

**Efeito de bioaditivos antioxidantes sobre a estabilidade oxidativa de óleo de linhaça
(*Linum usitatissimum* L.) fluido ou encapsulado**

**Effect of natural antioxidants on the oxidation stability of linseed (*Linum usitatissimum*
L.) fluid or encapsulated oil**

**Efecto de los bioaditivos antioxidantes sobre la estabilidad oxidativa del aceite de linaza
(*Linum usitatissimum* L.) fluido o encapsulado**

Recebido: 12/06/2020 | Revisado: 16/06/2020 | Aceito: 19/06/2020 | Publicado: 01/07/2020

Malanna Kauanne Gomes do Nascimento

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9601-659X>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: malanna.kauanne@gmail.com

Isis Meireles Mafaldo

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8447-7321>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: isismmafaldo@gmail.com

Jonildo de Oliveira Casado Filho

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8387-2581>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: jonildofh@hotmail.com

Cristiani Viegas Brandão Grisi

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3365-1814>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: crisgrisi.gere@gmail.com

Nataly Albuquerque dos Santos

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0001-5192>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: natalyjp@gmail.com

Ana Luiza Mattos Braga

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5375-6934>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: anabraga.ufpb@gmail.com

Angela Maria Tribuzy de Magalhães Cordeiro

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9475-0202>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: atribuzycordeiro@gmail.com

Resumo

A indústria de alimentos tem demonstrado grande interesse na fortificação de alimentos enriquecidos com óleos nutricionais encapsulados. Este trabalho desenvolveu partículas de óleo de linhaça (*Linum usitatissimum* L.), produzidas pelo método de gelificação iônica, utilizando os vegetais unha de gato (*Uncaria tomentosa*) e de barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*) como bioaditivos antioxidantes. O potencial dos bioaditivos antioxidantes foi avaliado no controle da estabilidade oxidativa do óleo particulado, utilizando o equipamento Rancimat. A caracterização do óleo extraído das sementes de linhaça indicou bom estado de conservação e confirmou um alto grau de insaturação, com a presença majoritária do ácido α -linolênico (51%). Os perfis fenólicos dos extratos vegetais mostraram que o ácido 2,5 dihidroxibenzóico e o flavonoide miricetina são os compostos que mais contribuem para a elevada atividade antioxidante dos extratos vegetais de unha de gato e de barbatimão. O uso da tecnologia de encapsulação foi eficiente na obtenção de partículas de óleo de linhaça com elevada eficiência de encapsulação. Através das curvas de estabilidade oxidativas obtidas pelo equipamento Rancimat conclui-se que o óleo de linhaça particulado demonstrou resistência superior a oxidação do que o óleo fluido, evidenciando que a encapsulação é uma alternativa promissora para retardar a oxidação de oleaginosas, associado ao uso de antioxidantes naturais.

Palavras-chave: Encapsulação; Rancimat; *Stryphnodendron adstringens*; *Uncaria tomentosa*.

Abstract

The food industry has shown great interest in the fortification of foods enriched with encapsulated nutritional oils. This work developed linseed oil particles (*Linum usitatissimum* L.), produced from the ionic gelling technology, using a cat's claw (*Uncaria tomentosa*) and barbatimao (*Stryphnodendron adstringens*) as natural antioxidants. The potential of the antioxidant was evaluated in the control of the oxidative stability of the particulate oil, using the Rancimat equipment. The characterization of the oil obtained from flax seeds indicated a good state of preservation and confirmed a high degree of unsaturation, with the presence of α -linolenic acid (51%). Phenolic profiles of plant extracts showed that 2,5-dihydroxybenzoic

as acid and myricetin as flavonoids are the compounds that contribute most to the high antioxidant activity of the vegetal extracts of cat's claw and barbatimao. From the ionic gelation encapsulation technology, it was possible to obtain a flaxseed oil particle with high encapsulation efficiency. Through oxidative stability curves obtained by the Rancimat equipment concludes that the linseed oil particles expressed greater resistance to oxidation than the fluid oils, demonstrating that encapsulation is a promising alternative to retard the oxidation of oleaginous, combined with the use of natural antioxidants.

Keywords: Encapsulation; Rancimat; *Stryphnodendron adstringens*; *Uncaria tomentosa*.

Resumen

La industria alimentaria ha mostrado un gran interés en enriquecer alimentos enriquecidos con aceites nutricionales encapsulados. Este trabajo desarrolló partículas de aceite de linaza (*Linum usitatissimum L.*), producidas utilizando la tecnología de gelificación iónica, utilizando la uña de gato vegetal (*Uncaria tomentosa*) y barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*) como antioxidantes naturales. El potencial de los bioaditivos antioxidantes se evaluó en el control de la estabilidad oxidativa del aceite particulado, utilizando el equipo Rancimat. La caracterización del aceite obtenido de las semillas de lino indicó un buen estado de conservación y confirmó un alto grado de insaturación, con la mayoría de ácido α -linolénico (51%). Los perfiles fenólicos de los extractos de plantas mostraron que el ácido 2,5 dihidroxibenzoico y la miricetina flavonoide son los compuestos que más contribuyen a la alta actividad antioxidante de los extractos de plantas de uña de gato y barbatimão. Usando la tecnología de encapsulación de gel iónico, fue posible obtener una partícula de aceite de linaza con alta eficiencia de encapsulación. Mediante las curvas de estabilidad oxidativa obtenidas por el equipo Rancimat concluye que las partículas de aceite de linaza expresaron una mayor resistencia a la oxidación que los aceites fluidos, lo que demuestra que la encapsulación es una alternativa prometedora para retrasar la oxidación de las semillas oleaginosas, combinada con el uso de antioxidantes naturales.

Palabras clave: Encapsulación; Rancimat; *Stryphnodendron adstringens*; *Uncaria tomentosa*.

1. Introdução

Os óleos e gorduras são parte da dieta humana, pois fornecem nutrientes essenciais e são fontes de energia. Em especial, os que contém ácidos graxos insaturados, por possuírem

propriedades anti-inflamatórias, hipolipidêmicas e vasodilatadoras, podendo reduzir o colesterol no sangue e contribuir na prevenção da aterosclerose (Pathak et al., 2014; Ros et al., 2015).

Dentre as fontes vegetais, a linhaça (*Linum usitatissimum* L.) é a matriz alimentar mais rico em ácidos graxos ω -3, apresentando elevado teor de lipídios (32 a 38%), sendo que destes 50 a 55% são de ácidos graxos insaturados α -linolênico (Gutte, Sahoo & Ranveer, 2015; Zanqui, et al., 2015). Nesta semente encontra-se um reservatório de componentes nutricionais com inúmeros benéficos a saúde, o que a caracteriza como um alimento funcional. Possui além do ácido α -linolênico, componentes que apresentam ações farmacológicas importantes como, fibras solúveis e lignana, os quais vêm sendo avaliados satisfatoriamente em pesquisas clínicas e estudos relacionados ao câncer de mama, próstata e cólon, diabetes, lúpus, perda óssea, doenças hepáticas, renais e cardiovasculares (Shahidi & Ambigaipalan, 2018; Azzi, 2018). A linhaça pode ser encontrada na forma de semente, farinha, óleo líquido e óleo particulado e atualmente é muito utilizada no preparo de pães, bolos e biscoitos (Couto, 2011; Ding et al., 2014).

A indústria de alimentos tem demonstrado grande interesse na fortificação de alimentos enriquecidos com óleos nutricionais (Kaur, Sogi & Wani, 2015). Entretanto, estes nutrientes apresentam grande propensão à reações químicas, que promovem odores desagradáveis e variações na cor do produto que diminuem a sua vida de prateleira e ainda restringe suas aplicações, devido à sensibilidade à luz e à altas temperaturas (Kaushik et al., 2014; Huang & Zhou, 2019).

Geralmente, para o controle da oxidação, a indústria faz uso de substâncias sintéticas antioxidantes, altamente eficazes, porém com efeitos adversos à saúde por apresentarem problemas de segurança e toxicidade, o que os torna proibidos em diversos países (Lang & Buchbauer, 2012; Barriuso et al., 2013; Ansorena et al., 2013). Devido a estas adversidades, tem-se buscado antioxidantes de fontes naturais com efetivo antioxidante semelhante (Cordeiro, 2013).

