



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE
ESCOLA DE QUÍMICA E ALIMENTOS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
ALIMENTOS

DESENVOLVIMENTO DE NANOPARTÍCULAS COM ANTOCIANINAS DO AÇAÍ
PELO PROCESSO DE *ELECTROSPRAYING*

Shana Kimi Farias Yamaguchi

DR^a. MICHELE GREQUE DE MORAIS
Orientadora
DR. JORGE ALBERTO VIEIRA COSTA
Co-orientador

Rio Grande, RS
2022

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE
ESCOLA DE QUÍMICA E ALIMENTOS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
ALIMENTOS

DESENVOLVIMENTO DE NANOPARTÍCULAS COM ANTOCIANINAS DO AÇAÍ
PELO PROCESSO DE *ELECTROSPRAYING*

Shana Kimi Farias Yamaguchi

Tese apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do
título de Doutora em
Engenharia e Ciência de
Alimentos

DR^a. MICHELE GREQUE DE MORAIS

Orientadora

DR. JORGE ALBERTO VIEIRA COSTA

Co-orientador

RIO GRANDE, RS

2022

Ficha Catalográfica

Y481d Yamaguchi, Shana Kimi Farias.
Desenvolvimento de nanopartículas com antocianinas do açaí
pelo processo de *electrospraying* / Shana Kimi Farias Yamaguchi . –
2022.
83 f.

Tese (doutorado) – Universidade Federal do Rio Grande –
FURG, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de
Alimentos, Rio Grande/RS, 2022.

Orientadora: Dra. Michele Greque de Moraes.

Coorientador: Dr. Jorge Alberto Vieira Costa.

1. Antocianinas 2. Goma guar 3. Maltodextrina 4. Parâmetros de
processo 5. Parâmetros de solução 6. Polímeros naturais I. Moraes,
Michele Greque de II. Costa, Jorge Alberto Vieira III. Título.

CDU 338.45

Catálogo na Fonte: Bibliotecário José Paulo dos Santos CRB 10/2344

APROVAÇÃO

Tese defendida por Shana Kimi Farias Yamaguchi, com orientação da Prof.^a Dr.^a Michele Greque de Moraes e co-orientação de Prof. Dr. Jorge Alberto Vieira Costa, aprovada em 03 de maio de 2022, pela Comissão Examinadora constituída pelos membros:

Michele Moraes

Prof.^a Dr.^a Michele Greque de Moraes - FURG

Lisiane Carvalho

Prof.^a Dr.^a Lisiane Fernandes de Carvalho - FURB

Juliana Botelho Moreira

Prof.^a Dr.^a Juliana Botelho Moreira - FURG

Ana Priscila Centeno da Rosa

Prof.^a Dr.^a Ana Priscila Centeno da Rosa - FURG

LISTA DE TABELAS

ARTIGO I

Tabela 1 - Concentrações dos polímeros e do extrato de antocianinas utilizados.	42
Tabela 2 -Capacidade do sequestro do radical DPPH.....	54
Tabela 3 - Capacidade do sequestro do radical ABTS.....	55

LISTA DE FIGURAS

REVISÃO DA LITERATURA

Figura 1 - Esquema do processo de *electrospraying*27

ARTIGO I

Figura 1 - Morfologia das nanopartículas por imagens de MEV em aumento de 10.000x contendo (a) 10% maltodextrina e 0,5% goma guar; (b) 15% maltodextrina e 0,5% goma guar; (c) 20% maltodextrina e 0,5% goma guar; (d) 15% maltodextrina e 0,2% goma guar; (e) 15% maltodextrina e 0,3% goma guar; (f) 15% maltodextrina e 0,4% goma guar; (g) 0,5% goma guar; (h) 20% maltodextrina.47

Figura 2 - Morfologia por imagens de MEV, em aumento de 10.000x, das nanopartículas contendo 3% de extrato de antocianinas com (a) 14% maltodextrina; (b) 17% maltodextrina; (c) 20% maltodextrina.49

Figura 3 - Distribuição de tamanhos das nanopartículas contendo 3% de extrato de antocianinas com (a) 14% maltodextrina; (b) 17% maltodextrina; (c) 20% maltodextrina. 50

Figura 4 - Curvas TGA das nanopartículas sem açaí, nanopartículas com açaí e de açaí liofilizado.51

Figura 5 - Espectros de FTIR das nanopartículas de maltodextrina sem açaí e nanopartículas de maltodextrina com açaí.52

Figura 6 - Microscopia eletrônica de transmissão (MET) das amostras de nanopartículas de maltodextrina sem açaí (a) e com açaí (b).53

SUMÁRIO

CAPÍTULO I	13
RESUMO	15
ABSTRACT	17
1 INTRODUÇÃO	19
2 OBJETIVOS	21
2.1 OBJETIVO GERAL.....	21
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
CAPÍTULO II	23
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	25
3.1 HISTÓRICO DO LABORATÓRIO DE ENGENHARIA BIOQUÍMICA (LEB) e MICROBIOLOGIA (MIBI)	25
3.2 NANOPARTÍCULAS	26
3.3 <i>ELECTROSPRAYING</i>	27
3.3.1 Parâmetros de solução, processo e ambientais do <i>electrospraying</i>	28
3.4 POLÍMEROS ENCAPSULANTES	29
3.5 ANTOCIANINAS	30
CAPÍTULO III	33
4 DESENVOLVIMENTO DO TRABALHO	35
ARTIGO I	37
RESUMO	39
1 INTRODUÇÃO	39
2 MATERIAL E MÉTODOS	41
2.1 OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DE SOLUÇÃO E PROCESSO	41
2.2 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA).....	42
2.3 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADAS DE FOURIER (FTIR).....	43
2.4 EFICIÊNCIA DE NANOENCAPSULAMENTO (%EE).....	43
2.5 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE DAS NANOPARTÍCULAS DE MALTODEXTRINA COM AÇAÍ E SEM AÇAÍ	43
2.5.1 Atividade antioxidante pelo método DPPH (1,1-difenil-2-picrilhidrazil)	43
2.5.2 Atividade antioxidante pelo método ABTS (2,2´azinobis (3-etilbenzotiazolina-6- ácido sulfônico)	44
2.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA	45
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	45
3.1 OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DE SOLUÇÃO E PROCESSO	45
3.2 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA).....	51
3.3 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADAS DE FOURIER (FTIR).....	51
3.4 EFICIÊNCIA DE NANOENCAPSULAMENTO (%EE).....	52
3.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)	53

3.6 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE DAS NANOPARTÍCULAS DE MALTODEXTRINA COM E SEM AÇAÍ	54
3.6.1 Atividade antioxidante pelo método DPPH (1,1-difenil-2-picrilhidrazil)	54
3.6.2 Atividade antioxidante pelo método ABTS (2,2'azinobis (3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico).....	55
4 CONCLUSÃO	55
5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	56
PATENTE.....	61
CAPÍTULO IV	65
CONCLUSÃO GERAL	67
CAPÍTULO V.....	69
RESÍDUOS GERADOS E DESTINO	71
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	71
CAPÍTULO VI.....	73
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	75

CAPÍTULO I

Resumo, Abstract, Introdução e Objetivos

RESUMO

A tecnologia inovadora de *electrospraying* utiliza diferença de potencial elétrico para a produção de nanopartículas, que servem para proteger de fatores externos diversos compostos ativos, como as antocianinas do açaí, que são adsorvidas pelo polímero. Antocianinas são antioxidantes naturais que previnem os radicais livres no nosso organismo, assim como os polímeros podem ser naturais como a maltodextrina e goma guar. Com isso, o objetivo do estudo foi avaliar a produção de nanopartículas com antocianinas do açaí pelo método de *electrospraying*. Os parâmetros de processo testados foram a taxa de alimentação (250 $\mu\text{L/h}$ e 450 $\mu\text{L/h}$), distância entre capilar e coletor (15 cm e 18 cm), diâmetro de capilar (0,45 mm e 0,5 mm) e potencial elétrico (12 kV e 20 kV). Os ensaios foram conduzidos em temperatura entre 20 °C e 25 °C e umidade relativa entre 47% e 50 %. As soluções foram testadas nas concentrações entre 10% e 20% (m/v) de maltodextrina e entre 0,2% e 0,5% (m/v) de goma guar. Posteriormente, à solução foi adicionado 3% do extrato de antocianinas do açaí. Realizou-se microscopia eletrônica de varredura (MEV) para se mensurar o tamanho das nanopartículas. Após a otimização dos parâmetros de processo, ambiental e solução, as nanopartículas foram caracterizadas por análise termogravimétrica (TGA), espectroscopia em transformada de Fourier (FTIR), eficiência de nanoencapsulação (%EE), microscopia eletrônica de transmissão (MET) e análises antioxidantes (ABTS e DPPH). Os parâmetros de processo que apresentaram melhores resultados foram 250 $\mu\text{L/h}$, distância entre capilar e coletor de 15 cm, diâmetro de capilar de 0,45 mm e potencial elétrico de 20 kV. A solução somente com maltodextrina produziu nanopartículas estáveis, esféricas e com diâmetros pequenos. Após a adição de 3% de extrato de antocianinas à solução com 20% maltodextrina, o diâmetro médio das nanopartículas foi de 117 ± 48 nm. A TGA apresentou maior perda de massa em torno de 200 °C. O espectro FTIR apresentou curvas correspondentes às estruturas da maltodextrina e da antocianina do açaí. A eficiência de nanoencapsulamento (%EE) apresentou resultado de $73\% \pm 1,9$. Com a MET foi possível visualizar o composto de interesse na parte interna da nanoesfera e a proteção da maltodextrina na parte externa. As nanopartículas de maltodextrina com antocianinas apresentaram 54% e 34% de inibição do radical DPPH e ABTS, respectivamente. As nanopartículas produzidas possuem a vantagem de serem solúveis em água, podendo ser adicionadas em qualquer produto alimentício em pó. Diante disso, a tecnologia de *electrospraying* ainda tem muito a ser estudada, entretanto, com o presente estudo é possível comprovar a utilização dessa técnica para produção de nanopartículas de maltodextrina com antocianinas do açaí, podendo ser utilizada para enriquecimento nutricional de diversos alimentos em pó.

Palavras-chave: Antocianinas. Goma guar. Maltodextrina. Parâmetros de processo. Parâmetros de solução. Polímeros naturais.

ABSTRACT

DEVELOPMENT OF NANOPARTICLES WITH AÇAÍ ANTIOXIDANTS BY *ELECTROSPRAYING*

The innovative *electrospraying* technology uses electrical potential difference to produce nanoparticles, which serve to protect various active compounds from external factors, such as açai anthocyanins, that are adsorbed by the polymer. Anthocyanins are natural antioxidants that prevent free radicals in our body, as well as polymers can be natural such as maltodextrin and guar gum. Thus, the objective of the study was to evaluate the production of nanoparticles with anthocyanins from açai by the *electrospraying* method. The process parameters tested were the feed rate (250 $\mu\text{L/h}$ and 450 $\mu\text{L/h}$), distance between capillary and collector (15 cm and 18 cm), capillary diameter (0.45 mm and 0.5 mm) and potential electrical (12 kV and 20 kV). The tests were carried out at temperatures between 20 °C and 25 °C and relative humidity between 47% and 50%. The solutions were tested at concentrations between 10% and 20% (m v^{-1}) of maltodextrin and between 0.2% and 0.5% (m v^{-1}) of guar gum. Subsequently, 3% of açai anthocyanin extract was added to the solution. Scanning electron microscopy (SEM) was performed to measure the size of the nanoparticles. After the optimization of process, environmental and solution parameters, the nanoparticles were characterized by thermogravimetric analysis (TGA), Fourier transform spectroscopy (FTIR), nanoencapsulation efficiency (%EE), transmission electron microscopy (TEM) and antioxidant analysis. (ABTS and DPPH). The process parameters that presented the best results were 250 $\mu\text{L/h}$, distance between capillary and collector of 15 cm, capillary diameter of 0.45 mm and electrical potential of 20 kV. The solution with only maltodextrin produced stable, spherical nanoparticles with small diameters. After adding 3% anthocyanin extract to the 20% maltodextrin solution, the average diameter of the nanoparticles was 117 ± 48 nm. TGA showed greater mass loss around 200 °C. The FTIR spectrum showed curves corresponding to the maltodextrin and anthocyanin structures of açai. The nanoencapsulation efficiency (%EE) showed a result of $73\% \pm 1.9$. With TEM it was possible to visualize the compound of interest in the inner part of the nanosphere and the protection of the maltodextrin in the outer part. The maltodextrin nanoparticles with anthocyanins showed 54% and 34% inhibition of the DPPH and ABTS radical, respectively. The nanoparticles produced have the advantage of being soluble in water and can be added to any powdered food product. Therefore, the *electrospraying* technology still has much to be studied, however, with the present study it is possible to prove the use of this technique for the production of maltodextrin nanoparticles with anthocyanins from açai, which can be used for nutritional enrichment of various powdered foods.

Keywords: Anthocyanins. Natural polymers. Maltodextrin. Process parameters. Solution parameters. Guar gum.

1 INTRODUÇÃO

A nanoencapsulação de substâncias ativas permite a liberação controlada da substância no sítio-alvo, necessitando de menores quantidades de nanopartículas quando comparadas a materiais convencionais (macropartículas), oferecendo um nível de funcionalidade maior para o produto (CHAUDHRY et al., 2010; MORAIS, 2015). As nanoesferas podem ser revestidas com material de parede constituído por componentes de grau alimentício, biodegradáveis e capazes de proteger o material núcleo, além de proporcionar boa estabilidade durante o processamento dos produtos (NEDOVIC et al., 2011). O *electrospraying* é um processo que permite a nanoencapsulação de componentes funcionais e possui a vantagem de ter seus parâmetros de solução, processo e ambiental controlados, resultando em partículas menores, mais estáveis e esféricas, além de apresentar ausência de aglomeração (BHUSHANI; ANANDHARAMAKRISHNAN, 2014; GÓMEZ-MASCARAQUE et al., 2016).

As técnicas eletro-hidrodinâmicas emergentes têm sido objeto de interesse tanto na comunidade científica como na indústria. De fato, os métodos de *electrospinning* e *electrospraying* são técnicas promissoras para fabricar veículos de entrega. Esses veículos apresentam benefícios estruturais e funcionais para o encapsulamento de ingredientes bioativos. Podem ser utilizados em diversas matrizes alimentares e nutracêuticas, protegendo os ingredientes das condições ambientais. Eles também podem aumentar a biodisponibilidade das biomoléculas e a liberação controlada, ao mesmo tempo que melhoram a vida útil do produto (COELHO; ESTEVINHO; ROCHA, 2021).

Neste contexto, as antocianinas, que são pigmentos vegetais, possuem atividade antioxidante, prevenindo e/ou combatendo os radicais livres e espécies reativas no organismo (SINOPOLI; CALOGERO; BARTOLOTTA, 2019). As antocianinas podem ser encontradas na fruta do açazeiro (*Euterpe oleracea Mart*), o qual é uma palmeira nativa que predomina na região Norte do Brasil (COSTA; SILVA; VIEIRA, 2018). Sua fruta açáí, é rica em antocianinas podendo ser utilizada para diversos fins na indústria de alimentos. Em contra partida, as antocianinas podem naturalmente ser degradadas por diversos fatores como pH, temperatura, atividade enzimática, ácido ascórbico, oxigênio, dióxido de enxofre e íons metálicos (RIBEIRO; MENDES; PEREIRA, 2011).

Diante disso, o processo de *electrospraying* protege os ingredientes ativos desses fatores adversos que afetam sua estabilidade (GUTIÉRREZ, 2018, WEN et al., 2017), utilizando polímeros naturais como a maltodextrina e a goma guar. A maltodextrina é um dos

principais materiais de aplicação no processo de encapsulação devido às suas características físicas como elevada solubilidade, baixa viscosidade. A goma guar é um polímero hidrossolúvel que quando solubilizado em água resulta em soluções viscosas e estáveis (LU et al., 2021; BOCCHINFUSO et al., 2010).

