



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS  
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS DOS ALIMENTOS

Gabriela Polmann

**Valorização da Castanha do Gurguéia (*Dipteryx Lacunifera* Ducke) e seus  
Coprodutos Através da Obtenção e Caracterização de Extratos Obtidos por Tecnologias  
Limpas**

Florianópolis

2023



Gabriela Polmann

**Valorização da Castanha do Gurguéia (*Dipteryx Lacunifera* Ducke) e seus Coprodutos Através da Obtenção e Caracterização de Extratos Obtidos por Tecnologias Limpas**

Tese submetida ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Alimentos, do Centro de Ciências Agrárias, da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do Grau de Doutor em Ciência dos Alimentos.

**Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dra. Jane Mara Block**

**Co-orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dra. Sandra Regina Salvador Ferreira**

Florianópolis

2023

Polmann, Gabriela

Valorização da Castanha do Gurguéia (*Dipteryx Lacunifera* Ducke) e seus Coprodutos Através da Obtenção e Caracterização de Extratos Obtidos por Tecnologias Limpas / Gabriela Polmann ; orientadora, Jane Mara Block, coorientadora, Sandra Regina Salvador Ferreira, 2023.

194 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências Agrárias, Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, Florianópolis, 2023.

Inclui referências.

1. Ciência dos Alimentos. 2. Óleos Vegetais. 3. Sustentabilidade. 4. Simulação da digestão gastrointestinal. 5. Compostos fenólicos. I. Block, Jane Mara. II. Ferreira, Sandra Regina Salvador. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos. IV. Título.

Gabriela Polmann

**Valorização da Castanha do Gurguéia (*Dipteryx Lacunifera* Ducke) e seus Coprodutos Através da Obtenção e Caracterização de Extratos Obtidos por Tecnologias Limpas**

O presente trabalho em nível de Doutorado foi avaliado e aprovado, em 02 de junho de 2023, pela banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof. Dr. Miguel Herrero Calleja

Instituição: Departamento de Bioactividad y Análisis de Alimentos, Instituto de Investigación em Ciencias de la Alimentación (CIAL)

Prof. Dr. Germán Ayala Valencia

Instituição: Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC)  
Programa de Pós-graduação de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos

Prof<sup>a</sup>. Dra. Carmen Maria Olivera Müller

Instituição: Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC)  
Departamento de Ciência Tecnologia de Alimentos  
Programa de Pós-graduação em Ciência dos Alimentos

Certificamos que esta é a versão original e final do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de Doutora em Ciência dos Alimentos.

Insira neste espaço a  
assinatura digital

Prof<sup>a</sup>. Dra. Itaciara Larroza Nunes  
Coordenação do Programa de Pós-Graduação

Insira neste espaço a  
assinatura digital

Prof<sup>a</sup>. Dra. Jane Mara Block  
Orientadora

Florianópolis, 2023

Dedico este trabalho aos meus pais, amo vocês.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, por iluminar meu caminho e se mostrar sempre presente na minha vida.

Em especial à minha orientadora, Profa. Dra. Jane Mara Block, pela oportunidade concedida, pelo apoio, dedicação e gentileza durante a realização deste projeto.

À Profa. Dra. Sandra Regina Salvador Ferreira, por ter co-orientado minha tese e por todas as contribuições neste trabalho e por ter disponibilizado seu laboratório e sua equipe de trabalho.

Ao Programa de Pós-Graduação de Ciência dos Alimentos da Universidade Federal de Santa Catarina e aos professores que fazem parte do corpo docente e que de certo modo contribuíram para a minha formação profissional.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela bolsa de estudos concedida.

À Embrapa Meio Norte, pelo fornecimento das amostras de castanha do gurguéia.

À toda equipe do Laboratório de Óleos e Gorduras (LOG) do Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos da UFSC, que ofereceram as condições e suporte para a realização deste trabalho.

À toda equipe do Laboratório de Termodinâmica e Tecnologia Supercrítica (LATESC) da UFSC por ter me recebido com gentileza e disponibilidade para realização dos meus experimentos durante o período da pandemia, especialmente, ao Pedro Henrique dos Santos por ter me acompanhado em todos os experimentos no LATESC, e pelas contribuições nas análises dos resultados.

À Profa Itaciara Larroza Nunes, por ter me supervisionado no meu estágio de docência da matéria de Tecnologia de Óleos e Gorduras e por todo apoio no desenvolvimento deste trabalho e pelos ótimos conselhos.

Ao *Instituto de Investigación en Ciencias de la Alimentación* (CIAL), especialmente, ao Prof. Dr. Alejandro Cifuentes e a Profa. Dra. Elena Ibañez pela parceria realizada através do Programa PrInt/CAPES que resultou em um artigo em co-autoria com o grupo da Espanha.

Ao Rômulo Alves Morais pelo companheirismo no Laboratório de Óleos e Gorduras e pelo apoio na realização das análises de carboidratos, ácidos orgânicos e compostos fenólicos.

Caroline Turnes Pasini Deolindo e Rodrigo Barcellos Hoff do Setor de Laboratório Avançado de Santa Catarina/SC-SLAV-SC/LFDA-RS do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA, Brasil) pelo apoio na realização das análises de LC/MS.

Ao Grupo de Pesquisa em Materiais Moleculares e Mesomórficos do Departamento de Química da UFSC, em especial, ao prof. Eduard Westphal e à Natália Bruzamarello Caon, pelo apoio na realização das análises de DSC nas amostras de óleo.

Ao Laboratório de Fitopatologia (LABFITOP), Laboratório de Frutas e Hortaliças (LFH), Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME) e Laboratório de Bromatologia da UFSC, pelo apoio no fornecimento da leitora de microplacas, o equipamento de MEV e a estrutura para realização das análises de cinzas e proteínas, repectivamente.

Aos meus pais, Lurdete e Almir, por todo amor e carinho que me transmitiram durante toda minha vida, e por sempre me apoiarem e me incentivarem nas minhas escolhas. Em especial, à minha mãe, Lurdete, por sempre ser meu porto seguro nos momentos mais difíceis da minha vida, e minha melhor amiga nos momentos de alegria.

Ao meu amor, Vinicius, pelo apoio, incentivo, compreensão e carinho durante a realização deste trabalho. Principalmente, por sempre estar ao meu lado quando precisei. Eu te amo.

Ao meu irmão, Rafael, por todo apoio, carinho e incentivo.

À minha avó, Laura, pelas orações e amor que sempre me transmitiu.

Aos meus amigos, Renan, Guilherme, Mariana e Ana Paula pela amizade sincera, mesmo com a distância, sempre demonstraram apoio, compreensão e carinho durante esses anos.

De modo geral, a todos meus amigos e familiares, por terem sido fundamentais nestes anos.

Em especial, à minha avó, Lorinda (*in memorian*), com muito amor e muitas saudades.

A todos, novamente, o meu muito obrigada de coração!



Valeu a pena?  
Tudo vale a pena  
Se a alma não é pequena.  
Quem quer passar além do Bojador  
Tem que passar além da dor.  
Deus ao mar o perigo e o abismo deu,  
Mas nele é que espelhou o céu.

*Fernando Pessoa*

## RESUMO

A castanha do gurguéia (*Dipteryx lacunifera* Ducke) é nativa do Cerrado brasileiro e apesar do seu potencial nutricional e econômico ainda é pouco conhecida e explorada. Neste trabalho foi determinada a composição nutricional, composição em carboidratos, ácidos orgânicos e o perfil de compostos fenólicos da castanha do gurguéia. Além disso, foi realizada a simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* da gurguéia *in natura* (GI) e torrada (GT). O perfil em compostos fenólicos e o potencial antioxidante (PA) foram avaliados nas fases oral, gástrica e intestinal da digestão. O óleo de castanha do gurguéia (OG1) foi obtido por prensa hidráulica (PH) gerando a torta (T1). O óleo residual da T1 foi extraído utilizando CO<sub>2</sub> supercrítico (ESC-CO<sub>2</sub>) e com Soxhlet (SOX) com hexano, dando origem aos óleos e tortas OG2 e T2; e OG3 e T3, respectivamente. Os óleos OG1, OG2 e OG3 foram caracterizados através dos índices de qualidade, índice de estabilidade oxidativa, perfil lipídico (composição em ácidos graxos, tocoferóis, fitoesteróis, esqualeno e triacilgliceróis) perfil de fenólicos, potencial antioxidante (PA) e comportamento térmico por DSC (fusão e cristalização). Nas tortas T1, T2 e T3 foram avaliadas a composição nutricional, as propriedades funcionais e a microestrutura por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e fluorescência. A partir das tortas T2 e T3 foram obtidos extratos utilizando extração com líquido pressurizado (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM) com etanol:água (70:30 e 30:70, v/v). Nos extratos obtidos das tortas por ELP e EAM foram avaliados os compostos fenólicos totais, flavonóides, flavonóis, orto-difenóis e taninos condensados e o PA pelos métodos ABTS, CRT, DPPH, CUPRAC e IPL. A gurguéia é rica em lipídios (45,76 g 100 g<sup>-1</sup>), carboidratos (30,98 g 100 g<sup>-1</sup>), celobiose (1438,68 mg 100 g<sup>-1</sup>), e em ácidos tartárico (678,15 g 100 g<sup>-1</sup>) e málico (647,85 mg 100 g<sup>-1</sup>). Os principais fenólicos na GI e GT foram o ácido gálico (5966,18-3836,05 mg L<sup>-1</sup>), ácido ferúlico (146,69-242,68 mg L<sup>-1</sup>) e ácido sinápico (169,04-169,17 mg L<sup>-1</sup>). A GT apresentou PA de 23,73-24,86 mg QE 100 g<sup>-1</sup>; 82,84-84,37%; e 891,94-927,88 mg ASC 100 g<sup>-1</sup>; e 68,91-69,31% para CRT, DPPH, FRAP e IPL, respectivamente. O maior teor de fenólicos e PA foi após a fase gástrica. O rendimento de óleo obtido por PH, ESC-CO<sub>2</sub>, e SOX foi de 32,5, 15,52 e 18,49g 100 g<sup>-1</sup>, respectivamente. A amostra OG2 apresentou os melhores índices de qualidade, os maiores valores de OSI, β-sitosterol (55,8 mg 100 g<sup>-1</sup>), esqualeno (668,7 mg 100 g<sup>-1</sup>), TPC (6,1 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>) e FRAP (4,2 mg TE 100 g<sup>-1</sup>), DPPH (5,4 %) e IPL (54,3%). Os principais ácidos graxos nas amostras foram o oleico (60%) e o palmítico (9,9-18,9%) e o principal triacilglicerol o OOO (23,0–35,5%). Os principais compostos fenólicos tortas foram catequina (1,2-1,7 mg kg<sup>-1</sup>) e ácido gálico (0,7-0,8 mg kg<sup>-1</sup>). As amostras de torta apresentaram propriedades funcionais como absorção de água e óleo, capacidade formação de emulsão e espuma adequadas para uso em alimentos. Os extratos obtidos por ELP com 70% etanol apresentaram o maior rendimento. Os extratos com os melhores resultados de PA para os métodos ABTS (1319,1 mmol TE 100 g<sup>-1</sup>), CRT (1064,0 mg QE 100 g<sup>-1</sup>), CUPRAC (70,4 mmol TE 100 g<sup>-1</sup>), e IPL (75,6%) foram obtidos para ELP com 30% etanol. Os extratos obtidos por ELP com 70% etanol apresentaram os maiores valores de compostos fenólicos totais (4624,7 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>), flavonóides (418,4 mg EC 100 g<sup>-1</sup>), flavonóis (150,4 mg QE 100 g<sup>-1</sup>) e orto-difenóis (381,9 mg CGA 100 g<sup>-1</sup>). Os resultados obtidos indicaram que é possível o aproveitamento total da castanha do gurguéia como um ingrediente em alimentos, cosméticos e/ou fármacos. Os conhecimentos obtidos sobre o potencial de utilização desta matéria prima em alimentos, podem trazer benefícios ambientais e econômicos para a região do Cerrado brasileiro, pela possibilidade de gerar renda e sem degradação ambiental.

**Palavras-chave:** Simulação da digestão gastrointestinal; Sustentabilidade; Óleos vegetais; Perfil lipídico; Esqualeno; Compostos fenólicos; Coprodutos.

## ABSTRACT

The gurguéia nut (*Dipteryx lacunifera* Ducke) is native from Brazilian Cerrado and despite its nutritional and economic potential it is still little known and explored. In this work, the nutritional composition, composition in carbohydrates, organic acids, and the profile of phenolic compounds of the gurguéia nut were determined. In addition, the simulation of the *in vitro* gastrointestinal digestion of *in natura* (IG) and toasted (TG) gurguéia was carried out. The profile of phenolic compounds and the antioxidant potential (AP) were evaluated in the oral, gastric and intestinal phases of digestion. The gurguéia nut oil (GO1) was obtained by hydraulic press (HP) generating the cake (C1). The residual oil from C1 was extracted using supercritical CO<sub>2</sub> (ESC-CO<sub>2</sub>) and Soxhlet (SOX) with hexane, originating the oils and cakes GO2 and C2; and GO3 and C3, respectively. Oils GO1, GO2 and GO3 were characterized by quality indices, oxidative stability index (OSI by Rancimat), lipid profile (composition in fatty acids, tocopherols, phytosterols, squalene and triacylglycerols), phenolic profile, antioxidant potential (AP) and thermal behavior by DSC (fusion and crystallization). In cakes C1, C2 and C3, nutritional composition, functional properties and microstructure were evaluated by scanning electron microscopy (SEM) and fluorescence. Extracts from C2 and C3 were obtained using pressurized liquid extraction (PLE) and microwave-assisted extraction (MAE) with ethanol:water (70:30 and 30:70, v/v). In the extracts obtained from the cakes by PLE and MAE, the total phenolic compounds, flavonoids, flavonols, ortho-diphenols and condensed tannins and AP by ABTS, CRT, DPPH, CUPRAC and ILP methods were evaluated. Gurguéia nuts were rich in lipids (45.76 g 100 g<sup>-1</sup>), carbohydrates (30.98 g 100 g<sup>-1</sup>), cellobiose (1438.68 mg 100 g<sup>-1</sup>), tartaric acids (678.15 g 100 g<sup>-1</sup>) and malic acid (647.85 mg 100 g<sup>-1</sup>). The main phenolics in IG and TG were gallic acid (5966.18-3836.05 mg L<sup>-1</sup>), ferulic acid (146.69-242.68 mg L<sup>-1</sup>), sinapic acid (169.04-169.17 mg L<sup>-1</sup>). The TG presented AP of 23.73-24.86 mg QE 100 g<sup>-1</sup>; 82.84-84.37%; 891.94-927.88 mg AUC 100 g<sup>-1</sup>; and 68.91-69.31% for CRT, DPPH, FRAP and IPL, respectively. The bioaccessibility of the phenolic compounds was higher in the gastric phase. The highest content of phenolics and PA was after the gastric phase. The oil yield obtained by HP, ESC-CO<sub>2</sub>, and SOX was 32.5; 15.52, and 18.49g 100 g<sup>-1</sup>, respectively. The GO2 sample had the best quality indices, the highest OSI values,  $\beta$ -sitosterol (55.8 mg 100 g<sup>-1</sup>), squalene (668.7 mg 100 g<sup>-1</sup>), TPC (6.1 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>) and FRAP (4.2 mg TE 100 g<sup>-1</sup>), DPPH (5.4%) and IPL (54.3%). The main fatty acids in the samples were oleic (60%) and palmitic (9.9-18.9%) and the main triacylglycerol was OOO (23.0–35.5%). Catechin (1.2-1.7 mg kg<sup>-1</sup>) and gallic acid (0.7-0.8 mg kg<sup>-1</sup>) were the main phenolic compounds in the cakes. The cake samples showed functional properties such as water and oil absorption, emulsion formation capacity and foam suitable for use in food. The extracts obtained by PLE with 70% ethanol showed the highest yield. Extracts obtained by ELP with 30% ethanol presented the best AP results for ABTS (1319.1 mmol TE 100 g<sup>-1</sup>), CRT (1064.0 mg QE 100 g<sup>-1</sup>), CUPRAC (70.4 mmol TE 100 g<sup>-1</sup>), and IPL (75.6%). The extracts obtained by PLE with ethanol:water (70:30, v/v) showed the highest values of total phenolic compounds (4624.7 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>), flavonoids (418.4 mg EC 100 g<sup>-1</sup>), flavonols (150.4 mg QE 100 g<sup>-1</sup>) and ortho-diphenols (381.9 mg CGA 100 g<sup>-1</sup>). The results obtained indicated that it is possible to fully utilize gurguéia as an ingredient in food, cosmetics and/or pharmaceuticals. It can bring environmental and economic benefits to the Brazilian Cerrado region, due to the possibility of generating income without environmental degradation.

**Keywords:** Gastrointestinal simulation; Sustainability; Vegetable oils; Lipid profile; Squalene; Phenolic compounds; Co-products.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Mapa do Brasil indicando seus biomas.....	30
Figura 1.2 – Árvore da castanha do gurguéia (A e B), folhas (C) e flores (D). .....	31
Figura 1.3 – Parte externa (A), face longitudinal (B) da castanha do gurguéia. ....	32
Figura 1.4 – Estruturas químicas dos tocoferóis e tocotrienóis.....	35
Figura 1.5 – Estrutura química do $\beta$ -sitosterol, campesterol e estigmasterol.....	38
Figura 1.6 – Divisão dos compostos fitoquímicos presentes em alimentos. ....	42
Figura 1.7 – Estrutura genérica dos flavonóides. ....	44
Figura 1.8 – Subgrupos dos ácidos fenólicos. ....	45
Figura 1.9 – Estrutura do ácido elágico.....	46
Figura 1.10 - Diagrama de fases de uma substância pura. ....	54
Figura 1.11 – Etapas da curva global de extração supercrítica. ....	58
Figura 2.1 – Amostras de castanha do gurguéia provenientes de Alvorada do Gurguéia. A) Castanheira do gurguéia; B) Castanha do gurguéia; C) Castanha aberta; D) Castanha do gurguéia sem casca. ....	80
Figura 2.2 – Fluxograma das etapas de simulação da digestão gastrointestinal <i>in vitro</i> da castanha do gurguéia <i>in natura</i> e torrada.....	84
Figura 2.3 – Castanha do gurguéia com casca (A), quebra da castanha do gurguéia com quebrador manual (B), castanha do gurguéia aberta (C), castanha do gurguéia sem casca (D). ....	88
Figura 2.4 – Compostos fenólicos nas amostras de castanha do gurguéia <i>in natura</i> (GI) e torrada (GT). ....	92
Figura 2.5 – Potencial antioxidante (CRT, CUPRAC, DPPH, FRAP e IPL) das amostras de castanha do gurguéia <i>in natura</i> (GI) e torrada (GT), integral e nas fases oral (FO), gástrica (FG) e intestinal (FI). ....	98
Figura 2.6 – Correlograma entre a relação da concentração de compostos fenólicos e potencial antioxidante pelo coeficiente de Pearson ( $r$ ) das amostras GI e GT integral. ....	101
Figura 2.7 – Correlograma entre relação da concentração de compostos fenólicos e potencial antioxidante pelo coeficiente de Pearson ( $r$ ) das amostras GI e GT integrais e durante as fases de simulação da digestão gastrointestinal <i>in vitro</i> . ....	102
Figura 3.1 – Extração sequencial de óleo de castanha do gurguéia. ....	119
Figura 3.2 – Esquema da unidade de extração com fluido supercrítico. ....	120

Figura 3.3 – Curva cinética para extração com CO <sub>2</sub> supercrítico (ESC-CO <sub>2</sub> ) de óleo de castanha do gurguéia. ....	131
Figura 3.4 – Correlograma mostrando a relação entre CFT e potencial antioxidante dos óleos de gurguéia pelo coeficiente de Pearson ( <i>r</i> ). ....	139
Figura 3.5 – Comportamento da cristalização (a) e fusão (b) por DSC para óleo de castanha do gurguéia obtido por prensagem hidráulica (OG1) e da torta por ESC-CO <sub>2</sub> (OG2) e Soxhlet (OG3). ....	140
Figura 3.6 – Teor de gordura sólida estimado a partir da curva de fusão DSC para óleo de castanha do gurguéia obtido por prensagem hidráulica (OG1) e da torta por ESC-CO <sub>2</sub> (OG2) e Soxhlet (OG3). ....	143
Figura 4.1 – Fluxograma para obtenção de extratos de amostras de torta de castanha do gurguéia, T2 e T3, por Soxhlet (SOX), extração por líquido pressurizado (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM) com os solventes etanol (99,9%), etanol:água (70%) e etanol:água (30%). ....	155
Figura 4.2 – Turbidez de soluções aquosas a 1% (p/v) da castanha do gurguéia <i>in natura</i> (CGI) e tortas (T1, T2 e T3) medidas a 500 nm (a); capacidade de retenção de óleo (CRO) ou água (CRA), (b) capacidade formação de espuma (CE) e estabilidade da espuma (EE) (c), índice de atividade emulsificante (IAE) e índice de estabilidade da emulsão (IEE) (d). A barra de erro indica o desvio padrão ( <i>n</i> =3). Letras minúsculas indicam diferenças estatísticas ( <i>p</i> < 0,05). ....	169
Figura 4.3 – MEV da castanha do gurguéia <i>in natura</i> e das tortas obtidas prensagem hidráulica (PH), Soxhlet (SOX) com hexano, extração com CO <sub>2</sub> supercrítico (ESC-CO <sub>2</sub> ), extração com líquido pressurizado (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM) observadas no aumento de 1000× e 10 μm. ....	172
Figura 4.4 – A curva cinética para obtenção dos extratos da torta de gurguéia com extração líquida pressurizada (ELP), ajustada pelo modelo Piecewise: (a) T2, (b) T3; e para extração assistida por micro-ondas (EAM) ajustada pelo modelo de Gompertz: (c) T2, e (d) T3. ....	174
Figura 4.5 – Correlograma mostrando a relação entre fitoquímicos e potencial antioxidante de extratos de tortas de castanha do gurguéia do coeficiente de Pearson ( <i>r</i> ). ....	181

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1 – Composição nutricional em base úmida da castanha do gurguéia obtida em diferentes estudos. ....	33
Tabela 1.2 – Perfil em ácidos graxos da castanha do gurguéia em diferentes estudos. ....	34
Tabela 1.3 – Composição em tocoferóis das castanhas e nozes mais consumidas mundialmente. ....	36
Tabela 1.4 - Composição em fitosteróis das castanhas e nozes mais consumidas mundialmente. ....	38
Tabela 1.5 – Necessidade de ingestão diária de aminoácidos essenciais por adultos, e a composição em aminoácidos essenciais da castanha do gurguéia. ....	41
Tabela 1.6 – Compostos fenólicos em castanhas brasileiras. ....	48
Tabela 1.7 – Estudos sobre ESC com diferentes matérias-primas, apresentando a pressão (P), temperatura (T) e rendimento de óleo ( $R_{\text{óleo}}$ ). ....	55
Tabela 2.1 – Medidas físicas de comprimento, largura e espessura da castanha do gurguéia com e sem casca. ....	89
Tabela 2.2 – Composição nutricional (base úmida), carboidratos individuais e ácidos orgânicos da castanha do gurguéia. ....	90
Tabela 2.3– Compostos fenólicos (média $\pm$ desvio padrão) de castanha do gurguéia <i>in natura</i> (GI) antes e após simulação da digestão gastrointestinal <i>in vitro</i> . ....	94
Tabela 2.4 – Concentrações de compostos fenólicos individuais (média $\pm$ desvio padrão) de castanha do gurguéia torrada (GT) antes e após simulação da digestão gastrointestinal <i>in vitro</i> . ....	96
Tabela 2.5 – Potencial antioxidante por CRT, CUPRAC, DPPH, FRAP e IPL para extratos de castanha do gurguéia <i>in natura</i> (GI) e castanha do gurguéia torrada (GT) durante a simulação da digestão gastrointestinal <i>in vitro</i> . ....	99
Tabela 2.6 – Compostos fenólicos após simulação da digestão gastrointestinal <i>in vitro</i> das amostras da castanha do gurguéia <i>in natura</i> (GI) e torrada (GT). ....	103
Tabela 3.1 – Parâmetros de qualidade do óleo de gurguéia obtido das castanhas por prensagem hidráulica (OG1) e da torta por ESC-CO <sub>2</sub> (OG2) e Soxhlet (OG3). ....	132
Tabela 3.2 – Composição de ácidos graxos, fitosteróis e esqualeno para óleo de gurguéia obtido da castanha por prensagem hidráulica (OG1) e da torta por ESC-CO <sub>2</sub> (OG2) e Soxhlet (OG3). ....	133

Tabela 3.3 – Composição de triacilgliceróis para o óleo de castanha do gurguéia obtido por prensagem hidráulica (OG1) e da torta por ESC-CO <sub>2</sub> (OG2) e Soxhlet (OG3). .....	137
Tabela 3.4 – Compostos fenólicos totais (CFT) e potencial antioxidante (FRAP, DPPH e IPL) do óleo da castanha do gurguéia extraído por prensagem hidráulica (OG1) e dos óleos de torta obtidos por extração com fluido supercrítico (OG2) e Soxhlet (OG3). .....	138
Tabela 3.5 – Parâmetros de cristalização e fusão de óleos de castanha do gurguéia obtidos por prensagem hidráulica (OG1), extração com fluido supercrítico (OG2) e Soxhlet (OG3). .....	141
Tabela 4.1 – Composição nutricional (base úmida), carboidratos individuais e ácidos orgânicos em tortas de castanha do gurguéia obtidas por prensa hidráulica (T1), ESC-CO <sub>2</sub> (T2) e Soxhlet com hexano (T3). .....	166
Tabela 4.2 – Compostos fenólicos da castanha do gurguéia <i>in natura</i> (CG) e tortas de castanha do gurguéia obtidas por prensa hidráulica (T1), ESC-CO <sub>2</sub> (T2) e Soxhlet com hexano (T3). .....	168
Tabela 4.3 – Rendimentos de extração de extratos de torta de castanha do gurguéia obtidos por Soxhlet (SOX), extração por líquido pressurizado (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM). .....	175
Tabela 4.4 – Compostos fenólicos totais pelos métodos do Azul da Prússia (AP) ou Folin-Ciocalteu (CFT), flavonoides, flavonóis, <i>orto</i> -difenóis (ODF) e taninos condensados (TC) em extratos de torta de castanha do gurguéia. .....	178
Tabela 4.5 – Potencial antioxidante medido com ABTS, capacidade redutora total (CRT), CUPRAC, DPPH, FRAP e inibição da peroxidação lipídica (IPL) para extratos de torta de castanha do gurguéia. ....	180



## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABTS	2,2'-azinobis(3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico)
AG	Ácidos graxos
UFA	Ácidos graxos insaturados
AGL	Ácidos graxos livres
MUFAS	Ácidos graxos monoinsaturados
PUFAS	Ácidos graxos poli-insaturados
SFA	Ácidos graxos saturados
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
A	Araquídico
Arg	Arginina
AOAC	<i>Association of Official Analytical Chemists</i>
Be	Behênico
Ca	Cálcio
Cox	Calculado a oxidabilidade
DSC	Calorímetro diferencial de varredura
CUPRAC	Capacidade antioxidante redutor do cobre
FE	Capacidade de formação de espuma
CRA	Capacidade de retenção de água
CRO	Capacidade de retenção de óleo
CRT	Capacidade redutora total
DPPH	Captura do radical (2,2-difenil-1-picril-hidrazil)
CGI	Castanha do gurguéia <i>in natura</i>
GI	Castanha do gurguéia <i>in natura</i>
GT	Castanha do gurguéia torrada
Cu	Cobre
<i>r</i>	Coefficiente de Pearson
CFT	Compostos fenólicos totais
CG	Cromatografia gasosa
HRGC	Cromatografia gasosa de alta resolução
CGES	Curva Global de Extração Supercrítica
RID	Detector de índice de refração
CO <sub>2</sub>	Dióxido de carbono
ASC	Equivalente em ácido ascórbico
CGA	Equivalente em ácido clorogênico
GAE	Equivalente em ácido gálico
QE	Equivalente em quercetina
TE	Equivalente em TROLOX
EE	Estabilidade de espuma
S	Esteárico
EAM	Extração assistida por micro-ondas
ESC-CO <sub>2</sub>	Extração com fluido supercrítico utilizando CO <sub>2</sub>
ELP	Extração com líquido pressurizado
SOX	Extração por Soxhlet
E	Extrato
<i>n</i> 3	Família ômega 3
<i>n</i> 6	Família ômega 6

Fen	Fenilalanina
AAA	Fenilalanina + tirosina, aminoácidos aromáticos
Fe	Ferro
P	Fosforo
His	Histidina
IA	Índice aterogênico
IAE	Índice de atividade emulsificante
IB	Índice de bioacessibilidade
IVN	Índice de valor nutritivo
IEE	Índice estabilidade da emulsão
H/H	Índice hipocolesterolêmico/hipercolesterolêmico
IT	Índice trombogênico
IPL	Inibição da peroxidação lipídica
INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
Ile	Isoleucina
LOG	Laboratório de óleos e gorduras
LATESC	Laboratório de Termodinâmica e Tecnologia Supercrítica
Leu	Leucina
L	Linoleico
Ln	Linolênico
HDL	Lipoproteína de alta densidade
LDL	Lipoproteína de baixa densidade
Lys	Lisina
Mg	Magnésio
Mn	Manganês
Met	Metionina
SAA	Metionina + cisteína, aminoácidos sulfurados
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
BSTFA	N, O-Bis(trimetilsilil) trifluoroacetamida
O	Oleico
OG1	Óleo de castanha do gurguéia obtido por prensagem
OG2	Óleo resultante da extração por CO <sub>2</sub> supercrítico
OG3	Óleo resultante extração por Soxhlet com hexano
P	Palmítico
K	Potássio
PA	Potencial antioxidante
FRAP	Potencial antioxidante redutor férrico
PH	Prensagem hidráulica
Pc	Pressão crítica
DC	Taxa de difusão controlada ( <i>Diffusion Controlled</i> )
CER	Taxa de extração constante ( <i>Constant Extraction Rate</i> )
FER	Taxa de extração decrescente ( <i>Falling Extraction Rate</i> )
Tc	Temperatura crítica
T1	Torta resultante da prensagem
T2	Torta resultante extração por CO <sub>2</sub> supercrítico
T3	Torta resultante extração por Soxhlet
Thr	Treonina
TAG	Triacilgliceróis

Trp	Triptofano
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
Val	Valina
VCG	Variação da concentração após a digestão gástrica em relação à amostra não digerida
VCI	Variação da concentração após a digestão intestinal em relação à amostra não digerida
Zn	Zinco

