

DENISE RUBINHO DOS SANTOS MARTINS

Desidratação por atomização de cálices de *Hibiscus sabdariffa*

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM BIOLOGIA
GERAL/BIOPROSPECÇÃO**

Dourados, MS

2018

DENISE RUBINHO DOS SANTOS MARTINS

Desidratação por atomização de cálices de *Hibiscus sabdariffa*.

Dissertação apresentada à Universidade Federal da Grande Dourados – Faculdade de Ciências Biológicas e Ambientais, Programa de Pós-Graduação em Biologia Geral/Bioprospecção para obtenção do título de Mestre em Biologia Geral.

Área de Concentração: Biotecnologia e Bioensaios

Orientadora: Profa. Dra. Eliana Janet Sanjinez Argandoña.

Dourados, MS

2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP).

M386d	<p>Martins, Denise Rubinho dos Santos Desidratação por atomização de cálices de <i>Hibiscus sabdariffa</i>. / Denise Rubinho dos Santos Martins. – Dourados, MS : UFGD, 2018. 73f.</p> <p>Orientadora: Profª. Dra. Eliana Janet Sanjinez Argandoña. Dissertação (Mestrado em Biologia Geral) – Faculdade de Ciências Biológicas e Ambientais, Universidade Federal da Grande Dourados.</p> <p>1. Plantas Medicinais (<i>Hibiscus sabdariffa</i>) – Desidratação . 2. Antocianinas 3. Extrato de rosela. I. Título.</p>
-------	--

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da UFGD.

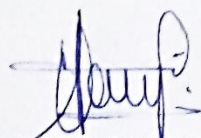
©Todos os direitos reservados. Permitido a publicação parcial desde que citada a fonte.

"DESIDRATAÇÃO POR ATOMIZAÇÃO DE CÁLCICES DE *Hibiscus sabdariffa*"

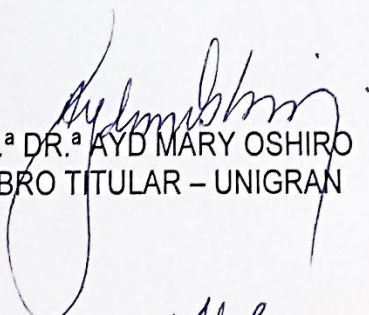
POR

DENISE RUBINHO DOS SANTOS MARTINS

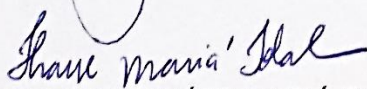
DISSERTAÇÃO APRESENTADA À UNIVERSIDADE FEDERAL DA GRANDE DOURADOS (UFGD), COMO PARTE DOS REQUISITOS EXIGIDOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM BIOLOGIA GERAL - ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: "BIOPROSPECÇÃO".



PROF.^a DR.^a ELIANA JANET SANJINEZ ARGANDOÑA
ORIENTADORA – UFGD



PROF.^a DR.^a AYD MARY OSHIRO
MEMBRO TITULAR – UNIGRAN



PROF.^a DR.^a THAÍSE MARIÁ TOBAL
MEMBRO TITULAR – UFGD

Aprovada em 29 de março de 2018.

*“Buscai primeiro o reino de Deus e a sua justiça
E tudo o mais vós será acrescentado”, (Mateus 6,33)*

*“Nem só de pão o Homem viverá,
mas de toda palavra*

Que procede da boca de Deus” (Mateus 4,4)

*“Se vos perseguem por causa de mim,
não esqueçais o porque*

Não é o servo maior que o senhor” (João 15,20)

Dedico esta dissertação à minha família, Júnior,

Rosinez, Eldivo, Fabiana, José Henrique,

por todo incentivo e apoio em

todos os momentos!

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço a Deus.

Agradeço à minha orientadora, a Prof^{ta} Dr^a Eliana Janet Sanjinez Argandoña, pelo empenho pessoal, pela paciência, disponibilidade e compreensão. Principalmente agradeço por todo conhecimento repassado com dedicação, amor e carinho. À senhora, meus incondicionais agradecimentos por contribuir na minha formação.

Ao Prof. Me. Vinicius Soares de Oliveira pelo estímulo dado à pesquisa, que contribuiu para o enriquecimento deste trabalho.

À Profa Dr^a Maria do Carmo Vieira e à todos do Horto de Plantas Medicinais da UFGD que forneceram rosela suficiente para a realização deste estudo.

Aos momentos maravilhosos vividos ao lado dos meus colegas de trabalho do laboratório do Grupo de Estudos em Produtos e Processos Agroindustriais do Cerrado, em especial aos meus amigos e companheiros Aline Janaina Giunco, Priscilla Narciso Justi, Ariana Vieira Alves, Camila Correia, Meiryeli Deboleto, Luciane, Rogério, Nailene e Lucas obrigada pela amizade, atenção, alegria e parceria que partilhamos.

À minha família, especialmente ao meu esposo Júnior pela paciência, compreensão e apoio, à minha mãe Rosinez por me ouvir e entender, ao meu pai Eldivo pelos conselhos, aos meus irmãos Fabiana e José Henrique, e aos meus sogros e cunhados pelo apoio incondicional, carinho e amor.

À Fundect pela bolsa concedida, Capes e CNPq pelo apoio financeiro.

À todos agradeço, profundamente.