Com o desenvolvimento do presente trabalho pretende-se contribuir com a linha de pesquisa de produção de nanomateriais já consolidada no Laboratório de Engenharia Bioquímica, a fim de identificar condições de produção de nanoesferas com antocianinas extraídas do açaí. Essa pesquisa faz parte do projeto de extensão “CVT’s das Agrobiodiversidades Bailique – Rio Grande”, o qual dentre outros objetivos, auxilia no processamento do açaí oriundo da região do arquipélago do Bailique no estado do Amapá levando conhecimento para um bom manejo da fruta que é comercializada para todo o país.

Tendo em vista que o desenvolvimento de nanoesferas de maltodextrina e goma guar pelo método de *electrospraying* é um processo inovador, o objetivo do estudo foi avaliar a nanoencapsulação de antocianinas extraídas do açaí pelo método de *electrospraying*.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver nanoesferas de antocianinas extraídas do açaí pelo método de *electrospraying*.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Definir os parâmetros de solução, processo e ambientais para a produção de nanoesferas de maltodextrina uniformes e estáveis pela técnica de *electrospraying*;
- Nanoencapsular antocianinas por *electrospraying*;
- Caracterizar e avaliar as propriedades morfológicas, térmicas, estruturais e antioxidantes das nanoesferas contendo antocianinas.

CAPÍTULO II
Revisão da Literatura

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 HISTÓRICO DO LABORATÓRIO DE ENGENHARIA BIOQUÍMICA (LEB) e MICROBIOLOGIA (MIBI)

O Laboratório de Engenharia Bioquímica (LEB) da Universidade Federal de Rio Grande (FURG) iniciou suas atividades em 1996, quando projetos envolvendo cultivos de microalgas foram realizados e são desenvolvidos até hoje. O LEB desenvolveu alimentos com Spirulina tais como: massas, sopas instantâneas, bebida isotônica, biscoito de chocolate (MORAIS; MIRANDA; COSTA, 2006), biscoito de limão, achocolatado, pudim, bolo de chocolate, bolo de limão, bala de goma (PATERNINA, 2020), alimentos para praticantes de atividades físicas e alimento tipo shake para idosos (SANTOS et al., 2016). Franco (2021) desenvolveu estudos adicionando Spirulina e açaí em snaks e barra de cereal para enriquecer esses alimentos.

Em se tratando de nanotecnologia, o Laboratório de microbiologia (MIBI) estuda nanomateriais como nanofibras a partir de polímeros biodegradáveis (SCHMATZ, 2017), indicadores de pH com nanofibras de Spirulina (KUNTZLER, 2021), nanopartículas poliméricas para aumento da taxa de fixação do gás no cultivo de microalgas (VARGAS, 2020) e agora com o presente estudo o desenvolvimento de nanopartículas de polímeros naturais para o enriquecimento de alimentos.

O LEB coordena o projeto de extensão “CVT’s (Centro de Vocação Tecnológica) das Agrobiodiversidades Bailique – Rio Grande”, que em parceria com a Oficina Escola de Lutheria da Amazônia (OELA) e financiado pelo MCTIC (Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações) tem por objetivo implantar 2 CVT’s nos extremos Norte (Bailique-AP) e Sul do Brasil (Rio Grande-RS). Tem por objetivo possibilitar o desenvolvimento científico e econômico dessas comunidades, aliando conhecimento, cultura e prática entre os extremos do país. Essas comunidades possuem como fonte de renda principal a pesca, a extração do açaí e de óleos vegetais. Com base nisso, o LEB vem desenvolvendo alimentos com açaí fornecidos pela comunidade do Bailique, como pudim, bolo, cookies, cerveja, hipercalóricos, iogurte, etc., para a agregação de valor ao fruto.

Com isso, o desenvolvimento de nanoesferas com antocianinas extraídas do açaí para aplicação em diversos alimentos em pó é um novo estudo desenvolvido pelo LEB/MIBI, o que pode abrir portas para novas pesquisas nesse ramo atuando diretamente no desenvolvimento de alimentos, aumentando um pouco mais o conhecimento sobre nanotecnologia nessa área.

3.2 NANOPARTÍCULAS

Um nanomaterial é definido como material com uma ou mais dimensões externas em nanoescala, chamado de nanoestruturado. Os materiais que possuem três dimensões em escala nanométrica incluem os nanofilmes e revestimentos, nanotubos e nanopartículas, pois revestem ou armazenam outro composto (CHAUDHRY et al., 2010).

As nanopartículas podem funcionar como sistemas reservatórios quando constituídas por matrizes poliméricas em que compostos são armazenados no interior da estrutura do polímero, ficando adsorvidos e encapsulados (KOU et al., 2018). Os compostos nanoencapsulados podem ser fármacos ou biomoléculas ativas como proteínas, enzimas e/ou compostos para enriquecimento nutricional e funcional. Estes compostos possibilitam diversas aplicações para as nanopartículas na indústria farmacêutica, cosmética, insumos agrícolas e alimentos (DE OLIVEIRA, 2014; MOUTINHO et al., 2011; SCHAFFAZICK et al., 2003).

A principal influência sobre a absorção das nanopartículas é a mudança na proporção superfície-volume. Assim, menores quantidades de nanopartículas podem oferecer um nível de funcionalidade maior do que grande quantidade de macropartículas. Uma entrega e/ou liberação altamente controlada de compostos bioativos aumentará sua eficiência, permitindo a determinação de sua dose diária (CHAUDHRY et al., 2010; GHORANI; TUCKER, 2015).

O material de parede das nanopartículas pode ser constituído por materiais biodegradáveis, como polímeros sintéticos ou naturais, lipídeos e fosfolipídeos, que formam uma rede com a substância encapsulada, mantendo-a aprisionada e protegida (JAFARI et al., 2008; MORAIS, 2015; SÁNCHEZ et al., 2016). Vários materiais podem estar utilizados na estrutura da parede das nanopartículas, incluindo os biopolímeros (como proteínas animais e vegetais, carboidratos), e polímeros biocompatíveis como óxido de polietileno (PEO), álcool polivinílico (PVA) e policaprolactona (PC) (GHORANI; TUCKER, 2015; HAIDER et al., 2018, ZHANG et al., 2018). Os polímeros podem ser usados sozinhos ou em combinação, dependendo da aplicação.

As nanopartículas poliméricas incluem as nanoesferas e as nanocápsulas, que diferem por suas organizações estruturais e composições. As nanocápsulas são formadas por camada polimérica disposta ao redor de um núcleo geralmente oleoso, enquanto as nanoesferas são sistemas matriciais constituídos por polímero (ASSUNÇÃO, 2016), nas quais o composto ativo pode estar na parte interna da esfera ou adsorvido nela. Em estudos de Lim

(2015) partículas esféricas foram consideradas mais adequadas do que as irregulares para melhor proteção do composto ativo.

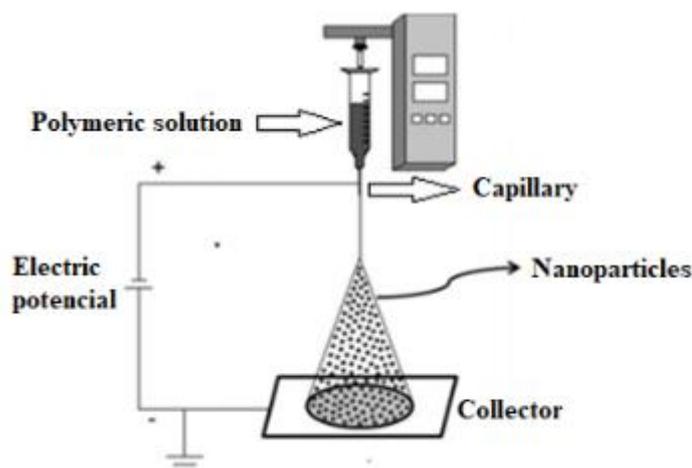
O mecanismo de liberação do material do núcleo da cápsula varia de acordo com a natureza do agente encapsulante. Pode ocorrer pela difusão através da membrana da parede da cápsula, pelos poros presentes na estrutura da cápsula, através do relaxamento das cadeias poliméricas da cápsula ou por estímulos ambientais como alterações no pH, força iônica, temperatura, entre outros (JAGTAP; MOHAN; SHUKLA, 2016).

Diante disso, a técnica de *electrospraying* produz nanoesferas com maior estabilidade e uniformidade, não suscetíveis a aglomeração e com possibilidade de controle do tamanho das nanoestruturas através de ajustes nos parâmetros do processo.

3.3 ELECTROSPRAYING

Electrospraying é o método de atomização de líquido, também conhecido como eletropulverização, que consiste na geração de gotículas carregadas por meio de aplicação de campo elétrico (FATHI; MARTÍN; MCCLEMENTS, 2014), conforme Figura 1. As cargas elétricas aplicadas na gota que sai do capilar geram uma força eletrostática no seu interior, que compete com a tensão superficial da gota, formando o cone de Taylor. Assim, devido à repulsão de Coulomb das cargas, as gotículas se dispersam e não se aglutinam durante o trajeto em direção ao coletor (AGUIRRE-GÜITRÓN et al., 2022; COSTA et al., 2017).

Figura 1 - Esquema do processo de *electrospraying*



O *electrospraying* apresenta diversas vantagens em relação aos atomizadores que utilizam calor como fonte de secagem: o tamanho das nanopartículas geradas é menor, sendo da ordem de nanômetros; há maior uniformidade na distribuição do tamanho das nanopartículas; a formação e tamanho das nanopartículas podem ser controlados através da taxa de alimentação da solução e do potencial elétrico no capilar; não há processo térmico, o qual pode ocorrer em temperaturas ambiente ou inferior; maior facilidade de controle do movimento das gotículas por meio de campo elétrico; as gotículas carregadas são autodispersantes no espaço devido à repulsão mútua, o que resulta na ausência de aglomeração das nanopartículas (JAWOREK; SOBCZYC, 2008; LAELORSPOEN et al., 2014).

3.3.1 Parâmetros de solução, processo e ambientais do *electrospraying*

Dentre os parâmetros da solução polimérica estão a concentração e viscosidade da solução, peso molecular do polímero e a volatilidade do solvente (CORRADINI et al., 2017; COSTA et al., 2012; PHAM; SHARMA; MIKOS, 2006). Compreendem parâmetros do processo: o potencial elétrico, a distância entre capilar e coletor e a taxa de alimentação da solução; e a umidade relativa e a temperatura do ambiente como parâmetros ambientais (ACEITUNO-MEDINA et al., 2015; CHAKRABORT et al., 2009).

A viscosidade e a tensão superficial da solução polimérica são influenciadas pela concentração do polímero e seu peso molecular (DROSOU et al., 2017). Com polímero de baixo peso molecular, alta concentração será necessária para produzir as partículas. Por outro lado, polímero de alto peso molecular oferece a possibilidade de formar partículas mesmo com baixas concentrações.

A concentração da solução deve ser baixa para que o grau de emaranhamento na saída do capilar seja baixo, proporcionando a formação de nanopartículas (BHUSHANI; ANANDHARAMAKRISHNAN, 2014). Os parâmetros da solução polimérica influenciam a extensão do alongamento do jato que ocorre desde a ponta do capilar até o coletor, bem como o efeito sobre o diâmetro e formato das partículas. Quando a concentração da solução polimérica é baixa, o campo elétrico aplicado e a tensão superficial fazem com que as cadeias do polímero se quebrem em fragmentos antes de atingir o coletor formando partículas (HAIDER et al., 2013; PILLAY et al., 2013). Durante o percurso das gotas em direção ao coletor, há perda de líquido devido à evaporação do solvente, que causa aumento da concentração do soluto. Com isso, ocorrem rupturas devido à força de repulsão eletrostática o

que reduz ainda mais o diâmetro das nanopartículas que se depositam no coletor (BOCK; DARGAVILLE; WOODRUFF, 2012; CHAKRABORTY et al., 2009).

Com relação aos parâmetros do processo, a operação do equipamento de *electrospraying* envolve o acerto do potencial elétrico aplicado, da distância entre capilar e coletor, diâmetro do capilar e da taxa de alimentação da solução. Segundo Tapia-Hernández, Rodríguez-Félix e Katouzian (2017) altas taxas de alimentação da solução polimérica levam a formação de nanopartículas irregulares e com resíduos de solvente. Além disso, é possível relacionar o tempo de evaporação do solvente com a distância de trabalho entre o capilar e o coletor. Essa distância de trabalho, como é chamada, afeta a morfologia e diâmetro da partícula. Durante o percurso entre capilar e coletor, é desejável que todo o solvente se evapore, assim é necessário uma distância mínima para que isso ocorra (KEIROUZ et al., 2020; WILLIAMS et al., 2018). A tensão aplicada precisa ser alta o suficiente para promover a geração do cone de Taylor e garantir a ejeção estável do jato de polímero (sem gotejamento), mas mantida abaixo de um certo limite para evitar instabilidades como a formação de múltiplos jatos e nanopartículas com rupturas (MOREIRA et al., 2021).

Além dos parâmetros da solução e do processo, os fatores ambientais tais como a umidade relativa e temperatura também influenciam na formação de nanopartículas (PELIPENKO et al., 2013). Quando a umidade relativa é muito baixa, os solventes voláteis tendem a evaporar rapidamente e ocorre a obstrução no capilar de saída da solução polimérica, devido à secagem e aglomeração de polímero. No entanto, com a umidade relativa do ambiente elevada, pode haver a evaporação incompleta dos solventes, levando a deposição de material úmido na placa coletora (BHARDWAJ; KUNDU, 2010; WEI, 2012). A temperatura está relacionada com a taxa de evaporação do solvente e a viscosidade da solução polimérica, sendo que altas temperaturas evaporam rápido o solvente entupindo o capilar, já para solução, a temperatura amena é desejável para que a solução se mantenha com baixa viscosidade, pois alguns polímeros solidificam em temperaturas baixas.

3.4 POLÍMEROS ENCAPSULANTES

Com relação aos materiais de parede, carboidratos como amido, xarope, maltodextrina, quitosana, gomas e açúcares de pequenas moléculas são os polímeros mais populares para materiais de núcleo solúveis em água devido à alta retenção e baixa viscosidade em alto conteúdo de materiais de núcleo (LU et al., 2021). Estes polímeros devem ser biodegradáveis e atóxicos, pois não podem causar danos quando consumido (LIM, 2015).

O polímero deve apresentar baixa viscosidade em concentrações elevadas, ser fácil de manusear durante o processo de nanoencapsulação, apresentar baixa higroscopicidade para impedir a aglomeração, ter boa capacidade de incorporar o composto bioativo, proteger o composto de condições como oxigênio, luz e pH, apresentar sabor agradável, ter ausência de aroma e ter bom custo-benefício (SANTOS et al., 2016). Os polímeros escolhidos para o desenvolvimento do presente estudo foram a maltodextrina e a goma guar, os quais são usualmente utilizados em encapsulação de componentes bioativos para aplicação em alimentos (KRISHNAN; BHOSALE; SINGHAL, 2005). A maltodextrina é o produto da hidrólise parcial do amido com valores de dextrose equivalente (DE) menor que 20 e podem ser obtidas de amidos de diferentes fontes botânicas. A DE é a medida que caracteriza a extensão da hidrólise do amido e indica a média do peso molecular (KALUSEVIC et al., 2017; SILVA et al., 2014).

