



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ  
INSTITUTO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS FARMACÊUTICAS

**OBTENÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E MICROENCAPSULAÇÃO DO  
EXTRATO DO CO-PRODUTO AGROINDUSTRIAL DE PRIPRIOCA  
(*Cyperus articulatus*)**

**Amanda Sousa Silva**

Belém-Pará  
2020

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ  
INSTITUTO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS FARMACÊUTICAS

**OBTENÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E MICROENCAPSULAÇÃO DO  
EXTRATO DO CO-PRODUTO AGROINDUSTRIAL DE PRIPRIOCA**  
*(Cyperus articulatus)*

Autora: Amanda Sousa Silva  
Orientador: Prof. Dr. José Otávio Cárreira Silva Júnior

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciências Farmacêuticas, área de concentração: Fármacos e Medicamentos, do Instituto de Ciências da Saúde da Universidade Federal do Pará como requisito para a obtenção do título de Mestre em Ciências Farmacêuticas.

Belém-Pará  
2020

## FOLHA DE APROVAÇÃO

Amanda Sousa Silva

### **OBTENÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E MICROENCAPSULAÇÃO DO EXTRATO DO CO-PRODUTO AGROINDUSTRIAL DE PRIPRIOCA** *(Cyperus articulatus)*

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, do Instituto de Ciências da Saúde da Universidade Federal do Pará como requisito para obtenção do título de Mestre.

Aprovada em 31/08/2020

#### BANCA EXAMINADORA



---

Prof. Dr. Lauro Euclides Soares Barata  
Universidade Federal do Oeste do Pará - UFOPA



---

Profa. Dra. Taís Vanessa Gabbay Alves  
Universidade da Amazônia – UNAMA

---

Prof. Dr. José Otávio Carréra Silva Júnior (Orientador)  
Instituto de Ciências da Saúde (ICS) Universidade Federal do Pará

## DEDICATÓRIA

A minha amada mãe pelo amor e dedicação, ao meu pai (in memoriam), aos meus irmãos, ao meu tio pelo apoio e carinho.

## AGRADECIMENTOS

A Deus por todas as maravilhas e bênçãos derramadas em minha vida durante essa trajetória e por me permitir concluir mais uma etapa dos meus objetivos. Sem ele nada seria.

A minha mãe, meu grande amor, minha maior incentivadora em todos os momentos da minha vida, que não mede esforços para a realização dos meus sonhos. Foi o seu amor, a sua força, o seu carinho e seu apoio que me confortaram nos dias difíceis. És a luz da minha vida. Te amo!

Aos meus irmãos Conrado e Vitor, meu combustível para continuar a caminhada. Que eu possa ser exemplo nos estudos e que com o fruto do meu trabalho possa auxiliar na realização de seus sonhos. Amo vocês!

Ao meu Tio Joelson que sempre me apoiou nos estudos, no caminho do bem, com seus conselhos e me incentivando a alçar voos para realizar meus sonhos. Obrigada pelo seu amor, carinho e incentivo. Amo-te!

Ao meu padrasto Jean que esteve ao lado da minha mãe dando força para me ajudar. Muito obrigada!

Ao Prof. Dr. José Otávio Carrera Silva Júnior pela orientação, oportunidade e confiança. Seu apoio e orientação foram primordiais nessa etapa. Toda minha admiração e respeito.

À Profa Dra. Roseane Maria Ribeiro Costa pelas contribuições

Ao Prof. Dr. Wagner Barbosa por suas contribuições científicas e por disponibilizar o Laboratório de Cromatografia e Espectrometria de Massas (LACREM) para a realização de algumas etapas desde estudo.

Ao Professor Tavares (UFPM) pela disponibilidade para a realização de análises que contribuíram para esse estudo.

Aos meus amigos Felipe e Daniela pela irmandade, amizade, carinho, companheirismo, apoio, força, dedicação, incentivo e ajuda. Vocês foram dois

anjos que apareceram na minha vida e sempre estiveram presentes na minha vida e mais uma vez foram fundamentais para essa etapa.

A minha amiga lacy, por se fazer presente em todos os momentos com muito carinho, paciência e apoio. Obrigada por estar ao meu lado e me incentivar no meu crescimento espiritual.

Aos colegas do Laboratório P&D Farmacêutico e Cosmético e Nanofarm, Kamila, Beatriz, Antônio, Rodrigo, Ana, Lindaval, Nayara, Suelen, Russany, Saulo, Roberta, Raimundo e de maneira mais que especial a Rayanne Rocha e Thiago Leite pelo carinho e contribuições.

Ao Técnico Jailton Nascimento por nunca medir esforços para me auxiliar nas análises. Sua colaboração foi primordial para esse trabalho.

Aos meus Tios Roberto, Ozino e Edna por estarem presentes nessa etapa me dando apoio.

Aos meus primos Carol e Fabricio, por serem meus grandes incentivadores, colaboradores e meu porto seguro em Belém.

Ao meu amigo Paulo Vitor, por sempre estar disponível para me ajudar em todos os momentos que precisei.

Ao meu amigo Heriberto Rodrigues, quem sempre me ouviu com amor, atenção e carinho. És um amigo iluminado.

A minha amiga Joyce Kelly, por seu conhecimento como professor e principalmente como amigo. Todo meu amor, admiração e respeito como mulher, amiga e profissional.

Aos meus amigos Ana Carla, Unamed, David Assayag, Paula Von, Allatan Correa, Cassio Andrey, Barbara Caetano, Isabella, Marlon, Anna Paula, Mary, Vinicius e Danilo. Obrigada a todos vocês pelo apoio emocional em toda essa trajetória.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo fomento da bolsa.

As secretárias Cliciane e D. Brasília e a coordenadora Marta Chagas Monteiro do Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, pelo apoio.

A Universidade Federal do Pará e ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêutica, pela oportunidade de realização de mais uma etapa frente ao crescimento intelectual e profissional.

A todos que contribuíram direta ou indiretamente pela realização deste trabalho. Muito obrigada.

## RESUMO

### **Obtenção, caracterização e microencapsulação do extrato do co-produto agroindustrial de priprioca (*Cyperus articulatus*)**

Dissertação de mestrado, Programa de Pós-graduação em Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal do Pará, Belém, 2020

A exploração de co-produtos do processamento da extração de óleos essenciais para indústria cosmética é um campo promissor. Dentre os óleos essenciais, destaca-se o da de priprioca (*Cyperus articulatus*), que tem sido estudado por muitos pesquisadores e seu aroma desperta o interesse da indústria de cosméticos. Com a grande exploração dessa matéria prima, muitas vezes de forma agressiva e sem planejamento, para suprir a necessidade do mercado, vem sendo proposto à utilização do co-produto das extrações como uma escolha econômica e viável para formulação de novos produtos na indústria. Uma alternativa para realização de novas formulações que aumentem a estabilidade dos metabolitos e mantenha a bioatividade dos mesmos é apresentada pelos processos de microencapsulação, por secagem em *spray drying*. Com isso, este trabalho objetivou microencapsular o extrato do co-produto da priprioca (*Cyperus articulatus*) por *spray drying* usando maltodextrina e goma arábica como agente encapsulante. Na análise Termogravimétrica (TG) do pó e extrato bruto (EB) co-produto da priprioca apresentaram resultados que indicam boa estabilidade térmica das matérias primas. A prospecção fitoquímica do EB, o perfil químico por Cromatografia Gasosa Acoplada a Espectrometria de Massa (CG-EM), Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE) e a análise do Perfil Espectroscópico na Região do Infravermelho por Transformação de Fourier (FT-IR) do EB demonstraram a presença de muitos compostos ativos. As técnicas de FT-IR, atividade de água (AW), Termogravimetria (TG), o Comportamento Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Potencial Zeta, serviram para caracterização do extrato microencapsulado. As análises de FT-IR demonstram comprovação da ocorrência ou não de degradação ou interferência do agente encapsulante e dos tensoativos sobre a disponibilidade dos compostos, sugerindo que o método de secagem não influenciou nos compostos funcionais presentes no material vegetal. Em análises de TG das formulações foi observado que o aumento das concentrações de goma arábica influenciou quantitativamente no aumento do comportamento térmico. Nas análises de DSC observa-se que a quantidade de maltodextrina influencia diretamente nos valores de entalpia das formulações. De acordo com os valores obtidos na análise de potencial zeta, as formulações F1 e F4 foram consideradas instáveis e as formulações F2, F3 e F5 foram consideradas estáveis. De modo geral, os resultados mostraram boa utilidade do co-produto da priprioca na forma de micropartículas, em que as formulações F1 e F4 apresentaram melhores resultados.

**Palavras-Chaves:** priprioca, *Cyperus articulatus*, co-produto, microencapsulação, *spray drying*.



## ABSTRAT

### **Obtaining, characterizing and microencapsulation of the extract of the agro-industrial co-product of priprioca (*Cyperus articulatus*)**

Master's dissertation, Postgraduate Program in Pharmaceutical Sciences, Federal University of Pará, Belém, 2020

The exploration of by-products from the extraction processing of essential oils for the cosmetic industry is a promising field. Among essential oils, priprioca (*Cyperus articulatus*) stands out, which has been studied by many researchers and its aroma arouses the interest of the cosmetics industry. With the great exploitation of this raw material, often aggressively and without planning, to meet the market's need, it has been proposed to use the extraction co-product as an economical and viable choice for the formulation of new products in the industry. One of alternative for the realization of new formulations that increase the stability of the metabolites and maintain their bioactivity is presented by the microencapsulation processes, by spray drying. Thus, this work aimed to microencapsulate the extract of the co-product of priprioca (*Cyperus articulatus*) by spray drying using maltodextrin and gum Arabic as an encapsulating agent. In the Thermogravimetric analysis (TG) of the powder and crude extract (EB) co-product of the priprioca, they showed results that indicate good thermal stability of the raw materials. The phytochemical prospecting of EB, the chemical profile by Gas Chromatography Coupled to Mass Spectrometry (GC-MS), High Performance Liquid Chromatographic (CLAE) and the analysis of the Spectroscopic Profile in the Infrared Region by Fourier Transformation (FT-IR) of EB demonstrated the presence of a lot of active compounds. The techniques of FT-IR, water activity (AW), Thermogravimetry (TG), Differential Scanning Calorimetry Behavior (DSC), Scanning Electron Microscopy (SEM) and Zeta Potential, served to characterize the microencapsulated extract. FT-IR analyzes demonstrate evidence of the occurrence or not of degradation or interference of the encapsulating agent and surfactants on the availability of the compounds, suggesting that the drying method did not influence the functional compounds present in the plant material. In TG analyzes of the formulations it was observed that the increase in the concentration of gum Arabic quantitatively influenced the increase in thermal behavior. In the DSC analysis, it is observed that the amount of maltodextrin directly influences the enthalpy values of the formulations. According to the values obtained in the analysis of zeta potential, formulations F1 and F4 were considered unstable and formulations F2, F3 and F5 were considered stable. In general, the results showed good usefulness of the co-product of priprioca in the form of microparticles, in which formulations F1 and F4 showed better results.

**Keywords:** priprioca, *Cyperus articulatus*, co-product, microencapsulation, spray drying.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Rizomas e tubérculos de priprioca ( <i>C. articulatus</i> ).....	277
Figura 2 – Espécie <i>Cyperus articulatus</i> var. <i>nodosus</i> : A: Inflorescência, B: Corte transversal do escapo, C: Inflorescência, D: Corte transversal do escapo, E: Rizomas e Tubérculos.....	288
Figura 3 – Aspecto morfológico dos órgãos vegetativos de <i>C. articulatus</i> L. A – Orgãos subterrâneos e aéreos, B – Secção transversal do tubérculo, c = córtex, cat = catafilo, es = escapo, fo = folha, r = rizoma, rv = região vascular, t = tubérculo.....	30
Figura 4 – Classes de substâncias presentes no óleo essencial dos rizomas de <i>C. articulatus</i> , patchulanos (i), eudesmanos (ii), cariofilanos (iii) e rotundanos (iv). ....	30
Figura 5 – Diagrama esquemático de <i>spray drying</i> . ....	35
Figura 6 – Fórmula estrutural da maltodextrina. ....	39
Figura 7 – Estrutura química da goma arábica.....	40
Figura 8 – Co-produto processado da extração do óleo essencial de priprioca. ....	43
Figura 9 – <i>Spray drying</i> : LM – MSDi 1.0 Labmaq do Brasil – LTDA.....	51
Figura 10 – Distribuição granulométrica do co-produto processado da extração do óleo essencial de priprioca. ....	56
Figura 11 – Espectros na região do Infravermelho do co-produto.....	57
Figura 12 – Curva de TG/DTG do pó do co-produto da priprioca.....	58
Figura 13 – Espectros na região do Infravermelho do extrato bruto.....	59
Figura 14 – Curva de TG/DTG do extrato bruto do co-produto da priprioca.....	60
Figura 15 – Curvas DSC do extrato bruto da priprioca.....	61
Figura 16 – Espectro de massa da substancia Undecano. ....	64
Figura 17 – Espectro de massa da substancia $\alpha$ -copaeno.....	65
Figura 18 – Espectro de massa da substancia $\alpha$ -calacoreno. ....	65
Figura 19 – Espectro de massa da substancia 7-isopropenil-1,4.....	65
Figura 20 – Espectro de massa da substancia Octadecano. ....	66
Figura 21 – Espectro de massa da substancia Corimbolona. ....	66
Figura 22 – Espectro de massa da substancia Hexadecano.....	66

Figura 23 – Espectro de massa da substancia 9-octadecano.....	67
Figura 24 – Cromatogramas obtidos para o extrato bruto (254 nm).....	67
Figura 25 – Espectros na região do Infravermelho da maltodextrina, goma arábica, tween 80 e lecitina de soja. ....	72
Figura 26 – Espectros na região do Infravermelho das formulações F1, F2, F3, F4 e F5.....	74
Figura 27 – Curva TG da formulações F1.....	77
Figura 28 – Curva TG da formulações F2.....	77
Figura 29 – Curva TG da formulações F3.....	78
Figura 30 – Curva TG da formulações F4.....	78
Figura 31 – Curva TG da formulação F5.....	79
Figura 32 – Curva DSC da maltodextrina e goma arábica.....	81
Figura 33 – Curva DSC das formulações F1, F2, F3, F4 e F5.....	82
Figura 34 – Fotomicrografias das formulações no aumento de 300x respectivamente.....	84

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Parâmetros para o gradiente exploratório dos extratos por HPLC. .	49
Tabela 2 - Formulação para secagem em <i>spray drying</i> . .....	50
Tabela 3 - Análise do teor de umidade do co-produto processado da pirioca .....	56
Tabela 4 - Regiões de absorção de ligação das moléculas do co-produto. ....	57
Tabela 5 - Perfil térmico (TG) do co-produto oriundo da extração do óleo essencial da pirioca e do extrato bruto do co-produto.....	58
Tabela 6 - Determinação da Densidade aparente, pH, teor de sólidos, índice de acidez e atividade de água do extrato bruto do co-produto da pirioca. ....	59
Tabela 7 - Regiões de absorção de ligação das moléculas do co-produto processado e extrato bruto do da pirioca. ....	60
Tabela 1 - Perfil térmico (TG) do co-produto oriundo da extração do óleo essencial da pirioca e do extrato bruto do co-produto.....	61
Tabela 9 - Entalpias de fusão do extrato bruto ( $\Delta HJ/g$ ) e temperaturas referentes aos eventos ( $^{\circ}C$ ).....	62
Tabela 10 - Composição química do extrato bruto do co-produto da pirioca.	64
Tabela 11 - Rendimento de secagem das formulações obtidas. ....	68
Tabela 12 - Determinação do teor de umidade, atividade de água, índice de solubilidade e capacidade de intumescimento das formulações. ....	68
Tabela 13 - Regiões de absorção de ligação das moléculas de lecitina de soja, tween 80, maltodextrina e goma arábica.....	72
Tabela 14 - Regiões de absorção de ligação das moléculas das formulações F1, F2, F3, F4 e F5. ....	75
Tabela 15 - Comportamento térmico das formulações F1, F2, F3, F4 e F5. ....	80
Tabela 16 - Entalpias de fusão da maltodextrina e goma arábica ( $\Delta HJ/g$ ) e temperaturas referentes aos eventos ( $^{\circ}C$ ).....	81
Tabela 17 - Entalpias de fusão das formulações ( $\Delta HJ/g$ ) e temperaturas referentes aos eventos. ....	82
Tabela 18 - Determinação do tamanho de partícula, carga elétrica e PDI das formulações.....	833

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
C&T	Ciência e Tecnologia
CI	Capacidade de Intumescimento
DC	Dengue Clássica
DSC	Calorimetria Diferencial Exploratória
EM	Extrato Microencapsulado
FD	Febre da Dengue
FHD	Febre Hemorrágica da Dengue
FTIR	Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier
IBD	Associação de Certificação Instituto Biodinâmico
IS	Índice de solubilidade
ISO	International Organization for Standardization
MD	Maltodextrina
OE	Óleo essencial
PDI	Índice de Polidispersão
PNRS	Política Nacional dos Resíduos Sólidos
RS	Rendimento de Secagem
SCD	Síndrome do Choque da Dengue
TG	Termogravimetria
UV	Ultravioleta

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>18</b>
<b>1.2 Objetivos</b> .....	<b>21</b>
1.2.1 Geral.....	21
1.2.2 Específicos .....	21
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	<b>22</b>
<b>2.1 Indústrias de óleos essenciais</b> .....	<b>22</b>
<b>2.2 Co-produtos</b> .....	<b>23</b>
<b>2.3 Pripioca (<i>Cyperus articulatus</i>)</b> .....	<b>26</b>
2.3.1 <i>Cyperus articulatus</i> E SUAS CARACTERÍSTICAS .....	27
2.3.2 Importância econômica da pripioca no estado do pará .....	30
2.3.3 ESTUDOS QUÍMICOS E ATIVIDADE COM <i>C. articulatus</i> .....	32
<b>2.4 Secagem por atomização (<i>Spray drying</i>)</b> .....	<b>33</b>
2.4.1 AGENTES ENCAPSULANTES .....	38
2.4.1.1 Maltodextrina .....	38
2.4.1.2 Goma arábica .....	40
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>42</b>
<b>3.1 Material</b> .....	<b>42</b>
<b>3.2 Métodos</b> .....	<b>42</b>
3.2.1 FASE 1: OBTENÇÃO, PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DO CO-PRODUTO DA EXTRAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE PRIPRIOCA ( <i>Cyperus articulatus</i> ).....	42
3.2.1.1 Processamento do co-produto da extração do óleo essencial de pripioca.....	42
3.2.1.2. Determinação do teor de umidade .....	43
3.2.1.3 Determinação da distribuição granulométrica .....	43

3.2.1.4 Obtenção do perfil espectroscópico na região do infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) .....	44
3.2.1.5 Obtenção do perfil térmico por termogravimetria (TG) .....	44
3.2.2 FASE 2: OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO EXTRATO HIDROETANÓLICO .....	45
3.2.2.1 Obtenção da solução extrativa e do extrato bruto .....	45
3.2.2.2 Caracterização físico-química do extrato hidroetanólico .....	45
3.2.2.2.1 <i>Determinação do teor sólidos totais do extrato hidroetanólico</i> .....	45
3.2.2.2.1.2 <i>Determinação do pH do extrato hidroetanólico</i> .....	45
3.2.2.2.1.3 <i>Determinação da densidade aparente do extrato hidroetanólico</i> .....	46
3.2.2.2.1.4 <i>Determinação do índice de acidez do extrato hidroetanólico</i> .....	46
3.2.2.2.1.5 <i>Determinação da atividade de água (Aw)</i> .....	47
3.2.2.3 Obtenção do perfil espectroscópico na região do infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) .....	47
3.2.2.4 Obtenção do perfil térmico por termogravimetria (TG) .....	47
3.2.2.5 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) .....	47
3.2.2.6 Determinação do perfil químico do extrato bruto .....	47
3.2.2.6.1 <i>Prospecção química do extrato bruto</i> .....	48
3.2.2.6.2 <i>Partição líquido-líquido do extrato hidroetanólico</i> .....	48
3.2.2.6.3 <i>Derivatização do extrato hexânico</i> .....	48
3.2.2.6.4 <i>Caracterização perfil químico via CG-EM</i> .....	49
3.2.2.6.5 <i>Perfil do extrato hidroetanólico por Cromatografia Líquida de alta eficiência (CLAE)</i> .....	49
3.2.3 FASE 3: OBTENÇÃO DOS EXTRATOS MICROENCAPSULADOS (EM) .....	50
3.2.3.1 Secagem das formulações .....	50
3.2.3.2 Rendimento de secagem (RS) dos extratos microencapsulados .....	51
3.2.3.3 Determinação do teor de umidade .....	52
3.2.3.4 Atividade de água (Aw).....	52

3.2.3.5 Índice de solubilidade (IS) em água e capacidade de intumescimento (CI) .....	52
3.2.3.6 Obtenção do perfil espectroscópico na região do infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) .....	53
3.2.3.7 Obtenção do perfil térmico por termogravimetria (TG) .....	53
3.2.3.8 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) .....	53
3.2.3.9 Potencial Zeta.....	53
3.2.3.10 Caracterização morfológica das partículas microencapsuladas .....	53
<b>4 RESULTADOS.....</b>	<b>55</b>
<b>4.1 Fase 1: Caracterização físico-química do co-produto processado da extração do óleo essencial de priprioça .....</b>	<b>55</b>
4.1.2 DETERMINAÇÃO DE UMIDADE POR BALANÇA DE INFRAVERMELHO DO CO-PRODUTO DA PRIPRIOCA .....	55
4.1.2 DETERMINAÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA.....	55
4.1.3 OBTENÇÃO DO PERFIL ESPECTROSCÓPICO NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADOR DE FOURIER (FT-IR).....	56
4.1.4 OBTENÇÃO DO PERFIL TÉRMICO POR TERMOGRAVIMETRIA (TG/DTG) .....	57
<b>4.2 Fase 2: Obtenção e caracterização físico-química do extrato hidroalcólico.....</b>	<b>58</b>
4.2.1 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE, pH, TEOR DE SÓLIDOS, ÍNDICE DE ACIDEZ E ATIVIDADE DE ÁGUA.....	58
4.2.2 OBTENÇÃO DO PERFIL ESPECTROSCÓPICO NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADOR DE FOURIER (FT-IR).....	59
4.2.3 OBTENÇÃO DO PERFIL TÉRMICO POR TERMOGRAVIMETRIA (TG/DTG) .....	60
4.2.4 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) .....	61
<b>4.3 Determinação do perfil químico do extrato bruto.....</b>	<b>62</b>
4.3.2 Caracterização perfil químico por CG-EM .....	63



4.2.4 Cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC).....	67
<b>4.4 Fase 3: obtenção e caracterização físico-química dos extratos microencapsulados (EM).....</b>	<b>67</b>
4.4.1 RENDIMENTO DE SECAGEM E RENDIMENTO DE SECAGEM .....	67
4.4.2 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE UMIDADE, ATIVIDADE DE ÁGUA (AW), ÍNDICE DE SOLUBILIDADE E CAPACIDADE DE INTUMESCIMENTO .....	68
4.4.3 Obtenção do perfil espectroscópico na região do infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) .....	69
4.4.4 OBTENÇÃO DO COMPORTAMENTO TÉRMICO POR TERMOGRAVIMETRIA (TG/DTG).....	76
4.4.5 OBTENÇÃO DO COMPORTAMENTO CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC).....	80
4.4.6 POTENCIAL ZETA.....	82
4.4.7 DETERMINAÇÃO DA MORFOLOGIA DAS PARTÍCULAS.....	83
<b>5 DISCUSSÃO .....</b>	<b>85</b>
<b>6 CONCLUSÕES .....</b>	<b>103</b>
<b>7 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>104</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Diariamente são geradas toneladas de resíduos provindos das indústrias farmacêuticas em geral, que representam uma constante preocupação devido ao impacto ambiental e econômico causado pelos mesmos. Porém, existem diversas alternativas para a aplicação destes resíduos atualmente, como por exemplo, a utilização de bagaço de cana para produção de enzimas de interesse (JUNIOR LETTI et al., 2018; COSTA, 2018), inclusão de novos co-produtos derivados do processo de produção do etanol de milho em dietas de bovinos (ANTUNES, 2020), controle de qualidade de subprodutos do cacau amazônico (*Theobroma cacao* L.) e extrato microencapsulado por análise térmica (ALVES et al, 2018), extração de óleos e microencapsulação do extrato obtido de co-produtos da casca de lichia para aplicação tecnológica das farinhas, (SILVA, 2020), obtenção, caracterização e microencapsulação de extratos ricos em antioxidantes naturais a partir do co-produto das amêndoas do tucumã (*Astrocaryum vulgare* Mart.) (FERREIRA, 2019), produto funcional enriquecido com extrato microencapsulado de cupuaçu (COSTA et al, 2020), dentre outros.

A indústria de óleos essenciais é também uma grande geradora de resíduos sólidos e líquidos (hidrolato), no entanto na Europa os primeiros são aproveitados para a queima e geração de vapor e o hidrolato para águas perfumadas. Esse setor fornece matérias primas com potencial aplicação na indústria farmacêutica e cosmética (BARATA, 2010; KASPER et al., 2018), e conseqüentemente, grandes quantidades de co-produtos são geradas nesse setor.

Plantas aromáticas são produtoras de óleos essenciais, além de outras matérias primas. Entre as plantas de elevado valor econômico no mercado brasileiro e na região Amazônica, destaca-se *Cyperus ariticulatus*, de nome popular pripioca, uma espécie cultivada por comunidades rurais do Pará e comercializada por comunidades próximas à Belém (ZOGHBI et al., 2003; KASPER, et al., 2018).

O óleo essencial da pripioca tem sido estudado por muitos pesquisadores e seu aroma desperta o interesse da indústria de cosméticos,

uma vez que ainda é pouco conhecido mundialmente (BIZZO et al., 2009; GALVÃO, 2019).

Os óleos essenciais e extratos apolares de espécies de *Cyperus* são caracterizados pela predominância de substâncias sesquiterpênicas, principalmente das classes dos patchulanos, eudesmanos, cariofilanos e rotundanos. O óleo essencial de *Cyperus articulatus* apresenta como componentes majoritários as substâncias óxido de cariofileno, mustacona, mirtenol, beta-selineno, alfa-copaeno, beta-pineno e alfa-pineno (ZOGHBI et al., 2006), que lhes confere atividades biológicas tais como antibacteriana, inseticida, germicida, antioxidante e larvicida (ZOGHBI ET AL., 2008; GALVÃO, 2019).

Em decorrência da grande exploração de óleos essenciais, muitas vezes de forma agressiva e sem planejamento para suprir a necessidade do mercado, propõem-se à utilização dos co-produtos oriundos dessas extrações é uma escolha econômica e viável para formulação de novos produtos na indústria (BARATA, 2010; SANTOS, 2014).

Esse co-produto pode ser submetido à extração e caracterização química para uma potencial atividade biológica do óleo essencial, como por exemplo, atividade larvicida. É importante o desenvolvimento tecnológico de produtos com o co-produto da *priprioca* devido ao fato de quantidades consideráveis de substâncias continuam presentes no resíduo após o processo de extração.

Uma alternativa para aumentar a estabilidade dos metabólitos e manter a bioatividade dos mesmos, é apresentada pelos processos de microencapsulação. Esse processo consiste, basicamente, em um empacotamento de partículas, as quais permanecem com conteúdo protegido do meio externo, podendo ser liberadas no tempo e lugar adequados (ZANONI, 2019). Trata-se de uma tecnologia inovadora empregada com êxito em diversos setores das indústrias, não só alimentícia como também farmacêutica e de cosméticos (SUAVE et. al., 2006).

Especificamente para esta dissertação houve a necessidade de explorar um possível aproveitamento do co-produto de *priprioca*, proveniente da indústria cosmética com a finalidade de diminuir o impacto ambiental causado pela presença de algumas substâncias químicas ainda presentes no co-produto

e, conseqüentemente, atender às Boas Práticas de Manipulação na Indústria de Cosméticos exigidas pela legislação sanitária, ambiental e mercado consumidor. É necessário o conhecimento físico-químico do co-produto da priprioca como forma de agregar valor à cadeia produtiva.

Com isso, o presente estudo teve como objetivo obter extratos microencapsulados do co-produto da priprioca (*Cyperus ariticulatus*) para seu aproveitamento como futuro desenvolvimento de um bioproduto com potencial biolarvicida.

## 1.2 Objetivos

### 1.2.1 GERAL

Obter extratos secos do co-produto agroindustrial de Priprioca (*Cyperus articulatus*) por atomização (*spray drying*).

### 1.2.2 ESPECÍFICOS

- Processamento, extração e caracterização do co-produto agroindustrial da priprioca (*Cyperus articulatus*);
- Caracterização físico-química do extrato hidroetanólico a partir do co-produto da priprioca;
- Obtenção e caracterização dos extratos secos obtidos por atomização (*spray drying*).

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Indústrias de óleos essenciais

As plantas desde sempre tem sido utilizadas para fins medicinais. Segundo a Organização Mundial de Saúde (OMS), cerca de 80% da população de países em desenvolvimento utilizam plantas na atenção primária à saúde. No Brasil, estima-se que 90% da população já fez uso medicinalmente de alguma planta (ROSA et al., 2016).

O Brasil possui uma rica biodiversidade de plantas aromáticas produtoras de óleo essencial (OE), e seus usos estão atrelados aos costumes herdados das culturas indígenas, africanas e europeias de OE para o tratamento contra doenças e colaboram para que este seja considerado uma área estratégica para o desenvolvimento de novos produtos naturais (JOHARCHI e AMIRI, 2012; CAVALCANTE, 2018).

Os óleos essenciais são provenientes do metabolismo secundário dos vegetais, considerados misturas de constituintes voláteis, formados principalmente por monoterpenos, sesquiterpenos e fenilpropanoides. Despertam grande interesse de vários grupos de pesquisa devido à diversidade de atividades biológicas relacionadas a eles, como as ações antibacteriana, antifúngica, larvicida, ovicida, inseticida, antioxidante, entre outras (SHERER et al., 2009; CAVALCANTE, 2018).

Dentre essas matérias-primas, destacam-se as plantas medicinais e extratos vegetais que produzem muitas substâncias interessantes para a indústria de cosméticos, como por exemplo, os corantes naturais, frutas, óleos vegetais, óleos essenciais e resinas. As plantas medicinais possuem insumos que são base para produção de medicamentos fitoterápicos, porém, apresentam também aplicabilidade na formulação de novos produtos na área de cosméticos. Essas formulações necessitam de ensaios que analisem parâmetros físico-químicos com o objetivo de garantir a qualidade, efeitos terapêuticos comprovados, composição padronizada e segurança de uso para a população em geral (MOURÃO, 2011).

Com isso, há o registro crescente do interesse do mercado por OE , o que torna destaca essa matéria prima em diversos setores industriais. Para

agregar valor a essa matéria prima natural, ressalta-se a importância do desenvolvimento tecnológico e do acesso às informações estratégicas associadas aos recursos naturais, isto é, do avanço da Ciência e Tecnologia (C&T) em diversos campos do conhecimento. Devido à intensa competitividade existente no mercado internacional, a utilização da biodiversidade de forma consciente é um dos assuntos mais debatidos, além dos que envolvem novas tecnologias e os recentes sistemas de produção (FERREIRA, 2019). Isso porque, o público tem manifestado crescente interesse sobre os processos de obtenção das matérias-primas dos produtos que consome, desde a coleta até os co-produtos oriundos da linha de produção. Apelos de políticas de preservação ambiental são instrumentos de marketing muito eficientes, particularmente no mercado europeu. Esta é uma ótima oportunidade para o desenvolvimento de processos sustentáveis de exploração da biodiversidade (BIZZO, 2009). O uso de fontes renováveis para a produção de OE e o aproveitamento dos co-produtos oriundos das extrações tomam lugar de destaque.

Com isso, o mundo e principalmente em países europeus desenvolvem um mercado consumidor cada vez mais interessado em produtos que tenha um conceito chamado “consumo verde”, isto é, produtos que são elaborados com base em ativos naturais, principalmente pela indústria de cosméticos e que possuam cuidado com o meio ambiente no momento do descarte de seus resíduos (JONES & DUERBECK, 2004; FERREIRA, 2019).