Na literatura, uma grande quantidade de vegetais, ervas e especiarias são relatadas por apresentarem substâncias capazes de agir como antioxidantes, que são responsáveis por diminuir a ocorrência de doenças relacionadas ao envelhecimento e doenças crônicas (Chan et al., 2015; Yang et al., 2016; Oliveira & Bicas, 2016). Isto demonstra a importância do estudo da ação antioxidante e da determinação destes ativos de espécies vegetais oriundas da flora brasileira, que podem ser aplicados em substituição aos sintéticos, devido a sua eficiência e por serem atóxico. Porém, a estabilidade destes antioxidantes naturais ainda é uma barreira

para sua aplicação em escala industrial (Cordeiro, 2013; Anand & Sati, 2013; Souza et al., 2015; Merlin et al., 2017).

Tecnologias de encapsulação tem sido uma alternativa de proteger compostos bioativos, contra a oxidação, sabores e odores indesejáveis, reações diversas e insolubilidade do composto em água, fazendo com que a vida de prateleira seja estendida (Kaushik et al., 2014; Bakry et al., 2015; Pasrija et al., 2015; Comunian et al., 2017; Zhu, 2017). Dentre as tecnologias, a gelificação iônica com alginato possui alta capacidade de formar hidrogéis esféricos, insolúveis em água, em contato com íons metálicos, como o cálcio (Silva, et al., 2012).

Considerando a necessidade de preservação de óleos nutricionais vulneráveis à oxidação com compostos com propriedades antioxidantes de fontes naturais, este trabalho teve como objetivo avaliar o efeito dos extratos antioxidantes de unha-de-gato (*Uncaria tomentosa*) e de barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*) sobre a estabilidade oxidativa de óleo de linhaça (*Linum usitatissimum* L.) fluido ou encapsulado.

2. Metodologia

De acordo com os métodos descritos por Pereira et al. (2018) realizou-se um estudo quantitativo por meio de pesquisa laboratorial. As sementes de linhaça marrom (*Linum usitatissimum* L.), produzidas na cidade de São Paulo, no Brasil, de uma mesma colheita, foram adquiridas em centro comercial de João Pessoa/PB, assim como os caules de unha-de-gato (*Uncaria tomentosa*), cultivados na cidade de João Pessoa. As cascas de barbatimão (*Stryphnodendro adstringens*) provenientes da região amazônica, foram adquiridas no mercado local de Manaus/AM.

O alginato para elaboração das cápsulas foi doado pela empresa Funcional Mikron, (São Paulo, Brasil). Os padrões de ácido gálico, TPTZ (2,4,6-tri (2-pyridyl)-s-triazine), DPPH• (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl), TROLOX (6-hydroxy-2,5,7,8-tetramethylchroman-2-carboxylic acid), ácidos fenólicos: protocatequimico, hidroxibenzoico, salicilico, siringico, genticico, vanilico, elagico, p-coumarico, sinapico, trans-cinamico, cafeico e ferulico e flavonóides: rutina, miricetina, quercetina, naringina, kaempferol, catequina, hesperetina, crisina foram obtidos da Sigma-Aldrich (Sigma Co., USA). O reagente Folin-Ciocateau foi adquirido da Merck. Os reagentes cloreto de ferro (III) hexahidratado ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), acetato de sódio trihidratado, carbonato de sódio, cloreto de ferro (II) tetrahidratado ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), sulfato de ferro (III) pentahidratado ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) foram adquiridos da Vetec Química

Fina Ltda. Metanol e acetonitrila grau HPLC da J.T. Baker (Phillipsburg, USA). Pentóxido de fósforo. Os demais reagentes utilizados foram de grau analítico.

2.1 Extração e caracterização do óleo de linhaça

As sementes de linhaça foram prensadas a frio (22 °C) em prensa hidráulica com máxima de pressão de $1,3 \times 10^7 \text{ N.m}^{-2}$. O óleo extraído foi filtrado a vácuo e armazenado em frascos âmbar, sem *headspeace*, sob refrigeração (4°C), para posterior caracterização e encapsulamento.

O perfil de ácidos graxos do óleo de linhaça, após esterificação metílica, foi quantificado por curva de calibração com padrões de ésteres metílicos, seguindo a metodologia de Hartman & Lago (1973), utilizando um GCMS-QP2010 (Shimadzu, Kyoto, Japan) equipado com coluna Durabound DB-23 30 m x 0.25 mm x 0.25 µm. A temperatura do injetor e do detector foram fixados em 230 °C e temperatura da coluna em 90 °C. O gradiente de eluição na coluna foi de 90 a 150 °C (10 °C/min), 150 a 200 °C (5 °C/min), 200 a 230 °C (3 °C/min) em um tempo total de corrida de 34 minutos. O gás transportador foi He.

A determinação do índice de peróxido foi realizada de acordo com o método NBR 11115, Cd 1-25 (AOCS, 2009). A viscosidade cinemática foi determinada utilizando um viscosímetro cinemático manual, marca Julabo, modelo ME 18V, na temperatura de 40°C, de acordo com a norma ABNT NBR 10441 (AOCS, 2014). A densidade a 20 °C foi determinada utilizando um densímetro digital da marca Meter DA-500, de acordo com a norma ASTM (2015) D4052. Dienos e trienos conjugados, foram obtidas de acordo com o método CH 5-91 (AOCS, 2009) em um espectrofotômetro UV- vis Shimadzu, modelo UV-2550.

2.2 Elaboração dos extratos vegetais antioxidantes

Os extratos antioxidantes de unha-de-gato (*Uncaria tomentosa*) e barbatimão (*Styphnodendro adstringes*) foram obtidos através da extração a frio com etanol e água 50:50 (v/v), numa proporção amostra/solvente de (1:10) à temperatura ambiente (28 °C) e sob agitação mecânica (Incubadora TE-420) por 3 h. Após este período, ocorreu a filtração à vácuo, seguida da remoção do solvente sob pressão reduzida à 50 °C em rotaevaporador, e por fim, a liofilização e armazenamento em recipientes de vidro âmbar em temperatura ambiente até o momento de sua utilização.

Outra técnica de extração direta dos compostos fenólicos foi empregada para avaliar diretamente o efeito antioxidante da unha-de-gato e barbatimão. As cascas dos vegetais foram imersas, separadamente em óleo de linhaça, na proporção de 1:20 (p/p), durante 60 minutos sob agitação. Após filtração do material vegetal, o óleo de linhaça foi utilizado para o preparo das emulsões.

2.3 Teor de fenólicos Totais (TFT)

O teor de fenólicos totais dos extratos vegetais foi determinado de acordo com o método Folin-Ciocalteu (Slinkard & Singleton, 1977), com algumas modificações. Uma alíquota de 150 µL do extrato (na concentração inicial de 5 mg/mL em etanol) foi transferida para um tubo de ensaio contendo 60 µL de reagente Folin-Ciocalteu e 2610µL de água destilada. A mistura foi agitada e após 1 min foi adicionado 180 µL de Na₂CO₃ (15%). Após a incubação das soluções durante 2 h em temperatura ambiente, as leituras das absorbâncias das misturas foram medidas a 760 nm. Uma curva padrão de ácido gálico (1 a 20 mg/L em etanol) foi utilizada para calcular os resultados expressos miligrama em equivalente de ácido gálico por grama de extrato (mg EAG/g extrato).

2.4 DPPH sequestro do radical livre

A atividade antioxidante dos extratos vegetais pelo método de sequestro de radicais livres DPPH foi determinada com base na metodologia descrita por Rufino et al. (2007), com algumas modificações. Uma alíquota de 30 µL do extrato foi adicionada em 3 mL de solução diluída de DPPH em etanol (23,6µg/mL). Em seguida, a mistura foi agitada e incubada durante 30 min no escuro. Após a incubação, a absorbância foi medida a 517 nm. Uma curva padrão de Trolox (100-2000 µmol/L em etanol) foi utilizada para calcular os resultados expressos em EC₅₀ (µg/mL).

