando atinge a maturidade, que tem o conteúdo reduzido (1819,55 mg. 100 g⁻¹MF). Os compostos fenólicos também se apresentam em maior quantidade nos frutos verdes, sendo as proantocianidinas mais encontradas diminuindo com o amadurecimento, e as antocianinas apresentam maiores conteúdos nos frutos maduros (HANAMURA; UCHIDA e AOKI, 2008). Essa diminuição de compostos fenólicos totais pode estar relacionada com a atividade da enzima polifenoloxidase que oxida e polimeriza esses compostos (SHWARTZ *et al.*, 2009).

Com o aumento da demanda por produtos funcionais, têm-se buscado fontes naturais para enriquecimento dos alimentos, tornando-os aliados do bom funcionamento do organismo e no combate a doenças degenerativas. Comercialmente, os frutos verdes são bastante utilizados como fonte de extração de vitamina C. As polpas dos frutos podem ser atomizadas ou liofilizadas para se tornarem pós e utilizados como matéria prima por indústrias farmacêuticas e alimentícias, sendo utilizado no preparo de medicamentos, adicionados a sucos, massas para bolos e doces e ainda sua ingestão pode ocorrer de forma direta por meio de cápsulas gelatinosas contendo o pó (RIGHETTO; NETTO e CARRARO, 2005; RITZINGER e RITZINGER, 2011).

3.2 Processos de extração de fenólicos

Os compostos fenólicos são quimicamente representados pela ligação de um grupamento hidroxila a um anel aromático. São produtos do metabolismo secundário de plantas e apresentam propriedades importantes para o desenvolvimento e proteção desses vegetais. Devido à presença de grupos lipofílicos e hidrofílicos, os polifenóis possuem solubilidade em misturas de água e álcool (REITZER *et al.*, 2018).

Os processos de extração de compostos orgânicos, em sua maioria, utilizam solventes orgânicos que dificultam o processo de recuperação do produto, além de serem prejudiciais à saúde. Por isso, pesquisadores estão propondo a "extração verde" para minimizar a utilização de solventes, redução de energia, e de poluição ambiental, sendo assim, estudos baseados em tecnologias que envolvem um menor uso de solventes como micro-ondas, utilização de fluido supercrítico e ultrassom têm sido cada vez mais utilizados para extração de compostos (WEN et al., 2018). Além disso, tem-se observado a maior eficiência desses métodos de extração para compostos bioativos devido a capacidade de proporcionar maiores rendimentos na recuperação desses compostos em relação à extração convencional, e maiores taxas de extração, mantendo a sua atividade antioxidante (LIANFU; ZELONG, 2008; PINGRET et al., 2012).

Jovanović *et al.* (2017) realizaram um estudo de otimização do processo de extração de polifenois de uma planta medicinal (*Thymus serpyllum* L.) avaliando os parâmetros de extração tamanho de partícula, razão sólido-solvente, tipo de solvente e tempo de extração, por meio de maceração, extração assistida por calor e ultrassom, utilizando etanol como solvente, concluíram que o tempo de extração não influenciou na resposta de rendimento de compostos fenólicos, a extração assistida por ultrassom combinada de tamanho de partícula de 0,3 mm, razão de sólido-solvente 1:30 e etanol a 50% foram as melhores condições de maior rendimento desses compostos.

A fim de comparar a extração de compostos fenólicos e o potencial antioxidante por método convencional com a assistida por ultrassom, BAKHT *et al.* (2019) quantificaram o conteúdo de polifenois e a atividade antioxidante de chá preto comercial avaliando os parâmetros frequência de ultrassom (26 kHz, 40 kHz), temperatura (30, 40 e 50 ° C) e potência (30, 40 e 50%) em um tempo fixo de 30 min. Como resultado, obtiveram que o processo de extração por ultrassom era melhor em comparação a convencional, sendo as melhores condições de extração a temperatura de 40 °C e potência de 40% para as duas frequências utilizadas.

Em estudo conduzido por Pradal *et al.* (2016) foi realizada uma cinética avaliando alguns parâmetros importantes para o processo de extração de polifenóis de raiz de chicória (*Cichorium intybus* L. var. *sativum*), sendo eles: tempo, quantidade de solvente (etanol), temperatura e potência de ultrassom. Observou-se a relação entre o conteúdo de polifenóis extraídos e a atividade antioxidante do extrato. Para maiores rendimentos de polifenóis extraídos o modelo cinético propôs que o processo de extração deve ser realizado em intervalos de temperaturas entre 20 – 60 °C, teor de etanol 0 – 60% (misturas etanol-água) e potência

ultrassônica de 0 a 100 W, como o ultrassom auxiliou na redução do tempo de extração, também diminuiu o consumo de energia gasto para extração.

O uso do ultrassom é uma técnica bastante utilizada para auxiliar a extração de componentes ativos, através dos efeitos de cavitação, efeitos térmicos e efeitos mecânicos que ocorre durante o processo destruindo a parede celular, reduzindo o tamanho das partículas liberando compostos para fora da célula (KIMBARIS *et al.*, 2006; MA *et al.*, 2008; WEN *et al.*, 2018). O processo de cavitação que ocorre na sonicação é um fenômeno físico causado pela propagação de fortes ondas de ultrassom em líquidos levando a formação de bolhas que crescem até atingir seu valor crítico com geração de alta temperatura e alta pressão na zona de cavitação, produzindo forças de cisalhamento e turbulência no momento do colapso, promovendo o rompimento das paredes celulares e a exsudação do conteúdo celular extraindo assim os compostos naturais das plantas (AWAD *et al.*, 2012; CÁRCEL *et al.*, 2012; MASON; PANIWNYK; LORIMER, 1996; PICÓ, 2013; PRIEGO-CAPOTE; LUQUE DE CASTRO, 2004).

3.3 Secagem por Liofilização

O processo de secagem consiste em retirar a fração líquida de um alimento sólido, e é comumente utilizado na indústria de alimentos como forma de conservação, aumentando a vida de prateleira do produto, já que a água livre presente nos alimentos auxilia nas reações bioquímicas e microbiológicas que levam a degradação dos componentes alimentares (CELESTINO, 2010). No entanto, dependendo do processo de secagem utilizado alguns prejuízos podem ser observados em alimentos secos ou desidratados, como a perda de nutrientes e compostos termicamente sensíveis, devido às altas temperaturas empregadas no processo.

A liofilização é o método de secagem mais utilizado para evitar perdas de compostos sensíveis ao calor, pois o processo consiste na eliminação da água por sublimação, o sistema utiliza vácuo que reduz a pressão e as temperaturas utilizadas são baixas afetando minimamente a qualidade final do produto, tendo como principais vantagens a baixa perda de nutrientes e a fácil reidratação do produto (CELESTINO, 2010).

No entanto, algumas desvantagens podem ser observadas nos processos de secagem de sucos e polpas de frutos, como a tendência das partículas aglomerarem, além de aumentar a viscosidade e higroscopicidade dos pós produzidos devido à alta quantidade de açúcares presentes nos frutos, sendo necessária assim a utilização de adjuvantes de secagem que possuem

alto peso molecular que além de facilitar o processo, aumentam o rendimento, protegem compostos sensíveis, preservam o aroma e sabor (CORTÉS; HERNÁNDEZ e ESTRADA, 2017; PHISUT, 2012)

3.4 Adjuvantes de secagem

Materiais que possuem em sua composição altas concentrações de açúcares, como as frutas, polpas de frutas e derivados, quando submetidos a um processo de secagem, por exemplo a liofilização, acabam apresentando um produto final de aspecto esponjoso, com alta capacidade de absorção de água, ou seja possui elevada higroscopicidade, e isso se deve a baixa temperatura de transição vítrea que açúcares e ácidos de baixo peso molecular possuem, o que proporciona o processo de agregação das partículas, diminuindo assim a estabilidade, rendimento e consequentemente a qualidade do produto. Portanto, como forma de minimizar ou mesmo evitar que ocorra essa deformidade do material, é necessário fazer a utilização de adjuvantes de secagem que possuem alto peso molecular e alta temperatura de transição vítrea, o que auxilia na diminuição da higroscopicidade do pó seco (BHANDARI; HARTEL, 2005; BHANDARI et al., 1997; OLIVEIRA, 2008).

Os adjuvantes de secagem podem proporcionar um produto seco com maior qualidade final não somente por diminuírem a higroscopicidade, mas sim porque estes são capazes de promoverem mudanças nas características do pó seco, deixando-os mais estáveis, conferindo proteção contra a degradação das substâncias biologicamente ativas existentes no produto. Sendo assim, é importante a escolha do adjuvante de secagem, pois suas propriedades vão interferir na qualidade do produto final.

3.4.1 Maltodextrinas

As maltodextrinas são carboidratos de alto peso molecular obtidas a partir da hidrólise parcial do amido (SANTOS, 2016). O amido obtido de diferentes fontes vegetais, possui em sua composição amilose e amilopectina, dois polímeros de glicose, a amilose de estrutura linear, onde glicoses são unidas por ligações glicosídicas do tipo α -1,4 e amilopectina com ramificações de ligações glicosídicas do tipo α -1,6 e durante o processo de hidrólise do amido as proporções desses polímeros são diferentes, no entanto a maioria dos amidos contém de 70

a 80% de amilopectina, que é digerido mais facilmente pela enzima α-amilase (BULÉON et al., 1998; TESTER; KARKALAS; QI, 2004). Essa razão de amilose/amilopectina influencia nas propriedades do amido, consequentemente nas propriedades, aplicações tecnológicas e digestibilidade das maltodextrinas (COULTATE, 2009).

O processo de produção das maltodextrinas ocorre através da hidrólise do amido, a partir do aquecimento do amido nativo em água, onde os grânulos de amido irão se inchar e romper, disponibilizando assim o amido gelatinizado que pode ser degradado por ação enzimática ou química (ácida) seguido de uma etapa de secagem, obtendo um pó de coloração branca, de alta pureza e segurança microbiológica (BEMILLER, JAMES N. WHISTLER, 2009; TAKEITI; KIECKBUSCH; COLLARES-QUEIROZ, 2010). As diferentes composições do amido hidrolisado são expressas pela equivalência de dextrose (DE), onde quanto maior o grau de hidrólise, maior o DE, que corresponde a quantidade de açúcares redutores expressa como dextrose (em g) em 100g de matéria seca de produto (COULTATE, 2009).

Maltodextrinas com diferentes DE são comumente utilizadas como adjuvantes de secagem e também em alimentos e bebidas, por possuírem uma alta solubilidade em água, baixa viscosidade, baixa higroscopicidade, alta temperatura de transição vítrea, sabor suave e baixo custo, auxiliam como controle de gelificação ou congelamento, melhoram a eficiência de encapsulação e protegem compostos antioxidantes no processo de secagem e armazenamento (BARBOSA et al., 2015; HOFMAN; VAN BUUL; BROUNS, 2016; ROBERT et al., 2010).

3.4.2 Goma Arábica

A goma arábica é um polissacarídeo que pode ser obtido a partir do exsudato de plantas do gênero Acácia, sendo as espécies *Acacia seyal* e *Acacia senegal* L. as utilizadas para produção de goma arábica para aplicações alimentícias (BARAY, 2009; ROSA, 2019). O processo de produção da goma arábica inicia com a coleta manual dos exsudatos secos das plantas, que são triturados para obtenção de um pó repleto de impurezas que necessita lavagem com água, e das etapas de filtração e pasteurização, e a solução é então seca em spray dryer e a goma arábica é obtida(IDRIS; HADDAD, 2012).

A goma arábica é composta por arabinogalactana, glicopeptídeo e um complexo arabinogalactana-proteína, e a proporção dessa composição varia de acordo com a espécie da planta, ambiente, extração e purificação (LIZ et al., 2006; PHILLIPS; WILLIAMS, 2001). O complexo arabinogalactana-proteína é a fração responsável pelas características emulsificantes

e estabilizantes da goma arábica (IDRIS e HADDAD, 2012). Devido essas propriedades, juntamente com a sua solubilidade em água, faz com que a goma arábica seja bastante utilizada nas indústrias alimentícias como de bebidas, panificação, confeitaria, produtos lácteos, molhos e temperos, entre outros (BARAY, 2009; PATEL; GOYAL, 2015).

Outros aspectos desse material, como a capacidade de formação de filmes, alta temperatura de transição vítrea, capacidade antioxidante, baixa viscosidade, boa retenção de compostos voláteis, proteção de compostos contra oxidação faz com que ele seja um dos mais utilizados como adjuvante de secagem, no entanto, devido ao seu alto custo, por sua disponibilidade e impurezas, seu uso se tornou mais restrito, sendo mais comumente substituído ou combinado com outros materiais (BALLESTEROS et al., 2017; JAFARI et al., 2008; MONTENEGRO; BOIERO, M. L., VALLE, L. BORSARELLI, 2012).

3.4.3 Pectina

A pectina é um polissacarídeo constituído principalmente por monômeros de ácido galacturônico, que está presente na parede celular e lamela média de vegetais, auxiliando na estrutura, firmeza e textura de frutas e vegetais, durante seu desenvolvimento e, consequentemente, é desses materiais de onde ela é comumente extraída, principalmente de frutos cítricos, para ser utilizada na indústria como gelificante na elaboração de geleias e doces (GUMMADI; PANDA, 2003; SANTI, 2005; SANTI; BERGER; SILVA, 2014). As pectinas podem ser classificadas segundo seu grau de esterificação, podendo ser de baixa metoxilação (25 a 50%) capaz de formar gel na presença de íons divalentes ou alta metoxilação (50 a 80%), formando géis na presença de altas concentrações de açúcares e acidez (FATHI; MARTÍN; MCCLEMENTS, 2014).