## **2.2 Co-produtos**

Cada vez mais a indústria ressalta suas preocupações com o meio ambiente e com os recursos do planeta. Com isso a busca por produtos que se enquadrem no desenvolvimento sustentável vem sendo pensado por parte das empresas para incentivar e motivar as gerações futuras pela busca de materiais subaproveitados ou até desvalorizados, numa tentativa de valorizá-los (BOND & MORRISON-SAUNDERS, 2011). Vários segmentos industriais geradores de grande quantidade de co-produtos, buscam alternativas para o correto aproveitamento dos rejeitos, fazendo com que a valorização de co-produtos represente uma tendência de interesse. Isso porque, muitas

empresas, como a farmacêutica, cosmética e de alimentos, geram co-produtos que podem ser adquiridos a um preço reduzido e, em contrapartida, podem ser matrizes ricas em compostos bioativos importantes para a promoção da saúde e retorno financeiro para a empresa que iria descartar esse material (VALENTE, 2015).

Diante disso, os órgãos governamentais no decorrer dos anos se preocuparam com as adequações para a aplicação de políticas ambientais que reduzem os impactos negativos à natureza e órgãos de fiscalização se mobilizando na resolução dessa causa. Para que isso ocorra, estão sendo realizadas frequentemente revisões em resoluções ligadas a resíduos, a exemplo da RDC 306/04, resolução da Agência Nacional de Vigilância Sanitária- ANVISA (Brasil, 2004) e a Res 388/05 do CONAMA (BRASIL, 2005) que apresentam especificações e propõem tratamentos, forma de manipulação e descarte dos resíduos de serviço da saúde e são atualizadas constantemente. No âmbito da Gestão Ambiental, destaca-se a certificação da ISO 14000, conjunto de normas que visa o desenvolvimento de atividades dos mais diversos segmentos, sem transgredir as leis ambientais vigentes (FERREIRA, 2019). Essa preocupação está principalmente relacionada com o meio ambiente e a preservação de recursos naturais do planeta. Dessa forma, no ano de 2010 foi sancionada a Lei nº 12.305, o marco regulatório para um novo conceito de resíduo, recebendo o nome de Política Nacional dos Resíduos Sólidos (PNRS) (BRASIL, 2010). O dispositivo legal prenuncia de forma diferenciada o foco em questão, no que diz respeito à definição de co-produtos, pois deixam de ser definidos como matéria sem valor, ou seja, descartados sem cuidado prévio, e passa a ter um novo papel importante, como matéria prima que pode ser utilizada para a obtenção de novos produtos, diminuindo assim impactos ambientais (BRASIL, 2010).

Segundo Demajorivic (1995) resíduos sólidos (co-produtos) diferenciam-se do termo lixo. Lixo é tudo aquilo que não possui nenhum tipo de valor e devem ser apenas descartados, já os resíduos sólidos possibilita reaproveitamento no processo produtivo, podendo ser agregado valor econômicos ao material. As opções são diversas, tais como: redução na fonte, reciclagem, compostagem, combustão e disposição em aterros sanitários ou industriais.



Diversas formas de aproveitamento de co-produto têm sido utilizadas para diminuir impactos negativos que poderiam causar quando descartados diretamente no meio ambiente, além de outras consequências como proliferação de insetos e pragas, que geram possíveis transtornos na qualidade dos produtos oferecidos. Estes co-produtos por serem ricos em compostos químicos que devem receber tratamento para serem descartados de forma correta (BEZERRA et al., 2020).

Em nível nacional a valorização dos co-produtos ainda é mínima, tendo como principais co-produtos gerados do processamento de materiais vegetais são as tortas ou farelos criados pelo processo de prensagem dos grãos e hidrolato quando realizada a extração do óleo essencial (MOTA & PESTANA, 2011).

Diante desses materiais secundários que são adquiridos no processo de extrações vegetais, vêm sendo realizados estudos para o aproveitamento dessas matérias primas para a obtenção de inúmeros ingredientes a partir de co-produtos, como cereais (farelo de arroz) com obtenção principal de fibras, hemiceluloses,  $\beta$ -glucanas e oligossacáridos, probióticos; das raízes e tubérculos (resíduos de cana, mandioca), pode-se obter polifenóis e ácidos orgânicos; das culturas oleaginosas (soja, bagaço de azeitona) obtém-se fitoesteróis, polifenóis e pectinas; dos frutos e vegetais (casca de vários frutos, bagaço de tomate) pode-se obter pectinas, fibras, carotenoides e polifenóis e do subprodutos de leite principalmente o soro, com obtenção de várias proteínas e peptídeos ou lactose (ARMENTA e GUERRERO-LEGARRETA, 2009; GALANAKIS, 2012; PINTADO e TEIXEIRA, 2015).

Alves et al., (2017), realizaram o estudo do potencial antioxidante de compostos bioativos no extrato de cacau rico em polifenol obtido através de resíduo agroindustrial e apresentaram resultados que sugerem que o extrato do resíduo da semente do cacau possui características interessantes com potencial uso industrial. Costa et al., (2018), verificou a otimização das condições de secagem por nebulização para a microencapsulação do extrato de sementes de cupuaçu (*Theobroma grandiflorum*) e obteve micropartículas que apresentaram poder antirradical satisfatório, podendo, assim, ser utilizadas na formulação de novos alimentos ou substâncias farmacológicas.

Oliveira et al., (2016) avaliaram o extrato do resíduo do processamento da goiaba na alimentação de codornas japonesas e observou que em fase de produção o extrato é capaz de retardar a oxidação lipídica da gema de ovos armazenados por diferentes períodos de tempo, sem afetar o desempenho produtivo e as características externas e internas dos ovos frescos.

Silva et al., (2015) estudaram a atividade hepatoprotetora do extrato hidroalcolico do resíduo agroindustrial de jabuticaba (*Myrciaria cauliflora* O. Berg), e do extrato etanólico das folhas de fruta-pão (*Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg), em camundongos, e obtiveram resultados que indicam que esses resíduos agroindustriais apresentaram atividade antioxidante *in vivo*.

Neste contexto, o aproveitamento adequado dos co-produtos como matéria prima secundária, independentemente da aplicação, deve envolver um completo conhecimento dos processos que os originam, das unidades de geração, da caracterização físico-química completa, da identificação do potencial de aproveitamento, apontamento das características limitantes do uso e da aplicação e em especial das necessidades de gerenciamento e beneficiamento (ROCHA; CHERIAF, 2003; COSTA et al., 2018).

Diante disso, a norma técnica tem preconizado também a caracterização de co-produtos, pois depende da sua avaliação, qualitativa e quantitativa, devendo ser investigados os parâmetros que permitam a identificação de seus componentes principais, e também a presença e/ou ausência de certos contaminantes (FERREIRA, 2019).

Essa investigação de contaminantes normalmente baseia-se no conhecimento das matérias primas de 40 substâncias que participaram do processo que originou o resíduo sólido (FERREIRA, 2019).

O processo de produção industrial e agroindustrial de forma planejada deve gerar menor quantidade de resíduos e conseqüentemente abre espaço para atividades de interesse para conservação ambiental, de desenvolvimento econômico e de melhoria do ambiente de trabalho. Cria-se a possibilidade de novas oportunidades e lucro para a empresa e o aumento da competitividade dos produtos gerados a partir dos co-produtos (CARVALHO, 2018).

### **2.3 Priprioca (*Cyperus articulatus*)**

### 2.3.1 *Cyperus articulatus* E SUAS CARACTERÍSTICAS

A priprioca (Figura 1) pertence à família *Cyperaceae* Juss, que possui 115 gêneros e 3600 espécies e maior parte são consideradas ervas daninhas, porém algumas possuem valor econômico. Além disso, esta família é considerada a terceira maior família de monocotiledôneas. O gênero *Cyperus* é formado por aproximadamente 550 espécies que ocorrem preferencialmente em ambientes alagados, margens de estradas, campos e campinas (ROCHA, 2008; ZOGHBI et al., 2008).



Figura 1 - Rizomas e tubérculos de priprioca (*C. articulatus*).  
Fonte: (Aromaflora, 2017).

Há uma grande relevância para o estudo da composição química das diferentes espécies e de suas propriedades biológicas, uma vez que o estado do Pará possui um clima favorável para a ocorrência de inúmeras espécies do gênero *Cyperus*, tais como: *C. aggregatus* (Willd.) Endl., *C. articulatus* L. (var. *articulatus* e var. *nodosus*), *C. diffusus* Vahl, *C. distans* L. f., *C. elegans* L., *C. giganteus* Vahl., *C. ligularis* L., *C. luzulae* (L.) Rottb. Ex Retz, *C. prolixus* Kunth, *C. rotundus* L., *C. sphacellatus* Rottb. Ex Retz, *C. sphacellatus* Rottb e *C. surinamensis* Rottb (ZOGHBI et al., 2008).

Dentre essas espécies, três são conhecidas como priprioca ou derivações, termo que varia de acordo com a sua variedade pela região. Geralmente o termo priprioca é empregado para *C. articulatus*, pripriocão ou priprioca-verdadeira para *C. prolixus* e priprioquinha para *C. rotundus* (ZOGHBI et al., 2008), possuindo diferentes finalidades.

A *C. articulatus*, por exemplo, tem seus tubérculos muito utilizados na perfumaria e cosméticos, sendo plantadas em escala comercial. Já as espécies

*C. prolixus* e *C. rotundus* são utilizadas para fins medicinais e cultivadas de forma artesanal (ROCHA, 2008).

A espécie *C. articulatus* possui características de planta perene com rizoma endurecido, com seus tubérculos cobertos com brácteas avermelhadas, multinérveas e lanceoladas, com escapo cilíndrico a trígono e liso. Os órgãos aéreos da planta apresentam-se como escapo<sup>1</sup> e folhas, enquanto órgãos subterrâneos são rizoma, tubérculo e raízes (Figura 2). A altura da planta varia de 30 a 250 cm (ROCHA, 2008).

Seus rizomas são utilizados tanto na perfumaria quanto na medicina popular, principalmente por apresentar células oleíferas no rizoma e nos tubérculos, como é comum na família Cyperaceae. As células oleíferas com conteúdo lipofílico (óleo) possuem paredes delgadas, tendo distribuição aleatória, onde a célula encontra-se em maior porcentagem nos tubérculos do que nos rizomas.

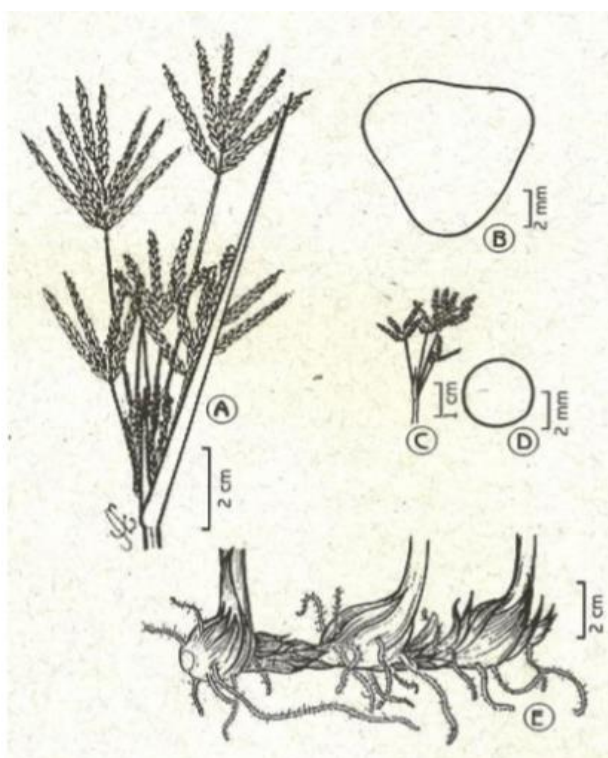


Figura 2 - Espécie *Cyperus articulatus* var. *nodosus*: A: Inflorescência, B: Corte transversal do escapo, C: Inflorescência, D: Corte transversal do escapo, E: Rizomas e Tubérculos.  
Fonte: Rocha, 2008.

<sup>1</sup> Haste que sai do rizoma, bulbo, não ramificado, áfilo e sustenta flores na extremidade; ocorre em plantas cujo caule é muito reduzido ou subterrâneo e suas folhas aparentam nascer diretamente do solo.

Seria mais adequado referir-se a tubérculos e rizomas do que a somente rizomas (Figura 3), porém, como se utiliza de forma ampla o termo rizoma, o presente trabalho considerará rizoma a junção de tubérculos e rizomas (ROCHA, 2008; SANTOS et al., 2012).

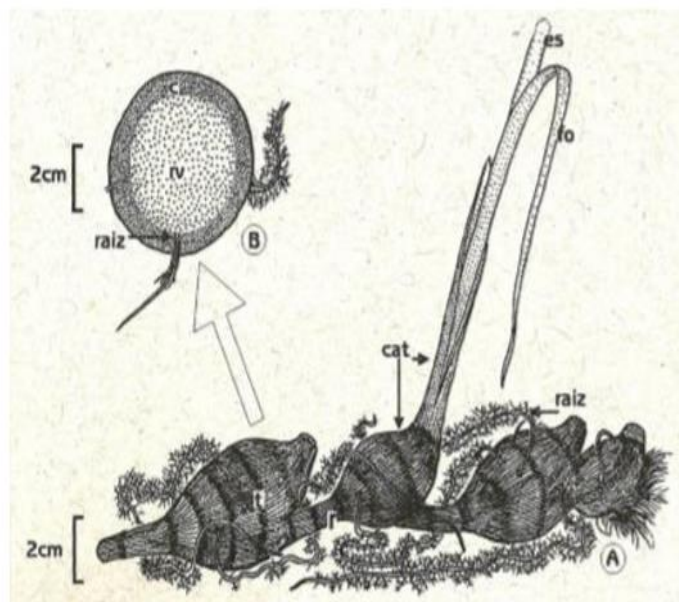


Figura 3 - Aspecto morfológico dos órgãos vegetativos de *C. articulatus* L. A – Orgãos subterrâneos e aéreos, B – Secção transversal do tubérculo, c = córtex, cat = catafilo, es = escapo, fo = folha, r = rizoma, rv = região vascular, t = tubérculo.

Fonte: Santos et al., 2012.

O óleo essencial de *C. articulatus* é extraído dos rizomas e tubérculos, pelo método de arraste a vapor e possui uma coloração amarelo forte com odor característico. O óleo dessa espécie apresenta maior porcentagem de  $\alpha$ -pineno e  $\beta$ -pineno e a presença de mustaona (ZOGHBI et al., 2008). Substâncias sesquiterpênicas das classes dos patchulanos (i), eudesmanos (ii), cariofilanos (iii) e rotundanos (iv) são predominantes nos óleos essenciais e extratos apolares das espécies de *Cyperus* (ZOGHBI et al., 2008).

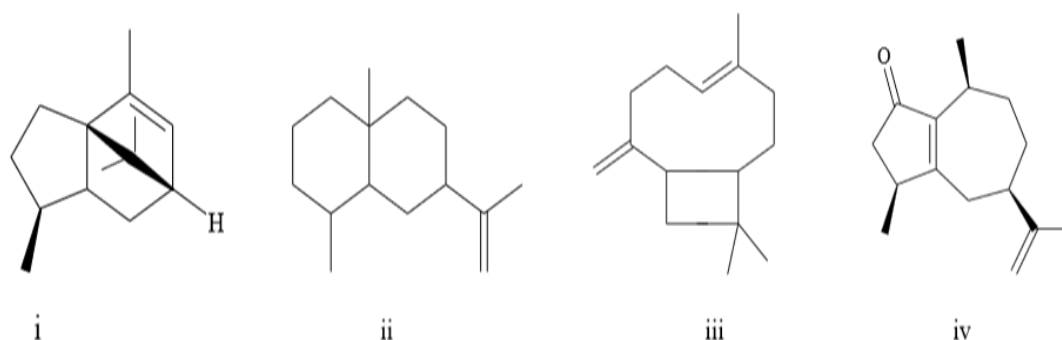


Figura 4 - Classes de substâncias presentes no óleo essencial dos rizomas de *C. articulatus*, patchulanos (i), eudesmanos (ii), cariofilanos (iii) e rotundanos (iv).  
Fonte: Kasper, 2016.

### 2.3.2 IMPORTÂNCIA ECONÔMICA DA PRIPIOCA NO ESTADO DO PARÁ

A pripioca (*Cyperus articulatus*) é uma espécie do Brasil cultivada por comunidades rurais do Pará e comercializada como planta aromática. Em geral são cultivadas em quintais, para uso próprio, e em sistema de consórcio com outras culturas, para comercialização (ZOGHBI et al., 2005). Das plantas aromáticas são extraídos os óleos essenciais, que são substâncias voláteis, orgânicas, odoríferas, e que possuem grande importância para a indústria de perfumaria, que tem interesse crescente em novos aromas de origem natural (MARTTINAZZO et al., 2007). O óleo essencial de pripioca (*Cyperus articulatus*) foi estudado por muitos autores (COUCHMAN, 1964; NYASSE et al., 1988; ZOGHBI, 2006; MATTOSO, 2005; BARATA, 2010; KASPER, 2018) e seu aroma tem despertado interesse da indústria de cosméticos.

A pripioca é considerada uma planta rústica e apresenta tolerância a solos ácidos, típicos na Amazônia. Contudo de acordo com Cunha (2006), no cultivo de pripioca, a produção de óleo essencial pode aumentar com a adição de calcário e aplicação de cama aviária na cultura. Porém, diversos materiais são utilizados pelos produtores na adubação da pripioca, entre eles a cama de frango, o esterco de gado e casca de mandioca, além das tortas (co-produtos) de andiroba e cupuaçu. É importante que todos os materiais estejam devidamente curtidos ou compostados para serem utilizados (KASPER et al., 2018).

A cultura da priprioca é anual e o processo de cultivo praticamente todo manual, onde os produtores devem manter a área de cultivo, limpar e preparar canteiros que devem receber adubação antes do plantio. Então, a melhor época de plantio de priprioca é no início da época chuvosa (janeiro e fevereiro) - estação do inverno (NICOLE et al., 2006) e o período de colheita pode ser realizada após nove meses do plantio, no final da estação seca (novembro) – estação do verão. A colheita das raízes de priprioca é feita com auxílio da enxada (ou vara alavanca), logo após são batidas para retirada do excesso de terra e lavadas. Posteriormente ocorre à retirada das radículas, também chamadas de “barba” ou “estopa”. A matéria prima é então ensacada e no mesmo dia é transportada para a indústria de extração do óleo essencial (CASTELLANI et al., 2011). Os rizomas ensacados são enviados para a Beraca/Brasmazon, que efetua a extração do óleo essencial e envia para a Natura, que fabrica a fragrância com know-how da suíça Givaudan (NICOLE et al., 2006).

Castellani et al., (2011) realizou estudos dos custos dos insumos, serviços e equipamentos, baseando-se na realidade local dos três grupos de fornecedores da priprioca: Boa Vista, Campo Limpo e Cotijuba. Observaram que a mão-de-obra dessas regiões é familiar, possuindo contratações de trabalho temporário.

De acordo com Cunha (2006) a alta produtividade da priprioca traz muitas vantagens para o pequeno produtor. Como investimentos nos parceiros rurais, foram realizadas consultorias relacionadas à assistência técnica e a certificação orgânica (Selo IBD) para a contabilização das despesas com infraestrutura. Segundo Nicole et al., (2006) o custo operacional para produção de tubérculos de priprioca foi R\$ 1,30/kg, sendo uma atividade altamente intensiva na demanda de mão-de-obra (82% do custo de produção). Cunha (2006) relata que o manejo realizado do plantio à colheita da priprioca é manual e envolve pequeno contingente de mão-de-obra, onde os tratamentos culturais são basicamente a capinas que exigem a participação efetiva da mão-de-obra.

Com esse interesse por parte da indústria, a espécie passou a representar importante fonte de renda para muitas famílias de produtores rurais. Em Belém, por exemplo, os rizomas são vendidos no complexo do Ver-o-Peso para o banho de cheiro (OLIVEIRA et al., 2009).

O cultivo de priprioca constitui um sistema de produção alternativo, com perspectiva de mercado altamente promissor e economicamente viável. Por sua tolerância à acidez dos solos do Estado do Pará tem potencial para plantio em áreas degradadas, diminuindo assim a demanda pela abertura de novas áreas. Ainda, contribui para fixação do agricultor no campo, diversificação da propriedade rural e para geração de renda familiar (CUNHA, 2006).

O manejo da priprioca deve incorporar as boas práticas de produção visando melhorias na produtividade, redução de mão de obra e qualidade do produto fornecido. É importante também que os agricultores tenham uma visão ampla da cadeia de produção visando mais benefícios econômicos, sociais e ambientais. Além disso, deve-se incentivar a exploração da priprioca não somente a escala artesanal ou como plantio, mas a formulação de novos produtos e o aproveitamento de seus co-produtos como forma de agregar valor à cadeia produtiva.

### 2.3.3 ESTUDOS QUÍMICOS E ATIVIDADE COM *C. articulatus*

Os rizomas de *C. articulatus* em regiões da África e na Amazônia são utilizados no tratamento de diversas enfermidades como dores abdominais, febre, constipação, infecções respiratórias e vermes. Segundo Ngo Bum et al., (2004), preparações com o pó seco a partir dos rizomas da priprioca são usados sobre a pele contra enxaqueca, dores de cabeça, febres, edemas e para problemas de ovulação. Ngo Bum et al., (2001) demonstra que em um estudo com os extratos feitos por decocção dos rizomas de *C. articulatus* foram encontrados substâncias como saponinas, flavonoides, terpenos, taninos e açúcares e que os extratos aquosos da espécie, coletada em estação seca, não apresentaram efeitos analgésicos ou paralisantes, porém a atividade motora em camundongos foi diminuída significativamente após a ingestão do extrato. Com isso, as análises demonstraram que a *C. articulatus* L apresenta propriedades similares a outros sedativos conhecidos, induzindo o sono. Em estudos de Rukunga et al., (2008) os sesquiterpenos corimbolona e mustacona, isolados do extrato clorofórmico dos rizomas de *C. articulatus*



apresentaram atividade antiplasmódica significativa, sendo mais eficiente o sesquiterpeno mustacona.

Em estudos anteriores realizados por Thebtaranonth et al., (1995), havia a constatação da atividade antimalárica de sesquiterpenos presentes em tubérculos de *C. rotundus*. Oladosu et al., (2011) relatam que o óleo essencial de *C. articulatus* oriundas da Nigéria possui atividade antibacteriana, principalmente para bactérias do tipo gram negativo.

Em estudos de Duarte et al., (2005), foi constatada a atividade anti-cândida da pripioca, onde foram testados o óleo essencial e o extrato etanólico dos rizomas. Os resultados demonstraram que o óleo essencial foi considerado moderadamente inibitório, enquanto que o extrato etanólico foi considerado fracamente inibitório.

Estudo realizados por Júnior (2008) apud Schwartz et al., (1998), verificaram a inibição por 1 e 2 meses da emergência de adultos em 100% das amostras testadas de *A. aegypti* utilizando extrato etanólico de folhas de *C. iria* na concentração de 1000 µg/L.

Concluíram então, que para se atingir a concentração mínima inibitória necessitaria de altas concentrações do óleo essencial e do extrato. Em estudos realizados por Sousa et al., (2008) o óleo essencial de *C. articulatus* apresentou atividade antiespasmódica, supondo-se que a ação seria entre os receptores histaminérgicos e muscarínicos da musculatura lisa do íleo de cobaia. Estudos de Souza Filho et al., (2008) complementam informações demonstrando a atividade alelopática do óleo essencial e dos extratos hexânico, diclorometânico e metanólico dos tubérculos da espécie. Nesses testes foram indicados o potencial herbicida da espécie, uma vez que foram apresentados altos valores de inibição e desenvolvimento da radícula de duas espécies de plantas daninhas malícia (*Mimosa pudica*), mato-pasto (*Senna obtusifolia*) e também da leguminosa forrageira puerária (*Puerária phaseoloides*).

## **2.5 Secagem por atomização (Spray drying)**

O método de secagem por *spray drying* é muito utilizado para diversas aplicações tais como: pigmentos naturais, probióticos, vitaminas, fármacos em

geral, praguicidas e inseticidas, aditivos naturais, aromas e produtos alimentícios, como leite, café, sopas e chás (FÁVARO-TRINDADE et al., 2010; OLIVEIRA e PETROVICK, 2010; JOYE e MCCLEMENTS, 2014; SINGH e DIXIT, 2014; CHEN et al., 2015). Esse processo de secagem tem sido muito empregado em processos que envolvem microencapsulação, principalmente em decorrência da facilidade de operação e boa relação custo benefício (MURUGESAN e ORSAT, 2012, COSTA et al., 2018).

A secagem por atomização ou *spray drying* tem como base a operação unitária através da qual um produto (solução, emulsão ou suspensão) é mudança do estado fluido para o estado sólido em forma de pó dentro de uma câmara, onde a dispersão de gotículas do material submetido à secagem entra em contato com um gás aquecido, em geral, o ar (GHARSALLAOUI et al., 2007; REDONDO, 2018).

O processo de secagem possui várias etapas: 1) Primeiro o sistema é alimentado com o fluido (solução, suspensão ou emulsão) que será disperso em gotículas através do bico atomizador (A), estabelecendo assim uma área superficial de abrangência. 2) As gotas entram em contato com um fluxo de ar quente. 3) Acontece a transferência de calor, evaporando o solvente e a obtenção das partículas sólidas no interior da câmara de secagem (B). 4) Essas partículas são direcionadas através de uma corrente de ar para o ciclone (C,) e coletadas no coletor (D). 5) O ar que estava no ciclone será filtrado pelo filtro de saída. 6) Por fim é descartado pelo aspirador (Figura 5) (OLIVEIRA e PETROVICK, 2010; ENGEL, 2017).

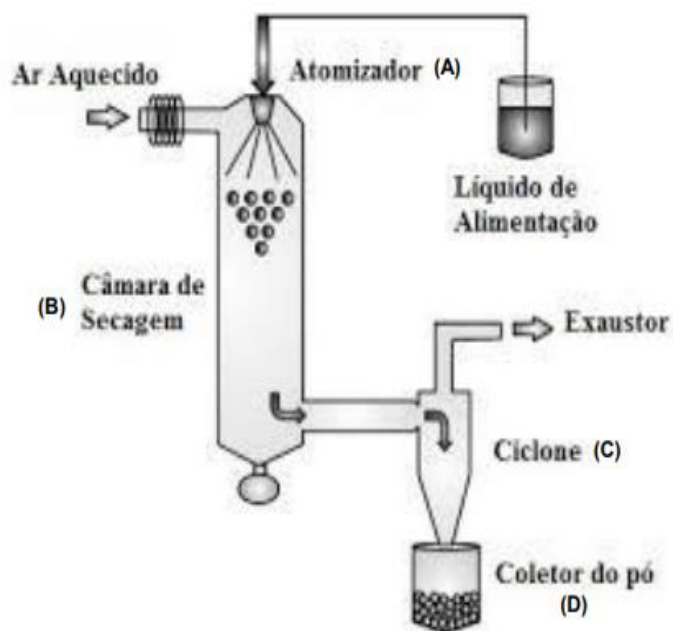


Figura 5 - Diagrama esquemático de spray drying.  
Fonte: ENGEL, 2017.

As variáveis deste processo são parâmetros importantes para determinar a eficiência do processo de secagem, assim como a com as características do agente microencapsulante (tamanho de moléculas, solubilidade, entre outros) e as características do material ativo (polaridade, pressão de vapor e etc). Para isso, há variáveis importantes que envolvem a temperatura de entrada e saída de ar do sistema, o fluxo de ar ou fluido de arraste, a distribuição da temperatura e umidade, o tempo de permanência e temperatura da câmara (KISSEL et al., 2006; ENGEL, 2017).

O *spray drying* é bastante utilizado para microencapsulação de extratos vegetais e é a técnica mais empregada nas indústrias alimentícias (FAZAELI et al., 2012; ARARUNA et al., 2013; BOTREL et al., 2014; CHANG et al., 2014; HIJO et al., 2015), sendo uma técnica mais econômica e eficiente, de fácil disponibilidade de equipamentos, baixos custos de processo, utilizada para vários tipos de produtos (FÁVARO-TRINDADE et al., 2010; BOTREL et al., 2012).

Com isso, diversos trabalhos são realizados com a microencapsulação de materiais vegetais, como por exemplo, a utilização de bagaço de cana para produção de enzimas de interesse (JUNIOR LETTI et al., 2018; COSTA, 2018), inclusão de novos co-produtos derivados do processo de produção do etanol

de milho em dietas de bovinos (ANTUNES, 2020), controle de qualidade de subprodutos do cacau amazônico (*Theobroma cacao* L.) e extrato microencapsulado por análise térmica (ALVES et al, 2018), co-produtos de lichia para aplicação tecnológica das farinhas, extração de óleos e microencapsulação do extrato obtido da casca (SILVA, 2020), obtenção, caracterização e microencapsulação de extratos ricos em antioxidantes naturais a partir do co-produto das amêndoas do tucumã (*Astrocaryum vulgare* Mart.) (FERREIRA, 2019), produto funcional enriquecido com extrato microencapsulado de cupuaçu (COSTA et al., 2020), obtenção, caracterização e microencapsulação de extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) (RICCIO, 2019), dentre outros.

A microencapsulação consiste no processo de revestimento de um núcleo contendo um composto ativo de interesse com um polímero fino, com o objetivo de proteger o material encapsulado do ambiente externo para preservar conservar as propriedades do composto até o momento da aplicação (MARTINS, 2015; RAMOS, 2019).

Esse processo teve grande destaque no desenvolvimento de papéis de cópia sem carbono, na possibilidade de administração de fármacos de maneira controlada, no mascaramento de nutrientes adicionados a alimentos, entre outras aplicações, sejam na área de farmácia, da química ou têxtil (MARTINS, 2015).

A microencapsulação apresenta-se como uma ferramenta para proteção e modulação da liberação de substâncias, uma vez que essas misturas complexas apresentam limitações relacionadas à estabilidade destas substâncias, como rápida volatilização, oxidação dos constituintes químicos do óleo, entre outros (RAMOS, 2019). Esse processo de microencapsulação vem demonstrando resultados satisfatórios quando aplicados com o objetivo de proteger substâncias sensíveis à temperatura, oxidação, umidade e reações indesejáveis, permitindo que os produtos microencapsulados tenham melhor potencial de uso (RICCIO, 2019). Para a escolha desse método de microencapsulação devem-se avaliar as propriedades do material a ser encapsulado (especialmente a solubilidade) e do tipo de partícula desejada (proteção e liberação) (DHOOOT, 2008), além da finalidade (modificações na liberação) do produto (PRATA, 2006; RICCIO, 2019).

Na indústria cosmética, o processo de encapsulação de componentes, tais como óleos e extratos vegetais, tem auxiliado no desenvolvimento de novas formulações. Envolver componentes lipofílicos em diferentes sistemas de disposição é uma forma de aperfeiçoar a biodisponibilidade dessas substâncias. Resultados notáveis foram apresentados por pesquisas relacionadas a sistemas de liberação controlada apresentando resultados tanto no campo de materiais utilizados como veículos quanto nos métodos e técnicas de encapsulação dos componentes bioativos (DIMA et al., 2015). Por outro lado, biocomponentes lipofílicos são um grande desafio aos pesquisadores das áreas de cosméticos e medicamentos por apresentarem baixa solubilidade em água e por não possuir fácil incorporação em formulações (DIMA et al., 2015).

As propriedades benéficas dos os óleos vegetais são inúmeras, como por exemplo, atividade larvicida, que podem ser aproveitadas em formulações bioinseticidas. Entretanto é desejável que essas substâncias bioativas não sofram alterações quando adicionadas a uma formulação, conservando assim suas propriedades biológicas. Desta maneira, a processo de encapsulação de óleos vegetais e derivados contribuem para mascarar características indesejáveis e manter as características bioativas dos compostos quando incorporados em formulações (CHAMPAGNE et al., 2007). No entanto, há alguns desafios tecnológicos para a adição de óleos vegetais em formulações em decorrência de suas características físico-químicas, e a encapsulação pode ser útil para auxiliar na incorporação e dar estabilidade a esses compostos. Ao mesmo tempo possibilita a liberação controlada da substância na formulação e garante a ação dos princípios ativos com eficácia.

Dependendo da aplicação e das características do composto bioativo, faz-se necessário optar por uma técnica de encapsulação mais conveniente dentre as várias que existem (MOLINA, 2014; RICCIO, 2019). Para isso, devem-se levar em consideração diferentes características como: tamanho de partículas requerido, propriedades físicas e químicas do núcleo e da parede, aplicação do produto final, mecanismos desejados de liberação, escala de produção e custo (ROSSAN, 2011), e a escolha de agentes encapsulantes compatíveis com o material a ser encapsulado.