RESUMO

O *Hibiscus sabdariffa* é uma espécie vegetal da família Malvaceae e pertence à classe das Dicotiledôneas. Popularmente conhecido como rosela é considerada uma planta com propriedades terapêuticas, e consumida em diversas partes do mundo. A parte mais utilizada é o cálice, pelo elevado teor de antocianinas, porém é altamente perecível, devido ao elevado conteúdo de umidade, o que compromete sua estabilidade, bem como, sua ação benéfica. A secagem por atomização ou *spray drying* é um processo utilizado em alimentos sensíveis ao calor, porque produz partículas com baixa atividade de água em curtos períodos de tempo, favorecendo a retenção de algumas propriedades do produto, como os constituintes nutricionais, bioativos e aromas. Assim, o objetivo deste estudo foi estudar métodos de extração de antocianinas do *Hibiscus sabdariffa* visando a maior extração; obter extrato de *Hibiscus sabdariffa* em pó pelo processo de atomização e avaliar suas características físicas e funcionais. Foram estabelecidos parâmetros operacionais para a obtenção do extrato de rosela empregando métodos, de maceração por 24h, turbolização simples, turbolização com filtração fracionada e turbolização com aplicação de ultrassom. Neste último foi realizada uma cinética com diferentes tempos de extração para estabelecer o tempo ótimo de processo. Em todos os métodos se utilizou água destilada e água acidificada (2 % ácido cítrico) como solvente. Para a desidratação do extrato de rosela por atomização foram empregados os agentes carreadores goma arábica, quitosana e maltodextrina na proporção de 1:9 (carreador: extrato de *H. sabdariffa*) obtendo-se sete suspensões. As variáveis do processo de obtenção de extrato em pó foram definidas por delineamento experimental simplex centroide. As suspensões foram atomizadas empregando diferentes diâmetros de bico aspersor (0,7mm, 1,0mm e 1,2mm). O rendimento do processo e as propriedades do pó de umidade, atividade da água, higroscopicidade, solubilidade, antocianinas, atividade antioxidante e cor foram determinados. A turbolização com aplicação do ultrassom por 20 min., com água acidificada como solvente favoreceu à maior extração de antocianinas. Na atomização, a mistura de goma arábica e quitosana com bico aspersor de 1,0 mm de diâmetro forneceu um produto em pó com maior teor de antocianinas, maior atividade antioxidante e rendimento. Independente da formulação, todos os extratos em pó apresentaram baixa atividade de água, alta solubilidade e predominância da cor bordô. Conclui-se que a turbolização com aplicação do ultrassom por 20min com água acidificada foi a forma que forneceu extratos com maiores teores de antocianinas e atividade antioxidante, e que no processo de atomização, os agentes carreadores e o diâmetro do bico aspersor influenciaram no rendimento e nas propriedades químicas e antioxidantes do extrato de *H. sabdariffa* fornecendo micropartículas com alto teor de antocianinas.

PALAVRAS CHAVE: Rosela, *Spray drying*, Antocianinas, Pigmento natural, Ultrasson.

ABSTRACT

Hibiscus sabdariffa is a plant species of the family Malvaceae and belongs to the class of dicotyledons. Popularly known as rosela is a plant with therapeutic properties, and consumed in several parts of the world. The most used part is the chalice, by the content of anthocyanins, which is more highly perishable, which provides greater stability as well as its beneficial capacity. Spray drying is a process used in heat sensitive foods, since it has produced particles with low intensity over time, favoring the retention of some properties of the product, such as nutritional constituents, bioactive and aromas. Thus, the study aims at the extraction methods of anthocyanins of *Hibiscus sabdariffa* aiming at a greater extraction; obtain extract of *Hibiscus sabdariffa* powder by the atomization process and its physical and physical functions. They were designed for the use of methods of thread extraction, maceration for 24 hours, simple turbolization, turbolization with fractional filtration and turbolization with ultrasonic application. At this moment a kinetic was performed with different extraction times for the optimal process time arrangement. In all methods, distilled water and acidified water (2% citric acid) are used as the solvent. To the dehydration of the roselle extract by atomization the carriers of gum arabic, chitosan and maltodextrin in the ratio of 1: 9 (driver: extract of *H. sabdariffa*) were used, obtaining seven suspensions. The variables of the extraction process together were defined by a simplex centroid experimental design. As suspensions were used employing different diameters of nozzle sprinkler (0.7mm, 1.0mm and 1.2mm). The yield of the process and the properties of the moisture powder, water activity, hygroscopicity, solubility, anthocyanins, antioxidant activity and color were determined. Turbolization with ultrasonic application for 20 min., with acidified water as solvent favored the highest extraction of anthocyanins. At atomization, the mixture of gum arabic and chitosan with a spray nozzle of 1.0 mm in diameter provided a powder product with higher anthocyanin content, higher antioxidant activity and yield. Regardless of the formulation, all powder extracts presented low water activity, high solubility and predominance of burgundy color. It was concluded that the turbolization with ultrasonic application for 20min with acidified water was the form that provided extracts with higher levels of anthocyanins and antioxidant activity, and that in the atomization process, the carrier agents and the diameter of the sprinkler nozzle influenced the yield and on the chemical and antioxidant properties of the *H. sabdariffa* extract supplying microparticles with high anthocyanin content.

Keywords: Rosela, Spray drying, Anthocyanins, Natural pigment, Ultrasonic.