A maltodextrina é um dos principais materiais de aplicação no processo de encapsulação devido às suas características físicas como elevada solubilidade, baixa viscosidade mesmo quando utilizadas em elevadas concentrações de sólidos e por possuir bom custo-benefício (KRISHNAN; BHOSALE; SINGHAL, 2005; LU et al., 2021). É um material biocompatível e não imunogênico, degradável in vivo pelas α -amilases e seu peso molecular garante a eliminação renal evitando o acúmulo de tecido devido à administração repetida (MOREIRA et al., 2010). Barthold et al. (2019) utilizaram maltodextrina para encapsular albumina por precipitação inversa e produziram nanopartículas com tamanhos entre 100 – 270 nm.

A goma guar é um polissacarídeo da classe das galactomananas, sendo obtida a partir do endosperma de sementes da leguminosa *Cyamopsis Tetragonolobus*, conhecida como Guar (PAIXÃO, 2015). A goma guar é um polímero hidrossolúvel que quando solubilizado em água resulta em soluções viscosas e estáveis. No entanto, a viscosidade da solução desse polissacarídeo é dependente do pH, do tamanho da molécula e da temperatura. A goma guar é estável na faixa de pH entre 4,0 e 10,5. Em relação ao tamanho das moléculas, quanto maior o tamanho, maior será a viscosidade da solução polimérica, e quanto maior a temperatura menor a viscosidade. As soluções de goma guar normalmente apresentam aspecto turvo devido à presença de fibras insolúveis e material celulósico (BOCCHINFUSO et al., 2010).

3.5 ANTOCIANINAS

Antocianinas são compostos fenólicos de ocorrência natural, com massa molecular de 400 a 1200 g mol⁻¹, responsáveis pelos pigmentos azuis, vermelhos ou roxos brilhantes em frutas, flores e vegetais (SINOPOLI et al., 2019; ANDERSEN; MARKHAM, 2006; BUENO et al., 2012). As antocianinas mais abundantes nas plantas são as seguintes: cianidina (50%), pelargonidina (12%), delphinidina (12%), peonidina (12%), petunidina (7%) e malvidina (7%) (KHOO et al., 2017). Na forma in natura, existem poucas antocianinas livres e a maioria delas existe principalmente na forma de glicosídeos insolúveis em água e acilglicosídeos (DIA et al., 2015).

Além dos pigmentos utilizados como corantes naturais, as antocianinas são estudadas por sua capacidade antioxidante, a qual é responsável pela prevenção de diversas patologias, como câncer e doenças cardíacas (BUENO et al., 2012; HE et al., 2011), reduzir o diabetes e a obesidade (POJER et al., 2013), podendo atuar como agentes neuroprotetor relacionadas ao estresse oxidativo (CASTAÑEDA-OVANDO et al., 2009; VALLS et al., 2009).

As antocianinas, quando isoladas, possuem pouca estabilidade e estão vulneráveis à degradação. Muitos são os fatores que afetam essa estabilidade, sendo os principais o pH, a temperatura, presença de enzimas, exposição à luz, presença de açúcares, além de outros compostos fenólicos e íons metálicos (CAVALCANTI; SANTOS; MEIRELES, 2011; COUTINHO et al., 2015; TURTURICA et al., 2015).

Tendo em vista a instabilidade das antocianinas a diversos fatores ambientais, o desenvolvimento de nanoesferas pelo processo de *electrospraying* é uma alternativa para a proteção das propriedades antioxidantes deste composto fenólico, além de tornar o composto ativo solúvel em água, sendo possível a adição em diversos alimentos em pó.

CAPÍTULO III
Desenvolvimento do Trabalho

4 DESENVOLVIMENTO DO TRABALHO

O presente estudo foi desenvolvido em duas etapas, em que, primeiramente foram otimizados os parâmetros de solução, os parâmetros de processo do *electrospraying* e os parâmetros ambientais. Para os parâmetros de solução foram testadas 8 formulações de concentrações 10%, 14%, 17% e 20% (m v^{-1}) de maltodextrina e 0,2%, 0,3%, 0,4% e 0,5% (m v^{-1}) de goma guar. Os parâmetros de processo avaliados foram taxa de alimentação, distância entre capilar e coletor, diâmetro de capilar e potencial elétrico. Sendo testados também parâmetros ambientais de umidade e temperatura. Nessa etapa objetivou-se encontrar os melhores parâmetros para o desenvolvimento de nanopartículas estáveis, esféricas, sem nanofibras, na menor escala nanométrica, sem gotejamento de solução e sem aglomeração de nanopartículas. Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram utilizadas para analisar a morfologia das nanopartículas, e assim se tomar a decisão de quais parâmetros utilizar no seguimento do estudo. Na segunda etapa do estudo foi a caracterização das nanopartículas, que contou com análises termogravimétricas (TGA), espectroscopia de infravermelho com transformadas de Fourier (FTIR), eficiência de nanoencapsulamento (%EE), microscopia eletrônica de transmissão (MET) e atividade antioxidante (ABTS e DPPH). Este estudo originou uma patente de inovação e um artigo científico submetido no periódico **Journal of Food Engineering**, qualis A1 e fator de impacto 5,354.

Artigo e patente desenvolvidos:

1. *Electrospraying*: Tecnologia inovadora para o desenvolvimento de nanopartículas com antioxidantes de açaí.
2. **(Patente depositada)** Nanopartículas de maltodextrina contendo antocianinas do açaí desenvolvidas pela tecnologia de *electrospraying*. **Data do depósito 26/02/2021**. INPI n.º BR 10 2021 003749.

ARTIGO I

ELECTROSPRAYING: TECNOLOGIA INOVADORA PARA O DESENVOLVIMENTO
DE NANOPARTÍCULAS COM ANTIOXIDANTES DE AÇAÍ

RESUMO

A tecnologia de *electrospraying* utiliza diferença de potencial elétrico para a formação de nanopartículas, desta forma, o objetivo do estudo foi o desenvolvimento de nanopartículas com antocianinas do açaí pelo método de *electrospraying*. Os parâmetros de processo testados foram: taxa de alimentação, distância entre capilar e coletor, diâmetro de capilar e potencial elétrico, em diferentes temperaturas e umidade relativa do ar. Os polímeros maltodextrina e goma guar foram avaliados na solução com 3% de extrato de antocianinas do açaí. Em seguida, as nanopartículas foram caracterizadas, as quais apresentaram tamanhos em torno de 117 ± 48 nm e bons resultados em eficiência de nanoencapsulação (%EE) e atividade antioxidante (ABTS e DPPH). Com isso, é possível afirmar, que a tecnologia de *electrospraying* é eficiente para a produção de nanopartículas de maltodextrina com antocianinas do açaí, e assim serem utilizadas para enriquecimento nutricional em alimentos em pó.

Palavras-chave: Antocianinas. Goma guar. Maltodextrina. Parâmetros de processo. Parâmetros de solução. Polímeros naturais.

1 INTRODUÇÃO

Nanopartículas ou nanocápsulas podem funcionar como sistemas reservatórios quando constituídas por matrizes poliméricas em que compostos são armazenados no interior da estrutura do polímero, ficando adsorvidos na parede ou encapsulados em seu interior. Podem também permitir o controle na liberação gradativa desses compostos (ASSIS et al., 2012; OKUTAN; TERZI; ALTAY, 2014), além de melhorar a estabilidade, a biodisponibilidade e mascarar odores e sabores indesejados do composto de interesse (DEVOS et al., 2010). Antioxidantes, ácidos graxos essenciais e vitaminas são algumas substâncias ativas que podem ser encapsuladas para aplicação em alimentos, fármacos e cosméticos para enriquecimento nutricional e funcional (MOUTINHO et al., 2011; SCHAFFAZICK et al., 2003; SOPPIMATH et al., 2001).

A principal vantagem de se utilizar as nanopartículas é a proporção volume-biodisponibilidade (BANFIELD; ZHANG, 2001), assim, menores quantidades de nanopartículas podem oferecer funcionalidade superior comparado às macropartículas devido a sua maior área de contato e velocidade de absorção pelo organismo (CHAUDHRY et al., 2010).

As antocianinas, que são pigmentos vegetais pertencentes à classe de compostos fenólicos chamados de flavonoides (DAMODARAN; PARKIN; FENNEMA, 2010), possuem atividade antioxidante, prevenindo e/ou combatendo os radicais livres e espécies reativas no nosso organismo (BERNAUD; FUNCHAL, 2011). Estes compostos podem ser encontrados

no fruto do açazeiro (*Euterpe oleracea Mart*), o qual é uma palmeira nativa que predomina na região Norte do Brasil (COHEN et al., 2006). O fruto açáí, é rico em antocianinas que podem ser degradadas por diversos fatores como pH, temperatura, atividade enzimática, ácido ascórbico, oxigênio, dióxido de enxofre e íons metálicos (RIBEIRO; MENDES; PEREIRA, 2011). Nesse sentido, a encapsulação é uma maneira eficaz para manter este composto viável em alimentos em pó que necessitem de suplementação nutricional e/ou funcional.

Liofilização e *spray-drying* são algumas técnicas comumente utilizadas na produção de nanopartículas, sendo que as condições de operação da secagem por esses processos são importantes parâmetros para a estabilidade da funcionalidade das nanopartículas (ANANDHARAMAKRISHNAN, 2014). No entanto, apesar da liofilização ser eficiente na produção de nanopartículas, o processo possui um custo dispendioso (PEREIRA, 2015) e a secagem ocasiona um estresse adicional sobre esses nanomateriais durante o processamento, devido a utilização de altas temperaturas que ocasionam a degradação dos compostos. Deste modo, processos alternativos aos tradicionais, que não utilizam altas temperaturas para a secagem desses materiais vêm sendo estudados a fim de melhorar a biodisponibilidade dos compostos ativos (WEN et al., 2017).

Apesar de ser pouco estudada para aplicação alimentícia, a utilização da técnica de *electrospraying* é de grande interesse das indústrias de alimentos devido ao encapsulamento de enzimas e outros compostos ativos e principalmente por promover a liberação controlada destes compostos, sem que haja necessidade da utilização de altas temperaturas (REZAEI; NASIRPOURE; FATHI, 2015). No equipamento de *electrospraying* é possível controlar os parâmetros de solução, processo e ambiental, resultando em partículas menores, mais estáveis e esféricas, além de apresentar ausência de aglomeração pós processo (JAWOREK; SOBCZYC, 2008). Este método consiste na atomização de líquido gerando gotículas carregadas por meio de aplicação de campo elétrico (FATHI; MARTÍN; MCCLEMENTS, 2014). As cargas elétricas aplicadas na gota que sai do capilar geram uma força eletrostática no seu interior, que compete com a tensão superficial da gota, formando o cone de Taylor. Assim, devido à repulsão das cargas, as gotículas se dispersam durante o trajeto em direção ao coletor (BOCK et al., 2011).

O *electrospraying* apresenta diversas vantagens em relação aos atomizadores mecânicos como: o tamanho das gotículas geradas na ordem de nanômetros, estas são autodispersantes no espaço devido à repulsão mútua, o que resulta na ausência de aglomeração das nanopartículas (JAWOREK; SOBCZYC, 2008); Não utiliza altas temperaturas no processo (FIGUEIRA et al., 2016); Há maior uniformidade na distribuição

das nanopartículas, podendo ser controlada mediante taxa de alimentação da solução e do potencial elétrico; Seu aumento de escala é aplicável (PÉTRIK, 2011); Além disso, mesmo nos casos em que o uso de solventes orgânicos é necessário, a aplicação dessas nanoesferas em alimentos é segura, pois o solvente é evaporado durante o processo e nenhum resíduo permanece no material final (SCHMATZ, 2017).

Tendo em vista que o estudo do desenvolvimento de nanopartículas contendo antocianinas utilizando maltodextrina e goma guar pelo método de *electrospraying* é um processo inovador, por não haver outros estudos comparativos, o objetivo do estudo foi avaliar a produção de nanopartículas com antocianinas do açaí pelo método de *electrospraying*.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DE SOLUÇÃO E PROCESSO

As antocianinas foram extraídas da polpa do açaí proveniente do Arquipélago do Bailique-AP vinculado ao projeto de extensão “Centros de Vocação Tecnológica (CVT’s) das Agrobiodiversidades Bailique – Rio Grande” da Universidade Federal do Rio Grande (FURG). A polpa do açaí foi liofilizada no Laboratório de Análise de Alimentos da FURG e a extração das antocianinas foi realizada conforme metodologia de Teixeira, Stringheta e Oliveira (2008) modificado. Após 24 horas sob condições de refrigeração (5 °C) e ao abrigo da luz, foi realizada a quantificação de acordo com o método do pH diferencial. Alíquotas do extrato foram transferidas para balões volumétricos de 5 mL, sendo seus volumes completados com soluções tampões pH 1,0 e pH 4,5.

O cálculo do teor de antocianinas foi realizado a partir de leituras das absorvâncias nos comprimentos de onda de 520 e 700 nm e os resultados foram expressos como mg de equivalente de cianidina-3- glucosídeo 100 g⁻¹ de amostra.

Os parâmetros de processo testados foram a taxa de alimentação de 250 µL/h e 450 µL/h, distância entre capilar e coletor de 15 cm e 18 cm, diâmetro de capilar de 0,45 mm e 0,5 mm e potencial elétrico de 12 kV e 20 kV. Todos os ensaios foram conduzidos à temperatura controlada de 20 ± 2 °C e umidade relativa de 50 ± 2% (EVANGELHO, 2018; PÉREZ-MASIÁ et al., 2015).

Inicialmente foram desenvolvidas nanopartículas somente com os polímeros para ser analisada se as concentrações testadas produziram nanopartículas e qual delas apresentaria melhores resultados após o processo de *electrospraying*. Em seguida, à solução

otimizada adicionou-se as antocianinas. Ademais, afim de verificar se a concentração de maltodextrina alteraria as características das nanopartículas, analisaram-se três concentrações de maltodextrina com as antocianinas, conforme a Tabela 1.

Tabela 1 - Concentrações dos polímeros e do extrato de antocianinas utilizados.

Maltodextrina (%)	Goma guar (%)	Antocianinas (%)
10	0,5	-
15	0,2	-
15	0,3	-
15	0,4	-
15	0,5	-
20	0,5	-
-	0,5	-
20	-	-
14	-	3
17	-	3
20	-	3

Os polímeros foram pesados em balança analítica em frasco de vidro vial e posteriormente adicionou-se a água destilada como solvente. As soluções foram agitadas em agitador magnético por 1 h em temperatura de 40 °C, após, agitadas em temperatura ambiente por mais 2 h até se obter dispersões homogêneas de todos os componentes. O extrato de antocianinas foi adicionado 1 h antes do processo de *electrospraying* para que o composto bioativo permanecesse exposto o menor tempo possível à luz, oxigênio e temperatura.

A forma e o tamanho das nanopartículas foram analisados utilizando microscópio eletrônico de varredura (Jeol, JSM-6610 LV, Japão). Para isso, as amostras foram fixadas em suporte metálico e recobertas com carbono, utilizando o metalizador diode sputtering (ASTM E986-04, 2010). Os diâmetros médios das nanopartículas foram obtidos a partir da medida direta de 100 nanopartículas aleatórias pelo programa ImageJ.

2.2 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

A TGA foi realizada para determinar as propriedades de degradação térmica do açaí liofilizado, das nanopartículas com antocianinas e sem antocianinas, de acordo com a metodologia ASTM D3850-12 (ASTM, 2012). As análises foram conduzidas à temperatura ambiente até alcançar 600 °C, em atmosfera inerte de nitrogênio, com fluxo de 30 mL min⁻¹ e

taxa de aquecimento constante de 10 °C min⁻¹, utilizando 2 a 6 mg de amostra em analisador termogravimétrico (Shimadzu, DTG-60, Japão).

2.3 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADAS DE FOURIER (FTIR)

O açaí liofilizado, as nanopartículas de maltodextrina e as nanopartículas de maltodextrina com antocianinas foram analisadas por espectroscopia de infravermelho (Shimadzu, IRAffinity, Japão). Utilizou-se aproximadamente 1 mg de cada amostra, nas seguintes condições: região de varredura 4000-650 cm⁻¹, número de acumuladores 16 scans min⁻¹, resolução de 2 cm⁻¹, e o registro dos espectros através da transmitância (%T).