## 2.5.1 AGENTES ENCAPSULANTES

A escolha do agente encapsulante é um dos fatores importantes para o sucesso do processo de microencapsulação. Esta seleção depende de propriedades físico-químicas, tais como, temperatura de transição vítrea, peso molecular, constituição de filmes, propriedades emulsificantes, difusibilidade e solubilidade que está relacionada a viscosidade e com o processo de secagem (GHARSALLAOUI et al., 2007). Os agentes encapsulantes podem ser oriundos de materiais naturais, semissintéticos ou sintéticos, incluindo materiais poliméricos, hidrófilos, hidrófobos ou uma associação de ambos. Esses materiais possuem a função de promover proteção durante o processo de armazenamento prolongado, evitando que ocorram alterações químicas e sensoriais no material encapsulado (ANSON, 2005). Entre esses vários agentes, se destacam os biopolímeros, que são derivados de várias fontes como as gomas naturais (goma arábica, alginatos, carragenas), amidos, gelatina, derivados do leite, como o leite desnatado reconstituído e maltodextrina (GHARSALLAOUI et al., 2007).

### 2.5.1.1 Maltodextrina

A maltodextrina é um polímero obtido a partir da hidrólise parcial do amido. Apresenta em sua composição substâncias hidrolisadas com unidades de D glicose unidas a ligações glicosídicas  $\alpha$  (1 – 4), apresentando fórmula geral igual a  $[(C_6H_{10}O_5)_n H_2O]$  e fórmula estrutural na figura 6. Possui característica de pó branco obtido a partir da hidrólise ácida, enzimática, ou a junção de ambas, do amido (FENNEMA, 2010).

A maltodextrina é caracterizada por sua dextrose equivalente (DE), que varia na faixa entre 5 e 95. A especificidade da maltodextrina está atrelada ao número de unidades de  $\alpha$ -D-glicose anidra e ao grau de polimerização (DP) (REINECCIUS, 1989; TONON, 2009; PAGANI, 2010).

É importante saber o número de açúcares redutores para definir o grau de DE, que é inversamente proporcional ao peso molecular calculado em base

seca. As propriedades da maltodextrina dependem do DE, que podem variar de 3 a 20 (SAAVEDRA-LEOS et al., 2015; CASTRO et al., 2016).

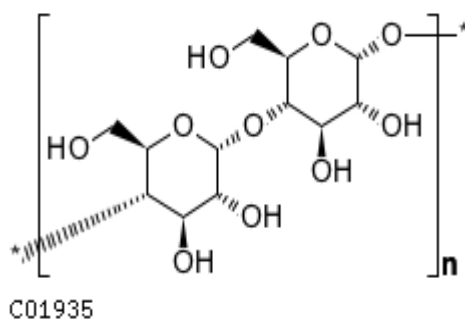


Figura 6 - Fórmula estrutural da maltodextrina.  
Fonte: FAMETRO, 2016.

A maltodextrina é principalmente utilizada como agente encapsulante em decorrência de fatores como: baixo custo; ajudar na secagem de alimentos com difícil processo de desidratação, como os sucos de frutas; possui baixa higroscopicidade; propriedades antioxidantes e retenção de compostos voláteis (SHAHIDI e HAN, 1993; REINECCIUS, 2001), alta solubilidade em água (GHARSALLAOUI et al., 2007), porém, aumenta a viscosidade de forma diretamente proporcional ao grau de DE, principalmente em decorrência do peso molecular dos polissacarídeos presentes (CASTRO et al., 2016). Possui a propriedade de encapsular tanto componentes hidrofóbicos como lipofílicos (ELNAGGAR et al., 2010), influência no teor de umidade, tamanho de partícula, higroscopicidade, atividade de água e dissolução (NEGRÃO & MURAKAMI et al., 2016).

É utilizada principalmente de forma isolada ou em combinação com outros materiais em alimentos e microencapsulação de fármacos de extratos de plantas, aditivos aromáticos, carotenóides e vitaminas (SANSONE, 2011). É empregada principalmente na indústria de alimentos a maltodextrina por possuir propriedades que melhoram a textura, alterando o sabor, controlando o escurecimento, reduzindo o ponto de congelamento e ainda, como carreador (SAAVEDRA-LEOS et al., 2015), além de influenciar na formação de filme aumentando a cristalização (CASTRO et al., 2016).

### 2.5.1.2 Goma arábica

A goma arábica, também conhecida como goma acácia, é um biopolímero obtido a partir de troncos e galhos de uma árvore conhecida como acácia da família Leguminosae, espécies de *Acacia senegal* e a *Acacia seyal* (Thevenet, 1995), originária do Egito e de uso milenar (PHILLIPS et al., 2008).

A goma arábica é um heteropolissacarídeo complexo que possui uma estrutura muito ramificada com uma cadeia principal formada por unidades de D-galactopiranosose unidas por ligações  $\beta$ -D-glicose (1-3), ilustrada na figura 8. Exibem cadeias laterais com estruturas químicas variadas formadas por D-galactopiranosose, L-ramnose, L-arabinofuranose e ácido D-glucorônico, unidos à cadeia principal  $\beta$  (1-6) (BEMILLER & WHISTLER, 1996).

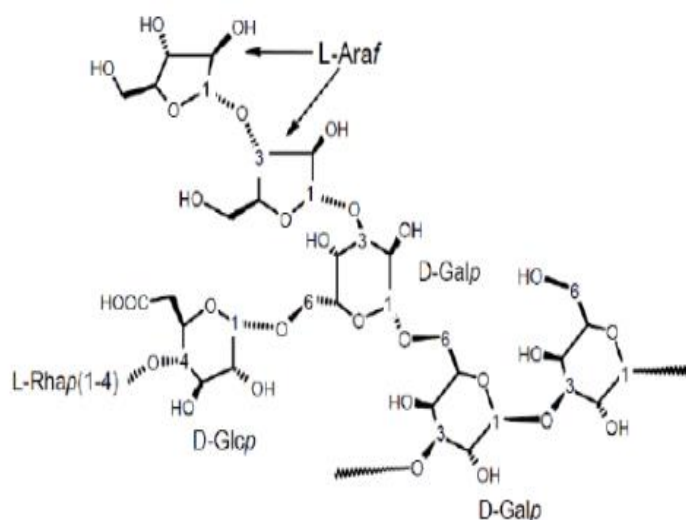


Figura 7 - Estrutura química da goma arábica.  
Fonte: Guilherme, 2006.

Esse biopolímero apresenta características estruturais que permite a adsorção em superfícies lipofílicas, atuando como colóide protetor e, ainda, sendo um bom agente formador de películas. Além disso, apresenta baixa viscosidade e comportamentos newtonianos se estiverem concentrações inferiores a 35%. Essas características fazem com que goma arábica seja um dos materiais formadores de película mais efetivos no processo de microencapsulação (LOPERA et al., 2009).

Sua boa capacidade de emulsão e baixa viscosidade quando em soluções aquosas, a goma arábica é muito utilizada na microencapsulação por



*spray drying*. Ainda, permite proteção contra oxidação e retenção de compostos voláteis, além de propriedades emulsificantes e boa solubilidade (THEVENET, 1995; RIGHETTO e NETTO, 2005).

Quando utilizado a goma arábica como material de parede, não apresentam características higroscópicas, com rápida dispersão e liberação do produto sem modificar a viscosidade deste (BEMILLER & WHISTLER, 2000). Em decorrência da eficiência de encapsulação, a goma arábica utilizada para encapsular lipídios (GHARSALLAOUI et al., 2007), no entanto, problemas com o custo e o fornecimento limitado diminuem o uso de goma arábica como agente encapsulante (KRISHNAN et al., 2005).

A utilização dos agentes encapsulantes compatíveis com o material vegetal, a escolha das condições de secagem e as análises físico-químicas permitem com que os co-produtos possam ser utilizados para a formulação de novos bioprodutos.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Material

Material vegetal: O insumo vegetal utilizado foi o co-produto (torta) obtido a partir da extração do óleo essencial de priprioca (*Cyperus articulatus*) por meio de arraste a vapor. O material foi cedido pela Industria Beraca (Ananindeua/PA).

Reagentes e Soluções: Metanol P.A; hexano; metanol grau HPLC; água Mili-Q; etanol; água destilada; álcool etílico; absoluto; Solução ácida clorídrico concentrada hidroetanólica a 70%; brometo de potássio (KBr), persulfato de potássio, reagente de Folin-Ciocalteu, carbonato de sódio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), cloreto de alumínio, hidróxido de potássio 0,1 N, hidróxido de sódio 0,1 N, maltodextrina, goma arábica, lecitina de soja e brometo de potássio (KBr), acetato de etila, ácido clorídrico 5%, peróxido de hidrogênio, água ultrapura, álcool etílico absoluto 96° GL, álcool etílico a 70%, azul de toluidina 1%, clorofórmio, dimetilsulfóxido (DMSO), éter etílico, hexano, metanol, etanol, reativo de Pascová, reativo de Fehling A e B, reativo de Bouchardat, reativo de Dragendorff, reativo de Mayer, e reativo de Kedde, solução de hidróxido de amônio, lugol, solução aquosa de ninhidrina a 1%, solução alcoólica de cloreto férrico a 1%, raspas de magnésio, solução aquosa de vanilina a 1%.

#### 3.2 Métodos

3.2.1 FASE 1: OBTENÇÃO, PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DO CO-PRODUTO DA EXTRAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE PRIPRIOCA (*Cyperus articulatus*).

3.2.1.1 Processamento do co-produto da extração do óleo essencial de priprioca

O co-produto da priprioca chamado de “torta” foi cedido pela empresa Beraca. O material foi transportado até o laboratório de Pesquisa & Desenvolvimento Farmacêutico e Cosmético da Faculdade de Farmácia

(UFPA) e acondicionado sob refrigeração até o momento do uso. O material foi seco em estufa com circulação forçada de ar a 40° C. A secagem foi controlada através da massa do material até peso constante. Após desidratado o material seco foi pesado e triturado em moinho de faca para redução do tamanho das partículas e obtenção co-produto processado, seco e acondicionado ao abrigo de luz e umidade (figura 8).



Figura 8 - Co-produto processado da extração do óleo essencial de priococa.  
Fonte: Autor, 2020.

### 3.2.1.2. Determinação do teor de umidade

Na obtenção do teor de umidade 2 g do co-produto foi colocado em uma balança para análise de umidade com lâmpada de halogênio a uma temperatura de 105°C por um tempo de 15 minutos (em triplicata). A balança determinou o valor exato do percentual da perda de umidade (FARMACOPEIA BRASILEIRA, 2010).

### 3.2.1.3 Determinação da distribuição granulométrica

Para determinação da distribuição granulométrica pesou-se 10g do co-produto processado, em triplicata. As amostras foram submetidas a tamização sobrepostos em ordem decrescente de tamanhos de malhas (1700, 710, 355, 250, 180 e 125  $\mu\text{m}$ ), durante 20 minutos, utilizando o agitador de peneiras eletromagnético operando com 6000 rpm. Realizou-se a quantificação do

percentual da fração retida em cada tamis, para posteriormente caracterizá-lo quanto a sua granulometria (FARMACOPEIA BRASILEIRA V, 2010). Os resultados foram expressos pela da média de triplicatas. O percentual retido em cada tamis foi calculado conforme Equação 1:

$$\% = P1 / P2 \times 100 \quad (1)$$

Onde:

P1 = Peso da amostra retida em cada tamis (em gramas);

P2 = Soma dos pesos retidos em cada tamis e no coletor (em gramas);

100 = Fator de Porcentagem

#### 3.2.1.4 Obtenção do perfil espectroscópico na região do infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)

As análises de FT-IR do co-produto foi realizada a partir da mistura da amostra com Brometo de Potássio (KBr) seguindo a técnica de produção de pastilhas por disco prensado, na região espectral de 4500 a 500  $\text{cm}^{-1}$  (COSTA et al., 2013).

#### 3.2.1.5 Obtenção do perfil térmico por termogravimetria (TG)

A curva TG do co-produto da piriocaca foi obtida em analisador térmico TGA-50, Shimadzu<sup>®</sup>, usando cadinho de alumínio com aproximadamente 9,0 mg de amostra, sob atmosfera de nitrogênio ( $\text{N}_2$ ) e fluxo de 50 mL/min. O experimento foi conduzido na faixa e temperatura de 25 a 600 °C e razão de aquecimento de 10° C/min. Os dados obtidos foram analisados no software TA-50W Shimadzu<sup>®</sup> (COSTA et al., 2013).

### 3.2.2 FASE 2: OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO EXTRATO HIDROETANÓLICO

#### 3.2.2.1 Obtenção da solução extrativa e do extrato bruto

A solução extrativa foi obtida pelo método de percolação. Para isso, colocou-se 500 g do pó do co-produto de priprioica em contato com o líquido extrator uma solução de etanol: água (70:30 v/v) na razão 1:10 e deixou-se em maceração por 72 horas. Após esse período iniciou-se o processo de percolação com gotejamento de 20 gotas por minuto até o esgotamento do material vegetal totalizando 5 L de solução extrativa (FARMACOPEIA BRASILEIRA II, 1959). Após o processo de percolação, transferiu-se a solução extrativa obtida para um balão de fundo redondo onde foi concentrada em evaporador rotativo a baixa pressão obtendo-se com isso o extrato bruto denominado de EB. Este foi acondicionado em frasco âmbar mantido sob refrigeração. O extrato bruto foi submetido ao processo de liofilização para futuras análises.

#### 3.2.2.2 Caracterização físico-química do extrato hidroetanólico

##### 3.2.2.2.1 *Determinação do teor sólidos totais do extrato hidroetanólico*

A determinação do teor de sólidos foi realizada em triplicata. Em balança por infravermelho, pesaram-se dois gramas das amostras em balança analítica, distribuídos uniformemente no coletor de alumínio contido dentro da balança. As amostras foram submetidas à temperatura de 105 °C por 15 minutos (FARMACOPEIA BRASILEIRA, 2010).

##### 3.2.2.1.2 *Determinação do pH do extrato hidroetanólico*

A determinação do pH foi realizada em potenciômetro previamente calibrado com soluções tampão pH 4,0 e 7,0 e os resultados correspondem à média de três determinações independentes (FARMACOPÉIA BRASILEIRA V, 2010).

### 3.2.2.1.3 Determinação da densidade aparente do extrato hidroetanólico

Para a determinação da densidade aparente de EB, um picnômetro com capacidade de 25 mL foi previamente tarado, preenchido com água recém-destilada e fervida (líquido padrão) e pesado. Em seguida, o picnômetro preencheu-se com o EB e pesou-se (FARMACOPEIA BRASILEIRA, 2010). O resultado foi calculado pelo quociente entre a massa da amostra do líquido padrão em um volume fixo (ambos a 20°C), pela média de três determinações de acordo com Equação 2:

$$\text{Densidade (g/cm}^3\text{)} = \frac{m_a - m_v}{v} \quad (2)$$

Onde:

$m_a$  = massa do picnômetro + amostra (g)

$m_v$  = massa da picnômetro vazio (g)

$v$  = volume do picnômetro  $\text{cm}^3$

### 3.2.2.1.4 Determinação do índice de acidez do extrato hidroetanólico

Para determinação do índice de acidez pesaram-se 5 g da amostra de EB e diluiu-se em água destilada em balão volumétrico de 100 mL. Após isto, completou-se o volume com água q.s.p. pipetou-se 10 mL da solução da amostra para um erlenmeyer de 125 mL. Em seguida adicionaram-se 2 gotas de indicador fenolftaleína 0,1% e titulou-se com solução de hidróxido de sódio 0,1N, até a coloração rósea (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008). O percentual de acidez total titulável foi calculado conforme a Equação 3:

$$\% = \frac{V.f.100}{P.c} \quad (3)$$

Onde:

V = nº de mL da solução de hidróxido de sódio 0,1 ou 0,01 M gasto na titulação.

f = fator da solução de hidróxido de sódio 0,1 ou 0,01 M.

P = nº de g da amostra usado na titulação.

c = correção para solução de NaOH 1 M, 10 para solução NaOH 0,1 M e 100 para solução NaOH 0,01 M.

#### 3.2.2.1.5 Determinação da atividade de água ( $A_w$ )

Na determinação da atividade de água, quantidades do extrato foram depositadas em porta amostra e analisado em Aqua Lab Dew Point 4TEV a temperatura de 25,03°C, a operação foi realizada em triplicata (ROA et al., 1991).

#### 3.2.2.3 Obtenção do perfil espectroscópico na região do infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)

O espectro na região do infravermelho do extrato bruto foi obtido conforme metodologia descrita na secção 3.2.1.2.4 (SAMPAIO et al., 2016).

#### 3.2.2.4 Obtenção do perfil térmico por termogravimetria (TG)

A curva TG do extrato bruto foi obtida conforme a metodologia descrita na secção 3.2.1.2.5 (COSTA et al., 2013).

#### 3.2.2.5 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Realizou-se a análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC plus-60, Shimadzu) com o objetivo de analisar as propriedades térmicas das partículas, nas seguintes condições: atmosfera de nitrogênio a uma vazão de 50 mL/min e rampa de aquecimento de 10° C/min, de -20° C a 300° C.

#### 3.2.2.6 Determinação do perfil químico do extrato bruto

### 3.2.2.6.1 Prospecção química do extrato bruto

A prospecção química do extrato etanólico foi realizada no intuito de verificar a presença de constituintes químicos naturais, tais como: ácidos orgânicos, açúcares redutores, alcalóides, aminoácidos, antraquinonas, catequinas, depsídeos e depsidonas, derivados da cumarina, esteroides, fenóis, flavonóides (antocianinas, antocianidinas, catequinas (taninos catéquicos), chalconas, flavonas, flavanonas, flavonóis, flavanonóis, leucoantocianidinas, xantonas), glicosídeos cardíacos, polissacarídeos, proteínas, purinas, saponinas, sesquiterpenolactonas e outras lactonas, taninos e triterpenóides. As análises foram realizadas em triplicata, na concentração de 5 mg/ml (BARBOSA, 2010).

### 3.2.2.6.2 *Partição líquido-líquido do extrato hidroetanólico*

Para o fracionamento por polaridade 500 mL de extrato hidroetanólico foram solubilizados em 150 mL de n- hexano. A solução foi transferida para um funil de separação e iniciou-se o processo de partição líquido-líquido. Em seguida, a fração hexânica foi seca com adição de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e logo submetida a uma coluna de filtração em SiO<sub>2</sub>. Ao final, as soluções foram concentradas em evaporador rotativo a pressão reduzida e submetidas à liofilização.

### 3.2.2.6.3 *Derivatização do extrato hexânico*

Para a derivatização do extrato hexânico (esterificação dos ácidos graxos) solubilizaram-se 100 mg de extrato hexânico do resíduo sólido de priprica em 3 mL de solução metanólica de metóxido de sódio a 3%. Em seguida, a mistura foi aquecida em banho maria a temperatura de ebulição por 3 min. Após o resfriamento adicionaram-se 3 mL de solução BF<sub>3</sub> (metanólica de trifluoreto de boro a 10%). A mistura foi submetida novamente a aquecimento por 3 min. Após resfriar, transferiu-se para um balão volumétrico de 50 mL contendo 1 mL de hexano e 2 mL de éter etílico.

Após a agitação adicionou-se água destilada até completar os 50 mL. Agitou-se novamente até a separação das fases. Após a decantação, a



camada orgânica (superior) foi transferida para um frasco de 5 mL e o solvente eliminado por evaporação em temperatura ambiente.

#### 3.2.2.6.4 Caracterização perfil químico via CG-EM

O equipamento utilizado para cromatografia gasosa foi o Cromatógrafo a Gás acoplado a Espectrômetro de Massas Shimadzu modelo: GCMS-QP2010 acoplado a detector seletivo de massas.

- Coluna capilar HP-5MS (30m x 0,25 mm x 0,25  $\mu$ m);
- Temperatura injetor = 220°C;
- Temperatura detector = 250°C;
- Coluna= 60 °C, 3° C. min<sup>-1</sup>, 240 °C (20min);
- Gás de arraste= He 1,0 mL. min<sup>-1</sup>.

#### 3.2.2.6.5 Perfil do extrato hidroetanólico por Cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE)

O perfil cromatográfico do extrato foi verificado por gradiente exploratório (SNYDER, KIRKLAND & GLAJCH, 1997), de modo a se observar as substâncias presentes no extrato. As condições de análise encontram-se na Tabela 1. O extrato foi solubilizado em metanol a uma concentração de 1000 $\mu$ g. mL<sup>-1</sup>. A solução foi filtrada e retirada 20 $\mu$ , sendo injetada no sistema HPLC.

**Tabela 2 - Parâmetros para o gradiente exploratório dos extratos por HPLC.**

Instrumento	Waters e 2695 Separations Modele
<b>Parâmetros de análise</b>	
Coluna analítica	XBridge™ C18 5 $\mu$ m
Pré-coluna	C 18(1 cm)
Volume de injeção	20 $\mu$ L de uma solução 1mg.mL <sup>-1</sup>
Fase móvel A	Água ultrapura
Fase móvel B	Metanol
Fluxo	1mL/min
Tipo de gradiente	Linar
0 min	20 % B
60 min	100% B
Faixa do UV	254 nm

### 3.2.3 FASE 3: OBTENÇÃO DOS EXTRATOS MICROENCAPSULADOS (EM)

#### 3.2.3.1 Secagem das formulações

A obtenção dos extratos hidroetanólico microencapsulados foi realizada utilizando como agente encapsulante maltodextrina e goma arábica. Solubilizou-se separadamente maltodextrina e goma arábica em água e posteriormente adicionados a um becker junto com o extrato bruto sob agitação magnética por 30 minutos (SAMPAIO, 2012). Em seguida, submeteu-se a solução a ultrassom por 5 minutos para a completa homogeneização e obtenção das soluções nas concentrações da tabela abaixo (tabela 2):

**Tabela 3 - Formulação para secagem em *spray drying*.**

Formulações	Extrato concentrado	Goma	Maltodextrina	Tensoativo Tween/Lecitina	
F1	2,5%	0	7,5%	1%	3%
F2	2,5%	5%	2,5%	1%	3%
F3	2,5%	7,5%	0	1%	3%
F4	2,5%	2,5%	5%	1%	3%
F5	2,5%	3,75%	3,75%	1%	3%

Realizou-se a secagem em *spray drying* (LM – MSDi 1.0 Labmaq do Brasil – LTDA) (Figura 10).



Figura 9 - *Spray drying*: LM – MSDi 1.0 Labmaq do Brasil – LTDA.  
Fonte: Autor, 2020.

As condições operacionais para a realização da secagem foram: temperatura de entrada (100° C), bico atomizador (0,7 mm de diâmetro) e fluxo de alimentação (7,5 mL/min). Durante todo o processo de secagem o extrato foi mantido sob agitação para garantir a homogeneidade dos produtos secos. O extrato hidrofílico microencapsulado obtido foram denominados de F1, F2, F3, F4 e F5. Estes foram pesados e armazenados em frascos escuros e herméticos e em dessecador para posteriores análises.

### 3.2.3.2 Rendimento de secagem (RS) dos extratos microencapsulados

O rendimento de secagem (RS) foi definido como a razão do peso do pó obtido após a secagem por pulverização e o peso inicial de todos os componentes antes da secagem e expressa em porcentagem de acordo com a Equação 4 (ALVES et al., 2017).

$$RS = WP/WI \times 100 \quad (4)$$

Onde:

WP= peso seco (g)

WI= peso inicial (g)

### 3.2.3.3 Determinação do teor de umidade

Na obtenção do teor de umidade das formulações foram obtidas conforme a metodologia descrita na secção 3.2.1.2.2.

### 3.2.3.4 Atividade de água (Aw)

Para dos valores de atividade de água das formulações foram obtidas conforme a metodologia descrita na secção 3.2.2.1.5.

### 3.2.3.5 Índice de solubilidade (IS) em água e capacidade de intumescimento (CI)

Na realização do índice de solubilidade (IS) em água e a capacidade de intumescimento (CI) das cinco formulações pesou-se 0,1 g de cada amostra em tubo falcon e diluiu-se com 1.200 µL de água ultrapura. Em seguida, homogeneizou-se a solução em vórtex por 1min e incubou-se em banho-maria a 30° por 30 minutos. Após esse período centrifugou-se a solução a 3000 rpm por 15 minutos. Adicionou-se o sobrenadante em placas de petri pré-pesadas e colocou-se em estufa a 105° C por 24 horas e após esse período, pesou-se. O índice de solubilidade e capacidade de intumescimento foram calculados utilizando as Equações 5 e 6 respectivamente (AHMED et al., 2010, LAI e CHENG, 2004).

$$IS = \frac{\text{Peso seco sobrenadante}}{\text{Peso inicial de EM}} \times 100 \quad (5)$$

$$CI = \frac{\text{Peso do sedimento após centrifugação}}{\text{Peso inicial de EM} \times (100 - IS)} \quad (6)$$

### 3.2.3.6 Obtenção do perfil espectroscópico na região do infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)

Os espectros das formulações foram obtidos conforme metodologia descrita na secção 3.2.1.2. (SAMPAIO et al., 2016).

As análises de FT-IR da lecitina de soja e TWEEN 80<sup>®</sup> foram realizadas no espectrofotômetro equipado com um cristal de diamante de Reflexão Total Atenuada (ATR) por meio de 32 varreduras na faixa de 4000-650  $\text{cm}^{-1}$ , com uma resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$ . A análise foi realizada à temperatura ambiente e os espectros adquiridos foram corrigidos contra o fundo de espectro de ar (COSTA et al., 2014; LUCARINI et al., 2018).

### 3.2.3.7 Obtenção do perfil térmico por termogravimetria (TG)

A curva TG de EB foi obtida conforme metodologia descrita na secção 3.2.1.2.5 (COSTA et al., 2013).

### 3.2.3.8 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Realizou-se a análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC plus-60, Shimadzu) conforme a metodologia escrita na secção 3.2.2.4.

### 3.2.3.9 Potencial Zeta

O tamanho de partícula, a carga elétrica e o índice de polidispersão das três formulações de EM foram determinados pelo potencial zeta, em equipamento Zetasizer, modelo NanoZS (Malvern Instruments, Malvern, UK), utilizando cubetas DTS 1070. Para realizar a análise 100 mg de cada amostra foi solubilizada em 5 mL de água ultrapura e diluídos até 1:100 (v/v).

### 3.2.3.10 Caracterização morfológica das partículas microencapsuladas

Para a caracterização das partículas foi realizada microscopia eletrônica de varredura utilizando microscópio MEV, Modelo Hitachi TM3030PLUS. As

amostras foram montadas em stubs com fita adesiva dupla-face e, as imagens foram obtidas com um aumento de 200 e 300 vezes a 15 kV.

## 4 RESULTADOS

### 4.1 Fase 1: Caracterização físico-química do co-produto processado da extração do óleo essencial de priprioça

#### 4.1.2 DETERMINAÇÃO DE UMIDADE POR BALANÇA DE INFRAVERMELHO DO CO-PRODUTO DA PRIPRIOCA

Os resultados para teor de umidade (Tabela 3) (analisador de umidade por infravermelho) foi de  $5,3 \pm 0,1\%$  estando de acordo com limite de água estabelecido pela Farmacopéia Brasileira V edição (2010), que varia de 6 - 15%. Este resultado é de grande importância para assegurar a estabilidade microbiológica e química do fitoterápico, onde, o teor de umidade acima do especificado facilita a proliferação de fungos e bactérias, além de possíveis degradações de substâncias químicas por processos de hidrólise mesmo em um curto prazo (NUNES, 2009).

**Tabela 4 - Análise do teor de umidade do co-produto processado da priprioça**

Parâmetros	X(%) ± DPR
Teor de umidade %	5,3 ± 0,1

Dados expressos como média da triplicata ± desvio padrão; X = média dos resultados independentes; DPR= desvio padrão relativo; (\*) calculado por diferença.

#### 4.1.2 DETERMINAÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

Através da análise da distribuição granulométrica do co-produto processado da priprioça foi classificado como pó muito grosso segundo Farmacopéia Brasileira V (2010), pois uma grande quantidade de massa (48%) ficou retida no tamis de abertura de malha de 710  $\mu\text{M}$  como está sendo ilustrado conforme a figura 10.

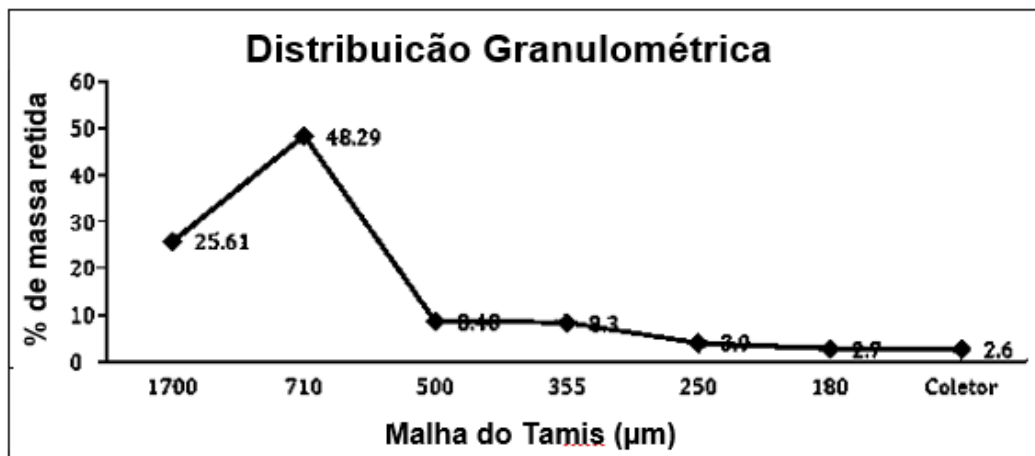


Figura 10 - Distribuição granulométrica do co-produto processado da extração do óleo essencial de priprioca.

Fonte: Autor, 2020.

#### 4.1.3 OBTENÇÃO DO PERFIL ESPECTROSCÓPICO NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADOR DE FOURIER (FT-IR)

Foram obtidos espectros na região do infravermelho para o co-produto processado. Na amostra do co-produto oriundo da extração da priprioca, uma banda de absorção larga em 3404  $\text{cm}^{-1}$  foi atribuída ao estiramento de aminas aromáticas, e a banda de absorção em aproximadamente 2920  $\text{cm}^{-1}$  pode ser relacionada à deformação axial da ligação C-H de aromáticos. Absorção em 1624  $\text{cm}^{-1}$  é referente a estiramento do anel fenila (C-O). A banda de absorção em torno de 1561  $\text{cm}^{-1}$  foi atribuída ao estiramento NO<sub>2</sub>. Já as bandas de absorção em 1255  $\text{cm}^{-1}$  e 1035  $\text{cm}^{-1}$  pode ser relacionada à deformação angular no plano da ligação C-O de ésteres (Figura 11).



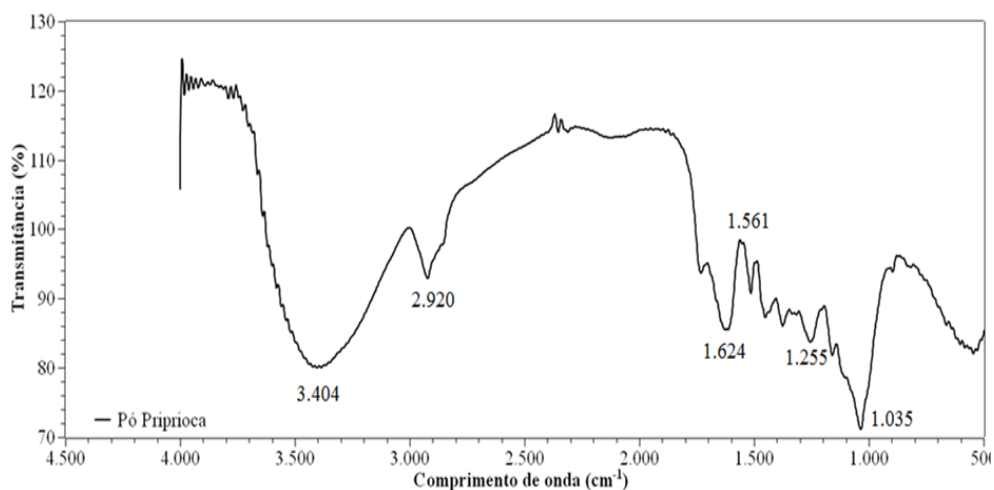


Figura 11 - Espectros na região do Infravermelho do co-produto.  
Fonte: Autor, 2020.