2.5 FRAP (poder antioxidante de redução do ferro)

A atividade antioxidante dos extratos vegetais também foi analisada pelo método redutor de ferro (FRAP), seguindo a metodologia descrita por Rufino et al. (2006), com adaptações. O reagente FRAP foi preparado com tampão acetato 300 mmol/L (pH 3,6), 2,4,6-

tris (2-pyridyl)-s-triazine (TPTZ) 10 mmol/L em uma solução de HCl 40 mmol/L e FeCl₃ 20 mmol/L, sob o abrigo de luz. Uma alíquota de 90 µL do extrato foi transferida para um tubo de ensaio e adicionado 0,27 mL de água ultrapura e 2,7 mL do reagente FRAP. A mistura foi agitada e mantida em banho de água à 37°C durante 30 minutos. Após o resfriamento até temperatura ambiente, amostras e o padrão foram medidos por espectrometria UV-VIS à 595 nm. A curva padrão com Trolox (100-2000 µmol/L em etanol) foi utilizada para calcular os resultados que foram expressos em µmol equivalente Trolox (TE) por grama de extrato (µmol TE/ g extrato).

2.6 Cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE)

As análises cromatográficas dos extratos vegetais foram realizadas segundo Zhao (2009) com adaptações, em um cromatógrafo líquido de alta eficiência (CLAE) da Shimadzu (Kyoto, Japão), equipado com um injetor automático Rheodyne 7125i e um detector UV/VIS. As colunas utilizadas foram, Shimadzu LC-18 (25 cm x 4,6 mm, tamanho de partícula de 5µm, Supelco, Bellefonte, PA) e uma pré-coluna C-18 ODS Shimadzu. Para a identificação dos compostos fenólicos, as amostras foram eluídas com um sistema de gradiente consistindo em solvente A (ácido acético a 2%, v/v) e solvente B (acetonitrilo: metanol, 2: 1, v/v), usado como o célula Fase, com uma taxa de fluxo de 1 mL/min. A temperatura da coluna foi mantida a 25 ° C e o volume de injeção foi de 20 µL. O sistema de gradiente começou a partir de 90% de A por 0 min, a 80% de A por 10 min, 70% de A por 15 min, 60% de A por 25 min, 50% de A de 30-40 min, 75% de A por 42 min, E 90% A por 44 min. Os compostos fenólicos foram identificados por meio da comparação dos tempos de retenção com padrões de ácidos fenólicos e flavonóides, sendo quantificados em concentrações de µg/mL. Os picos dos compostos fenólicos foram monitorizados à 280 nm. O software Lab Ssolutions (Shimadzu) foi usado para controlar o sistema LC-UV e processamento dos dados.

2.7 Preparo das partículas de óleo de linhaça

Inicialmente foram preparadas as soluções aquosas de alginato de sódio (2% p/p) e de cloreto de cálcio (4 % p/p). As misturas contendo solução de alginato de sódio, 5% de óleo de linhaça (equivalente ao total da emulsão), aproximadamente 0,01% de tween 80 (estabilizante) e extratos vegetais hidrofílicos de unha-de-gato e barbatimão, em diferentes

concentrações, foram homogeneizadas em rotor-estator (Biofoco - BF2 DIH 27000), por 5 minutos. Alternativamente, preparou-se a emulsão com o óleo de linhaça já aditivado de compostos hidrofóbicos vegetais. Uma amostra sem extrato vegetal antioxidante foi utilizada como controle.

Cada emulsão foi gotejada, utilizando uma seringa com agulha (scalp 27,5G: 0,38 x 13 mm), em solução de cloreto de cálcio (4% p/p) sob agitação. A distância da agulha à superfície da solução de cloreto de cálcio foi de 8 cm. As partículas com óleo permaneceram em repouso na solução de cloreto de cálcio por 30 minutos e foram posteriormente retirados, com auxílio de uma peneira.

A secagem das micropartículas produzidas através de gelificação iônica foi realizada com o método e equipamento de secagem por tambor rotacional, com desumidificação do ar com sílica pré-acoplada, conforme metodologia desenvolvida por Melo (2016). Os géis foram pesados e colocados dentro do tambor sob rotação inicial de 2700 rpm e aumentada gradativamente até 4000 rpm para evitar perda de material. As partículas com óleo foram secas a temperatura ambiente (25 °C) com umidade relativa do ar controlada entre 55-60%. As partículas foram pesadas a cada 30 minutos durante a secagem até atingirem peso constante.

Tabela 1. Codificação e descrição das amostras.

Código	Descrição das amostras
OL	Óleo de linhaça <i>in natura</i>
OLBA	Óleo de linhaça <i>in natura</i> + barbatimão
OLUG	Óleo de linhaça <i>in natura</i> + unha de gato
Controle	Óleo particulado de linhaça
BA1000	Óleo particulado de linhaça + extrato de BA 1000 mg/kg
BA2000	Óleo particulado de linhaça + extrato de BA 2000 mg/kg
BA3000	Óleo particulado de linhaça + extrato de BA 3000 mg/kg
BA4000	Óleo particulado de linhaça + extrato de BA 4000 mg/kg
BA5000	Óleo particulado de linhaça + extrato de BA 5000 mg/kg
UG1000	Óleo particulado de linhaça + extrato de UG 1000 mg/kg
UG2000	Óleo particulado de linhaça + extrato de UG 2000 mg/kg
UG3000	Óleo particulado de linhaça + extrato de UG 3000 mg/kg
UG4000	Óleo particulado de linhaça + extrato de UG 4000 mg/kg
UG5000	Óleo particulado de linhaça + extrato de UG 5000 mg/kg
CAPOLBA	Óleo particulado de linhaça + BA
CAPOLUG	Óleo particulado de linhaça + UG

Fonte: Elaborada pelos autores.

As amostras de óleos de linhaça com e sem os aditivos de unha de gato e barbatimão foram codificadas conforme descrito na Tabela 1. As amostras aditivadas tiveram uma variação de 1000 – 5000 mg/kg de extrato.

2.8 Caracterização do óleo particulado de linhaça

Para a avaliação dos tamanhos das partículas de óleo de linhaça, trinta micropartículas úmidas e secas foram medidas por meio de um paquímetro digital, no qual foi possível calcular a média e desvio padrão do diâmetro em milímetros das micropartículas. A equação 1 foi utilizada para determinar o tamanho médio das partículas, em que, d , é o diâmetro da partícula e n , é o número de partículas.

$$d_{médio} = \frac{\sum_{i=1}^{30} d_i}{n} \quad (1)$$

A morfologia das partículas foi analisada em um microscópio óptico, marca Quimins, modelo Q77085-4, observadas com objetiva de até 5x de aumento e as imagens capturadas com câmera convencional.

O teor de óleo superficial das partículas foi determinado conforme metodologia descrita por Bae & Lee (2008). Uma alíquota de 2g de partículas foi colocada em um tubo Falcon, em seguida adicionado 15 mL de hexano. A mistura foi homogeneizada em agitador tipo vortex por 2 minutos. Após este período, a mistura foi centrifugada por 15 minutos à 5000 rpm. O sobrenadante foi recolhido e o resíduo restante das partículas foi lavado três vezes com 20 mL de hexano. O solvente foi evaporado à 60 °C em estufa de ar circulante e o conteúdo lipídico determinado gravimetricamente.

O conteúdo de óleo encapsulado foi quantificado conforme metodologia descrita por Hardas et al. (2002). Uma alíquota de 2g de amostra foi transferida para um tubo Falcon e adicionado 10 mL de hexano. A mistura foi homogeneizada em agitador tipo vortex e centrifugada à 5000 rpm em condições tempo e temperatura controladas. O sobrenadante foi descartado e na fase orgânica foi adicionado 5 mL de água destilada, sendo novamente agitado em vortex por 1 minuto. Em seguida, foram adicionados 25 mL de uma solução hexano/isopropanol (3:1 v/v), e agitado por mais 2 minutos, seguido de centrifugação à 5000 rpm por 15 minutos e 25 °C. A fase orgânica foi cuidadosamente separada com auxílio de pipeta pasteur e transferida para um erlenmeyer previamente tarado. O processo de extração com a solução hexano/isopropanol foi repetido por mais duas vezes e a fase orgânica coletada no mesmo erlenmeyer. A fase orgânica coletada foi evaporada a 60 °C em estufa de ar circulante e o conteúdo lipídico determinado gravimetricamente.