2.4 EFICIÊNCIA DE NANOENCAPSULAMENTO (%EE)

Para determinar a eficiência de nanoencapsulamento das antocianinas nas nanopartículas, calculou-se a concentração de antocianinas presente na amostra de nanopartículas de maltodextrina com antocianinas e na amostra de açaí liofilizado. Para isso, pesaram-se 10 mg de cada amostra, posteriormente foram imersas em 4 mL de água destilada à 50 °C e homogeneizadas em agitador vortex por 5 min. As absorbâncias das amostras foram obtidas em espectrofotômetro em dois comprimentos de onda, 520 nm e 700 nm, e posteriormente utilizou-se o método de pH diferencial para a verificação do teor de antocianinas nas amostras.

A eficiência de nanoencapsulamento foi obtida pela Equação 1 de Muangrat et al. (2019), onde Ct é o teor de antocianinas do açaí liofilizado e Cs é o teor de antocianinas das nanopartículas de maltodextrina com antocianinas.

$$(\%EE) = (Ct - Cs) / Ct \times 100 \quad (1)$$

2.5 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE DAS NANOPARTÍCULAS DE MALTODEXTRINA COM E SEM ANTOCIANINAS

2.5.1 Atividade antioxidante pelo método DPPH (1,1-difenil-2-picrilhidrazil)

O experimento foi realizado de acordo com a metodologia de Miliuskas, Ventskutonis e Van Beek (2004), em que se utiliza 0,1 mL da solução contendo a amostra e

3,9 mL da solução de DPPH (concentração de 0,024 g L⁻¹), preparada no dia da análise. As amostras foram analisadas em espectrofotômetro a 517 nm após 30 min de reação, a fim de acompanhar a redução da absorbância. A atividade antioxidante por inibição do radical DPPH foi determinada pela Equação 2. Todas as determinações foram realizadas em triplicata e as diferenças estatisticamente significativas entre as médias ($p < 0,05$) foram analisadas por teste de Tukey ao nível de 95% de significância.

As amostras de nanopartículas de maltodextrina sem e com as antocianinas e o açaí liofilizado foram expostas à luz, temperatura (~25 °C) e umidade (~78%) ambiente durante 30 dias de armazenamento. A cada 10 dias foram avaliadas se a atividade antioxidante das nanopartículas com antocianinas se mantinha durante o período de 30 dias e comparadas com o açaí liofilizado.

$$\text{DPPH (\%)} = ((\text{Abs}_{\text{Am}} - \text{Abs}_{\text{branco}}) / \text{Abs}_{\text{CN}}) \cdot 100 \quad (2)$$

Onde:

Abs_{Am} : absorbância da amostra após 30 min

$\text{Abs}_{\text{branco}}$: absorbância da amostra com etanol

Abs_{CN} : absorbância do controle negativo (somente radical DPPH)

2.5.2 Atividade antioxidante pelo método ABTS (2,2'azinobis (3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico)

O experimento foi realizado de acordo com a metodologia de Miliauskas et al. (2004), em que se utiliza 30 µL da solução contendo a amostra e 3 mL da solução de ABTS+. As amostras foram mantidas na ausência de luz, em temperatura ambiente, e analisadas em espectrofotômetro a 734 nm após 10 min de reação, a fim de acompanhar a redução da absorbância. A atividade antioxidante por inibição do radical ABTS+ foi determinada pela Equação 3.

As amostras de nanopartículas de maltodextrina sem e com as antocianinas e o açaí liofilizado foram expostas à luz, temperatura e umidade ambiente durante os 30 dias de armazenamento. A cada 10 dias foram avaliadas se a atividade antioxidante das nanopartículas com antocianinas se mantinha durante o período de 30 dias e comparadas com o açaí liofilizado.

$$\text{ABTS (\%)} = (\text{Abs}_{\text{branco}} - \text{Abs}_{\text{amostra}}) / \text{Abs}_{\text{branco}} \quad (3)$$

Onde:

$\text{Abs}_{\text{amostra}}$: absorvância da amostra após 10 min.

$\text{Abs}_{\text{branco}}$: absorvância da solução contendo apenas o solvente com o radical ABTS.

As médias dos dados para eficiência de encapsulação, atividade antioxidante das nanopartículas foram comparados pelo teste de Tukey a 95% de significância por análise de variância (ANOVA).

2.6 ANÁLISE DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)

A forma, o tamanho e a visualização das antocianinas nas nanopartículas foram analisadas utilizando microscópio eletrônico de transmissão (Jeol, JEM-1400, 120 KeV) acoplado com microsonda de EDS. Nanopartículas de maltodextrina com e sem antocianinas foram analisadas.

2.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA

As respostas foram avaliadas por análise de variância (ANOVA), seguida por teste de Tukey, com nível de confiança de 95%.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DE SOLUÇÃO E PROCESSO

A polpa de açaí liofilizada apresentou 160,5 mg de antocianinas por 100 g de amostra, encontrando-se entre os valores reportados Silva et al. (2016) (135,15 mg/100 g) e Pacheco-Palencia (2007) (205,6 mg/100 g). O antioxidante extraído da polpa de açaí possui notória importância visto que combate radicais livres, além de ser responsável pela prevenção de diversas patologias, como câncer e doenças cardíacas, ambas relacionadas ao estresse oxidativo celular (BUENO et al., 2012; VALLS et al., 2009).

Em relação aos parâmetros do processo de *electrospraying*, foi possível observar que a taxa de alimentação de 450 μL fez a solução polimérica gotejar no coletor, não havendo tempo para o solvente evaporar. Pelo contrário, com a taxa de 250 μL favoreceu a formação

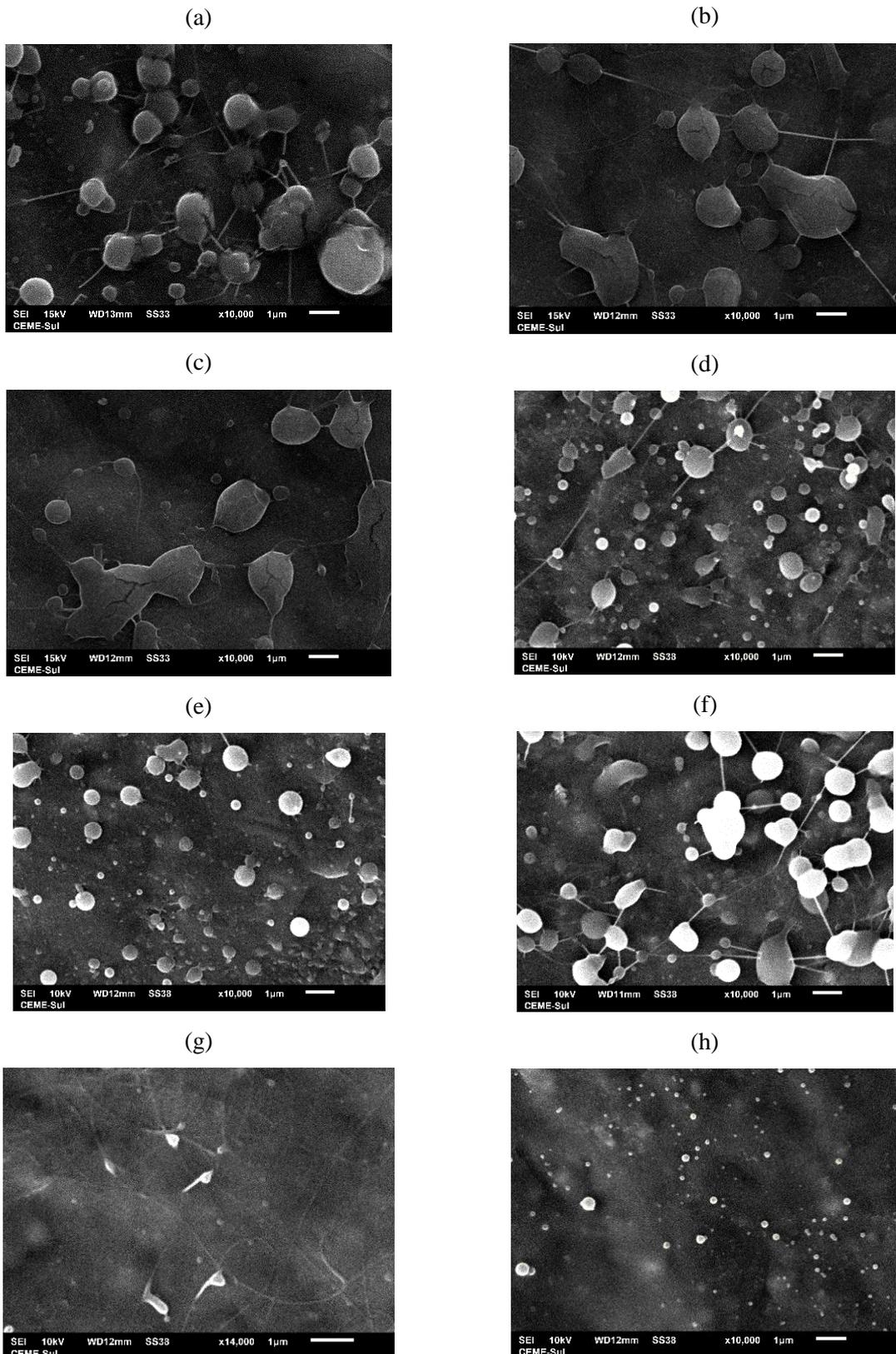
de nanopartículas regulares sem gotejamento do solvente no coletor. Segundo Jaworek e Sobczyk (2008), altas taxas de alimentação da solução levam ao desenvolvimento de nanopartículas com formatos irregulares e com resíduos de solvente. O diâmetro do capilar influenciou no tamanho das nanopartículas, sendo produzidas estruturas menores com o capilar de 0,45 mm em comparação com as nanopartículas obtidas com o capilar de 0,5 mm, que produziu partículas maiores que 1 μm , de acordo com a Figura 1a-c.

A distância entre capilar e coletor de 18 cm e de 15 cm utilizadas no estudo não alteraram de forma significativa na formação das nanopartículas, pois com as duas distâncias foi possível desenvolver nanopartículas regulares e esféricas. Estudos de Yao et al. (2008) demonstraram que são necessárias distâncias maiores que 11 cm para que o solvente tenha tempo suficiente para evaporar. Porém, não é indicado utilizar distâncias muito além de 20 cm, uma vez que o tamanho das nanopartículas aumenta devido à diminuição da área do campo elétrico aplicado (BOCK et al., 2011).

Com o potencial elétrico de 12 kV houve formação de partículas grandes e desuniformes, desta forma, nanopartículas desenvolvidas com potencial elétrico de 20 kV se apresentaram regulares e com diâmetros menores (Figura 1d-h), pois o aumento do potencial elétrico faz com que produza nanopartículas com diâmetros menores. Este resultado concorda com Sung e Lee (2004) os quais também concluíram que com o aumento do potencial elétrico ocorre a diminuição do raio médio das nanopartículas, obtendo-se nanopartículas com diâmetros menores.

A umidade relativa do ar também influenciou na formação das nanopartículas, uma vez que valores acima de 53% não ocorreu a formação de nanopartículas e a solução gotejava no coletor. Este resultado corrobora com Bhardwaj e Kundu (2010) e Wei (2012), os quais afirmam que com a umidade relativa do ambiente elevada, pode haver a evaporação incompleta dos solventes, levando a deposição de material úmido na placa coletora. Desta forma, a umidade relativa ideal para a formação de nanopartículas deve ser em torno de 50% \pm 1%, pois valores de umidade relativas baixa, tendem a secar os solventes rapidamente e ocorre a obstrução no orifício de saída da solução polimérica, devido à secagem e aglomeração de polímero. Diante do exposto, os parâmetros de processo selecionados para continuar o estudo foram taxa de alimentação de 250 $\mu\text{L/h}$, diâmetro do capilar de 0,45 mm, distância entre capilar e coletor de 15 cm e potencial elétrico de 20 kV. De acordo com as imagens de MEV foi possível perceber que a mistura dos polímeros maltodextrina e goma guar além de formar nanofibras, formou partículas maiores que 1 μm , não sendo interessante para o estudo (Figura 1a-g).

Figura 1 - Morfologia das nanopartículas por imagens de MEV em aumento de 10.000x contendo (a) 10% maltodextrina e 0,5% goma guar; (b) 15% maltodextrina e 0,5% goma guar; (c) 20% maltodextrina e 0,5% goma guar; (d) 15% maltodextrina e 0,2% goma guar; (e) 15% maltodextrina e 0,3% goma guar; (f) 15% maltodextrina e 0,4% goma guar; (g) 0,5% goma guar; (h) 20% maltodextrina.



A goma guar conferiu nanofibras às soluções, isto pode ter ocorrido porque as soluções de goma guar apresentam fibras insolúveis e material celulósico, por isso a solução fica com aspecto turvo (BOCCHINFUSO et al., 2010). Além disso, verificou-se que apenas a solução com 20% de maltodextrina (Figura 1h) apresentou partículas uniformes, estáveis, pequenas e sem fibras.

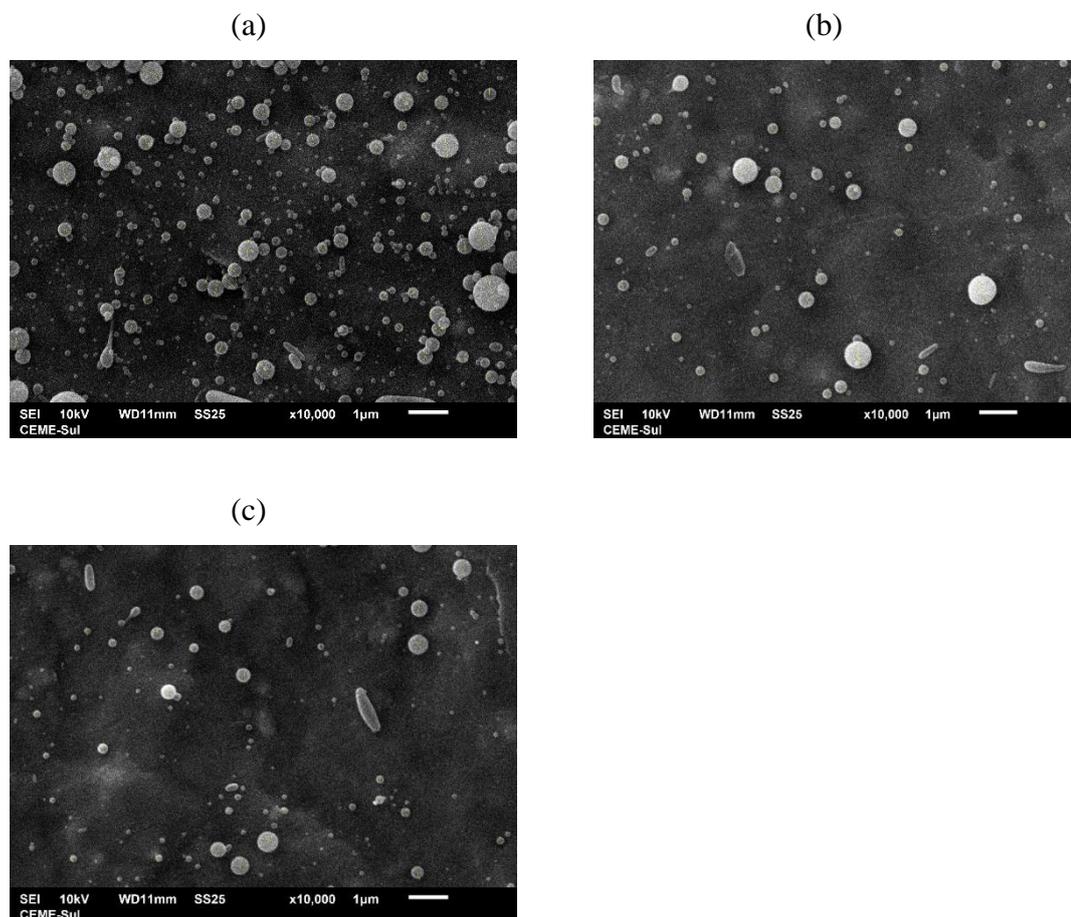
Diante dos resultados obtidos, foi selecionada para as etapas posteriores do estudo o a utilização de soluções contendo somente maltodextrina nas concentrações de 14%, 17% e 20% associado a incorporação de 3% de extrato de antocianinas. As três amostras apresentaram nanopartículas pequenas, estáveis e sem fibras, conforme Figura 2. De acordo com as imagens de MEV foi possível perceber que a mistura dos polímeros maltodextrina e goma guar além de formar fibras, formou partículas maiores que 1 μm , não sendo interessante para o estudo, pois não se enquadra na escala de nanômetros.