Na Tabela 4 estão apresentadas as bandas de absorção que merecem destaque e seus respectivos tipos de ligação.

**Tabela 5 - Regiões de absorção de ligação das moléculas do co-produto.**

<b>Bandas de absorção(<math>\text{cm}^{-1}</math>)</b>	<b>Tipo de ligação</b>
3.404	NH <sub>2</sub>
2.920	C-H
1.624	C=C
1.561	NO <sub>2</sub>
1.255	C-O
1.035	C-O

#### 4.1.4 OBTENÇÃO DO PERFIL TÉRMICO POR TERMOGRAVIMETRIA (TG/DTG)

O estudo termogravimétrico (TG) apresentado na Figura 12 do pó do co-produto apresentou um comportamento térmico. O vento ocorreu entre 287 e 361° C, apresentando uma termod decomposição de massa de 58,8% (Tabela 5).

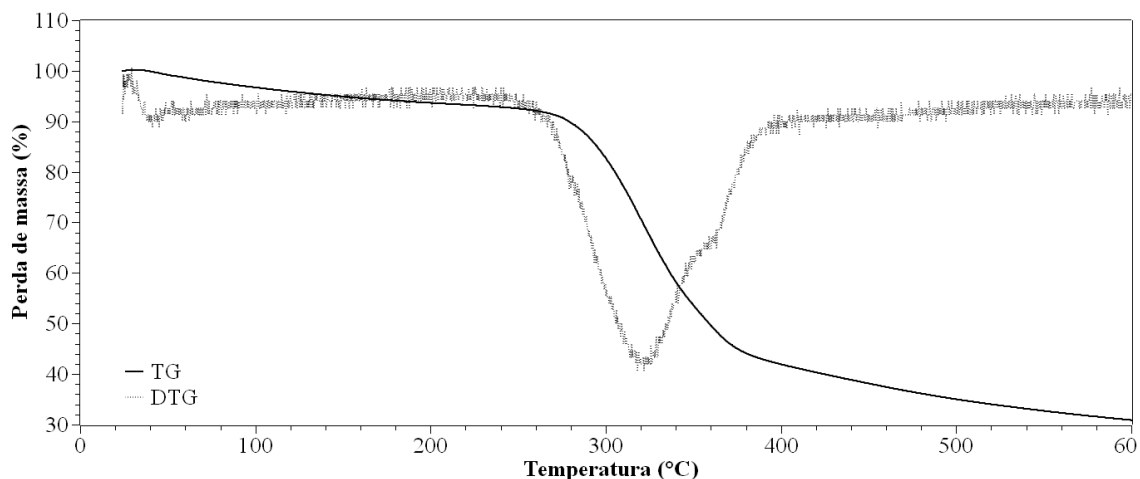


Figura 12 - Curva de TG/DTG do pó do co-produto da priprioca.  
Fonte: Autor, 2020.

**Tabela 6 - Perfil térmico (TG) do co-produto oriundo da extração do óleo essencial da priprioca e do extrato bruto do co-produto.**

AMOSTRA	Eventos	Temperatura on set/°C	Temperatura end set/ °C	Massa perdida (%)	Co-produto (%)
Co-produto	1	287°C	361°C	58,80%	58,80%

## 4.2 Fase 2: Obtenção e caracterização físico-química do extrato hidroalcólico

### 4.2.1 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE, pH, TEOR DE SÓLIDOS, ÍNDICE DE ACIDEZ E ATIVIDADE DE ÁGUA.

A tintura foi adquirida através do processo de percolação utilizando a metodologia da Farmacopeia 1ª edição (1959), onde foi feito os testes de densidade aparente, pH, teor de sólidos e índice de acidez da amostra, apresentados na tabela 6. O valor da densidade aparente encontrado foi de 1,03 g/cm<sup>3</sup>. Neste estudo, o valor de pH encontrado foi 5,23, acidez de 3,5 mg/KOH, teor de sólidos de 13,7 % e atividade de água de 0,37.

**Tabela 7 - Determinação da Densidade aparente, pH, teor de sólidos, índice de acidez e atividade de água do extrato bruto do co-produto da pripioca.**

<b>Parâmetros</b>	<b>X(%) ± DPR</b>
<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	1,03± 00
<b>pH</b>	5,19 ± 0,02
<b>Acidez (mg/KOH)</b>	3,5 ± 0,2
<b>Teor de sólidos (%)</b>	13,7 ± 0,4
<b>Atividade de água (Aw)</b>	0,37±0,0006

Análises realizadas média da triplicata ± desvio padrão; X = média dos resultados independentes; DPR= desvio padrão relativo; (\*) calculado por diferença.

#### 4.2.2 OBTENÇÃO DO PERFIL ESPECTROSCÓPICO NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADOR DE FOURIER (FT-IR)

O espectro de infravermelho do extrato bruto do co-produto da pripioca, foi ressaltada a banda de absorção em aproximadamente  $3305\text{ cm}^{-1}$  referente a vibração do tipo C-H de alcinos. Foi observada banda de absorção em  $1608\text{ cm}^{-1}$  relacionada a vibrações de C=H de aromáticos, absorção em  $1383\text{ cm}^{-1}$  atribuída a  $\text{CH}_3$ , banda de baixa intensidade em  $1229\text{ cm}^{-1}$  indicando intensidade em  $1020$  que pode ser relacionada à ligação de fenóis dados estes apresentados na Figura 13.

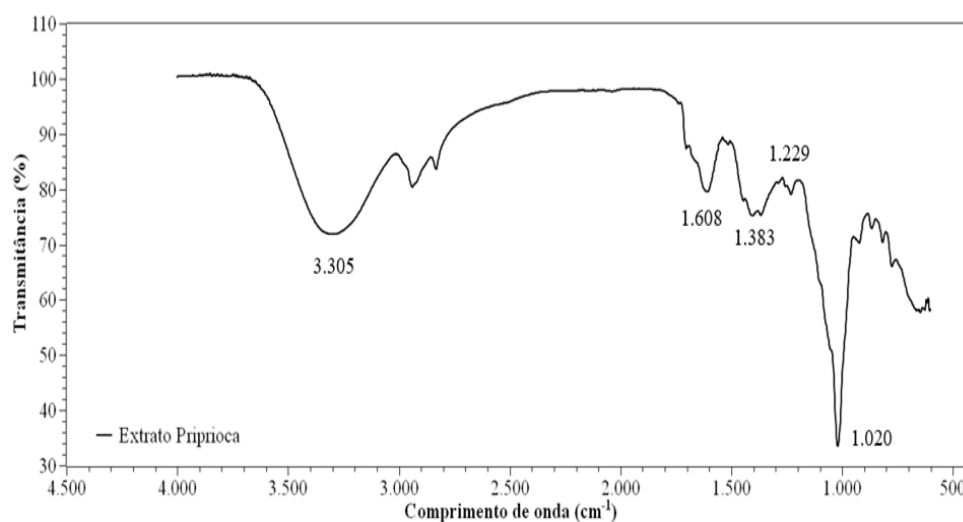


Figura 13 - Espectros na região do Infravermelho do extrato bruto.  
Fonte: Autor, 2020.

Na tabela 7 estão apresentadas as bandas de absorção que merecem destaque, com seus respectivos tipos de ligação.

Tabela 8 - Regiões de absorção de ligação das moléculas do co-produto processado

Bandas de absorção( $\text{cm}^{-1}$ )	Tipo de ligação
3.305	O-H
1.608	C=C
1.383	C-O
1.229	C-O
1.020	C-O

#### 4.2.3 OBTENÇÃO DO PERFIL TÉRMICO POR TERMOGRAVIMETRIA (TG/DTG)

O extrato do brudo da pripioca apresentou a decomposição em duas etapas de termodecomposição (Figura 14 e Tabela 8). A primeira etapa ocorreu no intervalo de temperatura de 128 e 153° C, com uma termodecomposição de massa de 14,3%. A segunda etapa ocorreu no intervalo de temperatura de 196 a 223° C, com uma termodecomposição de massa de 29,4%, podendo ser visualizadas nas curvas DTG.

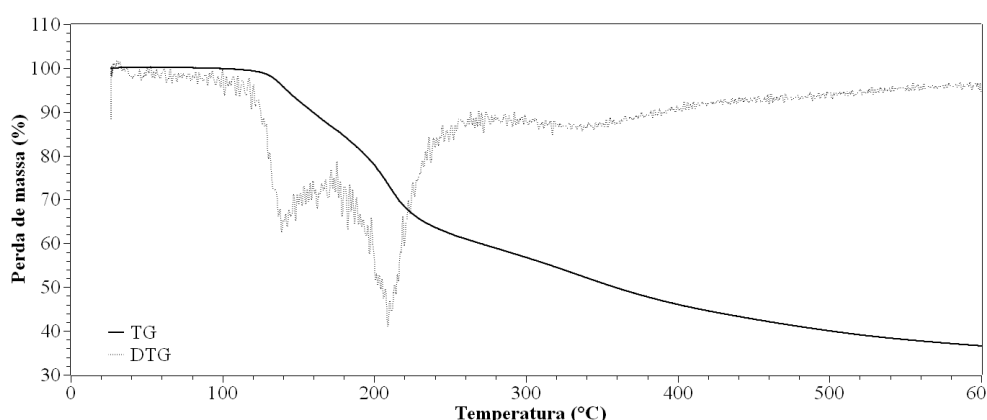


Figura 14 - Curva de TG/DTG do extrato bruto do co-produto da pripioca.  
Fonte: Autor, 2020.

Na tabela 8 estão apresentados os eventos térmicos do co-produto oriundo da extração da pripioca e do extrato bruto do co-produto e suas respectivas perdas de massa e percentual de resíduo final.

**Tabela 9 - Perfil térmico (TG) do co-produto oriundo da extração do óleo essencial da pripioca e do extrato bruto do co-produto.**

AMOSTRA	Eventos	Temperatura on set/°C	Temperatura end set/ °C	Massa perdida (%)	Resíduo (%)
Extrato co-produto	1	128 °C	153°C	14,30%	56,30%
	2	196°C	223°C	29,40%	

#### 4.2.4 CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

Nas Figuras 15 está representado o termograma resultante do DSC para o extrato bruto da pripioca e na Tabela 9.

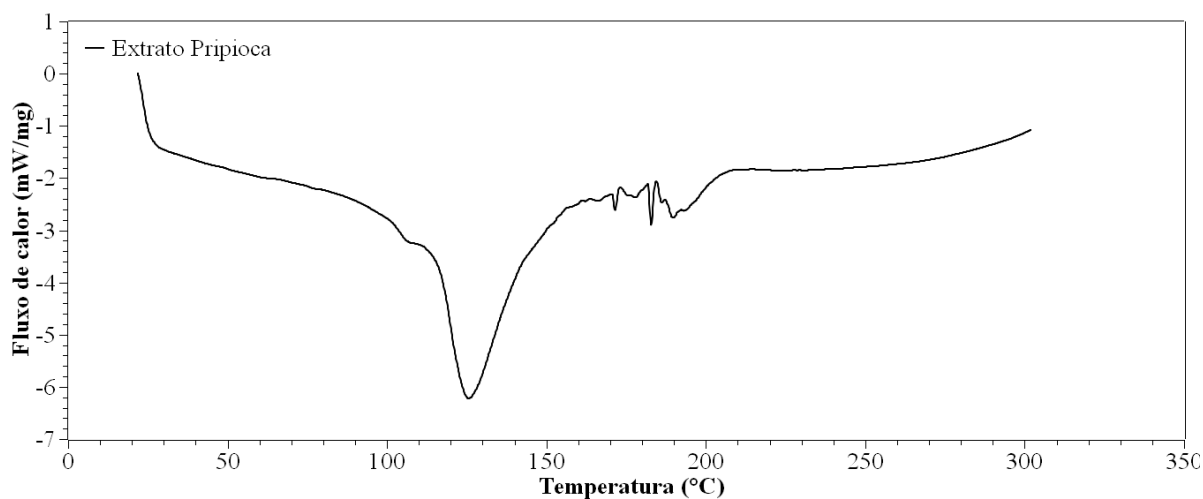


Figura 15 - Curvas DSC do extrato bruto da pripioca.  
Fonte: Autor, 2020.

Na Tabela 9 o estão representadas as entalpias de fusão do extrato bruto ( $\Delta H_f/g$ ) e temperaturas referentes aos eventos ( $^{\circ}C$ ).

**Tabela 10 - Entalpias de fusão do extrato bruto ( $\Delta H$ /g) e temperaturas referentes aos eventos ( $^{\circ}\text{C}$ ).**

<b>Amostra</b>	<b>Eventos</b>	<b>Temperatura on set/<math>^{\circ}\text{C}</math></b>	<b>Temperatura end set/<math>^{\circ}\text{C}</math></b>	<b>Varição de entalpia (<math>\Delta H</math> J/g)</b>
<b>Extrato</b>	1	114,11	144,60	-169,39
<b>Bruto</b>	2	181,87	184,54	-5,42

### **4.3 Determinação do perfil químico do extrato bruto**

Das classes de metabólitos testadas apenas cinco foram detectadas no extrato etanólico. O resultado é mostrado no quadro1 abaixo.

<b>Classe de Metabólitos</b>	<b>Resultados</b>	
Saponinas	+	
Ácidos orgânicos	-	
Esteroides e tripterpenos	-	
Azulenos	-	
Glicosídeos cardíacos	-	
Flavonóides	+	
Carotenoides	-	
Derivados de Benzoquinonas, Naftoquinonas e Fenantraquinonas.	-	
Sesquiterpenolactonas	-	
Purinas	-	
Alcalóides {	Dragendorff	+
	Bouchardat	+
	Mayer	+
Depsídios e depsidonas	+	
Açúcares redutores	+	
Polissacarídeos	-	
Fenóis e taninos	+ (taninos catéquicos)	
Proteínas e Aminoácidos	-	
Derivado da cumarina	-	
Antraquinonas	-	
Catequinas	-	

Quadro 1 - Resultado da prospecção fitoquímica do extrato bruto.

#### 4.3.2 CARACTERIZAÇÃO PERFIL QUÍMICO POR CG-EM

A caracterização química do extrato bruto da extração do co-produto da priprioca foi realizada após sua derivatização.

O perfil cromatográfico mostrou que os componentes presentes no extrato bruto da priprioca são principalmente undecano (3,06%),  $\alpha$ -copaeno (0,37%),  $\alpha$ -calacoreno (0,26%) e corimbolona (0,26%). Os componentes majoritários identificados estão relacionados na Tabela 10.

Tabela 11 - Composição química do extrato bruto do co-produto da pripricoa.

tR (min)	Identificação	Massa	% rel.
5,768	Undecano	246	3,06%
14,008	$\alpha$ -copaeno	302	0,37%
14,158	$\alpha$ -calacoreno	285	0,26%
16,680	7-isopropenil-1,4	305	3,89%
16,990	Octadecano	285	1,22%
18,015	Corimbolona	287	0,26%
18,897	Hexadecano	327	11,35%
22,177	9-octadecano	352	10,64%

Nas figuras abaixo estão os espectros de massa correspondentes aos compostos marjoritários.

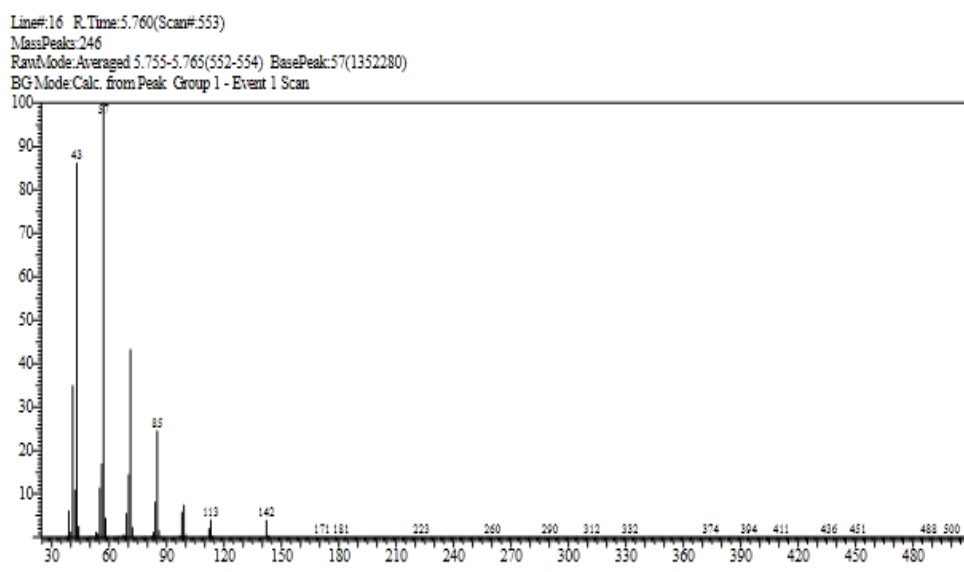


Figura 16 - Espectro de massa da substância Undecano.

Fonte: Autor, 2020.



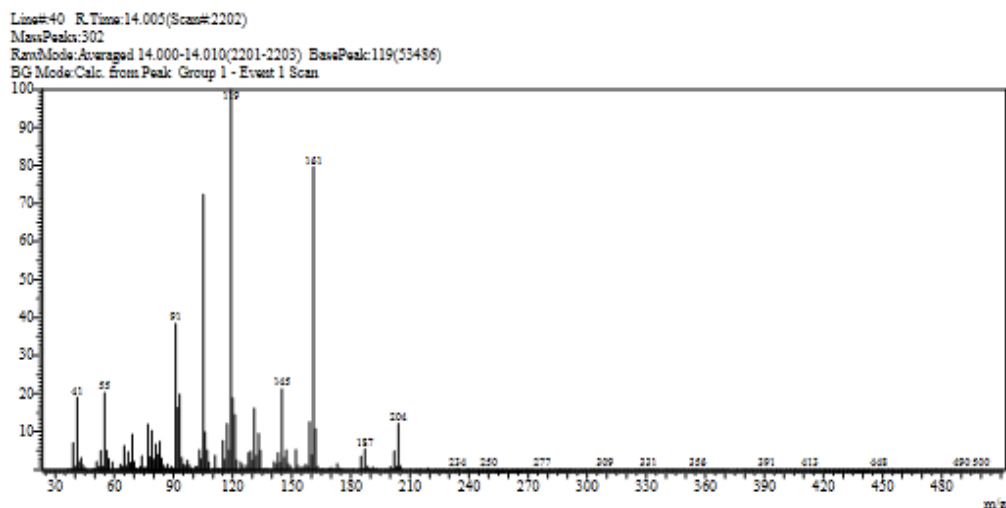


Figura 17 - Espectro de massa da substancia  $\alpha$ -copaeno.  
 Fonte: Autor, 2020.

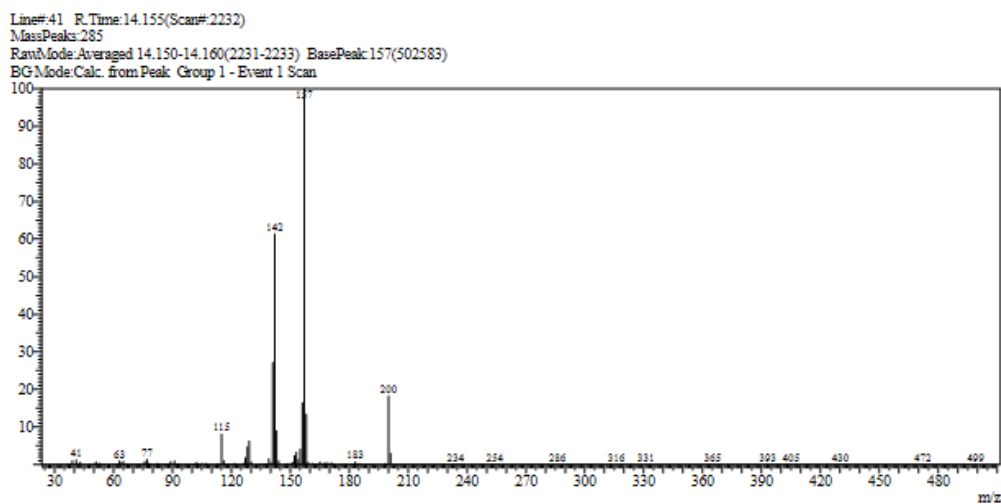


Figura 18 - Espectro de massa da substancia  $\alpha$ -calacoreno.  
 Fonte: Autor, 2020.

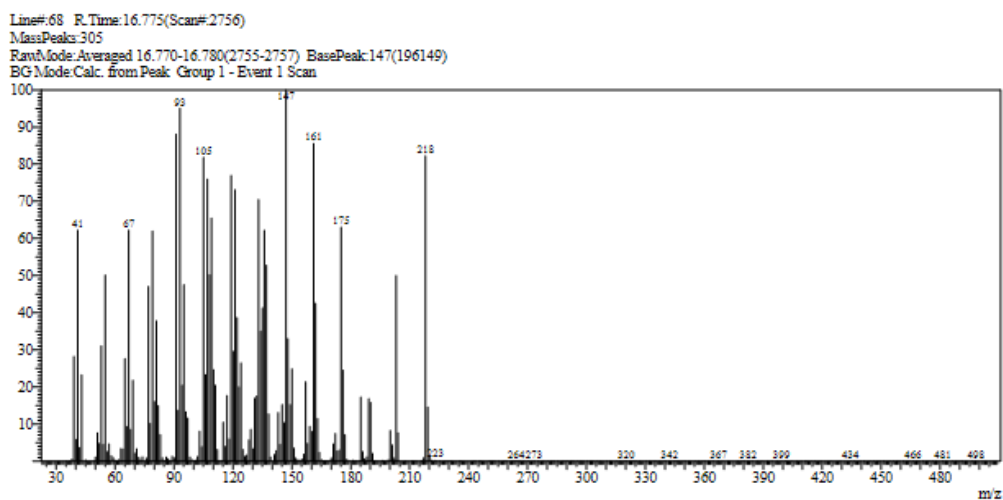


Figura 5 - Espectro de massa da substancia 7-isopropenil-1,4.  
 Fonte: Autor, 2020.

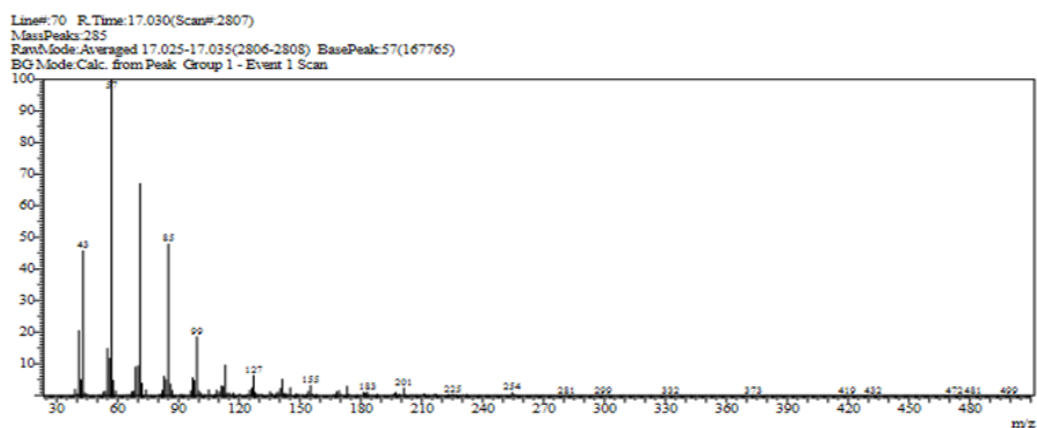


Figura 20- Espectro de massa da substancia Octadecano.  
 Fonte: Autor, 2020.

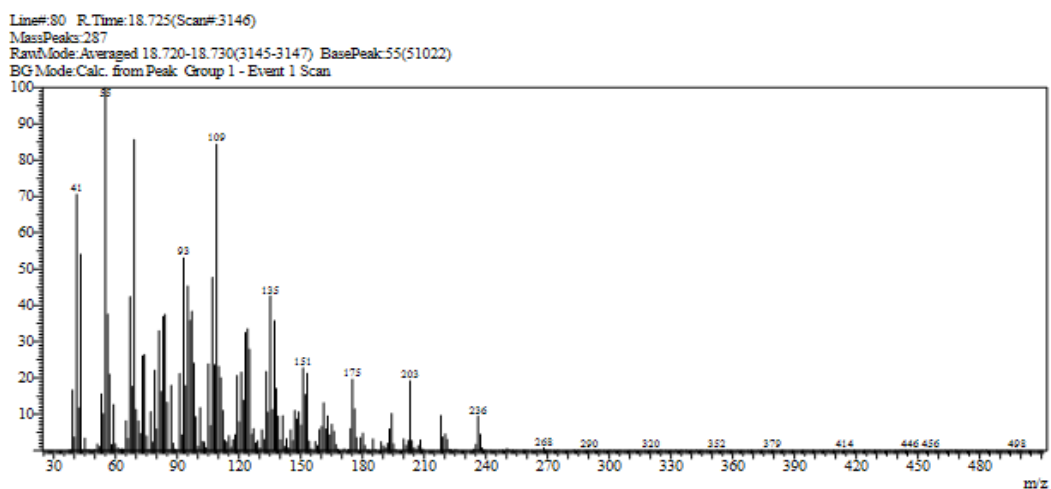


Figura 21 - Espectro de massa da substancia Corimbolona.  
 Fonte: Autor, 2020.

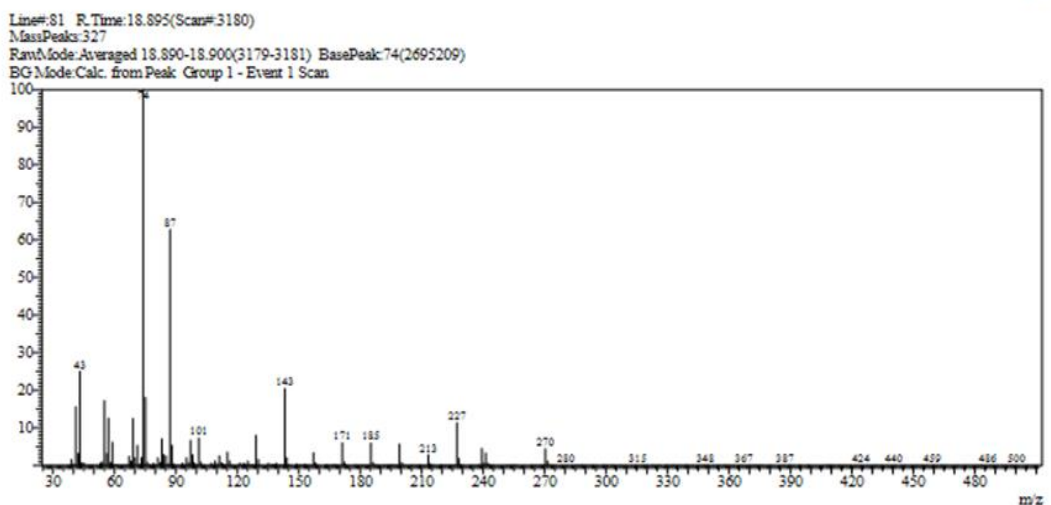


Figura 22 - Espectro de massa da substancia Hexadecano.  
 Fonte: Autor, 2020.

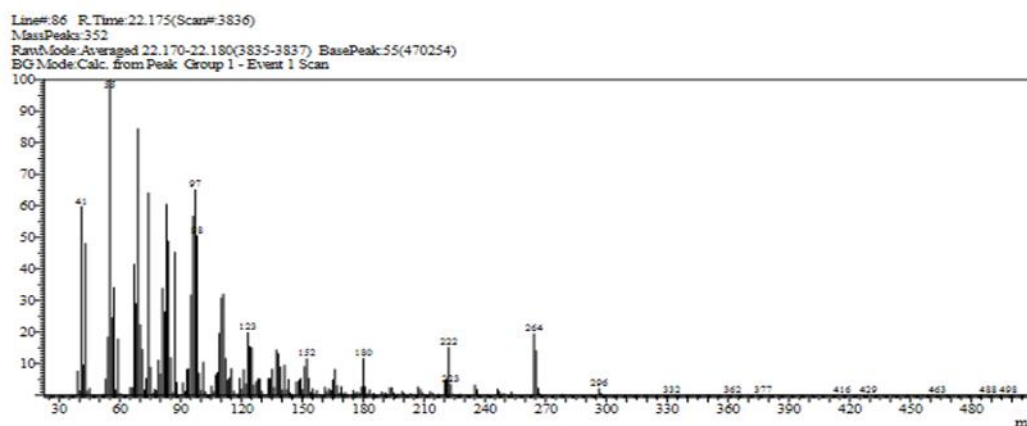


Figura 23 - Espectro de massa da substância 9-octadecano.  
 Fonte: Autor, 2020.

#### 4.2.4 CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ALTA EFICIÊNCIA (HPLC)

O extrato bruto foi caracterizado por HPLC-DAD. Observam-se compostos nos tempos de retenção de 15 min, 25 min, 35 min e 45 min, apontados na Figura 24.

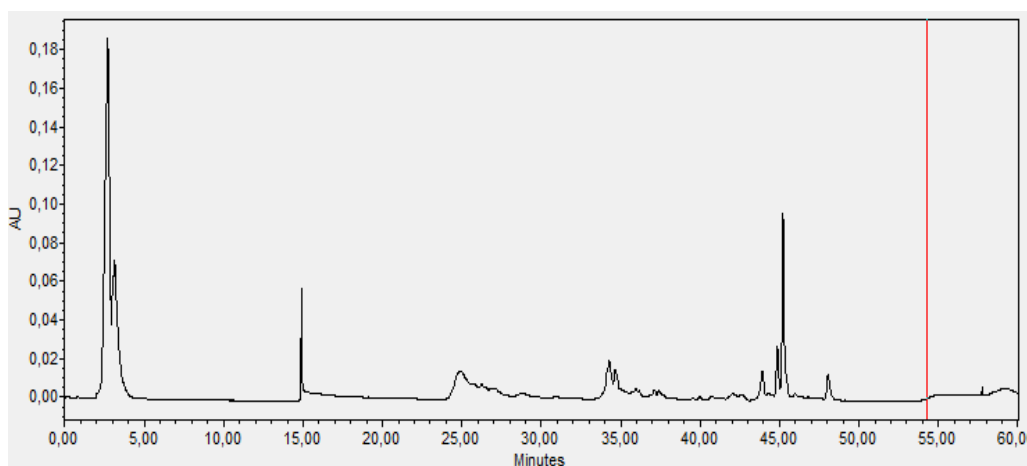


Figura 24 - Cromatograma HPLC obtido para o extrato bruto (254 nm).  
 Fonte: Autor, 2020.

### 4.4 Fase 3: obtenção e caracterização físico-química dos extratos microencapsulados (EM)

#### 4.4.1 RENDIMENTO DE SECAGEM E RENDIMENTO DE SECAGEM

Após o processo de microencapsulação foram avaliadas as formulações quanto ao rendimento de secagem. Os resultados estão apresentados na Tabela 11.

**Tabela 12 - Rendimento de secagem das formulações obtidas.**

<b>Formulações</b>	<b>Rendimento de secagem (%)</b>
<b>F1</b>	1,28 ± 0,12
<b>F2</b>	0,47 ± 0,4
<b>F3</b>	0,47 ± 0,13
<b>F4</b>	0,73 ± 0,10
<b>F5</b>	0,94 ± 0,4

#### 4.4.2 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE UMIDADE, ATIVIDADE DE ÁGUA (AW), ÍNDICE DE SOLUBILIDADE E CAPACIDADE DE INTUMESCIMENTO

As cinco formulações foram analisadas quanto o teor de umidade por balança de infravermelho, atividade de água (Aw), e quanto suas propriedades de reidratação pelo índice de solubilidade em água e capacidade de intumescimento.

Os resultados encontrados estão apresentados na Tabela12.

**Tabela 13 - Determinação do teor de umidade, atividade de água, índice de solubilidade e capacidade de intumescimento das formulações.**

<b>Amostra</b>	<b>Teor de umidade (%)</b>	<b>Atividade de água (-)</b>	<b>Índice de solubilidade (%)</b>	<b>Capacidade de intumescimento (g/g)</b>
<b>F1</b>	5,16 ± 0,058	0,29±0,003	99,3±1,15	0,05±0,006
<b>F2</b>	5,07 ± 0,230	0,32±0,002	90±0,00	0,07±0,006
<b>F3</b>	5,37 ± 0,058	0,29±0,003	90±0,00	0,07±0,00
<b>F4</b>	4,83 ± 0,288	0,37±0,001	98,3±2,88	0,07±0,005
<b>F5</b>	5,47±0,0288	0,32±0,001	90±0,00	0,07±0,00

#### 4.4.3 OBTENÇÃO DO PERFIL ESPECTROSCÓPICO NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FT-IR)

Foram obtidos espectros na região do infravermelho dos tensoativos lecitina de soja, Tween 80, maltodextrina, goma arábica e os extratos microencapsuladas.