Especialmente por suas propriedades gelificantes, biodegradabilidade, biocompatibilidade e capacidade de aumentar a estabilidade de compostos ativos, tem sido utilizada em processos de microencapsulação como material de parede, em diferentes métodos como a secagem por *spray drying* e coacervação (FATHI; MARTÍN; MCCLEMENTS, 2014; NOH et al., 2018). Além de sua utilização como adjuvante de secagem, a pectina também pode ser utilizada como fibra alimentar, pois possui maior resistência ao ambiente gástrico e baixa digestibilidade no intestino, com capacidade de auxiliar no crescimento de probióticos, através da sua fermentação por bactérias do cólon (MIRANDA, 2019; NAQASH et al., 2017).

Segundo Pieczykolan e Kurek (2019), estudos realizados utilizando a mistura de maltodextrina com hidrocoloides para secagem e encapsulação de materiais, aumentam a eficiência do processo, encontrando em seu trabalho, que a utilização da pectina em combinação com a maltodextrina proporcionou melhor retenção de ácido ascórbico, quando comparada a outros hidrocoloides. O uso de pectina para secagem de extratos nutracêuticos, em um estudo realizado por Sansone *et al.* (2011) mostrou que a mistura de pectina com maltodextrina proporcionou uma melhor proteção de compostos fenólicos em comparação com a maltodextrina isolada, não apresentando diferenças significativas no conteúdo de polifenóis, atividade antioxidante e umidade durante o armazenamento, também proporcionou um disfarce no aroma desagradável dos extratos estudados.

Embora cada agente adjuvante tenha suas propriedades, de acordo com Fang e Bhandari (2011), uma única matriz não é capaz de proteger compostos sozinha, pois não possui todas as características necessárias para melhorar o processo de secagem e obter um produto final de qualidade isento de defeitos, fazendo-se portanto a necessidade de combinar os materiais a fim de conseguir as melhores condições aproveitando as características benéficas de cada um.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

O experimento foi realizado em três etapas, as quais estão apresentadas abaixo:

Inicialmente, na primeira etapa frutos verdes de quatro clones de aceroleira, BRS 235 (Apodi), BRS 236 (Cereja), BRS 237 (Roxinha), BRS 238 (Frutacor) foram avaliados quanto aos conteúdos de vitamina C, polifenóis totais e atividade antioxidante (ABTS e FRAP); Análise de perfil fenólico, com tentativa de identificação dos compostos presentes nas quatro cultivares de acerola verde; e Quimiometria.

Na segunda etapa, foi realizada a extração assistida por ultrassom do clone com maior capacidade antioxidante, utilizando Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR). E foi realizada a comparação do extrato obtido em condições otimizadas com o extrato convencional.

A terceira etapa consistiu na realização da secagem por liofilização do extrato obtido em condições otimizadas utilizando maltodextrina, goma arábica e pectina como adjuvantes de secagem em diferentes proporções; e caracterização dos pós quanto aos seguintes parâmetros: atividade de água, solubilidade, umidade, polifenóis totais e atividade antioxidante.

ETAPA 1 - Caracterização dos Frutos dos Clones de Aceroleira

4.1 Obtenção dos frutos de aceroleira e da polpa utilizada nas análises

Frutos de quatro clones de aceroleira (*Malpighia emarginata* D.C): BRS 235 (Apodi), BRS 236 (Cereja), BRS 237 (Roxinha) e BRS 238 (Frutacor), desenvolvidos pelo Programa de Melhoramento Genético da Embrapa Agroindústria Tropical foram selecionados com base em seus altos conteúdos de compostos fenólicos e vitamina C (OLIVEIRA *et al.*, 2012).

Os frutos foram colhidos no período da manhã em estádio de maturação II (fruto no máximo do seu tamanho totalmente verde) no Jardim Clonal de aceroleira localizado no Campo Experimental da Embrapa, na cidade de Pacajus – CE, Brasil (4° 10' 21" S e 4° 10' 21" W, com 73,9 m de altitude a 48 km da capital) (CEARÁ, 2017) foram transportados, em sacos plásticos transparentes, para o Laboratório de Pós – Colheita da Embrapa Agroindústria Tropical, Fortaleza-Ceará, onde foram mantidos a -80 ° C em *ultrafreezer* até posterior processamento.

Para obtenção da polpa, os frutos dos quatro clones de aceroleira foram processados separadamente em uma centrífuga doméstica (Phillips, R11858), e após o processamento, os resíduos foram descartados e as polpas obtidas foram armazenadas em *ultrafreezer* a -80 $^{\circ}$ C até posteriores análises.

4.2 Determinação do conteúdo de vitamina C total

A vitamina C foi determinada de acordo com método proposto por Sánchez-Mata *et al.* (2000). Inicialmente, 5 g de polpa foram pesadas e homogeneizadas com 20 mL de solução extratora (ácido acético p.a. 8% v/v e ácido metafosfórico p.a. 3% p/v) e 25 mL de água destilada. Após 5 minutos, uma alíquota de 3 mL foi retirada, filtrada (PTFE, 0,45 μm, Jet biofilmTM) em *vials* e injetada em HPLC-UV (Waters Co., Milford, MA, EUA). Todo procedimento experimental foi realizado na ausência de luz. Os resultados obtidos foram analisados por comparação do tempo de retenção e da área de pico de absorção a 245 nm, com base em uma curva padrão de ácido ascórbico (100 a 500 mg. L⁻¹) e ácido dehidroascórbico (25 a 1000 mg. L⁻¹). O conteúdo de vitamina C total foi determinado através da soma dos conteúdos de ácido ascórbico e ácido dehidroascórbico e os valores foram expressos em mg de ácido ascórbico.100 g⁻¹ de massa fresca (MF).

4.3 Polifenóis extraíveis totais (PET)

4.3.1 Obtenção do extrato

Para obtenção do extrato, 0,5 g de polpa foram homogeneizadas com 4 mL de solução de metanol 50% e a mistura foi deixada em repouso por 60 minutos. Após esse período, a mistura foi centrifugada a 10.000 rpm por 15 minutos a 25 °C. Em seguida, o sobrenadante foi filtrado com papel de filtro Whatman nº 1 para balão volumétrico de 10 mL e o precipitado foi ressuspenso em 4 mL de solução de acetona 70%, homogeneizado, deixado em repouso por 60 minutos e, em seguida, centrifugado nas mesmas condições citadas anteriormente. O sobrenadante foi filtrado e adicionado ao primeiro no balão volumétrico, sendo este aferido com água destilada (LARRAURI; RUPÉREZ; SAURA-CALIXTO, 1997).

4.3.2 Quantificação de polifenóis extraíveis totais

A determinação do conteúdo de polifenóis extraíveis totais (PET) foi realizada utilizando método de Folin-Ciocalteau, de acordo com Obanda; Owuor e Taylor (1997) com modificações. Foram adicionados 20 μL do extrato mais 980 μL de água destilada em tubos de ensaio. Posteriormente, acrescentou-se 1000 μL do reagente Folin-Ciocalteau (1:3), 2000 μL de carbonato de sódio anidro (20%) e 2000 μL de água destilada. Os tubos foram homogeneizados e deixados em repouso por 30 minutos. Em seguida, as leituras foram realizadas em espectrofotômetro (Agilent Technologies, Varian Cary 50) à 700 nm. O conteúdo de PET foi calculado utilizando uma curva padrão de ácido gálico (0-50 μg) e os resultados foram expressos em mg de ácido gálico.100 g⁻¹ de massa fresca (MF).

4.4 Atividade Antioxidante Total (AAT)

4.4.1 Atividade antioxidante pelo método ABTS

A determinação da atividade antioxidante total pelo método do radical ABTS (ácido 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolino-6-sulfônico) foi realizada segundo metodologia de Re *et al*.

(1999) adaptada por Rufino *et al.* (2007). O radical ABTS foi preparado a partir da reação entre 5 mL da solução estoque de ABTS (7 mM) com 88 μL da solução de persulfato de potássio (140 mM) na ausência de luz. Após 16 horas de reação, aproximadamente 1 mL do radical foi diluído em álcool etílico P.A até obtenção de absorbância de 0,700 ± 0,02 nm a 734 nm.

Em tubos de ensaio, 30 μL de extrato, obtido conforme metodologia descrita no item 4.3.1, em três diferentes concentrações, foi homogeneizado com 3000 μL do radical ABTS e, após 6 minutos de reação, foi realizada a leitura da absorbância em espectrofotômetro a 734 nm. A AAT foi calculada a partir de uma curva padrão utilizando Trolox e os resultados foram expressos em μM de Trolox.g⁻¹ MF.

4.4.2 Atividade antioxidante pelo método de redução do ferro (FRAP)

A determinação da atividade antioxidante pelo método FRAP foi realizada segundo metodologia de Pulido; Bravo e Saura-Calixto (2000), adaptada por Rufino *et al.* (2006). Inicialmente, três diluições do extrato (obtido no item 4.3.1) foram preparadas e, a partir das quais foram transferidas alíquota de 90 μL para tubos de ensaio. Em seguida, foram adicionados 270 μL de água destilada e 2700 μL do reagente FRAP (25 mL de solução tampão acetato 0,3 M, 2,5 mL de solução TPTZ 10 mM [Sal de 2,4,6-Tri-(2-Piridil)-1,3,5-Triazina] e 2,5 mL de solução de cloreto férrico 20 mM). Após homogeneização, os tubos de ensaio foram colocados em banho-maria a 37 °C por 30 minutos e, posteriormente, realizada a leitura das absorbâncias à 595 nm. A AAT foi calculada com base em uma curva padrão com solução de sulfato ferroso 2 mM com concentrações variando de 0 μM a 2000 μM e os resultados foram expressos em μM de sulfato ferroso. g⁻¹ MF.

4.5. Análise por UPLC-QTOF-MS

4.5.1. Preparo da amostra

Para esta análise, as polpas de acerola verde congeladas obtidas conforme descrito no item 4.1, foram submetidas a um processo de secagem por liofilização a -41 ° C, com uma pressão de 202 mmHg por 48 horas em um liofilizador de bancada (Liotop, L202).

4.5.2 Extração dos fenólicos

Foram pesados 50 mg da polpa liofilizada e adicionadas a 4 mL de hexano P.A. (Sigma-Aldrich). A mistura foi sonicada em banho de ultrassom (Eco-Sonic, Brasil) com potência fixa de 135W a 25 °C por 20 minutos. Posteriormente, foram adicionados a essa mistura 4 mL de uma solução de etanol/água (7:3) para auxiliar na extração dos componentes polares presentes na amostra, e novamente o material foi sonicado nas mesmas condições mencionadas anteriormente. Subsequentemente, esta mistura foi centrifugada a 3000 rpm à 25 °C por 10 minutos.

4.5.3 Ensaio

Após a centrifugação descrita no tópico anterior, foram formadas duas fases, sendo a superior apolar (hexano) e a inferior polar (etanol/água). Uma alíquota de 2 mL da fase inferior foi retirada e filtrada (PTFE 0,22 μm, Whatman, Merck, Alemanha) em frascos de penicilina. Em seguida, foram retirados 900 μL do filtrado dos frascos de penicilina e transferiu-se esta alíquota para frascos tipo *vials*, onde também foram adicionados 100 μL de uma solução padrão interna (Genisteína 10 μg / mL) .Os *vials* foram levados para serem analisados pelo sistema UPLC (Waters Co., Milford, MA, EUA). A análise UPLC (*Ultra-Performance Liquid Chromatography*) foi realizada em uma coluna Acquity UPLC BEH (150 × 2,1 mm, 1,7 μm; Waters) em um sistema UPLC Waters Acquity. A temperatura da coluna foi ajustada para 40 °C. O sistema de eluição com gradiente binário consistiu em 0,1% de ácido fórmico em água (A) e 0,1% de ácido fórmico em acetonitrila (B), com um gradiente linear de 2 a 95% de B (0-15 min) e uma vazão de 0,4 mL.min⁻¹.

4.5.4 Análise cromatográfica e condições do Massas de Alta resolução - XEVO-QToF

A análise foi realizada em um sistema ACQUITY UPLC, acoplado a um espectrômetro de massas Xevo Q-TOF (Waters) com uma interface de ionização por eletropulverização (ESI) operando no modo de ionização negativa na faixa de 110-1180 Da. O gás de dessolvatação foi fixado em nitrogênio a 350 °C com uma vazão de 500 L.h⁻¹. As tensões capilar e cone foram ajustadas para 2,6 kV e 0,5 V, respectivamente. Leucina encefalina (leucina-encefalina, 0,2

ng.µL⁻¹; [M-H] - íon em m/z 556.2771) foi utilizada como *lock mass*. As atribuições precisas de massa e fórmula molecular foram obtidas pelo software MassLynx 4.1 (Waters Corporation). A identificação dos compostos orgânicos foi realizada considerando os respectivos valores de m/z, perfil de fragmentação e relatórios da literatura.

4.6 Análise estatística

Os resultados obtidos foram submetidos a análise de variância (ANOVA) e ao teste de comparação de médias de Tukey (p \leq 0,05) utilizando o programa Sisvar.

ETAPA 2 – Obtenção de condição otimizada de extração de compostos antioxidantes de frutos verdes da aceroleira

4.7 Extração assistida por ultrassom

O processo de extração realizado por ultrassom foi conduzido com base em metodologia de superfície de resposta (MSR) utilizando como variáveis independentes a concentração de etanol (%) na solução extratora e o tempo de sonicação (minutos). A variação do limite da concentração de etanol utilizado foi de 9,2 a 99,8%, enquanto para o tempo de extração foi de 2,1 a 21,9 minutos, sendo os limites inferior e superior referentes aos pontos axiais -1,41 e 1,41, respectivamente. De acordo com delineamento, foram realizadas 11 corridas com 4 pontos fatoriais, 4 pontos axiais e 3 pontos centrais, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1. Delineamento experimental para extração assistida por ultrassom dos compostos antioxidantes a partir da polpa liofilizada de frutos verdes de aceroleira do clone BRS 236.