SUMÁRIO

REVISÃO DE LITERATURA	12
OBJETIVOS.....	18
CAPÍTULO 1: Extração assistida por ultrassom e métodos de extração convencional de antocianinas de <i>Hibiscus sabdariffa</i>	26
1. Introdução.....	Erro! Indicador não definido.
2. Material e métodos	Erro! Indicador não definido.
3. Resultados e Discussão	Erro! Indicador não definido.
4. Conclusão	Erro! Indicador não definido.
5. Referências	Erro! Indicador não definido.
CAPÍTULO 2: Obtenção e caracterização do extrato de <i>Hibiscus sabdariffa</i> desidratado por atomização.....	27
1. INTRODUÇÃO.....	Erro! Indicador não definido.
2. MATERIAL E MÉTODOS.....	Erro! Indicador não definido.
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	Erro! Indicador não definido.
4. CONCLUSÃO.....	Erro! Indicador não definido.
5. REFERÊNCIAS	Erro! Indicador não definido.
CONCLUSÃO GERAL	28
REFERÊNCIAS	19

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama esquemático de *Spray Dryer* 15

Figura 2. Formação de partícula por secagem por aspersão..... 16

Capítulo 1

Figura 1. Cinética de extração de antocianinas pelo método de Turbolização com ultrassom.....34

Capítulo 2

Figura 1. Solubilidade (A) e Higroscopicidade (B) do extrato de *H. sabdariffa* em pó atomizado com agentes carreadores goma arábica, quitosana e maltodextrina com bico aspersor de diâmetro 0,7mm diâmetro (B1), 1,0mm (B2) e 1,2mm (B3).....57

Figura 2. Cor do pó atomizado do extrato de *Hibiscus sabdariffa*..... 58

Figura 3. Perfil cromatográfico das antocianinas majoritárias do pó de *H. sabdariffa* com goma arábica e quitosana (F4), obtida por atomização com o bico aspersor de 1,0 mm de diâmetro (B2).....60

Figura 4. Micrografias do extrato em pó de *Hibiscus sabdariffa* com quitosana e goma arábica (F4), atomizado com o bico 1 (0,7 mm)(A), bico 2 (1,0 mm)(B) e bico 3 (1,2 mm)(C).....62

LISTA DE TABELAS

Capítulo 1

Tabela 1. Antocianinas totais e atividade antioxidante de extratos de *H. sabdariffa*.....32

Tabela 2. Atividade antioxidante do extrato de *Hibiscus sabdariffa* com o tempo de extração pelo método de Turbolização com ultrasson35

Tabela 3. Valores dos parâmetros de cor dos extratos de *Hibiscus sabdariffa*.....36

Capítulo 2

Tabela 1. Matriz do Planejamento experimental Simplex-centroide do extrato de rosela em função da concentração dos agentes carreadores goma arábica (X1), quitosana (X2) e maltodextrina (X3). 47

Tabela 2. Rendimento, antocianinas totais e atividade antioxidante do extrato de *H. sabdariffa* atomizado com goma arábica, quitosana e maltodextrina e diâmetro do bico aspersor de 0,7mm (B1), 1,0mm (B2) e 1,2mm (B3)..... 54

REVISÃO DE LITERATURA

Hibiscus sabdariffa

O *Hibiscus sabdariffa* é uma espécie vegetal da família Malvaceae e pertence à classe das Dicotiledôneas, popularmente conhecido como rosela, hibisco, vinagreira, azedinha, groselha, groselheira, quiabo-róseo e flor de Jamaica (LORENZI; MATOS, 2002). É uma planta herbácea, de caule arroxeadado, folhas alternas verde-arroxeadas, flores amarelas que duram um dia, e produz frutos vermelhos do tipo cápsula (SÁYAGO et al., 2007), seu cultivo é anual. A espécie é nativa da Índia, do Sudão e da Malásia (MACIEL et al., 2012), e cultivado em áreas tropicais e subtropicais de ambos os hemisférios (CISSE et al., 2009).

A rosela é considerada uma planta com propriedades terapêuticas, utilizada em diversas partes do mundo (SANTOS et al., 2013). Na Ásia é reconhecida como alimento funcional devido à presença de substâncias bioativas (LIU et al., 2005), como a vitamina C, antocianinas, ácidos fenólicos, flavonoides, dentre outros (ALI et al., 2005; PRENESTI et al., 2007). Além disso, estudos demonstram os benefícios que o consumo da rosela pode proporcionar à saúde humana, como o efeito anti-mutagênico e antitumoral (OLVERA-GARCÍA et al., 2008; FORMAGIO, et al., 2015), efeito hepatoprotetor e antibacteriano (LIU et al., 2006; MACIEL et al., 2012), antioxidante (RAMAKRISHNA et al., 2008), anticolesterolêmico (LIN et al., 2007), e anti-hipertensivo (HERRERA-ARELLANO et al., 2007), e o chá do cálice é consumido pela população devido a ação diurética, laxante, auxílio no controle da hipertensão e no combate ao estresse oxidativo (SOBOTA, PINHO; OLIVEIRA, 2016). A ação terapêutica da rosela pode ser atribuída, em parte, às antocianinas (BRITO et al., 2007).

Compostos Bioativos

Os compostos bioativos são substâncias ativas, responsáveis por ações biológicas (LIU, 2006). Estes compostos estão presentes em frutas, legumes, grãos e outros alimentos vegetais, são exemplos destes compostos as antocianinas, carotenoides, fenóis, flavonoides, taninos, vitamina C e tocoferóis (SILVA; JORGE, 2011; FAGUNDES et al., 2015). Estes compostos possuem vários mecanismos de ação, e dentre seus benefícios, o

mais buscado atualmente é a ação antioxidante, que além de prevenir o surgimento de várias doenças degenerativas, retarda o envelhecimento (FREITAS et al., 2014).