O espectro de infravermelho da lecitina de soja foi ressaltado banda de absorção em aproximadamente 2852 e 2924 relacionada à ligação de C-H alifáticos de ésteres ou álcoois. Além disso, apresentou banda de alta intensidade em  $1744\text{ cm}^{-1}$  indicando ligações de C=O de ésteres, banda de absorção em  $1458\text{ cm}^{-1}$ , atribuída a  $\text{CH}_2$ , banda de absorção em  $1158\text{ cm}^{-1}$  relacionada a vibrações de C-N de alifáticos e, por fim, banda de absorção em aproximadamente em  $718,9\text{ cm}^{-1}$  referente a vibração do tipo C-X (X-halogênio).

No espectro de infravermelho do tween 80 foi ressaltada banda de absorção em aproximadamente em  $2856\text{ cm}^{-1}$  e  $2920\text{ cm}^{-1}$  atribuída a C-H alifáticos, a banda de baixa intensidade absorção em  $1737\text{ cm}^{-1}$  relacionada a vibrações de C=O de aldeídos, a banda em  $1458\text{ cm}^{-1}$  relacionada à ligação de  $\text{CH}_2$  alifáticos de ésteres ou álcoois. Apresentou banda de alta intensidade em  $1094\text{ cm}^{-1}$  indicando ligações de C-O de álcoois e fenóis. Foi observada banda de baixa intensidade absorção em  $943,6\text{ cm}^{-1}$  relacionada a vibrações de  $\text{R}_2\text{C}=\text{CH}_2$ . Banda de absorção em aproximadamente em  $843,5\text{ cm}^{-1}$  referente a vibração do tipo  $\text{R}_2\text{C}=\text{CH}_2$ .

Nos espectros de infravermelho da maltodextrina foi observado banda de absorção em  $3386\text{ cm}^{-1}$  referente à vibração de grupos hidroxilas, a banda de alta intensidade com absorção em  $2996\text{ cm}^{-1}$  relacionada a vibrações de C-H alifático. Absorção em  $2358\text{ cm}^{-1}$  também foi observada referente a ligação de O-H quelato, banda de absorção em  $1569\text{ cm}^{-1}$  referentes a ligação de C-OH e banda de absorção em  $1244\text{ cm}^{-1}$  referente a ligação de C-O ésteres. Foi observada banda de absorção em  $876\text{ cm}^{-1}$  referente a ligação de  $\text{R}_2\text{C}=\text{CH}_2$  e por fim, foi observado banda de absorção de baixa intensidade em  $456\text{ cm}^{-1}$  referente a ligação de C-X (X= halogênio).

Os espectros do infravermelho da goma arábica foi observado banda de absorção de alta intensidade de  $3375\text{ cm}^{-1}$  referente a ligação de OH,

banda de absorção de alta intensidade de  $2953\text{ cm}^{-1}$  referente a ligação de C-H alifático e banda de absorção em  $2347\text{ cm}^{-1}$  referente à ligação de OH (quelato). Foi observado banda de absorção fraca em  $1731\text{ cm}^{-1}$  referente à ligação de C=O de ácido carboxílico, banda de absorção de  $1536\text{ cm}^{-1}$  referente a ligação de C-H, banda de absorção em  $1276\text{ cm}^{-1}$  referente a ligações de C-O ésteres. Também foi observado banda de absorção em  $854,6\text{ cm}^{-1}$  referente à ligação de  $\text{R}_2\text{C}=\text{CH}_2$ .

Os espectros de infravermelho e a tabela com as bandas de absorção que merecem destaque, com seus respectivos tipos de ligação da maltodextrina, goma arábica, tween 80 e lecitina de soja estão apresentados na figura 25 e tabela 13.

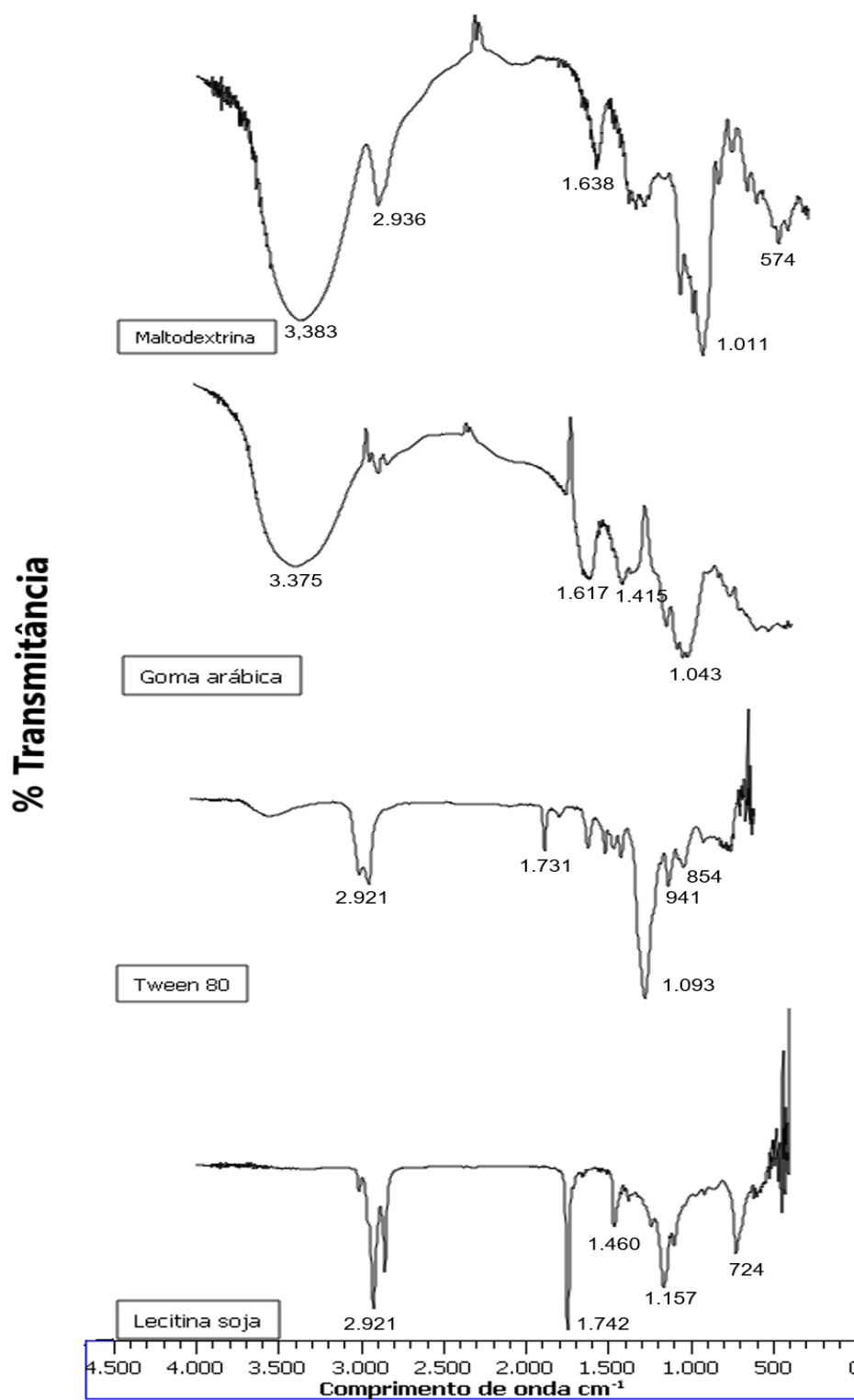


Figura 25 - Espectros na região do Infravermelho da maltodextrina, goma arábica, tween 80 e lecitina de soja.  
Fonte: Autor, 2020.

Tabela 14 - Regiões de absorção de ligação das moléculas de lecitina de soja, tween 80, maltodextrina e goma arábica.

Tipo de ligação	Lecitina de soja	Tipo de ligação	Tween 80	Tipo de ligação	Tipo de ligação	Maltodextrina	Tipo de ligação	Goma arábica
C-X (X= halogênio)	718,9 cm <sup>-1</sup>	C-X (X= halogênio)	843,5 cm <sup>-1</sup>	R <sub>2</sub> C=CH <sub>2</sub>	3386	Grupos hidroxilas	3345 cm <sup>-1</sup>	OH
C-Br		C-C						
C-O de alcoóis e fenóis	1158 cm <sup>-1</sup>	C-N de alifáticos	943,6 cm <sup>-1</sup>	RCH=CH <sub>2</sub>	2996	C-H alifáticos	2953 cm <sup>-1</sup>	C-H alifático
C-N de alifáticos	1458 cm <sup>-1</sup>	CH <sub>2</sub>	1458 cm <sup>-1</sup>	CH <sub>2</sub>	2358	O-H (quelato)	2347 cm <sup>-1</sup>	OH(quelato)
C=O de ésteres	1744 cm <sup>-1</sup>	C=O de ésteres	1737 cm <sup>-1</sup>	C=O de aldeídos	1569	C-OH	1731 cm <sup>-1</sup>	C=O de ác. carboxílico
C-H difáticos	2852 cm <sup>-1</sup>	C-H alifáticos	2856 cm <sup>-1</sup>	C-H alifáticos	1244 cm <sup>-1</sup>	C-O esterres	1536 cm <sup>-1</sup>	C-H
C-H de alifáticos	2924 cm <sup>-1</sup>	C-H alifáticos	2920 cm <sup>-1</sup>	C-H alifáticos	876 cm <sup>-1</sup>	R <sub>2</sub> C=CH <sub>2</sub>	1276 cm <sup>-1</sup>	C-O ésteres
N-H	3010 cm <sup>-1</sup>		1094 cm <sup>-1</sup>	C-O de álcoois e fenóis	465 cm <sup>-1</sup>	C-X (X=halogênio)	854,6 cm <sup>-1</sup>	R <sub>2</sub> C=CH <sub>2</sub>



Os espectros da região do IV para os extratos microencapsulados F1, F2, F3, F4 e F5 apresentaram bandas na região de intervalo entre 3378 e 3417  $\text{cm}^{-1}$  característica de ligações N-H. Bandas de absorção forte no intervalo de 2852 e 2930  $\text{cm}^{-1}$  características de ligações de C-H alifáticos, bandas de absorção fraca na região de 2362  $\text{cm}^{-1}$  na formulação F2 apresenta característica de  $\text{C} \equiv \text{C}$ . Nota-se também na região dos intervalos de 1740 e 1745  $\text{cm}^{-1}$  característica de C=O de ésteres, bandas de absorção foram identificadas na região do IV nos intervalos entre 1147 e 1158  $\text{cm}^{-1}$  característica de substância da classe do C-N e alifáticos. Bandas de absorção forte foram observadas na região de intervalo entre 1026 e 1083  $\text{cm}^{-1}$  característica de vibração de C-O de álcoois e fenóis e bandas de absorção forte e larga na região no intervalo entre 614,4 e 573,6  $\text{cm}^{-1}$  característica de vibração de C-X (X=halogênios).

Os espectros de infravermelho com as bandas de absorção que merecem destaque, com seus respectivos tipos de ligação das formulações F1, F2, F3, F4 e F5 estão apresentadas na Figura 26 e Tabela 14.

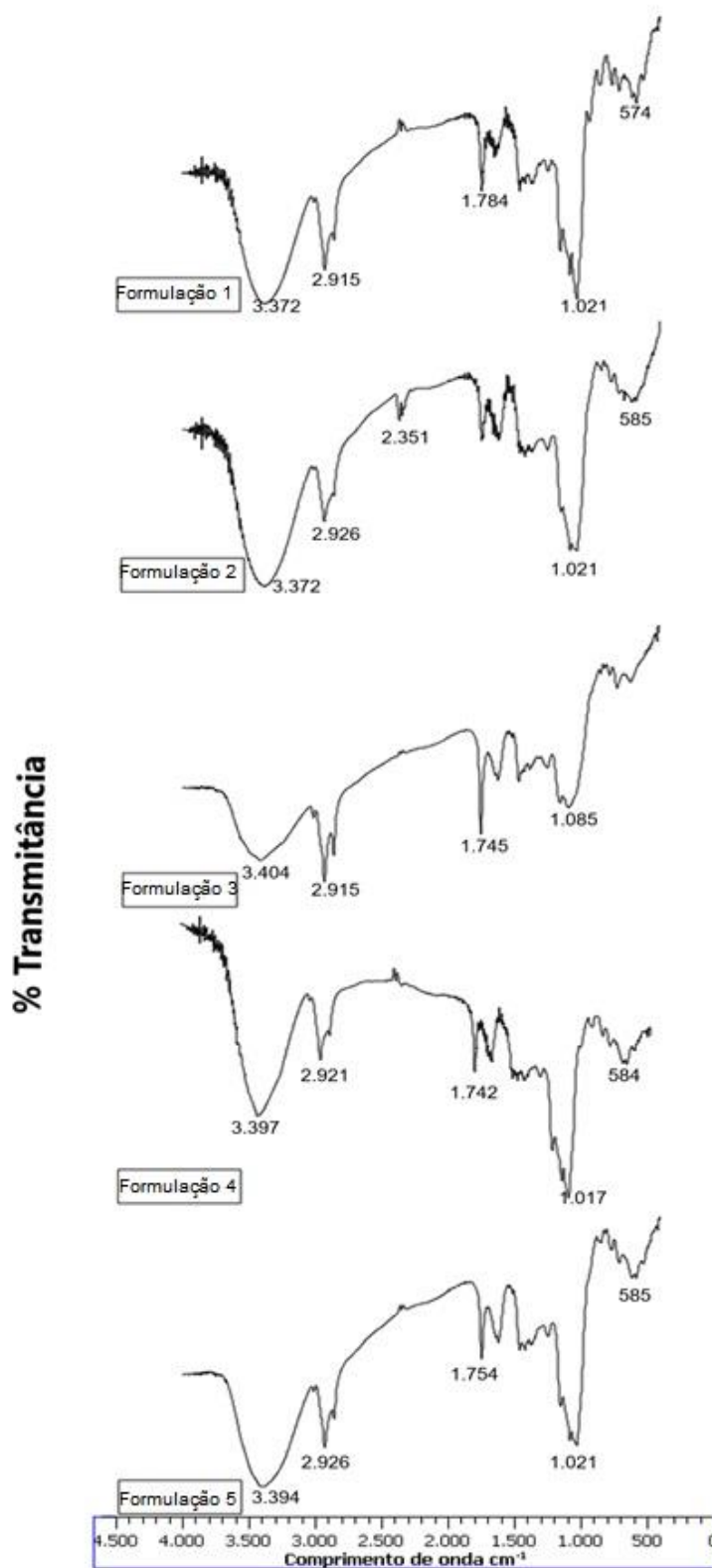


Figura 26 - Espectros na região do Infravermelho das formulações F1, F2, F3, F4 e F5.  
Fonte: Autor, 2020.

Tabela 15 - Regiões de absorção de ligação das moléculas das formulações F1, F2, F3, F4 e F5.

Amostra F1	Tipo de ligação	Amostra F2	Tipo de ligação	Amostra F3	Tipo de ligação	Amostra F4	Tipo de ligação	Amostra F5
573,6 cm <sup>-1</sup> <sub>1</sub>	C-X (X)=halogênio C-Br	578,9 cm <sup>-1</sup> <sub>1</sub>	C-X (X+ halogênio)	614,4 cm <sup>-1</sup> <sub>1</sub>	C-X (X= halogênio) C-C	575,5 cm <sup>-1</sup> <sub>1</sub>	C-X (X= halogênio) C-Br	578,9 cm <sup>-1</sup> <sub>1</sub>
1027 cm <sup>-1</sup>	C-O de alcoóis e fenóis	1080 cm <sup>-1</sup>	C-O de alcoóis e fenóis	1083 cm <sup>-1</sup>	C-O de alcoóis e fenóis	1029 cm <sup>-1</sup>	C-O de alcoóis e fenóis	1026 cm <sup>-1</sup>
1151 cm <sup>-1</sup>	C-N de alifáticos	1147 cm <sup>-1</sup>	C-N de alifáticos	1147 cm <sup>-1</sup>	C-N de alifáticos	1151 cm <sup>-1</sup>	C-N de alifáticos	1147 cm <sup>-1</sup>
1745 cm <sup>-1</sup>	C-O de ésteres	1740 cm <sup>-1</sup>	C=O de ésteres	1744 cm <sup>-1</sup>	C=O de ésteres	1744 cm <sup>-1</sup>	C=O de ésteres	1744 cm <sup>-1</sup>
2924 cm <sup>-1</sup>	C-H alifáticos	2362 cm <sup>-1</sup>	C tripla C	2852 cm <sup>-1</sup>	C-H alifáticos	2856 cm <sup>-1</sup>	C-H alifáticos	2856 cm <sup>-1</sup>
3378 cm <sup>-1</sup>	N-H	2930 cm <sup>-1</sup>	CH alifáticos	578,9 cm <sup>-1</sup> <sub>1</sub>	C-X (X= halogênio) C-Br	2927 cm <sup>-1</sup>	C-H alifáticos	2927 cm <sup>-1</sup>
				3413 cm <sup>-1</sup>	N-H	3417 cm <sup>-1</sup>	N-H	3410 cm <sup>-1</sup>

#### 4.4.4 OBTENÇÃO DO COMPORTAMENTO TÉRMICO POR TERMOGRAVIMETRIA (TG/DTG)

As curvas TG de das formulações estão apresentados nas Figuras 27, 28, 29, 30, 31 e Tabela 15. A curva TG das formulações F1, F2, F4 e F5 apresentaram quatro eventos de perda de massa e a formulação F3 apresentou três eventos. O primeiro evento em F1 ocorreu no intervalo na faixa de 65-65°C com perda de massa de 2,79%, em F2 ocorreu no intervalo na faixa de 18,10-40,02°C com perda de massa de 13,7%, em F3 ocorreu no intervalo na faixa de 300,14-337,55°C com perda de massa de 45,60%, em F4 ocorreu no intervalo na faixa de 215,95-282,22°C com perda de massa de 19,84% e em F5 ocorreu no intervalo na faixa de 38,99-61,26° C com perda de massa de 21,87%.

O segundo evento em F1 ocorreu no intervalo na faixa de 236-282,76°C com perda de massa de 13,77%, F2 ocorreu no intervalo na faixa de 255,31-268,10°C com perda de massa de 23,68%, F3 ocorreu no intervalo na faixa de 400,02-454,90° C com perda de massa de 31,45%, F4 ocorreu no intervalo na faixa de 304,23-373,57° C com perda de massa de 29,89% e F5 ocorreu no intervalo na faixa de 275,20-368,24 °C com perda de massa de 63,56 %,

O terceiro evento em F1 ocorreu no intervalo na faixa de 298,65-350,74° C com perda de massa de 41,91%, F2 ocorreu no intervalo na faixa de 314,41-367,56° C com perda de massa de 45,60%, F3 ocorreu no intervalo na faixa de 420,60-452,60° C com perda de massa de 32,70%, F4 ocorreu no intervalo na faixa de 318,54-438,31°C com perda de massa de 21,87% e F5 ocorreu no intervalo na faixa de 279,46- 328,88°C com perda de massa de 37,83%.

O quarto evento ocorreu apenas nas amostras F1, F2 e F5. Em F1 ocorreu no intervalo na faixa de 389,33-440,27° C com perda de massa de 12,60%, F2 ocorreu no intervalo na faixa de 347,01-438,73° C com perda de massa de 13,30%, e F5 ocorreu no intervalo na faixa de 331,00-381,66°C com perda de massa de 25,49%.

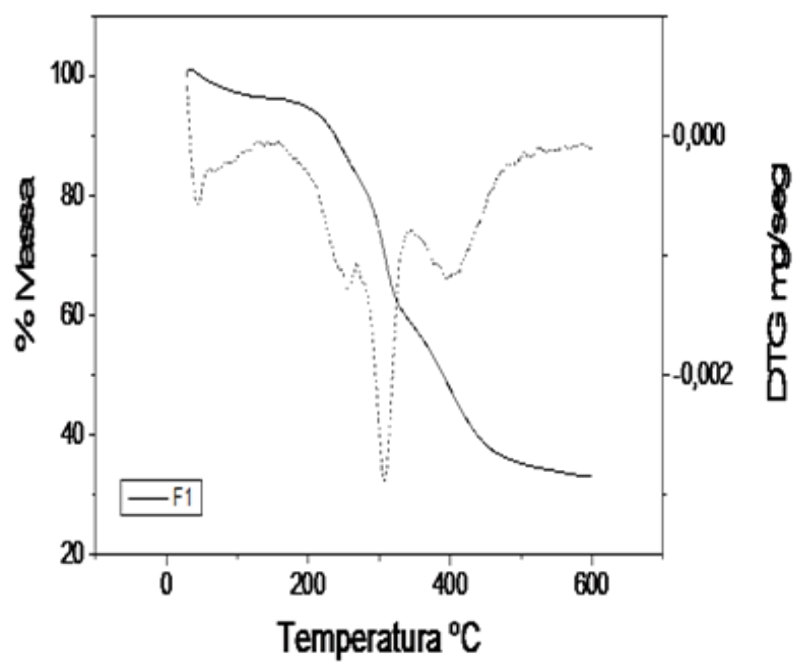


Figura 67 - Curva TG de formulações F1  
Fonte: Autor, 2020.

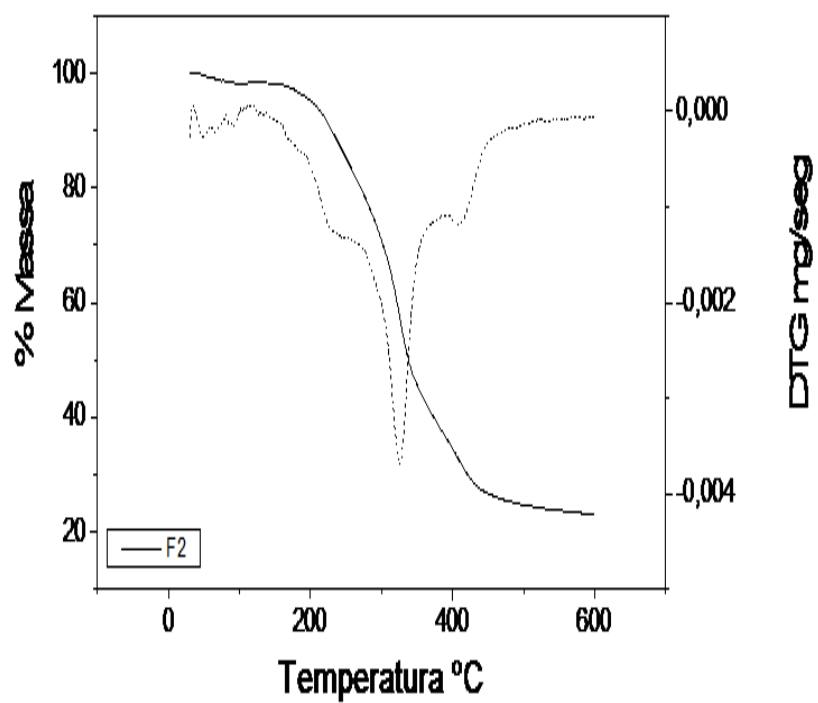


Figura 28 - Curva TG de formulações F2  
Fonte: Autor, 2020.

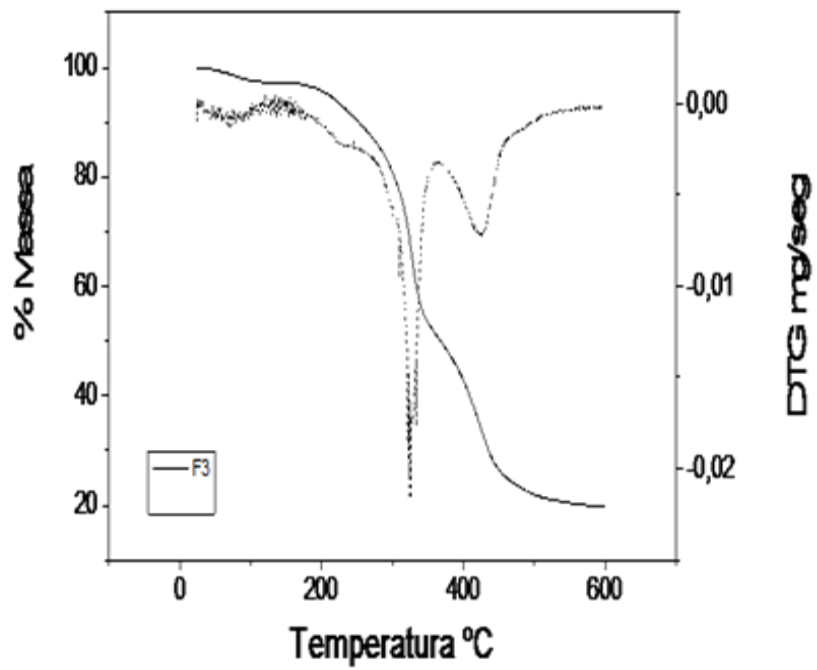


Figura 29 - Curva TG de formulações F3  
Fonte: Autor, 2020.

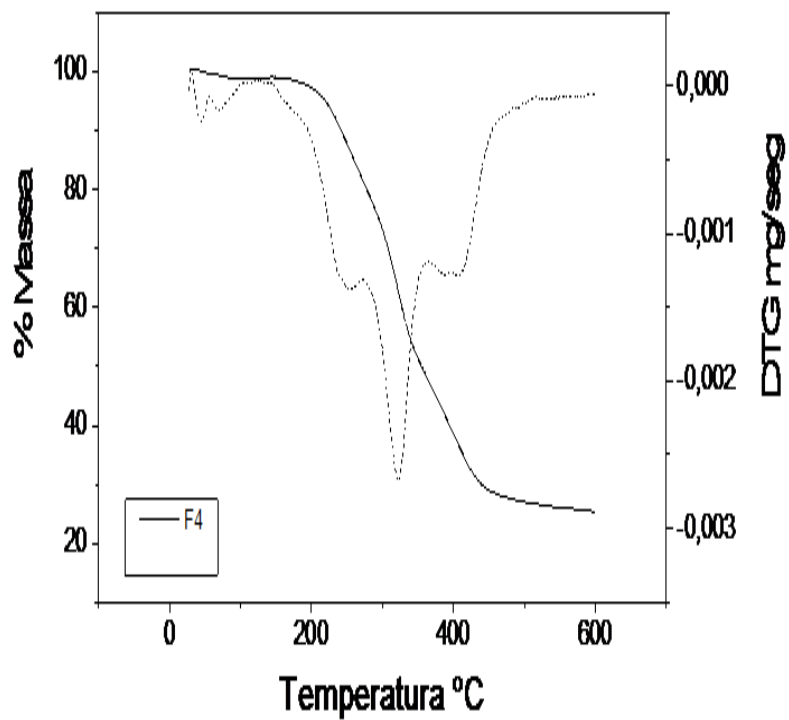


Figura 70 - Curva TG de formulações F4  
Fonte: Autor, 2020.

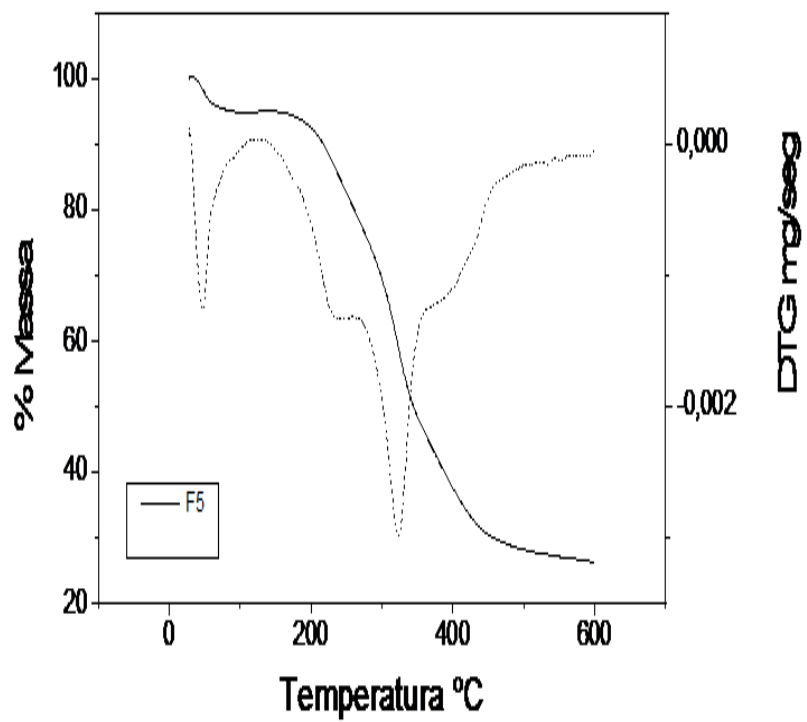


Figura 81 - Curva TG de formulações F5  
Fonte: Autor, 2020.

Na Tabela 15 estão apresentados os eventos térmicos das formulações com suas respectivas perdas de massa e percentual de resíduo final.

**Tabela 16 - Comportamento térmico das formulações F1, F2, F3, F4 e F5.**

<b>Amostra</b>	<b>Eventos</b>	<b>Temperatura on set/°C</b>	<b>Temperatura end set/ °C</b>	<b>Massa perdida (%)</b>	<b>Resíduo (%)</b>
<b>F1</b>	1	65,65	73,31	2,79	28,93
	2	236,66	282,76	13,77	
	3	298,65	350,74	41,91	
	4	389,33	440,27	12,60	
<b>F2</b>	1	18,10	40,02	1,27	16,15
	2	255,31	268,10	23,68	
	3	314,41	367,56	45,60	
	4	347,01	438,73	13,30	
<b>F3</b>	1	300,14	337,55	5,78	32,07
	2	400,02	454,90	31,45	
	3	420,60	452,60	30,70	
<b>F4</b>	1	215,95	282,22	9,84	28,40
	2	304,23	373,57	29,89	
	3	318,54	438,31	21,87	
<b>F5</b>	1	38,99	61,26	21,87	38,25
	2	275,20	368,24	6,56	
	3	279,46	328,88	7,83	
	4	331,00	381,66	25,49	

#### 4.4.5 OBTENÇÃO DO COMPORTAMENTO CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

As curvas DSC da maltodextrina e goma arábica estão apresentadas na figura 32 e na Tabela 16 estão descritas as temperaturas e entalpias de fusão.



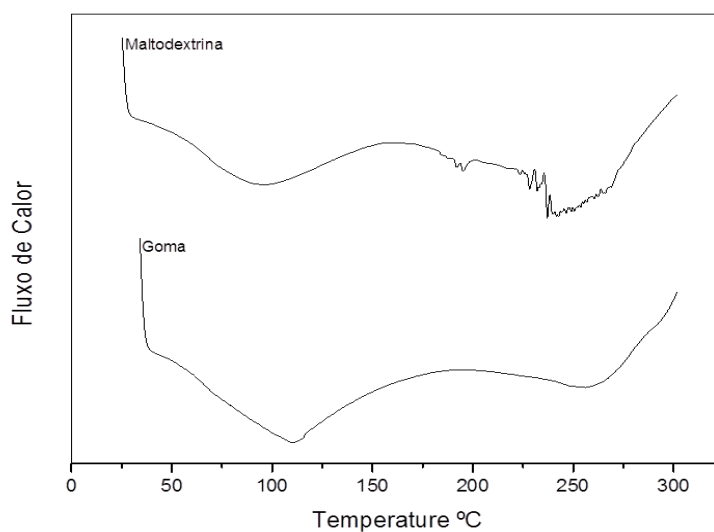


Figura 32 - Curvas DSC da Maltodextrina e goma arábica.

Fonte: Autor, 2020.

Tabela 17 - Entalpias de fusão da maltodextrina e goma arábica ( $\Delta HJ/g$ ) e temperaturas referentes aos eventos ( $^{\circ}C$ ).