Extratos	Etanol (%)	Tempo (min)	-	-
1	22,5	5	-1	-1
2	22,5	19	-1	1
3	86,5	5	1	-1
4	86,5	19	1	1
5	9,2	12	-1,41	0
6	99,8	12	1,41	0
7	54,5	2,1	0	-1,41
8	54,5	21,9	0	1,41
9 (C)	54,5	12	0	0
10 (C)	54,5	12	0	0
11 (C)	54,5	12	0	0

Fonte: Elaborado pelo autor (2020).

Para a elaboração dos extratos, utilizou-se os frutos verdes do clone BRS 236, pois foram os que apresentaram maior capacidade antioxidante quando analisados na primeira etapa. As acerolas do clone BRS 236 foram processadas em uma centrífuga doméstica (Phillips, R11858) para obtenção da polpa, que foi congelada a -80 ° C em *ultrafreezer* por, aproximadamente, 24 horas, garantindo o congelamento total do material, para posterior secagem por liofilização que foi realizada nas seguintes condições, temperatura de -41 ° C, pressão de 202 mmHg por um período de 48 horas, em um liofilizador de bancada (Liotop, L202). Foram pesados 0,1g de polpa liofilizada (0,1 g) e adicionados 30 mL da solução extratora.

4.8 Caracterização dos extratos

Os extratos foram caracterizados quanto a concentração de compostos fenólicos totais como variável resposta do planejamento proposto para obtenção das condições otimizadas da extração. Posteriormente, para validação do modelo foi realizada a quantificação dos compostos fenólicos no extrato produzido nas condições otimizadas, e comparado esse conteúdo (valor real) com o valor predito pelo modelo (teórico).

Também foi realizada uma comparação entre o extrato obtido em condições otimizadas e o extrato convencional, sendo utilizadas as análises de polifenóis totais, e atividade antioxidante total pelos métodos ABTS e FRAP a fim de verificar se a quantificação do

conteúdo desses compostos nos dois extratos estudados apresentava alguma diferença significativa entre si.

4.8.1 Obtenção do Extrato em condições otimizadas

Para o extrato otimizado, a polpa liofilizada (0,1 g) foi adicionada à 30 mL da solução extratora de etanol a 49,07% e, posteriormente, submetida à banho ultrassônico (Eco-Sonic, Brasil - 135W) por 14,55 min a 25 °C. Após o tempo de sonicação, o material foi centrifugado a 3000 rpm por 10 minutos, a 25 °C. Em seguida, o sobrenadante foi filtrado com papel de filtro Whatman nº 1 e armazenado em *ultrafreezer* até posteriores análises.

4.8.2 Obtenção do Extrato convencional

Para elaboração do extrato convencional, utilizou-se a metodologia descrita no item 4.3.1 com algumas modificações. Pesou-se 0,1 g de polpa (liofilizada) que foi homogeneizada com 12 mL de solução de metanol 50% e a mistura foi deixada em repouso por 60 min. Após esse período, a mistura foi centrifugada a 10.000 rpm por 15 min a 25 °C. Em seguida, o sobrenadante foi filtrado com papel de filtro Whatman nº 1 para um frasco de vidro onde ficou reservado, e o precipitado foi ressuspenso em 12 mL de solução de acetona 70%, homogeneizado, deixado em repouso por 60 min e, em seguida, centrifugado nas mesmas condições citadas anteriormente. O sobrenadante foi filtrado e adicionado ao primeiro e foram transferidos para uma proveta, sendo esta aferida com água destilada para o volume final de 30 mL (LARRAURI; RUPÉREZ e SAURA-CALIXTO, 1997).

4.8.3 Quantificação de polifenóis extraíveis totais (PET)

Para determinação dos compostos fenólicos nesta segunda etapa, foram adicionados em tubos de ensaio, 30 μL de cada extrato, 970 μL de água destilada e posteriormente, os reagentes foram acrescentados e realizada a quantificação de polifenóis como descrita no item *4.3.2*. Os resultados obtidos nesta etapa foram expressos em mg de ácido gálico.100 g⁻¹ de massa seca (MS).

4.8.4 Atividade Antioxidante Total (AAT)

4.8.4.1 Atividade antioxidante pelo método ABTS

A partir dos extratos obtidos nesta segunda etapa, foram realizadas três diluições e de cada uma foi retirada uma alíquota de 30 µL que foi adicionada em tubos de ensaio e foram acrescentados 3000 µL do radical ABTS e seguiu a metodologia como descrito no item 4.4.1.

4.8.4.2 Atividade antioxidante pelo método de redução do ferro (FRAP)

A partir dos extratos obtidos nesta segunda etapa, foram realizadas três diluições e de cada uma foram retiradas alíquotas de 90 µL e transferidas para tubos de ensaio, e adicionados os reagentes conforme descritos no item 4.4.2.

4.9 Análise estatística

Para otimização do processo de extração, o delineamento experimental DCCR (Design Central do Composto Rotacional) foi submetido à metodologia de superfície resposta (MSR) usando o software *STATISTICA10*. O modelo foi validado estatisticamente pela ANOVA (p ≤ 0,05) e o teste de Pareto foi utilizado para analisar o efeito das variáveis independentes na resposta. Para a comparação dos extratos otimizado e convencional, a análise estatística foi realizada como descrito no item 4.6.

ETAPA 3 – Obtenção e caracterização dos pós do extrato antioxidante otimizado de frutos verdes de aceroleira

4.10 Preparação do extrato e Elaboração dos pós com diferentes adjuvantes para a secagem

Inicialmente, o extrato foi preparado conforme descrito no item 1.3. Posteriormente, o extrato foi concentrado utilizando um evaporador rotativo (Fisatom, modelo 803) a 53 °C e 44

rpm até redução do volume em aproximadamente metade do volume inicial e, em seguida, armazenado em *ultrafreezer* a -80 °C.

Para a elaboração dos pós, foi adicionado à 100 mL do extrato (4,4% de sólidos solúveis) maltodextrina, goma arábica e pectina como agentes adjuvantes de secagem, em diferentes proporções (Tabela 2), até obtenção de conteúdo de sólidos solúveis totais de 20%.

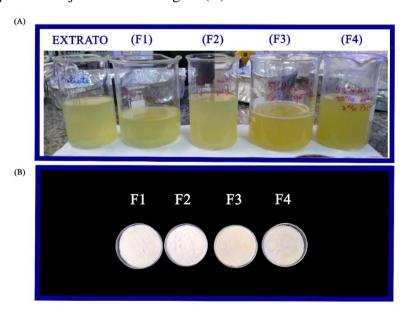
Tabela 2. Composição das formulações e suas respectivas proporções.

Formulações	Composição
F1	100% maltodextrina
F2	98% maltodextrina + 2% pectina
F3	50% maltodextrina + 50% goma arábica
F4	48% maltodextrina + 50% goma arábica + 2% pectina

Fonte: Elaborado pelo autor (2020).

Após adição dos adjuvantes de secagem, as soluções foram colocadas em agitador magnético, até completa solubilização, proporcionando uma solução homogênea (Figura 2A), sendo posteriormente congeladas em ultrafreezer a -80 °C por 24 h e colocados em liofilizador de bandejas (Liobras, Liotop LP 510) por 48 h. Depois da secagem, os materiais foram macerados utilizando pistilo e almofariz até obtenção dos pós (Figura 2B).

FIGURA 2 – Extrato e extratos com adjuvantes de secagem antes da liofilização (A), Extratos após liofilização com adjuvantes de secagem (B).



Fonte: elaborado pelo autor (2020).

*Formulação 1 (F1): 100% maltodextrina, Formulação 2 (F2): 98% maltodextrina + 2% pectina, Formulação 3 (F3): 50% maltodextrina + 50% goma arábica e Formulação 4 (F4): 48% maltodextrina + 50% goma arábica + 2% pectina.

4.11 Caracterização dos pós

4.11.1 Umidade, Atividade de água e Solubilidade

A análise de umidade foi realizada utilizando um analisador de umidade por infravermelho (GEHARA, IV2000). Foram pesados aproximadamente 1g dos pós em pratinhos de alumínio e colocados no equipamento a temperatura de 100 °C até obtenção de massa constante. O equipamento já mostrava os resultados obtidos em % de umidade.

A Atividade de água (Aw) foi determinada através do medidor de atividade de água (AQUALAB, serie 3TE Decagon, Pullman, USA) a 25 °C. Os pós foram colocados na cápsula do equipamento, até a demarcação (metade da cápsula) conforme as instruções do fabricante. Os tempos de análise variaram de 5 a 10 minutos.

A solubilidade dos pós foi determinada segundo metodologia descrita por Cano-Chauca *et al.* (2005) com modificações. Foram pesados 25 mg do pó em tubos para centrífuga e adicionados 25 mL de água destilada. Após homogeneização, realizada manualmente, e centrifugação (Hettich zentrifugen, Rotina 380R) a 3000 rpm por 10 minutos a 25 °C, uma alíquota de 20 mL do sobrenadante foi retirada e transferida para uma placa de Petri, previamente pesada, e levada para estufa com circulação de forçada de ar (Tecnal, TE-394/2) a temperatura de 105 °C até obtenção de massa constante. A solubilidade foi calculada de acordo com a equação (*Eq. 1*) descrita abaixo, e foi expressa em % de solubilidade.

$$Eq. \ 1 \ Solubilidade \ (\%) = \frac{\left(massa \ inicial \ (g) - massa \ final(g)\right) * \ 100}{massa \ inicial \ (g)}$$

4.11.2 Polifenóis extraíveis totais (PET) dos pós

Para determinação dos compostos fenólicos dos pós, foram pesados 10 mg de cada formulação em Bécker e adicionados 10 mL de água destilada, e homogeneizados com bastão

de vidro. Posteriormente, foi retirada uma alíquota de 1 mL e realizada a quantificação de polifenóis como descrita no item 4.3.2.

4.11.3 Atividade Antioxidante Total (AAT) dos pós

4.11.3.1 Atividade antioxidante pelo método ABTS

Inicialmente, foram pesados 100 mg de cada formulação e adicionados 5 mL de água destilada, a partir dessa concentração foram realizadas diluições e de cada uma foi retirada uma alíquota de 30 μ L que foi adicionada em tubos de ensaio e foram acrescentados 3000 μ L do radical ABTS e seguiu a metodologia como descrito no item 4.4.1.

4.11.3.2 Atividade antioxidante pelo método de redução do ferro (FRAP)

Para determinação da atividade antioxidante pelo método FRAP, foram pesados 25 mg e adicionados 5 mL de água destilada, e a partir desse, três diluições foram preparadas e uma alíquota de 90 µL de cada diluição foram colocadas em tubos de ensaio, e adicionados os reagentes conforme descritos no item 4.4.2.

4.12 Análise estatística

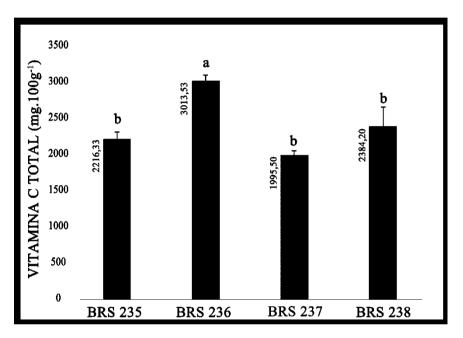
A análise estatística foi realizada como descrito no item 4.6.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1.1 Vitamina C

O conteúdo de vitamina C total (Figura 3), variou de 1995,50 a 3013,53 mg.100g⁻¹ e o BRS 236 se destacou em comparação aos demais clones estudados, os quais não apresentaram diferenca estatística entre si.

FIGURA 3 - Conteúdo de vitamina C total dos frutos de acerola verde dos quatro clones estudados.



Fonte: dados da pesquisa.

Estudos relatam que ocorre a diminuição da vitamina C durante o amadurecimento de acerolas, sendo seu conteúdo presente em maior quantidade em frutos verdes (BADEJO; FUJIKAWA; ESAKA, 2009; OLIVEIRA *et al.*, 2012, CARVALHO *et al.*, 2018; RIBEIRO e FREITAS, 2020; XU et al., 2020). A média de valores encontrados neste estudo para frutos do clone BRS 236 (3013,53 mg.100g⁻¹) foi mais elevada quando comparado aos conteúdos encontrados por Oliveira (2012) 2719 mg.100g⁻¹, Xu (2020) 2386 mg.100g⁻¹, Vendramini; Trugo (2000) 2164 mg.100⁻¹g, para frutos de aceroleira predominantemente verdes. O conteúdo de vitamina C é bastante variável dependendo não somente da cultivar como também dos tratos culturais, como mostra Carvalho *et al.* (2018) que encontraram 3705,57 mg.100g⁻¹ em frutos verdes de acerolas da cultivar Junko produzida de forma orgânica.

A vitamina C está presente na maioria das frutas, principalmente na acerola, sua solubilidade em água e sensibilidade térmica a tornam suscetível a tratamentos pós-colheita e

condições de armazenamento, além disso um dos fatores que auxiliam na rápida degradação desse composto é que durante o amadurecimento da acerola ou em condições de estresse ocorre o aumento das espécies reativas de oxigênio (EROs) que vão levar a perda da qualidade dos frutos, diminuindo sua vida útil pós-colheita, e como forma de minimizar os danos causados por essas espécies químicas, enzimas antioxidantes como ascorbato oxidases e peroxidases que utilizam o ácido ascórbico para reduzir os níveis de EROs nos tecidos dos vegetais (FRANCA, 2016; LI et al., 2011; MDITSHWA et al., 2017; RIBEIRO e FREITAS, 2020).