As antocianinas são da família dos flavonoides e responsáveis por grande parte das cores em flores, folhas, frutas, caules e raízes de plantas (MARKAKIS, 1982). Esses pigmentos conferem tonalidades de cor que variam entre vermelho, laranja e roxo (BROUILLARD, 1983). Além disso, apresentam alta atividade antioxidante (BRITO et al., 2007). Os principais tipos de antocianinas são a cianidina, a delphinidina, a malvidina, a pelargonidina, a petunidina, a peonidina (MARÇO, POPPI & SCARMINIO, 2008), e suas nomenclaturas são dadas a partir do tipo de vegetal em que se encontram (HARBONE, 1994).

Antocianinas

As antocianinas são solúveis em água e estáveis em condições ácidas (BOBBIO; BOBBIO, 1992), não apresentam nenhum efeito adverso à saúde, podendo ser empregadas em produtos alimentícios, fármacos e cosméticos, porém a utilização desse pigmento é limitada, pois sua estabilidade é afetada pela luz, temperatura, pH, oxigênio, enzimas endógenas ou adicionadas, e íons metálicos (FRANCIS, 1989; SHAHIDI; NACZK, 1995; WROLSTAD et al., 2000).

Apesar de existirem aproximadamente 400 tipos de antocianinas (KONG, 2003), as fontes de antocianinas comercialmente utilizadas são a uva (NETTO, 2009) e o repolho roxo (CONSTANT, 2003). Na indústria alimentícia as antocianinas podem ser utilizadas como substitutos aos corantes artificiais, atendendo uma clientela que procura consumir alimentos sem produtos químicos sintéticos, preferindo corantes naturais (TEIXEIRA et al., 2008).

As antocianinas são capazes de absorver luz na região entre 496 e 550 nm, (BROUILLARD, 1982), isso possibilita a determinação destes compostos por métodos espectrofotométricos que utilizam medições simples de absorbância em comprimentos de onda adequados dentro do espectro visível. Outros métodos são utilizados para determinação de antocianinas como a espectrometria de massas, que gera íons de compostos orgânicos ou inorgânicos, e não envolve a interação de luz com a matéria, e a cromatografia líquida de alta eficiência, que emprega pequenas colunas e uma fase móvel

que é eluída sobre altas pressões, realiza separações e análises quantitativas de compostos de várias amostras, em poucos minutos, com alta resolução, eficiência e sensibilidade. (FAVARO, 2008). A escolha do método depende da composição da amostra, considerando que materiais escuros originados da degradação de açúcares e das próprias antocianinas (JACKMAN; SMITH, 1996), taninos e compostos sulfurosos (TEIXEIRA et al., 2008) podem interferir na leitura de métodos espectrofotométricos.

As antocianinas são melhor extraídas em meio ácido, por isso geralmente o solvente utilizado é acidificado (DELGADO-VARGAS; PAREDES-LOPEZ, 2003). Os solventes mais utilizados para a extração de antocianinas são os solventes orgânicos ou água, e geralmente a extração é feita com a acidificação do solvente. Para facilitar o processo de extração, o ultrassom tem sido amplamente empregado em diferentes vegetais, como framboesa (TENG; LEE; CHOI, 2013), amora (OANCEA et al., 2013) e uvas (CARRERA et al., 2012). A técnica de ultrassom consiste na formação de ondas ultrasônicas de alta frequência, que formam cavidades devido à expansão e contração do material, dessa forma as paredes celulares da matriz sólida são afetadas favorecendo a penetração do solvente e a transferência de massa na matriz, o que aumenta o rendimento da extração (TOMA et al., 2001; GIUST; WROLSTAD, 2001).

Estudos que demonstram efeitos benéficos das antocianinas à saúde como a atividade antioxidante (WANG et al., 2000; YODIM et al., 2000), atividade anticarcinogênica (KAPADIA et al., 1997; HAGIWARA et al., 2001), e antiviral (KAPADIA et al., 1997) associam estas propriedades aos alimentos que os contém. O consumo contínuo de alimentos ricos em antocianinas pode reduzir ou prevenir processos oxidativos, que estão associados às doenças degenerativas, como doenças cardiovasculares, neurológicas, algumas formas de câncer e ao envelhecimento (PRIOR et al., 1998). Esses atributos têm aumentado o interesse por espécies com alto teor de antocianinas.

A parte mais utilizada da rosela é o cálice, devido ao elevado teor de antocianinas (PRENESTI et al., 2007; SANCHEZ-MENDOZA et al., 2008). Porém os cálices de rosela são altamente perecíveis, por possuírem elevado teor de umidade comprometendo a sua estabilidade, bem como a ação benéfica dos compostos bioativos que é afetada pelo oxigênio, temperatura, luz, pH, ácidos orgânicos, entre outros (SAGAR; SURESH

KUMAR, 2010). Técnicas de desidratação e microencapsulação são empregadas em plantas medicinais para conservação destes compostos e aumento da vida útil da planta.

Atomização

A secagem por atomização ou aspersão ou *spray drying* é um processo muito utilizado em alimentos sensíveis ao calor, porque produz partículas com baixa atividade de água em curtos períodos de tempo (RODRIGUES et al., 2011), favorecendo a retenção de algumas propriedades do produto, como os constituintes nutricionais, pigmentos e aromas.

O processo de atomização (Figura 1) consiste na pulverização de um líquido ou pasta dentro de uma câmara, submetido a uma corrente de ar quente controlada, onde ocorre a evaporação da água e a rápida separação dos sólidos solúveis, gerando um produto em pó com a mínima degradação dos compostos (OLIVEIRA; PETROVICK, 2009), com peso e volume reduzido e com vida útil prolongada, facilitando o manuseio, transporte e armazenamento (FERRARI et al., 2012).