## SUMÁRIO

<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>24</b>
<b>OBJETIVOS</b> .....	<b>27</b>
Objetivo geral .....	27
<b>Objetivos específicos</b> .....	<b>27</b>
<b>CAPÍTULO 1: REVISÃO BIBLOGRAFICA</b> .....	<b>29</b>
1.1 CARACTERÍSTICAS BOTÂNICAS DA CASTANHA DO GURGUÉIA.....	30
1.2 COMPOSIÇÃO NUTRICIONAL DA CASTANHA DO GURGUÉIA .....	32
<b>1.2.1 Perfil lipídico de castanhas</b> .....	<b>33</b>
<b>1.2.2 Aminoácidos essenciais da castanha do gurguéia</b> .....	<b>40</b>
<b>1.2.3 Compostos fenólicos em castanhas</b> .....	<b>42</b>
1.2.3.1 Benefícios para saúde dos compostos fenólicos.....	50
1.3 MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DO ÓLEO E DE COMPOSTOS BIOATIVOS DE CASTANHAS E NOZES .....	52
<b>1.3.1 Extração de óleo de castanhas por prensagem</b> .....	<b>52</b>
<b>1.3.2 Extração com fluidos supercríticos</b> .....	<b>53</b>
1.3.2.1 Curva global de extração supercrítica .....	56
<b>1.3.3 Extração assistida por micro-ondas</b> .....	<b>58</b>
<b>1.3.4 Extração com líquido pressurizado</b> .....	<b>59</b>
1.4 REFERÊNCIAS .....	61
<b>CAPÍTULO 2: COMPOSIÇÃO NUTRICIONAL DA CASTANHA DO GURGUÉIA E EFEITO DA SIMULAÇÃO DA DIGESTÃO GASTROINTESTINAL <i>IN VITRO</i> SOBRE O PERFIL DE COMPOSTOS FENÓLICOS E POTENCIAL ANTIOXIDANTE</b> .....	<b>75</b>
2.1 INTRODUÇÃO.....	77
2.2 MATERIAL E MÉTODOS.....	80
<b>2.2.1 Amostras</b> .....	<b>80</b>
<b>2.2.2 Reagentes Químicos</b> .....	<b>80</b>
<b>2.2.3 Preparo das amostras</b> .....	<b>81</b>
<b>2.2.4 Características biométricas da castanha do gurguéia</b> .....	<b>81</b>
<b>2.2.5 Composição nutricional da castanha do gurguéia e das tortas</b> .....	<b>81</b>
<b>2.2.6 Análise de carboidratos e ácidos orgânicos</b> .....	<b>82</b>
2.2.6.1 Perfil de carboidratos.....	82

2.2.6.2 Perfil de ácidos orgânicos.....	82
<b>2.2.7 Simulação da digestão gastrointestinal <i>in vitro</i> de castanhas do gurguéia <i>in natura</i> e torradas .....</b>	<b>83</b>
2.2.7.1 Preparação da amostra.....	83
2.2.7.2 Simulação da digestão gastrointestinal <i>in vitro</i> .....	83
2.2.7.3 Potencial antioxidante <i>in vitro</i> .....	85
2.2.7.4 Perfil de compostos fenólicos por HPLC .....	86
2.2.7.5 Bioacessibilidade de compostos fenólicos e potencial antioxidante das frações bioacessíveis.....	86
<b>2.2.8 Análise estatística.....</b>	<b>87</b>
2.3 RESULTADOS .....	88
<b>2.3.1 Características biométricas da castanha do gurguéia.....</b>	<b>88</b>
<b>2.3.2 Composição nutricional da castanha do gurguéia.....</b>	<b>89</b>
<b>2.3.3 Efeito da simulação da digestão <i>in vitro</i> na bioacessibilidade de compostos fenólicos e potencial antioxidante (PA) das frações bioacessíveis da castanha do gurguéia <i>in natura</i> e torrada .....</b>	<b>91</b>
<b>2.3.4 Bioacessibilidade de compostos fenólicos individuais durante a digestão gastrointestinal simulada <i>in vitro</i> .....</b>	<b>102</b>
2.4 CONCLUSÕES .....	107
2.5 Referências .....	108
<b>CAPÍTULO 3: CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO DE CASTANHA DO GURGUÉIA (<i>Dipteryx lacunifera</i> Ducke) OBTIDA POR PRENSA HIDRÁULICA E DO ÓLEO DA TORTA OBTIDO POR EXTRAÇÃO SUPERCRÍTICA.....</b>	<b>112</b>
3.1 INTRODUÇÃO.....	114
3.2 MATERIAL E MÉTODOS.....	118
<b>3.2.1 Amostras.....</b>	<b>118</b>
<b>3.2.2 Reagentes Químicos.....</b>	<b>118</b>
<b>3.2.3 Extração do óleo da castanha do gurguéia e da torta .....</b>	<b>118</b>
3.2.3.1 Extração do óleo da castanha do gurguéia por prensagem hidráulica (PH) .....	119
3.2.3.2 Extração de óleo da torta de gurguéia por ESC-CO <sub>2</sub> .....	120
3.2.3.2.1 <i>Cinética de extração</i> .....	122
3.2.3.3 Extração por Soxhlet (SOX).....	123

3.2.3.4 Rendimento da extração .....	124
<b>3.2.4 Avaliação da qualidade do óleo da castanha do gurguéia .....</b>	<b>124</b>
<b>3.2.5 Perfil lipídico do óleo da castanha do gurguéia .....</b>	<b>125</b>
3.2.5.1 Perfil de ácidos graxos.....	125
3.2.5.2 Composição do triacilglicerol.....	125
3.2.5.2 Índices de lipídios de saúde .....	125
3.2.5.3 Tocoferóis, fitoesteróis e esqualeno .....	126
<b>3.2.6 Compostos fenólicos totais (CFT) e potencial antioxidante (PA) <i>in vitro</i> .....</b>	<b>127</b>
<b>3.2.7 Comportamento térmico .....</b>	<b>128</b>
<b>3.2.8 Análise estatística.....</b>	<b>128</b>
3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	129
<b>3.3.1 Extração do óleo da castanha do gurguéia.....</b>	<b>129</b>
3.3.1.1 Rendimento da extração ( <i>Ye</i> ) .....	129
<b>3.3.1.2 Cinética da ESC .....</b>	<b>130</b>
<b>3.3.2 Parâmetros de qualidade do óleo da castanha do gurguéia .....</b>	<b>131</b>
<b>3.3.3 Ácidos graxos, fitoesteróis, tocoferóis, esqualeno e triacilgliceróis da castanha do gurguéia .....</b>	<b>133</b>
<b>3.3.4 Compostos fenólicos totais (CFT), potencial antioxidante (PA) e inibição da peroxidação lipídica (IPL) de óleos de castanha do gurguéia .....</b>	<b>137</b>
<b>3.3.5 Comportamento térmico e teor de gordura sólida dos óleos da castanha do gurguéia .....</b>	<b>139</b>
3.4. CONCLUSÕES .....	144
3.5 REFERÊNCIAS .....	145
<b>CAPÍTULO 4: TORTAS DE CASTANHA DO GURGUÉIA (<i>Dipteryx lacunifera</i> Ducke) COMO NOVA FONTE PARA OBTENÇÃO DE FARINHA E EXTRATOS RICOS EM COMPOSTOS BIOATIVOS UTILIZANDO TECNOLOGIAS LIMPAS.....</b>	<b>149</b>
4.1 INTRODUÇÃO.....	151
4.2 MATERIAL E MÉTODOS.....	154
<b>4.2.1 Amostras.....</b>	<b>154</b>
<b>4.2.2 Composição nutricional das tortas.....</b>	<b>155</b>
<b>4.2.2 Análises de carboidratos e ácidos orgânicos nas tortas .....</b>	<b>156</b>
4.2.2.1 Carboidratos individuais.....	156

4.2.2.2 Ácidos orgânicos .....	156
<b>4.2.3 Compostos fenólicos das tortas.....</b>	<b>157</b>
<b>4.2.4 Propriedades funcionais da castanha do gurguéia e das tortas .....</b>	<b>157</b>
4.2.4.1 Turbidez das dispersões.....	157
4.2.4.2 Capacidade de retenção de água ou óleo .....	158
4.2.4.3 Atividade e estabilidade da emulsão .....	158
4.2.4.4 Propriedades de espuma .....	159
4.2.4.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	159
<b>4.2.4 Abordagem sequencial para obtenção de extratos .....</b>	<b>160</b>
4.2.4.1 Extração por Soxhlet .....	160
4.2.4.2 Extração com líquido pressurizado (ELP).....	160
4.2.4.3 Extração assistida por micro-ondas (EAM).....	161
4.2.4.4 Remoção de solventes de extratos .....	162
4.2.4.5 Rendimento da extração .....	162
<b>4.2.5 Análise dos extratos.....</b>	<b>162</b>
4.2.5.1 Fitoquímicos .....	163
4.2.5.2 Potencial antioxidante in vitro .....	164
<b>4.2.6 Análise estatística.....</b>	<b>165</b>
4.3 RESULTADOS .....	166
<b>4.3.1 Composição nutricional de tortas .....</b>	<b>166</b>
<b>4.3.2 Compostos fenólicos de castanha do gurguéia e das tortas .....</b>	<b>167</b>
<b>4.3.3 Propriedades funcionais das tortas de castanha do gurguéia .....</b>	<b>168</b>
<b>4.3.4 Micrografia estrutural das tortas de castanha do gurguéia .....</b>	<b>171</b>
<b>4.3.2 Extratos de torta de castanha do gurguéia obtidos por métodos limpos.....</b>	<b>173</b>
4.3.2.1 Cinética das extrações .....	173
4.3.2.2 Rendimento da extração .....	175
4.3.2.3 Fitoquímicos e potencial antioxidante .....	176
4.4 CONCLUSÕES .....	183
4.5 REFERÊNCIAS .....	184
<b>CONSIDERAÇÕES FINAIS.....</b>	<b>191</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>192</b>

## INTRODUÇÃO

As castanhas e nozes são alimentos populares em todo o mundo e geralmente consumidas como lanches, torradas, carameladas ou salgadas (CHANG *et al.*, 2016). Os órgãos internacionais de saúde e nutrição recomendam a inclusão de castanhas e nozes em dietas saudáveis, pois o seu consumo tem sido associado a benefícios para a saúde e prevenção de doenças. O mecanismo para esses efeitos na saúde está provavelmente relacionado à ação de diferentes compostos bioativos, que podem influenciar favoravelmente a fisiologia humana (CHANG *et al.*, 2016; LIU, 2004). As castanhas e nozes são ricas em ácidos graxos insaturados (ácido oleico e linoléico); proteínas; fibras; vitaminas (ácido fólico, niacina, vitamina B6) e minerais (cálcio, magnésio e potássio), e apresentam baixo teor de ácidos graxos saturados. Além disto, estes alimentos contêm outros lipídios bioativos (fitoesteróis, tocoferóis e tocotrienóis) e compostos fenólicos, como ácidos fenólicos, flavonóides, lignina, taninos hidrolisáveis e proantocianidinas (taninos condensados) (ALASALVAR; BOLLING, 2015; BOLLING *et al.*, 2011; CHANG *et al.*, 2016; SHAHIDI *et al.*, 2019).

Os principais compostos fenólicos encontrados nas castanhas e nozes são flavonoides, ácidos fenólicos e proantocianidinas (CHANG *et al.*, 2016; HILBIG *et al.*, 2018). Os flavan-3-ols são o grupo mais comum de flavonóides na dieta e são considerados ingredientes funcionais, pois exibem efeitos benéficos à saúde por atuarem como antioxidantes, neoprotetores, cardiopreventivos, antimicrobianos, antivirais e anti-cancerígenos (ARON; KENNEDY, 2008). De fato, estudos epidemiológicos sugerem que flavan-3-ols e proantocianidinas podem exercer efeitos protetores contra o câncer (KNAZE *et al.*, 2012; LEI *et al.*, 2016). Benefícios do consumo de castanhas e nozes sobre o controle glicêmico foram relatados (LEE *et al.*, 2014; MAH *et al.*, 2017; OREM *et al.*, 2013; SAUDER *et al.*, 2015). Evidências baseadas em diferentes estudos mostraram que castanhas e nozes na dieta apresentam um efeito preventivo no desenvolvimento de outras doenças crônicas, incluindo diabetes tipo II, câncer, hipertensão e doenças neurodegenerativas (AFSHIN *et al.*, 2014; GROSSO *et al.*, 2015; KENDALL *et al.*, 2011; KOCHAR; GAZIANO; DJOUSSÉ, 2010; LUO *et al.*, 2014).

De acordo com o *International Nut & Dried Fruits* (2021/2022), as amêndoas e nozes contribuíram com 32% e 19% da produção global, respectivamente, seguidas por castanha de caju (17%), pistache (15%) e avelã (11%). Noz pecã, macadâmia e castanha do Brasil representaram os 6% restantes (INC, 2022). No Brasil as castanhas mais produzidas são a castanha de caju e a castanha do Brasil, macadâmia e a noz pecã (EMBRAPA, 2022).



Apesar de o Brasil possuir uma grande biodiversidade, muitas castanhas ainda não são comercializadas e permanecem desconhecidas da maioria da população. Entre as castanhas não convencionais que possuem potencial para exploração e comercialização está a castanha do gurguéia (*Dipteryx lacunifera* Ducke). Esta espécie se distribui pela região do Nordeste do Brasil, principalmente nos Cerrados do sul e centro sul do Piauí e Maranhão onde é muito apreciada e consumida pela população local (RIBEIRO; SOUZA; LOPES, 2012).

O Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) apresentou o mapeamento da supressão de vegetação nativa no bioma Cerrado em dezembro de 2022 e reportou um desmatamento de 10.688,73 km<sup>2</sup> no período de agosto de 2021 a julho de 2022. Houve um aumento da área com supressão de vegetação nativa de 25,29% em relação ao valor apurado em 2021 de 8.531,44 km<sup>2</sup> para o bioma Cerrado (MCTI, 2022). Portanto, o plantio de frutíferas do Cerrado, como a castanha do gurguéia, além de recuperar áreas desmatadas, pode representar fonte de alimento para a população e fauna, abrigo para os animais nativos da região e a proteção de nascentes e margens dos rios. Além disto, representam uma oportunidade para que os produtores locais tenham acesso a mercados especializados, onde consumidores procuram produtos diferenciados e com características únicas, aliada a qualidade e segurança alimentar e a conservação e respeito ao meio ambiente (SILVA *et al.*, 2019).

A castanha do gurguéia é consumida pela população local na forma torrada e na produção de doces e confeitaria. Entretanto, ainda é muito pouco conhecida no Brasil, sendo comercializada apenas em feiras livres nas regiões onde é cultivada (VIEIRA *et al.*, 2007). Não existem dados de produção desta matéria-prima e na literatura há poucos estudos sobre essa espécie. A realização de estudos que contribuam para o aumento do conhecimento científico sobre esta espécie pode contribuir para a sua valorização, estimulando o uso sustentável para essa matéria-prima, visando o crescimento econômico, consumo e produção responsável, e combatendo de alterações climáticas.

Os óleos obtidos de castanhas e nozes são considerados como *gourmet* e são valorizados na alta gastronomia e como ingrediente de cosméticos. A extração deste tipo de óleo pode ser realizada através da prensagem hidráulica ou mecânica (CHENG; DIEN; SINGH, 2019). Contudo, estes métodos não permitem a extração de todo óleo presente na matéria-prima. Solventes orgânicos, como o hexano podem ser utilizados para a recuperação do óleo residual na torta de prensagem. Entretanto, o hexano é altamente inflamável, tóxico e responsável pela emissão de compostos orgânicos voláteis. As preocupações com o meio ambiente, segurança e saúde dos trabalhadores e consumidores promoveram a necessidade da substituição do processo

de extração com solventes orgânicos por outros mais seguros, rentáveis e ecologicamente corretos (ZHUANG *et al.*, 2018).

Processos de extração sustentáveis com o aproveitamento integral da matéria-prima e baixo impacto ambiental podem ser realizados através da combinação com técnicas analíticas de alta resolução obtendo produtos e coprodutos de alta qualidade, pois essas técnicas além de serem sustentáveis destaca-se por apresentar metabólitos de interesse no produto. A extração com fluido supercrítico utilizando CO<sub>2</sub> (ESC-CO<sub>2</sub>) apresenta alto rendimento possibilitando a obtenção de frações ricas em compostos bioativos como ácidos graxos poli-insaturados, fitoesteróis e tocoferóis de matérias primas como em nozes (DE ZORDI *et al.*, 2017; MARTÍNEZ; MATTEA; MAESTRI, 2008; SALGIN; SALGIN, 2006) e noz pecã (SALVADOR *et al.*, 2016). Estudos que empregam a ESC para a recuperação total e obtenção de óleo de elevada qualidade a partir da torta proveniente da prensagem para obtenção de óleo de castanha do Brasil (VASQUEZ *et al.*, 2021), avelã (JOKIC *et al.*, 2016), noz pecã (SALVADOR *et al.*, 2016) e nozes (BARDEAU *et al.*, 2015) foram reportados na literatura. Além disto as tortas de castanhas e nozes podem ser utilizadas para a obtenção de extratos ricos em compostos bioativos, através da extração com líquidos pressurizados ou extração assistida por micro-ondas. Estas técnicas permitem a preservação de compostos bioativos através de processos de extração limpos, que apresentam a vantagem de serem sustentáveis e preservarem os compostos bioativos das matérias-primas vegetais (MARTÍNEZ; MATTEA; MAESTRI, 2008; TEIXEIRA *et al.*, 2021).

Para a realização do presente trabalho, realizou-se uma busca de publicações sobre a castanha do gurguéia, nas bases de dados do *Science Direct*, *Web of Science*, *Springer*, *Google Scholar* e no Catálogo de dissertações e teses da CAPES utilizando-se as palavras-chave a seguir: *castanha do gurguéia* e/ou *gurguéia nut* (*Dipteryx lacunifera* Ducke). Até o momento, dados sobre o perfil químico, extração do óleo com fluidos supercríticos, compostos bioativos, e potencial antioxidante da castanha do gurguéia e os seus coprodutos são escassos na literatura. Portanto, acredita-se que este estudo irá apresentar as potencialidades para o aproveitamento total e sustentável da castanha do gurguéia através da extração combinada de diferentes tecnologias, como extração com fluidos supercríticos, líquidos pressurizados e micro-ondas. O uso destas tecnologias limpas deve permitir também a preservação das suas propriedades nutricionais e dos compostos bioativos nos produtos obtidos.

## OBJETIVOS

### OBJETIVO GERAL

Determinar o perfil químico da castanha do gurguéia (*Dipteryx lacunifera*) e obter óleo, torta e extratos da torta por meio de tecnologias limpas com o aproveitamento máximo desta matéria-prima.

### Objetivos específicos

- Determinar a composição nutricional e o perfil de carboidratos individuais, ácidos orgânicos e compostos fenólicos da castanha do gurguéia *in natura*.
- Realizar uma simulação do processo de digestão gastrointestinal *in vitro* da castanha do gurguéia *in natura* e torrada determinando perfil de compostos fenólicos e o seu potencial antioxidante através dos métodos de captura do radical ABTS (2,2'-azinobis(3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico)), capacidade redutora total (CRT), capacidade antioxidante redutor do cobre (CUPRAC), potencial antioxidante redutor férrico (FRAP), captura do radical DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazil) e inibição da peroxidação lipídica (IPL) nas frações obtidas nas fases oral, gástrica e intestinal.
- Obter óleo de castanha do gurguéia (OG1) através da extração por prensagem hidráulica (PH), e o óleo residual da torta resultante (T1) por CO<sub>2</sub> supercrítico (ESC-CO<sub>2</sub>) (OG2) e Soxhlet com hexano (SOX) (OG3).
- Determinar os rendimentos e recuperação do óleo obtido por PH (OG1) e dos óleos obtidos da torta de prensagem (T1) utilizando ESC-CO<sub>2</sub> (OG2) e SOXH (OG3).
- Nos óleos de castanha do gurguéia, determinar as características de qualidade (índice de acidez, índice de peróxido, índice de *p*-anisidina, ponto de fumaça, índice estabilidade oxidativa (*Oxidative Stability Index* - OSI) por Rancimat.
- Determinar o perfil lipídico dos óleos de castanha do gurguéia (composição em ácidos graxos, composição em triacilgliceróis, fitoesteróis, tocoferóis e esqualeno).
- Determinar a composição nutricional, carboidratos individuais, ácidos orgânicos e fenólicos individuais das tortas obtidas por PH (T1), por ESC-CO<sub>2</sub> (T2) e por SOX (T3).

- Para as tortas desengorduradas T2 e T3 obter extratos utilizando os métodos de Soxhlet com etanol (SOX), extração com líquido pressurizado (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM) utilizando etanol e água.
- Determinar os rendimentos dos extratos obtidos por SOX, EAM e ELP.
- Determinar nos extratos obtidos das tortas de castanha do gurguéia após as extrações SOX, EAM e ELP o teor de compostos fenólicos totais por Folin Ciocalteu, compostos fenólicos hidrofílicos por Azul da Prússia, flavonoides totais, flavonóis, *orto*-difenois e taninos condensados.
- Avaliar o potencial antioxidante dos extratos obtidos das tortas de castanha do gurguéia obtidos por SOX, EAM e ELP através dos métodos ABTS, CRT, CUPRAC, FRAP, DPPH e IPL.
- Caracterizar as tortas (T1, T2 e T3) em relação a à turbidez das dispersões, capacidade de retenção de água e óleo, atividade e estabilidade de emulsão, atividade e estabilidade de espuma.
- Avaliar as características morfológicas das tortas T1, T2 e T3 por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

## CAPÍTULO 1: REVISÃO BIBLOGRAFICA

Esse capítulo foi baseado nos artigos de revisão publicados intitulados:

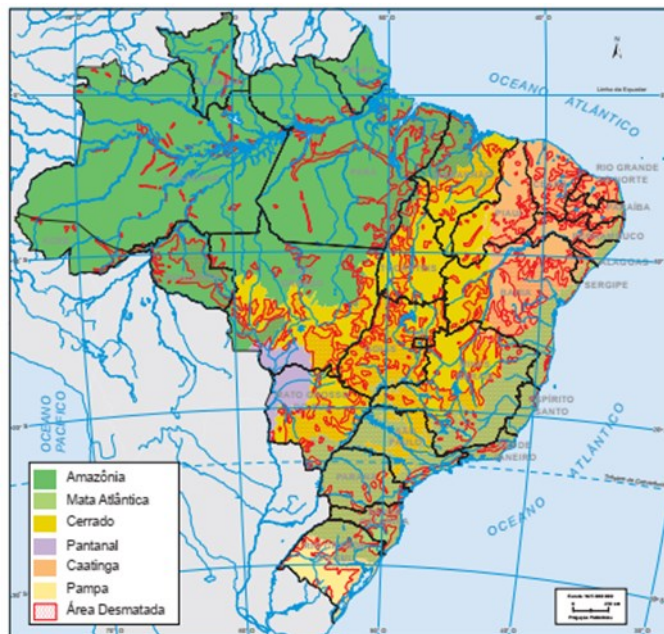
*“Non-conventional nuts: An overview of reported composition and bioactivity and new approaches for its consumption and valorization of co-products”* publicado na revista *Future Foods* (<https://doi.org/10.1016/j.fufo.2021.100099>)

*“Nuts and Nut-Based Products: A Meta-Analysis from Intake Health Benefits and Functional Characteristics from Recovered Constituents”* publicado na revista *Food Reviews International* (<https://doi.org/10.1080/87559129.2022.2045495>)

## 1.1 CARACTERÍSTICAS BOTÂNICAS DA CASTANHA DO GURGUÉIA

No Cerrado, que é considerado o segundo maior bioma do Brasil (Figura 1.1), existem muitas espécies de frutas e castanhas que apresentam potencial nutricional e econômico. A castanha do gurguéia (*Dipteryx lacunifera* Ducke) é pouco conhecida pela maioria da população brasileira, mas muito consumida e processada localmente nos Cerrados do Sul e Centro sul do Piauí e Maranhão. Nesta região do nordeste a castanha do gurguéia é muito apreciada e explorada de forma extrativista pelas populações locais (RIBEIRO; SOUZA; LOPES, 2012; SILVA JUNIOR *et al.*, 2019).

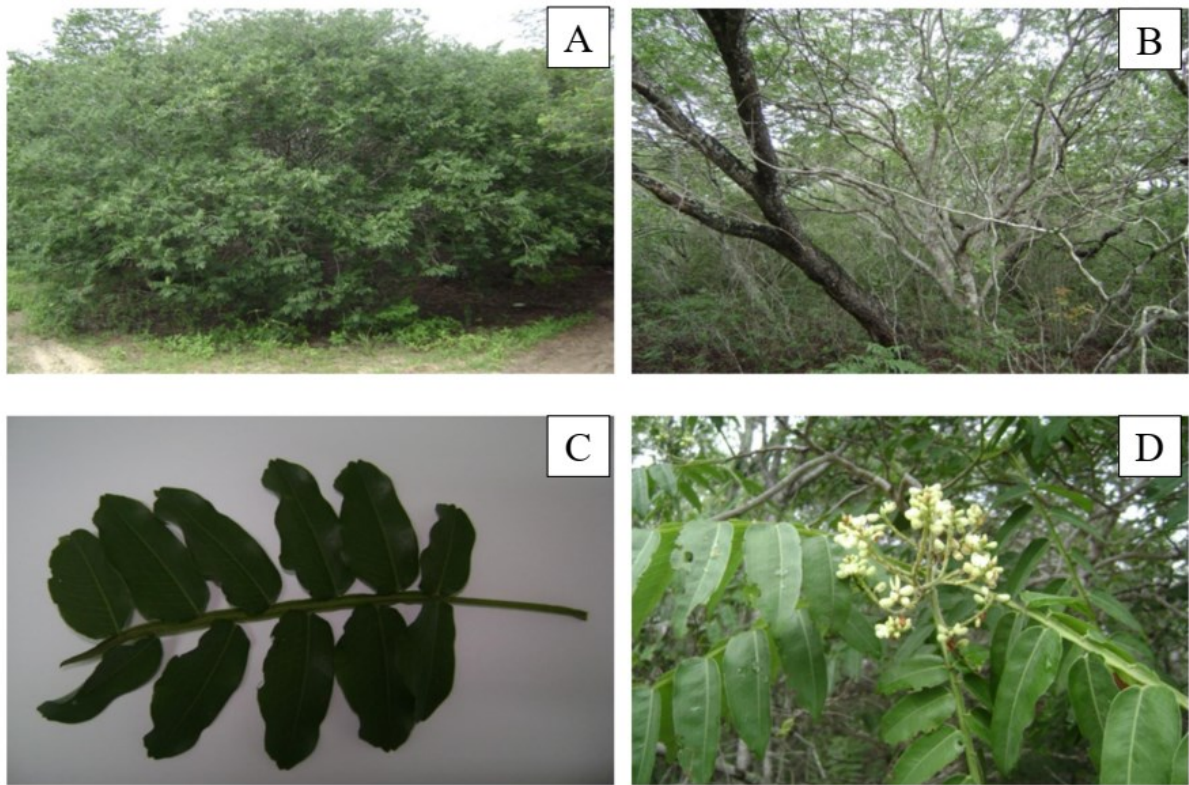
Figura 1.1 – Mapa do Brasil indicando seus biomas.



Fonte: IBGE, 2019.

A castanha do gurguéia faz parte do gênero *Dipteryx*, pertencente à família Leguminosae-Papilionoideae e é conhecida popularmente como fava de morcego, garampara e castanha de burro. A árvore da gurguéia (Figura 1.2), dependendo do genótipo, pode apresentar uma altura de 2 a 13 m e com diâmetro da copa de 2 a 3 m e pode frutificar precocemente aos 4 anos, em matas de terras firmes e planas (NETO *et al.*, 2011; RIBEIRO; SOUZA; LOPES, 2012a).

Figura 1.2 – Árvore da castanha do gurguéia (A e B), folhas (C) e flores (D).



Fonte: Cavalcante *et al.* (2015).

O fruto da árvore da gurguéia, é uma cápsula lenhosa, unilocular, de cor marrom claro bastante resistente (Figura 1.3 A), no seu interior contém uma amêndoa ou castanha comestível de coloração marrom escura (Figura 1.3 B) (CARVALHO *et al.*, 2008). A colheita dos frutos inicia em junho e termina em setembro que é o mês de maior produção. Os frutos apresentam em média massa de 14,6 g, comprimento de 37,5 mm, largura de 33,1 mm, e espessura de 21,9 mm. As castanhas, apresentam em média massa de 0,9 g; comprimento de 23,4 mm; largura de 13,5 mm; e espessura de 4,8 mm (RIBEIRO; SOUZA; LOPES, 2012). Fatores ambientais, local de cultivo, solo, genótipo podem influenciar nas características biométricas do fruto e na sua composição nutricional.

Figura 1.3 – Parte externa (A), face longitudinal (B) da castanha do gurguéia.



Fonte: Cavalcante *et al.* (2015).

A castanha do gurguéia é consumida pela população local na forma torrada e na produção de pães e doces. Como é comercializada apenas em feiras livres nas regiões brasileiras onde é cultivada é pouco conhecida (VIEIRA *et al.*, 2007). Apesar da castanha do gurguéia apresentar potencial para ser comercialmente explorada trazendo benefícios ambientais e econômicos para a região do Cerrado brasileiro, faltam estudos de caracterização e formas de uso, bem como formas de manejo que permitam a produção em escala comercial. Também não foram encontrados dados sobre a produção da castanha do gurguéia.

## 1.2 COMPOSIÇÃO NUTRICIONAL DA CASTANHA DO GURGUÉIA

A composição nutricional e de minerais da castanha do gurguéia reportadas na literatura podem ser observados na Tabela 1.1.

A castanha do gurguéia se destaca pelos teores de lipídios (de 41 a 45,6 g 100 g<sup>-1</sup>), carboidratos (de 34 a 36 g 100 g<sup>-1</sup>) e proteínas (de 13 a 15 g 100 g<sup>-1</sup>). Entre os minerais, a castanha do gurguéia é rica em K, com um teor próximo aos reportados para o amendoim (584,20 mg 100 g<sup>-1</sup>) (JONNALA; DUNFORD; CHENAULT, 2006), avelã (761 mg 100 g<sup>-1</sup>) (ALASALVAR *et al.*, 2003) baru (827 mg 100 g<sup>-1</sup>) (TAKEMOTO *et al.*, 2001), e pistache (689 mg 100 g<sup>-1</sup>) (KÜÇÜKÖNER; YURT, 2003).