Um aspecto importante em relação a esse composto é sua estabilidade ser afetada facilmente por alguns fatores, como temperatura, luz, presença de metais e enzimas como mostrado em um estudo realizado por Chim; Zambiazi e Rodrigues (2013) com néctar de acerola onde as amostras que estiveram congeladas e as que estiveram na ausência de luz apresentaram maiores conteúdos de vitamina C em comparação as amostras que foram expostas à luz e as que estiveram em temperatura ambiente.

A determinação do conteúdo de vitamina C é um importante parâmetro de controle de qualidade e nutricional, pois como possui baixa estabilidade pode ser usada para constatar possíveis alterações causadas pelo processamento e armazenamento, e a capacidade dessa vitamina em auxiliar na proteção e no bom funcionamento do corpo, reduz a concentração de radicais livres responsáveis pelo aparecimento de diversas doenças crônico-degenerativas, como o mal de Parkinson, fazendo com que ela seja usada como índice de qualidade nutricional (COSTA, 2016; DANTAS et al., 2010).

5.1.2 Polifenóis

Quanto ao conteúdo de compostos fenólicos totais, ocorreram variações de 996,73 a 1790,97 mg.100g⁻¹ MF e pode-se observar (Figura 4) que o clone BRS 236 obteve os maiores valores, seguido dos clones BRS 235 e 238, que não apresentaram diferença estatística entre si. O clone BRS 237 foi o que apresentou o menor resultado (996,73 mg.100 g⁻¹ MF).

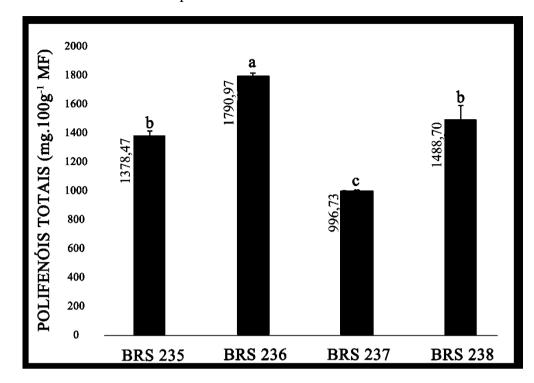


FIGURA 4. Gráfico de conteúdo de polifenóis totais nos frutos de acerola verde avaliados.

Fonte: dados da pesquisa.

Os valores encontrados neste trabalho para o clone BRS 236 (1790,97 mg.100g⁻¹) foram semelhantes aos encontrados por Oliveira (2012) para frutos predominantemente verdes do mesmo clone (1641 mg.100g⁻¹) e superior em relação aos frutos maduros (1099 mg.100g⁻¹). De forma similar, Righetto; Netto e Carraro (2005) avaliaram acerolas em dois estádios de maturação (verdes e maduras) e observaram um decréscimo de aproximadamente 65% na quantidade de fenólicos dos frutos maduros em comparação aos imaturos. Seraglio *et al.* (2019) estudaram acerolas em três estádios de maturação comestíveis e notaram uma redução dos compostos fenólicos quando compararam o primeiro estádio (mais verde) com o último avaliado (mais maduro), onde a soma dos compostos fenólicos quantificados variou de 728,98 a 435,26 mg. Kg⁻¹ MS. Outros estudos realizados com diferentes frutos, também observaram o mesmo comportamento de diminuição dos fenólicos ao longo do amadurecimento, como guabiju, jabuticaba e jambolão (SERAGLIO *et al.*, 2018), azeitonas (FERNANDEZ-OROZCO *et al.*, 2011), pêssego (LIU; CAO e JIANG, 2015), goiaba, gabiroba, uvaia e butiá (EGEA; BELLARMINO e NETTO, 2019).

A quantidade de compostos fenólicos pode sofrer variação entre frutos devido alguns parâmetros que influenciam na composição química dos frutos, como tipo de solo, região de plantio, exposição ao sol, cultivar e estádio de maturação (MARTINS *et al.*, 2011). Os

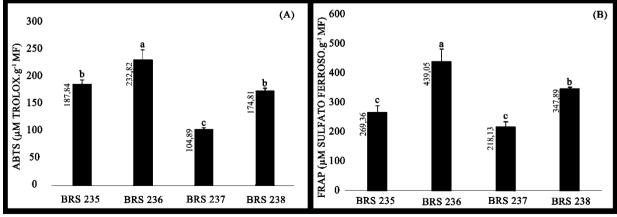
compostos fenólicos sofrem mudanças no decorrer do amadurecimento dos frutos, influenciando na variação de seu conteúdo em diferentes estádios de desenvolvimento, pois durante a maturação os compostos fenólicos podem ser polimerizados em fenóis solúveis ou oxidados através da ação de enzimas, como a polifenoloxidase, isso em combinação com a diminuição de substratos essenciais para biossíntese de compostos fenólicos em frutos maduros, faz com que esses compostos sejam encontrados em maiores quantidades em frutos verdes (FAWOLE e OPARA, 2013; FRANCA, 2016; GRUZ et al., 2011; SERAGLIO et al., 2018).

5.1.3 Atividade Antioxidante

Os resultados obtidos da atividade antioxidante quantificada pelo método ABTS variaram de 104,89 a 232,82 μ M trolox. g⁻¹ MF, conforme apresentado na Figura 5 (A). O clone que apresentou maior capacidade antioxidante foi o BRS 236. Não houve diferenças significativas entre os clones BRS 235 e BRS 238. O clone BRS 237 obteve menor atividade. Os resultados obtidos da capacidade antioxidante avaliada pela metodologia FRAP variaram de 218,13 a 439,05 μ M sulfato ferroso. g⁻¹ MF Figura 5 (B). O clone que apresentou maior capacidade antioxidante foi o BRS 236. Não houve diferenças significativas entre clones BRS 235 e BRS 237.

FIGURA 5 - Gráficos de conteúdo de atividade antioxidante pelos métodos ABTS (A) e FRAP (B) nos frutos de acerola verde avaliados.

(A) 600 (B)



Fonte: dados da pesquisa.

Estudos envolvendo diferentes métodos para determinação da atividade antioxidante em goiabas e acerolas mostraram diferenças de comportamento na atividade encontrada, indicando que as variações obtidas nos resultados das atividades antioxidantes mensuradas por diferentes métodos pode estar relacionada a composição dos extratos e a afinidade de cada um com os reagentes utilizados na metodologia, pois cada método se baseia em um tipo de interação química o que pode influenciar na resposta obtida (CRUZ, 2017; THAIPONG *et al.*, 2006).

Assim como os resultados aqui obtidos, Oliveira *et al.* (2012) encontraram maior capacidade antioxidante em frutos do clone BRS 236 (160,46 µM trolox. g⁻¹MF) e menor atividade dos frutos do clone BRS 237 (111,42 µM trolox. g⁻¹ MF) no mesmo estádio de maturação utilizando o método ABTS. De forma semelhante, o trabalho realizado por Mariano-Nasser *et al.* (2017) encontraram também maior atividade antioxidante no clone BRS 236 e menor no clone BRS 237.

Estudos realizados com romã (FAWOLE; OPARA, 2013) e com acerola (OLIVEIRA et al., 2012; RIGHETTO; NETTO; CARRARO, 2005) em diferentes estádios de maturação observaram que assim como o conteúdo de vitamina C e compostos fenólicos reduziram ao longo do amadurecimento, a atividade antioxidante também diminuiu, estando presente em maior quantidade em frutos imaturos, indicando que a presença de compostos fenólicos e outros constituintes estão diretamente relacionados com a capacidade antioxidante dos frutos.

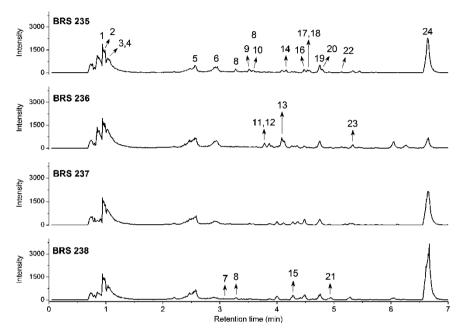
Os valores determinados de atividade antioxidante no presente trabalho, bem como o comportamento dos clones foram similares aos resultados encontrados na quantificação de compostos fenólicos, corroborando com o estudo de Sagar e Kuna (2014) que os fenólicos são os principais responsáveis pela atividade antioxidante da acerola.

5.1.4 Perfil fenólico

A partir dos cromatogramas obtidos, foram tentativamente identificados 24 compostos orgânicos dos quatro clones estudados, que estão apresentados na Tabela 3, com seus respectivos parâmetros: tempo de retenção (min), [M-H]⁻ íon observado e calculado com fragmentos (MS/MS); fórmula empírica e erro.

Conforme ilustrado na Figura 6, observamos a comparação dos cromatogramas dos respectivos frutos dos clones estudados, com a numeração correspondente a cada composto identificado na Tabela 3.

FIGURA 6. Cromatogramas de identificação dos compostos presentes nos quatro clones de acerola verde.



Fonte: dados da pesquisa.

Tabela 3. Identificação da composição principal dos frutos de diferentes clones de aceroleira (BRS 235, BRS 236, BRS 237 e BRS 238).

Picos	TR (min)	[M-H]- obs.	[M-H]-calc.	Product ions (MS/MS)	Fórmula Emp.	Erro (ppm)	Nome	Ref.
1	0.94	133.0134	133.0137	-	C4H5O5	-2.3	Ácido Málico	-
2	0.98	175.0247	175.0243	115.0016, 87.0086	C6H7O6	2.3	Isômero Ácido Ascórbico	-
3	1.01	175.0238	175.0243	115.0026, 87.0082	C6H7O6	-2.9	Ácido Ascórbico	-
4	1.04	191.0191	191.0192	111.0095	C6H7O7	-0.5	Ácido Cítrico	-
5	2.58	175.0241	175.0243	115.0017	C6H7O6	-1.1	Isômero Ácido Ascórbico	-
6	2.93	175.0245	175.0243	115.0053	C6H7O6	1.1	Isômero Ácido Ascórbico	-
7	3.08	289.0724	289.0712	-	C15H13O6	4.2	Catequina	-
8	3.28	577.1335	577.1346	451.1105, 425.0934, 289.0698	C30H25O12	-1.1	Dimero Procianidina B	(Silva et al., 2017)
9	3.51	289.0713	289.0712	-	C15H13O6	0.3	Epicatequina	
10	3.58	865.1971	865.1980	739.1781, 577.1403, 425.0906, 407.0788, 289.0686	C45H37O18	-1.0	Trímero Procianidina B	
11	-	-	-	3.65	1153.2620		Tetra Procianidina B	(Silva et al., 2017)
12	3.78	865.1979	865.1980	577.1294, 425.0888, 407.0755, 289.0690	C45H37O18	-0.1	Trímero Procianidina B	(Silva et al., 2017)
13	4.08	609.1456	609.1456	301.0377, 300.0269	C27H29O16	0.0	Rutina	(Silva et al., 2017)
14	4.16	755.2052	755.2035	609.1409, 301.0314, 300.0263	C33H39O20	2.3	Isômero Quercetina-O-ramnosideo	-
15	4.25	463.0891	463.0877	301.0324, 300.0263	C21H19O12	3.0	Isômero Quercetina-O-hexosideo	(Chen et al., 2015)
16	4.48	449.1099	449.1084	303.0580, 285.0462	C21H21O11	3.3	Astilbina	
17	4.54	623.1635	623.1612	315.0508, 285.0331	C28H31O16	3.7	Is or hamnet in a-O-ne o he sperido side o	(Pereira et al., 2015)
18	4.56	623.1617	623.1612	315.0430, 271.0495	C28H31O16	0.8	Isorhamnetina-O-rutinosideo	
19	4.75	447.0924	447.0927	301.0346, 300.0237	C21H19O11	-0.7	Quercetina-O-rhamnosideo	-
20	4.79	447.0923	447.0927	301.0343, 300.0228	C21H19O11	-0.9	Quercetina-O-rhamnosideo	(Chen et al., 2015)
21	4.91	433.1151	433.1135	271.0556	C21H21O10	3.7	Naringenina-O-glucosideo	(Chen et al., 2015)
22	5.14	307.0812	307.0818	161.0473, 143.0298	C15H15O7	-2.0	Desconhecido	(Pereira et al., 2015)
23	5.33	677.2866	677.2868	645.2515, 489.1866	C27H49O19	-0.3	Desconhecido	(Pereira et al., 2015)
24	6.64	269.0453	269.0450	-	C15H9O5	1.1	Apigenina	(Tauchen et al., 2016)

Fonte: Elaborado pelo autor (2020).

5.1.5 Análise quimiométrica

A análise quimiométrica foi realizada a partir dos dados obtidos na quantificação de vitamina C, compostos fenólicos totais, atividade antioxidante e na identificação da composição principal dos frutos verdes de diferentes clones de aceroleira (BRS 235, BRS 236, BRS 237 e BRS 238) que foi avaliada por cromatografia líquida UPLC-HRMS (*Ultra-Performance Liquid Chromatography - Hight Resolution Mass Spectrometer*).

A Figura 7 apresenta os escores (a) relacionados a dois Componentes Principais (PC 2) e as cargas relevantes (b) plotadas em forma de linhas. O PC1 foi o eixo principal, mostrando a maior diferença nos frutos verdes da acerola, com 79,54% da variância total.

a) Scores 0.02 BRS 235 0.01 PC2 - 9.76% 0.00 BRS 238 **BRS 236** -0.01 -0.03 0.03 0.00 b) Loadings PC1 - 79.54% 26 0.2 15 16 0.0 ["]√3√4 õ 12 13 2 5 6 Variables (min)

FIGURA 7. Componentes principais (a) scores e (b) cargas relevantes plotadas em linhas.