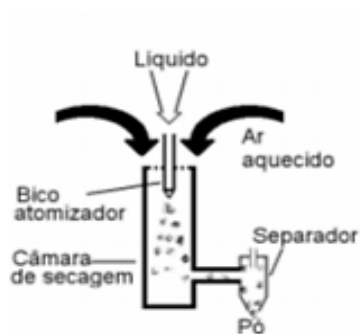


Figura 1. Diagrama esquemático de *Spray Dryer* (Fonte: LABMAQ, 2003)

A atomização consiste em três fases (Figura 2). Na primeira, ocorre a dispersão do fluído como gotículas, produzindo uma grande área superficial. Na segunda fase, estas gotículas entram em contato com uma corrente de ar quente, havendo transferência de calor. Na terceira, o solvente é evaporado e ocorre a formação da partícula sólida (OLIVEIRA; PETROVICK, 2009).



Figura 2. Formação de partícula por secagem por aspersão. (Fonte: OLIVEIRA; PETROVICK, 2009).

O controle de variáveis como a temperatura de entrada e de saída de ar, concentração de sólidos solúveis e composição da fruta influenciam diretamente nas características do pó produzido (OLIVEIRA, 2015). Durante o processo, para amenizar a aderência do pó na câmara de secagem são utilizados agentes carreadores, também denominados de agentes encapsulantes, aditivos ou carreadores ou material de parede, pois aumenta a temperatura de transição vítrea das micropartículas formadas (ROOS; KAREL, 1991; BHANDARI et al. 1997), podendo também aumentar o rendimento do processo, a solubilidade, a retenção de compostos e a estabilidade do produto.

A escolha do material de parede baseia-se principalmente nas características físico-químicas como solubilidade, peso molecular, cristalinidade, difusibilidade, formação de película, propriedade emulsificante e baixa viscosidade (DESAI; PARK, 2005). A goma arábica, maltodextrina, quitosana, goma xantana, polidextrose, entre outros (TZE et al., 2012), são comumente utilizados como material de parede na atomização.

A maltodextrina é um produto da hidrólise do amido, inodora e de baixo custo, comumente empregada como agente carreador na secagem por atomização em função de sua baixa higroscopicidade e alta solubilidade em água fria (CANO-CHAUCA et al.,

2005; TONON et al., 2011; FERRARI et al., 2012). No entanto sua capacidade emulsificante é baixa (APINTANAPONG; NOOMHORM, 2003).

A goma arábica é um exsudato da seiva da árvore do gênero Acácia. É um heteropolissacarídeo completo de estrutura muito ramificada (BOBBIO; BOBBIO, 2001). Tem como principais características a alta solubilidade e baixa viscosidade em solução. Apresenta propriedades emulsificantes (REINECCIUS, 1991) e características sensoriais não perceptíveis, sendo considerado um excelente material encapsulante (MADENE et al., 2006).

Normalmente é empregada a combinação de dois ou mais agentes carreadores como material de parede, para obter as características necessárias, que isoladamente não apresentam (CONSTANT, 1999), de maneira a obter pós estáveis com propriedades específicas.

OBJETIVOS

Objetivo Geral

O objetivo deste estudo é obter extrato de *Hibiscus sabdariffa* em pó pelo processo de atomização e avaliar suas características físicas e funcionais.

Objetivos Específicos

- Estabelecer os parâmetros de obtenção do extrato de *Hibiscus sabdariffa*;
- Obter extrato de *H. sabdariffa* em pó por atomização, avaliar a eficiência dos agentes carreadores e caracterizar o produto;
- Avaliar a influência da desidratação por atomização na retenção de antocianinas e na ação antioxidante.

REFERÊNCIAS

- ALI, BH., AL WABEL, N. and Blunden, G. **Phytochemical, pharmacological and toxicological aspects of *Hibiscus sabdariffa* L.: a review.** *Phytotherapy Research*, vol. 19, n. 5, p. 369-375. 2005.
- ALVES, C.C.O. **Pós obtidos da polpa de pequi (*Caryocar Brasiliense* Camb.) Liofilizada: Higroscopicidade e microestrutura.** 2007. 146 p. Trabalho de conclusão de curso (Dissertação). Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2007.
- APINTANAPON, M, A; NOOMHORM. **The use of spray drying to microencapsulate 2- acetyl-1-pyrroline, a major flavour componente of aromatic rice.** *International Journal of Food Science & Technology*, Oxford, v. 38, n. 2, p. 95-102, 2003.
- BHANDARI, B. R.; DATA, N.; HOWES, T. **Problems associated with spray drying of sugar-rich foods.** *Drying Technology*, Philadelphia, v. 15, n. 2, p. 671-684, 1997.
- BOBBIO, P. A.; BOBBIO, F. O. **Química do processamento de alimentos.** São Paulo: Varela, 2001.
- BRITO, E.S.; ARAUJO, M.C.P.; ALVES, R.E.; CARKEET, C.; CLEVIDENCE, B.A.; NOVOTNY, J.A. **Anthocyanins Present in Selected Tropical Fruits: Acerola, Jambolão, Jussara, and Guajiru.** *Journal of Agricultural Food Chemistry*, v. 55, n. 23, 2007.
- BRITO, E.S.; ARAUJO, M.C.P.; ALVES, R.E.; CARKEET, C.; CLEVIDENCE, B.A.; NOVOTNY, J.A. **Anthocyanins Present in Selected Tropical Fruits: Acerola, Jambolão, Jussara, and Guajiru.** *Journal of Agricultural Food Chemistry*, v. 55, n. 23, 2007.
- BROUILLARD R. **Chemical structure of anthocyanins.** In: MARKAKIS P (1982) *Anthocyanins as Food Colors*. New York, Academic Press. p.1-39. 1982.
- BROUILLARD, R. **The in vivo expression of anthocyanins colour in plants.** *Phytochemistry*, v.22, p.311-323, 1983.