Tabela 1.1 – Composição nutricional em base úmida da castanha do gurguéia obtida em diferentes estudos.

Componente (g 100 g <sup>-1</sup> )	Castanha do gurguéia			Casca da gurguéia
	Ribeiro, Souza e Lopes (2012)	Carvalho <i>et al.</i> (2008)	Queiroga-Neto <i>et al.</i> (2009)	Ribeiro, Souza e Lopes (2012)
Umidade	-	5,30	8,30	-
Cinzas	2,71	2,50	2,31	50,80
Proteína	15,43	14,12	13,32	3,60
Lipídios totais	45,60	41,90	41,90	3,20
Fibra bruta	4,71	6,12	-	42,50
Carboidratos totais	34,33	36,23	34,40	-
Energia (kcal 100 g <sup>-1</sup> )	552,71	578,51	567,90	484,00

Minerais (mg 100 g <sup>-1</sup> )	Castanha do gurguéia
K	939,42 / 548,44
P	361,17 / 53,33
Mg	171,86 / 31,37
Ca	152,39 / 124,21
Mn	9,47 / 5,64
Fe	4,92 / 17,37
Zn	3,82 / 0,73
Cu	1,24 / 0,63

-: não avaliado.

Estudos mostram que o consumo de castanhas nozes fornece níveis mais elevados de energia, ácidos graxos mono e poli-insaturados, fibra alimentar, vitamina E, fitoesteróis, potássio, cobre e magnésio. Também indica menor consumo de carboidratos, colesterol e sódio quando comparado aos consumidores sem castanhas em suas dietas (NEIL; NICKLAS; III, 2015). Dessa forma, as castanhas e nozes são consideradas ótimos alimentos a serem incluídos em uma dieta saudável.

### 1.2.1 Perfil lipídico de castanhas

A alta concentração de ácidos monoinsaturados, principalmente ácido oleico (C18: 1), confere maior estabilidade oxidativa aos óleos obtidos das castanhas e nozes quando comparados aos óleos vegetais ricos em ácidos graxos poli-insaturados. Os tocoferóis e fitoesteróis presentes nessas matérias-primas também apresentam potencial antioxidante (MATTHÄUS, 2006).

O perfil de ácidos graxos da castanha do gurguéia pode ser observado na Tabela 1.2. A composição em ácidos graxos reportada apresenta variações que são atribuídas ao local de ocorrência, condições climáticas, composição do solo, utilização de fertilizantes, e métodos analíticos utilizados (VENKATACHALAN; SATHE, 2006).

Tabela 1.2 – Perfil em ácidos graxos da castanha do gurguéia em diferentes estudos.

Ácido graxo (%)	Silva-Araújo, Moura e Chaves (2010)	Neto, Bora, Queiroga (2009)	Vieira <i>et al.</i> (2007)	Mendes e Silveira (1994)
Cáprico (C10:0)	-	-	-	0,80
Láurico (C12:0)	-	-	-	1,20
Palmítico (C16:0)	8,60	10,30	14,30	20,00
Esteárico (C18:0)	3,70	5,40	4,60	7,30
Oleico (C18:1)	64,70	65,10	75,80	36,10
Linoleico (C18:2)	1,60	14,10	1,80	14,40
Linolênico (C18:3)	3,00	0,30	-	3,00
Araquídico (C20:0)	1,20	3,40	-	8,70
Gadoleico (C20:1)	3,50	-	-	-
Behênico (C22:0)	10,40	0,90	-	4,20
Erúcico (C22:1)	0,80	-	-	1,40
Lignocérico (C24:0)	6,90	0,60	3,51	1,30
∑ Saturados	30,80	21,20	18,90	43,50
∑ Monoinsaturado	69,02	65,10	75,80	37,50
∑ Poli-insaturados	1,60	14,40	1,80	17,40

-: não apresentado no estudo.

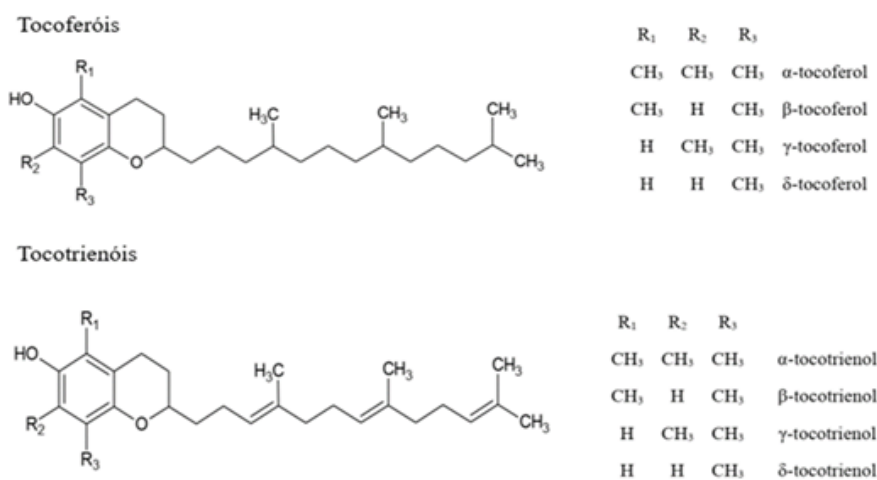
Os ácidos graxos predominantes na castanha do gurguéia são o oleico (36 a 75%) e o palmítico (8 a 20%). São encontrados em concentrações menores os ácidos graxos: esteárico (3 a 7%), linoleico (1 a 14%), behênico (1 a 10%), araquidônico (1 a 8%), lignocérico (1 a 7%), gadoleico (0 a 3,5%), linolênico (0 a 3%), láurico (0 a 1%), erúcico (0 a 1%) e cáprico (0 a 0,8%). Alimentos ricos em ácidos graxos mono e poli-insaturados, como castanhas e nozes, apresentam benefícios à saúde, uma vez que os mesmos contribuem para a redução das frações de lipoproteína de baixa densidade (LDL) e de muito baixa densidade (VLDL), responsáveis, em parte, pelo aumento do colesterol sérico (DAMASCENO *et al.*, 2013). Além disso, devido a sua composição lipídica, o consumo de nozes e castanhas também está associado à prevenção de doenças como aterosclerose, diabetes tipo II, doenças cardiovasculares e obesidade (DAMASCENO *et al.*, 2011, 2013; MORGAN; CLAYSHULTE, 2000; O'NEIL; FULGONI; NICKLAS, 2015; VENKATACHALAN; SATHE, 2006). Assim, reforça-se a importância de estudos sobre nozes e castanhas comestíveis com perfil adequado de ácidos graxos, que

apresentem efeitos positivos sobre a nutrição e saúde humana (FREITAS; NAVES, 2010; JENKINS *et al.*, 2008).

É evidente que a escolha dos alimentos inseridos em uma dieta são um fator crucial em relação à saúde e, em especial, para a prevenção de doenças. Deve-se ressaltar, entretanto, que existe um consumo excessivo carboidratos, gorduras saturadas, ácidos graxos *trans* e um grande desequilíbrio na relação de ácidos graxos  $\omega$ -6 e  $\omega$ -3 na dieta (AUSTIN *et al.*, 2021). Os ácidos graxos essenciais, assim como vitaminas e minerais, são fundamentais em uma dieta saudável, porém, o consumo excessivo de qualquer tipo de gordura e/ou óleo, incluindo ácidos graxos mono e poli-insaturados, pode trazer efeitos negativos à saúde (ATANASOV *et al.*, 2018). O consumo de lipídios quando realizado de forma adequada promove efeitos desejáveis no organismo.

Os tocoferóis, amplamente encontrados em tecidos vegetais, fazem parte do grupo da vitamina E, e apresentam atividade antioxidante. São derivados de um anel de 6-cromanol e denominados tocoferóis quando apresentam uma cadeia lateral saturada e tocotrienóis, têm uma cadeia lateral saturada com a cadeia lateral contendo três ligações duplas nas posições 3', 7' e 11' (Figura 1.4) (SHAHIDI; ZHONG, 2010). Dentro de cada classe os compostos diferem somente na quantidade e na posição de grupos metil (-CH<sub>3</sub>) na estrutura anelar. Conforme a localização do grupo metila no anel, os tocoferóis são designados como  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ - e  $\delta$ -tocoferol, e os tocotrienóis, como  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ - e  $\delta$ -tocotrienóis (ADHIKARI *et al.*, 2008; SHAHIDI; ZHONG, 2010).

Figura 1.4 – Estruturas químicas dos tocoferóis e tocotrienóis.



Fonte: Adaptado de Shahidi e Zhong (2005).

Os tocoferóis e tocotrienóis são encontrados em grãos integrais, sementes, nozes, óleos vegetais, folhas verdes, carne, peixes, leite e ovos. Os tocoferóis estão presentes em sementes oleaginosas e óleos vegetais, enquanto os tocotrienóis estão principalmente em frações de germe e farelo de certas sementes e cereais e em óleo de palma (SEPPANEN *et al.*, 2010). Estudos demonstraram que nas castanhas mais consumidas mundial apresentam na sua composição tocoferóis (Tabela 1.3), tendo variações de acordo com as espécies apresentadas, contudo, o  $\gamma$ -tocoferol foi o predominante nas castanhas apresentadas, com exceção da amêndoa, avelã e a macadâmia que apresentam o  $\alpha$ -tocoferol como o predominante. Não existem dados na literatura sobre a composição de tocoferóis em óleo de castanha do gurguéia.

Tabela 1.3 – Composição em tocoferóis das castanhas e nozes mais consumidas mundialmente.

<b>Castanhas e nozes</b>	<b><math>\alpha</math>-Tocoferol (<math>\mu\text{g g}^{-1}</math>)</b>	<b><math>\beta</math>-Tocoferol (<math>\mu\text{g g}^{-1}</math>)</b>	<b><math>\gamma</math>-Tocoferol (<math>\mu\text{g g}^{-1}</math>)</b>	<b><math>\delta</math>-Tocoferol (<math>\mu\text{g g}^{-1}</math>)</b>	<b>Total (<math>\mu\text{g g}^{-1}</math>)</b>
Amêndoa <sup>a</sup>	439,50	-	12,50	-	452,00
Nozes <sup>a</sup>	20,60	-	300,50	-	321,10
Castanha de caju <sup>b</sup>	78,40	1329,80	300,30	6,30	1714,80
Pistache <sup>a</sup>	15,60	-	275,40	-	291,00
Avelã <sup>a</sup>	310,10	-	61,20	-	371,30
Noz pecã <sup>c</sup>	1,70	-	26,80	-	28,70
Macadâmia <sup>a</sup>	122,30	-	-	-	122,30
Castanha do Brasil <sup>d</sup>	72,50	-	74,40	5,90	152,80

<sup>a</sup> USDA (2018); Yang (2009).

<sup>b</sup> Chandrasekara and Shahidi (2011); Islam *et al.* (2017).

<sup>c</sup> Polmann *et al.* (2019); Prado *et al.* (2013).

<sup>d</sup> Cardoso, Duarte, Reis, and Cozzolino (2017).

Os tocoferóis e tocotrienóis são absorvidos do trato gastrointestinal e são transportados através de quilomicrons e HDL (Lipoproteína de alta densidade) para o fígado, o  $\alpha$ -tocoferol é secretado preferencialmente dentro de VLDL e HDL na corrente sanguínea para distribuição no corpo. Como resultado, o  $\alpha$ -tocoferol é a forma de vitamina E encontrada nas concentrações mais elevadas em tecidos humanos, seguida de  $\gamma$ -tocoferol em menores concentração, enquanto que os tocotrienóis geralmente não são detectados, ou estão em níveis muito baixos, nos tecidos (AZZI, 2018, 2019). Desta forma, apenas o  $\alpha$ -tocoferol tem sido utilizado com sucesso na prevenção/tratamento das doenças associadas à deficiência de vitamina E e, portanto, apenas o  $\alpha$ -tocoferol pode ser chamado de vitamina E. Para os outros tocoferóis, a designação de vitamina E está incorreto (AZZI, 2018).

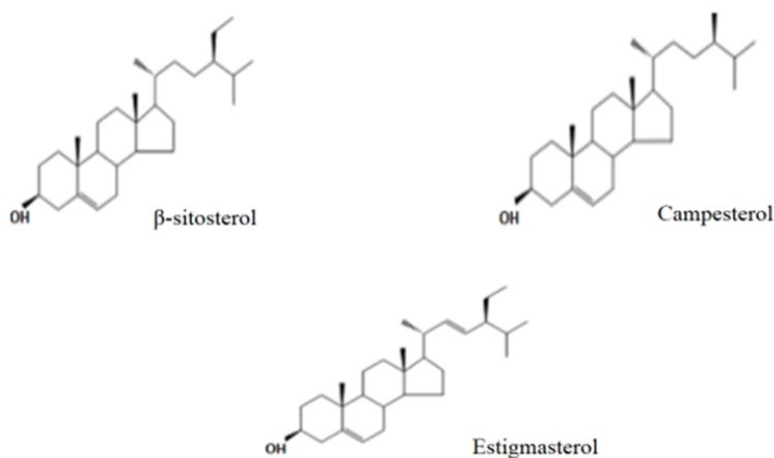
Os tocoferóis apresentam potencial antioxidante devido à sua capacidade de doar hidrogênio para radicais livres e retardar o processo de peroxidação lipídica, contribuindo para a estabilização das membranas celulares. Os tocoferóis também influenciam nas respostas celulares ao estresse oxidativo, modulando as vias de transdução de sinal (SAINI; KEUM, 2016; SALDEEN; SALDEEN, 2005). O cromanol representa a parte antioxidante ativa da vitamina E e a função da cadeia lateral é melhorar a solubilidade da vitamina E em meio lipídico (AZZI, 2018). O  $\alpha$ -tocoferol é a forma responsável pela maior atividade da vitamina E, estando associado a efeitos benéficos no sistema biológico, como a prevenção de diversas doenças, incluindo aterosclerose e doenças no fígado (AZZI, 2019).

A atividade de vitamina E dos tocoferóis é na ordem de  $\alpha$ - >  $\beta$ - >  $\gamma$ - >  $\delta$ -tocoferol com a atividade total normalmente expressa em  $\alpha$ -tocoferol equivalente. No entanto, o potencial antioxidante dos tocoferóis decresce do composto  $\delta$  para o  $\alpha$ -tocoferol, assim, o  $\delta$ -tocoferol é o mais efetivo antioxidante, o  $\beta$  e  $\gamma$ -tocoferol têm atividade intermediária e o  $\alpha$ -tocoferol apresenta a mais baixo potencial antioxidante (SALDEEN; SALDEEN, 2005).

Estudos já revelaram que tocoferóis e tocotrienóis apresentam potencial terapêutico, principalmente na prevenção de doenças cardiovasculares, doenças neurodegenerativas e câncer de mama (KHANNA *et al.*, 2006; PRASAD, 2011; SHAH; SYLVESTER, 2016).

Além dos tocoferóis, as castanhas são ricas em fitoesteróis, triterpenos que são componentes estruturais importantes das membranas das plantas. Os fitoesteróis livres servem para estabilizar as bicamadas de fosfolípidos nas membranas celulares da planta, assim como o colesterol faz nas membranas celulares animais. As membranas das plantas contêm vários tipos de fitosteróis que são semelhantes em estrutura ao colesterol, mas diferem nas cadeias laterais e na saturação da estrutura do anel (FERNANDES; CABRAL, 2007).

A maioria dos fitosteróis contém 28 ou 29 carbonos e uma ou duas ligações duplas no núcleo de esterol e/ou na cadeia lateral de alquilo. Os fitoesteróis podem ser convertidos em fitostanóis por hidrogenação química. Os fitostanóis são um subgrupo totalmente saturado de fitoesteróis. Os fitostanóis ocorrem em concentrações baixas em muitas espécies de plantas e ocorrem em níveis mais elevados apenas em algumas espécies de cereais (centeio, milho e trigo) (MOREAU *et al.*, 2018). Mais de 200 tipos diferentes de fitoesteróis foram relatados em espécies de plantas, sendo que os mais comuns na dieta humana são  $\beta$ -sitosterol, campesterol e estigmasterol (Figura 1.5) (BACCHETTI *et al.*, 2011).

Figura 1.5 – Estrutura química do  $\beta$ -sitosterol, campesterol e estigmasterol.

Fonte: Adaptado de Bacchetti *et al.* (2011).

As fontes mais ricas de fitoesteróis são as castanhas, nozes, sementes, óleos vegetais, cereais e leguminosas (BACCETTI *et al.*, 2011; SHAHZAD *et al.*, 2017). As castanhas mais consumidas mundialmente contêm teores consideráveis de fitoesteróis, sendo o  $\beta$ -sitosterol o componente principal, presente em concentração maior (Tabela 1.4). Não foram encontrados dados sobre a composição de fitoesteróis para a castanha do gurguéia.

Tabela 1.4 - Composição em fitoesteróis das castanhas e nozes mais consumidas mundialmente.

Castanhas e nozes	Brassicasterol (mg 100 g <sup>-1</sup> )	$\beta$ -Sitosterol (mg 100 g <sup>-1</sup> )	Campesterol (mg 100 g <sup>-1</sup> )	Stigmasterol (mg 100 g <sup>-1</sup> )	Sitostanol (mg 100 g <sup>-1</sup> )	Total (mg 100 g <sup>-1</sup> )
Amêndoa <sup>a</sup>	-	207,20	5,50	5,20	-	217,80
Nozes <sup>a</sup>	-	113,00	5,10	5,60	-	123,60
Castanha de caju <sup>b</sup>	10,10	0,80	-	-	0,90	11,80
Pistache <sup>a</sup>	-	468,60	23,70	66,30	-	558,60
Avelã <sup>a</sup>	-	99,10	6,70	3,80	-	109,60
Noz pecã <sup>c</sup>	-	-	-	-	-	0,20-0,30
Macadâmia <sup>a</sup>	-	150,70	7,30	3,80	-	161,80
Castanha do Brasil <sup>d</sup>	1,50	39,50	4,00	11,30	39,50	95,80

-: não apresentado.

<sup>a</sup> USDA (2018); Yang (2009).

<sup>b</sup> Chandrasekara and Shahidi (2011); Islam *et al.* (2017).

<sup>c</sup> Costa, Ballus, Teixeira-Filho, and Godoy (2010); Prado *et al.* (2013); Santos *et al.* (2013).

<sup>d</sup> Cardoso, Duarte, Reis, and Cozzolino (2017).

Os fitoesteróis são conhecidos pelo efeito de redução do colesterol no sangue por inibição parcial da absorção intestinal de colesterol LDL (MOREAU; WHITAKER; HICKS, 2002). O mecanismo de ação responsável pelo efeito de redução do colesterol a partir de fitoesteróis deve-se pela redução da absorção do colesterol pela competição entre os fitoesteróis e o colesterol. Como o colesterol, os fitoesteróis também são absorvidos pelas micelas, apresentando maior afinidade por ser mais lipofílico, o que resulta no deslocamento do colesterol do interior das micelas para o lúmen intestinal. Esse colesterol livre, que não foi incorporado no interior das micelas, é excretado através das fezes, resultando na redução da absorção de colesterol nos eritrócitos (SHAHZAD *et al.*, 2017). Comentar sobre absorção dos fitoesteróis que é muito mais baixa que do colesterol. Foi relatado que os fitoesteróis têm a capacidade de reduzir os níveis de colesterol no sangue em indivíduos hiper e normocolesterolêmicos (ABUMWEIS; BARAKE; JONES, 2008; CLIFTON *et al.*, 2004; RIBAS *et al.*, 2017). A ingestão de 2 a 3 g dia<sup>-1</sup> de fitoesteróis pode reduzir os níveis de colesterol da LDL (Lipoproteína de baixa densidade) em cerca de 10% em humanos (CABRAL; KLEIN, 2017; RACETTE *et al.*, 2010).

A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) relatou no Informe Técnico n. 56, de 6 de fevereiro de 2014 que permite a alegação de fitoesteróis na redução da absorção de colesterol, mas orienta que o consumo de produtos que contenham estes componentes deva ser associado a uma alimentação equilibrada e hábitos de vida saudáveis. A porção do produto pronto para consumo deve fornecer no mínimo 0,8 g de fitoesteróis. Recomenda-se o consumo diário de 1 a 3 g de fitoesteróis e não foram observados benefícios adicionais pelo consumo de doses superior a 3 g por dia (BRASIL, 2014).

O esqualeno é um triterpeno armazenado em vegetais e é o precursor de moléculas essenciais como  $\beta$ -sitosterol, campesterol e estigmasterol. Por sua vez, essas moléculas são precursoras de hormônios de crescimento (como, brassinosteroides), estes são importantes para a adaptação da planta à condições de estresse biológico (LOZANO-GRANDE *et al.*, 2018). Nos animais, o esqualeno é um produto intermediário da biossíntese do colesterol. A matéria insaponificável do fígado de animais marinhos representa entre 50 e 80%, dos quais até 79% são esqualeno (LOZANO-GRANDE *et al.*, 2018). Em vegetais, as principais fontes de esqualeno são o amaranto (143380,00 mg 100 g<sup>-1</sup>) (SRIVASTAVA; SREERAMA; DHARMARAJ, 2021), azeite de oliva (de 110 a 839 mg 100 g<sup>-1</sup>) (BELTRÁN *et al.*, 2016). A presença de esqualeno foi indicada em castanhas e nozes, como avelã (18,64 mg 100 g<sup>-1</sup>), macadâmia (18,50 mg 100 g<sup>-1</sup>), nozes (0,94 mg 100 g<sup>-1</sup>) e amêndoa (9,50 mg 100 g<sup>-1</sup>) (LOZANO-GRANDE *et al.*, 2018; MAGUIRE *et al.*, 2004).

Em ensaios *in vitro*, o esqualeno demonstrou reduzir o risco de doenças cardiovasculares e câncer (CHESTER *et al.*, 2017; TARHAN, 2021). Também pode ter um efeito preventivo na hipertensão e na doença coronária e é um potencial agente quimiopreventivo (KOHNO *et al.*, 1995; SMITH, 2000). Estudos *in vivo* demonstraram o efeito cardioprotetor do esqualeno. Farvin *et al.* (2006) testaram o esqualeno na dose de 2% em camundongos por 45 dias, verificando a redução significativamente o colesterol, triglicerídeos e ácidos graxos saturados no plasma e tecidos cardíacos. O esqualeno diminuiu os níveis de colesterol LDL, aumentou o colesterol HDL e preveniu a peroxidação lipídica nos animais. Em outro estudo, o esqualeno (1000 mg kg<sup>-1</sup>) reduziu a leptina, colesterol, triglicerídeos e glicose no plasma sanguíneo de camundongos após 4 semanas. Também foi observado um aumento no peso testicular dos animais (LIU *et al.*, 2009).

Kohno *et al.* (1995) relataram que o esqualeno extingue o oxigênio singlete e previne a peroxidação lipídica devido à exposição à luz UV, protegendo os danos na pele. A atividade hipolipidêmica no sangue e no fígado do esqualeno do amaranto também foi relatada (LOZANO-GRANDE *et al.*, 2018; SHIN *et al.*, 2004). O esqualeno tem sido usado como adjuvante em vacinas e adicionado a uma emulsão lipídica como carreador da droga (GARÇON; VAUGHN; DIDIERLAURENT, 2012; SRIVASTAVA; SREERAMA; DHARMARAJ, 2021).

### **1.2.2 Aminoácidos essenciais da castanha do gurguéia**

A composição de proteínas da castanha do gurguéia varia entre 13 e 15 g 100 g<sup>-1</sup>, como apresentado na Tabela 1.1. A massa molecular destas proteínas fica entre 7,8 a 97,3 kDa, tendo destaque as proteínas mais evidentes com pesos moleculares de 18,0, 39,6, 57,6, 69,2 e 97,3 kDa, e a percentagem do total das proteínas de 15,6, 26,3, 13,5, 21,9 e 11,1% em relação as massa moleculares apresentadas respectivamente (QUEIROGA-NETO *et al.*, 2009).

Os aminoácidos apresentam funções fundamentais para os seres humanos, que estão relacionadas à regeneração de novos tecidos (músculos, órgãos), à regulação da síntese hormonal, aos processos metabólicos, e envolvem fonte de energia, através da manutenção de funções corporais básicas (MOHAMMADI-SARTANG, 2018). Os aminoácidos considerados essenciais são arginina (Arg), histidina (His), isoleucina (Ile), leucina (Leu), lisina (Lys), metionina (Met), fenilalanina (Fen), treonina (Thr), triptofano (Trp) e valina (Val) (FREITAS; NAVES, 2010; KUMAR *et al.*, 2019).



A composição de aminoácidos essenciais da castanha do gurguéia em comparação com a de consumo de aminoácidos da FAO/WHO/UNU (2007), apresentado na Tabela 1.5. A castanha do gurguéia possui uma concentração interessante de aminoácidos essenciais, tendo seu maior teor de leucina (88 g kg<sup>-1</sup> de proteína), seguido pelos aminoácidos aromáticos (62,8 g kg<sup>-1</sup> de proteína). Os aminoácidos não essenciais encontrados na amêndoa da castanha do gurguéia foram glutâmicas (187,1 g kg<sup>-1</sup> de proteína) e ácido aspártico (88 g kg<sup>-1</sup> de proteína) (QUEIROGA-NETO *et al.*, 2009).

Tabela 1.5 – Necessidade de ingestão diária de aminoácidos essenciais por adultos, e a composição em aminoácidos essenciais da castanha do gurguéia.

Aminoácidos Essenciais	mg kg <sup>-1</sup> <sup>1</sup>	mg (kg pc) <sup>-1</sup> d <sup>2</sup>	Gurguéia <sup>5</sup> (g kg <sup>-1</sup> ) <sup>6</sup>
His	15	10	31,50
Ile	30	20	29,60
Leu	59	39	88,70
Lys	45	30	66,80
SAA <sup>3</sup>	22	15	15,30
AAA <sup>4</sup>	38	25	62,80
Thr	23	15	52,00
Trp	6	4	-
Val	26	26	58,20

-: não apresentado pelo estudo.

<sup>1</sup> Necessidade média de nitrogênio de 105 mg de nitrogênio kg<sup>-1</sup> por dia (0,66 g de proteína kg<sup>-1</sup> por dia), para adultos (maiores de 18 anos).

<sup>2</sup> Miligramas por quilogramas de peso corporal por dia, para adultos (maiores de 18 anos).

<sup>3</sup> Metionina + cisteína, aminoácidos sulfurados;

<sup>4</sup> Fenilalanina + tirosina, aminoácidos aromáticos;

<sup>5</sup> Aminoácidos essenciais em grama por grama de proteína da castanha do gurguéia;

<sup>6</sup> Grama por quilograma da parte comestível da castanha do gurguéia.

Fonte: Adaptado de FAO/WHO/UNU (2007); Queiroga-Neto *et al.* (2009).

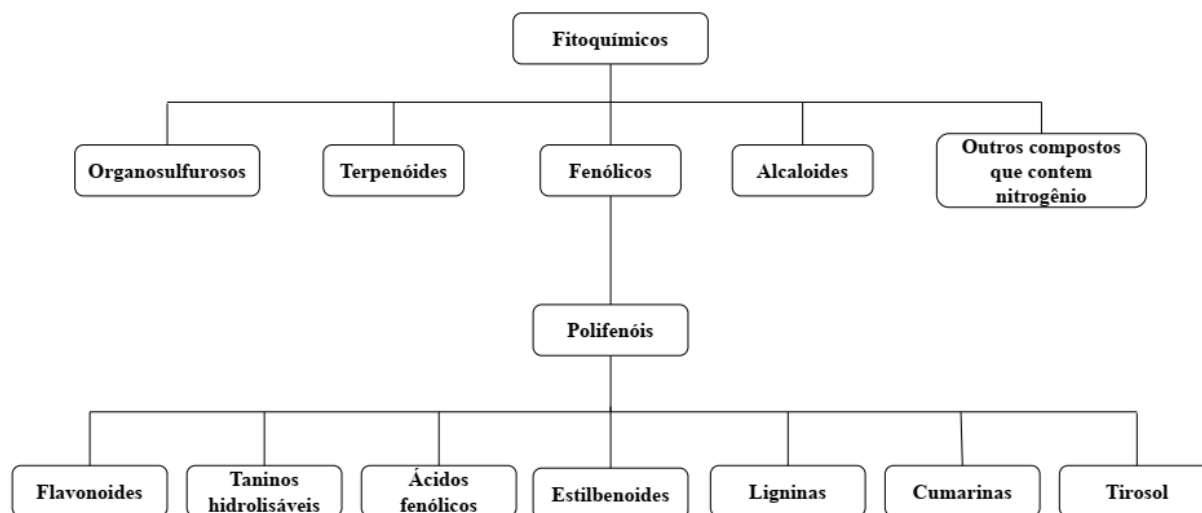
A castanha do gurguéia apresenta a maioria dos aminoácidos essenciais, com exceção do Trp. Entretanto, para atingir os níveis necessários de ingestão diária o indivíduo teria que ingerir uma grande quantidade desta castanha, o que não seria adequado pois esta possui alto teor de lipídios e poderia acarretar problemas em relação ao aumento dos níveis triacilgliceróis no sangue. Dessa forma, deve haver consumo de outros alimentos que são fonte de aminoácidos essenciais, principalmente, os aminoácidos cadeia ramificada (ACR), como Ile, Leu, Val. As melhores fontes são as proteínas de origem animal, no qual os ACR estão presentes em aproximadamente 20% de toda a proteína dietética. Nos seres humanos, os ACR são fundamentais na síntese das proteínas musculares, presentes em cerca de 35% da composição de aminoácidos essenciais da massa corporal total (MARCHINI *et al.*, 1998). Além desse papel, os ACR parecem estar relacionados tanto com efeitos benéficos a saúde, tais como, melhora no

processo de cicatrização, aumento da imunidade, efeito terapêutico nas doenças hepáticas e efeito protetor no câncer de colón retal (BUDHATHOKI *et al.*, 2017).

### 1.2.3 Compostos fenólicos em castanhas

Os principais fitoquímicos bioativos em alimentos, que incluem polifenóis, terpenóides, glucosinolatos e outros compostos contendo enxofre, podem ser observados na Figura 1.6.

Figura 1.6 – Divisão dos compostos fitoquímicos presentes em alimentos.