Amostra	Eventos	Temperatura on set/ $^{\circ}C$	Temperatura end set/ $^{\circ}C$	Varição de entalpia ( $\Delta HJ/g$ )
<b>GOMA</b>	1	39,05	132,90	-282,79
	2	222,23	300,56	-178,25
<b>MALTODEXTRINA</b>	1	143,68	207,81	-144,26
	2	146,33	235,64	-125,19
	3	188,45	198,03	-0,03

As curvas DSC das formulações e as temperaturas de entalpias de fusão estão apresentadas na figura 33 e na Tabela 17.

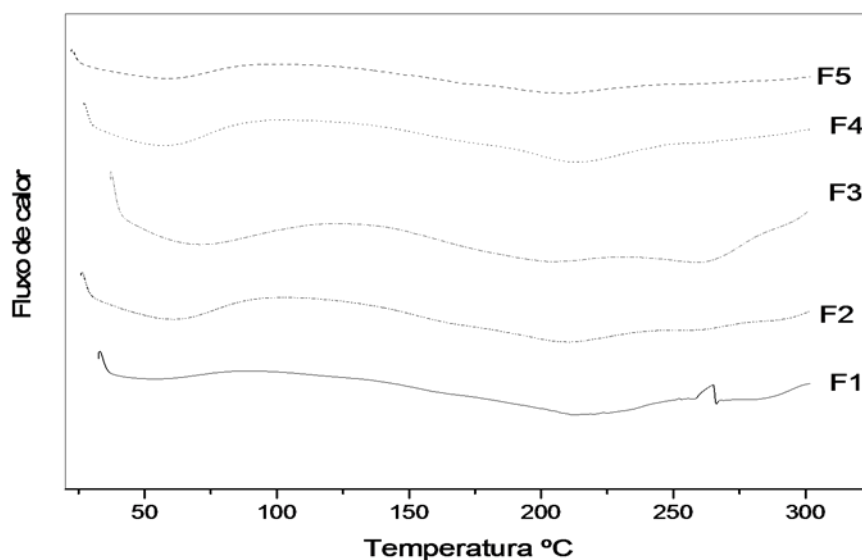


Figura 93 - Curvas DSC das formulações F1, F2, F3, F4 e F5.  
Fonte: Autor, 2020.

Tabela 18 - Entalpias de fusão das formulações ( $\Delta HJ/g$ ) e temperaturas referentes aos eventos.

Amostra	Eventos	Temperatura on set/°C	Temperatura end set/ °C	Varição de entalpia ( $\Delta HJ/g$ )
F1	1	35,54	76,48	-28,66
	2	226,18	244,95	-103,26
	3	258,34	274,03	7,59
F2	1	29,40	84,08	-79,22
	2	186,33	229,14	-42,07
	3	249,25	273,86	-3,68
F3	1	41,02	99,20	-103,26
	2	80,37	177,67	185,45
	3	240,96	281,65	-50,95
F4	1	-50,18	81,70	-86,61
	2	70,25	163,75	143,46
	3	195,76	220,61	-39,74
F5	1	22,79	86,29	-100,47
	2	170,75	236,78	-93,00

#### 4.4.6 POTENCIAL ZETA

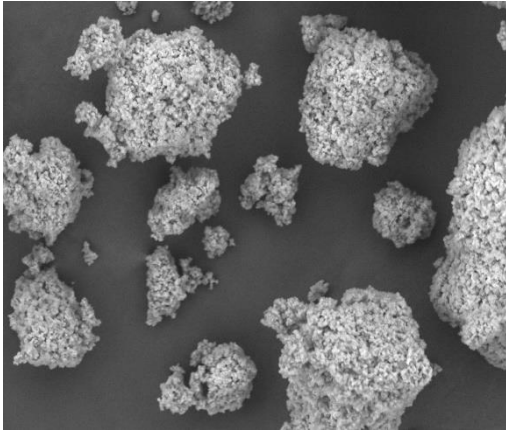
Foram avaliados o tamanho de partícula, carga elétrica e o índice de polidispersão das cinco formulações, onde os valores encontrados de tamanho de partícula variaram entre 253,5  $\mu\text{m}$  a 1120  $\mu\text{m}$ . Os de carga elétrica foram entre -29,1 mV a -38,6 mV. Já os valores encontrados para o índice de polidispersão foram entre 0,455 a 2,521 (Tabela 18).

**Tabela 19 - Determinação do tamanho de partícula, carga elétrica e PDI das formulações.**

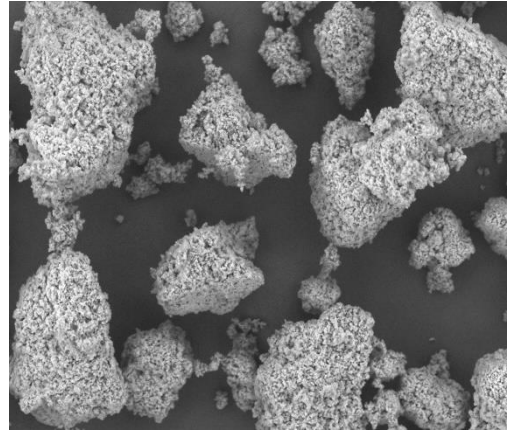
Formulações	Tamanho de partícula ( $\mu\text{m}$ )	Carga elétrica (mV)	Índice de polidispersão (PDI)
<b>F1</b>	253,5 $\pm$ 0,95	-38,6 $\pm$ 1,05	0,455 $\pm$ 0,009
<b>F2</b>	375,8 $\pm$ 39,29	-28,5 $\pm$ 1,05	0,521 $\pm$ 0,059
<b>F3</b>	1120 $\pm$ 5,57	-29,1 $\pm$ 0,76	0,812 $\pm$ 0,013
<b>F4</b>	426,7 $\pm$ 18,01	-31,8 $\pm$ 0,66	0,607 $\pm$ 0,024
<b>F5</b>	295 $\pm$ 4,55	-30,4 $\pm$ 0,08	0,576 $\pm$ 0,035

#### 4.4.7 DETERMINAÇÃO DA MORFOLOGIA DAS PARTÍCULAS

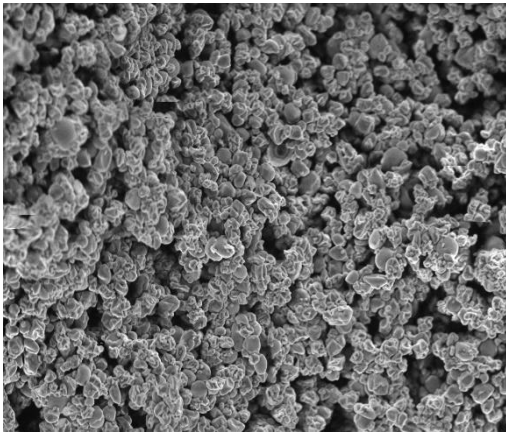
Com o objetivo de avaliar as características intrínsecas dos extratos microencapsulados (forma e a superfície) foram obtidas fotomicrografias em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) no aumento de 300x, apresentadas na figura 34.



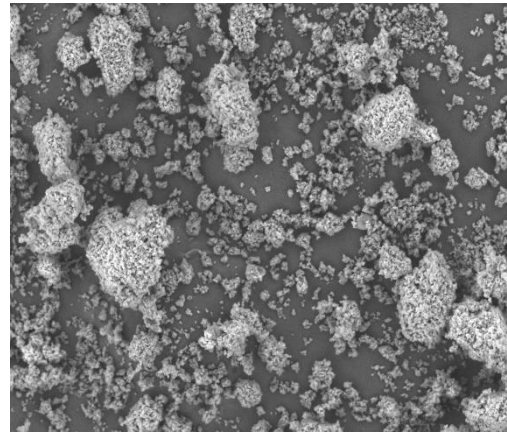
**F1 (aumentado 300x)**



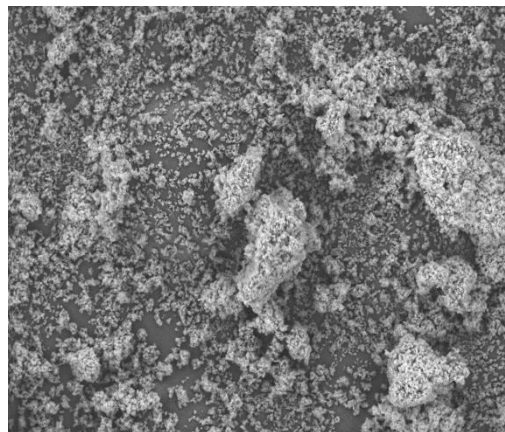
**F2 (aumentado 300x)**



**F3 (aumentado 300x)**



**F4 (aumentado 300x)**



**F5 (aumentado 300x)**

Figura 34 - Fotomicrografias das formulações no aumento de 300x respectivamente.  
Fonte: Autor, 2020.

## 5 DISCUSSÃO

O processo de extração do óleo essencial de priprioca resulta na produção de co-produtos, “borra” (resíduo sólido) e hidrolato. A empresa BERACA, a qual cedeu o material para a efetivação da pesquisa, realizou a extração do óleo essencial pelo processo de arraste a vapor. Corumbá (2009) relata que o rendimento do óleo essencial (OE) de priprioca pode atingir percentuais de até 1%, utilizando-se métodos mais sofisticados de extração, como a extração com fluído supercrítico (CO<sub>2</sub>). A indústria, preferencialmente, opta pelo método por arraste a vapor d'água, por ter menor contato com a água, uma vez que a hidrólise dos ésteres é menor acentuada, a oxidação de componentes voláteis e a polimerização de outros constituintes, em particular dos aldeídos. Do processo de extração do óleo essencial de priprioca pode ser obtido dois co-produtos, a “borra” e hidrolato, que é a água residual por este método de extração que normalmente, é rica em compostos dos óleos essenciais que estão solubilizados? (FUH, 1996; FAJARDO et al., 1997; CORUMBÁ, 2009). Até o momento não há descrições na literatura acerca da utilização desse resíduo por parte de indústrias cosméticas.

Estima-se que pelo menos 10 toneladas de rizomas de priprioca são extraídos anualmente na Empresa Beraca para produzir cerca de 50 kg de OE, considerando um rendimento de ~0,5%, onde o maior volume é fornecido à Empresa Natura. O resíduo que sobra do processo (em torno de 9,5 ton) normalmente é transformado em adubo ou queimado nas caldeiras para gerar vapor (BARATA, 2015). Estudos realizados demonstram que os rizomas da priprioca são ricos em substâncias sesquiterpênicas, principalmente das classes dos patchulanos, eudesmanos, cariofilanos e rotundanos (ZOGHBI et al., 2008; KASPER, 2016).

A primeira etapa deste estudo foi obter, processar e caracterizar o co-produto obtido de priprioca. O co-produto sólido obtido do processamento de extração de óleo não pode ser imediatamente utilizado devido à quantidade de umidade, que diminui o prazo de validade dos produtos e acelera o seu processo de decomposição. Com isso as amostras foram submetidas à secagem em estufa de ar circulante. O processo de secagem ou dessecação

possui a finalidade de reduzir a umidade do material vegetal, permitindo que seja estocado sem risco de proliferação microbiana, o que facilita o processo de trituração e diminuindo a ação enzimática (FONSECA, 2005). A presença de umidade no material vegetal pode propiciar a contaminação de microrganismos, como fungos e bactérias, em decorrência da alteração da composição qualitativa e quantidade de seus metabólitos secundários, sobretudo fungos e bactérias, que levam a ineficácia biológica e perda do material. Com isso, o valor a ser encontrado deve estar conforme o indicado nos compêndios oficiais.

Para o processo de segurança da estabilidade microbiológica e química de espécies vegetais, foi realizada a análise de teor de umidade residual, pois, material vegetal que apresenta valores de teores de umidade acima do especificado são propícios para a proliferação de fungos e bactérias, possibilitando assim, a degradação de substâncias químicas por processos de hidrólise, mesmo em um curto prazo (NUNES, 2008). Estes dados também são importantes para fornecer informações sobre a melhor forma de armazenagem e conservação do material vegetal.

O valor de umidade do estudo (Tabela 3) encontra-se dentro do limite máximo estabelecido de 14% (FARMACOPÉIA BRASILEIRA V, 2010). O resultado obtido pode induzir que o processo de secagem e armazenamento apresentaram influência nos valores encontrados e conseqüentemente diminuição dos riscos de contaminação por microrganismos.

Em continuidade, após a secagem do material vegetal, o co-produto sólido da pripioca foi triturado em moinho de faca, para obter partículas de tamanhos reduzidos. Este equipamento possui cortadores que reduzem o tamanho do material vegetal, e em decorrência da ação de moinhos que em sua maioria têm como acessório, malhas de diferentes aberturas (FONSECA, 2005).

O processo de moagem ou trituração possui como objetivo obter matérias-primas vegetais com tamanhos menores para a produção de intermediários, o que favorece o contato com o líquido extrator ou com insumos diretos para a fabricação de fitoterápicos, permitindo um maior rendimento de extração. Para que a obtenção de um rendimento ótimo no processo extrativo dos constituintes químicos, faz-se necessário que o material de partida esteja

suficientemente pulverizado (COSTA et al., 2009), pois essas características da droga vegetal triturada influenciam na qualidade de todas os processos de produção (FARIAS, 2004).

O tamanho das partículas é um parâmetro importante que influencia na escolha do processo de extração, uma vez que demonstra o tamanho da superfície que irá interagir com o solvente utilizado na obtenção do extrato vegetal, influenciando diretamente na eficiência do processo extrativo (SANTOS, 2000; MIGLIATO et al., 2007). Os tamanhos das partículas influenciam na absorção, onde partículas muito finas dificultam a absorção do líquido extrator, da mesma forma que partículas grossas diminuem a eficiência da extração por não apresentar superfície de contato favorável, onde ambos os casos, reduzem a eficiência de extração dos constituintes (COSTA et al., 2011). Com isso, a classificação do pó grosso dá-se quando as partículas passam pelo tamis com abertura nominal de malha de 1,700 mm e no máximo 40% pelo tamis com abertura nominal de malha de 355  $\mu\text{m}$  (FARMACOPÉIA BRASILEIRA V, 2010). Neste sentido, conforme Figura 11 o pó do co-produto da priprioca enquadra-se nesta categoria, resultado esse utilizado como um dos critérios para a escolha do processo de extração.

Uma das etapas do estudo utilizada como parâmetro de controle de qualidade foi à espectroscopia na região do infravermelho, técnica que auxilia na caracterização e eventualmente identificação de grupos funcionais característicos dos compostos orgânicos analisados, proporcionando um estudo preliminar de sua estrutura química (MACIEL, et al., 2002). Os espectros obtidos na região do IV do pó co-produto da priprioca (Figura 12, Tabela 4) apresentaram um agregado de bandas de absorção referentes aos estiramentos C-H, C=C, C-O, NO<sub>2</sub>, C-O relacionado a grupos funcionais importantes como, álcoois, hidrocarbonetos, amins aromáticas, ésteres e compostos aromáticos (SILVERSTEIN e WEBSTER, 2007).

A análise do comportamento térmico e da estabilidade térmica pode ser empregada no controle de qualidade de matérias-primas e avaliação no desenvolvimento de medicamentos fitoterápicos (COSTA et al., 2002; SILVA, et al., 2007; ZHANG, et al., 2008). É uma análise muito utilizada por permitir a utilização de pequena quantidade de amostra, da rapidez dos resultados, a limpeza da técnica e a possibilidade de visualização do seu perfil termo

analítica, permitem que essas técnicas sejam ferramentas versáteis no estudo de padronização das matérias-primas vegetais e ensaios de pré-formulação para o desenvolvimento tecnológico de medicamentos fitoterápicos (ARAGÃO et al., 2002; ARAÚJO et al., 2006; SILVA JÚNIOR, 2006; ALVES, 2008).

O estudo termogravimétrico (TG) do pó do co-produto da *piprioca* apresentou um comportamento térmico com dois eventos entre 128 °C e 196 °C (figura 13, tabela 5). Nessa etapa, a perda de massa pode estar relacionada à decomposição térmica dos compostos orgânicos (COSTA, 2017; ALVES et al., 2018).

A segunda etapa consistiu em obter e avaliar os parâmetros físico-químicos do extrato hidroetanólico. O método para a obtenção da solução extrativa e posteriormente do extrato bruto foi à percolação que permitiu a extração dos constituintes do material vegetal até a exaustão. As análises realizadas com o extrato hidroetanólico são importantes para garantir a veracidade dessa espécie, como análises que avaliem seus princípios ativos (GUIZZO et al., 2015).

Ter conhecimento da concentração de sólidos que estão presentes no líquido de alimentação exerce importante impacto sobre a influência de secagem. Esta concentração influencia em vários aspectos, como a utilização adequada de calor no processo de secagem e a escolha de adjuvantes que visa a formação de partículas maiores e melhorar o rendimento do processo. Além disso, a alta concentração de sólidos eleva a viscosidade, resultando em pós com maior densidade (OLIVEIRA e PETROVICK, 2010). Esses parâmetros são importantes para a realização da próxima etapa do estudo. O valor encontrado de teor de sólido foi significativo e indicativo de que o extrato do co-produto da *piprioca* possui muitas substâncias presentes.

A matéria seca ou sólida total tem como componentes principais proteínas, lipídios, glicídios, sais minerais, vitaminas, ácidos orgânicos, pigmentos e outras substâncias fisiológicas ativas ou não, sendo divididas em duas classes: água-solúvel ou solúvel em água e água-insolúvel, cuja identificação facilitam a identificação laboratorial da composição da matéria-prima em estudo (CHAVES, 2004).

O potencial de hidrogeniônico é um parâmetro importante, pois está relacionado com o crescimento dos microrganismos, tendo como valor de



referência de 4,0 a 7,0 (FARMACOPÉIA BRASILEIRA V, 2010). As bactérias crescem em diferentes faixas de pH, porém, a maioria das bactérias crescem na faixa que vai de 6,0 a 8,0. Quando em altas faixas de pH, esses microrganismos necessitam secretar diferentes enzimas, que permitam tornar o pH do ambiente a ser colonizado ideal para seu desenvolvimento (ANDRE et al., 2013). Este influencia na estabilidade de formulações fitoterápicas, cosmética e alimentícia (MACIEL et al., 2006). O valor encontrado (Tabela 6) apresenta-se dentro dos limites estabelecidos como referência, e mostra-se como característica de um produto levemente ácido e com boa conservação (EVANGELISTA, 2008).

A densidade é uma propriedade física permite auxiliar na distinção de um material puro de um impuro (ou de ligas desse metal). Também é útil na identificação e no controle de qualidade de um determinado produto industrial, bem como ser relacionada com a concentração de soluções (ANDRE et al., 2013). O resultado encontrado na determinação da densidade está dentro dos limites estabelecidos (Tabela 6) e sugere que EB apresenta boa estabilidade e conservação.

O índice de acidez é importante para avaliar o estado de conservação de um produto de origem vegetal, na manutenção do balanceamento ácido-base no organismo e na indicação de deterioração por bactérias com produção de ácido. Os ácidos orgânicos, presentes no material vegetal, são expressos pela acidez total titulável (CARVALHO, 2002). Os ácidos orgânicos presentes influenciam nas propriedades organolépticas, na estabilidade e manutenção da qualidade (produtos mais ácidos são naturalmente mais estáveis quanto à deterioração). O valor determinado de acidez titulável (Tabela 6), se encontra dentro dos limites estabelecido, sugerindo a presença de ácidos orgânicos, boa estabilidade e ausência de deterioração por bactérias (CARVALHO, 2002).

Trabalho realizado por Costa (2017) avaliou o extrato hidroalcoólico obtido a partir do co-produto das amêndoas do cupuaçu (*Theobroma grandiflorum*) e obteve valores inferior de acidez, porém superior de pH e teor de sólidos.

A atividade de água ( $A_w$ ) interfere nas propriedades de manuseamento de estabilidade do pó e na capacidade de processamento (FIORDA et al., 2013). As formulações apresentaram valores de  $A_w$  inferior a 0,4 (Tabela 6),

indicativo de baixa quantidade de água livre nas amostras, o que posteriormente pode favorecer a estabilidade no processo de armazenamento do extrato microencapsulado (TONON et al., 2009).

Na interpretação no espectro de infravermelho do extrato do co-produto da priprioca, foi observado banda de absorção aproximadamente referente a vibração do tipo C-H de alcinos, vibrações de C=H de aromáticos, de CH<sub>3</sub>, vibrações de C-N de aromáticos e C-O de ésteres.

Por se tratar de um extrato vegetal complexo com tipos diferentes de moléculas (), no espectro de extrato observou-se a presença de picos que não são bem resolvidos, visto que apresentou bandas de absorção arredondadas e mal resolvidas, dificultando a obtenção de informações satisfatória sobre a presença de alguns compostos (COSTA, 2017).

Através do exame do espectro e consulta de tabelas e dados caracteriza-se as bandas de determinados grupos funcionais e estruturais que uma molécula pode fornecer (BARBETTA e MAGINE, 2006). Assim, através dos espectros de FT-IR foi possível obter informações estruturais das moléculas e confirmar a presença de importantes grupos funcionais no pó e no extrato bruto do co-produto da priprioca (SILVERSTEIN e WEBSTER, 2007).

O extrato do co-produto da priprioca apresentou a decomposição em duas etapas de termo decomposição apresentados na figura 14 e tabela 7. Nessa primeira etapa a perda de massa estar relacionada liberação de água presente no material (ALVES et al., 2018). A segunda etapa deve-se provavelmente a sucessivas reações e pode estar relacionado a perda de açúcares (ALVES et al., 2018).

Nunes (2008) avaliou o potencial o comportamento termogravimétrico do extrato liofilizado da calêndula apresentou quatro etapas de termo decomposição. Observou que primeira etapa ocorreu no intervalo de 25 a 116°C, com um percentual de perda de massa de 5,83%, que evidenciou a perda de água superficial ou de umidade e as demais etapas de perda de massa, ocorreram no intervalo de 116 a 600°C, envolvendo processos de decomposição da matéria orgânica (carboidratos, proteínas, aminoácidos, flavonóides entre outros), até a formação do material carbonáceo, além do início da decomposição dos açúcares presentes na rutina.

Os dados de termogravimetria são importantes para avaliar a estabilidade térmica dos co-produtos, tendo em vista, que o conhecimento prévio da estabilização térmica tem a finalidade de garantir a estabilidade físico-química dos constituintes químicos presentes nos materiais (SILVA JÚNIOR et al., 2006; COSTA et al., 2013). Através do estudo termogravimétrico (Figura 15, Tabela 8) foi possível obter informações em a relação umidade, materiais voláteis, resíduos e em relação à temperatura máxima de estabilidade do pó e do extrato (COSTA et al., 2013) e assim corrobora com os resultados de teor de sólidos, umidade, pH e densidade.

A calorimetria diferencial de varredura tem por objetivo realizar a análise térmica de extratos, podendo comprovar a efetividade da microencapsulação, visto que, com essa técnica, as transições térmicas devem sofrer alterações em relação ao extrato puro e seus materiais de parede. Na Figura 16 e tabela 9, estão representados os termogramas resultantes do DSC para o extrato puro. Na Figura 16, que representa o extrato puro, é visível dois picos endotérmico, em que o primeiro se encontra na faixa de em 114,11° C e 144,60° C e o segundo em 181,87° C e 184,54° C, que representa o ponto de fusão do composto do extrato.

Para investigação dos compostos presente no extrato bruto foi realizado a análise da prospecção fitoquímica do extrato hidroetanólico bruto. Nos testes fitoquímicos preliminares realizados com o extrato da pripioca foi possível identificar, de acordo com resultados apresentados no Quadro 1, a presença de importantes grupos de metabólitos secundários como taninos, flavonoides e alcaloides, resultados esses que corroboram com os resultados de Bezzera et al. (2018), que realizou a análise da composição fitoquímica e doseamento de flavonoides totais dos extratos hidroalcoólicos de *Cyperus articulatus* rizomas íntegros e identificou as mesmas classes de metabólitos.

Segundo Maciel et al., (2002) quando os extratos de planta são testados, podem apresentar efeitos sinérgicos entre as substâncias presentes, devido aos inúmeros constituintes químicos presentes em sua composição química. Esse efeito sinérgico ocorre porque as plantas possuem diferentes princípios ativos e componentes com classes ou estruturas diferentes, mas que contribuem para a mesma ação e atividade biológica (MACIEL et al., 2012).

Na prospecção fitoquímica também foi identificado a presença de alcaloides. Ford e Gaoeu (2017) relataram que plantas da Família Cyperaceae tendem a ter menos alcaloides quando comparadas com espécies de outras famílias botânicas. Porém, mesmo com esse baixo teor de alcaloides, estes autores observam que plantas da espécie Cyperaceae são amplamente utilizadas para medicina na farmacopeia havaiana. Por outro lado, no México, estudos mostraram que apenas duas em cada 35 espécies de Cyperaceae deste país são empregadas para fins medicinais, porém, sem registros importantes na farmacopeia do Populaca (LEONTI et al., 2003). Com isso, há poucos relatos do uso medicinal de Cyperaceae na medicina popular que possam estar relacionados aos poucos estudos fitoquímicos e farmacológicos da família, o que limita sua indicação no uso medicinal registrados em farmacopeias mundiais (BEZZERA et al., 2018).

Para se extrair os componentes presente na priprioca e obter uma melhor eficiência da extração, deve-se escolher um solvente que possua afinidade pelo soluto, da razão das fases e do número de extrações. No presente estudo o solvente utilizado foi o etanol, que possui afinidade por substâncias polares.

Em continuidade no estudo do perfil químico do extrato do co-produto foi realizada a análise por CG-EM. A análise de CG-EM que define as substâncias voláteis presentes no extrato bruto do co-produto, indicou um extrato muito complexo. Essas substâncias identificadas pela comparação com a biblioteca digital NIST e com a bibliografia Adams (2007) indicaram a presença de classe dos sesquiterpenos hidrogenados e oxigenados, os quais também podem estar presentes no óleo essencial, indicando que o método de extração de óleo essencial não apresenta 100% de eficiência, restando muitos compostos presentes no co-produto. A eficiência do método extrativo depende de muitos fatores, tais como a granulometria do material, o tempo de extração e a pressão na dorna.

Observando o perfil do extrato bruto, percebe-se que o mesmo é composto por muitas substâncias, porém, em porcentagens relativamente baixas, possuindo poucas moléculas considerados majoritários (Tabela 10). A abundância de compostos presentes nos extratos dificulta a purificação e o isolamento de substâncias biológicas ativas. Entretanto, algumas atividades

biológicas podem estar relacionadas ao sinergismo, quando todos os compostos atuam concomitantemente.

De forma complementar, confirma-se na análise CLAE os picos que demonstram a presença de compostos no extrato bruto (Figura 25). O co-produto embora tenha passado pelo processo de extração de óleo essencial, ainda conserva grande parte dos sesquiterpenos que estão presentes no óleo essencial. Alguns ácidos graxos, por exemplo, não são extraídos no processo de arraste à vapor ou hidrodestilação, assim, podem estar presentes no óleo essencial, porém, não estão presentes no resíduo sólido.

Em estudos realizados por Metuge et al., (2014), o extrato hexânico dos rizomas íntegros de *C. articulatus* foi alvo de pesquisas para o tratamento de oncocercose humana. A oncocercose (também conhecida como cegueira dos rios) é uma doença parasitária crônica decorrente da infecção produzida pelo nematódeo *Onchocerca volvulus*, que, geralmente, levam a cegueiras irreversíveis (METUGE et al, 2014).

Estudos anteriores realizados por Metuge et al., (2014) mostraram que o extrato hexânico dos rizomas íntegros de *C. articulatus* foi ativo contra vermes adultos do parasita bovino *Onchocerca ochengi*, parente próximo do *O. volvulus*. Estudos foram direcionados ao isolamento de mustacona e ácido linoleico presentes no extrato hexânico de pripioca. Os autores concluíram que os compostos foram capazes de matar o *O. ochengi* tanto quanto *O. volvulus* dependendo da dose. Concluíram então que esses dois metabólitos podem auxiliar no desenvolvimento de fármacos para tais doenças (METUGE et al., 2014).

Kasper (2016) realizou ensaios de toxicidade aguda das frações do co-produto de pripioca frente a *A. salina* e a fração hexânica apresentou-se mais tóxica, causando a mortalidade de 100% dos náuplios de *A. salina* na concentração mais elevada, indicando que as substâncias apolares presentes no extrato do resíduo de pripioca são responsáveis pela toxicidade frente ao microcrustáceo.

Após a caracterização do extrato bruto, foram realizadas as formulações para secagem por *spray drying*, utilizando como adjuvantes de secagem a maltodextrina e goma arábica, além de lecitina de soja e Tween 80 como tensoativos

Observa-se na Tabela 11 que as formulações que apresentaram os maiores valores de rendimento de secagem foram formulações F1 que possuiu somente maltodextrina em sua composição e a F5 que apresentou 50 % de maltodextrina e 50 % de goma arábica.

Estudos realizados por PEREIRA (2019) com a microencapsulação de extratos ricos em antioxidantes naturais a partir do co-produto das amêndoas do tucumã, obteve resultados maiores de rendimento de secagem quando utilizado concentrações maiores de maltodextrina.

Como análise importante para os parâmetros de qualidade dos EM, foram realizadas análises de teor de umidade, atividade de água (AW), índice de solubilidade e capacidade de intumescimento das formulações microencapsuladas com o objetivo de conhecer suas propriedades físico-química, valores apresentados na Tabela12.

O teor de umidade residual é uma análise importante para as formas farmacêuticas sólidas, pois os teores elevados favorecem o crescimento microbiológico e conseqüentemente a degradação química dos constituintes e reduz sua atividade biológica (SAMPAIO, 2012).

Os valores de umidade das formulações podem estar relacionados às condições operacionais durante o processo de secagem por *spray drying* (BOTREL et al, 2014), como a temperatura de saída, que é dependente da temperatura de entrada e influenciam no tamanho de partícula e diferenças morfológicas (OLIVEIRA e PETROVICK, 2010).

As proporções do material de parede nas formulações também influenciam diretamente no teor de umidade. Mishra e Mahanta (2013) inferem que um dos benefícios da utilização de maltodextrina e de goma arábica para produção de produtos em pó pela técnica de *spray drying* é que esses adjuvantes de parece facilitam a secagem desses materiais, onde o aumento do teor de maltodextrina, de 5 até 9%, diminui consideravelmente o conteúdo de umidade de pós e o total de água a ser evaporado. Já a goma arábica possui excelentes propriedades que influenciam na redução dos teores de umidade em decorrência de sua baixa higroscopicidade, além possuir características de bom estabilizante e emulsificante, apresenta alta solubilidade em água, estabilidade moderada em soluções ácidas, baixa viscosidade e não toxicidade (EL-KHEIR et al., 2008; BEZERRA et al., 2020). Os valores

apresentados na Tabela 14 encontram-se dentro do estabelecido de 14% e indica que a evaporação da água ocorreu devido as condições de operação de secagem (FAZAELI et al., 2012) e demonstrou que os materiais de parede desempenharam de forma eficaz sua função na diminuição do teor de umidade dos pós. A formulação que apresentou o menor valor foi a formulação 4, com a concentração de 2,5% de goma arábica e 5% de Maltodextrina, indicando que a mistura dos dois adjuvantes auxiliou para o valor menor do teor de umidade.

Os resultados apresentados para teor de umidade foram inferiores ao encontrados para os extratos microencapsulados do co-produto das amêndoas do cupuaçu (COSTA et al., 2018) e co-produto das amêndoas do cacau (ALVES et al., 2017). Na análise de atividade de água, as formulações apresentaram valores de  $A_w$  inferior a 0,4, indicativo de baixa quantidade de água livre nas amostras, o que posteriormente pode favorecer a estabilidade no processo de armazenamento do extrato microencapsulado (TONON et al., 2009).

As formulações que apresentaram os menores valores de  $A_w$  foram às formulações F1 e F3, onde F1 apresenta apenas MD como adjuvante de secagem e F3 apenas GA como adjuvante de secagem. Com isso infere-se que composição dos dois adjuvantes de secagem nas formulações pode influenciar na atividade de água, porém, não de forma significativa que favoreça o de contaminação microbiana, pois valores de atividade de água inferiores a 0,5 podem evitar crescimento microbiano (FIORDA et al., 2013).

Com relação às propriedades de reidratação foram avaliadas a o índice de solubilidade (IS) e a capacidade de intumescimento (CI). A solubilidade das micropartículas depende do polímero transportador. Os IS e CI estão relacionados à concentração de sólidos solúveis presentes em uma amostra seca, onde verifica o grau de intensidade do tratamento térmico, em função da hidrólise do amido, da expansão dos grânulos em água aquecida, do aumento do volume relacionados a solubilização do amido e outros componentes da matéria prima, tais como proteína, lipídios e fibras (MOURA, 2011).