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

CARRERA, C.; RUIZ-RODRÍGUEZ, A.; PALMA, M.; BARROSO, C.G. **Ultrasound assisted extraction of phenolic compounds from grapes.** Anal Chim Acta. 2012 Jun 30;732:100-4.

CISSE, M.; DORNIER, M.; SAKHO, M.; NDIAYE, A.; REYNES, M.; SOCK, O. **The bissap (*Hibiscus sabdariffa* L.): composition et principales utilisations.** Fruits, v. 64, n. 3, p. 179-193, 2009.

CONSTANT, P. B. L. **Extração, caracterização e aplicação de antocianinas de açai (*Euterpe oleraea*, M).** 2003. 183p. Trabalho de conclusão de curso (Doutorado). Universidade Federal de Viçosa, Viçosa.

CONSTANT, P.B.L. **Microencapsulamento de bixina: agentes encapsulantes, avaliação da qualidade, aplicações.** 1999. 136 f. Trabalho de conclusão de curso (Dissertação). Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 1999.

DELGADO-VARGAS, F.; PAREDES-LOPEZ, O. (2003). **Natural Colorants for Food and Nutraceutical Uses.** Trends in Food Science & Technology, 14, 438. [http://doi.org/10.1016/S0924-2244\(03\)00076-1](http://doi.org/10.1016/S0924-2244(03)00076-1)

DESAI, K. G. H.; PARK, H. J. **Recent developments in microencapsulation of food ingredients.** Drying Technology, v. 23, n. 7, p. 1361-1394, 2005.

FAGUNDES, A.; DANGUY, L.B.; SCHIMITT, V.; MAZUR, C.E. **Ilex Paraguariensis: compostos bioativos e propriedades nutricionais na saúde.** Revista Brasileira de Obesidade, Nutrição e Emagrecimento, São Paulo, v.9, n.53, p.213-222, 2015.

FAVARO, M. M. A. **Extração, Estabilidade e Quantificação de Antocianinas de Frutas Típicas Brasileiras para Aplicação Industrial como Corantes.** 2008, p.105.Trabalho de conclusão de curso (Dissertação). Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2008.

FERRARI, C. C.; GERMER, S. P. M.; ALVIM, I. D.; VISSOTTO, F. Z.; AGUIRRE, J. M. **Influence of carrier agents on the physicochemical properties of blackberry**

powder produced by spray drying. International Journal of Food Science and Technology, 2012.

FORMAGIO, A.S.N.; RAMOS, D.D.; VIEIRA, M.C.; RAMALHO, S.R.; SILVA, M.M.; ZÁRATE, N.A.H.; FOGGIO, M.A.; CARVALHO, J.E. **Phenolic compounds of Hibiscus sabdariffa and influence of organic residues on its antioxidant and antitumoral properties.** Brazilian Journal of Biology., v. 75, n. 1, p. 69-76, 2015.

FRANCIS, F. J. **Food Colorants: anthocyanins.** Food Science and Nutrition, v. 28, p.273-314, 1989.

FREITAS, R.C.; AZEVEDO, R.R.S.; SOUZA, L.I.O.; ROCHA, T.J.M.; SANTOS, A.F. **Avaliação da atividade antimicrobiana e antioxidante das espécies Plectranthus amboinicus (Lour.) e Mentha x villosa (Huds.).** Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada, v.35, n.1, p.113-11, 2014.

GIUSTI, M.M.; WROLSTAD, R.E. (2001). **Anthocyanins. Characterization and Measurement with UV-Visible Spectroscopy.** In: Wrolstad, R. E. (Ed.). Current Protocols in Food Analytical Chemistry. New York: John Wiley & Sons, 2, 1-13.

HAGIWARA, A.; MIYASHITA, K.; NAKANISHI, T.; SANO, M.; TAMANO, S.; KADOTA, T.; KODA, T.; NAKAMURA, M.; IMAIDA, K.; ITO, N.; SHIRAI, T. **Pronounced inhibition by a natural anthocyanin, purple corn color, of 2-amino-16-phenylimidazol (4,5-b) pyridine (PhIP) associated colorectal carcinogenesis in male F344 rats pretreated with 1,2- dimethylhydrazine.** Cancer Letters, v.171, p.17-25, 2001.

HARBORNE, J. B.; **The flavonoids: advances in research since 1986,** Chapman and Hall: New York, 1994.

HERRERA-ARELLANO, A.; MIRANDA-SANCHEZ, J.; AVILA-CASTRO, P.; HERRERA-ALVAREZ, S.; JIMENEZ-FERRER, J. E.; ZAMILPA, A.; ROMAN-RAMOS, R.; PONCE-MONTER, H.; TORTORIELLO, J. **Clinical effects produced by a standardized herbal medicinal product of Hibiscus sabdariffa on patients with hypertension. A randomized, double-blind, lisinoprilcontrolled clinical trial.** Planta Medica, v. 73, n. 1, p. 6-12, 2007.

JACKMAN, R.L.; SMITH, J.L. **Anthocyanins and betalains. In: Hendry GAF & Houghton JD (Eds.) Natural Food Colorants.** 2 edição. Londres, Chapman & Hall. 1996.

JUN-XIA, X.; HAI-YAN, Y.; JIAN, Y. **Microencapsulation of sweet orange oil by complex coacervation with soyben protein isolate/gum arabic.** Food Chemistry, v. 125, p.1267-1272, 2011.