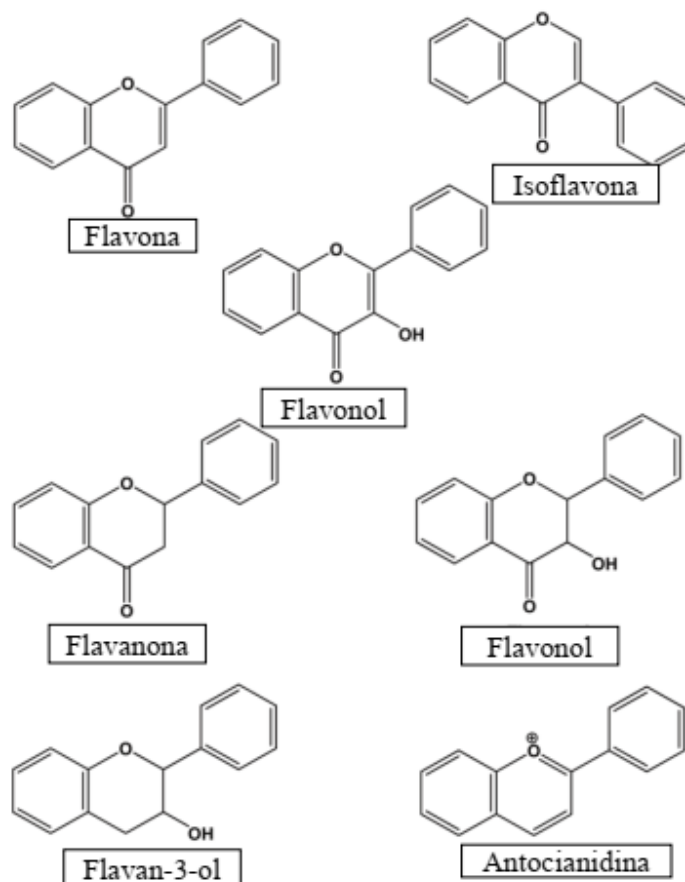
Fonte: Adaptado de Shahidi *et al.* (2019).

Os compostos fenólicos constituem um dos maiores e mais abundantes grupos de compostos bioativos presentes nas plantas. São metabólitos secundários sintetizados pelas plantas, sendo essenciais para o seu desenvolvimento, em resposta a condições de estresse como infecção por patógenos e parasitas, ferimentos, poluição do ar, exposição a temperaturas extremas e radiação UV (KARAKAYA, 2004; SHAHIDI *et al.*, 2019; SHAHIDI; YEO, 2016). Eles são geralmente encontrados em partes de plantas que são atrativos para polinizadores, contribuintes para a pigmentação de plantas e antioxidantes (SHAHIDI *et al.*, 2019). Os compostos fenólicos estão relacionados à qualidade sensorial e nutricional, pois contribuem para o amargor, adstringência, cor, sabor, odor e estabilidade oxidativa (IGNAT; VOLF; POPA, 2011; NACZK; SHAHIDI, 2004, 2006).

Este grupo de compostos possui um ou mais grupos hidroxila no(s) anel(eis) aromático(s). Eles variam em sua distribuição natural de fenóis simples, que são relativamente raros (ausentes ou em pequena proporção), a compostos complexos conhecidos como polifenóis (BRAVO, 2009; SHAHIDI *et al.*, 2019). São derivados dos aminoácidos fenilalanina e tirosina (NACZK; SHAHIDI, 2004, 2006; SHAHIDI; PENG, 2018) e podem estar presentes nos vegetais na forma livre, esterificados em ácidos graxos e outras macromoléculas (ésteres solúveis) ou ligados a componentes da parede celular, como açúcares (glicosídeos) e proteínas estruturais (insolúveis) (BALASUNDRAM; SUNDRAM; SAMMAN, 2006; IGNAT; VOLF; POPA, 2011; SHAHIDI; SENADHEERA, 2018).

Os polifenóis são divididos em flavonóides, taninos hidrolisáveis, ácidos fenólicos, estilbenóides, lignanos, cumarinas e tirosol. Os flavonóides são o grupo de fenólicos vegetais mais amplamente conhecidos e amplamente distribuídos, são reconhecidos como um importante componente para implementação na dieta humana (MENDONÇA *et al.*, 2019). Eles geralmente consistem em dois anéis aromáticos, cada um contendo pelo menos uma hidroxila, que são conectados através de uma "ponte" de três carbonos e se tornam parte de um anel heterocíclico de seis membros. Os flavonóides são ainda divididos em subclasses com base na conexão de um anel aromático ao anel heterocíclico, bem como no estado de oxidação e na presença de grupos funcionais do anel heterocíclico. As classes de flavonóides de ocorrência mais ampla e diversidade estrutural, estão apresentadas na Figura 1.7, sendo estas: flavonol, flavanona, flavonol, isoflavonas, flavan-3-ols, proantocianidinas, antocianidinas/flavonais (SHAHIDI *et al.*, 2019). Dentro de cada subclasse, os compostos individuais são caracterizados por padrões específicos de hidroxilação e conjugação (MERKEN; BEECHER, 2000). Flavonóides ocasionalmente ocorrem em plantas como agliconas, embora eles mais comumente se apresentem como derivados de glicosídeos (WILLIAMS; GRAYER, 2004).

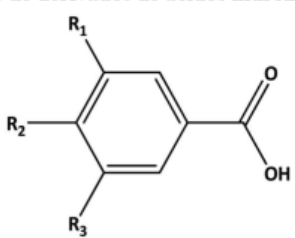
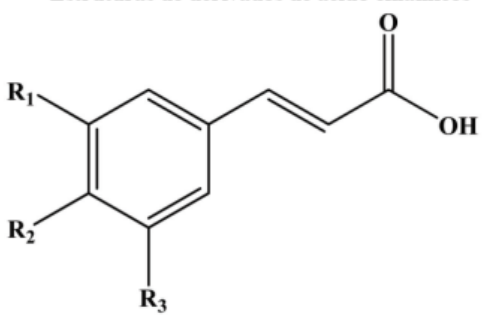
Figura 1.7 – Estrutura genérica dos flavonóides.



Fonte: Shahidi *et al.* (2019).

Os ácidos fenólicos são divididos em dois subgrupos, ou seja, os ácidos hidroxibenzóico e hidroxicinâmico, como está apresentado na Figura 1.8. Esses derivados diferem no padrão de sua hidroxilação e metoxilação no(s) anel(es) aromático(s).

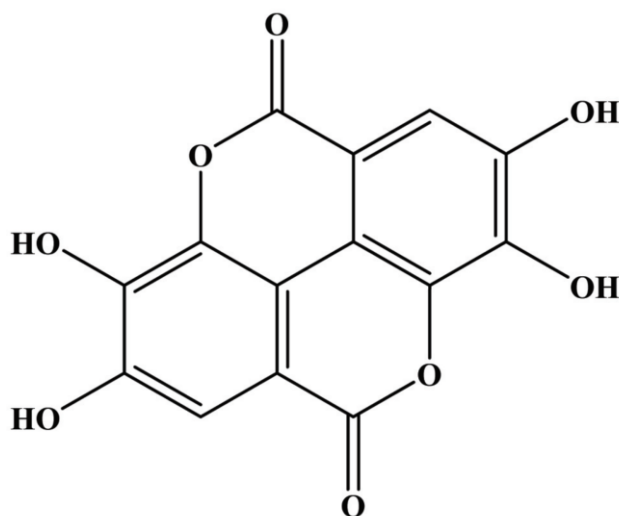
Figura 1.8 – Subgrupos dos ácidos fenólicos.

Estruturas de derivados de ácidos hidroxibenzoicos				Estruturas de derivados de ácido cinâmicos			
							
Ácido	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Ácido	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>
<i>p</i> -hidroxibenzoico	H	OH	H	<i>p</i> -Cumárico	H	OH	H
3, 4 -dihidroxibenzoico	H	OH	OH	Cafeico	H	OH	OH
Vanilina	OCH <sub>3</sub>	OH	H	Ferulico	OCH <sub>3</sub>	OH	H
Seringico	OCH <sub>3</sub>	OH	OCH <sub>3</sub>	Sinápico	OCH <sub>3</sub>	OH	OCH <sub>3</sub>
Gálico	OH	OH	OH				
Ácido protocatecuico	H	OH	OH				

Fonte: Adaptado de Shahidi *et al.* (2019).

Ácidos hidroxibenzoicos como o ácido gálico, ácido *p*-hidroxibenzoico e ácido vanílico estão presentes em quase todas as plantas (ROBBINS, 2003), mas os alimentos de origem vegetal são geralmente baixos em ácidos hidroxibenzoicos (SSONKO; XIA, 2005). Eles são encontrados principalmente no estado ligado em alimentos e são componentes de estruturas complexas como taninos hidrolisáveis e lignina (SHAHIDI *et al.*, 2019). O derivado dimérico do ácido gálico é chamado de ácido elágico (Figura 1.9), presente principalmente em plantas superiores, incluindo frutas, castanhas e nozes. O ácido elágico pode ser combinado com seu precursor, ácido hexahidroxi-difenílico ou ligado na forma de elagitaninos (AMAKURA *et al.*, 2000). Os ácidos hidroxicinâmicos (ácido cáxico, ferúlico, sinápico, *p*-cumárico e clorogênico) são os fenilpropanóides de ocorrência mais ampla e são precursores das cumarinas, seus derivados cíclicos (MOGHADASIAN; SHAHIDI, 2016). Eles são encontrados predominantemente como ésteres de hidroxiácidos com ácido quínico, chiquímico ou tartárico, com compostos fenólicos maiores, como os flavonóides, ou com componentes estruturais da planta, como celulose, lignina e proteína (KROON; WILLIAMSON, 1999; SCALBERT; WILLIAMSON, 2000).

Figura 1.9 – Estrutura do ácido elágico.



Fonte: Shahidi *et al.* (2019).

Ácidos fenólicos e flavonóides são frequentemente relatados em castanhas e nozes, predominantemente conjugados com açúcares ou outros polióis por meio de ligações *o*-glicosídicas ou ligações de éster. O conteúdo de compostos fenólicos nas castanhas e nozes depende do genótipo e seu cultivo, ano de colheita, localização da colheita, processamento e condições de armazenamento (BOLLING *et al.*, 2011; CHANG *et al.*, 2016).

Os taninos dos alimentos incluem taninos condensados ou proantocianidinas, taninos derivados e taninos hidrolisáveis. As moléculas podem ser classificadas de dímeros a grandes polímeros e são encontradas em uma ampla variedade de alimentos, como chocolate, vinhos tintos, castanhas e nozes (AMBIGAIPALAN; DE CAMARGO; SHAHIDI, 2016; NACZK; SHAHIDI, 2004). Eles são polimerizados em grandes moléculas, pelas próprias plantas ou como resultado do processamento de alimentos. Os taninos hidrolisáveis são ésteres do ácido gálico ou elágico (galotaninos e elagitaninos). Por outro lado, as proantocianidinas são polímeros de monômeros polihidroxifavan-3-ol, ligados por meio de ligações carbono-carbono e éter podem formar oligômerosepolímeros, gerando as proantocianidinas, também conhecidas como taninos condensados. Os taninos podem se ligar a açúcares e proteínas da dieta, bem como a enzimas, e originar glicosídeos e proteínas polifenólicas (NACZK *et al.*, 1996; NAURATO *et al.*, 1999). Devido a este complexo, a digestibilidade da proteína é reduzida por precipitação direta ou pela inibição da atividade enzimática (FERGUSON, 2001).

Até o momento, não foram encontrados dados na literatura sobre o perfil de compostos fenólicos na castanha do gurguéia. Entretanto, vários compostos fenólicos diferentes foram

caracterizados e identificados em outras castanhas nativas do Brasil e seus subprodutos, incluindo a castanha do baru (*Dipteryx alata*) que é da mesma gênero que a castanha do gurguéia, como apresentado na Tabela 1.6.

Tabela 1.6 – Compostos fenólicos em castanhas brasileiras.

Castanhas	Tipos de fenólicos	Unidade	Valores	Referências		
Castanha de caju ( <i>Anacardium occidentale</i> )	Flavonoides	Fenólicos totais	mg GAE 100 g <sup>-1</sup>	86,80 <sup>d</sup>	Uslu e Özcan (2019)	
		(+)-Catequina	mg 100 g <sup>-1</sup>	17,50 <sup>d</sup>		
		Kaemperol	mg 100 g <sup>-1</sup>	4,20 <sup>d</sup>		
		Rutina tri-hidratada	mg 100 g <sup>-1</sup>	3,10 <sup>d</sup>		
		Quercetina	mg 100 g <sup>-1</sup>	3,20 <sup>d</sup>		
		Naringena	mg 100 g <sup>-1</sup>	1,60 <sup>d</sup>		
		Ácidos fenólicos	Ácido gálico	mg 100 g <sup>-1</sup>		12,50 <sup>d</sup>
			Ácido 3,4-dihidroxibenzoico	mg 100 g <sup>-1</sup>		7,10 <sup>d</sup>
			Ácido 1,2-dihidroxibenzeno	mg 100 g <sup>-1</sup>		70,00 <sup>d</sup>
			Ácido seringico	mg 100 g <sup>-1</sup>		4,30 <sup>d</sup>
	Ácido caféico		mg 100 g <sup>-1</sup>	6,90 <sup>d</sup>		
	Ácido <i>p</i> -cumarico		mg 100 g <sup>-1</sup>	0,90 <sup>d</sup>		
	Ácido <i>trans</i> -ferúlico		mg 100 g <sup>-1</sup>	2,60 <sup>d</sup>		
	Ácido <i>trans</i> -cinâmico		mg 100 g <sup>-1</sup>	1,00 <sup>d</sup>		
	Stilbenes		Resveratrol	mg 100 g <sup>-1</sup>		1,40 <sup>d</sup>
	Flavonoides	(+)-Catequina	mg g <sup>-1</sup>	11,70		Chandrasekara e Shahidi (2011)
		(-)-Epicatequina	mg g <sup>-1</sup>	7,40		
		(-)-Epigallocatequina	mg g <sup>-1</sup>	4,50		
		Ácidos fenólicos	Ácido gálico	mg g <sup>-1</sup>		
Ácido <i>p</i> -cumarico			mg g <sup>-1</sup>	0,10		
Ácido seringico			mg g <sup>-1</sup>	0,60		
Castanha do Brasil ( <i>Bertholletia excelsa</i> )	Flavonoides	Fenólico total	mg GAE 100 g <sup>-1</sup>	406,80 <sup>a</sup>	John e Shahidi (2010)	
		(+)-Catequina	µg g <sup>-1</sup>	25,20 <sup>c</sup>		
	Ácidos fenólicos	Ácido elágico	µg g <sup>-1</sup>	11,40 <sup>b</sup> , 14,90 <sup>c</sup>		
		Ácido gálico	µg g <sup>-1</sup>	81,80 <sup>b</sup> , 51,70 <sup>c</sup>		
		Ácido protocatecuico	µg g <sup>-1</sup>	120,30 <sup>b</sup> , 32,70 <sup>c</sup>		
		Ácido vanílico	µg g <sup>-1</sup>	34,60 <sup>b</sup> , 8,80 <sup>c</sup>		
Baru ( <i>Dipteryx alata</i> )	Flavonoides	Fenólicos totais	mg GAE 100 g <sup>-1</sup>	568,90	Lemos <i>et al.</i> (2012)	
		Antocianinas totais	mg 100 g <sup>-1</sup>	0,62		
		(+)-Catequina	mg 100 g <sup>-1</sup>	87,20		
	Ácidos fenólicos	(-)-Epicatequina	mg 100 g <sup>-1</sup>	23,90		
		Ácido <i>p</i> -cumarico	mg 100 g <sup>-1</sup>	14,30		
		Ácido elágico	mg 100 g <sup>-1</sup>	8,50		



Chichá ( <i>Sterculia striata</i> )	Flavonoides Ácidos fenólicos	Ácido caféico	mg 100 g <sup>-1</sup>	6,30	Policarpi <i>et al.</i> (2018)
		Ácido gálico	mg 100 g <sup>-1</sup>	224,00	
		Ácido <i>p</i> -hidroxibenzoico	mg 100 g <sup>-1</sup>	2,30	
		Ácido ferúlico	mg 100 g <sup>-1</sup>	45,40	
		Fenólicos totais	mg GAE g <sup>-1</sup>	16,90 <sup>e</sup>	
		(+)-Catequina	mg 100 g <sup>-1</sup>	0,40 <sup>e</sup>	
		Ácido salicílico	mg 100 g <sup>-1</sup>	0,04 <sup>e</sup>	
		Ácido vanílico	mg 100 g <sup>-1</sup>	0,32 <sup>e</sup>	
		Ácido ferúlico	mg 100 g <sup>-1</sup>	2,10 <sup>e</sup>	
		Ácido elágico	mg 100 g <sup>-1</sup>	4,90 <sup>e</sup>	
Monguba ( <i>Pachira aquática</i> )	Flavonoides Ácidos fenólicos	Ácido rosmarínico	mg 100 g <sup>-1</sup>	0,02 <sup>e</sup>	Rodrigues <i>et al.</i> (2019)
		(+)-Galocatequina	µg g <sup>-1f</sup>	1,10 <sup>g, h</sup>	
		Quercetina	µg g <sup>-1f</sup>	1,10 <sup>g, h</sup>	
		Ácido protocatecuico	µg g <sup>-1f</sup>	4,20 <sup>g, h</sup>	
		Ácido 4-hidroxibenzóico	µg g <sup>-1f</sup>	124,10 <sup>g, h</sup>	
		Ácido gentísico	µg g <sup>-1f</sup>	1,00 <sup>g, h</sup>	
		Ácido clorogênico	µg g <sup>-1f</sup>	58,80 <sup>g, h</sup>	
		Ácido caféico	µg g <sup>-1f</sup>	445,50 <sup>g, h</sup>	
		Ácido <i>p</i> -cumarico	µg g <sup>-1f</sup>	26,30 <sup>g, h</sup>	
		Ácido vanílico	µg g <sup>-1f</sup>	2,90 <sup>g, h</sup>	
Sapucaia ( <i>Lecythis pisonis</i> )	Flavonoides Ácidos fenólicos	Ácido ferúlico	µg g <sup>-1f</sup>	116,10 <sup>g, h</sup>	Demoliner <i>et al.</i> (2018)
		Fenólicos totais	mg GAE g <sup>-1</sup>	34,50 <sup>i</sup>	
		(+)-Catequina	mg g <sup>-1</sup>	0,14 <sup>i</sup>	
		(-)-Epicatequina	mg g <sup>-1</sup>	0,02 <sup>i</sup>	
		Miricetina	mg g <sup>-1</sup>	0,02-0,05 <sup>i</sup>	
		Ácido vanílico	mg g <sup>-1</sup>	0,03-0,04 <sup>i</sup>	
		Ácido ferúlico	mg g <sup>-1</sup>	0,01-0,02 <sup>i</sup>	
		Ácido elágico	mg g <sup>-1</sup>	0,02-0,07 <sup>i</sup>	

<sup>a</sup> Composto fenólico total extraído com acetona. <sup>b</sup> Fenólicos livres. <sup>c</sup> Fenólicos ligados. <sup>d</sup> Extração de compostos fenólicos com mistura de metanol: água (60:40, v/v). <sup>e</sup> Compostos fenólicos extraídos com água. <sup>f</sup> Os resultados foram expressos em µg por g de peso seco da amostra. <sup>g</sup> Σ livre para ligação insolúvel. <sup>h</sup> Compostos fenólicos extraídos com mistura de metanol-acetona-água (7: 7: 6, v/v/v) em banho ultrassônico. <sup>i</sup> Compostos fenólicos extraídos com água.

### 1.2.3.1 Benefícios para saúde dos compostos fenólicos

Os efeitos potenciais dos compostos fenólicos na saúde geralmente são investigados por meio de ensaios *in vitro* (CHUNG; CHAMPAGNE, 2009; FU; LU; ZHOU, 2016; SINGH *et al.*, 2009; TAO *et al.*, 2012) e/ou *in vivo* (BALEA *et al.*, 2018; MARTINS; BARROS; FERREIRA, 2016; NICHENAMETLA *et al.*, 2006; OTHMAN *et al.*, 2020; SHAHIDI; AMBIGAIPALAN, 2015; SOBEH *et al.*, 2018). A associação entre a ingestão alimentar de polifenóis e seus potenciais benefícios à saúde requer uma avaliação precisa do conteúdo desses constituintes em alimentos vegetais e sua respectiva ingestão. Além disso, são necessários ensaios *in vitro* e *in vivo* sobre a bioacessibilidade e biodisponibilidade dos fenólicos (MANACH *et al.*, 2005).

A biodisponibilidade determina a proporção de uma determinada molécula ativa que, após determinada via de administração, entra em sua forma inalterada na circulação sistêmica, acessando o local de ação. Tem sido relatado que a biodisponibilidade dos compostos fenólicos é diferente de acordo com sua diversidade estrutural. Também é afetado por vários fatores externos, como a matriz alimentar e a condição de saúde individual (SHAHIDI *et al.*, 2019). Muitos fatores como diferenças em cultivares, ambientes de cultivo, estações, etapas de processamento e armazenamento podem influenciar a biodisponibilidade de compostos fenólicos nas hortaliças (MARTINS; BARROS; FERREIRA, 2016). Além disso, a sinergia entre os compostos fenólicos e outros componentes da matriz vegetal, como polissacarídeos e proteínas complexadas, influencia a biodisponibilidade e a absorção dos polifenóis quando ingeridos (FRAGA *et al.*, 2010).

Os benefícios dos fenólicos para a saúde estão relacionados aos seus efeitos antioxidantes, antialérgicos, antiinflamatórios, antiaterogênicos, antimicrobianos, antitrombóticos e cardioprotetores (BALEA *et al.*, 2018; BOUSSOUF *et al.*, 2017; CHUNG; CHAMPAGNE, 2009; FU; LU; ZHOU, 2016; OTHMAN *et al.*, 2020; SOBEH *et al.*, 2018; TAO *et al.*, 2012). Além disso, foram relatados efeitos como aumento da resposta imunológica, prevenção e tratamento de diabetes, saúde mental, condições espasmódicas e úlceras, entre outros (DILLARD; BRUCE GERMAN, 2000; SHAHIDI *et al.*, 2019).

As castanhas e nozes foram descritas como a terceira maior fonte alimentar de fitoquímicos, principalmente compostos fenólicos, atrás de especiarias e frutas (PÉREZ-JIMÉNEZ *et al.*, 2010). Os coprodutos de castanhas e nozes como casca, torta (proveniente da extração do óleo) e folha também são ricos em compostos fenólicos (HILBIG *et al.*, 2018; SALVADOR *et al.*, 2016). Grosso *et al.* (2015) relataram que o risco de mortalidade por doença

cardiovascular pode ser reduzido em 27% e 4% com a ingestão de uma porção de castanhas ou nozes por dia ou por semana, respectivamente. Compostos fenólicos em castanhas e nozes e seus subprodutos, principalmente ácido elágico, resveratrol e flavonóides fornecem proteção contra radicais livres prejudiciais e são conhecidos por reduzir o risco de doença cardíaca coronária e aterosclerose. Além disso, o consumo de castanhas e nozes também foi associado a uma diminuição do risco de mortes por câncer (SHAHIDI *et al.*, 2019).

A ação sinérgica entre os flavonóides, vitaminas C e E demonstrou um efeito positivo para proteger o colesterol de lipoproteína de baixa densidade (LDL) contra a oxidação *in vivo* (CHEN *et al.*, 2005). Também foi demonstrado que os fenólicos presentes na casca de noz foram eficazes contra a oxidação do colesterol LDL (ANDERSON *et al.*, 2001). O efeito citotóxico dos extratos da casca de noz pecã foi avaliado por Hilbig *et al.* (2018), onde indução da morte celular por apoptose e a interrupção do ciclo celular em células MCF-7 foram demonstradas. O tempo de sobrevivência em camundongos com tumor de ascite de Ehrlich tratados com extratos de casca de noz pecã aumentou 67%. Os resultados positivos foram atribuídos ao perfil fenólico do extrato, rico em compostos como os ácidos gálico, 4-hidroxibenzóico, clorogênico, vanílico, caféico e elágico; e catequina, epicatequina, epigallocatequina e galato de epicatequina. Kellett *et al.* (2019) estudaram a atividade antioxidante de extratos obtidos a partir de nozes pecã americanas cruas e torradas usando um ensaio de atividade antioxidante celular modificado. Os dados obtidos foram comparados com ensaios antioxidantes *in vitro* (capacidade de absorção do radical oxigênio hidrofílico e poder antioxidante redutor férrico). As procianidinas oligoméricas encontradas nos extratos de noz pecã, com tamanho entre 560 e 840 g mol<sup>-1</sup>, parecem ser pequenas o suficiente para a absorção celular e os extratos apresentaram atividade antioxidante nos sistemas biológicos, independente da torra.

Siqueira *et al.* (2012) investigaram o efeito dos extratos aquoso e de acetato de etila da castanha de baru sobre o estado oxidativo do fígado, coração e baço de ratos suplementados com ferro por via oral por 17 dias. O consumo da castanha de baru reduziu significativamente os níveis de carbonil no coração do grupo de ratos suplementados com ferro quando comparados aos ratos alimentados com a dieta controle. Esses resultados demonstraram que o consumo da castanha de baru protege os tecidos contra o estresse oxidativo induzido pelo ferro. Os autores indicam que o ácido fítico e os fenóis da castanha de baru podem estar envolvidos neste efeito protetor. Polifenóis usados pela medicina popular como agentes anti-inflamatórios, anti-diarreicos, antiasmáticos e purificadores foram relatados na casca da castanha de caju (SHAHIDI *et al.*, 2019). Estudos confirmaram suas atividades biológicas, incluindo atividades

antiinflamatória, antioxidante, antimicrobiana, antiproliferativa e inibitória enzimática (DE SOUSA LEITE *et al.*, 2016; SOUZA *et al.*, 2018).

### 1.3 MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DO ÓLEO E DE COMPOSTOS BIOATIVOS DE CASTANHAS E NOZES

#### 1.3.1 Extração de óleo de castanhas por prensagem

Os óleos obtidos de castanhas e nozes, chamados de óleos *gourmet*, são muito apreciados devido às suas características sensoriais. Além de ser usados na culinária, também são muito utilizados como ingredientes de cosméticos por possuírem propriedades emoliente e umectante. A maioria dos óleos de castanhas e nozes são obtidos por prensagem e, geralmente, são processados sem refino, desta forma são classificados como extravirgem. O refino remove a maioria dos sabores, cor, matéria em suspensão, minerais, vitaminas e outros compostos dos óleos de nozes comestíveis. As principais etapas envolvidas no processamento de um óleo de castanhas e nozes virgem extra são a colheita, a pré-secagem, o descascamento, a secagem, a extração do óleo e a centrifugação (KAMEL; KAKUDA, 1994). O preço do óleo obtido pode ser diferente dependendo do tipo de castanha ou noz, sua disponibilidade e o processamento utilizado (RABADÁN *et al.*, 2018).

A extração do óleo de castanhas e nozes pode ser realizada por prensagem hidráulica ou mecânica, seguida ou não da extração com solventes orgânicos. A extração por prensagem é um dos métodos mais antigos de extração de óleo e é muito eficaz para sementes oleaginosas que têm um teor de óleo superior a 20% (CHENG; DIEN; SINGH, 2019). A principal vantagem da prensagem é seu mecanismo simples, de baixo custo e não utiliza condições extremas de temperatura e pressão. Essas condições preservam o sabor e os compostos termossensíveis, como tocoferóis e outros fenólicos. A prensagem hidráulica ou mecânica são métodos amplamente utilizados na indústria, e em pesquisas científicas com o objetivo de comparar diferentes métodos de extração (SANTOS *et al.*, 2012; SENA-MORENO *et al.*, 2016). Para obter maiores rendimentos de extração e também diminuir o preço do óleo obtido, a extração por prensagem pode ser associada à extração com solvente (KARTIKA; PONTALIER; RIGAL, 2010; SAMPAIO NETO; BATISTA; MEIRELLES, 2018; SANTOS *et al.*, 2012). Por outro lado, a alta inflamabilidade, toxicidade e liberação de compostos orgânicos voláteis para o meio ambiente são alguns dos problemas associados à extração com solventes orgânicos,

como por exemplo o hexano. Além dos problemas associados ao uso do hexano e da poluição, há preocupações com a segurança e a saúde dos trabalhadores. Foi relatado que o etanol pode ser um solvente mais seguro e ecologicamente correto quando comparado ao hexano (ZHUANG *et al.*, 2018). A extração de óleos vegetais com etanol apresenta algumas desvantagens como o aumento da umidade e fosfolipídios. Isso acontece porque o solvente pode extrair uma quantidade maior de compostos solúveis em água (POTRICH *et al.*, 2020). A solubilidade dos óleos vegetais em etanol aquoso depende da concentração e da temperatura do sistema (KAPARTHI; CHARI, 1959).

O uso de solventes mais sustentáveis para a extração de óleo, o uso de recursos vegetais renováveis, a redução do consumo de energia e operação e geração de coprodutos em vez de subprodutos ou resíduos foram os parâmetros considerados no conceito de química verde (CHEMAT *et al.*, 2017; MOREDA-PIÑEIRO; MOREDA-PIÑEIRO, 2019). As alternativas para a extração sustentável de lipídios e para a obtenção de outros compostos de alto valor agregado a partir dessas matérias-primas são discutidas no próximo item desta seção.

### 1.3.2 Extração com fluidos supercríticos

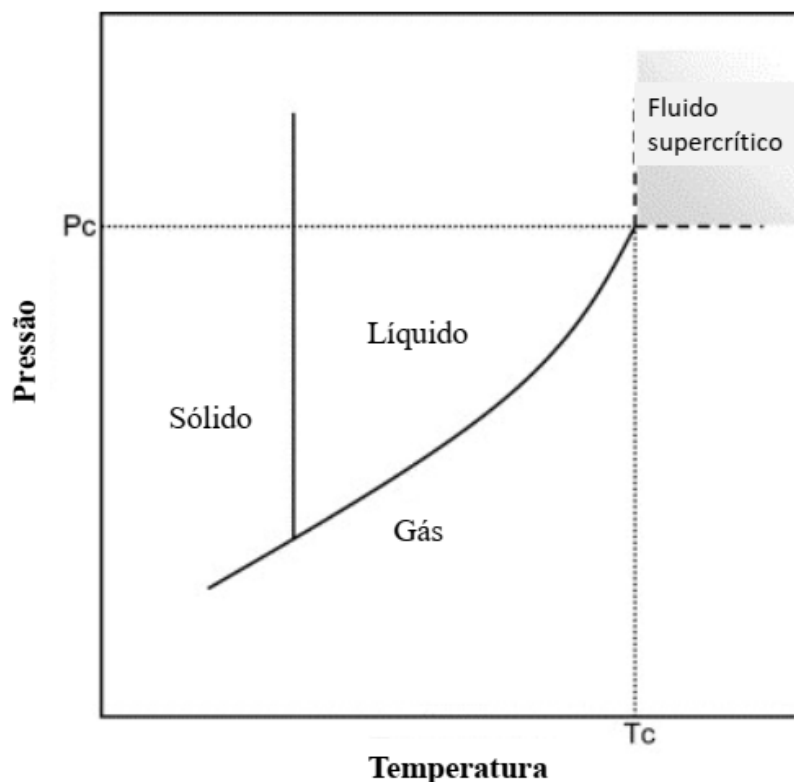
Atualmente, há uma grande demanda por processos sustentáveis, que minimizem a geração de resíduos, e principalmente, sem prejudicar o meio ambiente. Desta forma, buscando otimizar processos de extração com baixa demanda energética e utilização de solventes atóxicos, garantindo produtos com alta qualidade e seguros ao consumidor. Neste sentido, a extração com fluido supercrítico (ESC) se destaca como uma excelente alternativa frente aos métodos convencionais de extração (DA SILVA; ROCHA-SANTOS; DUARTE, 2016).