Fonte: dados da pesquisa.

Devido à complexidade do conjunto de dados pelo elevado número de compostos identificados dos frutos verdes de aceroleira dos quatro clones estudados, um método quimiométrico não supervisionado por Análise de Componente Principal (Principal Component Analysis (PCA)) foi desenvolvido para explorar a variabilidade dos clones.

Em geral, os frutos dos clones BRS 235 (verde), BRS 237 (vermelho claro) e BRS 238 (vermelho escuro) são colocados em escores positivos de PC1 pelas maiores quantidades de isômero quercetina-O-hexosídeo (15), astilbina (16), e principalmente devido à apigenina (26) de acordo com as intensidades de carga. Por outro lado, apenas os frutos do clone BRS 236 (azul) estão localizados em pontuações negativas de PC1 devido às maiores quantidades de ácido ascórbico (3), ácido cítrico (4), isômero de ácido ascórbico (6), trímero procianidina B (12) e rutina (13).

5.2 ETAPA 2

5.2.1 Otimização de extração

Após os resultados obtidos na Etapa 1, foi possível observar que o clone BRS 236 apresentou maiores conteúdo para os compostos antioxidantes estudados, sendo assim, foi o clone escolhido para a Etapa 2. Na tabela 4, podemos observar os resultados obtidos para a variável dependente estudada, a resposta avaliada foi o conteúdo de fenólicos totais nas 11 diferentes condições analisadas.

Tabela 4. Diferentes condições de extração e seus respectivos conteúdos de polifenóis totais.

Extratos	Etanol (%)	Tempo (min)	Polifenóis (mg.100g ⁻¹ MS)
1	22,5	5,0	31007,94
2	22,5	19,0	29590,81
3	86,5	5,0	29478,54
4	86,5	19,0	31006,49
5	9,2	12,0	32059,26
6	99,8	12,0	27622,37
7	54,5	2,1	32371,15
8	54,5	21,9	33287,63
9	54,5	12,0	32804,36
10	54,5	12,0	31861,27
11	54,5	12,0	33246,26

Fonte: dados da pesquisa.

Através dos resultados apresentados na tabela 4, foi observado que mesmo nas condições em que foi obtido os menores conteúdos de polifenóis totais, os extratos ainda apresentaram alta quantidade desses antioxidantes, os quais têm demonstrado efeitos biológicos

através da prevenção e do controle de certas doenças através da sua capacidade de sequestrar radicais livres, quelar cátions de metais e doar átomos de hidrogênios e elétrons (PYRZYNSKA e BIESAGA, 2009).

Os resultados mostraram que para extração de compostos fenólicos de frutos verdes de aceroleira, a porcentagem de etanol de 49,07% na solução extratora hidroalcóolica e o tempo de exposição ao ultrassom de 14,55 minutos são as condições que maximizam a obtenção desses compostos, levando em consideração a viabilidade do processo.

Os parâmetros avaliados (concentração de etanol e tempo de ultrassom) foram considerados significativos quando p<0,05. Dentre os parâmetros estudados, apenas a concentração de etanol no termo quadrático foi significativa, o tempo de exposição ao ultrassom não influenciou de forma significativa sobre a resposta estudada, como ilustrado na tabela dos coeficientes de regressão (Tabela 5), onde os termos lineares estão associados a letra L e os termos quadráticos com a letra Q.

Tabela 5. Coeficientes de regressão para resposta conteúdo de fenólicos de acerola verde

Fator	Coeficientes de regressão	Erro Padrão	р
Média	32437,47	740,51	0,000
Concentração de etanol (L)	-1597,11	906,94	0,138
Concentração de etanol (Q)	-3128,73	1079,47	0,034
Tempo de ultrassom (L)	351,73	906,94	0,714
Tempo de ultrassom (Q)	-140,15	1079,47	0,902
Etanol x Ultrassom	1472,54	1282,61	0,303

Fonte: dados da pesquisa.

Levando em consideração o parâmetro que foi significativo no processo de extração (concentração de etanol), o modelo foi ajustado e os dados utilizados para os cálculos da ANOVA estão apresentados na Tabela 6. Como o $F_{calculado}$ para a regressão foi 8,40 e o $F_{tabelado(1;9;0,05)}$ igual a 5,11, o modelo obtido foi significativo e a variação explicada pelo modelo foi de 73% ($R^2=0,73$), demonstrando que o modelo se ajusta aos dados experimentais.

Tabela 6. Tabela ANOVA para conteúdo de polifenóis totais.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	Fcalculado
Regressão	14732361,43	1	14732361	
Resíduos	15770475,31	9	1752275	8,4
Total	30502836,73	10	17356808	

Fonte: dados da pesquisa.

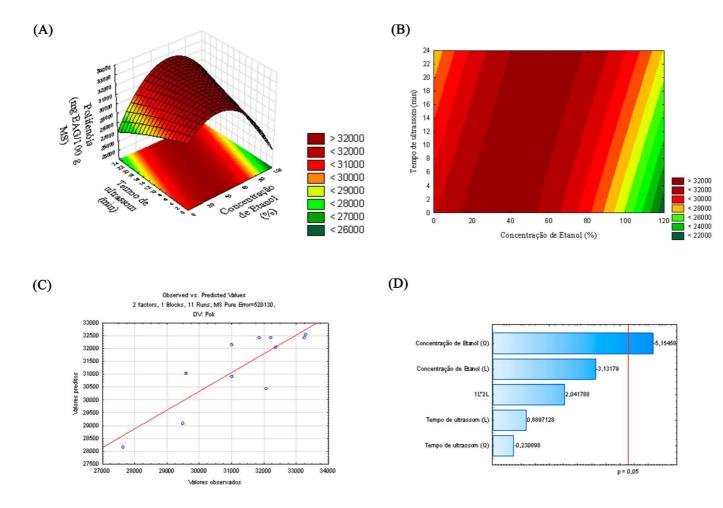
Conforme podemos observar na superfície resposta gerada através do modelo (Figura 8 A) pode-se obter as melhores condições de extração que proporcionam os maiores resultados da resposta analisada (polifenóis). É possível verificar através do gráfico de contorno (Figura 8 B) que a faixa ótima é de 20 a 60% de etanol e o tempo entre 10 e 16 minutos.

No estudo de Rezende *et al.* (2017), a concentração de etanol também foi significativa para extração de compostos fenólicos da acerola, com faixa ótima de concentração de etanol entre 40-70%. Embora nos resultados desse estudo o tempo de sonicação não contribuiu significativamente no modelo de extração apresentado, no entanto estudos realizados por Rezende *et al.* (2017) e Xu *et al.* (2017) sugerem que a utilização do ultrassom, mesmo em tempos menores pode proporcionar uma maior eficácia e menor tempo de extração, podendo auxiliar a atingir o valor máximo de compostos bioativos que podem ser extraídos do material vegetal.

De acordo com o gráfico apresentado na Figura 8 C, através da equação da reta gerada com os valores experimentais de cada condição estudada foi possível calcular a resposta prevista pelo modelo, que nas condições críticas obtidas, podemos observar que utilizando no processo de extração concentração de etanol de 49,07% com tempo de ultrassom de 14,55 minutos, valor predito de compostos fenólicos foi de 32537,18 mg ácido gálico. g⁻¹MS.

O gráfico de Pareto (Figura 8 D) ilustra as respostas obtidas de influência dos parâmetros sobre o processo de extração mostrando que apenas a concentração de etanol no termo quadrático teve influência sobre o conteúdo de fenólicos, que é aumentado de acordo com o aumento da concentração de etanol até aproximadamente 80% de etanol, e a partir desse ponto, obtemos uma queda na quantidade desses compostos.

FIGURA 8. Resultados otimização de extração de fenólicos. (A) Gráfico de Superfície (B) Gráfico de Contorno, (C) Gráfico Valores Observados x Valores preditos, (D) Gráfico de Pareto.



Fonte: dados da pesquisa.

Para verificar a reprodutibilidade do modelo, extratos foram preparados nas condições ótimas de extração (concentração de etanol de 49,07% com tempo de ultrassom de 14,55 minutos) e realizada a análise de polifenóis totais para comparação do valor predito pelo modelo com o valor real experimental. O conteúdo de polifenóis obtido foi de 30288,08 \pm 16,97 mg ácido gálico.100⁻¹gMS e a diferença entre o valor real obtido e o valor predito pelo modelo foi de 6,9%.

Considerando as condições otimizadas obtidas, foi realizada comparação entre os métodos de extração convencional e o assistido com ultrassom utilizando o conteúdo de fenólicos totais e a atividade antioxidante presentes no extrato obtido em condições ótimas com a extração convencional. Os resultados podem ser observados na tabela 7.

Tabela 7 - Conteúdo de compostos fenólicos, atividade antioxidante dos extratos em condições otimizadas e extração convencional.

Extratos	Polifenóis (mg.100g ⁻¹ MS)	ABTS (µM trolox.g ⁻¹ MS)	FRAP (µM sulfato ferroso.g ⁻¹ MS)	
Convencional	27023,89 ± 268,17 b	$2609,02 \pm 1,95 \mathbf{b}$	793207 <u>+</u> 219,43 b	
Otimizado	30288,08 ± 16,97 a	2980,44 <u>+</u> 16,54 a	8606,03 ± 103,14 a	

Fonte: dados da pesquisa.

O conteúdo de fenólicos totais e atividade antioxidante pelos métodos ABTS e FRAP, foram significativamente mais elevados nos extratos obtidos em condições otimizadas de extração em comparação ao extrato obtido por extração convencional.

5.3 ETAPA 3 - Caracterização do pó

5.3.1 Atividade de água (Aw), umidade e solubilidade

Após a liofilização, o extrato sem os adjuvantes de secagem apresentava uma estrutura gomosa, altamente higroscópica, não sendo possível realizar análise deste material. Portanto, foram analisados apenas as quatro formulações que continham os adjuvantes de secagem.

^{*}Letras diferentes nas colunas indicam diferença estatística em p < 0.05 entre os extratos de acordo com o teste de Tukey.

Os pós de extrato antioxidante de acerola verde elaborados apresentaram valores médios de teor de umidade entre de 3,90 a 5,00% (Tabela 8); e não apresentando muita diferença do conteúdo de umidade da polpa liofilizada utilizada para preparação do extrato, que continha 4,3% de umidade.

Tabela 8 - Caracterização dos pós, quanto aos conteúdos de atividade de água, solubilidade e umidade.

Formulação	Atividade de água	Solubilidade (%)	Umidade (%)
F1	0,10 <u>+</u> 0,007 ab	99,90 <u>+</u> 0,001 a	$5,00 \pm 0,10 \mathbf{a}$
F2	0,11 <u>+</u> 0,005 a	99,90 <u>+</u> 0,001 a	4,83 <u>+</u> 0,15 a
F3	$0,09 \pm 0,002 \mathbf{b}$	99,90 <u>+</u> 0,001 a	3,90 <u>+</u> 0,01 c
F4	0,11 <u>+</u> 0,007 a	99,90 <u>+</u> 0,001 a	4,43 <u>+</u> 0,15 b

Fonte: dados da pesquisa.

Os auxiliadores de secagem influenciaram na umidade dos pós, sendo a formulação contendo maltodextrina e goma arábica a que proporcionou menor teor de umidade, consequentemente foi a que também apresentou menor atividade de água. Os teores de umidade encontrados neste trabalho foram similares aos encontrados por Righetto e Netto (2004) ao encapsular suco de acerola verde com maltodextrina e goma arábica que variaram de 5,11 a 5,73%.

Os valores de atividade de água obtidos variaram de 0,09 a 0,11 (Tabela 8), semelhante ao encontrado por Rezende et al. (2018) em extrato de compostos bioativos de resíduos industriais de acerola encapsulados que obtiveram variação de atividade de água de 0,07 a 0,26.

Como ilustrado na Tabela 8, a solubilidade dos materiais foi alta, e os materiais utilizados na secagem não interferiram na solubilidade dos pós não havendo diferenças significativas entre as formulações.

Os resultados de solubilidade das amostras indicam que todas as formulações estudadas podem ser facilmente aplicadas em alimentos que contém altas quantidades de água, pois possui uma alta capacidade de reidratação. O que já é esperado de misturas que utilizam maltodextrina e goma arábica em sua composição, pois os dois materiais são hidrofílicos e possuem alta capacidade de absorção de água (CARVALHO, 2017).

^{*}F1: 100% maltodextrina, (F2): 98% maltodextrina + 2% pectina, (F3): 50% maltodextrina + 50% goma arábica e (F4): 48% maltodextrina + 50% goma arábica + 2% pectina.

^{*} Letras diferentes nas colunas indicam diferença estatística em p < 0.05 entre os extratos de acordo com o teste de Tukey.

5.3.2 Polifenóis extraíveis totais e Atividade antioxidante

O conteúdo de polifenóis totais, conforme apresentado na Tabela 9, variou de 1910,35 a 2348,31 mg.100 g⁻¹ de pó, mostrando que independente da formulação estudada todas conseguiram reter alta quantidade de compostos fenólicos, porém com diferenças estatísticas entre elas. A formulação 3 (50% maltodextrina: 50% goma arábica) obteve maiores conteúdos de compostos fenólicos diferindo das demais. Não houve diferença estatística entre as formulações 1 e 4. A formulação 2 foi a que apresentou menor resultado.

A capacidade antioxidante (Tabela 9) observada através dos resultados obtidos variou de 101,19 a 137,97 μM de Trolox. g⁻¹ de pó quando quantificada pela metodologia ABTS. Diferentemente, quando testada pelo método do FRAP os conteúdos obtidos foram de 421,14 a 427,61 μM de Sulfato Ferroso. g⁻¹ de pó e não houve diferenças significativas entre as formulações.