Para análise de umidade, as micropartículas foram colocadas em placas de petri descartáveis medindo 60 x 10 mm devidamente pesadas, em dessecador e contendo pentóxido de fósforo em pó, com a finalidade de criar uma atmosfera de 0% de umidade relativa (UR= 0%). As placas foram pesadas a cada 48 h até atingir peso constante, momento em que a atmosfera e a amostra dentro do dessecador atingiram o equilíbrio (FINK, 2012). Para determinar a umidade foi utilizada a Equação 2, em que, P_i , é peso inicial e P_f , é o peso final das partículas.

$$Umidade (\% b.u.) = \frac{100 * (P_i - P_f)}{P_i} \quad (2)$$

A atividade de água das partículas foi determinada através do equipamento AQUALAB modelo 4 TEU, seguindo as instruções do seu manual. A sílica à 25 °C foi utilizada para calibrar o equipamento. As amostras foram colocadas em cápsulas aferidas do próprio equipamento, e a leitura foi realizada em triplicata.

2.9 Estabilidade oxidativa do óleo de linhaça fluido e particulado

O equipamento Rancimat foi usado para estimar a estabilidade do óleo de linhaça para a oxidação antes e após a encapsulação. O Rancimat é um teste acelerado e expressa o resultado em período de indução (PI), definido como o intervalo de tempo correspondente ao ponto de inflexão da curva de condutividade *versus* tempo. Seguindo metodologia da AOCS (2009), 2 g de amostra fluida ou particulada foram pesados em cada tubo de reação, e determinou-se à 110 °C e 10 L de ar/h utilizando aparelho Rancimat 873 (Metrohm, Herisau & Suíça).

2.10 Avaliação da oxidabilidade de óleo vegetal

Avaliação da tendência à oxidação de óleos vegetais, expressa em % de oxidabilidade, foi realizada de acordo com os cálculos cinéticos descrito por Neff et al. (1992).

$$OX = \frac{[0,02(\%O) + (\%L) + 2(\%Ln)]}{100} \quad (3)$$

Em que, OX, oxidabilidade do óleo vegetal por % de massa; %O, teor de ácido oleico; %L, teor de ácido linoleico; %Ln, teor de ácido linolênico.

3. Resultados e Discussão

3.1 Teor de compostos fenólicos e atividade antioxidante dos extratos

O teor de fenólicos totais (TFT) dos extratos de unha de gato e barbatimão investigados apresentaram valores variando de 138,75 a 246,56 mg de EAG/g de extrato, sendo valores superiores aos encontrados por Cordeiro (2013). Sabe-se que os diferentes compostos presentes nos extratos vegetais são influenciados pelo processo de extração,

solvente extrator, além da natureza química da planta, entre outros componentes. A polaridade dos solventes e suas misturas influenciam fortemente na extração, onde a mistura de solventes moderadamente polares como etanol-água foram altamente eficientes para extrair os compostos antioxidantes dos extratos vegetais estudados. Geralmente as soluções hidroalcoólicas apresentam resultados satisfatórios para a extração de compostos fenólicos (Guindani, 2010).

Vários métodos são utilizados para determinar a atividade antioxidante dos compostos fenólicos presentes nos extratos vegetais. Dentre eles os métodos de sequestrar o radical livre DPPH[•], e também, o redutor de Fe³⁺ a Fe²⁺, através da doação de elétrons são os mais adequados para os vegetais estudados devido aos seus diferentes mecanismos de ação antioxidante.

Os resultados da atividade antioxidante, avaliados pelo ensaio DPPH[•] expresso em EC₅₀ (µg/mL), mostraram que o extrato de unha de gato (44,85% ± 0,00) apresentou capacidade antioxidante ligeiramente maior, quando comparado ao extrato de barbatimão (45,95% ± 0,00). Isto porque a atividade antioxidante pelo DPPH[•], expressa em EC₅₀, corresponde a concentração da amostra necessária para reduzir a quantidade inicial do radical DPPH[•] em 50%. Desta forma, quanto menor o valor de EC₅₀ melhor é a capacidade antioxidante do extrato.

Esta tendência também seguiu no ensaio de FRAP, apontando o extrato de unha de gato como mais expressivo na redução do ferro, correspondendo a 635, 87 µmol TE/g de extrato, enquanto o extrato de barbatimão apresentou valor de 416,12 µmol TE/g de extrato. A literatura confirma o potencial antioxidante e a presença de alto teor de compostos fenólicos em extratos de *Stryphnodendron adstringens* e *Uncaria tomentosa* indicando o barbatimão e a unha de gato como agentes anticancerígenos (Erowele & Kalejaiye, 2009; Santos-Filho et al, 2011; Barroso et al, 2014).

Na Tabela 2 estão expressas a composição e a quantificação dos principais compostos fenólicos presentes nos extratos de unha de gato e barbatimão determinado por cromatografia líquida de alta eficiência.

Foram identificados 12 (doze) compostos fenólicos no extrato de unha de gato e 9 (nove) compostos fenólicos no extrato de barbatimão. Os picos foram positivamente evidenciados e confirmados com base no tempo de retenção correspondente aos padrões de referência existentes. Cada composto fenólico foi quantificado a partir de uma curva de calibração.

Tabela 2. Compostos fenólicos dos extratos de unha de gato e barbatimão.

Compostos fenólicos	Unha de gato ($\mu\text{g}/\text{mg}$ de extrato)	Barbatimão ($\mu\text{g}/\text{mg}$ de extrato)
<i>Ácidos</i>		
3,4 dihidroxibenzóico	30,50	68,80
4 Hidroxibenzóico	ND	26,00
ρ -Cumárico	61,50	11,40
Salicílico	105,5	795,20
Siríntrico	ND	40,20
2,5 dihidroxibenzoico	749,00	345,60
Vanílico	20,00	18,60
Felútrico	42,00	39,40
Cafeico	7,50	ND
<i>Flavonóides</i>		
Rutina	71,00	ND
Miricetina	32,00	377,00
Quercitina	11,00	ND
Kampferol	19,00	ND
Crisina	15,50	ND

*ND - não detectado. Fonte: Elaborada pelos autores.

Os ácidos, salicílico e 2,5 dihidroxibenzóico, foram os compostos fenólicos predominantes encontrados no extrato de barbatimão, enquanto que miricetina, como único flavonoide identificado. Já, o extrato de unha de gato apresentou o ácido 2,5 dihidroxibenzoico como majoritário e a presença de vários flavonóides, na seguinte ordem de concentração rutina > miricetina > kampferol > crisina > quercitina.

3.2 Características físico-químicas do óleo da semente de linhaça

Os resultados referentes à caracterização físico-química do óleo de linhaça utilizado como composto nutricional para produção do óleo particulado são expressos na Tabela 3.

Tabela 3. Características físico-químicas do óleo da semente de linhaça.

Parâmetros	Óleo de linhaça
Índice de peróxido (meq/1000)	ND
Densidade (g/cm ³)	0,93
Viscosidade (mm ² /s ²)	26,21
Dienos	2,03
Trienos	0,48
Período de indução (h)	1,58
<i>Ácidos graxos (g/100 g dos ácidos graxos totais)</i>	
Ácido palmítico (C16:0)	6,42
Ácido esteárico (C18:0)	4,90
Ácido oleico (C18:1)	19,40
Ácido linoleico (C18:2)	18,10
Ácido α -linolênico (C 18:3)	51,18
^a AGS	11,32
^b AGI	88,68
^c AGPI/AGS	7,83
^d n-6/n-3	0,35

^aAGS - somatório de ácidos graxos saturados; ^bAGI – somatório de ácidos graxos insaturados; ^cAGI/AGS - razão entre somatório dos ácidos poliinsaturados e saturados) e ^dn-6/n-3 (razão entre somatório dos ácidos da série n-6 e n-3, respectivamente ácido linoleico e α -linolênico); *ND – não detectado. Fonte: Elaborada pelos autores.

A extração a frio do óleo de linhaça gerou um rendimento de 22% e favoreceu a qualidade desta matriz oleaginosa. A deterioração de óleos é capaz de gerar o aumento nos índices de dienos e trienos, além de acarretar a elevação de vários parâmetros de qualidade das matrizes oleaginosas, entre eles, iodo e viscosidade. Segundo Cordeiro (2013), a presença de dienos conjugados semelhante ao valor de peróxido é um parâmetro para a determinação

de estabilidade oxidativa de óleos. É verificado através da formação de hidroperóxidos que coincide com a conjugação de ligações duplas nos ácidos graxos poli-insaturados (AGPI). Os valores de dienos (2,03) e de trieno (0,48) determinados indicam a alta qualidade do óleo de linhaça obtido.