Verificou-se que apenas a solução com maltodextrina (Figura 1h) apresentou partículas uniformes, estáveis (por não gotejar no coletor e não se aglomerarem), pequenas na ordem de nanômetros e sem nanofibras. A maltodextrina é um dos principais materiais de aplicação no processo de encapsulação devido às suas características físicas como elevada solubilidade, baixa viscosidade mesmo quando utilizadas em elevadas concentrações de sólidos e por possuir bom custo-benefício (CANO-CHAUCA et al., 2005; KRISHNAN; BHOSALE; SINGHAL, 2005).

Desta forma, posteriormente analisou-se somente soluções de maltodextrina com 3% do extrato de antocianinas. As três amostras com 14%, 17% e 20% de maltodextrina apresentaram nanopartículas com diâmetro reduzido, estáveis e não formaram nanofibras (Figura 2).

Os diâmetros médios das nanopartículas contendo 3% de antocianinas e com 14%, 17% e 20% de maltodextrina foram 256 ± 152 nm, 122 ± 65 nm e 117 ± 48 nm, respectivamente (Figura 3). Evangelho (2018) encapsulou ácido fólico em nanocápsulas de zeína, o qual encontrou menor diâmetro médio de 268 nm com 0,5% de ácido fólico. Todavia, utilizando 1% de ácido fólico, o diâmetro médio aumentou para 407 nm. Baspinar et al. (2018) também desenvolveram nanopartículas de zeína por *electrospraying* a fim de encapsular curcumina e obtiveram nanocápsulas com diâmetros entre 300 nm e 600 nm

Figura 2 - Morfologia por imagens de MEV, em aumento de 10.000x, das nanopartículas contendo 3% de extrato de antocianinas com (a) 14% maltodextrina; (b) 17% maltodextrina; (c) 20% maltodextrina.

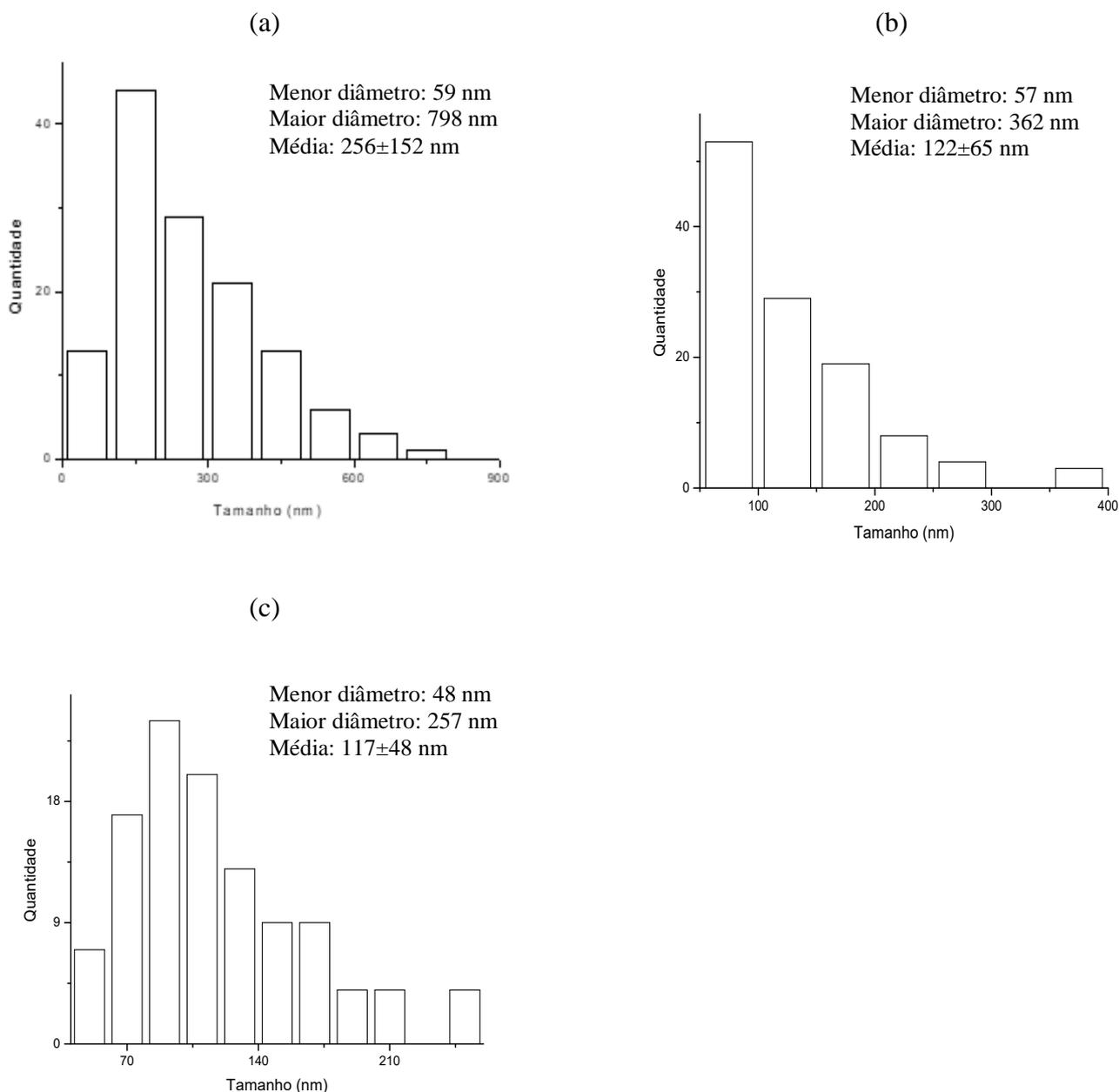


Desta forma, verifica-se que o estudo conseguiu produzir nanopartículas de maltodextrina com antocianinas pelo processo de *electrospraying* com diâmetros menores que dos outros autores, confirmando que é possível utilizar maltodextrina, polímero natural que além de possuir baixo custo é um material biocompatível e não imunogênico, degradável in vivo pelas α -amilases e seu peso molecular garante a eliminação renal evitando o acúmulo de tecido devido à administração repetida (MOREIRA et al., 2010).

Neste trabalho foi possível produzir nanopartículas somente com o solvente água e sem aditivos como surfactantes, emulsificantes ou estabilizantes. Dessa forma, o estudo comprova a eficácia da tecnologia de secagem *electrospraying* para a produção de nanopartículas de maltodextrina com adição de antocianinas para aplicação em alimentos, mantendo protegida a função do antioxidante Além de ser seguro, haja vista que o solvente água não é tóxico, o *electrospraying* também possui a vantagem de ser um processo que

trabalha em temperatura ambiente, prevenindo a desnaturação do composto funcional de interesse.

Figura 3 - Distribuição de tamanhos das nanopartículas contendo 3% de extrato de antocianinas com (a) 14% maltodextrina; (b) 17% maltodextrina; (c) 20% maltodextrina.

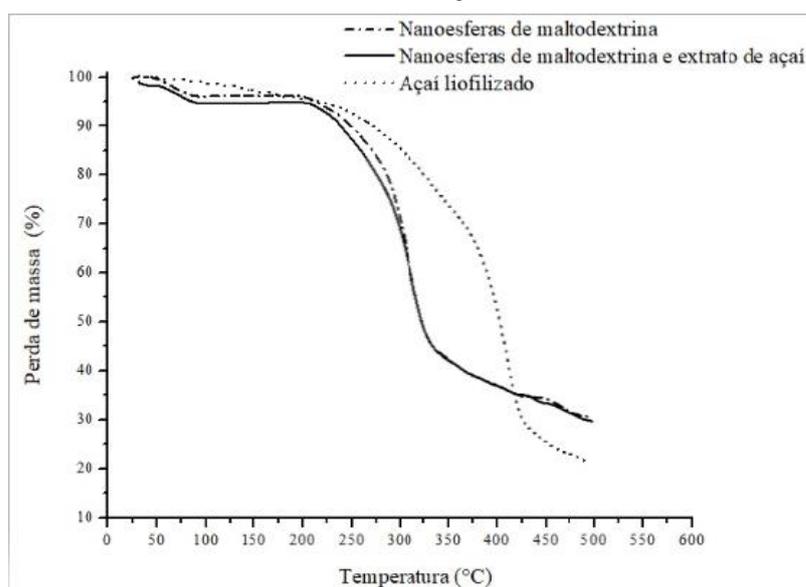


Além disso, essa tecnologia inovadora do *electrospraying* pode ter seu aumento de escala realizado, sendo possível uma linha de produção dessas nanopartículas para a aplicação em alimentos em pó que necessitem proteger os antioxidantes para enriquecimento e/ou suplementação nutricional.

3.2 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

Com o resultado obtido pela TGA (Figura 4) verificou-se pequena perda de massa em 100 °C devido à perda da água livre. Após um período subsequente de massa constante, houve outra perda de massa devido a secagem da água ligada.

Figura 4 - Curvas TGA das nanopartículas sem antocianinas, nanopartículas com antocianinas e de açaí liofilizado.



Todas as amostras tiveram a maior perda de massa em temperatura em torno de 200 °C, confirmando o que Kyriakoudi e Tsimidou (2018) encontraram em seus resultados de análise termogravimétrica de nanoencapsulados de maltodextrina com açafrão produzidos por nano spray-dryer, o qual apresentou temperatura de degradação em torno de 236 °C.

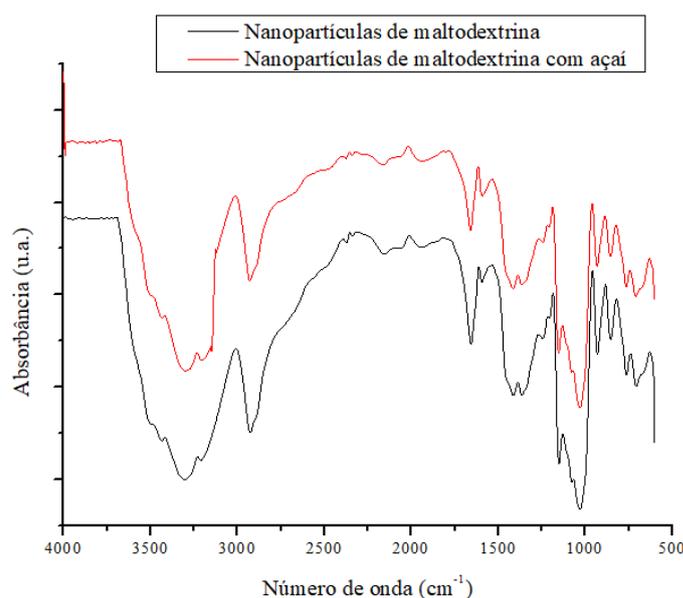
A análise de TGA é utilizada para determinar a melhor aplicabilidade de materiais poliméricos para situações diversas, estabelecendo a faixa de temperatura em que esses materiais podem ser usados sem comprometer suas propriedades. Desta forma, podemos observar que as nanopartículas produzidas são resistentes até temperatura em torno de 200 °C.

3.3 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADAS DE FOURIER (FTIR)

O espectro FTIR das nanopartículas de maltodextrina (Figura 5) mostrou uma banda larga em torno de 3300 cm^{-1} correspondendo às vibrações de alongamento da ligação

O-H, enquanto algumas absorções distintas em 1153 e 1080 cm^{-1} são atribuídas às vibrações de alongamento da ligação C=O. Estes resultados corroboram com os encontrados por Maqsoudlou et al. (2020) que estudaram a nanoencapsulação da proteína do pólen de abelha em maltodextrina pelo processo de spray-dryer e Torres-Giner et al. (2017) que nanoencapsularam Aloe vera com maltodextrina pelo processo eletrohidrodinâmico.

Figura 5 - Espectros de FTIR das nanopartículas de maltodextrina sem antocianinas e nanopartículas de maltodextrina com antocianinas.



Os espectros de FTIR das três amostras não tiveram grande diferença pois o açai também apresenta um pico aparente nas absorções em torno de 1000 cm^{-1} e um pico largo no comprimento de onda em torno de 3200 cm^{-1} , sendo características de absorção C=O entre 1680 e 1640, aromática entre 1600 e 1500 e de -OH quelatado (o-hidroxicetona 3500 - 3200, que indicam a presença desses grupos funcionais típicos de uma possível estrutura de antocianina.

3.4 EFICIÊNCIA DE NANOENCAPSULAMENTO (%EE)

Quanto à eficiência de nanoencapsulamento (%EE), com a concentração de 20% de maltodextrina e 3% de extrato de antocianinas, o processo de *electrospraying* nanoencapsulou o composto com 73% \pm 1,9 de eficiência. Maqsoudlou et al. (2020) conseguiram (%EE) de 68% \pm 3,4 em micropartículas de maltodextrina com proteína do pólen de abelha produzidas por spray-dryer. Desta forma é possível verificar que o processo

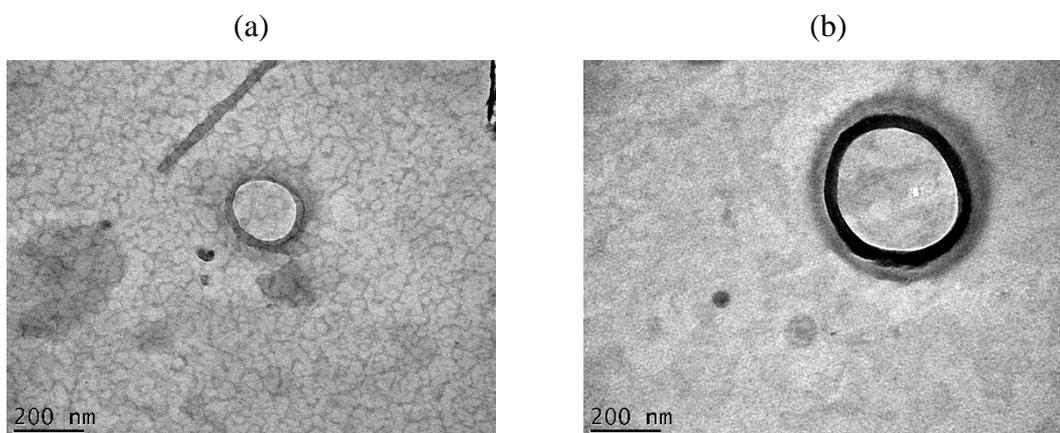
de *electrospraying* apresentou eficiência de nanoencapsulamento maior do que o processo de spray-dryer, confirmando a possível utilização desse processo na indústria de alimentos.