KAPADIA, G.J.; BALASUBRAMANIAN, V.; TOKUDA, H.I.; WASHINA, A.; NISHINO, H. **Inhibition of 12-O-tetradecanoylphorbol-13-acetate induced Epstein virus early antigen activation by natural colorants.** Cancer Letters, v.115, p.173-178, 1997.

KONG, J.M. **Analysis and biological activities of anthocyanins.** Phytochemistry, v.64, p.929-933, 2003.

LABMAQ do Brasil Ltda. Manual de Operações do Spray Dryer MSD 5.0. 2003

LIN, T.L.; LIN, H.H.; CHEN, C.C.; LIN, M.C.; CHOU, M.C.; WANG, C.J. **Hibiscus sabdariffa extract reduces serum cholesterol in men and women.** Elsevier. Nutrition Research. USA. v.27, n.3, p.140145, 2007.

LIU, J. Y.; CHEN, C. C.; WANG, W. H.; HSU, J. D.; YANG, M. Y.; WANG, C. J. **The protective effects of *Hibiscus sabdariffa* extract on CCl4-induced liver fibrosis in rats.** Food and Chemical Toxicology, v. 44, n. 3, p. 336-343, 2006.

LIU, K. S.; TSAO, S. M.; YIN, M. C. **In vitro antibacterial activity of roselle calyx and protocatechuic acid.** Phytotherapy Research, v. 19, n. 11, p. 942-945, 2005.

LORENZI, H.; MATOS, F.J.A. **Plantas medicinais no Brasil, nativas e exóticas.** Instituto Plantarum de Estudos da Flora LTDA. São Paulo, 2002.

MACIEL, M.J.; PAIM, M.P.; CARVALHO, H.H.C.; WIEST, J.M. **Avaliação do extrato alcoólico de hibisco (*Hibiscus sabdariffa* L.) como fator de proteção antibacteriana e antioxidante.** Revista Instituto Adolfo Lutz, v.71, n.3, p.462-70, 2012.

MADENE, A.; JACQUOT, M.; SCHER, J.; DESOBRY, S. **Flavour encapsulation and controlled release - a review.** International Journal of Food Science and Technology, v. 41, n. 1, p. 1-21, 2006.

MARÇO, P.H.; POPPI, R.J.; SCARMINIO, I.S. **Procedimentos analíticos para identificação de antocianinas presentes em extratos naturais.** Quimica Nova, v. 31, n. 5, p.1218-1223, 2008.

MARKAKIS, P. **Stability of Anthocyanins in foods.** In: Markakis P (Ed) **Anthocyanins in color foods.** New York, Academic Press. p. 163-180, 1982.

MOHAMED,J.; SHING, S.W.; IDRIS, M.H.M.; BUDIN,S.B.; ZAINALABIDIN, S. **The protective effect of aqueous extracts of roselle (*Hibiscus sabdariffa* L. UKMR-2) against red blood cell membrane oxidative stress in rats with streptozotocin-induced diabetes.** CLINICS, v.68, n.10, p.1358-1363, 2013.

OANCEA, S.; GROSU, C.; KETNEY, O.; STOIA, M. (2013). Conventional and ultrasound-assisted extraction of anthocyanins from blackberry and sweet cherry cultivars. *Acta Chimica Slovenica*, v. 60, n. 2, p. 383–389.

OLIVEIRA, V. S. **Atomização e liofilização de *Campomanesia adamantium* Cambess. O. Berg. (Myrtaceae) : influência das variáveis de processo na retenção de vitamina C.** 2015. 51f. Trabalho de conclusão de curso (Dissertação). Universidade Federal da Grande Dourados, Dourados, 2015.

OLVERA-GARCÍA, V.; CASTAÑO-TOSTADO, E.; REZENDIZ-LOPEZ, R. I.; REYNOSO-CAMACHO, R.; GONZÁLEZ DE MEJÍA, E.; ELIZONDO, G.; LOARCA-PIÑA, G. ***Hibiscus sabdariffa* L. Extracts Inhibit the Mutagenicity in Microsuspension Assay and the Proliferation of HeLa Cells.** *Journal of Food Science*, v. 73, n. 5, p. 75-81, 2008.

PASCALIM, P. et al. **Microcápsulas de alginato de calico e oleo vegetal pela técnica de geleificação iônica: Um estudo da capacidade de encapsulamento e aplicação dermatológica.** *Visão Acadêmica*, v. 11, n. 1, p. 23-36. 2010.

PRENESTI, E.; BERTO, S.; DANIELE, P. G.; TOSO, S. **Antioxidant power quantification of decoction and cold infusions of *Hibiscus sabdariffa* flowers.** *Food Chemistry*, v. 100, n. 2, p. 433-438, 2007.

PRIOR, R. L. *et al.* **Antioxidant capacity as influenced by total phenolics and anthocyanin content, maturity, and variety of *Vaccinium* species.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v.46, n. 7, p. 2686-2693, 1998.

RAMAKRISHNA, B. V.; JAYAPRAKASHA, G. K.; JENA, B. S.; SINGH, R. P. **Antioxidant activities of roselle (*Hibiscus sabdariffa*) calyces and fruit extracts.** *Journal of Food Science and Technology, Mysore*, v. 45, n. 3, p. 223-227, 2008.

RÉ, M. **Microencapsulation by spray drying.** *Drying technology*, v. 16, n. 6, p. 1195-1236, 1998.

REINECCIUS, G.A. **Flavor encapsulation**. Food Ver. Int., New York, v.5, n.2, p. 147-176, 1989.