O valor da viscosidade para o óleo de linhaça sugere que a composição de óleos com ácidos graxos de baixo peso molecular tende a apresentar viscosidade mais baixa. A densidade registrada para o óleo foi de $0,93 \text{ g/cm}^3$ semelhante ao encontrado por Oliveira (2012) e por Singh & Singh (2010), indicando que os resultados determinados estão dentro da faixa reportada na literatura.

O perfil de ácidos graxos do óleo de linhaça apresentado, em porcentagem, na Tabela 3, mostra o ácido α -linolênico, como mais expressivo, representando 57,7% do total de AGPI. Estes resultados comprovam a excelente fonte de óleo nutricional, caracterizado pela predominância de ácidos da série ômega-3 e ômega-6, reconhecidos como aliados na prevenção de doenças cardiovasculares, câncer e autoimune (Barroso et al., 2014; Cupersmid et al., 2012). Estudos revelam que o teor de ácidos graxos saturados e insaturados da composição lipídica de sementes de linhaça são influenciados de acordo com a variedade de semente e a condição de processamento (Novello & Pollonio, 2012).

Em relação a razão de AGI/AGS, o Departamento de Saúde e Segurança Social da Inglaterra - DSSSI (1994), recomenda que o valor mínimo da razão AGI/AGS é 0,45. Valores inferiores a este, caracterizam alimentos pouco saudáveis, especialmente em relações às doenças cardiovasculares. O valor obtido no presente estudo foi de 7,83, o que certifica que o óleo de linhaça é de fato uma fonte alimentícia saudável.

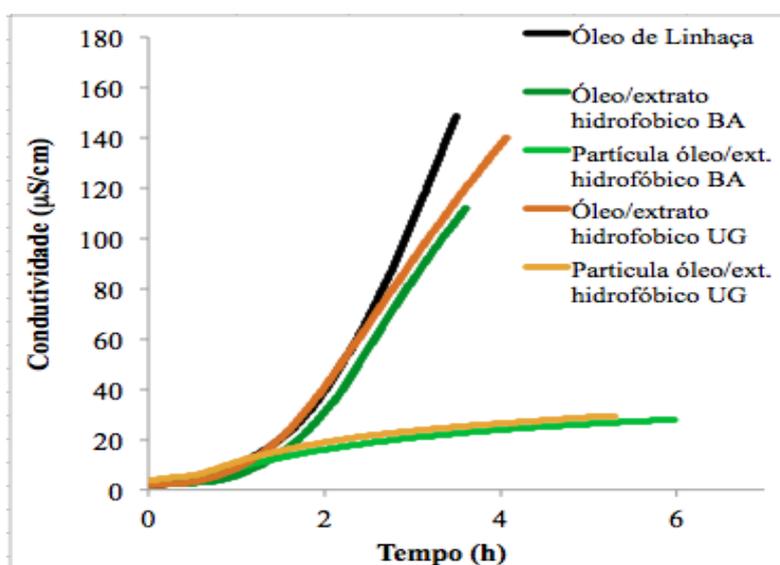
A literatura tem associado a redução do risco de doenças cardíacas com valores baixos na relação n-6/n-3. Neste estudo, a razão determinada foi de 0,35, superior ao reportado por Khattab & Zeitoun (2015), que registrou relação de 0,28, em ambos e dentro do intervalo recomendado pelo DSSSI (1994), que propõe uma relação dos ácidos graxos n-6/n-3 com valor máximo de 4.

O resultado do período de indução do óleo de linhaça, obtido pelo método de oxidação acelerado Rancimat, mostra a baixa estabilidade oxidativa desta matriz oleaginosa, a alta temperatura e alta pressão, o que é justificado pelas características de composição de relevante nível de AGPI. Esta maior tendência à oxidação do óleo de linhaça também é vista nos estudos cinéticos, que estima uma previsão da oxidabilidade de um óleo a partir da sua composição de AGI (Niff et al., 1992). No óleo de linhaça se verificou valores de 1,21 % de

oxidabilidade que representa mais que o dobro de valores reportados para os óleos de girassol (0.57 %), óleo de soja (0.55 %) e milho (0,45 %) (Cordeiro, 2013).

A Figura 1 mostra as curvas da estabilidade oxidativa obtidas pelo equipamento Rancimat para óleo de linhaça *in natura* (OL), e das amostras do óleo de linhaça com extratos hidrofóbicos vegetais de unha de gato (OLUG) e barbatimão (OLBA), nas formas fluida e em partícula. As amostras com óleo fluido apresentaram uma curva típica de oxidação com um ponto de inflexão inicial e um rápido aumento no valor da condutividade, chegando a atingir 150 $\mu\text{S}/\text{cm}$ em apenas 4 h.

Figura 1. Curva da estabilidade oxidativa (condutividade vs tempo) obtida pelo teste acelerado em Rancimat com amostras de óleo de linhaça com ou sem antioxidantes, nas formas fluida ou encapsulada.



Fonte: Elaborada pelos autores.

Observou-se que as amostras de óleo fluido com extrato hidrofóbico de BA ou UG, foram similares a amostra de óleo de linhaça sem aditivos. Desta forma, os compostos incorporados no óleo provenientes dos vegetais não foram suficientes em controlar as reações químicas de deterioração que produziram os voláteis que alteraram a condutividade da água.

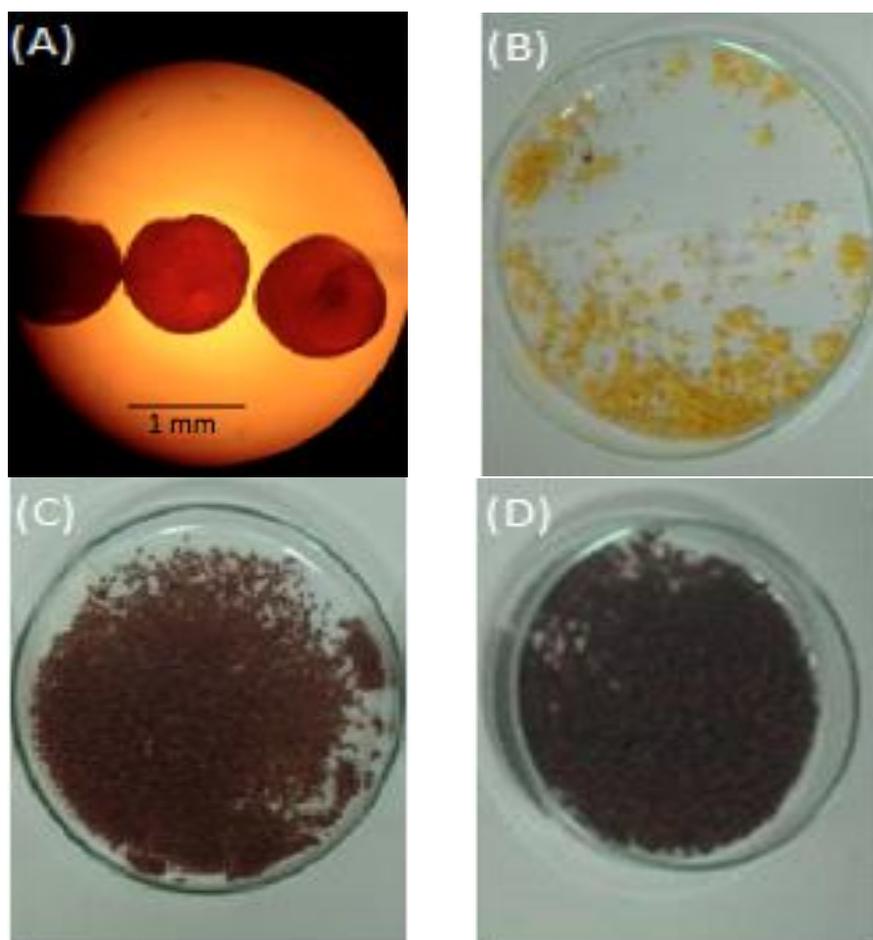
Por outro lado, quando o óleo de linhaça aditivado foi encapsulado, obteve-se um comportamento oxidativo acelerado distinto do óleo fluido. A amostra em pó causou um ligeiro aumento inicial da condutividade da água, mas o valor deste parâmetro estabilizou com aproximadamente 5h. Este comportamento foi diferente do perfil apresentado no trabalho de Gallardo e colaboradores (2013) com micropartículas de óleo de linhaça obtidas por secagem por atomização com diferentes materiais de parede.