A eficiência de nanoencapsulamento é dependente da concentração de composto que é adicionado na solução (ANANDHARAMAKRISHNAN; ISHWARYA 2015), com isso entende-se que o aumento da concentração de antocianinas diminui a eficiência de nanoencapsulamento, pois o polímero encapsulante compete com o composto e não consegue formar a proteção do mesmo. O resultado da eficiência de nanoencapsulamento foi muito bom comparado com estudos semelhantes, visto que o processo de *electrospraying* é novo utilizando-se o polímero maltodextrina e as antocianinas do açaí.

3.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)

Através da microscopia eletrônica de transmissão (MET) (Figura 6) das nanopartículas de maltodextrina sem e com o extrato de antocianinas é possível perceber o composto de interesse na parte interna da nanoesfera e a proteção da maltodextrina na parte externa (Figura 6b).

Figura 6 - Microscopia eletrônica de transmissão (MET) das amostras de nanopartículas de maltodextrina sem antocianinas (a) e com antocianinas (b).



Além disso, com a MET conseguimos visualizar o tamanho das nanopartículas, o qual se manteve em torno de 100 nm a 200 nm, concordando com a análise de MEV. Com essa análise é possível confirmar qualitativamente a eficiência da encapsulação de compostos ativos pelo processo de *electrospraying*.

3.6 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE DAS NANOPARTÍCULAS DE MALTODEXTRINA COM E SEM ANTOCIANINAS

3.6.1 Atividade antioxidante pelo método DPPH (1,1-difenil-2-picrilhidrazil)

A concentração de 3% de antocianinas adicionadas na solução forneceu 54% de inibição do radical DPPH às nanopartículas com antocianinas do açaí. Barreto et al. (2020) encontraram resultados semelhantes em micropartículas de goma arábica contendo antocianinas de berinjela pelo método de spray-dryer, contendo 51,27% de inibição no dia zero. Isso mostra que nanopartículas produzidas pelo processo de *electrospraying* podem conter atividade antioxidante semelhante às micropartículas, porém com a vantagem de ter uma absorção controlada pelo organismo.

Tanto as nanopartículas contendo antocianinas, quanto o açaí liofilizado não tiveram diferença significativa em relação à inibição do radical DPPH, apresentando 54% e 65% de inibição no tempo zero, respectivamente (Tabela 2). Após 30 dias de exposição à luz, temperatura e umidade ambientes, os resultados não apresentaram diferença significativa ao nível de 95% de confiança pelo Teste de Tukey. Este resultado corrobora com a (%EE), mostrando que a perda da atividade antioxidante durante o armazenamento não é significativa, mantendo os benefícios das antocianinas

Tabela 2 -Capacidade do sequestro do radical DPPH.

Nanopartículas	0 dias	10 dias	20 dias	30 dias
Sem antocianinas	3% ± 0,74 ^a	3% ± 0,18 ^a	3% ± 0,24 ^a	3% ± 0,30 ^a
Com antocianinas	54% ± 0,35 ^b	48% ± 0,50 ^b	42% ± 0,20 ^b	33% ± 0,23 ^c

*Resultados com letras iguais na mesma linha não diferiram entre si, enquanto com letras diferentes apresentaram diferença significativa ao nível de 95% de confiança pelo teste de Tukey.

Desta forma, é possível utilizar as nanopartículas contendo as antocianinas com a mesma atividade antioxidante do açaí liofilizado durante pelo menos 30 dias de armazenamento, o que torna o estudo relevante, visto que as nanopartículas são solúveis em água, podendo ser adicionadas em qualquer alimento em pó, ao contrário do açaí liofilizado que não é solúvel em água, não podendo ser adicionado em alguns alimentos.

3.6.2 Atividade antioxidante pelo método ABTS (2,2'azinobis (3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico))

O sequestro do radical ABTS também foi avaliado (Tabela 3) e observou-se que a atividade antioxidante das nanopartículas com antocianinas e o açaí liofilizado não apresentaram diferença significativa até 10 dias de armazenamento, com resultados de 34% e 46% de inibição do radical ABTS, respectivamente. A partir do 20º dia, as mesmas amostras apresentaram diferença significativa ao nível de 95% de confiança do Teste Tukey. Mesmo apresentando diferença significativa nos dados é possível perceber que ainda há atividade antioxidante depois de 20 dias de armazenamento.

Tabela 3 - Capacidade do sequestro do radical ABTS.

Nanopartículas	0 dias	10 dias	20 dias	30 dias
Sem antocianinas	2% ± 0,44 ^a	2% ± 0,32 ^a	2% ± 0,56 ^a	2% ± 0,23 ^a
Com antocianinas	34% ± 0,21 ^b	30% ± 0,76 ^b	24% ± 0,57 ^c	19% ± 0,46 ^c

*Resultados com letras iguais na mesma linha não diferiram entre si, enquanto com letras diferentes apresentaram diferença significativa ao nível de 95% de confiança pelo teste de Tukey.

No presente estudo, as nanoesferas foram produzidas apenas com água como solvente e sem aditivos, como surfactantes, emulsificantes ou estabilizantes. Assim, o presente estudo demonstrou a eficácia da tecnologia de eletropulverização na produção de nanoesferas de maltodextrina com adição de antocianinas para aplicação em alimentos, pois a função antioxidante permaneceu protegida. Além de ser seguro porque o solvente (água) não é tóxico, a eletropulverização também funciona à temperatura ambiente, o que evita a desnaturação do composto funcional de interesse.

É importante ressaltar que essa tecnologia inovadora de eletropulverização pode ser ampliada, possibilitando a produção dessas nanoesferas em larga escala para aplicação em alimentos em pó cujos antioxidantes precisam ser protegidos para enriquecimento e/ou suplementação nutricional.

4 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos é possível afirmar que o processo de *electrospraying* produz nanopartículas com 20% maltodextrina, 3% de antocianinas do açaí e

água como solvente na solução. As nanopartículas de maltodextrina se mostraram estáveis com a adição das antocianinas apresentando formato esférico com tamanhos em torno de 100 nm a 200 nm e sem nanofibras. O estudo apresentou eficiência de nanoencapsulamento de 73% e a atividade antioxidante das nanopartículas com antocianinas e do açaí liofilizado não apresentaram diferença significativa ao nível de 95% de confiança do Teste Tukey. Assim, é possível afirmar que o processo de *electrospraying* mantém os benefícios das antocianinas, a qual fica adsorvida nas paredes das nanopartículas de maltodextrina. Além disso, as nanopartículas produzidas são solúveis em água, podendo ser adicionadas em diversos produtos em pó para enriquecimento nutricional, prevenindo envelhecimento celular e combatendo radicais livres.

5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANANDHARAMAKRISHNAN, C. **Techniques for Nanoencapsulation of Food Ingredients**. 1st edition. New York: Springer-Verlag, p. 89, 2014.

ANANDHARAMAKRISHNAN, P. S.; ISHWARYA, P. S. **Encapsulation of bioactive ingredients by spray drying. Spray drying techniques for food ingredients encapsulation**. John Wiley & Sons Ltd, p. 156-179, 2015.

ASSIS, L. M.; ZAVAREZE, E. R.; PRENTICE-HERNÁNDEZ, C.; SOUZA-SOARES, L. A. Revisão: Características de nanopartículas e potenciais aplicações em alimentos. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 15, n. 2, p. 99-109, 2012.

ASTM, **American Society for Testing and Materials**, ASTM D3850-12, 2012.

BANFIELD, J. F.; ZHANG, H. Z. Nanoparticles in the environmental. **Nanoparticles Environmental**, v. 44, p. 1-58, 2001

BASPINAR, Y.; USTUNDAS, M.; BAYRAKTAR, O.; SEZGIN, C. Curcumin and piperine loaded zein-chitosan nanoparticles: Development and in-vitro characterisation. **Saudi Pharmaceutical Journal**, v. 26, n. 3, p. 323-334, 2018.

BERNAUD, R. F. S.; FUNCHAL, C. D. S. Atividade antioxidante do açaí. **Nutrição Brasil**, v. 10, n. 5, p. 310-316, 2011.

BHARDWAJ, N.; KUNDU, S. C. Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique. **Biotechnology Advances**, v. 28, p. 325-34, 2010.

BOCCHINFUSO, G.; MAZZUCA, C.; SANDOLO, C.; MARGHERITELLI, S.; ALHAIQUE, F.; COVIELLO, T.; PALLESCHI, A. Guar gum and Scleroglucan Interactions with Borax: Experimental and Theoretical Studies of an Unexpected Similarity. **The Journal of Physical Chemistry**, v. 114, n. 41, p. 13059-13068, 2010.

- BOCK, N.; WOODRUFF, M. A.; HUTMACHER, D. W.; DARGAVILLE, T. R. *Electrospraying*, a reproducible method for production of polymeric microspheres for biomedical applications. **Polymers**, v. 3, p. 131-149, 2011.
- BUENO, J. M.; SÁEZ-PLAZA, P.; RAMOS-ESCUADERO, F.; JIMÉNEZ, A. M.; FETT, R.; ASUERO, A. G. Analysis and Antioxidant Capacity of Anthocyanin Pigments. Part II: Chemical Structure, Color, and Intake of Anthocyanins. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 42, n. 2, p. 126-151, 2012.
- CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 5, n. 4, p. 420-428, 2005.
- CHAUDHRY, Q.; WATKINS, R.; CASTLE, L. Nanotechnologies in the Food Arena: New Opportunities, New Questions, New Concerns. **RSC Nanoscience & Nanotechnology**, v. 14, n. 14, p. 1-17, 2010.
- COHEN, K. O.; OLIVEIRA, M. S. P.; CHISTÉ, R. C.; PLETT, J. P. D.; MONTE, D. C. Content total anthocyanins of açai pulp of several populations of açai palm quantification. **Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária**. Embrapa Amazônia Oriental. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Belém, PA. p. 102, 2006.
- DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química de alimentos de Fennema**. 4th edition. Porto Alegre: Editora Artmed, p. 900, 2010.
- DE VOS, P.; FAAS, M. M.; SPASOJEVIC, M.; SIKKEMA, J. Encapsulation for preservation of functionality and targeted delivery of bioactive food components. **International Dairy Journal**, v. 20, n. 4, p. 292-302, 2010.
- EVANGELHO, J. A. **Encapsulação do ácido fólico e avaliação de sua estabilidade frente a tratamentos térmicos e irradiação UVA**. 69 f. (Tese) Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos – Programa de Pós Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2018.
- FATHI, M.; MARTÍN, A.; MCCLEMENTS, D. J. Nanoencapsulation of Food Ingredients using carbohydrate based delivery systems. **Trends in Food Science & Technology**, v. 39, n. 1, p. 18-39, 2014.
- FIGUEIRA, F. S.; BRAGA, A. R. C.; SILVEIRA, J. T.; MORAIS, M. G.; COSTA, J. A. V.; KALIL, S. J. Improvement of thermal stability of C-phycoerythrin by nanofiber and preservative agents. **Food Processing and Preservation**, v. 40, n. 6, p. 1264-1269, 2016.
- JAWOREK, A.; SOBCZYK, A. *Electrospraying* route to nanotechnology: an overview. **Journal of Electrostatics**, v. 66, p. 197-219, 2008.
- KRISHNAN, S.; BHOSALE, R.; SINGHAL, R. S. Microencapsulation of cardamom oleoresin. Evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials. **Carbohydrate Polymers**, v. 61, n. 1, p. 95-102, 2005.

- KYRIAKOUDI, A.; TSIMIDOU, M. Z. Properties of encapsulated saffron extracts in maltodextrin using the Büchi B-90 nano spray-dryer. **Food Chemistry**, v. 266, p. 458-465, 2018.
- MAQSOUOLOU, A.; MAHOONAK, A.; MOHEBODINI, H.; KOUSHKI, V. Stability and structural properties of bee pollen protein hydrolysate microencapsulated using maltodextrin and whey protein concentrate. **Heliyon**, v. 6, n. 3, p. 03731, 2020.
- MILIAUSKAS, G.; VENSKUTONIS, P. R.; VAN BEEK, T. A. Screening of Radical Scavenging Activity of Some Medicinal and Aromatic Plant Extracts. **Food Chemistry**, v. 85, p. 231-237, 2004.
- MOREIRA, R. M. G.; DA COSTA, L.; GUARDAO, F.; GARTNER, M.; VILANOVA, M. Gama In vivo biocompatibility and biodegradability of dextrin-based hydrogels. **Journal of Bioactive and Compatible Polymers**, v. 25, n. 2, p. 141-153, 2010.
- MOUTINHO, C. G.; MATOS, C. M.; TEIXEIRA, J. A.; BALCÃO, V. M. Nanocarrier possibilities for functional targeting of bioactive peptides and proteins: state-of-the-art. **Journal of Drug Targeting**, v. 20, n. 2, p. 114-141, 2011.
- MUANGRAT, R.; RAVICHAI, K.; JIRARATTANARANGSRI, W. Encapsulation of polyphenols from fermented wastewater of Miang processing by freeze drying using a maltodextrin/gum Arabic mixture as coating material. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 43, n. 4, p. 13908, 2019.
- OKUTAN, N.; TERZI, P.; ALTAY, F. Affecting parameters on electrospinning process and characterization of electrospun gelatina nanofibers. **Food Hydrocolloids**, v. 39, p. 19-26, 2014.
- PACHECO-PALENCIA, L. A.; HAWKEN, P.; TALCOTT, S. T. Juice matrix composition and ascorbic acid fortification effects on the phytochemical, antioxidant and pigment stability of açai (*Euterpe oleracea Mart.*). **Food Chemistry**, v. 105, n. 1, p. 28-35, 2007.
- PEREIRA, E. F. S. **Liofilização de nanopartículas para aplicação de produtos inovadores em oncologia**. 145f. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia farmacêutica), Universidade de Coimbra, Coimbra, 2015.
- PÉREZ-MASIÁ, R.; LÓPEZ-NICOLÁS, R.; PERIAGO, M. J.; ROS, G.; LAGARON, J. M.; LÓPEZ-RUBIO, A. Encapsulation of folic acid in food hydrocolloids through nanospray drying and *electrospraying* for nutraceutical applications. **Food Chemistry**, v. 168, p. 124-133, 2015.
- PÉTRIK, S. **Industrial Production Technology for Nanofibers**. E-book Intechopen, 2011.
- REZAEI, A.; NASIRPOUR, A.; FATHI, M. Application of cellulosic nanofibers in food science using electrospinning and its potential risk. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 14, p. 269-284, 2015.

RIBEIRO, L. O.; MENDES, M. F.; PEREIRA, C. S. S. Avaliação da composição centesimal, mineral e teor de antocianinas da polpa de juçará (*Euterpe edulis Martius*). **Revista eletrônica TECCEN**, v. 4, n. 2, p. 5-16, 2011.

SCHAFFAZICK, S. R.; GUTERRES, S. S.; FREITAS, L. L.; POHLMANN, A. R. Caracterização e estabilidade físico-química de sistemas poliméricos nanoparticulados para administração de fármacos. **Química Nova**, v. 26, p. 726-737, 2003.

SCHMATZ, D. A. **Incorporação de nanopartículas com ficocianina em nanofibras poliméricas por electrospinning e electrospraying**. 96 p. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande – FURG, Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Rio Grande, 2017.

SILVA, L. B.; ANNETTA, F. E.; ALVES, A. B.; QUEIROZ, M. B.; FADINI, A. L.; SILVA, M. G.; EFRAIM, P. Effect of differently processed açai (*Euterpe oleracea Mart.*) on the retention of phenolics and anthocyanins in chewy candies. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 51, n. 12, p. 2603-2612, 2016.

SOPPIMATH, K. S.; AMINABHAVI, T. M.; KULKARNI, A. R.; RUDZINSKI, W. E. Biodegradable polymeric nanoparticles as drug delivery devices. **Journal of Controlled Release**, v. 70, p. 1-20, 2001.

SUNG, K.; LEE, C. S. Factors influencing liquid breakup in electrohydrodynamic atomization. **Journal Applied Physics**, v. 96, p. 3956-3961, 2004.