RODRIGUES, R.A.F. *et al.* **Docosahexaenoic acid ethyl ester (DHAEE) microcapsule production by spray-drying: optimization by experimental design**. Food Science and Technology (Campinas), v. 31, n. 3, p. 589-596, 2011.

ROOS, Y.; KAREL, M. **Amorphous state and delayed ice formation in sucrose solutions**. International Journal of Food Science & Technology, Malden, v. 26, n. 6, p. 553-566, 1991.

SAGAR, V. R.; KUMAR, P. **Suresh. Recent advances in drying and dehydration of fruits and vegetables: a review**. Journal of Food Science and Technology, v. 47, n. 1, p. 15-26, 2010.

SANCHEZ-MENDOZA, J.; DOMINGUEZ-LOPEZ, A.; NAVARRO-GALINDO, S.; LOPEZ-SANDOVAL, J. A. **Some physical properties of Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) seeds as a function of moisture content**. Journal of Food Engineering, v. 87, n. 3, p. 391-397, 2008.

SANTOS, B. S.; BARRETTO, L. C. O.; SANTOS, J. A. B.; SILVA, G. F.. **Obtenção, liofilização e caracterização de extrato de capimlimão (*Cymbopogon citratus* D.C.) e hibisco (*Hibiscus sabdariffa* L.)**. Revista GEINTEC, São Cristóvão/SE, vol. 3, n. 5, p.90-99, 2013.

SÁYAGO AYERDI S.G.; ARRANZ, S.; SERRANO, J.; GOÑI, I. **Dietary Fiber Content and Associated Antioxidant Compounds in Roselle Flower (*Hibiscus sabdariffa* L) Beverage**. Journal of Agricultural and Food Chemistry. v.55, p.7886-7890, 2007.

SHAHIDI, F.; NACZK, M. **Food phenolics: source, chemistry, effects and applications**. Lancaster, TECHNOMIC. 331p., 1995.

SILVA, A.C.; JORGE, N. **Cogumelos: compostos bioativos e propriedades antioxidantes**. Cient Ciênc Biol Saúde, v.13 (Esp), p.375-84, 2011.

SOBOTA, J. F.; PINHO, M. G.; OLIVEIRA, V.B. **Perfil físico-químico e atividade antioxidante do cálice da espécie *Hibiscus sabdariffa* L. a partir do extrato aquoso e alcoólico obtidos por infusão e decoct**. Revista Fitos, Rio de Janeiro, v.10, n.1, p.1-93, 2016.

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.

TENG, H.; LEE, W.Y.; CHOI Y.H. **Optimization of microwave-assisted extraction for anthocyanins, polyphenols, and antioxidants from raspberry (*Rubus Coreanus* Miq.) using response surface methodology.** Journal of Separation Science. v. 36, n. 18, p. 3107-14, 2013;

TOMA, M.; VINATORU, M.; PANIWNYK, L.; MASON, T.J. **Investigation of effects of ultrasound on vegetal tissues during solvent extraction.** Ultrasonics Sonochemistry. v. 8, p. 137-142, 2001.

TONON, R.V.; GROSSO, C.R.F.; HUBINGER, M.D. **Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spray dryng.** Food Research International, v. 44, p. 282-289. 2011.

TZE, Ng Lay et al. **Physicochemical and nutritional properties of spray-dried pitaya fruit powder as natural colorant.** Food Science and Biotechnology, v. 21, n. 3, p. 675-682, 2012.

WANG, S. Y.; LIN, H. S. **Antioxidant activity in fruits and leaves of blackberry, raspberry, and strawberry varies with cultivar and developmental stage.** Journal of Agricultural and Food Chemistry. v. 48, n. 2, p. 140146, 2000.

WROLSTAD, R. E. **Anthocyanins.** In F. J. Francis, & G. J. Lauro (Eds.), Natural Food Colorants. New York: Marcel Dekker, chp.11, p.237–252, 2000.

YOUDIM, K.A.; MARTIN, A.; JOSEPH J.A. **Incorporation of the elderberry anthocyanins by endothelial cells increases protection against oxidative stress.** Free Radical Biology and Medicine, v.29, n.1, p.51-60, 2000.

CAPÍTULO 1: Extração assistida por ultrassom e métodos de extração convencional de antocianinas de *Hibiscus sabdariffa*.

CAPÍTULO 2: Obtenção e caracterização do extrato de *Hibiscus sabdariffa* desidratado por atomização.

CONCLUSÃO GERAL

Neste estudo foi desenvolvido um processo de obtenção de extrato de cálices de *Hibiscus sabdariffa* baseado na turbolização, turbolização fracionada, maceração, turbolização com ultrassom, com posterior desidratação por atomização para gerar um produto em pó. O processo apresenta um caráter inovador da inserção de água acidificada e ultrassom, diferenciando-o dos sistemas clássicos de extração para posterior desidratação. A evolução do trabalho ocorreu em diferentes etapas, buscando-se a melhoria dos resultados.

O estudo da obtenção do extrato e sua posterior desidratação por atomização permitiu considerar os seguintes aspectos:

- A água acidificada como solvente durante a extração, permite obter extrato com maior teor de antocianinas;
- A técnica de turbolização combinada e ultrassom favorece à extração de antocianinas;
- A variação do tempo de extração por turbolização com ultrassom a partir de 20 min não exerce influência no rendimento da extração;
- No processo de desidratação por atomização o agente carreador goma arábica e quitosana e o bico aspersor com abertura de 1,00 mm de diâmetro, exercem influência no rendimento do processo e na retenção de antocianinas.

Portanto, a técnica de extração por turbolização com ultrassom associada à atomização foi eficiente e pode ser promissora para obtenção de pós estáveis mantendo os compostos bioativos em partículas secas.