No ano de 1879, o artigo intitulado *On the solubility of solid in gases* (solubilidade de sólidos em gases), no qual os pesquisadores James B. Hannay e James Hogarth identificaram a dissolução de compostos em fluidos supercríticos, encontrando um novo método de extração. Entretanto, somente em torno de 1960 que processos industriais com uso de fluidos supercríticos começaram a ser desenvolvidos (AZMIR *et al.*, 2013; HERRERO *et al.*, 2010). Com o passar dos anos, a ESC foi se consolidando em diversas áreas, tais como a área ambiental, farmacêutica, análise de polímeros e principalmente, na área de alimentos (ZOUAGH; VALCÁRCEL; RÍOS, 2004).

Na química, os compostos podem apresentar três estados físicos: sólido, líquido e gasoso. O estado supercrítico é um estado que só pode ser alcançado se a substância for submetida a uma temperatura e pressão acima de seu ponto crítico. O ponto crítico é uma

característica específica de cada composto químico e é definido com base na relação entre sua temperatura crítica ( $T_c$ ) e pressão crítica ( $P_c$ ), temperatura e pressão na qual não existe mais distinção entre as fases líquida e gasosa (Figura 1.10). Fluidos com temperaturas e pressões acima da  $T_c$  e  $P_c$ , respectivamente, são chamados de fluidos supercríticos (AZMIR *et al.*, 2013).

Figura 1.10 - Diagrama de fases de uma substância pura.



Fonte: Herrero, Cifuentes e Ibañez (2006).

No estado supercrítico, as propriedades de líquido e gás do fluido desaparecem, o que significa que um fluido supercrítico não pode ser liquefeito sem que se altere a temperatura e a pressão. Os fluidos supercríticos apresentam propriedades semelhantes às de gases (viscosidade, difusividade e tensão superficial) e propriedades semelhantes às de líquido (densidade e poder de solvatação) (AZMIR *et al.*, 2013; SIHVONEN *et al.*, 1999). Outra característica importante de um fluido no estado supercrítico é que seu poder de solvatação pode ser controlado através de pequenas mudanças, tanto na temperatura quanto na pressão, uma vez que, a partir do ponto crítico, pequenas alterações desses parâmetros provocam grandes mudanças na densidade do solvente, característica, fundamental no poder de solvatação de compostos. Alta densidade, em geral, alta solubilidade e baixa seletividade (OLIVEIRA, 2015).

Diversos fluidos podem ser utilizados como solventes supercríticos devido às suas boas propriedades de solvatação, como nitrogênio, metano, etano, etileno, propano, amônia, metanol e dióxido de carbono. Entretanto, como a extração supercrítica surge como representante da química verde e uma alternativa aos processos convencionais de extração, alguns solventes, mesmo apresentando altos rendimentos de extrato, devem ser evitados por razões de segurança, tanto em relação ao manipulador quanto ao meio ambiente (DA SILVA; ROCHA-SANTOS; DUARTE, 2016).

O dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) supercrítico tem sido o mais frequentemente utilizado para a extração de compostos bioativos nas indústrias alimentícia e farmacêutica, pois apresenta baixo custo sob alta pureza; sua temperatura crítica é baixa (31,0 °C), preservando as propriedades de compostos termolábeis no momento da extração; apresenta pressão crítica de 73,8 bar, facilmente atingida em nível industrial; separação completa do extrato por simples redução de pressão; inerte, atóxico e comumente utilizado na gaseificação de bebidas; polaridade semelhante à do pentano e do hexano, solventes apolares comumente utilizados em extrações convencionais; os parâmetros de extração com o CO<sub>2</sub> supercrítico podem ser facilmente alterados, através de mudanças na temperatura e pressão, ou até na adição de um cossolvente polar como a água ou o etanol; o solvente pode ser completamente removido, fornecendo extratos sem solvente (MANGOLD, 1982).

A ESC tem sido utilizada para obtenção de óleo de castanhas e nozes, sem solvente residual no óleo e com melhor retenção dos compostos bioativos e perdas mínimas devido à baixa temperatura e alta pressão envolvidas no processo de extração (MANGOLD, 1982). Na Tabela 1.7 estão apresentados alguns estudos de ESC em castanhas, nozes e sementes oleaginosas.

Tabela 1.7 – Estudos sobre ESC com diferentes matérias-primas, apresentando a pressão (P), temperatura (T) e rendimento de óleo (R<sub>óleo</sub>).

<b>Matéria-prima</b>	<b>P (bar)</b>	<b>T (°C)</b>	<b>R<sub>óleo</sub> (%)</b>	<b>Referências</b>
Amêndoa	350	35	87,5	Zhang <i>et al.</i> (2009)
Semente de girassol	250	40	100,0	Nimet <i>et al.</i> (2011)
<i>Tiger nut</i> ( <i>Cyperus esculentus</i> L.)	300	60	26,3	Lasekan e Abdulkarim (2012)
Castanha do Brasil	300	60	58,2	Santos <i>et al.</i> (2012)
Torta de chia	300	50	10,6	Guindani <i>et al.</i> (2016)
Castanha do baru	350	50	22,8	Santos <i>et al.</i> (2016)
Torta de noz pecã	300	40	58,4	Salvador <i>et al.</i> (2016)
Castanha de sapucaia	200	60	46,2	Teixeira <i>et al.</i> (2018)
Semente de umbu	300	40	7,1	Dias <i>et al.</i> (2019)

Semente de babaçu	350	80	89,9	Oliveira <i>et al.</i> (2019)
-------------------	-----	----	------	-------------------------------

Para a extração de compostos fenólicos utilizando a ESC, geralmente são utilizadas pressões entre 150 e 400 bar e temperaturas de 40 a 60 °C (ALCÂNTARA *et al.*, 2019). Além disso, os triacilgliceróis que formam a maior parte do óleo de sementes oleaginosas são solúveis no CO<sub>2</sub> supercrítico a temperaturas de 40 °C e a pressões entre 150 e 400 bar e temperaturas de 40 a 60 °C (ALCÂNTARA *et al.*, 2019).

A ESC de óleos vegetais demonstrou manter compostos bioativos, como compostos fenólicos, tocoferóis e fitoesteróis (DIAS *et al.*, 2019; GUINDANI *et al.*, 2016; LEO *et al.*, 2005; NIMET *et al.*, 2011). A ESC utilizando CO<sub>2</sub> apresentou maior extração de β-sitosterol do óleo de noz quando comparada à extração por prensagem mecânica (118 e 105,3 mg 100 g<sup>-1</sup>, respectivamente) (DE ZORDI *et al.*, 2017). Leo *et al.* (2005) relataram que o óleo de amêndoa obtido por ESC utilizando CO<sub>2</sub> (50 °C, 420 bar e 25 kg h<sup>-1</sup>) apresentou maior teor de tocoferóis (0,6 mg g<sup>-1</sup> de óleo) em comparação com a extração com solventes hexano/metanol.

### 1.3.2.1 Curva global de extração supercrítica

Durante o processo de extração, o transporte dos compostos de interesse pode ocorrer tanto dentro de uma matriz sólida quanto através de sua superfície. De acordo com Brunner (1994), este processo compreende alguns passos:

- 1) a matriz vegetal absorve o solvente supercrítico, inchando as estruturas celulares e, conseqüentemente, diminuindo a resistência à transferência de massa;
- 2) os compostos são dissolvidos no solvente presente no interior das células;
- 3) através do processo de difusão, os compostos são transportados para fora das células;
- 4) ao sair das células, a mistura entre compostos e solvente é direcionada para a superfície da matriz vegetal onde será completamente extraída pelo solvente através do processo de convecção.

Entretanto, matrizes vegetais possuem diferentes estruturas celulares e composições físico-químicas. Até mesmo matrizes da mesma espécie podem ser diferentes devido a fatores como períodos de colheita, tratamento pós-colheita e época (BRUNNER, 1994). No tratamento prévio à extração supercrítica, fatores como umidade da amostra e tamanho de partícula são fundamentais no que tange ao processo de transferência de massa (PEREIRA; MEIRELES, 2010).

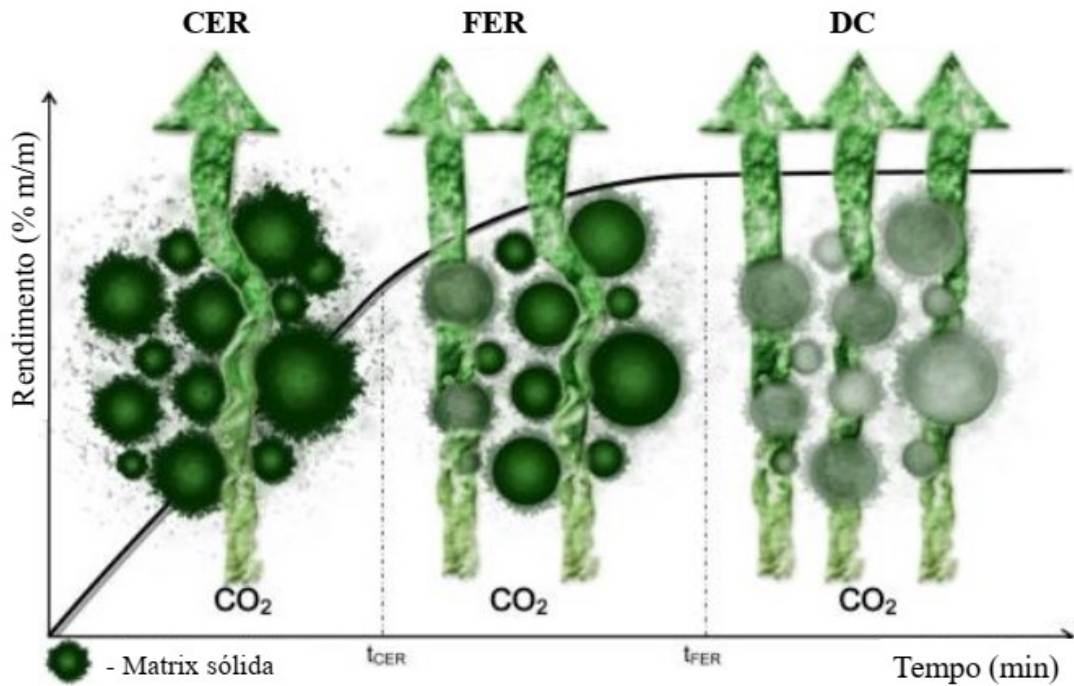


A Curva Global de Extração Supercrítica (CGES) é obtida através da relação entre quantidade acumulada de extrato, em função do tempo total de extração ou em função da quantidade de solvente utilizada. Esta cinética fornece informações fundamentais em relação aos fenômenos de transferência de massa referente à matriz vegetal estudada, possibilitando comparações de diversos ensaios desta mesma matéria-prima realizadas no mesmo equipamento (BRUNNER, 1994). De acordo com a literatura (DA SILVA; ROCHA-SANTOS; DUARTE, 2016; FERREIRA; MEIRELES, 2002; JESUS *et al.*, 2013; PEREIRA; MEIRELES, 2010), as CGES's são divididas em três etapas, etapas CER, FER e DC, as quais são controladas por diferentes mecanismos de transferência de massa:

- a) Taxa de extração constante (CER – *Constant Extraction Rate*): etapa onde a superfície externa da partícula é coberta pelo extrato, o qual é facilmente extraído pelo solvente, atingindo sua concentração máxima na saturação (solubilidade de equilíbrio). Segundo Pereira e Meireles (2010), 50 a 90% do extrato pode ser obtido nesta etapa. Portanto, em muitos casos, a extração é finalizada logo após a etapa CER, exceto nos casos em que um composto de interesse apresenta baixa solubilidade no solvente ou se localiza em uma estrutura celular de difícil acesso por parte do solvente.
- b) Taxa de extração decrescente (FER – *Falling Extraction Rate*): etapa na qual a disponibilidade do extrato localizado na superfície da partícula diminui. Concomitantemente, inicia-se o processo de transferência de massa por difusão.
- c) Taxa de difusão controlada (DC – *Diffusion Controlled*): etapa final de extração, onde a transferência de massa por difusão é preponderante, ocorrendo desde o interior das partículas.

Para compreender melhor como as etapas da CGES, bem seus respectivos fenômenos de transferência de massa, pode-se visualizar na Figura 1.11.

Figura 1.11 – Etapas da curva global de extração supercrítica.



Fonte: Silva; Rocha-Santos; Duarte (2016). CER: Taxa de extração constante; FER: Taxa de extração decrescente; DC: Taxa de difusão controlada.

Pode-se observar que na etapa CER, a matriz sólida apresenta uma grande quantidade de soluto de fácil acesso localizado na superfície das partículas, facilitando a solubilização do mesmo por parte do solvente. Na etapa seguinte, FER, ocorre uma diminuição na quantidade de soluto de fácil acesso. Por fim, na etapa DC, o soluto de fácil acesso praticamente inexistente, e então, processos difusivos passam a governar a transferência de massa (SANTOS, 2018).

### 1.3.3 Extração assistida por micro-ondas

A extração assistida por micro-ondas (EAM) foi desenvolvida para reduzir o consumo de solvente e energia, reduzindo o tempo de processo e também melhorando o rendimento da extração (AZMIR *et al.*, 2013). A alta capacidade do EAM em aumentar o rendimento da extração deve-se às interações moleculares entre o componente elétrico do campo de micro-ondas com as moléculas dipolares e as espécies iônicas presentes nas misturas de extração (solvente-amostra). Essa tecnologia gera aquecimento devido ao atrito e religação molecular por meio do fenômeno denominado cavitação. Esse mecanismo aumenta o coeficiente de transferência de massa e permite a extração de compostos bioativos (MIRZADEH; ARIANEJAD; KHEDMAT, 2020). As principais vantagens do EAM consistem em diminuir significativamente a quantidade de solvente e amostra necessária, bem como o tempo de

extração. Além disso, o processo reduz a geração de resíduos, o consumo de energia, a liberação de solventes no meio ambiente e a exposição humana a esses compostos perigosos (PENGDEE; SRITULARAK; PUTALUN, 2020).

A EAM foi aplicada com sucesso para extrair compostos fenólicos de cascas de diferentes castanhas, nozes e frutas (BALLARD *et al.*, 2010; DAILEY; VUONG, 2005; ODABAŞ; KOCA, 2016; SANCHEZ-REINOSO *et al.*, 2020). A EAM permite aumento do rendimento e boa reprodutibilidade em curtos tempos de extração. A alta eficiência desse processo tem sido atribuída à combinação sinérgica da transferência de massa e calor (SANCHEZ-REINOSO *et al.*, 2020).

Hu *et al.* (2018) relataram o uso da EAM para obter óleo de *Cyperus esculentus* L. A condição ótima de extração obtida pela metodologia de superfície de resposta foi uma mistura de éter de petróleo e acetona (2:1, v/v) como solvente, potência de micro-ondas de 420 W, temperatura de 75 °C, proporção de líquido para sólido 7 mL g<sup>-1</sup> e tempo 55 min, com um rendimento de 24%. Os autores mostraram um maior conteúdo de fenólicos totais (92,5 mg GAE kg<sup>-1</sup>),  $\alpha$ -tocoferol (315,3 mg kg<sup>-1</sup>),  $\beta$ -caroteno (25,43 mg kg<sup>-1</sup>), fosfolipídios (0,4%) e fitoesteróis (685,7 mg 100 g<sup>-1</sup>) para os extratos obtidos por EAM em comparação com a extração por Soxhlet com éter de petróleo (intervalo de ebulição 60–90 °C).

Sanchez-Reinoso *et al.* (2020) aplicaram a EAM para a obtenção de extratos ricos em compostos fenólicos da casca de Sacha Inchi, um subproduto subutilizado do processamento de óleo. Nas condições ótimas de extração (1500 W, 63,0% e 110 s), os extratos de casca apresentaram compostos fenólicos totais de até 41,97 mg de ácido gálico g<sup>-1</sup> e atividade antioxidante por FRAP e TEAC de 374,4 e 384,5  $\mu$ mol Trolox g<sup>-1</sup>, respectivamente. Os compostos fenólicos encontrados nos extratos foram 3,4-diidroxibenzaldeído, hidroxí-4-cromona e seus derivados.

### 1.3.4 Extração com líquido pressurizado

A extração com líquido pressurizado (ELP) é baseada no uso de um solvente pressurizado, geralmente em altas temperaturas, e é considerado um “processo verde” em comparação aos métodos convencionais devido às menores quantidades de solvente utilizadas e tempo de processo (RUDKE *et al.*, 2019)

Parâmetros como temperatura, pressão, tempo de extração, tipo e volume do solvente, características do sólido e do soluto podem afetar o desempenho do ELP (HERRERO *et al.*, 2013). A temperatura e o tipo de solvente utilizado no processo são os mais relevantes para a

eficiência do método (CARABIAS-MARTÍNEZ *et al.*, 2005). A escolha do solvente é baseada na afinidade entre o solvente e o soluto a ser recuperado da matéria-prima (MUSTAFA; TURNER, 2011). O uso de solventes geralmente reconhecidos como seguros (*Generally Recognized as Safe* - GRAS) como água, etanol e suas misturas tornam o processo verde. A alta pressão e temperatura utilizadas estão diretamente relacionadas às propriedades de solubilidade e dessorção dos compostos ativos presentes na matriz da amostra (HERRERO *et al.*, 2013). Além disso, tem sido relatado menor tempo de extração e consumo de solvente, o que implica em menor gasto de energia no processo (FERRO *et al.*, 2019).

Rudke *et al.* (2019) obtiveram extratos de casca de buriti por ELP usando misturas de etanol/água como solvente. As condições otimizadas de extração foram 71,2 °C usando etanol 91,6%. O rendimento de extração variou de 16,8 a 25,2%, teor de carotenoides totais de 23,4 a 1056,6 µg equivalente a β-caroteno g<sup>-1</sup>, teor de fenólicos totais de 143,4 a 172,1 mg GAE g<sup>-1</sup>. A atividade antioxidante foi de 31,0 a 48,6 µg mL<sup>-1</sup> e de 1,9 a 2,7 mmol TEAC g<sup>-1</sup> utilizando as metodologias DPPH e ABTS, respectivamente.

Delgado-Zamarreño *et al.* (2004) relataram o uso de ELP para obter óleo e tocoferóis de diferentes sementes e nozes. A temperatura de extração foi fixada em 50 °C, com dois ciclos de extração, um tempo estático de 5 min (dois ciclos) a uma pressão de 1600 psi (1 psi = 6894,76 Pa), utilizando acetonitrila como solvente. A recuperação de α-, (β + γ) - e δ-tocoferóis em amêndoas, sementes de girassol, avelãs e nozes usando este método variou de 82 a 110%.

## 1.4 REFERÊNCIAS

- ABUMWEIS, S. S.; BARAKE, R.; JONES, P. J. H. Plant sterols/stanols as cholesterol lowering agents: A meta-analysis of randomized controlled trials. **Food and Nutrition Research**, v. 52, p. 1–18, 2008.
- ADHIKARI, P. *et al.* Tocols in caneberry seed oils. **Food Chemistry**, v. 111, n. 3, p. 687–690, 2008.
- ALASALVAR, C. *et al.* Turkish Tombul hazelnut (*Corylus avellana* L.). 1. Compositional characteristics. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, n. 13, p. 3790–3796, 2003.
- ALCÂNTARA, M. A. *et al.* Effect of the solvent composition on the profile of phenolic compounds extracted from chia seeds. **Food Chemistry**, v. 275, p. 489–496, 2019.
- AMAKURA, Y. *et al.* High-performance liquid chromatographic determination with photodiode array detection of ellagic acid in fresh and processed fruits. **Journal of Chromatography A**, v. 896, n. 1–2, p. 87–93, 2000.
- AMBIGAIPALAN, P.; DE CAMARGO, A. C.; SHAHIDI, F. Phenolic Compounds of Pomegranate Byproducts (Outer Skin, Mesocarp, Divider Membrane) and Their Antioxidant Activities. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 64, p. 6584–6604, 2016.
- ANDERSON, K. J. *et al.* Walnut Polyphenolics Inhibit *In Vitro* Human Plasma and LDL Oxidation. **The Journal of Nutrition**, v. 131, p. 2837–2842, 2001.
- ARON, P. M.; KENNEDY, J. A. Flavan-3-ols: Nature, occurrence and biological activity. **Molecular Nutrition and Food Research**, v. 52, n. 1, p. 79–104, 2008.
- ATANASOV, A. G. *et al.* Pecan nuts: A review of reported bioactivities and health effects. **Trends in Food Science and Technology**, v. 71, p. 246–257, 2018.
- AUSTIN, G. *et al.* Postprandial lipaemia following consumption of a meal enriched with medium chain saturated and/or long chain omega-3 polyunsaturated fatty acids. A randomised cross-over study. **Clinical Nutrition**, v. 40, n. 2, p. 420–427, 2021.
- AZMIR, J. *et al.* Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. **Journal of Food Engineering**, v. 117, p. 426–436, 2013.
- AZZI, A. Many tocopherols, one vitamin E. **Molecular Aspects of Medicine**, v. 61, p. 92–103, 2018.
- AZZI, A. Tocopherols, tocotrienols and tocomonoenols: Many similar molecules but only one vitamin E. **Redox Biology**, v. 26, p. 101259, 2019.
- BACCHETTI, T. *et al.* Phytosterols, phytostanols and their esters: From natural to functional foods. **Mediterranean Journal of Nutrition and Metabolism**, v. 4, p. 165–172, 2011.

BALASUNDRAM, N.; SUNDRAM, K.; SAMMAN, S. Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. **Food Chemistry**, v. 99, p. 191–203, 2006.

BALEA, Ş. S. *et al.* Polyphenolic Compounds, Antioxidant, and Cardioprotective Effects of Pomace Extracts from Fetească Neagră Cultivar. **Oxidative medicine and cellular longevity**, v. 2018, p. 8194721, 2018.

BALLARD, T. S. *et al.* Microwave-assisted extraction of phenolic antioxidant compounds from peanut skins. **Food Chemistry**, v. 120, p. 1185–1192, 2010.

BOLLING, B. W. *et al.* Tree nut phytochemicals: Composition, antioxidant capacity, bioactivity, impact factors. A systematic review of almonds, Brazils, cashews, hazelnuts, macadamias, pecans, pine nuts, pistachios and walnuts. **Nutrition Research Reviews**, v. 24, n. 2, p. 244–275, 2011.

BOUSSOUF, L. *et al.* Anti-inflammatory, analgesic and antioxidant effects of phenolic compound from Algerian *Mentha rotundifolia* L. leaves on experimental animals. **South African Journal of Botany**, v. 113, p. 77–83, 2017.

BRAVO, L. Polyphenols: Chemistry, Dietary Sources, Metabolism, and Nutritional Significance. **Nutrition Reviews**, v. 56, p. 317–333, 2009.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). **Informe Técnico n. 56, de 6 de fevereiro de 2014**. Esclarecimentos sobre as avaliações de eficácia de alegações de propriedades funcionais para produtos adicionados simultaneamente de fitoesteróis e de ácidos graxos EPA e DHA. Brasil. Brasília, DF, 2014.

BUDHATHOKI, S. *et al.* Association of plasma concentrations of branched-chain amino acids with risk of colorectal adenoma in a large Japanese population. **Annals of Oncology**, v. 28, n. 4, p. 818–823, 2017.

CABRAL, C. E.; KLEIN, M. R. S. T. Phytosterols in the treatment of hypercholesterolemia and prevention of cardiovascular diseases. **Arquivos Brasileiros de Cardiologia**, v. 109, p. 475–482, 2017.

CARABIAS-MARTÍNEZ, R. *et al.* Pressurized liquid extraction in the analysis of food and biological samples. **Journal of Chromatography A**, v. 1089, p. 1–17, 2005.

CARDOSO, B. R. *et al.* Brazil nuts: Nutritional composition, health benefits and safety aspects. **Food Research International**, v. 100, p. 9–18, 2017.

CARVALHO, M. G. *et al.* Avaliação dos parâmetros físicos e nutricionais de amêndoas de sapucaia and castanha-do-gurguéia Material e métodos. **Revista Ciência Agronômica**, v. 39, p. 517–523, 2008.

CAVALCANTE, Í. H. L. *et al.* Gurguéia nut: a new and potential fruit crop. **Comunicata Scientiae**, v. 6, p. 1–9, 2015.

CHANDRASEKARA, N.; SHAHIDI, F. Effect of roasting on phenolic content and antioxidant activities of whole cashew nuts, kernels, and testa. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 59, p. 5006–5014, 2011.

CHANG, S. K. *et al.* Nuts and their co-products: The impact of processing (roasting) on phenolics, bioavailability, and health benefits - A comprehensive review. **Journal of Functional Foods**, v. 26, p. 88–122, 2016.

CHEMAT, F. *et al.* Review of Green Food Processing techniques. Preservation, transformation, and extraction. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 41, p. 357–377, 2017.

CHEN, C.-Y. *et al.* Flavonoids from Almond Skins Are Bioavailable and Act Synergistically with Vitamins C and E to Enhance Hamster and Human LDL Resistance to Oxidation. **The Journal of Nutrition**, v. 135, p. 1366–1373, 2005.

CHENG, M. H.; DIEN, B. S.; SINGH, V. Economics of plant oil recovery: A review. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 18, 2019.

CHESTER, K. *et al.* Bioautography-based Identification of Antioxidant Metabolites of *Solanum nigrum* L. and Exploration Its Hepatoprotective Potential agChester, K. *et al.* (2017) 'Bioautography-based Identification of Antioxidant Metabolites of *Solanum nigrum* L. and Explorati. **Pharmacognosy Magazine**, v. 13, p. 179–188, 2017.

CHUNG, S. Y.; CHAMPAGNE, E. T. Reducing the allergenic capacity of peanut extracts and liquid peanut butter by phenolic compounds. **Food Chemistry**, v. 115, p. 1345–1349, 2009.

CLIFTON, P. M. *et al.* Cholesterol-lowering effects of plant sterol esters differ in milk, yoghurt, bread and cereal. **European Journal of Clinical Nutrition**, v. 58, p. 503–509, 2004.

COSTA, P. A. DA *et al.* Phytosterols and tocopherols content of pulps and nuts of Brazilian fruits. **Food Research International**, v. 43, p. 1603–1606, 2010.

DA SILVA-ARAÚJO, F. D.; DE MOURA, C. V. R.; CHAVES, M. H. Biodiesel metílico de *Dipteryx lacunifera*: Preparação, caracterização e efeito de antioxidantes na estabilidade à oxidação. **Química Nova**, v. 33, p. 1671–1676, 2010.

DA SILVA, R. P. F. F.; ROCHA-SANTOS, T. A. P.; DUARTE, A. C. Supercritical fluid extraction of bioactive compounds. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 76, p. 40–51, 2016.

DAILEY, A.; VUONG, Q. V. Optimum conditions for microwave assisted extraction for recovery of phenolic compounds and antioxidant capacity from macadamia (*Macadamia tetraphylla*) skin waste using water. **Processes**, v. 4, n. 1, 2005.

DAMASCENO, N. R. T. *et al.* Crossover study of diets enriched with virgin olive oil, walnuts or almonds. Effects on lipids and other cardiovascular risk markers. **Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases**, v. 21, p. 14–20, 2011.

DAMASCENO, N. R. T. *et al.* Mediterranean diet supplemented with nuts reduces waist circumference and shifts lipoprotein subfractions to a less atherogenic pattern in subjects at high cardiovascular risk. **Atherosclerosis**, v. 230, p. 347–353, 2013.

DE OLIVEIRA, N. A. *et al.* Composition and physical properties of babassu seed (*Orbignya phalerata*) oil obtained by supercritical CO<sub>2</sub> extraction. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 150, p. 21–29, 2019.

DE SOUSA LEITE, A. T. I. M. *et al.* Pharmacological properties of cashew (*Anacardium occidentale*). **African Journal of Biotechnology**, v. 15, p. 1855–1863, 2016.

DE ZORDI, N. *et al.* The Supercritical carbon dioxide extraction of  $\Omega$ -3,  $\Omega$ -6 lipids and B-sitosterol from Italian walnuts: a central composite design approach. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 127, p. 223–228, 2017.

DELGADO-ZAMARREÑO, M. M. *et al.* Pressurized liquid extraction prior to liquid chromatography with electrochemical detection for the analysis of vitamin e isomers in seeds and nuts. **Journal of Chromatography A**, v. 1056, p. 249–252, 2004.

DEMOLINER, F. *et al.* Sapucaia nut (*Lecythis pisonis* Cambess) and its by-products: A promising and underutilized source of bioactive compounds. Part I: Nutritional composition and lipid profile. **Food Research International**, v. 108, p. 27–34, 2018.

DIAS, J. L. *et al.* Extraction of umbu (*Spondias tuberosa*) seed oil using CO<sub>2</sub>, ultrasound and conventional methods: Evaluations of composition profiles and antioxidant activities. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 145, p. 10–18, 2019.

DILLARD, C. J.; BRUCE GERMAN, J. Phytochemicals: Nutraceuticals and human health. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 80, p. 1744–1756, 2000.

DOS SANTOS, P. *et al.* Supercritical CO<sub>2</sub> extraction of cumbaru oil (*Dipteryx alata* Vogel) assisted by ultrasound: Global yield, kinetics and fatty acid composition. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 107, p. 75–83, 2016.

FARVIN, K. H. S. *et al.* Cardioprotective effect of squalene on lipid profile in isoprenaline-induced myocardial infarction in rats. **Journal of Medicinal Food**, v. 9, p. 531–536, 2006.

FERGUSON, L. R. Role of plant polyphenols in genomic stability. **Mutation Research - Fundamental and Molecular Mechanisms of Mutagenesis**, v. 475, p. 89–111, 2001.