TEIXEIRA, L. N.; STRINGHETA, P. C.; OLIVEIRA, F. A. Comparação de métodos para quantificação de antocianinas. **Revista Ceres**, v. 55, n. 4, p. 297-304, 2008.

TORRES-GINER, S.; WILKANOWICZ, S.; MELENDEZ-RODRIGUEZ, B.; LAGARON, J. M. Nanoencapsulation of aloe vera in synthetic and naturally occurring polymers by electrohydrodynamic processing of interest in food Technology and bioactive packaging. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 65, p. 4439-4448, 2017.

VALLS, J.; MILLAN, S.; MARTI, M. P.; BORRAS, E.; AROLA, L. Advanced separation methods of food anthocyanins, isoflavones and flavanols. **Journal of Chromatography A**, v. 1216, n. 43, p. 7143-72, 2009.

WEI, Q. **Functional nanofibers and their applications**. Woodhead Publishing Limited, Cambridge, 2012.

WEN, P.; ZONG, M. H.; LINHARDT, R. J.; FENG, K.; WU H. Electrospinning: A novel nano-encapsulation approach for bioactive compounds. **Trends in Food Science and Technology**, v. 70, p. 56-68, 2017

YAO, J.; LIM, L. K.; XIE, J.; HUA, J.; WANG, C. H. Characterization of *electrospraying* process for polymeric particle fabrication. **Journal of Aerosol Science**, v. 39, n. 11, p. 987-1002, 2008.

PATENTE
NANOPARTÍCULAS DE MALTODEXTRINA CONTENDO ANTOCIANINAS DO AÇAÍ
DESENVOLVIDAS PELA TECNOLOGIA DE *ELECTROSPRAYING*.

Data do depósito 26/02/2021. INPI n.º BR 10 2021 003749

NANOPARTÍCULAS DE MALTODEXTRINA CONTENDO ANTOCIANINAS DO AÇAÍ
DESENVOLVIDAS PELA TECNOLOGIA DE *ELECTROSPRAYING*.

 BRASIL	Acesso à informação	Participe	Serviços	Legislação	Canais
--	---------------------	-----------	----------	------------	--------

Instituto Nacional da
Propriedade Industrial
Ministério da Economia

Consulta à Base de Dados do INPI

[Início | Ajuda?]

» Consultar por: Base Patentes | Finalizar Sessão 1/1

Depósito de pedido nacional de Patente

(21) Nº do Pedido: **BR 10 2021 003749 0**

(22) Data do Depósito: 26/02/2021

(43) Data da Publicação: -

(47) Data da Concessão: -

(71) Nome do Depositante: UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG (BR/RS)

Anuidades ?

Petições ?

Serviço	Pgo	Protocolo	Data	Imagens	Cliente	Delivery	Data
Serviços							
200	✓	870210019097	26/02/2021	- - -	UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG		-
Anuidade							
Outros							
Publicações ?							
RPI	Data RPI	Despacho	Img	Complemento do Despacho			
2631	08/06/2021	2.1					
2618	09/03/2021	2.10	-	- - Número de Protocolo '870210019097' em 26/02/2021 15:19 (WB)			

Dados atualizados até **15/02/2022** - Nº da Revista: **2667**
Documentos Publicados

CAPÍTULO IV

Conclusão geral

CONCLUSÃO GERAL

De acordo com os resultados obtidos é possível afirmar que o processo de *electrospraying* produz nanopartículas com 20% maltodextrina, 3% de antocianinas do açaí e água como solvente na solução. As nanopartículas de maltodextrina se mostraram estáveis com a adição das antocianinas do açaí apresentando formato esférico com tamanhos em torno de 100 nm a 200 nm e sem nanofibras. O estudo apresentou eficiência de nanoencapsulamento de 73% e a atividade antioxidante das nanopartículas com antocianinas e do açaí liofilizado não apresentaram diferença significativa ao nível de 95% de confiança do Teste Tukey. Assim, é possível afirmar que o processo de *electrospraying* mantém os benefícios das antocianinas, a qual fica adsorvida nas paredes das nanopartículas de maltodextrina. Além disso, as nanopartículas produzidas são solúveis em água, podendo ser adicionadas em diversos produtos em pó para enriquecimento nutricional, prevenindo envelhecimento celular e combatendo radicais livres.

CAPÍTULO V
Considerações finais

RESÍDUOS GERADOS E DESTINO

Durante a execução do trabalho foram gerados resíduos líquidos compostos por solventes utilizados para o desenvolvimento e caracterização das nanoesferas. Após a realização das análises, esses resíduos são acondicionados em frascos âmbar devidamente identificados e separados por tipo de solvente presente em cada etapa do processo. Os frascos âmbar são destinados de forma correta, conforme consta nas normas vigentes da Universidade Federal do Rio Grande (FURG).

Os resíduos sólidos como plásticos, papéis, vidros quebrados são devidamente descartados e o que for limpo é enviado para reciclagem.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Testar polímeros de origem proteica como whey protein para a encapsulação do composto ativo;
- Testar outros compostos ativos que sejam sensíveis assim como as antocianinas do açaí;
- Testar outro solvente a fim de aumentar a taxa de alimentação;
- Colocar o controlador de umidade dentro da câmara do *electrospraying*;
- Testar a aplicação das nanopartículas em alimentos em pó.

CAPÍTULO VI
Referências bibliográficas

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ACEITUNO-MEDINA, M; MENDOZA, S.; LAGARON, J.M.; LOPEZ-RUBIO, A. Photoprotection of folic acid upon encapsulation in food-grade amaranth (*Amaranthus hypochondriacus L.*) protein isolate e Pullulan electrospun fibers. **LWT - Food Science and Technology**, v. 62, n.2, p. 970-975, 2015.
- AGUIRRE-GÜITRÓN, L.; CALDERÓN-SANTOYO, M.; LAGARÓN, J. M.; PRIETOBAND, C.; RAGAZZO-SÁNCHEZ, J. A. Formulation of the biological control yeast *Meyerozyma caribbica* by *electrospraying* process: effect on postharvest control of anthracnose in mango (*Mangifera indica L.*) and papaya (*Carica papaya L.*). **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 102, n. 2, p. 696-706, 2022.
- ANANDHARAMAKRISHNAN, C. **Techniques for Nanoencapsulation of Food Ingredients**. 1st edition. New York: Springer-Verlag, p. 89, 2014.
- ANANDHARAMKRISHNAN, P. S.; ISHWARYA, P. S. **Encapsulation of bioactive ingredients by spray drying. Spray drying techniques for food ingredients encapsulation**. John Wiley & Sons Ltd, p. 156-179, 2015.
- ANDERSEN, O. M.; MARKHAM, K. R. **Flavonoids: Chemistry, Biochemistry and Applications**. USA: Taylor & Francis, 2006.
- ASSIS, L. M.; ZAVAREZE, E. R.; PRENTICE-HERNÁNDEZ, C.; SOUZA-SOARES, L. A. Revisão: Características de nanopartículas e potenciais aplicações em alimentos. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 15, n. 2, p. 99-109, 2012.
- ASSUNÇÃO, L. S. **Desenvolvimento e caracterização de nanopartículas poliméricas ricas em β -caroteno obtidas pela técnica de deslocamento de solvente**. 108 f. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal da Bahia, Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos, Salvador/BA, 2016.
- ASTM, **American Society for Testing and Materials**, ASTM D3850-12, 2012.
- BANFIELD, J. F.; ZHANG, H. Z. Nanoparticles in the environmental. **Nanoparticles Environmental**, v. 44, p. 1-58, 2001
- BARTHOLD, S.; HITTINGER, M.; PRIMAVERSSY, D.; ZAPP, A.; GROB, H.; SCHNEIDER, M. Preparation of Maltodextrin Nanoparticles and Encapsulation of Bovine Serum Albumin – Influence of Formulation Parameters. **European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics**, v. 142, p. 405-10, 2019.
- BASPINAR, Y.; USTUNDAS, M.; BAYRAKTAR, O.; SEZGIN, C. Curcumin and piperine loaded zein-chitosan nanoparticles: Development and in-vitro characterisation. **Saudi Pharmaceutical Journal**, v. 26, n. 3, p. 323-334, 2018.
- BERNAUD, R. F. S.; FUNCHAL, C. D. S. Atividade antioxidante do açaí. **Nutrição Brasil**, v. 10, n. 5, p. 310-316, 2011.

- BHARDWAJ, N.; KUNDU, S. C. Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique. **Biotechnology Advances**, v. 28, p. 325-34, 2010.
- BHUSHANI, J. A.; ANANDHARAMAKRISHNAN. Electrospinning and *electrospraying* techniques: Potential food based applications. **Trends in Food Science & Technology**, v. 38, p. 21-33, 2014.
- BOCCHINFUSO, G.; MAZZUCA, C.; SANDOLO, C.; MARGHERITELLI, S.; ALHAIQUE, F.; COVIELLO, T.; PALLESCHI, A. Guar gum and Scleroglucan Interactions with Borax: Experimental and Theoretical Studies of an Unexpected Similarity. **The Journal of Physical Chemistry**, v. 114, n. 41, p. 13059-13068, 2010.
- BOCK, N.; DARGAVILLE, T. R.; Woodruff, M. A. *Electrospraying* of polymers with therapeutic molecules: state of the art. **Progress in Polymer Science**, v. 37, p. 11, 2012.
- BOCK, N.; WOODRUFF, M. A.; HUTMACHER, D. W.; DARGAVILLE, T. R. *Electrospraying*, a reproducible method for production of polymeric microspheres for biomedical applications. **Polymers**, v. 3, p. 131-149, 2011.
- BUENO, J. M.; SÁEZ-PLAZA, P.; RAMOS-ESCUADERO, F.; JIMÉNEZ, A. M.; FETT, R.; ASUERO, A. G. Analysis and Antioxidant Capacity of Anthocyanin Pigments. Part II: Chemical Structure, Color, and Intake of Anthocyanins. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 42, n. 2, p. 126-151, 2012.
- CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 5, n. 4, p. 420-428, 2005.
- CASTAÑEDA-OVANDO, A.; PACHECO-HERNÁNDEZ, M. D. L.; PÁEZ-HERNÁNDEZ, M. E.; RODRÍGUEZ, J. A.; GALÁN-VIDAL, C. A. Chemical studies of anthocyanins: A review. **Food Chemistry**, v. 113, n. 4, p. 859-871, 2009.
- CAVALCANTI, R. N.; SANTOS, D. T.; MEIRELES, M. A. Non-thermal stabilization mechanisms of anthocyanins in model and food systems - An overview. **Food Research International**, v. 44, n. 2, p. 499-509, 2011.
- CHAKRABORTY, S.; ARYA, N.; DUBE, N.; KATTI, D. S. *Electrospraying*: A facile technique for synthesis of chitosan-based micro/nanospheres for drug delivery applications. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 8, n. 1, p. 17-31, 2009.
- CHAUDHRY, Q.; WATKINS, R.; CASTLE, L. Nanotechnologies in the Food Arena: New Opportunities, New Questions, New Concerns. **RSC Nanoscience & Nanotechnology**, v. 14, n. 14, p. 1-17, 2010.
- COHEN, K. O.; OLIVEIRA, M. S. P.; CHISTÉ, R. C.; PLETT, J. P. D.; MONTE, D. C. Content total anthocyanins of açai pulp of several populations of açai palm quantification. **Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Embrapa Amazônia Oriental. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Belém, PA. p.102, 2006.**

CORRADINI, E.; CURTI, P. S.; GONZALEZ, R. S.; PEREIRA, A. G.; DRAGUNSKI, D. C.; MARTINS, A. F.; MUNI, E. C. Preparation of polymeric mats through electrospinning for technological uses. In: LONGO, E.; LA PORTA, F. A. **Recent Advances in Complex Functional Materials**. 1st. edition, Suíça: Springer, p. 83-128, 2017.

COSTA, H. C. B.; SILVA, D. O.; VIEIRA, L. G. M. Physical properties of açai-berry pulp and kinetics study of its anthocyanin thermal degradation. **Journal of Food Engineering**, v. 239, p. 104-113, 2018.

COSTA, M. J.; RAMOS, P. E.; FUCIÑOS, P.; TEIXEIRA, J. A.; PASTRANA, L. M.; CERQUEIRA, M. A. Development of bio-based nanostructured systems by electrohydrodynamic processes. In: Rai, R.V.; Bai, J. A. **Nanotechnology Applications in the Food Industry**. Boca Raton: CRC Press, 2017.

COSTA, R. G. F.; OLIVEIRA, J. E.; PAULA, G.; PICCIANI, P. H. S.; MEDEIROS, E. S.; RIBEIRO, C.; MATTOSO, L. H. C. Eletrofição de polímeros em solução: parte I: fundamentação teórica. **Polímeros**, v. 22, n. 2, p. 170-177, 2012.

COUTINHO, I. B.; FREITAS, A.; MACANITA, L. A.; LIMA, J. C. Effect of water content on the acid-base equilibrium of cyanidin-3-glucoside. **Food Chemistry**, v. 172, p. 476-480, 2015.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química de alimentos de Fennema**. 4th edition. Porto Alegre: Editora Artmed, p. 900, 2010.

DE OLIVEIRA, E. F.; PAULA, H. C. B.; PAULA, R. C. M. Alginate/cashew gum nanoparticles for essential oil encapsulation. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 113, p. 146-151, 2014.

DE VOS, P.; FAAS, M. M.; SPASOJEVIC, M.; SIKKEMA, J. Encapsulation for preservation of functionality and targeted delivery of bioactive food components. **International Dairy Journal**, v. 20, n. 4, p. 292-302, 2010.

DIA, V. P.; WANG, Z.; WEST, M.; SINGH, V.; WEST, L.; DE MEJIA, E. G. Processing Method and Corn Cultivar Affected Anthocyanin Concentration from Dried Distillers Grains with Solubles. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 63, p. 3205-3218, 2015.

DROSOU, C. G.; MAGDALINI K. K.; COSTAS, B. G. Encapsulation of bioactive compounds through electrospinning/*electrospraying* and spray drying: A comparative assessment of food-related applications. **Drying Technology**, v. 35, pp. 139-162, 2017.

EVANGELHO, J. A. **Encapsulação do ácido fólico e avaliação de sua estabilidade frente a tratamentos térmicos e irradiação UVA**, 69 f. (Tese) Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos – Programa de Pós Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2018.

FATHI, M.; MARTÍN, A.; MCCLEMENTS, D. J. Nanoencapsulation of Food Ingredients using carbohydrate based delivery systems. **Trens in Food Science & Technology**, v. 39, n. 1, p. 18-39, 2014.

FIGUEIRA, F. S.; BRAGA, A. R. C.; SILVEIRA, J. T.; MORAIS, M. G.; COSTA, J. A. V.; KALIL, S. J. Improvement of thermal stability of C-phycoerythrin by nanofiber and preservative agents. **Food Processing and Preservation**, v. 40, n. 6, p. 1264-1269, 2016.

GHARSALLAOUI, A.; ROUDAUT, G.; CHAMBIN, O.; VOILLEY, A.; SAUREL, R. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, Amsterdam, v. 40, n. 9, p. 1107-1121, 2007.

GHORANI, B.; TUCKER, N. Fundamentals of electrospinning as a novel delivery vehicle for bioactive compounds in food nanotechnology. **Food Hydrocolloids**, v. 51, p. 227-240, 2015.

GÓMEZ-MASCARAQUE, L. G.; LÓPEZ-RUBIO, A. Electrospayed micro and submicroparticles in protein-based emulsion for encapsulation and stabilization of thermosensitive hydrophobic bioactives. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 465, p. 259-70, 2016.

GUTIÉRREZ, T. **Polymers for Food Applications: News Polymers for Food Applications**. Springer, p. 818, 2018.