Cano-Chauca, Stringheta, Ramos e Cal-Vidal (2005) relataram valores de solubilidade de 72-90% para MD e 71-90% para GA. Os valores obtidos de IS (Tabela 12) foram diretamente proporcionais à concentração MD, demonstrando que quanto maior a concentração de MD, maior o percentual de

solubilidade, resultado relacionados às propriedades hidrofílicas do adjuvante e provavelmente dos outros componentes presentes no extrato que possuem características hidrossolúveis. Este resultado corrobora os de estudos de Alves et al (2017) e Costa et al (2018).

Silva (2011) em estudos para encapsulados de pigmentos de resíduos de jaboticaba encontrou valores muito altos de solubilidade (98,27 – 96,06%), quando utilizado maltodextrina em diferentes concentrações como material de parede (10 – 30% massa/massa H<sub>2</sub>O). Cano-Chauca et al. (2005), na análise de solubilidade de suco de manga em pó com o uso de diferentes carreadores, obtiveram valores superiores a 90% de que a solubilidade em água de pós contendo somente maltodextrina e goma arábica, resultados que estão em concordância com o presente estudo. Assim como Tonon (2009), que ao avaliar a solubilidade em água de pós microencapsulados com maltodextrina e goma arábica observaram que esta foi muito elevada, com valores acima de 94%.

Cano-Chauca et al. (2005) ressaltam que tratamentos com maltodextrina favorecem valores elevados do grau de solubilidade, e por esta e outras propriedades físicas favoráveis, este é um dos carreadores mais utilizados em *spray drying*. Segundo Rosa et al. (2003), dentre os vários fatores que influenciam na solubilidade dos produtos atomizados, a temperatura do ar de secagem é importante, pois, quanto maior a temperatura, maior o tamanho das partículas, o que promove uma maior solubilidade do pó.

A capacidade de intumescimento de um polímero influencia diretamente na difusão do agente ativo (SANTOS et al., 2000). É uma análise importante para avaliar o comportamento da cinética de liberação do agente ativo uma vez que o intumescimento das matrizes é um dos mecanismos pelos quais os sistemas matriciais podem controlar a liberação das substâncias ativas (LOPES et al., 2005; DO NASCIMENTO et al., 2019).

Os resultados obtidos na capacidade de intumescimento (CI) demonstraram que os valores não diferenciaram de forma considerável nas formulações, onde apenas a formulação F1 apresentou o menor valor de CI, possuindo apenas Maltodextrina como adjuvante de secagem. Em estudos realizados por Ferreira (2019) microencapsulação de extratos ricos em antioxidantes naturais a partir do co-produto das amêndoas do tucumã,



demonstrou que o aumento MD influenciou no aumento da capacidade de intumescimento de forma diretamente proporcional.

Diante disso, foi realizada a análise de FT-IR maltodextrina, goma arábica, lecitina de soja e Tween 80 (Figura 26, Tabela 13), além das cinco formulações microencapsuladas (Figura 27, Tabela 14).

Na interpretação no espectro de infravermelho da lecitina de soja, foram observadas bandas de absorção referente a vibração do tipo C-X (X= halogênio), C-N de alifáticos, CH<sub>2</sub>, C=O de ésteres, C-H alifáticos e O-H (quelato). No espectro de infravermelho do Tween 80, foram observadas bandas de absorção referente a vibração do tipo R<sub>2</sub>C=CH<sub>2</sub>, RCH=CH<sub>2</sub>, CH<sub>2</sub>, C=O de aldeídos, C-H alifáticos e C-O de álcoois e fenóis.

Os espectros obtidos para as formulações F1, F2, F3, F4 e F5 apresentaram bandas de absorção características dos grupos funcionais de haloalcanos, álcoois e fenóis, ligações C-H alifáticas, substâncias da classe dos alcinos, amins e de ligações C=O de ésteres.

As cinco formulações apresentaram picos de bandas bem próximas, sendo que algumas foram semelhantes às obtidas para os materiais de paredes e tensoativos da formulação. Esses resultados sugerem que houve compatibilidade entre os compostos do extrato e o agente encapsulante (SILVA-JÚNIOR et al., 2008). Os grupos funcionais se mantiveram presentes após o processo de secagem, indicando que os materiais de paredes conseguiram envolver o extrato no processo de microencapsulação. Essa análise é um parâmetro fundamental para assegurar a eficácia do produto seco obtido por *spray drying*.

São através de exame do espectro e consulta de tabelas e dados, que caracterizamos as bandas de determinados grupos funcionais e estruturais que uma molécula pode fornecer (BARBETTA e MAGINE, 2006). Através dos espectros de FT-IR foi possível obterem informações estruturais das moléculas e confirmar a presença de importantes grupos funcionais no pó e no extrato bruto do co-produto da priprioca (SILVERSTEIN e WEBSTER, 2007).

Além disso, a técnica de FT-IR auxiliou na comprovação da ocorrência ou não de degradação ou interferência do agente encapsulante e dos tensoativos sobre a disponibilidade dos compostos, sugerindo que o método de

secagem não influenciou nos compostos funcionais presentes no material vegetal (SAMPAIO et al., 2016).

O estudo termogravimétrico (TG) dos extratos microencapsulados mostrou que o comportamento térmico para as formulações F3 e F4 ocorreu com três etapas de termodecomposição (Figura 28, Tabela 15). Já em F1, F2 e F5 quatro etapas. Essas etapas demonstraram que houve degradação e/ou volatilização dos constituintes.

No primeiro evento em F1, F2 e F5, a perda de massa foi atribuída à evaporação de água e de compostos voláteis presente no produto intermediário (SAMPAIO et al., 2016; ALVES et al., 2018). No segundo evento nas três formulações, a perda de massa pode ter ocorrido em virtude do início de degradação térmica envolvendo processos de decomposição da matéria orgânica (carboidratos, proteínas, aminoácidos, flavonóides entre outros, todos esses presentes no EHB e EM) até a formação do material carbonáceo (COSTA et al., 2013). O terceiro evento de perda de massa pode ser em razão da degradação térmica dos biopolímeros, em virtude de sua clivagem térmica que conduz cadeias poliméricas de menor massa molecular (SAMPAIO et al., 2016; ALVES et al., 2018). E o quarto evento, ocorrido na formulação a perda de massa ocorreu em razão da degradação térmica final dos extratos (COSTA et al., 2009; SAMPAIO et al., 2016).

O comportamento térmico em F3 e F4 foi diferente das demais formulações. O aumento das concentrações de goma arábica influenciou quantitativamente no aumento do comportamento térmico conforme observado para formulação em F3. Em F4, pode estar atribuído a quantidade maior de Maltodextrina em relação a goma arábica, porém, a proporção desses dois encapsulantes auxiliaram para esse comportamento térmico.

O primeiro evento em F3 e F4 a perda de massa pode ter ocorrido em virtude do início da decomposição da matéria orgânica (carboidratos, proteínas, aminoácidos, flavonóides entre outros, todos esses presentes no EHB e EM) até a formação do material carbonáceo (COSTA et al., 2013), o segundo evento de perda de massa a degradação térmica dos biopolímeros, em virtude de sua clivagem térmica que conduz cadeias poliméricas de menor massa molecular (SAMPAIO et al., 2016; ALVES et al., 2018) e o terceiro evento em

razão da degradação térmica final dos extratos (COSTA et al., 2009; SAMPAIO et al., 2016).

Estas informações foram importantes para o comportamento e estabilidade térmica dos das formulações microencapsuladas, uma vez que, que o conhecimento prévio tem a finalidade de garantir a estabilidade físico-química dos constituintes químicos presente no extrato (SILVA JÚNIOR et al., 2006; COSTA et al., 2013). Através do estudo do comportamento termogravimétrico foi possível obter informações em a relação umidade, materiais voláteis, resíduos e em relação à temperatura máxima de estabilidade dos extratos (COSTA et al., 2013).

De forma a corroborar com a análise termogravimétrica, foi realizada análise de DSC dos componentes das formulações e dos EM. Análise de DSC individual da goma arábica (Figura 29, Tabela 16), apresentou dois eventos de entalpia. O primeiro na faixa de temperatura de 39,05 °C a 132,90 °C e o segundo em 222,23 °C a 300,53 °C, que pode estar relacionado à evaporação de diferentes compostos do produto ao longo do aumento da temperatura, até sua total fusão.

A análise de DSC individual da maltodextrina (Figura 29, Tabela 16), apresentou três eventos de entalpia. O primeiro na faixa de temperatura de 143,68 °C a 207,81°C, o segundo de 146,33 °C a 235,64 °C e o terceiro de 188,45 °C a 198,03 °C, que também pode estar relacionados à volatilização dos diferentes compostos presentes do produto ao longo do aumento de temperatura, até sua total fusão.

Observou-se que as formulações F1, F2, F3 e F4 apresentaram três eventos de entalpia (Figura 30, Tabela 17). Os primeiros eventos apresentaram faixas de temperatura de 29, 40°C a 76,48 °C. O segundo variou de 70,25°C a 244,93 °C e o terceiro de 195,76 °C a 281,65 °C. Nota-se que a formulação F3 apresentou temperaturas de entalpia baixa no segundo evento quando comparados às outras formulações. Isso pode ser em decorrência da ausência da maltodextrina da composição. Diferente das demais formulações, F5 apresentou apenas dois eventos de entalpia. O primeiro na faixa de temperatura de 22,79 °C a 86,29 °C e o segundo em 170,75 °C a 236,78 °C. Isso pode estar relacionado ao fato de que a composição da formulação possui 50% de maltodextrina e 50% de goma arábica.

O primeiro pode estar relacionado à degradação dos compostos voláteis, uma vez que a partir de 60°C esse fenômeno pode iniciar ou a goma arábica presentes nas formulações F2, F3, F4 e F5, que segundo a análise individual apresentou seu primeiro evento de entalia em 39,05 °C. É possível, também, que durante o aquecimento, possa ocorrer à evaporação da água presente nas amostras. Já os segundos e terceiros eventos apresentaram faixas de temperatura de fusão maiores, mostrando que também ocorreu interação do extrato com os adjuvantes de secagem.

O potencial zeta é um parâmetro fundamental para o estudo de estabilidade de formulações. Corresponde a uma medida da repulsão, da atração eletrostática ou das cargas entre as partículas. Indica a carga elétrica na superfície das partículas, que podem estar associadas à presença de grupos funcionais na superfície da partícula ou na presença de moléculas iônicas. Seus valores variam de acordo com as características das partículas, podendo ser negativos ou positivos (SCHAFFAZICK et al., 2003).

O valor do potencial zeta indica o grau de repulsão entre as partículas e é um indicativo da estabilidade das formulações. Os parâmetros para moléculas e partículas, com um elevado potencial zeta no sentido positivo (superior a +30 mV) e potenciais inferiores a -30 mV conferirá estabilidade, ou seja, a solução ou a dispersão irá resistir à agregação. Quando o potencial zeta é inferior a +30 mV e superior a -30 mV, a atração excede a repulsão e a dispersão tem mais chances de flocular (SILVA et al., 2012. FERREIRA 2019).

De acordo com os valores obtidos (tabela 18), as formulações F1 e F4 foram consideradas instáveis e as formulações F2, F3 e F5 foram consideradas estáveis. Isso demonstra que as cargas na superfície da partícula das formulações F2, F3 e F5 repeliram-se umas às outras fazendo com que a força existente superasse a tendência natural da agregação (SCHAFFAZICK et al., 2003).

A formulação F1 não possui goma arábica na composição e a formulação F4 apresenta 2,5% de goma arábica. Essas duas formulações apresentam concentrações inferiores de goma arábica comparada às demais formulações.

A goma arábica é composta de duas partes, uma que são polissacarídeos, os quais possuem nenhum ou pouco material nitrogenado e a

outra parte é composta de moléculas com peso molecular elevado e proteínas integrantes da estrutura. Essas cadeias de polipeptídios hidrofóbicos presentes na composição absorvem e aportam as moléculas na superfície, enquanto as partículas de carboidratos impedem a floculação e coalescência por fenômeno de repulsão eletrostática e estérica. Isso faz com que a goma e arábica aumente a estabilidade de emulsões (MELLO et al., 2009).

O índice de polidispersidade (PDI) é uma análise que permite informar o grau de homogeneidade de uma amostra. A homogeneidade está diretamente proporcional ao valor de PDI (LIU e WU, 2010). Quanto menores os valores (menores que 0,2) menos polidispersos são considerados, assim como quanto maior os (acima de 0,4), mais polidispersos são considerados as formulações.

As cinco formulações foram consideradas polidispersas, pois apresentaram valores de PDI elevado (Tabela 18), caracterizando-as como heterogêneas. O menor valor de PDI foi da formulação F1, o que sugere que a ausência de goma arábica influenciou na diminuição do PDI. Porém, na análise de tamanho de partículas, a formulação F1 apresentou o maior tamanho. A formulação F3 apresentou o maior valor de PDI e o maior tamanho de partículas, onde a mesma apresenta a maior concentração de goma arábica, indicando que a presença desse polímero influencia nos tamanhos de partícula e nos valores de PDI. Os valores de PDI variaram entre 0,455 e 0,812 e o tamanho de partícula das formulações variou de 253,5 e 1120 (Tabela 18).

Estudos realizados por COSTA et al. (2018) para o extrato microencapsulado do co-produto das amêndoas do cupuaçu, apresentaram valores semelhantes ao encontrado no presente estudo. MAIA (2019) em análises de microencapsulação do extrato do jambo vermelho (*Syzygium malaccense* L.) utilizando goma arábica como adjuvante de secagem e também obteve valores semelhantes.

A fim de obter as características morfológicas das formulações microencapsuladas, foram realizadas as análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV). As fotomicrográficas das cinco formulações apresentaram morfologias semelhantes (Figura 31). Em geral, exibiram formas esféricas regulares, que pode ser em decorrência da repulsão das cargas negativas, com tamanhos variados, algumas partículas exibiram superfícies com invaginações, provavelmente atribuídas ao enrugamento sofrido pelas partículas durante a

secagem e resfriamento no processo de spray drying (PELEG, 2005; SAÉNZ et al., 2009). Essa rugosidade pode depender da velocidade de secagem e das propriedades do material de parede (BOTREL et al., 2012; BOTREL et al., 2014). As micrografias evidenciaram a heterogeneidade e corroboram os resultados do índice de polidispersão.

Moraes (2014) em estudos com a polpa desidratada de caju amarelo por atomização em *spray drying* utilizou goma arábica como material de parede e obteve microcápsulas com superfícies achatadas, no qual atribuiu essa característica a microestrutura de materiais secos com goma arábica. Porém, em estudo realizado por PAINI et al. (2015) foi observado deformação estrutural e forte aglomeração nas micropartículas obtidas utilizando somente maltodextrina. O tipo de material de parede e a sua quantidade de ativo são os principais fatores que influenciam o processo de microencapsulação dos compostos bioativos em relação à proteção, estabilidade e aplicação do produto (ROSENBERG et al., 1990).

## 6 CONCLUSÕES

Através da caracterização do co-produto da priprioca (*Cyperus articulatus*), concluiu-se que é possível utilizá-lo como agente ativo para o desenvolvimento de novos bioprodutos.

Os resultados obtidos pela caracterização físico-química do extrato bruto apresentaram a presença de composto semelhantes aos disponíveis na literatura, demonstrando que após o processo extrativo do óleo essencial, muitas substâncias ainda estão contidas no co-produto, podendo ser reaproveitado.

No processo de microencapsulação, observou-se que a formulação que apresentou o melhor valor de rendimento de secagem foi à formulação F1. Nas análises físico-químicas realizadas, as formulações que apresentaram melhores resultados foram às formulações F1 e F4, em que a quantidade de maltodextrina influenciou diretamente nos resultados.

Portanto, o co-produto da priprioca deve apresentar um tratamento prévio antes do descarte. Faz-se necessário o estudo físico-químico do co-produto para o seu aproveitamento para a realização de novos bioprodutos que agreguem valor econômico a cadeia produtiva.

## 7 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ABNT, NBR. 10004: 2004. **Resíduos sólidos: Classificação. Associação Brasileira de Normas**, 2004.

ACIOLE, S. D. G. et al. **Avaliação da actividade insecticida dos óleos essenciais nas plantas amazônicas Annonaceae, Boraginaceae e de Mata Atlântica Myrtaceae como alternativa de controle às larvas de *Aedes aegypti* (Linnaeus, 1762)(Diptera: Culicidae)**. 2009. Tese de Doutorado.

ACOSTA-BAS, C. & GÓMEZ-CORDERO, I. **Biología y métodos diagnosticos del dengue**. Revista Biomédica 16 (2): 113 – 117, 2005.

ADAMS, R.P. **Identification of essential oil components by gas chromatography, mass spectroscopy**. 4 ed., Carol Stream: Allured. 804 pp, 2007.

AHMAD, S. M. E ALI SIAHSAR, B. **Analogy of physicochemical attributes of two grape seeds cultivar**. Ciencia e Investigación Agraria, v. 38, n. 2, p. 291-301, 2011.

ALVES, T.V.G.; COSTA, R.S.; GOMES, A.T.A.; COSTA, C.E.F.; PEREGO, P.; SILVA JÚNIOR, J.O.C.; CONVERTI, A.; RIBEIRO COSTA, R.M. **Quality control of Amazonian cocoa (*Theobroma cacao* L.) by-products and microencapsulated extract by termal analysis**. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. Springer, 2018.

ALVES, T. G. V. et al. **Bioactive compounds and antioxidant potential for polyphenol-rich cocoa extract obtained by agroindustrial residue**. Natural product research, p. 1-4, 2017.

ANDRE.; A.C.G.M.; SILVA, A.P.F.; VASCONCELOS, E.M. **Caracterização físicoquímica do material vegetal e dos extratos de *Cestrum laevigatum* Schltidl (*Solanaceae*)**. Cadernos de Graduação - Ciências Biológicas e da Saúde Fits. Maceió. v. 1. n.2, p. 11-19, maio 2013.

ANTUNES, Silvio Luis. **Inclusão de novos coprodutos derivados do processo de produção de etanol de milho em dietas de terminação de bovinos**. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo, 2020.

ANVISA – **Agência Nacional de Vigilância Sanitária** – Ministério da Saúde. Resolução de Diretoria Colegiada – RDC N<sup>o</sup>. 270, de 22 de Setembro de 2005.

AQUARONE, E.; SATO, S.,de CARVALHO, J. C. M.; BRAZZACH, M. L.; ALMEIDA, K. A.; BORZANI, W. **Influence of exponentially decreasing feeding rates on fed-batch ethanol fermentation of sugar cane blackstrap molasses**. Biotechnology letters, 12(10), 777-782, 1990.

ARAGÃO, A.B. **Caracterização bioquímica e centesimal das espécies**



*Astrocaryum vulgare* Mart. (**tucumã**) e *Endopleura uchi* (Huber) Cuatrec. (**uxi**) **nativas da região Amazônica**. Dissertação mestrado. Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia, Universidade Estadual Paulista, 2013.

ARARUNA, S. M., SILVA, A. H., CANUTO, K. M., SILVEIRA, E. R., & LEAL, L. K. A. **Influence of process conditions on the physicochemical characteristics of cumaru (*Amburana cearensis*) powder produced by spray drying**. Revista Brasileira de Farmacognosia, 23(1), 132-137, 2013.

ARAÚJO, O. Amazonia em rede. Disponível <<https://amazonianarede.com.br/inocentado-pela-fvs-da-contaminacao-o-tucuma-volta-a-ser-consumido-em-parintins/>>. Acesso em: 20 de junho de 2018, 2015.

ARMENTA, R. E.; GUERRERO-LEGARRETA, I. **Amino acid profile and enhancement of the enzymatic hydrolysis of fermented shrimp carotenoproteins**. Food chemistry, v. 112, n. 2, p. 310-315, 2009.

BANDONI, A. L.; CZEPACK, M. P. **Os recursos vegetais aromáticos no Brasil**. Vitória: Edufes, 624p., 2008.

BARATA, L. E. S. **Mania de limpeza e o mercado de perfumes & domissanitários**. Revista Eletrônica de Jornalismo Científico. Disponível em: <<http://www.jardimdeflores.com.br/>>. Acesso em: 29 Jan. 2010.

BARATA, L. E. S.; CASTRO, K. C. F; TAÚBE JR., P. S. **Experimentos de Química 1 ed.**, Santarém: UFOPA, 2014.

BARATA, L. E. S.; VILHA, A. M.; CARVALHO, R. **Mercado de perfumes e cosméticos no Brasil**, In: III Simpósio Brasileiro de Óleos Essenciais, Campinas-SP, 2005.

BARBETA, CM.; MAGINE, M.R. **Espectros eletromagnéticos na região do infravermelho: utilização na caracterização de novos materiais**. In: X Encontro Latino Americano de Iniciação Científica E VI Encontro Latino Americano de Pósgraduação. São José dos Campos. Universidade vale do Paraíba. v 13, p 304-307, 2006.

BARROSO, M. S. T. **Estudo sobre processos de obtenção de extratos de *Achyrocline satureioides* (LAM) DC. e sua potencialidade na perfumaria**, 2011.

BEMILLER, J. N., & WHISTLER, R. L. **Carbohydrates dalam**. Food Chemistry. Fenemma OR, 1996.

BEMILLER, J; WHISTLER, R. Carbohydrates. In: FENEMMA, O. R. Editorial Food Chemistry. 3rd Ed. New York: Maree! Dekker. p.157-224, 1996.

BEZERRA, F. S; DA COSTA, D. F; KOBLITZ, M. G. B. **Aproveitamento integral de matérias-primas oleaginosas com “solventes verdes”**: revisão

e **oportunidades**. Research, Society and Development, v. 9, n. 8, p. e372985388-e372985388, 2020.

BEZERRA, J. J. L. et al. **Análise da composição fitoquímica e doseamento de flavonoides totais dos extratos hidroalcoólicos de *Cyperus iria* L. e *Cyperus articulatus* L.** *Diversitas Journal*, v. 3, n. 2, p. 228-238, 2018.

BISSET, J. A. **Uso de la insecticidas: control de la resistencia**. *Revista Cubana de Medicina Tropical* 54 (3): 202-219, 2002.

BIZZO, H. R.; HOVELL, A. M. C.; REZENDE, C. M. **Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas**. *Química Nova*, v. 32, n. 3, p. 588-594, 2009.

BOND, A. J.; MORRISON-SAUNDERS, A. **Re-evaluating Sustainability Assessment: Aligning the vision and the practice**. *Environmental Impact Assessment Review*, v. 31, n. 1, p. 1-7, 2011.

BOND, Alan J .; MORRISON-SAUNDERS, Angus. **Reavaliar a avaliação da sustentabilidade: alinhando a visão e a prática**. *Revisão da Avaliação de Impacto Ambiental* , v. 31, n. 1, pág. 1-7, 2011.

BORGES, L. L. **Bioprodutos padronizados em compostos fenólicos obtidos de resíduos agroindustriais das cascas dos frutos de *Myrciaria cauliflora* (Mart.) O. Berg**. Dissertação (Pós-Graduação em Zootecnia-UFGO), Goiás, 56 p., 2014.

BOSIO, C. F.; FULTON, R. E.; SALASEK, M. L.; BEATY, B. J. & BLACK IV, W. C. **Quantitative trait loci that control vector competence for dengue-2 virus in the mosquito *Aedes aegypti***. *Genetics* 156: 687-698, 2000.

BOTREL, D. A., DE BARROS FERNANDES, R. V., BORGES, S. V., & YOSHIDA, M. I. **Influence of wall matrix systems on the properties of spray-dried microparticles containing fish oil**. *Food Research International*, 62, 344-352, 2014.

BRAGA, I. A.; VALLE, D. ***Aedes aegypti*: histórico do controle no Brasil**. *Epidemiologia e serviços de saúde*, v. 16, n. 2, p. 113-118, 2007.

BRASIL, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução - ANVISA. RDC no 306, de 07 de dezembro de 2004**. Diário Oficial da União. Brasília, 10 de dezembro de 2004.

BRASIL, Ministério da Agricultura. Secretaria de Defesa Agropecuária. **Métodos Analíticos Físico-Químicos para Controle de Leite e Produtos Lácteos**. Instrução Normativa 68, 12/12/06. Brasília: Ministério da Agricultura, 2006.

BRASIL., Ministério do Meio Ambiente. **Resolução no 358 de 29 de abril de 2005. Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA**, 2005. Diário Oficial da União. Brasília, 04 de maio de 2005.

BROWN, A. W. A. **Insecticide resistance in mosquitoes: a pragmatic review**. Journal of the American Mosquito Control Association 2: 123-140, 1986.

CAMPOS, J.; ANDRADE, C.F.S. **Susceptibilidade larval de duas populações de *Aedes aegypti* a inseticidas químicos**. Revista de Saúde Pública, v. 35, p. 232-236, 2001.

CANO-CHAUCA, M. et al. **Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization**. Innovative Food Science & Emerging Technologies, v. 6, n. 4, p. 420-428, 2005.

CARMO, E. S.; LIMA, E.O.; SOUZA, E. L. **The potential of *Origanum vulgare* L. (Lamiaceae) essential oil in inhibiting the growth of some food-related aspergillus species**. Brazilian Journal of Microbiology, v. 39, n.2, p. 362-367, e 2008.

CARVALHO, J. E. U. et al. **Características físicas e químicas de um tipo de bacuri (*Platonia insignis* Mart.) sem sementes**. Embrapa Amazônia Oriental-Artigo em periódico indexado (ALICE), 2002.

CASTELLANI, D. C. et al. **Coefficientes técnicos de produção da pripioca (*Cyperus articulatus* L.) em sistema orgânico, na região de Belém (PA)**. Rev. bras. plantas med, v. 13, n. spe, p. 606-611, 2011.

CASTELLANI, D.C.; DOMENICO, C.I.; RONCOLETTA, L.M.A.; SILVA, A.C.; TOZAKI R.M.1; OLIVEIRA, D.H. **Coefficientes técnicos de produção da pripioca (*Cyperus articulatus* L.) em sistema orgânico, na região de Belém (PA)**, Rev. Bras. Pl. Med., Botucatu, v.1, p.606-611, 2012.

CHAMPAGNE, P.-P.; RAMSAY, J. A. **Dye decolorization and detoxification by laccase immobilized on porous glass beads**. Bioresource technology, v. 101, n. 7, p. 2230-2235, 2010.

CHANG, Y. X.; YANG, J. J.; PAN, R. L.; CHANG, Q.; LIAO, Y. H. **Anti-hygroscopic effect of leucine on spray-dried herbal extract powders**. Powder Technology, Lausanne, v. 266, p. 388-395, nov. 2014.

CHEN, H., ZHANG, Y., & ZHONG, Q. **Propriedades físicas e antimicrobianas de nanocápsulas de zeína-caseína secas por pulverização com eugenol e timol co-encapsulados**. Journal of Food Engineering , 144 , 93-102, 2015.

CONSOLI, R. A. G. B; DE OLIVEIRA, R. L. **Principais mosquitos de importância sanitária no Brasil**. SciELO-Editora FIOCRUZ, 1994.

CORUMBÁ, L. G. **Otimização do processo de extração de óleo essencial de pripioca (*Cyperus articulatus* L.) por arraste com vapor**. Belém, PA. (Dissertação de Mestrado), Universidade Federal do Pará, 2009.

COSTA, A. P. G. C.; CRUZ, F. G. G.; RUFINO, J. P. F.; FEIJÓ, J. DA C.; MELO, R. D. Viabilidade econômica da farinha do resíduo de tucumã na alimentação de frangos de corte. *Revista Agropecuária Técnica*, Areia-PB, v. 38, n. 4, p. 225-233, 2017.

COSTA, R.S. et al. **Investigation of thermal behavior of *Heliotropium indicum* L. lyophilized extract by TG and DSC.** *Journal Of Thermal Analysis And Calorimetry*, v. 111, n. 3, p.1959-1964, 2013.

COSTA, R.S. **Otimização do processo de microencapsulação do extrato do coproduto agroindustrial do cupuaçu (*Theobroma grandiflorum*) - padronizado em antioxidantes naturais visando o enriquecimento nutricional e funcional da multimistura.** Tese doutorado. Universidade Federal do Pará. Programa de PósGraduação em Inovação Farmacêutica, 2017.

COSTA, R.S.; TEIXEIRA, C.B.; ALVES, T.V.G.; RIBEIRO COSTA, R.M.; CASAZZA, A. A.; ALIAKBARIAN, B.; CONVERTI, A.; SILVA JÚNIOR, J.O.C.; PEREGO, P. **Optimization of spray drying conditions to microencapsulate cupuassu (*Theobroma grandiflorum*) seed by-product extract.** *Natural Product Research*, 2018.

COUCHMAN, F.M.; PINDER, A.R.; BROMHAM, N.H. **Studies on the essential oil of *Cyperus articulatus* L.** *Tetrahedron*, v. 20, n.9, p. 2037 – 2045, 1964.

CUNHA, D.C. **Produção de tubérculos e de óleo essencial de pripioca (*Cyperus articulatus* L.), em função da adubação orgânica e calagem.** Dissertação (Mestrado em Agronomia – Solos e Nutrição de Plantas) - Departamento de Agronomia, UFRA, Belém, 80 p., 2006.

D'AMATO, C.; TORRES, J. P. M. & MALM, O. **DDT (Diclordifenil tricloroetano): toxicidade e contaminação ambiental – uma revisão.** *Química Nova* 25 (6): 995-1002, 2002.

RAMOS, F.M., UBBINK, J., JÚNIOR, VS, & Prata, A. S. **Secagem da solução de maltodextrina em secador por spray a vácuo.** *Pesquisa de Engenharia Química e Design* , 146 , 78-86, 2019.

DEMAJORIC, J. **Da política tradicional de tratamento do lixo à política de gestão de resíduos sólidos: as novas prioridades.** *Revista de Adm. De Empresas*, 35 (3), pp. 88-93, 1995.

DHOOT, G. **Estimation of Eugenol Diffusion Coefficient in LLDPE Using FTIR-ATR Flow Cell and HPLC Techniques.** Michigan State University. Packaging, 2008.

DIMA, S.; DIMA. C.; IORDACHESCU G. **Encapsulation of functional lipophilic food and drug biocomponents.** *Food Eng*, n. 7, p. 417-438, 2015.

DO NASCIMENTO, J. L. M. et al. Aproveitamento de plantas amazônicas como fontes de biodefensivos. In: **Embrapa Amazônia Oriental-Artigo em anais de congresso (ALICE)**. In: CONFERÊNCIA DO SUBPROGRAMA DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA-SPC&T FASE II/PPG7, 2008, Belém, PA. Anais... Brasília, DF: CNPq, 2009., 2009.

DO NASCIMENTO, T. M. et al. **Drying influence on the development of cracks in Eucalyptus logs**. BioResources, v. 14, n. 1, p. 220-233, 2019.

DUARTE, M. C. T.; FIGUEIRA, G. M.; SARTORATTO, A.; REHDER, V. L. G.; DELARMELINA C. **Anti-candida activity of Brazilian medicinal plants**. Journal of Ethnopharmacology, v. 97, p. 305-311, 2005.

EL-KHEIR, W., ISMAIL, G., EL-NOUR, A., TAWFIK, T. &HAMMAD, D. **Assessment of the efficiency of duckweed (Lemna gibba) in wastewater treatment**. International Journal of Agriculture and Biology, 5, 681-689, 2007.

ELNAGGAR, A. A., & NOLLER, J. S. **Application of remote-sensing data and decision-tree analysis to mapping salt-affected soils over large areas**. Remote Sensing, 2(1), 151-165, 2010.

ENGEL, B. **Emprego de Spray Dryer na indústria de alimentos: Uma breve revisão**. Revista Jovens Pesquisadores, 7(2), 02-11, 2017.

EVANGELISTA, Z. S. **Estudo da remoção de compostos orgânicos, benzeno e tolueno, em solução aquosa por processo oxidativo avançado do tipo Fenton**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2009.

FAJARDO, A. M.; LEWIS, N. S. **Free-energy dependence of electron-transfer rate constants at Si/liquid interfaces**. The Journal of Physical Chemistry B, v. 101, n. 51, p. 11136-11151, 1997.

FARIAS, M.R. **Avaliação da qualidade de matérias-primas vegetais**. In: SIMÕES, C.M.O.; SCHENKEL, E.P.; GOSMAN, G.; MELLO, J.C.P.; MENTZ, L.A.; PETROVICK, P.R. Farmacognosia: da planta ao medicamento. 4ª ed. Porto Alegre: UFSC, p. 263288, 2004.