FERNANDES, P.; CABRAL, J. M. S. Phytosterols: Applications and recovery methods. **Bioresource Technology**, v. 98, p. 2335–2350, 2007.

FERREIRA, S. R. S.; MEIRELES, M. A. A. Modeling the supercritical fluid extraction of black pepper (*Piper nigrum* L.) essential oil. **Journal of Food Engineering**, v. 54, p. 263–269, 2002.

FERRO, D. M. *et al.* Integrated extraction approach to increase the recovery of antioxidant compounds from *Sida rhombifolia* leaves. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 149, p. 10–19, 2019.



FRAGA, C. G. *et al.* Basic biochemical mechanisms behind the health benefits of polyphenols. **Molecular Aspects of Medicine**, v. 31, p. 435–445, 2010.

FREITAS, J. B.; NAVES, M. M. V. Composição química de nozes e sementes comestíveis e sua relação com a nutrição. **Revista de Nutrição**, v. 23, p. 269–279, 2010.

FU, L.; LU, W. Q.; ZHOU, X. M. Phenolic Compounds and *In Vitro* Antibacterial and Antioxidant Activities of Three Tropic Fruits: Persimmon, Guava, and Sweetsop. **BioMed Research International**, v. 2016, 2016.

GARÇON, N.; VAUGHN, D. W.; DIDIERLAURENT, A. M. Development and evaluation of AS03, an Adjuvant System containing  $\alpha$ -tocopherol and squalene in an oil-in-water emulsion. **Expert Review of Vaccines**, v. 11, p. 349–366, 2012.

GROSSO, G. *et al.* Nut consumption on all-cause, cardiovascular, and cancer mortality risk: A systematic review and meta-analysis of epidemiologic studies. **American Journal of Clinical Nutrition**, v. 101, p. 783–793, 2015.

GUINDANI, C. *et al.* Valorization of chia (*Salvia hispanica*) seed cake by means of supercritical fluid extraction. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 112, p. 67–75, 2016.

HERRERO, M. *et al.* Supercritical fluid extraction: Recent advances and applications. **Journal of Chromatography A**, v. 1217, p. 2495–2511, 2010.

HERRERO, M. *et al.* Compressed fluids for the extraction of bioactive compounds. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 43, p. 67–83, 2013.

HILBIG, J. *et al.* Aqueous extract from pecan nut [*Carya illinoensis* (Wangenh) C. Koch] shell show activity against breast cancer cell line MCF-7 and Ehrlich ascites tumor in Balb-C mice. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 211, p. 256–266, 2018.

HU, B. *et al.* Optimization of microwave-assisted extraction of oil from tiger nut (*Cyperus esculentus* L.) and its quality evaluation. **Industrial Crops and Products**, v. 115, p. 290–297, 2018.

IGNAT, I.; VOLF, I.; POPA, V. I. A critical review of methods for characterisation of polyphenolic compounds in fruits and vegetables. **Food Chemistry**, v. 126, p. 1821–1835, 2011.

ISLAM, M. A. *et al.* Phytosterol Determination and Method Validation for Selected Nuts and Seeds. **Food Analytical Methods**, v. 10, p. 3225–3234, 2017.

INC, **Releases 2021/2022 Statistical Yearbook**. Disponível em: <https://inc.nutfruit.org/inc-releases-2021-2022-statistical-yearbook/>. Acesso em: 04 de fevereiro de 2023.

JENKINS, D. J. A. *et al.* Almonds Reduce Biomarkers of Lipid Peroxidation in Older Hyperlipidemic Subjects. **The Journal of Nutrition**, v. 138, p. 908–913, 2008.

JOHN, J. A.; SHAHIDI, F. Phenolic compounds and antioxidant activity of Brazil nut (*Bertholletia excelsa*). **Journal of Functional Foods**, v. 2, p. 196–209, 2010.

JOKIC, S. *et al.* Hazelnut oil production using pressing and supercritical CO<sub>2</sub> extraction. **Hemjska industrija**, v. 70, n. 4, p. 359–366, 2016.

JONNALA, R. S.; DUNFORD, N. T.; CHENAULT, K. Nutritional Composition of Genetically Modified Peanut Varieties. **Journal of Food Science**, v. 70, p. S254–S256, 2006.

KAMEL, B. S.; KAKUDA, Y. **Technological Advances in Improved and Alternative Sources of Lipids**. Hong Kong: [s.n.].

KAPARTHI, R.; CHARI, K. S. Solubilities of vegetable oils in aqueous ethanol and ethanol-hexane mixtures. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 36, n. 2, p. 77–80, 1959.

KARAKAYA, S. Bioavailability of phenolic compounds. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 44, p. 453–464, 2004.

KARTIKA, A. I.; PONTALIER, P. Y.; RIGAL, L. Twin-screw extruder for oil processing of sunflower seeds: Thermo-mechanical pressing and solvent extraction in a single step. **Industrial Crops and Products**, v. 32, p. 297–304, 2010.

KELLETT, M. E. *et al.* Cellular evaluation of the antioxidant activity of U.S. Pecans [*Carya illinoensis* (Wangenh.) K. Koch]. **Food Chemistry**, v. 293, p. 511–519, 2019.

KHANNA, S. *et al.* Characterization of the potent neuroprotective properties of the natural vitamin E  $\alpha$ -tocotrienol. **Journal of Neurochemistry**, v. 98, p. 1474–1486, 2006.

KENDALL, C. W. C. *et al.* The glycemic effect of nut-enriched meals in healthy and diabetic subjects. **Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases**, v. 21, p. S34–S39, 2011.

KHANNA, S. *et al.* Characterization of the potent neuroprotective properties of the natural vitamin E  $\alpha$ -tocotrienol. **Journal of Neurochemistry**, v. 98, n. 5, p. 1474–1486, 2006.

KNAZE, V. *et al.* Intake estimation of total and individual flavan-3-ols, proanthocyanidins and theaflavins, their food sources and determinants in the European Prospective Investigation into Cancer and Nutrition (EPIC) study. **British Journal of Nutrition**, v. 108, n. 6, p. 1095–1108, 2012.

KOCHAR, J.; GAZIANO, J. M.; DJOUSSÉ, L. Nut consumption and risk of type II diabetes in the Physicians Health Study. **European Journal of Clinical Nutrition**, v. 64, n. 1, p. 75–79, 2010.

KOHNO, Y. *et al.* Kinetic study of quenching reaction of singlet oxygen and scavenging reaction of free radical by squalene in n-butanol. **Biochimica et Biophysica Acta (BBA)/Lipids and Lipid Metabolism**, v. 1256, p. 52–56, 1995.

KROON, P. A.; WILLIAMSON, G. Hydroxycinnamates in plants and food: Current and future perspectives. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 79, p. 355–361, 1999.

KÜÇÜKÖNER, E.; YURT, B. Some chemical characteristics of *Pistacia vera* varieties produced in Turkey. **European Food Research and Technology**, v. 217, p. 308–310, 2003.

KUMAR, V. *et al.* Amino acids distribution in economical important plants: a review. **Biotechnology Research and Innovation**, 2019.

LASEKAN, O.; ABDULKARIM, S. M. Extraction of oil from tiger nut (*Cyperus esculentus* L.) with supercritical carbon dioxide (SC-CO<sub>2</sub>). **LWT - Food Science and Technology**, v. 47, n. 2, p. 287–292, 2012.

LEE, Y. J. *et al.* Nut consumption has favorable effects on lipid profiles of Korean women with metabolic syndrome. **Nutrition Research**, v. 34, n. 9, p. 814–820, 2014.

LEI, L. *et al.* Flavan-3-ols consumption and cancer risk: A meta-analysis of epidemiologic studies. **Oncotarget**, v. 7, n. 45, p. 73573–73592, 2016.

LEMONS, M. R. B. *et al.* The effect of roasting on the phenolic compounds and antioxidant potential of baru nuts [*Dipteryx alata* Vog.]. **Food Research International**, v. 48, p. 592–597, 2012.

LEO, L. *et al.* Supercritical carbon dioxide extraction of oil and  $\alpha$ -tocopherol from almond seeds. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 85, p. 2167–2174, 2005.

LIU, R. H. Potential Synergy of Phytochemicals in Cancer Prevention: Mechanism of Action. **The Journal of Nutrition**, v. 134, n. 12, p. 3479S–3485S, 2004.

LIU, Y. *et al.* Influence of squalene feeding on plasma leptin, testosterone & blood pressure in rats. **Indian Journal of Medical Research**, v. 129, p. 150–153, 2009.

LOZANO-GRANDE, M. A. *et al.* Plant Sources, Extraction Methods, and Uses of Squalene. **International Journal of Agronomy**, v. 2018, 2018.

LUO, C. *et al.* Nut consumption and risk of type 2 diabetes, cardiovascular disease, and all-cause mortality: a systematic review and meta-analysis. **American Journal of Clinical Nutrition**, v. 100, p. 256–269, 2014.

MAGUIRE, L. S. *et al.* Fatty acid profile, tocopherol, squalene and phytosterol content of walnuts, almonds, peanuts, hazelnuts and the macadamia nut. **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, v. 55, n. 3, p. 171–178, 2004.

MAH, E. *et al.* Cashew consumption reduces total and LDL cholesterol : a. **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 105, p. 1070–1078, 2017.

MANACH, C. *et al.* Bioavailability and bioefficacy of polyphenols in humans. I. Review of 97 bioavailability studies. **The American journal of clinical nutrition**, v. 81, p. 230–242, 2005.

MANGOLD, H. K. Extraction with supercritical fluids: A progress report from Germany. **Journal of the American Oil Chemists Society**, v. 59, p. 673A–674A, 1982.

MARCHINI, J. S. *et al.* Métodos Atuais De Investigação Do Metabolismo Protéico: Aspectos Básicos E Estudos Experimentais E Clínicos. **Medicina (Ribeirao Preto. Online)**, v. 31, n. 1, p. 22, 1998.

MARTÍNEZ, M. L.; MATTEA, M. A.; MAESTRI, D. M. Pressing and supercritical carbon dioxide extraction of walnut oil. **Journal of Food Engineering**, v. 88, n. 3, p. 399–404, 2008.

MARTINS, N.; BARROS, L.; FERREIRA, I. C. F. R. In vivo antioxidant activity of phenolic compounds: Facts and gaps. **Trends in Food Science and Technology**, v. 48, p. 1–12, 2016

MATTHÄUS, B. Utilization of high-oleic rapeseed oil for deep-fat frying of French fries compared to other commonly used edible oils. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 108, p. 200–211, 2006.

MCTI, 2022. Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação. Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE). **A área de vegetação nativa suprimida no bioma Cerrado no ano de 2022 foi de 10.688,73 km<sup>2</sup>**. Disponível em: <https://www.gov.br/inpe/pt-br/assuntos/ultimas-noticias/a-area-de-vegetacao-nativa-suprimida-no-bioma-cerrado-no-ano-de-2022-foi-de-10-688-73-km2>. Acesso em: 04 de fevereiro de 2023.

MENDES, F. N.; SILVEIRA, E. R. Fatty acids, sesqui- and diterpenoids from seeds of *Dipteryx lacunifera*. **Phytochemistry**, v. 35, n. 6, p. 1499–1503, 1994.

MENDONÇA, R. D. *et al.* Total polyphenol intake, polyphenol subtypes and incidence of cardiovascular disease: The SUN cohort study. **Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases**, v. 29, n. 1, p. 69–78, 2019.

MERKEN, H. M.; BEECHER, G. R. Measurement of food flavonoids by high-performance liquid chromatography: A review. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 48, n. 3, p. 577–599, 2000.

MIRZADEH, M.; ARIANEJAD, M. R.; KHEDMAT, L. Antioxidant, antiradical, and antimicrobial activities of polysaccharides obtained by microwave-assisted extraction method: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 229, p. 115421, 2020.

MOGHADASIAN, M. H.; SHAHIDI, F. **Fatty Acids. Second Edition**. [s.l.] Elsevier, 2016. v. 3

MOHAMMADI-SARTANG. Effects of walnuts consumption on vascular endothelial function in humans: A systematic review and meta-analysis of randomized controlled trials. **Clinical Nutrition**, v. 28, p. 52–58, 2018.

MOREAU, R. A. *et al.* Phytosterols and their derivatives: Structural diversity, distribution, metabolism, analysis, and health-promoting uses. **Progress in Lipid Research**, v. 70, p. 35–61, 2018.

MOREAU, R. A.; WHITAKER, B. D.; HICKS, K. B. Phytosterols, phytosterols, and their conjugates in foods: Structural diversity, quantitative analysis, and health-promoting uses. **Progress in Lipid Research**, v. 41, p. 457–500, 2002.

MOREDA-PIÑEIRO, J.; MOREDA-PIÑEIRO, A. Combined assisted extraction techniques as green sample pre-treatments in food analysis. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 118, p. 1–18, 2019.

MORGAN, W. A.; CLAYSHULTE, B. J. Pecans lower low-density lipoprotein cholesterol in people with normal lipid levels. **Journal of the American Dietetic Association**, 2000.

MUSTAFA, A.; TURNER, C. Pressurized liquid extraction as a green approach in food and herbal plants extraction: A review. **Analytica Chimica Acta**, v. 703, n. 1, p. 8–18, 2011.

NACZK, M. *et al.* Protein Precipitating Capacity of Crude Canola Tannins: Effect of pH, Tannin, and Protein Concentrations. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 44, n. 8, p. 2144–2148, 1996.

NACZK, M.; SHAHIDI, F. Extraction and analysis of phenolics in food. **Journal of Chromatography A**, v. 1054, n. 1–2, p. 95–111, 2004.

NACZK, M.; SHAHIDI, F. Phenolics in cereals, fruits and vegetables: Occurrence, extraction and analysis. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, v. 41, n. 5, p. 1523–1542, 2006.

NAURATO, N. *et al.* Interaction of tannin with human salivary histatins. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 47, n. 6, p. 2229–2234, 1999.

NEIL, C. E. O.; NICKLAS, T. A.; III, V. L. F. Tree Nut Consumption Is Associated with Better Nutrient Adequacy and Diet Quality in Adults: National Health and Nutrition Examination Survey 2005–2010. **Nutrients**, v. 7, p. 595–607, 2015.

NETO, R. F. *et al.* Características biométricas de mudas de castanha-do-gurguéia em função de calagem e NPK. **Revista Ciencia Agronomica**, v. 42, n. 4, p. 940–949, 2011.

NICHENAMETLA, S. N. *et al.* A review of the effects and mechanisms of polyphenolics in cancer. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 46, n. 2, p. 161–183, 2006.

NIMET, G. *et al.* Extraction of sunflower (*Heliantus annuus* L.) oil with supercritical CO<sub>2</sub> and subcritical propane: Experimental and modeling. **Chemical Engineering Journal**, v. 168, n. 1, p. 262–268, 2011.

O'NEIL, C. E.; FULGONI, V. L.; NICKLAS, T. A. Tree Nut consumption is associated with better adiposity measures and cardiovascular and metabolic syndrome health risk factors in U.S. Adults: NHANES 2005-2010. **Nutrition Journal**, v. 14, n. 1, p. 4–11, 2015.

ODABAŞ, H. İ.; KOCA, I. Application of response surface methodology for optimizing the recovery of phenolic compounds from hazelnut skin using different extraction methods. **Industrial Crops and Products**, v. 91, p. 114–124, 2016.

OREM, A. *et al.* Hazelnut-enriched diet improves cardiovascular risk biomarkers beyond a lipid-lowering effect in hypercholesterolemic subjects. **Journal of Clinical Lipidology**, v. 7, n. 2, p. 123–131, 2013.

OTHMAN, Z. A. *et al.* Phenolic compounds and the anti-atherogenic effect of bee bread in high-fat diet-induced obese rats. **Antioxidants**, v. 9, n. 1, p. 1–12, 2020.

P. JESUS, S. *et al.* A Simplified Model to Describe the Kinetic Behavior of Supercritical Fluid Extraction from a Rice Bran Oil Byproduct. **Food and Public Health**, v. 3, n. 4, p. 215–222, 2013.

PENGDEE, C.; SRITULARAK, B.; PUTALUN, W. Optimization of microwave-assisted extraction of phenolic compounds in *Dendrobium formosum* Roxb. ex Lindl. and glucose uptake activity. **South African Journal of Botany**, v. 132, p. 423–431, 2020.

PEREIRA, C. G.; MEIRELES, M. A. A. Supercritical fluid extraction of bioactive compounds: Fundamentals, applications and economic perspectives. **Food and Bioprocess Technology**, v. 3, n. 3, p. 340–372, 2010.

PÉREZ-JIMÉNEZ, J. *et al.* Identification of the 100 richest dietary sources of polyphenols: An application of the Phenol-Explorer database. **European Journal of Clinical Nutrition**, v. 64, p. S112–S120, 2010.

POLICARPI, P. DE B. *et al.* Nutritional potential, chemical profile and antioxidant activity of Chichá (*Sterculia striata*) nuts and its by-products. **Food Research International**, v. 106, n. December 2017, p. 736–744, 2018.

POLMANN, G. *et al.* Enzyme-assisted aqueous extraction combined with experimental designs allows the obtaining of a high-quality and yield pecan nut oil. **Lwt**, p. 108283, 2019.

POTRICH, E. *et al.* Replacing hexane by ethanol for soybean oil extraction: Modeling, simulation, and techno-economic-environmental analysis. **Journal of Cleaner Production**, v. 244, p. 118660, 2020.

PRADO, A. C. P. DO *et al.* Relationship between antioxidant properties and chemical composition of the oil and the shell of pecan nuts [*Carya illinoensis* (Wangenh) C. Koch]. **Industrial Crops and Products**, v. 45, p. 64–73, 2013.

PRASAD, K. Tocotrienols and Cardiovascular Health. **Current Pharmaceutical Design**, v. 17, n. 21, p. 2147–2154, 2011.

QUEIROGA-NETO, V. *et al.* Partial evaluation of *Dipteryx lacunifera* seed kernel as a nutritional food: Evaluación parcial de la almendra del fruto de *Dipteryx lacunifera* como alimento nutritivo. **CYTA - Journal of Food**, v. 7, n. 1, p. 23–29, 2009.

QUEIROGA NETO, V.; BORA, P. S.; QUEIROGA, K. F. *Dipteryx lacunifera* seed oil: Characterization and thermal stability. **Ciencia e Agronomia**, v. 33, p. 1601–1607, 2009.

RABADÁN, A. *et al.* Influence of temperature in the extraction of nut oils by means of screw pressing. **Lwt**, v. 93, n. March, p. 354–361, 2018.

RACETTE, S. B. *et al.* Dose effects of dietary phytosterols on cholesterol metabolism: A controlled feeding study. **American Journal of Clinical Nutrition**, v. 91, n. 1, p. 32–38, 2010.

RIBAS, S. A. *et al.* Phytosterol-enriched milk lowers LDL-cholesterol levels in Brazilian children and adolescents: Double-blind, cross-over trial. **Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases**, v. 27, n. 11, p. 971–977, 2017.

- RIBEIRO, F. S. C.; SOUZA, V. A. B.; LOPES, Â. C. A. Physical characteristics and chemical-nutritional composition of the castanheira-do-gurguéia fruit (*Dipteryx lacunifera* Ducke). **Revista Ciencia Agronomica**, v. 43, n. 2, p. 301–311, 2012.
- ROBBINS, R. J. Phenolic acids in foods: An overview of analytical methodology. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, n. 10, p. 2866–2887, 2003.
- RODRIGUES, A. P. *et al.* Chemical Composition and Antioxidant Activity of Monguba (*Pachira aquatica*) Seeds. *Food Research International*, v. 121, n. May 2018, p. 880–887, 2019.
- RUDKE, A. R. *et al.* Optimization of green PLE method applied for the recovery of antioxidant compounds from buriti (*Mauritia flexuosa* L.) shell. **Food Chemistry**, v. 298, p. 125061, 2019.
- SAINI, R. K.; KEUM, Y. S. Tocopherols and tocotrienols in plants and their products: A review on methods of extraction, chromatographic separation, and detection. **Food Research International**, v. 82, p. 59–70, 2016.
- SALDEEN, K.; SALDEEN, T. Importance of tocopherols beyond  $\alpha$ -tocopherol: Evidence from animal and human studies. **Nutrition Research**, v. 25, n. 10, p. 877–889, 2005.
- SALGIN, S.; SALGIN, U. Supercritical fluid extraction of walnut kernel oil. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 108, n. 7, p. 577–582, 2006.
- SALVADOR, A. A. *et al.* Increasing the value of pecan nut [*Carya illinoensis* (Wangenh) C. Koch] cake by means of oil extraction and antioxidant activity evaluation. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 116, p. 215–222, 2016.
- SAMPAIO NETO, O. Z.; BATISTA, E. A. C.; MEIRELLES, A. J. DE A. The employment of ethanol as solvent to extract Brazil nut oil. **Journal of Cleaner Production**, v. 180, p. 866–875, 2018.
- SANCHEZ-REINOSO, Z. *et al.* Microwave-assisted extraction of phenolic compounds from Sacha Inchi shell: Optimization, physicochemical properties and evaluation of their antioxidant activity. **Chemical Engineering and Processing - Process Intensification**, v. 153, p. 107922, 2020.
- SANTOS, O. V. *et al.* Chemical evaluation and thermal behavior of Brazil nut oil obtained by different extraction processes. **Food Research International**, v. 47, n. 2, p. 253–258, 2012.
- SANTOS, O. V. *et al.* Comparative parameters of the nutritional contribution and functional claims of Brazil nut kernels, oil and defatted cake. **Food Research International**, v. 51, n. 2, p. 841–847, 2013.
- SAUDER, K. A. *et al.* Effects of pistachios on the lipid/lipoprotein profile, glycemic control, inflammation, and endothelial function in type 2 diabetes: A randomized trial. **Metabolism: Clinical and Experimental**, v. 64, n. 11, p. 1521–1529, 2015.
- SATHE, S. K. Solubilization and electrophoretic characterization of cashew nut (*Anacardium occidentale*) proteins. **Food Chemistry**, v. 51, n. 3, p. 319–324, 1994.

SCALBERT, A.; WILLIAMSON, G. Chocolate: Modern Science Investigates an Ancient Medicine Dietary Intake and Bioavailability of Polyphenols 1. **Society**, p. 2073–2085, 2000.

SENA-MORENO, E. *et al.* Differences in Oils from Nuts Extracted by Means of Two Pressure Systems. **International Journal of Food Properties**, v. 19, n. 12, p. 2750–2760, 2016.

SHAH, S. J.; SYLVESTER, P. W. c-Tocotrienol Inhibits Neoplastic Mammary Epithelial Cell Proliferation by Decreasing Akt and Nuclear Factor  $\kappa$ B Activity Experimental Biology and Medicine. **Experimental Biology and Medicine**, p. 235–241, 2016.

SHAHIDI, F. *et al.* Phenolic compounds in agri-food by-products, their bioavailability and health effects. **Journal of Food Bioactives**, v. 5, p. 57–119, 2019.

SHAHIDI, F.; AMBIGAIPALAN, P. Phenolics and polyphenolics in foods, beverages and spices: Antioxidant activity and health effects - A review. **Journal of Functional Foods**, v. 18, p. 820–897, 2015.

SHAHIDI, F.; PENG, H. Bioaccessibility and bioavailability of phenolic compounds. **Journal of Food Bioactives**, v. 4, p. 11–68, 2018.

SHAHIDI, F.; SENADHEERA, R. Encyclopedia of Food Chemistry: Protein–Phenol Interactions. [s.l.] Elsevier, 2018. v. 2

SHAHIDI, F.; YEO, J. D. Insoluble-bound phenolics in food. **Molecules**, v. 21, n. 9, 2016.

SHAHIDI, F.; ZHONG, Y. JUN. Lipid oxidation and improving the oxidative stability. **Chemical Society Reviews**, v. 39, n. 11, p. 4067–4079, 2010.

SHAHZAD, N. *et al.* Phytosterols as a natural anticancer agent: Current status and future perspective. **Biomedicine and Pharmacotherapy**, v. 88, p. 786–794, 2017.

SHIN, D. H. *et al.* Amaranth squalene reduces serum and liver lipid levels in rats fed a cholesterol diet. **British Journal of Biomedical Science**, v. 61, n. 1, p. 11–14, 2004.

SIHVONEN, M. *et al.* Advances in supercritical carbon dioxide technologies. **Trends in Food Science and Technology**, v. 10, n. 6–7, p. 217–222, 1999.

SILVA JUNIOR, C. A. DA *et al.* Remote sensing for updating the boundaries between the Brazilian Cerrado-Amazonia biomes. **Environmental Science & Policy**, p. 1–10, 2019.

SINGH, B. N. *et al.* Polyphenolics from various extracts/fractions of red onion (*Allium cepa*) peel with potent antioxidant and antimutagenic activities. **Food and Chemical Toxicology**, v. 47, n. 6, p. 1161–1167, 2009.

SIQUEIRA, E. M. DE A. *et al.* Consumption of baru seeds [*Dipteryx alata* Vog.], a Brazilian savanna nut, prevents iron-induced oxidative stress in rats. **Food Research International**, v. 45, n. 1, p. 427–433, 2012.



SMITH, T. J. Squalene: Potential chemopreventive agent. **Expert Opinion on Investigational Drugs**, v. 9, n. 8, p. 1841–1848, 2000.

SOBEH, M. *et al.* Phenolic compounds from *Syzygium jambos* (*Myrtaceae*) exhibit distinct antioxidant and hepatoprotective activities *in vivo*. **Journal of Functional Foods**, v. 41, p. 223–231, 2018.

SOUZA, M. Q. *et al.* Molecular evaluation of anti-inflammatory activity of phenolic lipid extracted from cashew nut shell liquid (CNSL). **BMC Complementary and Alternative Medicine**, v. 18, n. 1, p. 1–11, 2018.

SRIVASTAVA, S.; SREERAMA, Y. N.; DHARMARAJ, U. Effect of processing on squalene content of grain amaranth fractions. **Journal of Cereal Science**, v. 100, n. March, p. 103218, 2021.

SSONKO, U.; XIA, W. Food phenolics, pros and cons: A review. **Food Reviews International**, v. 21, n. 4, p. 367–388, 2005.

TAKEMOTO, E. *et al.* Composição química da semente e do óleo de baru (*Dipteryx alata* Vog .) nativo do Município de Pirenópolis , Estado de Goiás 1 Chemical composition of seeds and oil of baru (*Dipteryx alata* Vog .) native from Pirenópolis, State of Goiás, **Brazil. Rev. Inst. Adolfo Lutz**, v. 60, n. 2, p. 113–117, 2001.

TAO, W. W. *et al.* Antithrombotic phenolic compounds from *Glycyrrhiza uralensis*. **Fitoterapia**, v. 83, n. 2, p. 422–425, 2012.

TARHAN, İ. A new and rapid analysis method for the most important herbal squalene source: Comparison of UV–visible, fluorescence, and FTIR techniques for the quantification of squalene in amaranth seed oil. **Microchemical Journal**, v. 168, 2021.

TEIXEIRA, G. L. *et al.* Assessment of subcritical propane, supercritical CO<sub>2</sub> and Soxhlet extraction of oil from sapucaia (*Lecythis pisonis*) nuts. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 133, n. September 2017, p. 122–132, 2018.

USLU, N.; ÖZCAN, M. M. Effect of microwave heating on phenolic compounds and fatty acid composition of cashew (*Anacardium occidentale*) nut and oil. **Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences**, v. 18, n. 3, p. 344–347, 2019.

VASQUEZ, W. V. *et al.* Supercritical carbon dioxide extraction of oil and minor lipid compounds of cake byproduct from Brazil nut (*Bertholletia excelsa*) beverage production. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 171, n. November 2020, p. 105188, 2021.

VENKATACHALAN, M.; SATHE, S. K. Chemical composition of selected edible nut seeds. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 54, n. 13, p. 4705–4714, 2006.

VIEIRA, G. M. *et al.* Terpenos e ácidos graxos de *Dipteryx lacunifera* Ducke. **Quimica Nova**, v. 30, n. 7, p. 1658–1662, 2007.

WILLIAMS, C. A.; GRAYER, R. J. Anthocyanins and other flavonoids. **Natural Product Reports**, v. 21, n. 4, p. 539–573, 2004.

ZHANG, Q. A. *et al.* Optimization of SC-CO<sub>2</sub> extraction of oil from almond pretreated with autoclaving. **LWT - Food Science and Technology**, v. 42, n. 9, p. 1530–1537, 2009.

ZHUANG, X. *et al.* The effect of alternative solvents to n-hexane on the green extraction of Litsea cubeba kernel oils as new oil sources. **Industrial Crops and Products**, v. 126, p. 340–346, 2018.

ZOUGAGH, M.; VALCÁRCEL, M.; RÍOS, A. Supercritical fluid extraction: A critical review of its analytical usefulness. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 23, n. 5, p. 399–405, 2004.

**CAPÍTULO 2: COMPOSIÇÃO NUTRICIONAL DA CASTANHA DO GURGUÉIA E  
EFEITO DA SIMULAÇÃO DA DIGESTÃO GASTROINTESTINAL *IN VITRO*  
SOBRE O PERFIL DE COMPOSTOS FENÓLICOS E POTENCIAL  
ANTIOXIDANTE**

## RESUMO

A castanha do gurguéia (*Dipteryx lacunifera* Ducke) é uma oleaginosa nativa do Cerrado brasileiro. Apesar do seu potencial nutricional e econômico, a castanha do gurguéia é uma matéria-prima pouco explorada. O objetivo deste estudo foi investigar a composição nutricional, carboidratos e ácidos orgânicos da castanha do gurguéia. Além disso, o perfil de compostos fenólicos e o potencial antioxidante (CRT: Capacidade redutora total; CUPRAC: potencial antioxidante redutor do íon cúprico; DPPH: Captura do radical DPPH; FRAP: potencial antioxidante redutor férrico; IPL: Inibição da peroxidação lipídica) da castanha do gurguéia *in natura* (GI) e torrada (GT) avaliados antes e após a simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*. A castanha do gurguéia apresentou maiores teores lipídios (45,76 g 100 g<sup>-1</sup>) e carboidratos (30,98 g 100 g<sup>-1</sup>), sendo a celobiose (1438,68 mg 100 g<sup>-1</sup>) e a sacarose (768,60 mg 100 g<sup>-1</sup>) os principais carboidratos. O principal ácido orgânico identificado foi ácido tartárico (678,15 g 100 g<sup>-1</sup>). Os principais compostos fenólicos na GI e GT foram, principalmente, o ácido gálico (5966,18-3836,05 mg L<sup>-1</sup>), seguido do ácido ferúlico (146,69-242,68 mg L<sup>-1</sup>) e o ácido sinápico (169,04-169,17 mg L<sup>-1</sup>). O maior potencial antioxidante foi na GT para os métodos CRT (23,73-24,86 mg QE 100 g<sup>-1</sup>), DPPH (82,84-84,37%), FRAP (891,94-927,88 mg ASC 100 g<sup>-1</sup>) e IPL (68,91-69,31%). A maioria dos compostos fenólicos e do potencial antioxidante nas amostras GI e GT apresentaram uma correlação positivas alta e moderada com exceção para ácido ferúlico, epicatequina, ácido sinápico e o método CTR. Os maiores teores de compostos fenólicos foram encontrados principalmente na fase gástrica da simulação da digestão gastrointestinal. Os ácidos caféico (97,7%), pinobanksin (94,1%) e clorogênico (91,7%) apresentaram o maior índice de bioacessibilidade (IB) para a amostra GI. Os resultados obtidos indicaram que a torrefação aumentou o teor dos compostos fenólicos e o potencial antioxidante da castanha do gurguéia, porém, diminuiu o IB, quando comparado com a castanha *in natura*. Os dados obtidos indicam que a castanha do gurguéia é uma matéria-prima promissora para a indústria alimentícia. Além disso, pode estimular a produção e consumo desse tipo de castanha levando desenvolvimento econômico para as regiões produtoras.