Tabela 9 - Caracterização dos pós, quanto ao conteúdo de compostos fenólicos e atividade antioxidante.

Formulação	Polifenóis (mg.100g ⁻ de pó)	ABTS (µM trolox.g ⁻¹ de pó)	FRAP (µM sulfato ferroso.g ⁻¹ de pó)
F1	2066,47 ± 34,68 b	137,97 <u>+</u> 11,40 a	421,14 <u>+</u> 6,56 a
F2	1910,35 <u>+</u> 91,37 c	117,80 ± 1,54 ab	427,61 ± 8,55 a
F3	2348,31 <u>+</u> 58,81 a	117,20 <u>+</u> 2,91 ab	425,90 <u>+</u> 5,98 a
F4	2127,39 <u>+</u> 6,71 b	101,19 <u>+</u> 13,56 b	424,59 <u>+</u> 11,35 a

Fonte: dados da pesquisa.

O resultado encontrado neste trabalho, mostrou que a combinação dos adjuvantes de secagem utilizados na formulação 2 (maltodextrina + goma arábica) foi mais eficiente na retenção dos fenólicos em comparação com a maltodextrina separada. De forma diferente dos resultados encontrados por Lima (2019) onde a liofilização de extratos fenólicos de subproduto

^{*} F1: 100% maltodextrina, (F2): 98% maltodextrina + 2% pectina, (F3): 50% maltodextrina + 50% goma arábica e (F4): 48% maltodextrina + 50% goma arábica + 2% pectina.

^{*} Letras diferentes nas colunas indicam diferença estatística em p < 0.05 entre os extratos de acordo com o teste de Tukey.

do caju obteve maiores concentrações de fenólicos quando secos utilizando maltodextrina e goma arábica isoladamente.

Todas as formulações estudadas mostraram a alta capacidade antioxidante dos pós secos de extratos fenólicos de acerola verde, quando comparados com outros extratos bioativos encapsulados, como o de resíduos de acerola que a capacidade antioxidante variou de 139,69 a 151,19 μM trolox. g⁻¹ de pó no trabalho realizado por Rezende; Nogueira e Narain (2018) e extratos fenólicos de resíduo de caju liofilizado com adição de maltodextrina e goma arábica que teve variação de 55,6 a 60,9 μM trolox. g⁻¹ de pó e 108,2 a 178,0 μM sulfato ferroso. g⁻¹ de pó em um estudo conduzido por Lima (2019).

6. CONCLUSÕES

Os resultados permitem concluir que elevados conteúdos de ácido ascórbico e seu isômero, ácido cítrico, trímero de procianidina B e rutina estão fortemente associados com a capacidade antioxidante de frutos verdes de aceroleira e dentre os clones estudados, os do BRS 236 possuem significativamente maior conteúdo desses compostos bioativos, indicando que este pode ser explorado para extração desses fitoquímicos.

A extração dos polifenóis de frutos verdes de aceroleira, pode ser melhorada quando aplicadas condições que permitem maiores rendimentos do processo, que podem ser obtidos quando utilizados os parâmetros otimizados para extração desses compostos, a solução extratora (solução hidroalcóolica contendo o teor de etanol de 49,07%) e tempo de extração (14,55 minutos com tratamento ultrassônico).

A secagem do extrato de frutos verdes de aceroleira por liofilização utilizando a maltodextrina com a goma arábica pode proporcionar maior retenção dos compostos fenólicos, embora todas as formulações estudadas neste trabalho apresentam alta solubilidade e alta capacidade antioxidante sendo também promissoras para aplicação em alimentos.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AWAD, T. S.; MOHARRAM, H. A.; SHALTOUT, O. E.; ASKER, D.; YOUSSEF, M. M. Applications of ultrasound in analysis, processing and quality control of food: A review. **Food** Research International, IS. l.], v. 48, n. 2, p. 410-427, 2012. DOI: https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.05.004. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S096399691200141X.

BADEJO, Adebanjo A.; FUJIKAWA, Yukichi; ESAKA, Muneharu. Gene expression of ascorbic acid biosynthesis related enzymes of the Smirnoff-Wheeler pathway in acerola (Malpighia glabra). **Journal of Plant Physiology**, [S. l.], v. 166, n. 6, p. 652–660, 2009. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jplph.2008.09.004. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0176161708002745.

BAKHT, A. Md.; GEESI, Mohammed H.; RIADI, Yassine; IMRAN, Mohd.; IMTIYAZ ALI, Md.; AHSAN, Mohamed Jawed; AJMAL, Noushin. Ultrasound-assisted extraction of some branded tea: Optimization based on polyphenol content, antioxidant potential and thermodynamic study. **Saudi Journal of Biological Sciences**, [S. l.], v. 26, n. 5, p. 1043–1052, 2019. DOI: https://doi.org/10.1016/j.sjbs.2018.07.013. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1319562X18301748.

BALLESTEROS, Lina F.; RAMIREZ, Monica J.; ORREGO, Carlos E.; TEIXEIRA, José A.; MUSSATTO, Solange I. Encapsulation of antioxidant phenolic compounds extracted from spent coffee grounds by freeze-drying and spray-drying using different coating materials. **Food Chemistry**, [S. l.], v. 237, p. 623–631, 2017. DOI: https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.05.142. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814617309536.

BARAY, Sebastien. Acacia gum. Fiber ingredients. Boca Raton: CRCSUNGSOO, CS; SAMUEL, P., [S. 1.], 2009.

BARBALHO, Sandra M.; DAMASCENO, Débora C.; SPADA, Ana Paula Mac Hado; PALHARES, Miréia; MARTUCHI, Karla Aparecida; OSHIIWA, Marie; SAZAKI, Viviane; SILVA, Vanessa Sellis Da. Evaluation of glycemic and lipid profile of offspring of diabetic wistar rats treated with Malpighia emarginata juice. **Experimental Diabetes Research**, [S. l.], v. 2011, 2011. DOI: 10.1155/2011/173647.

BARBOSA, J.; BORGES, S.; AMORIM, M.; PEREIRA, M. J.; OLIVEIRA, A.; PINTADO, M. E.; TEIXEIRA, P. Comparison of spray drying, freeze drying and convective hot air drying

for the production of a probiotic orange powder. **Journal of Functional Foods**, [S. l.], v. 17, p. 340–351, 2015. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jff.2015.06.001. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1756464615002789.

BELWAL, Tarun; DEVKOTA, Hari Prasad; HASSAN, Hanaa A.; AHLUWALIA, Sudhir; RAMADAN, Mohamed Fawzy; MOCAN, Andrei; ATANASOV, Atanas G. Phytopharmacology of Acerola (Malpighia spp.) and its potential as functional food. **Trends in Food Science and Technology**, [S. l.], v. 74, n. February, p. 99–106, 2018. DOI: 10.1016/j.tifs.2018.01.014. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.01.014.

BEMILLER, JAMES N. WHISTLER, Roy L. **Starch: chemistry and technology. Academic Press**. [s.l: s.n.].

BHANDARI, B. R.; HARTEL, R. W. Phase transitions during food powder production and powder stability. *In*: **Encapsulated and Powdered Foods**. [s.l: s.n.]. p. 261–292.

BHANDARI, Bhesh R.; DATTA, Nivedita; CROOKS, Regan; HOWES, Tony; RIGBY, Shane. A SEMI-EMPIRICAL APPROACH TO OPTIMISE THE QUANTITY OF DRYING AIDS REQUIRED TO SPRAY DRY SUGAR-RICH FOODS. **Drying Technology**, [S. l.], v. 15, n. 10, p. 2509–2525, 1997. DOI: 10.1080/07373939708917373. Disponível em: https://doi.org/10.1080/07373939708917373.

BULÉON, A.; COLONNA, P.; PLANCHOT, V.; BALL, S. Starch granules: structure and biosynthesis. **International Journal of Biological Macromolecules**, *[S. l.]*, v. 23, n. 2, p. 85–112, 1998. DOI: https://doi.org/10.1016/S0141-8130(98)00040-3. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141813098000403.

ÇAM, Mustafa; IÇYER, Necattin Cihat; ERDOĞAN, Fatma. Pomegranate peel phenolics: Microencapsulation, storage stability and potential ingredient for functional food development. **LWT - Food Science and Technology**, [S. l.], v. 55, n. 1, p. 117–123, 2014. DOI: 10.1016/j.lwt.2013.09.011.

CANO-CHAUCA, Milton; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [S. l.], v. 6, n. 4, p. 420–428, 2005. DOI: https://doi.org/10.1016/j.ifset.2005.05.003. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1466856405000834.

CÁRCEL, J. A.; GARCÍA-PÉREZ, J. V; BENEDITO, J.; MULET, A. Food process innovation through new technologies: Use of ultrasound. **Journal of Food Engineering**, [S. l.], v. 110, n. 2, p. 200–207, 2012. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.05.038. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0260877411002949.

CARVALHO, Italo Ramon Cavalcantes; OLIVEIRA, Luciana Souza De; FERREIRA, Júlio Cesar Sobreira; COSTA, Fernanda Fernandes Pinheiro Da; SENA, Ruama Patrícia Barbosa. Teor de vitamina C da acerola (Malpighia emarginata DC), cv. junko, produzida de forma orgânica em Petrolina-PE. [S. l.], v. 13, 2018.

CEARÁ. Perfil Municipal - Pacajus. **Instituto de Pesquisa e Estratégia Econômica do Ceará** - **IPECE**, [S. l.], p. 3, 2017. Disponível em: https://www.ipece.ce.gov.br/wp-content/uploads/sites/45/2018/09/Pacajus 2017.pdf.

CELESTINO, SONIA MARIA COSTA. Princípios de secagem de alimentos. **Embrapa Cerrados**, [S. l.], p. 51, 2010.

CHIM, J. F.; ZAMBIAZI, R. C.; RODRIGUES, R. S. Estabilidade Da Vitamina C Em Néctar De Acerola Sob Diferentes Condições De Armazenamento. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, [S. l.], v. 15, n. 4, p. 321–327, 2013. DOI: 10.15871/1517-8595/rbpa.v15n4p321-327.

CORTÉS, Misael R.; HERNÁNDEZ, Gustavo S.; ESTRADA, Eliana M. M. Optimización del proceso de secado por aspersión para la obtención uchuva en polvo: Un alimento funcional innovador y promisorio. **Vitae**, [S. l.], v. 24, n. 1, p. 59–67, 2017. DOI: 10.17533/udea.vitae.v24n1a07.

COSTA, Blenda Saad Lima Da; VIEIRA, Janne Lourrany Correia da Costa; CARDOSO, Alessandra Marques; BORGES, Leonardo Luiz. Otimização Da Extração Assistida Por Ultrassom De Compostos Fenólicos Totais E Flavonoides a Partir Dos Frutos De Acerola (Malpighia Sp). **Revista Brasileira Militar de Ciências**, [S. l.], v. 6, n. 14, p. 39–46, 2020. DOI: 10.36414/rbmc.v6i14.34.

COSTA, Juliana D. E. Oliveira. Determinação do teor de vitamina C em polpas de frutas congeladas por Iodimetria: uma opção para o controle de qualidade? Determinação do teor de vitamina C em polpas de frutas congeladas por Iodimetria: Uma opção para o controle de qualidade? [S. l.], 2016.

COULTATE, Tom P. Food: the chemistry of its components. **Royal Society of Chemistry**, [S. l.], 2009.

CRUZ, Richtier Gonçalves Da. Potencial de metabólitos da acerola (Malpighia emarginata) como antioxidantes em diferentes sistemas oxidativos mediados por radicais livres. **Universidade de São Paulo**, [S. l.], p. 133, 2017.

DANTAS, REBECA DE L.; ROCHA, ANA PAULA TRINDADE; ARAÚJO, ALFREDINA DOS SANTOS; RODRIGUES, MARIA DO SOCORRO ARAÚJO; MARANHÃO, THÁBATA K. LEITE. PERFIL DE LA CALIDAD DE LA PULPA DE FRUTAS COMERCIALIZADOS EN CAMPINA GRANDE / PB. [S. l.], v. 66, n. January 2000, p. 61–66, 2010.

DIAS, Fernando Milanez et al. Acerola (Malpighia emarginata DC.) juice intake protects against alterations to proteins involved in inflammatory and lipolysis pathways in the adipose tissue of obese mice fed a cafeteria diet. **Lipids in Health and Disease**, [S. l.], v. 13, n. 1, p. 1–9, 2014. DOI: 10.1186/1476-511X-13-24.

EGEA, Mariana Buranelo; BELLARMINO, Adaucto; NETTO, Pereira. Bioactive compoundrich, virtually unknown, edible fruits from the Atlantic Rainforest: changes in antioxidant activity and related bioactive compounds during ripening. **European Food Research and Technology**, [S. l.], v. 245, n. 5, p. 1081–1093, 2019. DOI: 10.1007/s00217-018-3208-z. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1007/s00217-018-3208-z.

FANG, Zhongxiang; BHANDARI, Bhesh. Effect of spray drying and storage on the stability of bayberry polyphenols. **Food Chemistry**, [S. l.], v. 129, n. 3, p. 1139–1147, 2011. DOI: https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.05.093. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814611007965.

FATHI, Milad; MARTÍN, Ángel; MCCLEMENTS, David Julian. Nanoencapsulation of food ingredients using carbohydrate based delivery systems. **Trends in Food Science & Technology**, [S. l.], v. 39, n. 1, p. 18–39, 2014. DOI: https://doi.org/10.1016/j.tifs.2014.06.007. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924224414001356.