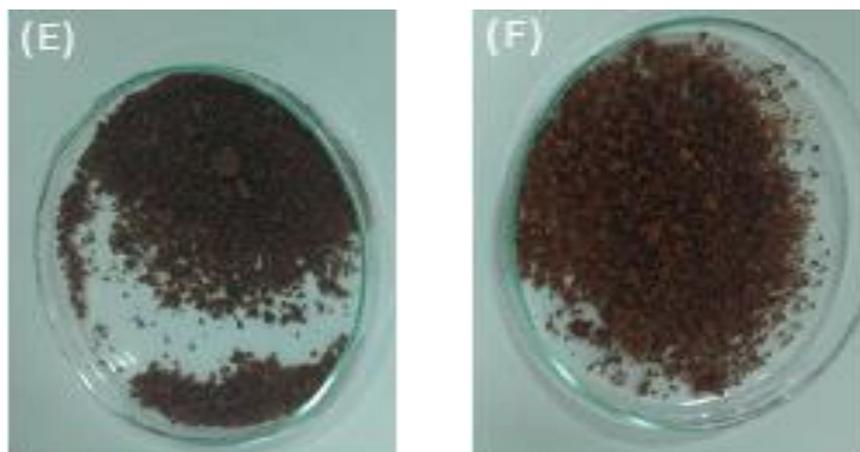
3.3 Estabilidade oxidativa das partículas de óleo de linhaça/extratos vegetais hidrofílicos

A caracterização visual das partículas de óleo de linhaça produzidas pelo processo de gelificação iônica é apresentada na Figura 2. Observou pela micrografia em objetiva de aumento de até 5x, que as partículas secas se apresentaram quase esféricas com retrações características do processo de secagem.

Todas partículas foram produzidas nas mesmas condições, resultando em amostras de características morfológicas semelhantes. O diâmetro médio das partículas controle secas foi de $1,05 \pm 0,05$ mm, de acordo com as medidas realizadas com paquímetro.

Figura 2. Caracterização visual das partículas de óleo de linhaça com ou sem antioxidantes. A) Micrografia das partículas UG5000, (B) Partícula controle, (C) Partícula BA3000, (D) Partícula BA5000, (E) Partícula UG3000, (F) Partícula UG5000.

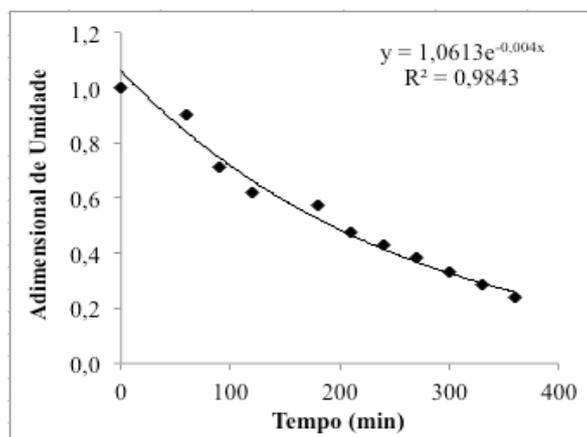




Fonte: Elaborada pelos autores.

Pode-se observar na Figura 2 que a coloração das amostras variou de acordo com a concentração do antioxidante. Sendo a amostra controle de cor amarelada e as demais com tons amarronzados. Já na Figura 3, são apresentadas o processo de secagem das micropartículas.

Figura 3. Curva de secagem a 25 °C das micropartículas de óleo de linhaça (controle).



Fonte: Elaborada pelos autores.

O processo de secagem das micropartículas seguiu um decaimento exponencial (Figura 3), sendo que nas primeiras três horas é onde está evidenciado a maior perda de umidade do processo. Após 5 h de secagem obteve-se mais de 75% de água evaporada, o que foi considerado como equilíbrio visto que entre 5 e 6 h (300 e 400 min) não houve mudança de peso das micropartículas

A umidade e atividade de água das diferentes micropartículas secas são apresentadas na Tabela 4. A umidade de todas partículas foi sempre inferior a 5,5% em base úmida (b.u.).

A atividade de água teve valores entre 0,20 e 0,30, exceto para a partícula com 5000 mg/kg de extrato de unha de gato, que obteve atividade de água 0,42.

Tabela 4. Valores de umidade e atividade de água das partículas secas de óleo de linhaça com ou sem antioxidantes.

Amostra	Umidade (% b.u.)	Atividade de água
Partícula óleo controle	5,40±0,0	0,22±0,01
Partícula óleo/BA3000	2,00±0,0	0,28±0,00
Partícula óleo/BA5000	2,60±0,0	0,23±0,00
Partícula óleo/UG3000	2,70±0,0	0,24±0,00
Partícula óleo/UG5000	5,20±0,0	0,42±0,00

Fonte: Elaborada pelos autores.

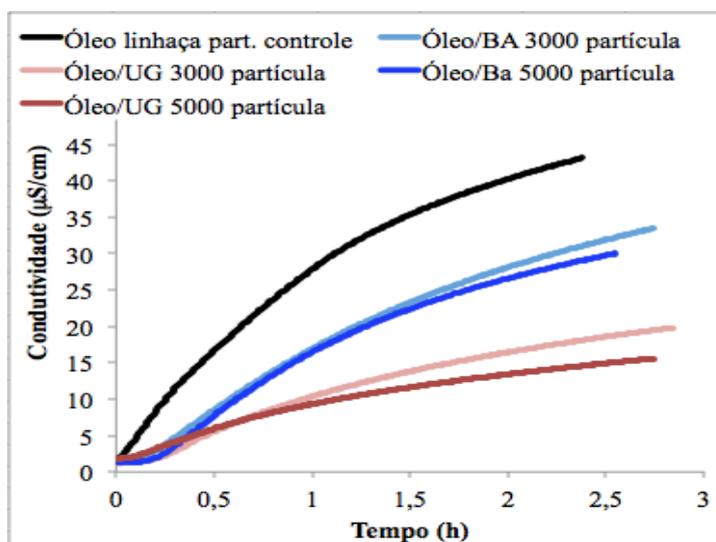
Não houve presença de óleo superficial nas partículas analisadas, conseqüentemente 100% do óleo de linhaça foi encapsulado, indicando que o processo de encapsulação pelo método de gelificação iônica foi eficaz em aprisionar o óleo dentro da partícula. Por outro lado, as partículas não foram totalmente solúveis, comprometendo a avaliação da fração de óleo encapsulado.

A eficácia da tecnologia de encapsulação está relacionada com a qualidade do material encapsulado após o processo. Assim, visando preservar as propriedades nutricionais e funcionais do óleo de linhaça, a técnica de encapsulação por gelificação iônica foi escolhida por não empregar altas temperaturas e por ser adequada para encapsular compostos hidrofóbicos, como óleos.

Estudos tem mostrado o aumento da estabilidade de óleo por meio da adição de antioxidante (Mezourari & Eichner, 2007). Considerando a importância dos antioxidantes naturais na preservação de óleos e de gorduras, os vegetais unha de gato e barbatimão foram usados como aditivos para controlar a estabilidade oxidativa das partículas de óleo de linhaça, sendo estas então avaliadas método acelerado Rancimat. Vários estudos reportam a utilização do método Rancimat para investigar a estabilidade oxidativa de óleos, biodiesel e partículas de óleo (Cordeiro, 2013; Gallardo et al, 2013; García-Moreno et al., 2013).

A Figura 4 apresenta as curvas de estabilidade oxidativa das partículas aditivadas, em diferentes concentrações, com os extratos hidrofílicos de barbatimão e de unha de gato, obtidas pelo equipamento Rancimat.

Figura 4. Curvas da estabilidade oxidativa das partículas aditivadas com extratos hidrofílicos de barbatimão e unha de gato nas concentrações de 3000 mg/kg e 5000 mg/kg obtidas pelo equipamento Rancimat.



Fonte: Elaborada pelos autores.