HAIDER, A.; HAIDER, S.; KANG, I. K. A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 11, n. 8, p. 1165-1188, 2018.

HAIDER, S.; AL-ZEGHAYER, Y.; AHMED ALI, F.; HAIDER, A.; MAHMOOD, A.; AL-MASRY, W.; IMRAN, M.; AIJAZ, M. Highly aligned narrow diameter chitosan electrospun nanofibers. **Journal of Polymer Research**, v. 20, n. 4, p. 1-11, 2013.

HE, K.; LI, X.; CHEN, X.; YE, X.; HUANG, J.; JIN, Y.; LI, P.; DENG, Y.; JIN, Q.; SHI, Q.; SHU, H. Evaluation of antidiabetic potential of selected traditional Chinese medicines in STZ-induced diabetic mice. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 137, p. 1135-1142, 2011.

HOCELLA, M. F. Nanoscience and technology the next revolution in the Earth sciences. **Earth Planet Science Letters**, v. 203, p. 593-605, 2002.

JAFARI, S. M.; ASSADPOOR, E.; BHANDARI, B.; HE, Y. Nanoparticle encapsulation of fish oil by spray drying. **Food Research International**, v. 41, p. 172-183, 2008.

JAGTAP, S. B.; MOHAN, M. S.; SHUKLA, P. G. Improved performance of microcapsules with polymer nanocomposite wall: Preparation and characterization. **Polymer**, v. 83, p. 27-33, 2016.

JAWOREK, A.; SOBCZYK, A. *Electrospraying route to nanotechnology: an overview*. **Journal of Electrostatics**, v. 66, p. 197-219, 2008.

KALUSEVIC, A.; LEVIC, S.; CALIJA, B.; PANTIC, M.; BELOVIC, M.; PAVLOVIC, V.; BUGARSKI, B.; MILIC, J.; ZILIC, S.; NEDOVIC, V. Microencapsulation of anthocyanin-rich black soybean coat extract by spray drying using maltodextrin, gum Arabic and skimmed milk powder. **Journal of Microencapsulation**, v. 34, p. 475-487, 2017.

KEIROUZ, A.; CHUNG, M.; KWON, J.; FORTUNATO, G.; RADACSI, N. 2D and 3D electrospinning technologies for the fabrication of nanofibrous scaffolds for skin tissue engineering: A review WIREs Nanomed. **Nanobiotechnology**, v. 12, 2020.

KHOO, H. E.; AZLAN, A.; TANG, S. T.; LIM, S. M. Anthocyanidins and anthocyanins: colored pigments as food, pharmaceutical ingredients, and the potential health benefits. **Food & Nutrition Research**, v. 61, p. 1-21, 2017.

KOU, L.; BHUTIA, Y. D.; YAO, Q.; HE, Z.; SUN, J.; GANAPATHY, V. Transporter-guided delivery of nanoparticles to improve drug permeation across cellular barriers and drug exposure to selective cell types. **Frontiers in Pharmacology**, v. 9, p. 1–16, 2018.

KRISHNAN, S.; BHOSALE, R.; SINGHAL, R. S. Microencapsulaion of cardamom oleoresin. Evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials. **Carbohydrate Polymers**, v. 61, n. 1, p. 95-102, 2005.

KUNZLER, S. G. **Nanofibras contendo compostos de microalgas como indicadores de pH para o monitoramento da qualidade dos alimentos**. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande, Rio Grande, 2021.

KYRIAKOUDI, A.; TSIMIDOU, M. Z. Properties of encapsulated saffron extracts in maltodextrin using the Büchi B-90 nano spray-dryer. **Food Chemistry**, v. 266, p. 458-465, 2018.

LAELORSPOEN, N.; WONGSASULAK, S.; YOOVIDHYA, T.; DEVAHASTIN, S. Microencapsulation of *Lactobacillus acidophilus* in zein – alginate core – shell microcapsules via *electrospraying*. **Journal of Functional Foods**, v. 7, p. 342-349, 2014.

LIM, L. T. Encapsulation of bioactive compounds using electrospinning and *electrospraying* technologies. In: SABLIOV, C.; CHEN, H.; YADA, R. **Nanotechnology and Functional Foods: Effective Delivery of Bioactive Ingredients**. 1st edition. John Wiley & Sons, 2015.

LU, W.; YANG, X.; SHEN, J.; LI, Z.; TAN, S.; LIU, W.; Cheng, Z. Choosing the appropriate wall materials for spray-drying microencapsulation of natural bioactive ingredients: Taking phenolic compounds as examples. **Powder Technology**, v. 394, p. 562-574, 2021.

LU, Z.; SICCAM, J. W.; PEGIOU, E.; MUMM, R.; HALL, R. D.; BOOM, R. M.; SCHUTYSER, M. A. I. Maltodextrin improves physical properties and volatile compound retention of spray-dried asparagus concentrate. **Food science & technology**, v. 142, n. 5, p. 111058, 2021.

LUCAS, B. F. **Alimentos de consumo prático adicionados de Spirulina ou açaí : do desenvolvimento à atitude do consumidor**. 2021. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande, Rio Grande, 2021.

MAQSOU DLOU, A.; MAHOONAK, A.; MOHEBODINI, H.; KOUSHKI, V. Stability and structural properties of bee pollen protein hydrolysate microencapsulated using maltodextrin and whey protein concentrate. **Heliyon**, v. 6, n. 3, p. 03731, 2020.

MILIAUSKAS, G.; VENSKUTONIS, P. R.; VANSBEEK, T. A. Screening of radical scavenging activity of some medicinal and aromatic plants extract. **Food Chemistry**, v. 85, n. 2, p. 231-237, 2004.

MORAIS, E. G. **Cultivo de microalgas utilizando efluente da indústria bioenergética e avaliação da conversão em biodiesel**. 100f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos) – Universidade Federal do Rio Grande, Rio Grande, 2015.

MORAIS, M. G.; MIRANDA, M. Z.; COSTA, J. A. V. Biscoitos de chocolate enriquecidos com *Spirulina platensis*: características físico-químicas, sensoriais e digestibilidade. **Alimentos e Nutrição**, v. 17, n. 3, p. 323-328, 2006.

MOREIRA, A.; LAWSON, D.; ONYEKURO, L.; DZIEMIDOWICZ, K.; COSTA, P. Protein encapsulation by electrospinning and *electrospraying*. **Journal of Controlled Release**, v. 329, p. 1172-1197, 2021.

MOREIRA, R. M. G.; DA COSTA, L.; GUARDAO, F.; GARTNER, M.; VILANOVA, M. Gama In vivo biocompatibility and biodegradability of dextrin-based hydrogels. **Journal of Bioactive and Compatible Polymers**, v. 25, n. 2, p. 141-153, 2010.

MOUTINHO, C. G.; MATOS, C. M.; TEIXEIRA, J. A.; BALCÃO, V. M. Nanocarrier possibilities for functional targeting of bioactive peptides and proteins: state-of-the-art. **Journal of Drug Targeting**, v. 20, n. 2, p. 114-141, 2011.

MUANGRAT, R.; RAVICHAI, K.; JIRARATTANARANGSRI, W. Encapsulation of polyphenols from fermented wastewater of Miang processing by freeze drying using a maltodextrin/gum Arabic mixture as coating material. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 43, n. 4, p. 13908, 2019.

NEDOVIC, V.; KALUSEVIC, A.; MANOJLOVIC, V.; LEVIC, S.; BUGARSKI, B. Na overview of encapsulation technologies for food applications. **Anais from Procedia Food Science, 11th International Congress on Engineering and Food (ICEF11)**. v. 1, p. 1806–1815, 2011.

OKUTAN, N.; TERZI, P.; ALTAY, F. Affecting parameters on electrospinning process and characterization of electrospun gelatina nanofibers. **Food Hydrocolloids**, v. 39, p. 19-26, 2014.

PACHECO-PALENCIA, L. A.; HAWKEN, P.; TALCOTT, S. T. Juice matrix composition and ascorbic acid fortification effects on the phytochemical, antioxidant and pigment stability of açai (*Euterpe oleracea Mart.*). **Food Chemistry**, v. 105, n. 1, p. 28-35, 2007.

PAIXÃO, M.V. G. **Aplicação de géis de goma guar no processo de clarificação de salmouras e águas produzidas**. 64 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Química, Centro de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015.

PATERNINA, L. P. R. **Desenvolvimento de balas de goma enriquecidas com Spirulina e açai**. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos) – Programa de

Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande, Rio Grande, 2020.

PELIPENKO, J.; KRISTL, J.; JANKOVIC, B.; BAUMGARTNER, S.; KOCBEK, P. The impact of relative humidity during electrospinning on the morphology and mechanical properties of nanofibers. **Internacional Journal Pharmaceutics**, v. 456, n. 1, p. 125-134, 2013.

PEREIRA, E. F. S. **Liofilização de nanopartículas para aplicação de produtos inovadores em oncologia**. 145f. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia farmacêutica), Universidade de Coimbra, Coimbra, 2015.

PÉREZ-MASIÁ, R.; LÓPEZ-NICOLÁS, R.; PERIAGO, M. J.; ROS, G.; LAGARON, J. M.; LÓPEZ-RUBIO, A. Encapsulation of folic acid in food hydrocolloids through nanospray drying and *electrospraying* for nutraceutical applications. **Food Chemistry**, v. 168, p. 124-133, 2015.

PÉTRIK, S. **Industrial Production Technology for Nanofibers**. E-book: Intechopen, 2011.

PHAM, Q. P.; SHARMA, U.; MIKOS, A. G. Electrospinning of polymeric nanofibers for tissue engineering applications: a review. **Tissue Engineering**, v. 12, n. 5, p. 1197-1211, 2006.

PILLAY, V.; DOTT, C.; CHOONARA, Y.E.; TYAGI, C.; TOMAR, L.; KUMAR, P.; DU TOIT, L.C.; NDESENDO, V.M.K. A review of the effect of processing variables on the fabrication of electrospun nanofibers for drug delivery applications. **Journal Nanomaterials**, p. 1-22, 2013.

POJER, E.; MATTIVI, F.; JOHNSON, D.; STOCKLEY, C. S. The case for anthocyanin consumption to promote human health: a review. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 12, p. 483-508, 2013.

REZAEI, A.; NASIRPOUR, A.; FATHI, M. Application of cellulosic nanofibers in food science using electrospinning and its potential risk. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 14, p. 269-284, 2015.

RIBEIRO, L. O.; MENDES, M. F.; PEREIRA, C. S. S. Avaliação da composição centesimal, mineral e teor de antocianinas da polpa de juçará (*Euterpe edulis Martius*). **Revista eletrônica TECCEN**, v. 4, n. 2, p. 5-16, 2011.

SÁNCHEZ, F. M.; GARCÍA, F.; CALVO, P.; BERNALTE, M. J.; GONZÁLEZ-GÓMEZ, D. Optimization of broccoli microencapsulation process by complex coacervation using response surface methodology. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 34, p. 243-249, 2016.

SANTOS, T. D.; FREITAS, B. C. B.; MOREIRA, J. B.; ZANFONATO, K.; COSTA, J. A. V. Development of powdered food with the addition of *Spirulina* for food supplementation of the elderly population. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 37, p. 216-220, 2016.

- SCHAFFAZICK, S. R.; GUTERRES, S. S.; FREITAS, L. L.; POHLMANN, A. R. Caracterização e estabilidade físico-química de sistemas poliméricos nanoparticulados para administração de fármacos. **Química Nova**, v. 26, p. 726-737, 2003.
- SCHMATZ, D. A. **Incorporação de nanopartículas com ficocianina em nanofibras poliméricas por *electrospinning* e *electrospraying***. 96 p. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande – FURG, Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Rio Grande, 2017.
- SILVA, D. M.; NUNES, C.; PEREIRA, I.; MOREIRA, A. S. P.; DOMINGUES, M. R. M.; COIMBRA, M. A.; GAMA, F. M. Structural analysis of dextrans and characterization of dextrin-based biomedical hydrogels. **Carbohydrate Polymers**, v. 114, p. 458-466, 2014.
- SILVA, L. B.; ANNETTA, F. E.; ALVES, A. B.; QUEIROZ, M. B.; FADINI, A. L.; SILVA, M. G.; EFRAIM, P. Effect of differently processed açai (*Euterpe oleracea Mart.*) on the retention of phenolics and anthocyanins in chewy candies. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 51, n. 12, p. 2603-2612, 2016.
- SINOPOLI, A.; CALOGERO, G.; BARTOLOTTA, A. Computational aspects of anthocyanidins and anthocyanins: a review. **Food Chemistry**, v. 1, p. 297, 2019.
- SOPPIMATH, K. S.; AMINABHAVI, T. M.; KULKARNI, A. R.; RUDZINSKI, W. E. Biodegradable polymeric nanoparticles as drug delivery devices. **Journal of Controlled Release**, v. 70, p. 1-20, 2001.
- SUNG, K.; LEE, C. S. Factors influencing liquid breakup in electrohydrodynamic atomization. **Journal Applied Physics**, v. 96, p. 3956-3961, 2004.
- TAPIA-HERNÁNDEZ, J. A.; RODRÍGUEZ-FÉLIX, F.; KATOUZIAN, I. Nanocapsule formation by *electrospraying*. In: JAFARI, S. M. **Nanoencapsulation Technologies for the Food and Nutraceutical Industries**. Academic Press, 2017. p. 320-345.
- TEIXEIRA, L. N.; STRINGHETA, P. C.; OLIVEIRA, F. A. Comparação de métodos para quantificação de antocianinas. **Revista Ceres**, v. 55, n. 4, p. 297-304, 2008.
- TORRES-GINER, S.; WILKANOWICZ, S.; MELENDEZ-RODRIGUEZ, B.; LAGARON, J. M. Nanoencapsulation of aloe vera in synthetic and naturally occurring polymers by electrohydrodynamic processing of interest in food Technology and bioactive packaging. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 65, p. 4439-4448, 2017.
- TURTURICA, M.; OANCEA, M. A.; RAPEANU, G.; BAHRIM, G. Anthocyanins: naturally occurring fruit pigments with functional properties. **Food Technology**, v. 39, p. 9-24, 2015. UCL Press, 2018.
- VALLS, J.; MILLAN, S.; MARTI, M. P.; BORRAS, E.; AROLA, L. Advanced separation methods of food anthocyanins, isoflavones and flavanols. **Journal of Chromatography A**, v. 1216, n. 43, p. 7143-72, 2009.

VALLS, J.; MILLAN, S.; MARTI, M. P.; BORRAS, E.; AROLA, L. Advanced separation methods of food anthocyanins, isoflavones and flavanols. **Journal of Chromatography A**, v. 1216, n. 43, p. 7143-72, 2009.

VARGAS, B. P. **Desenvolvimento de nanoesferas poliméricas por *electrospraying* com potencial aplicação na fixação de CO₂ em cultivo microalgal**. 2021. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande, Rio Grande, 2021.

WEI, Q. **Functional nanofibers and theirs applications**. Woodhead Publishing Limited, Cambridge, p. 429, 2012.

WEN, P.; ZONG, M.; LINHARDT, R. J.; FENG, K.; WU, H. Electrospinning: A novel nano-encapsulation approach for bioactive compounds. **Trends in Food Science & Technology**, v. 70, p. 56-68, 2017.

WILLIAMS, G. R.; RAIMI-ABRAHAM, B. T.; LUO, C. J. **Nanofibres in Drug Delivery**, YAO, J.; LIM, L. K.; XIE, J.; HUA, J.; WANG, C. H. Characterization of *electrospraying* process for polymeric particle fabrication. **Journal of Aerosol Science**, v. 39, n. 11, p. 987-1002, 2008.

ZHANG, C.; FENG, F.; ZHANG, H. Emulsion electrospinning: Fundamentals, food applications and prospects. **Trends in Food Science and Technology**, v. 80, p. 175-186, 2018.