FAWOLE, Olaniyi A.; OPARA, Umezuruike Linus. Changes in physical properties, chemical and elemental composition and antioxidant capacity of pomegranate (cv. Ruby) fruit at five maturity stages. **Scientia Horticulturae**, [S. l.], v. 150, p. 37–46, 2013. DOI: https://doi.org/10.1016/j.scienta.2012.10.026. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304423812005122.

FERNANDEZ-OROZCO, Rebeca; ROCA, María; GANDUL-ROJAS, Beatriz; GALLARDO-GUERRERO, Lourdes. DPPH-scavenging capacity of chloroplastic pigments and phenolic compounds of olive fruits (cv. Arbequina) during ripening. **Journal of Food Composition and Analysis**, [S. l.], v. 24, n. 6, p. 858–864, 2011. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jfca.2011.05.003. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0889157511001529.

FRANCA, Lorena Galdino Da. **Indicação de clones de acerola visando a qualidade de frutos verdes para processamento**. 2016. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, Campus Limoeiro do Norte, [S. l.], 2016.

FUJIMURA, Yoshinori et al. Metabolomics-driven nutraceutical evaluation of diverse green tea cultivars. **PLoS ONE**, [S. l.], v. 6, n. 8, 2011. DOI: 10.1371/journal.pone.0023426.

FURLANETO, F. P. B.; NASSER, M. D. "Panorama da cultura da acerola no estado de São Paulo". **Pesquisa & Tecnologia**, [S. l.], v. v. 12, n. 1, p. 1–6, 2015.

GRUZ, Jiri; AYAZ, Faik Ahmet; TORUN, Hülya; STRNAD, Miroslav. Phenolic acid content and radical scavenging activity of extracts from medlar (Mespilus germanica L.) fruit at different stages of ripening. **Food Chemistry**, [S. l.], v. 124, n. 1, p. 271–277, 2011. DOI: https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.06.030. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814610007405.

GUMMADI, Sathyanarayana N.; PANDA, T. Purification and biochemical properties of microbial pectinases—a review. **Process Biochemistry**, [S. l.], v. 38, n. 7, p. 987–996, 2003. DOI: https://doi.org/10.1016/S0032-9592(02)00203-0. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032959202002030.

HANAMURA, Takayuki; UCHIDA, Eriko; AOKI, Hitoshi. Changes of the composition in acerola (Malpighia emarginata DC.) fruit in relation to cultivar, growing region and maturity. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, [S. l.], v. 88, n. 10, p. 1813–1820, 2008. DOI: 10.1002/jsfa.3285. Disponível em: https://doi.org/10.1002/jsfa.3285.

HOFMAN, Denise L.; VAN BUUL, Vincent J.; BROUNS, Fred J. P. H. Nutrition, Health, and Regulatory Aspects of Digestible Maltodextrins. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, [S. l.], v. 56, n. 12, p. 2091–2100, 2016. DOI: 10.1080/10408398.2014.940415. Disponível em: https://doi.org/10.1080/10408398.2014.940415.

HORTA, Roberta Nunes; KAHL, Vivian Francilia Silva; SARMENTO, Merielen Da Silva; NUNES, Marisa Fernanda Silva; PORTO, Carem Rejane Maglione; ANDRADE, Vanessa Moraes De; FERRAZ, Alexandre De Barros Falcão; SILVA, Juliana Da. Protective effects of acerola juice on genotoxicity induced by iron in vivo. **Genetics and Molecular Biology**, [S. l.], v. 39, n. 1, p. 122–128, 2016. DOI: 10.1590/1678-4685-GMB-2015-0157.

IDRIS, O. H. M.; HADDAD, G. M. Gum Arabic's (Gum Acacia's) Journey from Tree to End User. *In*: **Gum Arabic**. [s.l.]: The Royal Society of Chemistry, 2012. p. 3–17. DOI: 10.1039/9781849733106-00003. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1039/9781849733106-00003.

ISIK, Beyza Sukran; ALTAY, Filiz; CAPANOGLU, Esra. The uniaxial and coaxial encapsulations of sour cherry (Prunus cerasus L.) concentrate by electrospinning and their in vitro bioaccessibility. **Food Chemistry**, [S. l.], v. 265, n. March 2017, p. 260–273, 2018. DOI: 10.1016/j.foodchem.2018.05.064.

JAFARI, Seid Mahdi; ASSADPOOR, Elham; HE, Yinghe; BHANDARI, Bhesh. Encapsulation Efficiency of Food Flavours and Oils during Spray Drying. **Drying Technology**,

[S. l.], v. 26, n. 7, p. 816–835, 2008. DOI: 10.1080/07373930802135972. Disponível em: https://doi.org/10.1080/07373930802135972.

JOVANOVIĆ, Aleksandra A.; ĐORĐEVIĆ, Verica B.; ZDUNIĆ, Gordana M.; PLJEVLJAKUŠIĆ, Dejan S.; ŠAVIKIN, Katarina P.; GOĐEVAC, Dejan M.; BUGARSKI, Branko M. Optimization of the extraction process of polyphenols from Thymus serpyllum L. herb using maceration, heat- and ultrasound-assisted techniques. Separation and Purification Technology. IS. 1.1, 179. 369-380. 2017. DOI: v. p. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2017.01.055. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1383586616318421.

KHAN, Rao Sanaullah; GRIGOR, John; WINGER, Ray; WIN, Alan. Functional food product development – Opportunities and challenges for food manufacturers. Trends in Food Science & Technology, S. 30. 27-37.l.], n. 1, p. 2013. DOI: https://doi.org/10.1016/j.tifs.2012.11.004. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924224412002592.

KIMBARIS, Athanasios C.; SIATIS, Nikolaos G.; DAFERERA, Dimitra J.; TARANTILIS, Petros A.; PAPPAS, Christos S.; POLISSIOU, Moschos G. Comparison of distillation and ultrasound-assisted extraction methods for the isolation of sensitive aroma compounds from garlic (Allium sativum). **Ultrasonics Sonochemistry**, [S. l.], v. 13, n. 1, p. 54–60, 2006. DOI: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2004.12.003. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1350417705000040.

LARRAURI, José A.; RUPÉREZ, Pilar; SAURA-CALIXTO, Fulgencio. Effect of Drying Temperature on the Stability of Polyphenols and Antioxidant Activity of Red Grape Pomace Peels. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [S. l.], v. 45, n. 4, p. 1390–1393, 1997. DOI: 10.1021/jf960282f.

LIANFU, Zhang; ZELONG, Liu. Optimization and comparison of ultrasound/microwave assisted extraction (UMAE) and ultrasonic assisted extraction (UAE) of lycopene from tomatoes. **Ultrasonics Sonochemistry**, [S. l.], v. 15, n. 5, p. 731–737, 2008. DOI: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2007.12.001. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1350417707001885.

LIMA, ANTONIA CARLOTA DE SOUZA. LIOFILIZAÇÃO DE EXTRATO FENÓLICO DO COPRODUTO DO PROCESSAMENTO DO PEDÚNCULO DO CAJU. [S. l.], p. 67, 2019.

LIU, Hui; CAO, Jiankang; JIANG, Weibo. Changes in phenolics and antioxidant property of peach fruit during ripening and responses to 1-methylcyclopropene. **Postharvest Biology and**

Technology, [S. l.], v. 108, p. 111–118, 2015. DOI: https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2015.06.012. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925521415300405.

LIZ, C. Costa C.; PETKOVA, V.; BENATTAR, J. J.; MICHEL, M.; LESER, M. E.; MILLER, R. X-ray reflectivity studies of liquid films stabilized by mixed β-lactoglobulin—Acacia gum systems. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [S. l.], v. 282–283, p. 109–117, 2006. DOI: https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2006.01.053. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927775706000951.

MA, Yaqin; YE, Xingqian; HAO, Yunbin; XU, Guoneng; XU, Guihua; LIU, Donghong. Ultrasound-assisted extraction of hesperidin from Penggan (Citrus reticulata) peel. **Ultrasonics Sonochemistry**, [S. l.], v. 15, n. 3, p. 227–232, 2008. DOI: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2007.03.006. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1350417707000636.

MARIANO-NASSER, Flávia Aparecida De Carvalho; NASSER, Maurício Dominguez; FURLANETO, Karina Aparecida; RAMOS, Juliana Arruda; VIEITES, Rogério Lopes; PAGLIARINI, Maximiliano Kawahata. Bioactive compounds in different acerola fruit cultivares. **Semina:Ciencias Agrarias**, [S. l.], v. 38, n. 4, p. 2505–2514, 2017. DOI: 10.5433/1679-0359.2017v38n4Supl1p2505.

MARTINS, Silvia; MUSSATTO, Solange I.; MARTÍNEZ-AVILA, Guillermo; MONTAÑEZ-SAENZ, Julio; AGUILAR, Cristóbal N.; TEIXEIRA, Jose A. Bioactive phenolic compounds: Production and extraction by solid-state fermentation. A review. **Biotechnology Advances**, *[S. l.]*, v. 29, n. 3, p. 365–373, 2011. DOI: https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2011.01.008. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0734975011000218.

MASON, T. J.; PANIWNYK, L.; LORIMER, J. P. The uses of ultrasound in food technology. **Ultrasonics Sonochemistry**, [S. l.], v. 3, n. 3, 1996. DOI: 10.1016/S1350-4177(96)00034-X. MDITSHWA, Asanda; MAGWAZA, Lembe Samukelo; TESFAY, Samson Zeray; MBILI, Nokwazi. Postharvest quality and composition of organically and conventionally produced fruits: A review. **Scientia Horticulturae**, [S. l.], v. 216, p. 148–159, 2017. DOI: https://doi.org/10.1016/j.scienta.2016.12.033. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304423816306732.

MEZADRI, T.; VILLAÑO, D.; FERNÁNDEZ-PACHÓN, M. S.; GARCÍA-PARRILLA, M. C.; TRONCOSO, A. M. Antioxidant compounds and antioxidant activity in acerola (Malpighia emarginata DC.) fruits and derivatives. **Journal of Food Composition and Analysis**, [S. l.], v. 21, n. 4, p. 282–290, 2008. DOI: 10.1016/j.jfca.2008.02.002.

MIRANDA, Bruna Melo. Extração de bioativos da casca de jabuticaba: pectina e antocianinas. [S. l.], p. 100, 2019.

MONTENEGRO, Mariana A.; BOIERO, M. L., VALLE, L. BORSARELLI, C. D. Gum Arabic: more than an edible emulsifier. **Products and applications of biopolymers**, [S. l.], v. 51, p. 953–978, 2012.

MOURA, Carlos Farley Herbster; ALVES, Ricardo Elesbão; FIGUEIREDO, Raimundo Wilane De; PAIVA, João Rodrigues De. Avaliações físicas e físico-químicas de frutos de clones de aceroleira (Malpighia emarginata D.C.). **Revista Ciência Agronômica**, [S. l.], v. 38, n. 1, p. 52–57, 2007.

NAQASH, Farah; MASOODI, F. A.; RATHER, Sajad Ahmad; WANI, S. M.; GANI, Adil. Emerging concepts in the nutraceutical and functional properties of pectin—A Review. **Carbohydrate Polymers**, [S. l.], v. 168, p. 227–239, 2017. DOI: https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.03.058. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0144861717303144.

NGUYEN, T. Thu; PHAN-THI, Hanh; PHAM-HOANG, Bao Ngoc; HO, Phuong Thao; TRAN, Thi Thu Thuy; WACHÉ, Yves. Encapsulation of Hibiscus sabdariffa L. anthocyanins as natural colours in yeast. **Food Research International**, [S. l.], v. 107, n. September 2017, p. 275–280, 2018. DOI: 10.1016/j.foodres.2018.02.044.

NOH, Juran; KIM, Jin; KIM, Jin Sic; CHUNG, Young Soo; CHANG, Suk Tai; PARK, Juhyun. Microencapsulation by pectin for multi-components carriers bearing both hydrophobic and hydrophilic active agents. **Carbohydrate Polymers**, [S. l.], v. 182, p. 172–179, 2018. DOI: https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.11.026. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0144861717313024.

OBANDA, Martin; OWUOR, P. Okinda; TAYLOR, Sarah J. Flavanol composition and caffeine content of green leaf as quality potential indicators of Kenyan black teas. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, [S. l.], v. 74, n. 2, p. 209–215, 1997. DOI: 10.1002/(SICI)1097-0010(199706)74:2<209::AID-JSFA789>3.0.CO;2-4.

OLIVEIRA, M. a. De. **AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DE ADJUVANTES DE SECAGEM SOBRE AS PROPRIEDADES DE SUCO DE CAJU ATOMIZADO**. 2008. [S. l.], 2008. Disponível em: https://www.bertelsmannstiftung.de/fileadmin/files/BSt/Publikationen/GrauePublikationen/MT_Globalization_Report_2018.pdf%0Ahttp://eprints.lse.ac.uk/43447/1/India_globalisation, society and inequalities(lsero).pdf%0Ahttps://www.quora.com/What-is-the.

OLIVEIRA, Luciana De Siqueira; MOURA, Carlos Farley Herbster; DE BRITO, Edy Sousa;

MAMEDE, Rosa Virgínia Soares; DE MIRANDA, Maria Raquel Alcântara. Antioxidant metabolism during fruit development of different acerola (Malpighia emarginata D.C) clones. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [S. l.], v. 60, n. 32, p. 7957–7964, 2012. DOI: 10.1021/jf3005614.

OLIVEIRA, V. B.; ZUCHETTO, M.; OLIVEIRA, C. F.; PAULA, C. S.; DUARTE, A. F. S.; MIGUEL, M. D.; MIGUEL, O. G. Efeito de diferentes técnicas extrativas no rendimento, atividade antioxidante, doseamentos totais e no perfil por clae-dad de Dicksonia sellowiana (Presl.). Hook, dicksoniaceae. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, [S. l.], v. 18, n. 1, p. 230–239, 2016. DOI: 10.1590/1983-084X/15_106.