Todas estas curvas seguiram o mesmo padrão de estabilização da condutividade com o tempo, como foi discutido acima para as partículas apresentadas na Figura 1. Assim, as curvas apresentadas nesta Figura 4 não conseguiram atingir o limite da condutividade necessária para o equipamento calcular o PI automaticamente. Isto pode ser explicado pela ausência de substâncias capazes de alterar a condutividade da água, responsável diretamente pela formação das curvas, indispensáveis para calcular o ponto de inflexão.

Comparando-se a curva de estabilidade oxidativa da partícula controle com as partículas com óleo aditivado (Figura 4), percebe-se um efeito estabilizador causado pelos antioxidantes presentes no extrato hidrofílico vegetal.

O extrato de unha de gato apresentou um maior efeito estabilizador do que o extrato de barbatimão. Com relação as concentrações dos extratos na emulsão (3000 e 5000 mg/kg) não foi observado nenhum efeito positivo, tendo em vista que as curvas de estabilidade foram muito similares para cada tipo de vegetal.

Os resultados obtidos pelo Rancimat estão alinhados com a atividade antioxidante do extrato hidrofílico de unha de gato apresentada nos métodos de DPPH e FRAP, apesar do extrato de barbatimão conter maior concentração de compostos fenólicos.

Quando comparada as curvas de estabilidade oxidativa das partículas com óleo aditivado de compostos hidrofóbicos dos vegetais (Figura 1) com as partículas com compostos hidrofílicos (Figura 4), percebe-se que a primeira apresenta comportamento

semelhante aos encontrados para o extrato hidrofílico de barbatimão e de unha de gato. Isto sugere que os tipos de compostos de cada vegetal e a característica hidrofílica ou hidrofóbica, interfere na estabilidade oxidativa das partículas de óleo de linhaça.

4. Considerações Finais

Os resultados indicaram que o óleo de linhaça é importante fonte de ácidos graxos da série ômega-3 e ômega-6, e conseqüentemente apresentaram baixa estabilidade oxidativa. Os extratos de barbatimão e unha de gato são fontes de compostos bioativos com atividade antioxidante, destacando-se os ácidos fenólicos 2,5-dihidroxibenzóico, salicílico, 3,4 diroxibenzóico, ρ -Cumárico, Siríngico e Felúrico, enquanto os flavonóides, miricetina e rutina como os mais expressivos. A capacidade antioxidante avaliada pelos métodos DPPH e FRAP, comprova a presença de substâncias bioativas nos extratos estudados fundamentando a eficácia dessas plantas como antioxidantes. No entanto, os resultados de estabilidade oxidativa dos óleos fluidos, pelo método acelerado de Rancimat, foram similares para amostras com ou sem antioxidantes.

As partículas de óleo de linhaça contendo ou não os extratos vegetais unha de gato e barbatimão foram produzidas por gelificação iônica, de forma simples, acessível economicamente, de fácil reprodução e eficiente. No caso do óleo particulado houve diferença no perfil de estabilidade oxidativa obtido pelo teste acelerado do equipamento Rancimat.

Concluiu-se que o extrato hidrofílico de unha de gato foi o mais efetivo para retardar as reações oxidativas no óleo de linhaça particulado. Assim, sugere-se que o uso de extratos antioxidantes associados a tecnologias de encapsulação simples e brandas apresenta potencial para aumento da vida de útil de óleo particulado.

Considerando estes resultados, sugere-se novos estudos do processo de transformação do óleo líquido em óleo particulado, para o aumento da sua estabilidade, e garantia a manutenção das propriedades nutricionais e funcionais de óleos, permitindo sua aplicação em diferentes matrizes alimentares.

Agradecimentos

Agradecemos a CAPES pela bolsa de estudo concedida e à Universidade Federal da Paraíba pelas instalações e equipamentos disponibilizados.

Referências

Anand, S. P., & Sati, N. (2013). Artificial Preservatives and Their Harmful Effects: Looking. *Int J Pharm Sci Res.* 4:2496-2501.

Ansorena, D., Barriuso, B., Astiasarán, L., & Rodriguez-Estrada, M. T.(2013). Thermo-Oxidation Of Cholesterol:Effect of the unsaturation degree of the lipid matrix. *Food Chem.* 141:2757–64.

AOCS - American Oil Chemists Society. (2009) Official methods and recommended practices of the AOCS. 6th Ed. Champaign: AOCS.

AOCS - American Oil Chemists Society. (2014). Official methods and recommended practices of the AOCS. Champaign: AOCS.

ASTM D4052. (2015). Standard test method for density, relative density, and api gravity of liquids by digital density meter. Pennsylvania, 19428-2959.

Azzi, A. (2018). Many tocopherols, one vitamin E. *Molecular Aspects of Medicine*, v. 61, p.92-103.

Bae, E. K., & Lee, S. J. (2008). Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin. *J Microencapsul.* 25 (8):549–560.

Bakry, A. M., Shabbar, A., Barkat, A., Hamid, M., Mohamed, Y. A., Ahmed, M., & Li, L. (2015). Microencapsulation of Oils: A Comprehensive Review of Benefits, Techniques, and Applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety.* v.15, p.143-182.

Barriuso, B., Astiasarán, I., & Ansorena, D. (2013). A Review of analytical methods measuring lipid oxidation status in foods: A Challenging Task. *Eur Food Res Technol* 236(1):1-15.

Barroso, A. K. M., Torres, A. G., Branco, V. N. C., Ferreira, A., Finotelli, P. V., Freitas, S. P., & Leão, M.H.M.R. (2014). Brown and golden fl axeed: chemical and functional properties of the seeds and the cold-pressed oils. *Ciênc. Rural*. 44(1):181-7.

Chan, P. T., Matanjun, P., Yasir, S. M., Tan, T. S. (2015). Antioxidant activities and polyphenolics of various solvent extracts of red seaweed, *Gracilaria Changii*. *J Appl Phycol*. 27:2377-86.

Comunian, T. A., Chaves, I. E., Thomazini, M., Moraes, I., Ferro-Furtado, R., de Castro, I. A., & Favaro-Trindade, C. S. (2017). Development of functional yogurt containing free and encapsulated echium oil, phytosterol and sinapic acid. *Food chemistry*, 237, 948–956.
DOI 10.1016/j.foodchem.2017.06.071

Cordeiro, A. M. T. M., Medeiros, M. L., Silva, M. A. A., Silva, I. A., Soledade, L. E. B., Souza, A. L., Queiroz, N., & Souza, A. G. (2013). Rancimat and PDSC accelerated techniques for evaluation of oxidative stability of soybean oil with plant extracts. *J Therm Anal Calorim*. 114(2).

Couto, A. N., & Wichmann, F. M. A. (2011). Efeitos da farinha da linhaça no perfil lipídico e antropométrico de mulheres. *Alim. Nutr.*22(4): 601-8.

Cupersmid, L., Fraga, A. P. R., Abreu, E. S., & Pereira, I. R. O. (2012) Linseed: chemical composition and biological effects. *Belo Horizonte:e-Sci*, 5(2):33-40.

Ding, H. H., Cui, S. W., Goff, H. Douglas, Wang, Q., Chen, J. & Han, N. Fong. (2014). Polissacarídeos solúveis do caroço de linhaça como nova fonte de fibras alimentares: extração e caracterização físico-química. *Food research international*, 56 , 166-173.
DOI: 10.1016 / j.foodres.2013.12.005

Erowele, G. I., & Kalejaiye, A. O. (2009). Pharmacology And Therapeutic Uses Of Cat's Claw. *Am J Health Syst Pharm*. 66(11):992-5.

Oliveira, F. L., & Bicas, J. L. (2013). O mercado de bioativos para a indústria de alimentos. *Processos Químicos*. Goiânia.

Gallardo, G., Guida, L., Martinez, V., López, M. C., Bernhardt, D., Blasco, R., Islas, R. P., & Hermida, L. G. (2013). Microencapsulação de óleo de linhaça por secagem por pulverização para aplicação de alimentos funcionais. *Food Res. Int.* 2013 52(2):473-82.

García-moreno, P. J., Pérez-gálvez, R., Guadix, A., & Guadix, E. M. (2013). Influence of the parameters of the Rancimat test on the determination of the oxidative stability index of cod liver oil. *Food Sci. Technol.* 51:303-8.