**Palavras-chave:** Composição química; Potencial antioxidante; Compostos fenólicos; Torrefação; Índice de Bioacessibilidade.

## 2.1 INTRODUÇÃO

A torrefação de castanhas e nozes por calor seco melhora o sabor e a textura destes produtos. As castanhas e nozes também podem ser utilizadas como ingredientes de produtos de confeitaria ou para a produção de óleos, doces, e produtos para substituir alimentos à base de leite e carnes. A castanha de caju e a castanha do Brasil são castanhas nativas brasileiras e estão entre as mais produzidas no mundo. Entretanto, em função da sua biodiversidade muitas castanhas nativas do Brasil e com potencial para exploração são pouco conhecidas, produzidas e comercializadas. A castanha do gurguéia (*Dipteryx lacunifera* Ducke) se distribui no Nordeste do Brasil, principalmente nos Cerrados do sul e centro sul do Piauí e Maranhão onde é muito apreciada e consumida pelos habitantes desta região (RIBEIRO; SOUZA; LOPES, 2012). A castanha do gurguéia é comercializada em feiras livres nas regiões onde é cultivada, consumida na forma torrada e utilizada na produção de doces e confeitaria. Entretanto, ainda é muito pouco conhecida no restante do Brasil (VIEIRA *et al.*, 2007). O conhecimento a respeito desta matéria prima pode estimular a sua produção e comercialização em outras regiões do país gerando o crescimento da atividade econômica na região e aumentando a renda familiar para as comunidades extrativistas (QUEIROGA NETO *et al.*, 2009).

O consumo de nozes e castanhas em quantidades adequadas tem sido associado a benefícios para a saúde e prevenção de doenças. Por este motivo os órgãos internacionais de saúde e nutrição recomendam a inclusão de castanhas e nozes em dietas saudáveis (CHANG *et al.*, 2016; LIU, 2004). Essas matérias-primas oleaginosas são ricas em ácidos graxos insaturados como o ácido oleico e linoléico, proteínas, fibras, vitaminas (ácido fólico, niacina, vitamina B6) e minerais (cálcio, magnésio e potássio). Além disto, estes alimentos contêm outros compostos bioativos como os fitosteróis, tocoferóis e compostos fenólicos (ALASALVAR; BOLLING, 2015; BOLLING *et al.*, 2011; CHANG *et al.*, 2016; SHAHIDI *et al.*, 2019).

As principais classes de compostos fenólicos que estão presentes nas castanhas e nozes são os ácidos fenólicos, flavonóides, lignina, taninos hidrolisáveis e proantocianidinas (taninos condensados). Também é comum encontrar na sua composição derivados de estilbenos, lignanas cumarínicas, aldeídos fenólicos, fitatos, tirossóis, fitoestrógenos e éster fenético do ácido caféico (ALASALVAR; SALVADÓ; ROS, 2020; JOHN; SHAHIDI, 2010; VENKATACHALAN; SATHE, 2006). Os flavonóides são geralmente encontrados como glicosídeos conjugados solúveis ligados por um grupo OH (O-glicosídeos) ou ligações carbono-carbono (C-glicosídeos). As nozes apresentam um alto teor de ácidos fenólicos e em nozes e

castanhas torradas as formas insolúveis destes ácidos apresentam potencial antioxidante significativamente maior quando comparados com os fenólicos conjugados livres e solúveis (CHANDRASEKARA; SHAHIDI, 2011; CHANG *et al.*, 2016; DI STASIO *et al.*, 2020). Amêndoas, avelãs, castanha do Brasil, castanha de caju, nozes e pistaches são ricos em flavonóides, isoflavonas, lignanas, fitoestrogênios e proantocianidinas (ALASALVAR; SALVADÓ; ROS, 2020).

O consumo de polifenóis presentes em alimentos tem sido associado a prevenção de doenças como a diabetes tipo 2, câncer, doenças cardiovasculares e neurodegenerativas como Alzheimer, epilepsia e doença de Parkinson (REHMAN *et al.*, 2018; YAMAGATA, 2019). Desta forma a extração de polifenóis de matérias-primas inexploradas representa uma nova fonte econômica e sustentável de compostos bioativos que podem ter alto valor biológico para nutrição humana. A ação dos compostos fenólicos no organismo depende da sua bioacessibilidade e biodisponibilidade.

A bioacessibilidade dos compostos fenólicos depende da sua extração da matriz alimentar e solubilização no processo de digestão gastrointestinal. A estrutura destes compostos presentes nos alimentos e a interação entre eles; o pH, o tipo de processamento, e a composição química do alimento também interferem na bioacessibilidade. Além disto a microbiota intestinal, que é o conjunto de micro-organismos que povoam o trato gastrointestinal, também interfere na bioacessibilidade destes compostos (SAURA-CALIXTO; SERRANO; GOÑI, 2007). A parte dessa fração que é absorvida pelos enterócitos e atinge a corrente sanguínea é chamada de fração biodisponível (FLYNN, 2007). Os compostos fenólicos passam por transformações estruturais durante a digestão gastrointestinal devido à ação das enzimas digestivas, pH do meio e da ação da microbiota do cólon (MARÍN *et al.*, 2015). Para apresentar bioatividade as moléculas devem ser metabolizadas no trato gastrointestinal e atingir a circulação sanguínea em um estado bioquimicamente ativo. Apesar das evidências consistentes das propriedades bioativas dos compostos fenólicos após essas transformações, ainda há informações conflitantes sobre os mecanismos envolvidos na absorção e metabolismo dos polifenóis (ATTRI *et al.*, 2017). O estudo do metabolismo dos polifenóis é fundamental para determinar quais compostos são melhor absorvidos pelo corpo humano e quais levam à formação de metabólitos bioativos (MARÍN *et al.*, 2015). Métodos em *in vitro* são uma boa forma de simular a digestão no trato gastrointestinal sem envolver a morte de animais ou abordagens cirúrgicas invasivas em humanos. Os ensaios de intervenção *in vivo* além de difíceis execução, são muitas vezes inadequados e caros ou não são justificáveis do ponto de vista ético.

Por estas razões, modelos *in vitro* têm sido usados por muitas décadas para simular a digestão dos alimentos (BRODKORB *et al.*, 2019).

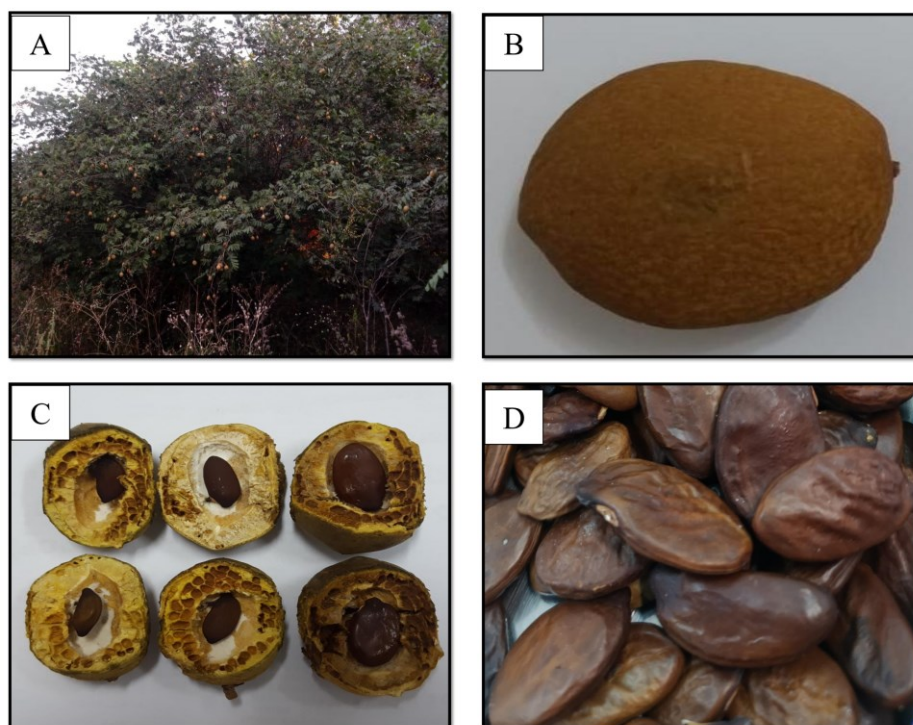
O presente trabalho teve como objetivo investigar a composição nutricional, em carboidratos individuais e ácidos orgânicos da castanha do gurguéia. Além disso foi estudado o efeito da simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* da castanha do gurguéia *in natura* e torrada sobre o perfil de compostos fenólicos e potencial antioxidante.

## 2.2 MATERIAL E MÉTODOS

### 2.2.1 Amostras

Na Figura 2.1 mostra as amostras de castanha do gurguéia (*Dipteryx lacunifera* Ducke) que foram colhidas no mês de agosto de 2019 e de 2020 na região de Alvorada do Gurguéia, no Estado do Piauí (Brasil) (latitude: 8° 22' 30" Sul, longitude: 43° 50' 48" Oeste, altitude: 239 m) e doadas pela Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA Meio Norte).

Figura 2.1 – Amostras de castanha do gurguéia provenientes de Alvorada do Gurguéia. A) Castanheira do gurguéia; B) Castanha do gurguéia; C) Castanha aberta; D) Castanha do gurguéia sem casca.



Fonte: Autoria própria.

### 2.2.2 Reagentes Químicos

Trolox, N, O-Bis(trimetilsilil) trifluoroacetamida (BSTFA), padrões de grau GC e HPLC, pepsina (535 U mg<sup>-1</sup>), pancreatina (8 x USP),  $\alpha$ -amilase (30 U mg<sup>-1</sup>) e os sais biliares: glicodesoxicolato de sódio (0,8 mM), taurodesoxicolato de sódio hidratado (0,45 mM) e hidrato de taurocolato de sódio (0,75 mM) foram todos obtidos pela Sigma-Aldrich (São Paulo, Brasil).



Nitrogênio, hélio, ar sintético e hidrogênio foram adquiridos da White Martins (São Paulo, Brasil). Os demais produtos químicos eram de grau analítico.

### 2.2.3 Preparo das amostras

As amostras foram recebidas no Laboratório de Óleos e Gorduras (LOG) do Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) e secas em estufa a 40 °C durante 48 horas para facilitar a quebra. Em seguida, foi retirado a casca com ajuda de um equipamento de corte artesanal. As castanhas que apresentaram fungos e/ou injúrias foram descartadas. Para simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*, as amostras foram trituradas em moinho de facas e tiveram sua granulometria ajustada para 18 mesh. As amostras foram armazenadas em embalagens a vácuo sobre refrigeração – 24 °C até a realização das análises.

### 2.2.4 Características biométricas da castanha do gurguéia

As medidas de comprimento (cm), largura (cm) e espessura (cm) foram realizadas com auxílio de um paquímetro. A massa foi determinada através da pesagem das castanhas em Balança Analítica BEL M214-AiH (Piracicaba, Brasil). As medidas foram realizadas em 100 castanhas com casca e sem casca. Os resultados foram expressos com média  $\pm$  desvio padrão.

### 2.2.5 Composição nutricional da castanha do gurguéia e das tortas

As análises de composição nutricional foram realizadas de acordo com a *Association of Official Analytical Chemists* (AOAC, 2005), sendo os resultados expressos em g 100 g<sup>-1</sup> em base úmida. A umidade (925.09) foi determinada em estufa a 105 °C, até massa constante. As cinzas (923.03) foram determinadas em mufla a 550 °C. As proteínas (920.87) foram determinadas pelo método de Kjeldahl (N x 5,30). Os lipídios totais (920.85) foram determinados pelo método de Soxhlet, utilizando-se éter de petróleo a 80 °C. Os carboidratos foram obtidos por diferença. O valor calórico foi calculado pela soma dos teores de proteína bruta (g 100 g<sup>-1</sup>) e carboidratos (g 100 g<sup>-1</sup>) multiplicados pelo fator 4, e do teor de lipídios totais (g 100 g<sup>-1</sup>) multiplicado pelo fator 9, o resultado sendo expresso em kcal 100 g<sup>-1</sup>. Todos os experimentos foram realizados em triplicata e os resultados foram expressos com média  $\pm$  desvio padrão.

## 2.2.6 Análise de carboidratos e ácidos orgânicos

Para a análise de carboidratos e ácidos orgânicos 1 g da amostra foi adicionada em 10 mL de água ultrapura (Mili-Q) em tubos de centrífuga e colocados em banho ultrassônico (200 W, 40 Hz) por 30 min a 45 °C. Em seguida, os extratos obtidos foram centrifugados a  $4000 \times g$ , por 5 min, a 5 °C e o sobrenadante foi filtrado em filtro de membrana de celulose de 0,22  $\mu\text{m}$ . As amostras foram mantidas sob refrigeração até o momento da análise.

### 2.2.6.1 Perfil de carboidratos

Os carboidratos foram identificados e quantificados usando um sistema 1260 Infinity II High Performance Liquid Chromatography (Agilent, Santa Clara, EUA) equipado com um detector de índice de refração a 40 °C, uma coluna Supelguard C610H (5 cm  $\times$  4,6 mm, Sigma-Aldrich, Brasil) e pré-coluna Supelcogel C610H (30 cm  $\times$  7,8 mm, Sigma-Aldrich, Brasil). A fase móvel foi água deionizada acidificada com ácido fosfórico (0,1%) a uma vazão de 0,5 mL  $\text{min}^{-1}$  e temperatura do forno de 40 °C. A injeção foi feita com 10  $\mu\text{L}$  de cada amostra. As curvas analíticas foram realizadas usando padrões de glicose, frutose, sacarose, celobiose, xilose e arabinose com pureza  $\geq 98\%$  (Sigma Aldrich, São Paulo, Brasil). O manual de aplicação do Supelcogel – Coluna Sigma-Aldrich descreve as condições de análise utilizadas. Os teores de carboidratos foram expressos em  $\text{mg } 100 \text{ g}^{-1}$ .

### 2.2.6.2 Perfil de ácidos orgânicos

A identificação e quantificação dos ácidos orgânicos foram realizadas utilizando o sistema HPLC descrito no item 2.2.6.1. A fase móvel foi água deionizada acidificada com ácido fosfórico (0,1%) em fluxo de 0,5 mL  $\text{min}^{-1}$  e temperatura do forno de 40 °C. Para identificação e quantificação, 10  $\mu\text{L}$  de cada amostra foram injetados no cromatógrafo. As curvas analíticas usaram padrões de ácido cítrico, ascórbico, málico e tartárico. O método cromatográfico utilizado foi de acordo com o método descrito por Scherer, Rybka e Godoy (2008) com modificações. Os resultados foram expressos em  $\text{mg L}^{-1}$ .

## 2.2.7 Simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* de castanhas do gurguéia *in natura* e torradas

### 2.2.7.1 Preparação da amostra

A torrefação da castanha do gurguéia foi realizada a 170 °C por 15 minutos em estufa de secagem CIENLAB- CE-205/36 (Campinas, Brasil) de acordo com o relatado por Di Stasio *et al.* (2020). Em seguida, as amostras foram trituradas em moinho analítico (IKA, A 11) e padronizado na granulometria de 1,00 mm.

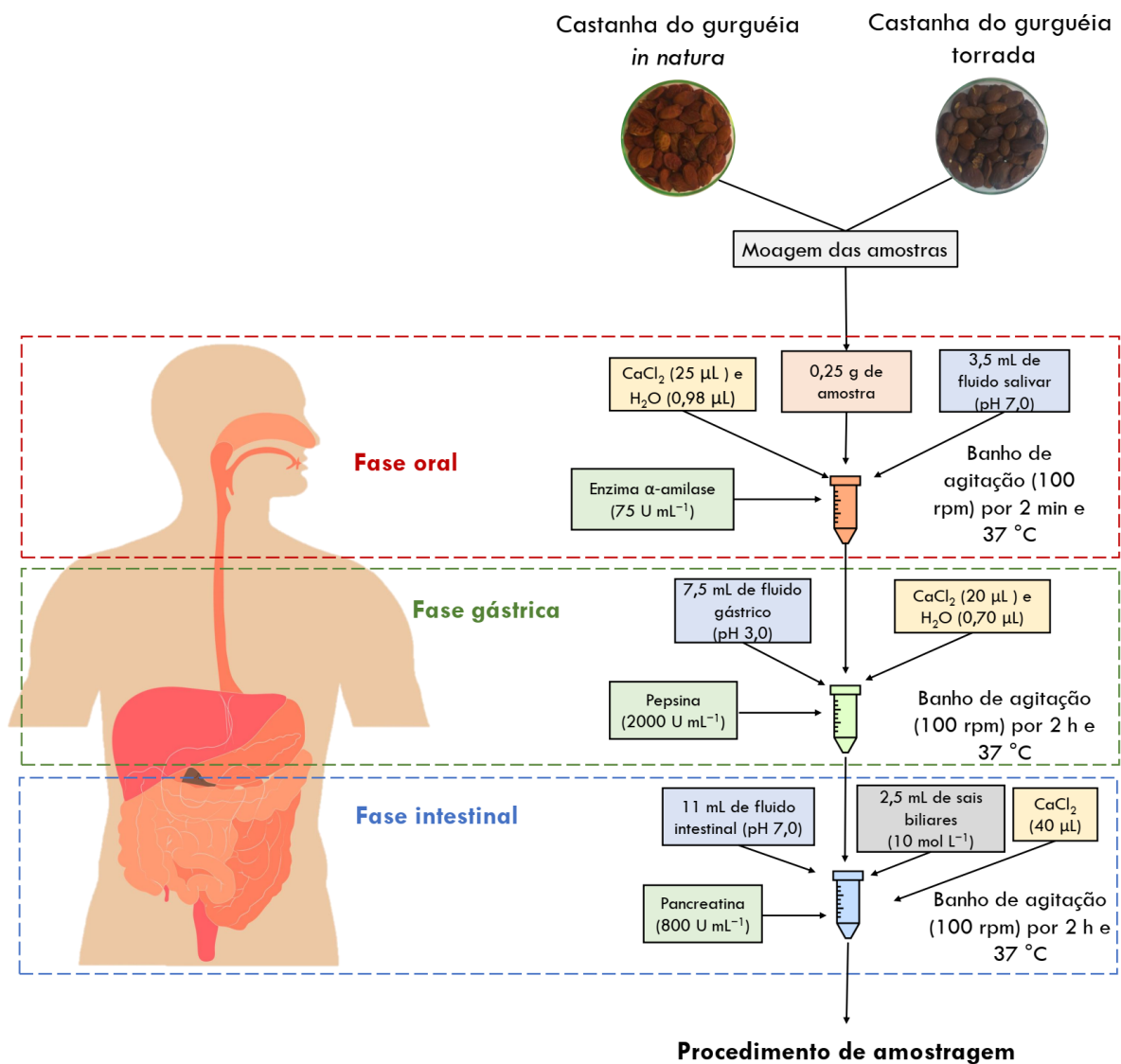
Para avaliação das amostras antes da simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*, foi realizada a extração assistida por ultrassom em banho (modelo EGS 5HD, 40kHz, 300W, marca Enge Solutions<sup>®</sup>, São Paulo, Brasil). Inicialmente, 1 g de GI e GT em 30 mL de etanol (70%) foram mantidas a 25 °C por 30 min no banho em ultrassom. Após, os extratos obtidos foram filtrados em papel filtro (Whatman n° 1) e armazenados em frasco âmbar sob atmosfera nitrogênio a – 18 °C até a realização das análises.

### 2.2.7.2 Simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*

A Figura 2.2 mostra as etapas da simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* realizada de acordo com o protocolo de Brodkorb *et al.* (2019) e Minekus *et al.* (2014) considerando as fases oral, gástrica e intestinal da digestão. Primeiramente, para a simulação da digestão da fase oral, 0,25 g de amostras trituradas de GI e GT foram adicionados 3,5 mL de fluido salivar, 25 µL de CaCl<sub>2</sub> e 0,975 µL de água destilada. O meio reacional foi ajustado para pH 7,0 com NaOH e em seguida, foi adicionado 0,5 mL enzima α-amilase (75 U mL<sup>-1</sup>). As amostras foram levadas para incubação a 37 °C, com agitação de 100 rpm por 2 min. Para a simulação da digestão fase gástrica foram adicionados nos tubos provenientes da fase oral, 7,5 mL de fluido gástrico, 20 µL de CaCl<sub>2</sub> e 0,700 µL de água destilada. Após adição de todas as soluções, o pH do meio reacional foi ajustado para 3,0 com HCl (6 mol L<sup>-1</sup>). Em seguida, foi adicionado 1,6 mL de pepsina (2.000 U mL<sup>-1</sup>) e foram levados para incubação em banho termostático por 2 h a 37 °C. Nos tubos provenientes da fase gástrica foram adicionados 11 mL de fluido intestinal, 40 µL de CaCl<sub>2</sub>, 2,5 mL de sais biliares e 1,46 mL de NaOH (1 mol L<sup>-1</sup>). Após adição das soluções, o pH do meio reacional foi ajustado para 7,0. Na sequência, foram adicionados 5 mL de pancreatina (800 U mL<sup>-1</sup>). O tempo de digestão foi de 2 horas a 37 °C sob agitação constante, simulando as condições corporais do ser humano. Por fim, a fase

intestinal foi incubada por 2 h em banho termostático a 37 °C. Nos ensaios controle foram adicionadas as mesmas proporções de amostras e reagentes com exceção das enzimas digestivas e dos sais biliares. Ao final de cada fase da digestão, a parte líquida foi coletada como amostras digeridas para análise do potencial antioxidante e perfil de compostos fenólicos e comparadas com as amostras antes da digestão *in vitro* descritas na seção 2.2.7.1.

Figura 2.2 – Fluxograma das etapas de simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* da castanha do gurguéia *in natura* e torrada.



Fonte: Autoria própria.

### 2.2.7.3 Potencial antioxidante *in vitro*

O captura do radical DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazil) foi determinada através da medida da absorbância da amostra em 517 nm, e água ultrapura foi usada como branco (BRAND-WILLIAMS; CUVELIER; BERSET, 1995) O potencial antioxidante (PA), expressa como porcentagem de inibição do radical DPPH (%), foi calculada de acordo com a Equação 2:

$$PA^{DPPH} = \left( 1 - \left( \frac{Abs_{amostra}}{Abs_{branco}} \right) \times 100 \right) \quad (2)$$

A análise do potencial antioxidante redutor férrico, *Ferric Reducing Antioxidant Power* (FRAP) foi realizada de acordo com o método descrito por Benzie e Strain (1996). A absorbância foi monitorada em 593 nm, e os resultados foram expressos em miligramas de equivalentes de ácido ascórbico (ASC) por 100 g de amostra.

A capacidade redutora total (CRT) dos compostos hidrofílicos e lipofílicos das amostras foi avaliado pelo método de Folin-Ciocalteu modificado por Berker *et al.* (2013). Foi diluído o reagente Folin-Ciocalteu em isobutanol na proporção 1:10 (v/v) e foi adicionado a uma alíquota da amostra, seguido da adição de uma solução de hidróxido de sódio  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  e água ultrapura. A absorbância do complexo formado foi registrada em  $\lambda = 665 \text{ nm}$ , e os valores foram expressos em mg de quercetina (QE) equivalente por 100 g de amostra.

O potencial antioxidante redutor do íon cúprico, *Copper Reducing Antioxidant Capacity* (CUPRAC) foi avaliado conforme descrito por Apak *et al.* (2008). Resumidamente, uma alíquota de 100  $\mu\text{L}$  de extrato diluído (1:10, v/v) foi misturada com 1 mL de solução de  $\text{CuCl}_2$  ( $1,0 \times 10^{-2} \text{ M}$ ), 1 mL de solução alcoólica de neocuproína ( $7,5 \times 10^{-3} \text{ M}$ ), e 1 mL de solução tampão de  $\text{NH}_4\text{Ac}$  (1M, pH 7,0) e 1 mL de água para completar o volume final de 4,1 mL. Após 30 min, a absorbância foi ser registrada em  $\lambda$  de 450 nm e o branco foi utilizado água ultrapura. Os resultados foram expressos em  $\mu\text{mol}$  Trolox equivalente (TE) por grama de amostra.

A inibição da peroxidação lipídica (IPL) pela gema de ovo foi avaliada segundo Margraf *et al.* (2016). A absorbância foi registrada em 532 nm. Uma amostra controle foi preparada usando água ultrapura ao invés dos extratos. O resultado foi calculado de acordo com a Equação 3:

$$IPL (\%) = \frac{(Abs_{controle} - Abs_{amostra})}{Abs_{controle}} \times 100 \quad (3)$$

As análises para determinação do potencial antioxidante *in vitro* foram realizados em triplicata utilizando espectrofotômetro com leitor de microplacas (Spectramax Paradigm, Molecular Devices, San Jose, CA, EUA) e os resultados foram expressos com média  $\pm$  desvio padrão

#### 2.2.7.4 Perfil de compostos fenólicos por HPLC

A determinação do conteúdo fenólicos individuais foram realizadas de acordo com Seraglio *et al.* (2016), utilizando um sistema de cromatografia líquida com ionização eletrospray acoplado a um espectrômetro de massa em tandem (LC-ESI-MS/MS). Os compostos fenólicos individuais foram determinados usando uma cromatografia líquida modelo ExionLC (AB Sciex LLC, Framingham, EUA) acoplada a um espectrômetro de massa com armadilha de íons quadrupolo linear híbrido QTRAP 5500<sup>®</sup> (AB Sciex LLC, Framingham, EUA) equipado com uma fonte de ionização por eletropulverização (ESI). Os parâmetros MS/MS foram: tensão íon spray em modo negativo de  $-4500$  e modo positivo de  $5500$  V; gás de cortina: 25 psi; gás nebulizador (GS1) e gás auxiliar (GS2) em 55 psi; temperatura da fonte:  $400$  °C. O nitrogênio foi usado como nebulizador e gás de colisão. Para obtenção e processamento dos dados utilizou-se o software Analyst 1.6.2 (Sciex, Foster City, CA). A separação cromatográfica foi realizada em uma coluna Zorbax Eclipse Plus C18 column ( $3.5$   $\mu$ m,  $3.0 \times 100$  mm), Agilent Technologies, Inc. (Santa Clara, USA), usando um gradiente de fase móvel consistindo de (A) água acidificada com  $0,1$  % com ácido fórmico (B) acetonitrila acidificado com  $0,1\%$  de ácido fórmico, como segue:  $0 - 3$  min,  $80$  % A (v/v);  $3 - 10$  min.  $10$  % A (v/v);  $10 - 11$  min,  $10$  % A (v/v);  $11 - 13$  min,  $98$  % A (v/v). A taxa de fluxo foi de  $300$   $\mu$ L  $\text{min}^{-1}$ , a  $40$  °C. Os padrões de compostos fenólicos utilizados estão apresentados no Anexo A. A análise foi realizada em duplicada de cada uma das duplicatas da simulação da digestão gastrointestinal e os resultados foram expressos  $\text{mg L}^{-1}$  dos extratos com média  $\pm$  desvio padrão.

#### 2.2.7.5 Bioacessibilidade de compostos fenólicos e potencial antioxidante das frações bioacessíveis

O efeito da simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* sobre a composição fenólica e o potencial antioxidante (PA) de amostras de castanha do gurguéia *in natura* e torrada foi avaliado por meio do índice de bioacessibilidade (IB) calculado pela Equação 1 (ORTEGA *et al.*, 2011).

$$IB = \frac{A}{B} \times 100 \quad (1)$$

Onde A é a concentração de cada composto fenólico ou PA no final da fase intestinal (GRANADO-LORENCIO *et al.*, 2007), e B é a concentração de cada composto fenólico ou PA na amostra antes da simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* (ORTEGA *et al.*, 2011).

### 2.2.8 Análise estatística

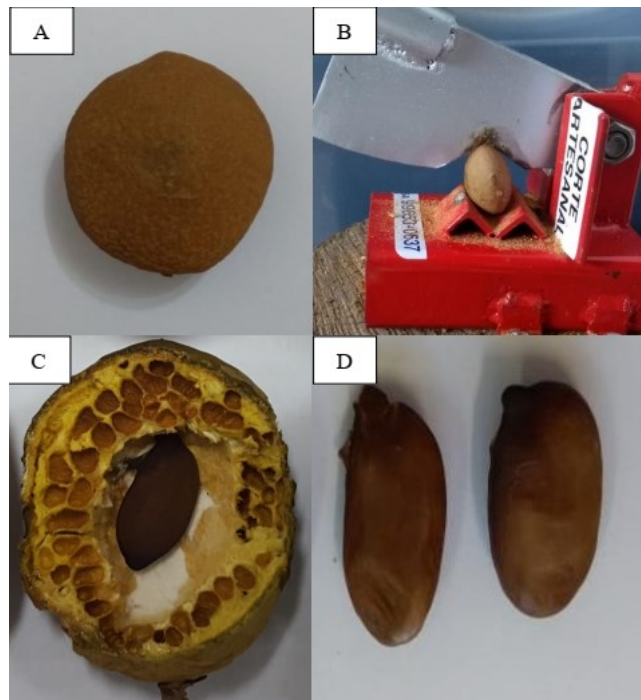
Os dados foram expressos como média  $\pm$  desvio padrão e as médias foram comparadas pelo teste t ou teste de Tukey com nível de significância de 5% usando o software Statistica 10.0 (StatSoft Inc., Tulsa, EUA). Gráficos e correlação de Pearson baseados em pairwise foram realizados usando o software Origin 2021 (OriginLab, Northampton, EUA).