OMS-OLIU, G.; ODRIOZOLA-SERRANO, I.; MARTÍN-BELLOSO, O. Metabolomics for assessing safety and quality of plant-derived food. **Food Research International**, [S. l.], v. 54, n. 1, p. 1172–1183, 2013. DOI: 10.1016/j.foodres.2013.04.005. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2013.04.005.

PAIVA, João Rodrigues De; PAIVA, Waldelice Oliveira De; CORDEIRO, Everton Rabelo; SABRY NETO, Hassan. Parâmetros Genéticos Em Progênies. [S. l.], v. 34, n. 4, p. 629–634, 1999. Disponível em: http://www.scielo.br/pdf/%0D/pab/v34n4/8690.pdf.

PATEL, Seema; GOYAL, Arun. Applications of Natural Polymer Gum Arabic: A Review. **International Journal of Food Properties**, [S. l.], v. 18, n. 5, p. 986–998, 2015. DOI: 10.1080/10942912.2013.809541. Disponível em: https://doi.org/10.1080/10942912.2013.809541.

PHILLIPS, G. O. ..; WILLIAMS, P. Tree exudate gums: natural and versatile food additives and ingredients. **Food Ingredients and Analysis International**, [S. l.], p. 26, 2001.

PHISUT, N. Spray drying technique of fruit juice powder: some factors influencing the properties of product. **International Food Research Journal**, [S. l.], v. 19, n. 4, p. 1297–1306, 2012.

PICÓ, Yolanda. Ultrasound-assisted extraction for food and environmental samples. TrAC IS. *l.1*, 43, **Trends** in Analytical Chemistry, v. p. 84–99, 2013. DOI: https://doi.org/10.1016/j.trac.2012.12.005. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S016599361200369X.

PIECZYKOLAN, Ewelina; KUREK, Marcin Andrzej. Use of guar gum, gum arabic, pectin, beta-glucan and inulin for microencapsulation of anthocyanins from chokeberry. **International Journal of Biological Macromolecules**, [S. l.], v. 129, p. 665–671, 2019. DOI: https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.02.073. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141813018359944.

PINGRET, Daniella; FABIANO-TIXIER, Anne-Sylvie; BOURVELLEC, Carine Le; RENARD, Catherine M. G. C.; CHEMAT, Farid. Lab and pilot-scale ultrasound-assisted water extraction of polyphenols from apple pomace. **Journal of Food Engineering**, [S. l.], v. 111, n. 1, p. 73–81, 2012. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.01.026. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0260877412000465.

PRADAL, Delphine; VAUCHEL, Peggy; DECOSSIN, Stéphane; DHULSTER, Pascal; DIMITROV, Krasimir. Kinetics of ultrasound-assisted extraction of antioxidant polyphenols from food by-products: Extraction and energy consumption optimization. **Ultrasonics Sonochemistry**, [S. l.], v. 32, p. 137–146, 2016. DOI: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2016.03.001. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1350417716300670.

PRIEGO-CAPOTE, F.; LUQUE DE CASTRO, M. D. Analytical uses of ultrasound I. Sample preparation. **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, [S. l.], v. 23, n. 9, p. 644–653, 2004. DOI: https://doi.org/10.1016/j.trac.2004.06.006. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0165993604030146.

PULIDO, R.; BRAVO, L.; SAURA-CALIXTO, F. Antioxidant activity of dietary polyphenols as determined by a modified ferric reducing/antioxidant power assay. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [S. 1.], v. 48, n. 8, p. 3396–3402, 2000. DOI: 10.1021/jf9913458.

PYRZYNSKA, Krystyna; BIESAGA, Magdalena. Analysis of phenolic acids and flavonoids in honey. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, [S. l.], v. 28, n. 7, p. 893–902, 2009. DOI: 10.1016/j.trac.2009.03.015. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1016/j.trac.2009.03.015.

RE, Roberta; PELLEGRINI, Nicoletta; PROTEGGENTE, Anna; PANNALA, Ananth; YANG, Min; RICE-EVANS, Catherine. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. **Free Radical Biology and Medicine**, [S. l.], v. 26, n. 9–10, p. 1231–1237, 1999. DOI: 10.1016/S0891-5849(98)00315-3.

REITZER, François; ALLAIS, Manon; BALL, Vincent; MEYER, Florent. Polyphenols at interfaces. **Advances in Colloid and Interface Science**, [S. l.], v. 257, p. 31–41, 2018. DOI: https://doi.org/10.1016/j.cis.2018.06.001. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0001868618300460.

REZENDE, Yara Rafaella Ribeiro Santos; NOGUEIRA, Juliete Pedreira; NARAIN, Narendra. Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (Malpighia emarginata DC) pulp and residue by spray and freeze drying: Chemical, morphological and chemometric characterization. **Food Chemistry**, [S. l.], v. 254, n. January, p. 281–291, 2018. DOI: 10.1016/j.foodchem.2018.02.026. Disponível em:

https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.02.026.

RIBEIRO, Bruna Silva; FREITAS, Sergio Tonetto De. Maturity stage at harvest and storage temperature to maintain postharvest quality of acerola fruit. **Scientia Horticulturae**, [S. l.], v. 260, p. 108901, 2020. DOI: https://doi.org/10.1016/j.scienta.2019.108901. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304423819307873.

RIGHETTO, A. M.; NETTO, F. M.; CARRARO, F. Chemical composition and antioxidant activity of juices from mature and immature acerola (Malpighia emarginata DC). **Food Science and Technology International**, [S. l.], v. 11, n. 4, p. 315–321, 2005. DOI: 10.1177/1082013205056785.

RITZINGER, R.; RITZINGER, C. H. S. P. Acerola. **Informe Agropecuário**, [S. l.], v. 32, n. 264, p. 17–25, 2011. DOI: 10.1201/b15818-2.

ROBERT, Paz; GORENA, Tamara; ROMERO, Nalda; SEPULVEDA, Elena; CHAVEZ, Jorge; SAENZ, Carmen. Encapsulation of polyphenols and anthocyanins from pomegranate (Punica granatum) by spray drying. **International Journal of Food Science & Technology**, [S. l.], v. 45, n. 7, p. 1386–1394, 2010. DOI: 10.1111/j.1365-2621.2010.02270.x. Disponível em: https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2010.02270.x.

ROSA, Juliana Gomes. AGLOMERAÇÃO DE GOMA ARÁBICA EM LEITO FLUIDIZADO: ANÁLISE DOS PARÂMETROS DO PROCESSO E DA VIABILIDADE DE UTILIZAÇÃO DE AGLOMERAÇÃO DE GOMA ARÁBICA EM LEITO FLUIDIZADO: ANÁLISE DOS PARÂMETROS DO. [S. 1.], 2019.

RUFINO, Maria do Socorro; ALVES, Ricardo Elesbão; BRITO, Edy Sousa De; MORAIS, Selene Maia De; SAMPAIO, Caroline De Goes; SAURA-CALIXTO, Fulgencio Diego. Metodologia Científica: Determinação da Atividade Antioxidante Total em Frutas pela Captura do Radical Livre ABTS +. [S. 1.], p. 0–3, 2007.

RUFINO, Maria do Socorro Moura; ALVES, Ricardo Elesbão; BRITO, Edy Sousa De; MORAIS, Selene Maia De; SAMPAIO, Caroline De Goes; PÉREZ-JIMÉNEZ, Jara; SAURA-CALIXTO, Fulgencio Diego. Metodologia Científica: Determinação da Atividade Antioxidante Total em Frutas pelo Método de Redução do Ferro (FRAP). [S. l.], p. 3–6, 2006. SAGAR, S. Blessy; KUNA, C. Kavitha Aparna. Antioxidant Properties of Acerola (Malpighia Emarginata Dc.) and Acerola squash. [S. l.], n. July, 2014.

SÁNCHEZ-MATA, María Cortes; CÁMARA-HURTADO, Montaña; DÍEZ-MARQUÉS, Carmen; TORIJA-ISASA, María Esperanza. Comparison of high-performance liquid chromatography and spectrofluorimetry for vitamin C analysis of green beans (Phaseolus vulgaris L.). **European Food Research and Technology**, [S. l.], v. 210, n. 3, p. 220–225, 2000.

DOI: 10.1007/PL00005516.

SANSONE, Francesca; MENCHERINI, Teresa; PICERNO, Patrizia; D'AMORE, Matteo; AQUINO, Rita Patrizia; LAURO, Maria Rosaria. Maltodextrin/pectin microparticles by spray drying as carrier for nutraceutical extracts. **Journal of Food Engineering**, [S. l.], v. 105, n. 3, p. 468–476, 2011. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.03.004. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0260877411001294.

SANTI, L. Produção, caracterização e aplicação de preparados pectinolíticos produzidos por Penicillium oxalicum utilizando resíduos agroindustriais. [S. l.], p. 90, 2005.

SANTI, Lucélia; BERGER, Markus;; SILVA, Walter Orlando Beys Da. Pectinases e pectina: aplicação comercial e potencial biotecnológico. **Caderno pedagógico**, [S. l.], n. 1, p. 130–139, 2014.

SERAGLIO, Siluana Katia Tischer; SCHULZ, Mayara; NEHRING, Priscila; BETTA, Fabiana Della; VALESE, Andressa Camargo; DAGUER, Heitor; GONZAGA, Luciano Valdemiro; FETT, Roseane; COSTA, Ana Carolina Oliveira. Determinação De Compostos Fenólicos Por Lc-Ms/Ms E Capacidade Antioxidante De Acerola Em Três Estádios De Maturação Comestíveis. **Revista do Congresso Sul Brasileiro de Engenharia de Alimentos**, [S. l.], v. 4, n. 1, p. 96–110, 2019. DOI: 10.5965/24473650412018096.

SERAGLIO, Siluana Katia Tischer; SCHULZ, Mayara; NEHRING, Priscila; DELLA BETTA, Fabiana; VALESE, Andressa Camargo; DAGUER, Heitor; GONZAGA, Luciano Valdemiro; FETT, Roseane; COSTA, Ana Carolina Oliveira. Nutritional and bioactive potential of Myrtaceae fruits during ripening. **Food Chemistry**, [S. l.], v. 239, p. 649–656, 2018. DOI: https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.06.118. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814617311007.

SHWARTZ, Elinor; GLAZER, Ira; BAR-YA'AKOV, Irit; MATITYAHU, Ifat; BAR-ILAN, Igal; HOLLAND, Doron; AMIR, Rachel. Changes in chemical constituents during the maturation and ripening of two commercially important pomegranate accessions. Food IS. 965-973, Chemistry, l. 1. 115. 3. 2009. DOI: v. n. p. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.01.036. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814609000417.

SILVA, Juliana G. A.; SILVA, Alexander A.; COUTINHO, Isabel D.; PESSOA, Claudia O.; CAVALHEIRO, Alberto J.; SILVA, Maria G. V. Chemical Profile and Cytotoxic Activity of Leaf Extracts from. [S. l.], v. 27, n. 10, p. 1872–1880, 2016.

SOQUETTA, Marcela Bromberger; TERRA, Lisiane de Marsillac; BASTOS, Caroline Peixoto. Green technologies for the extraction of bioactive compounds in fruits and vegetables.

CYTA - **Journal** of **Food**, [S. l.], v. 16, n. 1, p. 400–412, 2018. DOI: 10.1080/19476337.2017.1411978.

TAKEITI, C. Y.; KIECKBUSCH, T. G.; COLLARES-QUEIROZ, F. P. Morphological and Physicochemical Characterization of Commercial Maltodextrins with Different Degrees of Dextrose-Equivalent. **International Journal of Food Properties**, [S. l.], v. 13, n. 2, p. 411–425, 2010. DOI: 10.1080/10942910802181024. Disponível em: https://doi.org/10.1080/10942910802181024.

TESTER, Richard F.; KARKALAS, John; QI, Xin. Starch—composition, fine structure and architecture. **Journal of Cereal Science**, [S. l.], v. 39, n. 2, p. 151–165, 2004. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jcs.2003.12.001. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0733521003001139.

THAIPONG, Kriengsak; BOONPRAKOB, Unaroj; CROSBY, Kevin; CISNEROS-ZEVALLOS, Luis; HAWKINS BYRNE, David. Comparison of ABTS, DPPH, FRAP, and ORAC assays for estimating antioxidant activity from guava fruit extracts. **Journal of Food Composition and Analysis**, [S. l.], v. 19, n. 6, p. 669–675, 2006. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jfca.2006.01.003. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0889157506000081.

VENDRAMINI, Ana L.; TRUGO, Luiz C. Chemical composition of acerola fruit (Malpighia punicifolia L.) at three stages of maturity. **Food Chemistry**, [S. l.], v. 71, n. 2, p. 195–198, 2000. DOI: 10.1016/S0308-8146(00)00152-7.

WEN, Chaoting; ZHANG, Jixian; ZHANG, Haihui; DZAH, Courage Sedem; ZANDILE, Manyakara; DUAN, Yuqing; MA, Haile; LUO, Xiaoping. Advances in ultrasound assisted extraction of bioactive compounds from cash crops – A review. **Ultrasonics Sonochemistry**, [S. l.], v. 48, p. 538–549, 2018. DOI: https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.07.018. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1350417718307405.

XU, Mingfeng; SHEN, Chenjia; ZHENG, Han; XU, Yunsheng; XUE, Changfeng; ZHU, Beiwei. Metabolomic analysis of acerola cherry (Malpighia emarginata) fruit during ripening development via UPLC-Q-TOF and contribution to the antioxidant activity. **Food Research International**, [S. l.], v. 130, n. December 2019, p. 108915, 2020. DOI: 10.1016/j.foodres.2019.108915. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.108915.