Guindani, J. L. (2010). Extrato de Flores de Allamanda catártica L. como Potencial Fito complexo Antioxidante. Anais do 24º Congresso Brasileiro de Cosmetologia, São Paulo.

Gutte, K. B., Sahoo, A. K., & Ranveer, R. C. (2015). Effect of ultrasonic treatment on extraction and fatty acid profile of flaxseed oil. *OCL*, v.22, pp.1-7.

Hardas, N., Danviriyakul, S., Foley, J. L., Nawar, W. W., & Chinachoti, P. (2022). Effect of relative humidity on the oxidative and physical stability of encapsulated milk fat. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 79(2):151–8.

Hartman, L., Lago, L. C. (1973). Rapid preparation of fatty acids methyl esters. *Laboratory Practice*. Londres, 22:475-6.

Huang, Y., & Zhou, W. (2019). Microencapsulation of anthocyanins through two-step emulsification and release characteristics during in vitro digestion. *Food Chemistry*. 278:357-363. doi:10.1016/j.foodchem.2018.11.073.

Kaur, D., Sogi, D. S., & Wani, A. A. (2015). Oxidative stability of soybean triacylglycerol using carotenoids and γ -tocopherol. *International Journal of Food Properties*, v. 18, n. 12, p. 2605–2613.

Kaushik, P., Dowling, K., Barrow, C. J., & Adhikari, B. (2014). Microencapsulation of omega-3 fatty acids: a review of microencapsulation and characterization methods. *J Funct Foods*. 19(B):868-81.

Khatab, R. Y., & Zeitoun, M. A., (2015). Quality evaluation of flaxseed oil obtained by different extraction techniques. *Food Sci. Technol.* 53(1),338-45.

Lang, G., & Buchbauer, G. A. (2012). Review on recent research results (2008-2010) on essential oils as antimicrobials and antifungals. *Flavour Frag. J.* 27(1):13-39.

Mafaldo, I. M., Nascimento, M. K. G., Grisi, C. V. B., Cordeiro, A. M. T. M., & Braga, A. L. M. (2016). Desenvolvimento de bioativos de *Uncaria tomentosa* para estabilização de micropartículas de óleo de linhaça *Linum usitatissimum L.* Anais do II Encontro Nacional da Agroindústria: desafios da agroindústria no Brasil. 874-879.

Merlin, N., Karling, M., Morales, R. G. F., & Oldon, T. L. C. (2017). Potencial antioxidante e perfil de compostos fenólicos em plantas com indicativo medicinal. *Synergismus scyentifica UTFPR*, 12(1), 94–101.

Mezourari, S., & Eichner, K. (2007). Comparative study on the stability of crude and refined rice bran oil during long-term storage at room temperature. *Eur. J. Lipid Sci Technol.* 109:98-205.

Neff, W. E., Selke, E., Mounts, T. L., Rinsch, W., Frankel, E. N., & Zeitoun, M. A. M. (1992). Effect of triacylglycerol composition and structures on oxidative stability of oils from selected soybean germplasm. *J Am Oil Chem Soc.* 69,111-18.

Novello, D., & Pollonio, M.A.R. (2012). Caracterização físico-química e microbiológica da linhaça dourada e marrom (*Linum usitatissimumL.*). *Rev Inst Adolfo Lutz.* 71(2),291-300.

Oliveira, V. B., Yamada, L. T., Fagg, C. W., & Brandao, M. G. L. (2012). Native foods from brazilian biodiversity as a source of bioactive compounds. *Food Res. Int*, 48,170-9.

Pastrija, D., Exhilarasi, P. N., Indrani, D., & Anandharamakrishnan, C. (2015). Microencapsulation of green tea polyphenols and its effect on incorporated bread quality. *Food sci. Technol.* 64,289-96.

Pathak, N., Rai, A. K., Kumari, R., & Bhat, K .V. (2014). Value Addition In Sesame: A perspective on bioactive components for enhancing utility and profi tability. *Pharmacol Rev*, 6(16),147-55.

Pereira A. S., Shitsuka D. M., Parreira, F. J., & Shitsuka, R. (2018). *Metodologia da pesquisa científica*. [e-book]. Santa Maria. Ed. UAB/NTE/UFSM. Disponível em: https://repositorio.ufsm.br/bitstream/handle/1/15824/Lic_Computacao_Metodologia-Pesquisa-Cientifica.pdf?sequence=1.

Ros, E., López-Miranda, J., Picó, C., Rubio, M. A., Babio, N., Sala-Vila, A., Pérez-Jiménez, F., Escrich, E., Bulló, M., Solanas, M., Gil Hernández, A., & Salas-Salvadó, J. (2015). Consenso sobre las grasas y aceites en la alimentación de la población española adulta; Postura de la federación española de sociedades de alimentación, *Nutr Hosp*. 32(2),435-77.

Rufino, M. D. S. M., Alves, R. E., Brito, E. S., De Moraes, S. M., De Sampaio, C. D. G., Pérez-Jiménez, J., & Saura-Calixto, F. D. (2006). Metodologia Científica: Determinação da atividade antioxidante total em frutas pelo método de redução do ferro (FRAP). Comunicado Técnico Embrapa. 125,1-4.

Rufino, M. D. S. M., Alves, R. E., Brito, E. S., De Moraes, S. M., Sampaio, C. D. G., Pérez-Jiménez, J., & Saura-Calixto, F. D. (2007). Metodologia Científica: Determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical livre DPPH. Comunicado Técnico Embrapa. 127,1-4.

Santos-Filho, P. R., Ferreira, L. A., & Gouvêa, C. M. C. P. (2011). Protective action against chemicalinduced genotoxicity and free radical scavenging activities of stryphnodendron adstringens (“Barbatimão”) leaf extracts. *Rev. Bras. Farmacogn*. 21(6),1000-5.

Shahidi, F., & Ambigaipalan, P. (2018). Omega-3 Polyunsaturated Fatty Acids and Their Health Benefits. *Annual Review of Food Science and Technology*.

Silva, I. P., Andrade, C. J., & Neves, E. (2012). Encapsulamento de óleo de buriti para produção de alimentos funcionais. *Revista Citino*. 2(3),18.

Singh, S. P., Singh, D. (2010). Biodiesel production through the use of different sources and characterization of oils and their esters as the substitute of diesel: A Review. *Renew Sust Energ Ver*. 14(1),200–16.

Slinkard, K., Singleton, V. L. (1977). Total phenol analyses: automation and comparison with manual methods. *Am J Enol Viticult.* 28(1),49–55.

Souza, S. J. Silva, M. V., Leimann, F. V., Shirai, M. A. (2015). Propriedades Antioxidantes e antimicrobianas de filmes de amido contendo extrato de própolis. XI Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica - Cobeq IC 2015. Anais. Disponível em:<http://proceedings.blucher.com.br/article-details/19899>.

Yang, R., Li, X., Lin, S., Zhang, Z., & Chen, F. (2016). Identification of novel peptides from 3 to 10kDa pine nut (*Pinus koraiensis*) meal protein, with an exploration of the relationship between their antioxidant activities and secondary structure. *Food Chem.* Mar 15;219:311-20.

Zanqui, A. B., Morais, D. R., Silva, C. M., Santos, J. M., Gomes, S. T., Visentainer, J. V., Eberlin, M. N., Cardozo-Filho, L., & Matsushita, M. (2015). Subcritical extraction of flaxseed oil with n-propane: Composition and purity. *Food chemistry*, 188, 452–458. DOI 10.1016/j.foodchem . 2015.05.033

Zhao, Y. X., Hua, H. Y., & Liu, L. (2009). Development and validation of an HPLC method for determination of oleanolic acid content and partition of oleanolic acid in submicron emulsions. *Pharmazie.* Aug;64(8):491-4.

Zhu, F. (2017). Encapsulation and delivery of food ingredients using starch based systems. *Food Chemistry*, 229.542-552

Porcentagem de contribuição de cada autor no manuscrito

Malanna Kauanne Gomes do Nascimento – 40%

Isis Meireles Mafaldo – 10%

Jonildo de Oliveira Casado Filho – 15%

Cristiani Viegas Brandão Grisi – 10%

Nataly Albuquerque dos Santos – 5%

Ana Luiza Mattos Braga – 10%

Angela Maria Tribuzy de Magalhães Cordeiro- 10%