FARMACOPÉIA BRASILEIRA. 2ª ed. São Paulo: Indústria Gráfica Siqueira, p. 1265, 1959.

FARMACOPÉIA BRASILEIRA. 5ª ed. Brasília, **Agência Nacional de Vigilância Sanitária**, Vol. 1, p. 546, 2010.

FARMACOPÉIA BRASILEIRA. 6ª ed. Brasília, **Agência Nacional de Vigilância Sanitária**, Vol. 1, p. 470, 2019.

FAVARO-TRINDADE, C. S, SANTANA, A. S, MONTERREY-QUINTERO, E. S, TRINDADE, M. A, & NETTO, F. M. **O uso de tecnologia de secagem por**

**spray para reduzir o sabor amargo do hidrolisado de caseína.** Food Hydrocolloids , 24 (4), 336-340, 2010.

FAVARO-TRINDADE, CS et al. **O uso de tecnologia de secagem por spray para reduzir o sabor amargo do hidrolisado de caseína.** Hidrocolóides alimentares , v. 24, n. 4, pág. 336-340, 2010.

FAZAEI, M., EMAM-DJOMEH, Z., ASHTARI, AK, & OMID, M. **Efeito das condições de secagem por spray e da composição da ração nas propriedades físicas do suco de amora preta em pó.** Processamento de alimentos e bioprodutos , 90 (4), 667-675, 2012.

FENNEMA, O.R. **Química de alimentos de Fennema.** Editora Artmed, 900 p., 2010.

FERREIRA, L. M. M C. **OBTENÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E MICROENCAPSULAÇÃO DE EXTRATOS RICOS EM ANTIOXIDANTES NATURAIS A PARTIR DO CO-PRODUTO DAS AMÊNDOAS DO TUCUMÃ (*Astrocaryum vulgare* Mart.).** Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Pará. Programa de Pós Graduação em Ciências Farmacêutica, 2019.

FIOCRUZ. Dengue. Disponível em: <<http://www.ioc.fiocruz.br/dengue/textos/oportunista.html>>. Acesso em: 10 out. 2018.

FIORDA, F. A. et al. **Farinha de bagaço de mandioca: aproveitamento de subproduto e comparação com fécula de mandioca.** 2013.

FONSECA, S. G. C. **Farmacotécnica de Fitoterápicos.** Disponível em: <<http://www.farmacotecnica.ufc.br/arquivos/fitoterápicos.pdf>>. Acesso em: 30 de março de 2018, 2005.

FORD, J.; GAOUE, O.G. **Alkaloid-poor plant families, Poaceae and Cyperaceae, are over-utilized for medicine in Hawaiian pharmacopoeia.** Economic Botany, v. 71, n. 2, p. 123-132, 2017.

FUH, M. R. et al. **Preparative-scale supercritical-fluid extraction of essential oils from *Syzygium aromaticum* (Clove bud).** Int-Lab., p. 26, 1996.

GALANAKIS, C. Recovery of high added-value componentes from food wastes: convencional emerging Technologies na commercialized applications. **Trends Food Sci. Technol**, v. 26, p. 68-87, 2012.

GALVÃO, Jessivaldo Rodrigues et al. **Óleo essencial e teores de nutrientes da pripioca em resposta à adubação orgânica e à calagem.** Revista Agrogeoambiental, v. 11, n. 1, 2019.

GARCEZ,W.S.;GARCEZ,F.R.;SILVA,L.M.G.E.;SARMENTO,U.C.S. **Substâncias de origem vegetal com atividade larvicida contra *Aedes aegypti*.** Revista virtual química, v.5, n.5, p.363-393, 2013.

GEORGHIOU, GEORGE P.; TAYLOR, Charles E. Factors influencing the evolution of resistance. **Pesticide resistance: strategies and tactics for management**, p. 157-169, 1986.

GHARSALLAOUI, A., ROUDAUT, G., CHAMBIN, O., VOILLEY, A., & SAUREL, R. **Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview**. Food research international, 40(9), 1107-1121, 2007.

GUBLER, D. J. **Dengue and dengue hemorrhagic fever**. Clinical microbiology reviews, v. 11, n. 3, p. 480-496, 1998.

GUIZZO, P.L.; BREDDA, T.C.C.; SCARPA, M.V.C.; NAVARRO, F.F. **Controle de Qualidade e triagem fitoquímica da droga vegetal das folhas de Morus nigra L. (MORACEAE)**. Revista de Ciência Farmaceutica Básica e Aplicada, v. 36, n.2, p. 259265, 2015.

GWAL, R.; MISHRA, V.; KUKREJA, A. Investigation of Bacillus thuringiensis var. Israelensis (Bti) endotoxin production and analysis of efficiency of Bti against mosquito larvae. Journal of Bioscience and Biotechnology, v. 4, n.1, p.17-22, 2015.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos Físico Químicos para Análises de Alimentos**, 3. Ed. digital, São Paulo: IAL, 2008.

ISMAN, M. B. **Inseticidas botânicos, dissuasores e repelentes na agricultura moderna e em um mundo cada vez mais regulamentado**. Annu. Rev. Entomol. , v. 51, p. 45-66, 2006.

JIMÉNEZ-MARTÍN, E. et al. **Adequação do uso de emulsões monocamadas e multicamadas para microencapsulação de ácidos graxos  $\omega$ -3 por secagem por spray: efeito do armazenamento em diferentes temperaturas**. Food and bioprocess technology , v. 8, n. 1, pág. 100-111, 2015.

JOHARCHI, M. R.; AMIRI, M. S. **Avaliação taxonômica da identificação incorreta de medicamentos fitoterápicos brutos comercializados no Irã**. Jornal Avicena de fitomedicina , v. 2, n. 2, pág. 105, 2012.

JONES, A.; DUERBECK, K. Natural ingredients for cosmetics. EU Market Survey-2004. [Internet]. **Center for the Promotion of Imports from developing countries (CBI)**, 2004.

JOSHI, V.; MOURYA, D. T.; SHARMA, R. C. **Persistence of dengue-3 virus through transovarial transmission passage in successive generations of Aedes aegypti mosquitoes**. American Journal of Tropical Medicine Hygiene 67: 158 – 161, 2002.

JOYE, I. J, & MCCLEMENTS, D.J. **Nanopartículas e micropartículas baseadas em biopolímeros: Fabricação, caracterização e**

**aplicação.** Current Opinion in Colloid & Interface Science , 19 (5), 417-427, 2014.

JÚNIOR, C. et al. **Perspectivas de uso e potencial de plantas no controle de culicíneos de importância em saúde pública.** 2008.

KASPER, A. A. M. et al. **Prospecção de produtos naturais obtidos de pripioca como agentes de controle biológico de fungos fitopatogênicos de importância agrícola.** Revista Agroecossistemas, v. 10, n. 2, p. 273-286, 2018.

KRISHNAN, S.; KSHIRSAGAR, A. C.; SINGHAL, R. S. **The use of gum arabic and modified starch in the microencapsulation of a food flavoring agent.** Carbohydrate Polymers, Worcester, v. 62, p. 309-315, 2005.

LAI, H.M., CHENG, H.H. **Properties of pregelatinized rice flour made by hot air or gum puffing.** International Journal of Food Science & Technology, v. 39, p. 201-212, 2004.

LEITE, M.N. **Avaliação da qualidade de matérias-primas de ruibarbo utilizadas em formulações farmacêuticas.** Revista Brasileira de Farmacognosia. v. 13, supl., p. 30-33, 2003.

LIU, C.H.; WU, C.T. **Optimization of nanostructured lipid carriers for lutein delivery.** Colloids and Surfaces A. Physicochemical and Engineering Aspects, v. 353, n. 2-3, p. 149-156, 2010.

LOPERA, C. S., & GALLARDO, C. C . **Estudo da fotodegradação do ácido fólico encapsulado em microesferas de goma arábica e maltodextrina.** Cuban Journal of Pharmacy 2010.

LOPES, C. M.; LOBO, J. M. I S.; COSTA, P. **Formas farmacêuticas de liberação modificada: polímeros hidrofílicos.** Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas, v. 41, n. 2, p. 143-154, 2005.

LUCARINI, M., DURAZZO, A., DEL PULGAR, JS, GABRIELLI, P., & LOMBARDI-BOCCIA, G. **Determinação do teor de ácidos graxos em carnes e produtos cárneos: A abordagem FTIR-ATR.** Química alimentar, 267, 223-230, 2018.

M.I., B. ORGES, S. V. **Physical and thermal properties of oregano (*Origanum vulgare L.*) essential oil microparticles.** Journal of Food Process Engineering, Westport, v. 38, n. 1, p.1-10, feb. 2015.

MACIEL, R.L.; MOREIRA-CAMPOS, LM.; SILVA, B.C.; BRANDÃO, M.G.L. **Características físicoquímicas e químicas e estudo preliminar de estabilidade de tinturas preparadas com espécies de *Arnica lychonophora* em comparação com *Arnica montana*.** Revista Brasileira de farmacognosia. v.16, n.1, p. 99-104, 2006.



MAIA, J. L. **Microencapsulação do extrato do jambo vermelho (*Syzygium malaccense* L.) utilizando spray dryer e liofilizador.** 2019.

MAIA, J.G.S.; ZOGHBI, M.G.B.; ANDRADE, E.H.A. **Plantas aromáticas da Amazônia e seus óleos essenciais.** Belém: Museu Paraense Emílio Goeldi, 2001.

MARTINAZZO, A. P. et al. **Análise e descrição matemática da cinética de secagem de folhas de capim-limão.** Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, v. 11, n. 3, p. 301-306, 2007.

MARTINS, M. N. et al. **Aprimoramento da metodologia de encapsulamento com poliestireno visando a escala industrial.** Dissertação de Mestrado. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2015.

MATTOSO, E. **Estudo de fragrâncias amadeiradas da Amazônia.** Dissertação (Mestrado – Área de concentração em Química Orgânica) – Instituto de Química, UNICAMP, Campinas, 143 p., 2005.

MELLOR, P. S. **Infection of the vectors and bluetongue epidemiology in Europa.** Veterinaria Italiana 40 (3): 167-174, 2004.

MENDES, S. S. et al. **Evaluation of the analgesic and anti-inflammatory effects of the essential oil of *Lippia gracilis* leaves.** Journal of Ethnopharmacology, v. 129, n. 3, p. 391-397, 2010.

MENGER, F. M.; GLASS, L. E. **Dominance of an ionic mechanism over a cyclic concerted process in a hydrocarbon solvent.** The Journal of Organic Chemistry, v. 39, n. 16, p. 2469-2470, 1974.

METUGE, J. A. et al. **Anti-Onchocerca activity and phytochemical analysis of an essential oil from *Cyperus articulatus* L.** BMC complementary and alternative medicine, v. 14, n. 1, p. 223, 2014.

MIGLIATO, K. F., MOREIRA, R. R., MELLO, J. C., SACRAMENTO, L. V., CORRÊA, M. A., & SALGADO, H. **Controle da qualidade do fruto de *Syzygium cumini* (L.) Skeels.** Revista Brasileira de Farmacognosia, 17(1), 94-101, 2007.

MIGUEL, L. M. **Uso Sustentável da Biodiversidade na Amazônia Brasileira: experiências atuais e perspectivas das bioindústrias e fitoterápicos.** São Paulo, SP, 2007. (Dissertação de Mestrado) Universidade de São Paulo, USP.

MIHELIC, J.; ZIMMERMAN, J. **Ingeniería ambiental. Fundamentos, sustentabilidad y diseño.** Alfaomega, México DF, México, 2012.

MISHRA, P.; MISHRA, S.; MAHANTA, C.L. **Effect of maltodextrin concentration and inlet temperature during spray drying on physicochemical and antioxidant properties of amla (*Emblica officinalis*) juice powder.** Food and Bioproducts Processing. 92, 252-258, 2014.

MOLINA, C. V. **Beta-caroteno encapsulado em micropartículas lipídicas sólidas: avaliação tecnológica e sensorial da incorporação em iogurte.** Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo, 2014.

MORAES, F. P. de. **Polpa desidratada de caju amarelo (*Anacardium Occidentale* L.) por atomização em spray dryer: caracterização físico-química, bioativa e estudo da vida de prateleira do produto.** 140 f. 2014. Tese de Doutorado. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014.

MOTA, C. J. A.; PESTANA, C. F. M. **Co-produtos da Produção de Biodiesel.** Revista Virtual de Química, v. 3, n. 5, p. 416-425, 2011.

MOURA et al. **Propriedades de absorção e solubilização de extrudados de farinha mista de feijão, milho e arroz biofortificados.** IV Reunião de biofortificação. Teresina-PI, 2011.

MUKHERJEE, S. **The emperor of all maladies: a biography of cancer.** Simon and Schuster, 2010.

MURUGESAN, R., & ORSAT, V. **Secagem por spray para a produção de ingredientes nutracêuticos - uma revisão.** Food and Bioprocess Technology, 5 (1), 3-14, 2012.

NATURA EKOS. Disponível em: Acesso em: 20/08/2011.

NAVARRO-SILVA, M. A.; MARQUES, F. A.; DUQUE L, J. E. **Review of semiochemicals that mediate the oviposition of mosquitoes: a possible sustainable tool for the control and monitoring of Culicidae.** Revista Brasileira de Entomologia, v. 53, n. 1, p. 1-6, 2009.

NEGRAO-MURAKAMI, A. N, NUNES, G. L, PINTO, S. S, MURAKAMI, F. S, AMANTE, E. R, PETRUS, J. C. C, & AMBONI, R. D. **Influência do valor DE da maltodextrina nas propriedades físico-químicas, atividade antioxidante e estabilidade de armazenamento de erva-mate concentrado atomizado (*Ilex paraguariensis* A. St. Hil.).** LWT-Food Science and Technology , 30 (1), e7., 2016.

NGO BUM, E.; SCHMUTZ, M.; MEYER, C.; RAKATONIRINA, A.; BOPELET, M.; PORTET, C; JEKER, A.; RAKOTONIRINA, S. V.; OLPE, H. R.; HERRLING, P. **Anticonvulsant properties of the methanolic extract of *Cyperus articulatus* (Cyperaceae),** J. Ethnopharmacol., v. 76, p. 145150, 2001.

NGO BUM, E.; SCHMUTZ, M.; MEYER, C.; RAKATONIRINA, A.; RAKOTONIRINA, S. V.; OLPE, H. R.; LINGENHOEHL, K. **Ions and amino acid analysis of *Cyperus articulatus* L (Cyperaceae) extracts and the effects of the latter on oocytes expressing some receptors,** J. Ethnopharmacol., v. 95, p. 303-309, 2004.

NICOLI, C. M. L et al. **Aproveitamento da biodiversidade amazônica: o caso**

**da priprioca.** Embrapa Amazônia Oriental-Documentos (INFOTECA-E), 2006.

NICOLI, C.M.L.; HOMMA, A.K.O.; MATOS, G.B.de; MENEZES, A.J. E.A.de. **Aproveitamento da Biodiversidade Amazônica: o caso da priprioca.** Belém, PA: Embrapa Amazônia Oriental, Documentos 256, 2006.

NUNES, K.M. **Caracterização química e físico-química e estudos preliminares de planejamento da formulação fitoterápica semi-sólida contendo tintura de *Calendula officinalis* L.** Dissertação Mestrado. Universidade Federal do Pará, Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, 200

NYASSE, B.; GHOGOMU TIH, R.; SONDEGAM, B.L.; MARTIN, M.T.; BODO, B. **Mandassidione and other sesquiterpenic ketones from *Cyperus articulatus*.** *Phytochemistry*, v. 27, n. 10, p. 3319-3321, 1988.

OLADOSU, I. A.; USMAN, L. A.; OLAWORE, N. O.; ATATA, R. F. **Antibacterial Activity of Rhizomes Essential Oils of Two Types of *Cyperus articulatus* Growing in Nigeria,** *Advances in Biological Research*, p. 179-183, 2011.

OLIVEIRA, H. F. de et al. **Extrato do resíduo do processamento da goiaba na alimentação de codornas japonesas.** Tese (Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas- UNB), Brasília, 122 p., 2016.

OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R.. **Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações.** *Revista brasileira de farmacognosia.* São Paulo, SP. Vol. 20, n. 4 (Ago./Set. 2010), p. 641-650, 2010.

OLIVEIRA, R. L. de. **Principais insetos vetores e mecanismos de transmissão das doenças infecciosas e parasitárias,** p. 75-97. In: Coura, J. R. (ed.). *Dinâmica das doenças infecciosas e parasitárias.* Vol. I. Editora Guanabara Koogan, Rio e Janeiro. 1132p, 2005.

PAGANI, M.M. **Obtenção de suco de acerola (*Malpighia emarginata* d.c.) concentrado e pós estáveis através da integração dos processos de separação por membranas e microencapsulação por atomização.** Rio de Janeiro: UFRJ/IQ. 183p (Tese de Doutorado), 2010.

PAINI, M. et al. **Microencapsulation of phenolic compounds from olive pomace using spray drying: A study of operative parameters.** *LWT-Food Science and Technology*, v. 62, n. 1, p. 177-186, 2015.

PELEG, M. **Mixtures of food powders and particulates.** In: *Encapsulated and Powdered Foods (edited by C.H. Onwulata).* Pp. 27– 37. Boca-Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2005.

PELIZER, L. H.; PONTIERI, M. H.; MORAES, I. DE O. **Utilização de resíduos agro- industriais em processos biotecnológicos como perspectiva de**

**redução do impacto ambiental.** Journal of Technology Management & Innovation, v. 2, p.118- 127, 2007.

PHILLIPS, M. H., & EDELMAN, J. A. **The dependence of visual scanning performance on search direction and difficulty.** Vision research, 48(21), 2184-2192, 2008.

PINTADO, M. E.; TEIXEIRA, J. A. **Valorização de subprodutos da indústria alimentar: obtenção de ingredientes de valor acrescentado.** Boletim de Biotecnologia, v. 6, p.10-12, 2015.

PRATA, A. S. et al. **Estudo dos parametros fisico-quimicos envolvidos na formação de microcapsulas produzidas por coacervação complexa.** 2006.

RAJKUMAR, U. et al. **Effect of naked neck gene on immune competence, serum biochemical and carcass traits in chickens under a tropical climate.** Asian-Australasian Journal of Animal Sciences, v. 23, n. 7, p. 867-872, 2010.

REDONDO, G. D. P. **Desenvolvimento, caracterização e estudos de dissolução de microencapsulados poliméricos de liberação controlada de extrato de própolis vermelha obtidos através da técnica de secagem *Spray Drying*,** 2018.

(REINECCIUS, G.). **Encapsulamento de sabor.** Food Reviews International , 5 (2), 147-176, 1989.

RETORE, M. **Caracterização da fibra de co-produtos agroindustriais e sua avaliação nutricional para coelhos em crescimento. Dissertação mestrado. Programa de Pós-Graduação em Zootecnia.** Universidade Federal de Santa Maria, 2009.

REZZADORI, K.; BENEDETTI, S.; AMANTE, E. R. **Proposals for the residue's recovery: orange waste as raw material for new products.** Food and bioproducts processing, v. 90, n. 4, p. 606-614, 2012.

RICCIO, Daniella Pilatti. **Obtenção, caracterização e microencapsulação de extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*).** 2019.

RIGHETTO, M. A., & NETTO, M. F. **Effect of encapsulating materials on water sorption, glass transition and stability of juice from immature acerola.** International Journal of Food Properties, 8(2), 337-346, 2005.

ROA, V.; DAZA, M. S. T. **Evaluation of water activity measurements with a dew point electronic humidity meter.** Lebensmittel – Wissencharft und Technologie, v. 24, n. 3, p. 208-213, 1991.

ROCHA, A. E. S. **As espécies de *Cyperaceae* Juss. conhecidas como *Priprioca*** In: POTIGUARA, R. C. V.; ZOGHBI, M. G. B. (Org) *Priprioca* um recurso aromático do Pará Belém: MPEG, UEPA, 2008.

ROCHA, J. C.; CHERIAF, M. **Aproveitamento de resíduos na construção.** Coletânea Habitare, v. 4, p. 72-93, 2003.

ROSA, C.S.; VERAS, K.S.; SILVA, P.R.; LOPES NETO, J.J; CARDOSO, H.L.M.; ALVES, L.P.L.; BRITO, M.C.A.; AMARAL, F.M.M; MAIA, J.G.S.; MONTEIRO, O.S.; MORAES, D.F.C. M. **Composição química e toxicidade frente *Aedes aegypti* L. e *Artemia salina* Leach do óleo essencial das folhas de *Myrcia sylvatica*.** Revista Brasileira Plantas Medicinai, Campinas, v.18, n.1, p.19-26, 2016.

ROSEN, L. **Comments on the epidemiology, pathogenesis and control of dengue.** Med Trop 59: 495-498, 1999.

ROSENBERG, M.; KOPELMAN, I. J.; TALMON, Y. **Factors affecting retention in spray-drying microencapsulation of volatile materials.** Journal of Agricultural and Food Chemistry, v. 38, n. 5, p. 1288-1294, 1990.

ROSSAN, M. R. et al. **Preparação e caracterização de micro e nanopartículas lipídicas sólidas para aplicação em cosméticos.** 2011.

RUKUNGA, G. M.; MUREGI, F. W.; OMAR, S. A., GATHIRWA, J. W., MUTHAURA, C. N.; PETER, M. G.; HEYDENREICH, M.; MUNGAI, G. M. **Anti-plasmodial activity of the extracts and two sesquiterpenes from *Cyperus articulatus*,** *Fitoterapia*, p. 188-190, 2008.

SAAVEDRA-LEOS, Z., LEYVA-PORRAS, C., ARAUJO-DÍAZ, S. B, TOXQUITERÁN, A., & BORRÁS-ENRÍQUEZ, A. J. **Aplicação tecnológica das maltodextrinas de acordo com o grau de polimerização.** *Molecules* , 20 (12), 21067-21081, 2015.

SAAVEDRA-LEOS, Z., LEYVA-PORRAS, C., ARAUJO-DÍAZ, SB, TOXQUITERÁN, A., & BORRÁS-ENRÍQUEZ, AJ . **Aplicação tecnológica das maltodextrinas de acordo com o grau de polimerização.** *Molecules* , 20 (12), 21067-21081, 2015.

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

SAMPAIO, R.C.A, DA COSTA, R.S., DE SOUZA, C.R.F et al. **Thermal characterization of *Arrabidaea chica* (Humb. & Bonpl.) B. Verl. dry extracts obtained by spray dryer.** *J Therm Anal Calorim*, v. 123, p. 2469, 2016.

SÁNCHEZ, P. A.; SALINAS, J. G. **Tecnologia de baixo insumo para o manejo de Latossolos e Argissolos na América tropical.** In: *Avanços na agronomia* . Academic Press,p. 279-406, 1981.

SANDHU, N., SINGH, A., DIXIT, S., CRUZ, MTS, MATURAN, PC, JAIN, RK, & KUMAR, A. **Identificação e mapeamento de QTL estáveis com efeito**

**principal e de epistasia na produtividade de grãos de arroz sob estresse hídrico de terras altas.** BMC genetics , 15 (1), 63, 2014.

SANSONE, F., PICERNO, P., MENCHERINI, T., VILLECCO, F., D'URSI, A. M., AQUINO, R. P, & LAURO, M. R. **Micropartículas flavonóides por atomização: Influência de intensificadores da taxa de dissolução nas propriedades e estabilidade.** Journal of Food Engineering , 103 (2), 188-196, 2011.

SANTOS, E.V.M. **Extração de matérias-primas vegetais.** In: SHARAPIN, N. Fundamentos de tecnologia de produtos fitoterápicos. Cyted, Santafé de Bogotá, p. 27-60, 2000.

SANTOS, P. P., POTIGUARA, R. C. V., LINSI, A. L. F. A., MACEDO, E. G. **Caracterização morfoanatômica dos caules de *Cyperus articulatus* L. e *C. prolixus* H.B.K. (Cyperaceae)** Bol. Mus. Para. Emílio Goeldi. Cienc. Nat., Belém, v. 7, n. 1, p. 47-55, 2012.

SCHAFFAZICK, S. R. et al. **Caracterização e estabilidade físico-química de sistemas poliméricos nanoparticulados para administração de fármacos.** Química nova, v. 26, n. 5, p. 726-737, 2003.

SCHWARTZ, A. M; PASKEWITZ, S. M; ORTH, A. P; TESCH, M. J; TOONG, Y. C; GOODMAN, W. G. **The jethal effects os *Cypeus irian* on *Aedes aegypt*.** JAM. Mosq Control Assoc 14:78-82, 1998.

SHAHIDI, F., & HAN, X. Q. **Encapsulation of food ingredients.** Critical Reviews in Food Science & Nutrition, 33(6), 501-547, 1993.

SHARAPIN, N. **Fundamentos de tecnologia de produtos fitoterápicos.** Cyted, Santafé de Bogotá, p. 145-157, 2000.

SHERER, R.;WAGNER,R.;DUARTE,M.C.T.;GODOY,H.T. **Composição e atividades antioxidante e antimicrobiana dos óleos essenciais de cravoda-índia, citronela e palmarosa.** Revista Brasileira de Plantas Mediciniais, v. 11, n. 4, p. 442-49, 2009.

SILVA, A. B. da; MOTA, M. G. da C.; SANTOS FILHO, B. G. dos; CONCEIÇÃO, C. C. C. da; DUARTE, E. B. **Brotação de tubérculos de priprioica (*Cyperus articulatus* L. var. nodosus) em diferentes substratos.** In: Priprioica: Um recurso aromático do Pará. Belém: MPEG; UEPA, 2008.

SILVA, J. S. et al. Coprodutos de lichia: aplicação tecnológica das farinhas, extração de óleos e microencapsulação do extrato obtido da casca. 2020.

SILVA, M. A. C. et al. **Atividade hepatoprotetora do extrato hidroalcólico do resíduo agroindustrial de jabuticaba (*Myrciaria cauliflora* O. Berg), e do extrato etanólico das folhas de fruta-pão (*Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg), em camundongos.** 2015.

SILVA, S. L.; CHAAR, J. S.; FIGUEIREDO, P. M. S.; YANO, T. **Cytotoxic evaluation of essential oil from *Casearia sylvestris* Sw on human cancer cells and erythrocytes.** Acta Amazônica. Manaus. v. 38, n. 1, 2008.

SILVA-JÚNIOR, A.A.; SCARPA, M.V.; PESTANA, K.C.; MERCURI, L.P. MATOS, J.R.; OLIVEIRA, A.G. **Thermal analysis of biodegradable microparticles containing ciprofloxacin hydrochloride obtained by spray drying technique.** Thermochemica Acta. v. 467, n. 1-2, p.91-98, 2008.

SILVA-JÚNIOR, J. O. C.; VIEIRA, J. L. F.; BARBOSA, W. L. R.; & PEREIRA, N. L. **Caracterização físico-química do extrato fluido e seco por nebulização de *Symphytum officinale* L.** Brazilian Journal of Pharmacognosy, v. 16, p.671-677, 2006.

SILVERSTEIN, R.M.; WEBSTER, F.X.; KIEMLE, D.J. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos.** 7ª edição, Editora: LTC, p. 86-87, 2007.

SOUSA, O.V.; OLIVEIRA, M.S.; CUNHA, R.O.; COSTA, B.L.S. ZANCANELLA, C.R.; SOUSA, P. J. C.; BRAVIM, L. S.; OLIVEIRA, J. P. T.; ZOGHBI, M. G. B. **Efeito do óleo essencial de *Cyperus articulatus* L. na contratibilidade do músculo liso do íleo isolado de cobaia** In: POTIGUARA, R. C. V.; ZOGHBI, M. G. B. (Org) Pripioca um recurso aromático do Pará Belém: MPEG, UEPA, 2008.

SOUZA FILHO, A. P. S.; GUILHON, G. M. S. P.; ZOGHBI, M. G. B.; VILHENA, M. S. S. **Atividade alelopática do óleo essencial e extratos dos tubérculos de *Cyperus articulatus* L.** In: POTIGUARA, R. C. V.; ZOGHBI, M. G. B. (Org) Pripioca um recurso aromático do Pará Belém: MPEG, UEPA, 2008.

SUAVE, J. et al. **Microencapsulação: Inovação em diferentes áreas.** Revista Saúde e Ambiente/Health and Environment Journal, v. 7, n. 2, p. 12-20, 2006.

TEIXEIRA, U.H.G.; SIMIONI, T.A.; PINA, D.S. et al. **Potencial de utilização de co- produtos agroindustriais para suplementos.** Revista Eletrônica Nutritime, v. 11, n. 2, p. 3363– 3386, 2014.

THEVENET, F. **Gomas de acácia: agente de encapsulamento natural para ingredientes alimentícios,** 1995.

TONON, R. V., BRABET, C., & HUBINGER, M. D. **Influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de agente carreador sobre as propriedades físico-químicas do suco de açaí em pó.** Food Science and Technology, 29(2), 444-450, 2009.

VALENTE, J. M. L. D. **Subprodutos Alimentares: Novas Alternativas e Possíveis Aplicações Farmacêuticas.** Dissertação mestrado. Pós-graduação em Ciências Farmacêuticas. Universidade Fernando Pessoa, 2015.

VALÉRIO GERON, L. J., ZEOULA, L. M., FERRIANI BRANCO, A., ARNOUD ERKE, J., PIRES DO PRADO, O. P., & JACOBI, G. **Caracterização, fracionamento protéico, degradabilidade ruminal e digestibilidade in vitro da matéria seca e proteína bruta do resíduo de cervejaria úmido e fermentado.** *Acta Scientiarum. Animal Sciences*, 29(3), 2007.

VASCONCELOS, P. F. C.; LIMA, J. W. O.; ROSA, A. P. A. T. da; TIMBÓ M. J.; ROSA, E. S. T. da; LIMA H. R.; RODRIGUES, S. G. & ROSA, J. F. S. T. da. **Epidemia de dengue em Fortaleza, Ceará: inquérito soropidemiológico aleatório.** *Revista de Saúde Pública* 32 (5): 447 – 454, 1998.

VENDRAMIM, J. D.; CASTIGLIONI, E. **Aleloquímicos, resistência de plantas e plantas inseticidas.** Bases e técnicas do manejo de insetos. Santa Maria: UFSM/CCR/DFS, p. 113-128, 2000.

WANNES, W. A., MHAMDI, B., SRITI, J., JEMIA, M. B., OUCHIKH, O., HAMDAOUI, G., ... & MARZOUK, B. **Antioxidant activities of the essential oils and methanol extracts from myrtle (*Myrtus communis* var. *italica* L.) leaf, stem and flower.** *Food and chemical toxicology*, 48(5), 1362-1370, 2010.

WHO. **Promoção da Saúde e Saúde Pública.** ENSP, Rio de Janeiro. 178 pp., 1997.

ZANONI, E. T. et al. **Avaliação da atividade antimicrobiana e adsorvidade de nanopartículas de sílica dopadas com CuO. Matéria (Rio de Janeiro), v. 24, n. 1, 2019.**

ZOGHBI, M. G. B.; GUILHON, G. M. S. P.; ANDRADE, E. H. A.; VILHENA, K. S. S. **Química das espécies de *Cyperus* conhecidas por Priprioca** In: POTIGUARA, R. C. V.; ZOGHBI, M. G. B. (Org) *Priprioca um recurso aromático do Pará* Belém: MPEG, UEPA, 2008.

ZOGHBI, M. G. B., ANDRADE, E. H. A., OLIVEIRA, J. et al. **Yield and chemical composition of the essential oil of the stems and rhizomes of *Cyperus articulatus* L. cultivated in the state of Pará, Brazil.** *Journal of Essential Oil Research.*, jan/fev, 2006.

ZOGHBI, M. G. B.; OLIVEIRA, J.; ANDRADE, E. H. A.; TRIGO, J. R.; FONSECA, R. C. M. **Variação na composição química dos óleos essenciais de *Ocimum campechianum* Mill e *O. gratissimum* L. comercializados no Pará,** III Simpósio Brasileiro de Óleos Essenciais, p. 47, 8 a 10 de novembro, Capinas-SP, 2005.

ZOGHBI, M. G. B; ANDRADE, E.H. A; CARREIRA, L.M. M; OLIVEIRA, J; MOTA, M.G. C; CONCEIÇÃO, C.C. C; ROCHA, A.E.S. **Composição química dos óleos essenciais de priprioca (*Cyperus articulatus* L. e *Kyllinga* sp.) no Estado do Pará.** In: Congresso Nacional de Botânica, 54; Reunião Amazônica de Botânica, 3., 2003, Belém. Resumos. Belém: SBB, 2003.