## 2.3 RESULTADOS

### 2.3.1 Características biométricas da castanha do gurguéia

As medidas de largura, comprimento, espessura e peso foram determinadas na castanha do gurguéia com a casca (Figura 2.3 A) e na castanha sem casca, que representa a parte comestível (Figura 2.3 D).

Figura 2.3 – Castanha do gurguéia com casca (A), quebra da castanha do gurguéia com quebrador manual (B), castanha do gurguéia aberta (C), castanha do gurguéia sem casca (D).



Fonte: Autoria própria.

As características biométricas da castanha do gurguéia são apresentadas na Tabela 2.1. Os parâmetros médios da castanha do gurguéia (com casca) foram largura 3,6 cm, comprimento 4,3 cm, espessura 2,2 cm e massa 16,5 g. Os parâmetros médios para a parte interna da castanha do gurguéia foram largura 0,9 cm, comprimento 1,95 cm, espessura 0,4 cm e massa 0,6 g. De acordo com os resultados obtidos neste estudo, os valores foram semelhantes aos relatados por Ribeiro, de Souza e Lopes (2012) e apresentado na Tabela 2.1. As medidas físicas avaliadas dependem de fatores que podem afetar o desenvolvimento da castanha, como localização, mudanças climáticas, época de colheita e adubação do solo (CARVALHO *et al.*, 2008; QUEIROGA NETO *et al.*, 2009). Dessa forma, o balanço de massa da castanha do gurguéia



com casca teria inicialmente uma massa média de 16,5 g. Portanto, resultaria em uma massa média de 0,6 g da parte interna de castanha do gurguéia (parte comestível) e 15,9 g de casca de castanha do gurguéia.

Tabela 2.1 – Medidas físicas de comprimento, largura e espessura da castanha do gurguéia com e sem casca.

Parâmetros	Gurguéia com casca	Carvalho, de Souza e Lopes (2012) <sup>a</sup>	Gurguéia sem casca	Carvalho, de Souza e Lopes (2012) <sup>b</sup>
Largura (cm)	3,59 ± 0,09	3,31	0,98 ± 0,17	1,58
Comprimento (cm)	4,29 ± 0,35	3,75	1,95 ± 0,26	2,78
Espessura (cm)	2,17 ± 0,19	2,18	0,45 ± 0,09	-
Massa (g)	16,46 ± 4,38	14,55	0,59 ± 0,22	1,36

-: não analisado.

<sup>a</sup> Valores de referência para a noz gurguéia com casca.

<sup>b</sup> Valores de referência para o miolo da castanha gurguéia.

### 2.3.2 Composição nutricional da castanha do gurguéia

A Tabela 2.2 apresenta os resultados obtidos para a umidade, cinzas, proteínas, lipídios, carboidratos e valor energético das amostras de castanha do gurguéia. Os lipídios representaram a fração mais considerável da castanha do gurguéia (45,8 g 100 g<sup>-1</sup>), seguidos pelo teor de carboidratos (31,0 g 100 g<sup>-1</sup>). Valores semelhantes para lipídios na castanha do gurguéia (entre 40 e 45,6 g 100 g<sup>-1</sup>) foram descritos por Carvalho *et al.* (2008) Queiroga Neto *et al.* (2009) e Ribeiro, Souza e Lopes (2012). No entanto, esses mesmos autores encontraram maiores teores de carboidratos (34,0 a 36,0 g 100 g<sup>-1</sup>). Quando comparada a outras castanhas, o teor de lipídios da castanha gurguéia é semelhante ao relatado por Venkatachalan e Sathe (2006) para castanha de caju (43,7 g 100 g<sup>-1</sup>), amêndoas (43,4 g 100 g<sup>-1</sup>) e pistache (45,1 g 100 g<sup>-1</sup>). Em relação às proteínas, a presente amostra apresentou conteúdo semelhante ao relatado por Ribeiro, Souza e Lopes (2012) de 15,3 g 100 g<sup>-1</sup>. Além disso, a castanha do gurguéia possui maior teor de proteína do que outras castanhas, como castanha do Brasil (13,9%), avelã (14,1%), nozes (13,5%), macadâmia (8,4%) e nozes pecã (7,5%) (VENKATACHALAN; SATHE, 2006). O teor de umidade da castanha do gurguéia foi de 4,5 g 100 g<sup>-1</sup>. Esse resultado de umidade é inferior ao de Carvalho *et al.* (2008) e Queiroga Neto *et al.* (2009), 5% e 8%, respectivamente. O alto teor de umidade e consequente alta atividade de água são considerados fatores negativos na manutenção da qualidade e vida de prateleira das castanhas e nozes devido à maior probabilidade de reações de degradação lipídica, como rancidez hidrolítica e desenvolvimento de fungos. A umidade da amostra está dentro da faixa de 3,5 a 4,5%, descrita

na literatura como ideal para conservar castanhas e nozes (ORO *et al.*, 2008). O teor de cinzas da castanha do gurguéia foi de 2,8 g 100 g<sup>-1</sup>. Nos estudos de Carvalho *et al.* (2008) e Queiroga Neto *et al.* (2009) encontraram teores de cinzas na castanha do Brasil com valores variando de 2,3 a 2,7%.

Tabela 2.2 – Composição nutricional (base úmida), carboidratos individuais e ácidos orgânicos da castanha do gurguéia.

Componente (g 100 g <sup>-1</sup> ) <sup>a</sup>	Castanha do gurguéia	Castanha do gurguéia (Literatura) <sup>d</sup>
Umidade	4,50 ± 0,14	5,30 – 8,30
Cinzas	2,84 ± 0,06	2,50 – 2,71
Proteínas	15,91 ± 0,01	13,32 – 15,43
Lipídios	45,76 ± 0,01	41,90 – 45,60
Carboidratos <sup>b</sup>	30,98 ± 0,18	34,33 – 36,23
Valor energético (Kcal 100 g <sup>-1</sup> ) <sup>c</sup>	599,45	552,71 – 578,51
<b>Carboidratos (mg 100 g<sup>-1</sup>)</b>		
Arabinose	nd	-
Celbiose	1438,68 ± 0,04	-
Frutose	nd	-
Glicose	nd	-
Sacarose	768,60 ± 0,04	-
Xilose	nd	-
<b>Ácidos orgânicos (mg 100 g<sup>-1</sup>)</b>		
Ácido ascórbico	159,20 ± 10,25	-
Ácido cítrico	21,76 ± 0,12	-
Ácido tartárico	678,15 ± 6,10	-
Ácido málico	647,85 ± 47,07	-

<sup>a</sup> Média ± desvio padrão de três repetições, com expressão dos resultados em base úmida; <sup>b</sup> Carboidratos calculados por diferença; <sup>c</sup> Calculado pela soma das porcentagens de proteína bruta (g 100 g<sup>-1</sup>) e carboidratos (g 100 g<sup>-1</sup>) multiplicado pelo fator 4, e o conteúdo lipídico total (g 100 g<sup>-1</sup>) multiplicado pelo fator 9. <sup>d</sup> Ribeiro, Souza e Lopes (2012); Carvalho *et al.* (2008); Queiroga-Neto *et al.* (2009).

nd: não detectado.

-: não analisado.

Os principais carboidratos observados para a castanha do gurguéia foram a celbiose (1.438,68 mg 100 g<sup>-1</sup>) e a sacarose (768,60 mg 100 g<sup>-1</sup>). A celbiose, um dissacarídeo composto por duas moléculas de glicose com ligações β, é o principal componente das paredes celulares das plantas. Rao, Sui e Zhang (2016) reportaram para nozes a glicose e a celbiose como os principais açúcares presentes. Em amostras de pistache, o teor de frutose (12.100 mg 100 g<sup>-1</sup>) foi superior ao teor de glicose (5.480 mg 100 g<sup>-1</sup>) e sacarose (3.100 mg 100 g<sup>-1</sup>) (GÜNDEŞLI,

2020). Senter *et al* (1994) estudaram diferentes espécies de castanha portuguesa (*Castanea*) que apresentavam principalmente frutose (100 a 600 mg 100 g<sup>-1</sup>), glicose (90 a 220 mg 100 g<sup>-1</sup>) e sacarose (1.900-13.400 mg 100 g<sup>-1</sup>). Em outro estudo com castanha portuguesa (*Castanea*) de Suárez *et al.* (2012), a concentração média de sacarose variou de 3.110 e 9.940 mg 100 g<sup>-1</sup> nas variedades Picuda e Mollar, respectivamente. De Oliveira *et al.* (2019) relataram que o teor de sacarose variou de 12,1 a 30,8 mg g<sup>-1</sup> para diferentes cultivares de amêndoas. Cristofori *et al.* (2008) estudaram diferentes cultivares de avelã que apresentaram sacarose (31,8-54,0 g kg<sup>-1</sup>), estaquiose (3,8-5,6 g kg<sup>-1</sup>), rafinose (1,6-2,4 g kg<sup>-1</sup>), glicose (1,1-2,4 g kg<sup>-1</sup>) e frutose (0,8-2,3 g kg<sup>-1</sup>).

Os principais ácidos orgânicos apresentados pela castanha do gurguéia foram o ácido tartárico (678,15 mg 100 g<sup>-1</sup>), ácido málico (647,85 mg 100 g<sup>-1</sup>), ácido ascórbico (159,20 mg 100 g<sup>-1</sup>) e ácido cítrico (21,76 mg 100 g<sup>-1</sup>). Cristofori *et al.* (2008) estudaram diferentes cultivares de avelã que apresentavam como principais ácidos orgânicos o ácido málico (3-7,2 g kg<sup>-1</sup>) e ácido cítrico (0,7-1,5 g kg<sup>-1</sup>). Senter *et al.* (1994) relataram ácidos orgânicos málico (100 a 200 mg 100 g<sup>-1</sup>) e cítrico (40 a 2.900 mg 100 g<sup>-1</sup>) para diferentes espécies de castanha portuguesa (*Castanea*). No entanto, o estudo de Suárez *et al.* (2012) com diferentes variedades de castanha portuguesa (*Castanea*) apresentou os principais ácidos orgânicos ácido ascórbico (67.400-88.800 mg 100 g<sup>-1</sup>), ácido málico (41.800-109.600 mg 100 g<sup>-1</sup>), ácido cítrico (38.300-113.500 mg 100 g<sup>-1</sup>), ácido tartárico (8.500-48.400 mg 100 g<sup>-1</sup>).

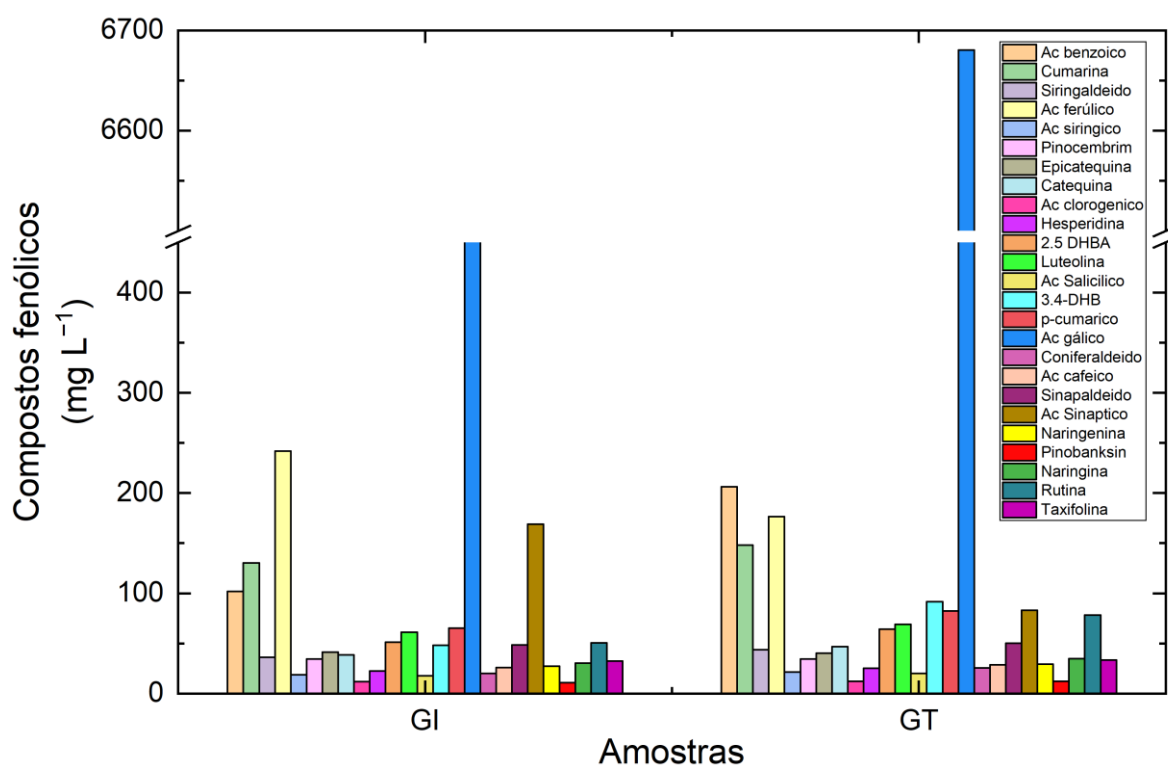
### **2.3.3 Efeito da simulação da digestão *in vitro* na bioacessibilidade de compostos fenólicos e potencial antioxidante (PA) das frações bioacessíveis da castanha do gurguéia *in natura* e torrada**

A Figura 2.4 e nas Tabelas 2.4 e 2.5 estão apresentados os principais compostos fenólicos na amostra GI e GT. Na amostra GI foram, principalmente, um alto teor de ácido gálico (3806,35-3836,05 mg L<sup>-1</sup>), seguido pelo ácido ferúlico (241,34-242,68 mg L<sup>-1</sup>), ácido sinápico (169,04-169,17 mg L<sup>-1</sup>), cumarina (130,12-130,55 mg L<sup>-1</sup>) e ácido benzoico (99,33-104,41 mg L<sup>-1</sup>). Assim como na amostra *in natura*, e a amostra GT apresentou um elevado teor de ácido gálico (5966,18-7394,90 mg L<sup>-1</sup>), seguido pelo ácido benzoico (151,18-260,94 mg L<sup>-1</sup>), ácido ferúlico (146,69-206,11 mg L<sup>-1</sup>) e cumarina (109,98-185,88 mg L<sup>-1</sup>). Observa-se que a amostra GT apresentou maior teor dos compostos fenólicos do que a amostra GI.

A torrefação pode aumentar o teor de compostos fenólicos e o potencial antioxidante devido à liberação de compostos fenólicos ligados e formação de produtos de reação de Maillard como melanoidinas. O aumento destes compostos pode ocorrer também em função da

degradação térmica de proteínas ligadas aos compostos fenólicos, expondo estas moléculas (TAŞ; GÖKMEN, 2017). Lemos *et al.* (2012) reportaram que o ácido gálico, o principal composto fenólico em castanha de baru não foi afetado significativamente após o processo de torrefação. Lin *et al.* (2016) indicaram que os compostos fenólicos totais de amêndoas aumentaram após a torrefação dependendo com tempo (10 ou 20 min) e temperatura (200 °C) utilizada.

Figura 2.4 – Compostos fenólicos nas amostras de castanha do gurguéia *in natura* (GI) e torrada (GT).



Em relação as fases da simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*, os ácido gálico e caféico, epicatequina e a catequina apresentam uma diminuição na concentração na fase oral, um aumento na fase gástrica e uma diminuição na fase intestinal para as amostras GI e GT. Estudos relatam que os polifenóis são mais estáveis em pH baixo, explicando assim o aumento do teor dos polifenóis na fase gástrica, enquanto o inverso foi observado na transição do meio gástrico para o intestinal (GULLON *et al.*, 2015; HAAS *et al.*, 2019; TAGLIAZUCCHI *et al.*, 2010). Para a maioria dos flavonoides e ácidos fenólicos, a absorção ocorre no intestino delgado, ou seja, logo após passar pela fase gástrica, a concentração plasmática aumenta e então diminui rapidamente (entre 1 e 2 h). Supõe-se também que os flavonoides podem ser

metabolizados pela ação da glicosilceramidase, uma enzima presente no intestino delgado (KETNAWA *et al.*, 2022).

Após a digestão, alguns compostos fenólicos apresentaram diminuição, não apresentando concentrações em níveis detectáveis ao final da fase intestinal. Nas amostras GI, foram os compostos pinocembrina, epicatequina, luteolina, naringina e rutina que não apresentaram níveis detectáveis na fase intestinal. Já para amostra GT, foram o ácido sinápico, pinocembrina, epicatequina, catequina, luteolina, sinapaldeído e pinobanksin não apresentaram níveis detectáveis a partir da fase gástrica e naringina durante todas as fases da simulação da digestão gastrointestinal. As amostras controle (sem adição das enzimas digestivas) também foram afetadas indicando para as fases oral e gástrica, as amostras controle apresentam um menor teor de compostos fenólicos enquanto para a fase intestinal apresentaram o efeito inverso na maioria dos casos. A ação do pH e da adição dos sais biliares também pode ter afetado a degradação destes compostos.

A perda de flavonóis, como catequina e epicatequina, pode ser atribuída à sua instabilidade nas condições digestivas intestinais. Zhu *et al.* (2002) relataram que os monômeros de catequina eram relativamente estáveis em condições ácidas, mas instáveis em um ambiente de pH alcalino ( $\text{pH} > 7,4$ ). Neste estudo, os autores realizaram a simulação da digestão *in vitro* do padrão puro de (+)-catequina e observaram redução de 39% em catequina. Estudos anteriores que analisaram a estabilidade dos padrões de catequina sob as condições de simulação da digestão *in vitro* relataram quantidades variáveis de perdas. Bermúdez-Soto, Tomás-Barberán e García-Conesa (2007) Laurent, Besançon e Caporiccio (2007) e Tagliazucchi *et al.* (2010) relataram perdas de 7,2%, 41,6% e 58%, respectivamente. O estudo de Cheung *et al.* (2023), que avaliou a composição fenólica e as propriedades antioxidantes de nozes pecã após a digestão *in vitro*, indicou que vários ácidos fenólicos, como ácido caféico, ácido protocatecúico e ácido gálico, suas perdas variaram de 71% a 100%. Friedman e Jurgens (2017) concluíram que os ácidos gálico e caféico eram suscetíveis à degradação sob pH altamente alcalino e sugeriram que as formas ionizadas e de ressonância desses fenóis monoanel eram altamente instáveis em condições de pH alto.

Tabela 2.3– Compostos fenólicos (média ± desvio padrão) de castanha do gurguéia *in natura* (GI) antes e após simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*.

Compostos fenólicos (mg L <sup>-1</sup> )	Integral		Fase oral			Fase gástrica			Fase intestinal		
	GI-1	GI-2	FOGI-1	FOGI-2	CFOGI	FGGI-1	FGGI-2	CFGGI	FIGI-1	FIGI-2	CFIGI
Ácido benzóico	104,41 ± 5,35 <sup>a</sup>	99,33 ± 4,84 <sup>a</sup>	120,35 ± 10,20 <sup>a</sup>	109,24 ± 27,83 <sup>a</sup>	26,39 ± 4,89 <sup>b</sup>	28,87 ± 1,51 <sup>b</sup>	35,64 ± 5,19 <sup>c</sup>	23,26 ± 9,40 <sup>b</sup>	41,75 ± 0,22 <sup>d</sup>	41,31 ± 1,04 <sup>d</sup>	53,06 ± 1,57 <sup>e</sup>
Ácido ferúlico	241,34 ± 21,63 <sup>a</sup>	242,68 ± 8,58 <sup>a</sup>	375,58 ± 2,36 <sup>b</sup>	374,27 ± 2,37 <sup>b</sup>	97,49 ± 3,89 <sup>c</sup>	84,95 ± 18,87 <sup>c</sup>	67,41 ± 1,20 <sup>d</sup>	46,92 ± 2,16 <sup>e</sup>	45,84 ± 0,39 <sup>e</sup>	42,84 ± 1,52 <sup>e</sup>	46,92 ± 2,16 <sup>e</sup>
Ácido siríngico	18,81 ± 0,05 <sup>a</sup>	18,75 ± 0,22 <sup>a</sup>	17,57 ± 0,01 <sup>a</sup>	17,84 ± 0,09 <sup>a</sup>	17,21 ± 0,08 <sup>a</sup>	15,36 ± 0,06 <sup>b</sup>	15,58 ± 0,28 <sup>b</sup>	16,05 ± 0,07 <sup>b</sup>	15,66 ± 0,03 <sup>b</sup>	15,71 ± 0,11 <sup>b</sup>	15,25 ± 0,02 <sup>b</sup>
Ácido clorogênico	11,80 ± 0,38 <sup>a</sup>	11,72 ± 0,03 <sup>a</sup>	10,93 ± 0,07 <sup>b</sup>	10,90 ± 0,09 <sup>b</sup>	10,92 ± 0,06 <sup>b</sup>	10,83 ± 0,01 <sup>b</sup>	10,79 ± 0,00 <sup>b</sup>	10,92 ± 0,03 <sup>b</sup>	10,86 ± 0,10 <sup>b</sup>	10,69 ± 0,00 <sup>b</sup>	9,59 ± 0,01 <sup>c</sup>
Ácido 2,5-dihidroxibenzoico	49,80 ± 4,43 <sup>a</sup>	52,81 ± 14,82 <sup>a</sup>	44,88 ± 3,19 <sup>a</sup>	41,46 ± 1,88 <sup>a</sup>	56,40 ± 5,58 <sup>b</sup>	38,33 ± 2,54 <sup>c</sup>	36,60 ± 4,99 <sup>c</sup>	58,93 ± 26,63 <sup>d</sup>	49,89 ± 1,08 <sup>a</sup>	43,13 ± 1,68 <sup>a</sup>	118,09 ± 79,03 <sup>e</sup>
Ácido salicílico	17,89 ± 0,65 <sup>a</sup>	17,50 ± 0,37 <sup>a</sup>	11,21 ± 0,94 <sup>b</sup>	11,38 ± 1,30 <sup>b</sup>	9,53 ± 0,18 <sup>d</sup>	10,39 ± 0,57 <sup>c</sup>	10,74 ± 0,35 <sup>c</sup>	10,42 ± 0,17 <sup>c</sup>	11,25 ± 0,88 <sup>b</sup>	11,50 ± 1,14 <sup>b</sup>	9,84 ± 0,18 <sup>d</sup>
Ácido 3,4-dihidroxibenzoico	46,55 ± 2,53 <sup>c</sup>	50,07 ± 0,17 <sup>b</sup>	32,79 ± 2,67 <sup>d</sup>	31,04 ± 3,83 <sup>c</sup>	56,60 ± 3,70 <sup>a</sup>	3,24 ± 0,00 <sup>g</sup>	2,81 ± 0,00 <sup>h</sup>	15,53 ± 1,50 <sup>f</sup>	1,22 ± 0,06 <sup>i</sup>	1,28 ± 0,04 <sup>i</sup>	1,18 ± 0,19 <sup>i</sup>
Ácido <i>p</i> -cumárico	64,08 ± 1,81 <sup>b</sup>	66,52 ± 5,20 <sup>b</sup>	136,55 ± 5,10 <sup>a</sup>	90,49 ± 25,20 <sup>a</sup>	31,83 ± 1,52 <sup>c</sup>	32,15 ± 6,12 <sup>c</sup>	20,71 ± 0,73 <sup>d</sup>	10,55 ± 1,27 <sup>f</sup>	36,34 ± 2,36 <sup>c</sup>	33,49 ± 2,36 <sup>c</sup>	6,13 ± 0,19 <sup>g</sup>
Ácido gálico	3806,35 ± 2,98 <sup>a</sup>	3836,05 ± 68,89 <sup>a</sup>	1118,38 ± 359,64 <sup>b</sup>	963,84 ± 4,46 <sup>b</sup>	85,27 ± 9,56 <sup>d</sup>	1654,98 ± 79,72 <sup>c</sup>	1876,98 ± 10,90 <sup>c</sup>	787,64 ± 71,93 <sup>c</sup>	17,93 ± 0,29 <sup>e</sup>	16,08 ± 0,46 <sup>e</sup>	33,68 ± 5,39 <sup>f</sup>
Ácido caféico	25,58 ± 0,08 <sup>b</sup>	26,11 ± 0,40 <sup>b</sup>	40,19 ± 1,39 <sup>a</sup>	34,31 ± 1,04 <sup>c</sup>	25,34 ± 0,30 <sup>d</sup>	55,27 ± 0,07 <sup>d</sup>	54,77 ± 0,01 <sup>d</sup>	25,26 ± 0,87 <sup>d</sup>	24,77 ± 0,01 <sup>d</sup>	25,23 ± 0,73 <sup>d</sup>	24,58 ± 0,01 <sup>d</sup>
Ácido sináptico	169,17 ± 5,08 <sup>a</sup>	169,04 ± 8,41 <sup>a</sup>	84,91 ± 0,76 <sup>b</sup>	81,54 ± 8,99 <sup>b</sup>	68,75 ± 3,01 <sup>c</sup>	66,48 ± 1,22 <sup>c</sup>	62,22 ± 0,68 <sup>c</sup>	59,40 ± 0,00 <sup>d</sup>	59,12 ± 0,10 <sup>d</sup>	59,23 ± 0,07 <sup>d</sup>	47,78 ± 0,63 <sup>e</sup>
Pinocembrina	34,49 ± 0,02 <sup>a</sup>	34,47 ± 0,01 <sup>a</sup>	34,26 ± 0,03 <sup>a</sup>	34,26 ± 0,00 <sup>a</sup>	34,50 ± 0,01 <sup>a</sup>	Nd	nd	nd	nd	nd	nd
Epicatequina	40,83 ± 0,00 <sup>a</sup>	41,48 ± 0,40 <sup>a</sup>	39,54 ± 0,02 <sup>b</sup>	39,54 ± 0,02 <sup>b</sup>	39,54 ± 0,15 <sup>b</sup>	49,90 ± 0,06 <sup>b</sup>	49,80 ± 0,20 <sup>b</sup>	36, 80 ± 0,78 <sup>b</sup>	nd	nd	nd
Siringaldeído	36,02 ± 0,83 <sup>a</sup>	36,17 ± 0,50 <sup>a</sup>	35,15 ± 0,55 <sup>b</sup>	32,88 ± 0,17 <sup>c</sup>	32,58 ± 0,26 <sup>c</sup>	33,50 ± 0,18 <sup>c</sup>	33,38 ± 0,49 <sup>c</sup>	33,33 ± 0,06 <sup>c</sup>	33,26 ± 0,00 <sup>c</sup>	33,20 ± 0,13 <sup>c</sup>	33,20 ± 0,13 <sup>c</sup>
Catequina	38,46 ± 0,38 <sup>a</sup>	38,74 ± 0,07 <sup>a</sup>	36,20 ± 0,00 <sup>b</sup>	36,40 ± 0,40 <sup>b</sup>	36,43 ± 0,00 <sup>b</sup>	46,77 ± 0,03 <sup>b</sup>	46,54 ± 0,00 <sup>b</sup>	36,54 ± 0,00 <sup>b</sup>	36,59 ± 0,04 <sup>b</sup>	36,26 ± 0,01 <sup>b</sup>	36,47 ± 0,08 <sup>b</sup>

Hesperidina	23,86 ± 0,08 <sup>a</sup>	21,26 ± 4,11 <sup>a</sup>	19,22 ± 1,91 <sup>b</sup>	17,93 ± 0,01 <sup>b</sup>	20,40 ± 0,51 <sup>c</sup>	17,91 ± 0,12 <sup>b</sup>	17,95 ± 0,02 <sup>b</sup>	18,15 ± 0,05 <sup>d</sup>	18,01 ± 0,06 <sup>d</sup>	17,90 ± 0,02 <sup>b</sup>	17,85 ± 0,02 <sup>b</sup>
Luteolina	61,03 ± 0,05 <sup>b</sup>	61,13 ± 0,43 <sup>b</sup>	63,60 ± 1,26 <sup>a</sup>	59,97 ± 0,34 <sup>c</sup>	58,78 ± 0,05 <sup>c</sup>	58,72 ± 0,03 <sup>c</sup>	58,64 ± 0,05 <sup>c</sup>	59,59 ± 0,00 <sup>d</sup>	nd	nd	nd
Cumarina	130,12 ± 4,56 <sup>b</sup>	130,55 ± 11,56 <sup>b</sup>	260,56 ± 13,09 <sup>a</sup>	171,10 ± 63,51 <sup>a</sup>	83,29 ±1,64 <sup>c</sup>	97,64 ± 21,87 <sup>c</sup>	71,77 ± 2,86 <sup>d</sup>	45,38 ± 7,25 <sup>e</sup>	92,57 ± 1,21 <sup>f</sup>	100,94 ±8,76 <sup>g</sup>	32,21 ± 0,60 <sup>h</sup>
Coniferaldeído	20,08 ± 0,28 <sup>a</sup>	20,11 ± 0,24 <sup>a</sup>	18,25 ± 0,02 <sup>b</sup>	18,10 ± 0,29 <sup>b</sup>	17,89 ± 0,00 <sup>c</sup>	18,00 ± 0,06 <sup>b</sup>	18,18 ± 0,12 <sup>b</sup>	18,06 ± 0,08 <sup>b</sup>	17,84 ± 0,02 <sup>c</sup>	17,85 ±0,02 <sup>c</sup>	17,83 ± 0,03 <sup>c</sup>
Sinapaldeído	36,02 ± 0,83 <sup>a</sup>	36,17 ± 0,50 <sup>a</sup>	35,15 ± 0,55 <sup>b</sup>	32,88 ± 0,17 <sup>d</sup>	32,58 ± 0,26 <sup>d</sup>	33,50 ± 0,18 <sup>c</sup>	33,38 ± 0,49 <sup>c</sup>	33,33 ± 0,06 <sup>c</sup>	33,26 ± 0,00 <sup>c</sup>	33,20 ± 0,13 <sup>c</sup>	33,20 ± 0,63 <sup>c</sup>
Naringenina	27,21 ± 0,05 <sup>a</sup>	27,28 ± 0,11 <sup>a</sup>	25,84 ± 0,05 <sup>b</sup>	25,81 ± 0,09 <sup>b</sup>	26,05 ± 0,10 <sup>c</sup>	25,76 ± 0,03 <sup>b</sup>	25,78 ± 0,00 <sup>b</sup>	25,60 ± 0,00 <sup>b</sup>	25,62 ± 0,01 <sup>b</sup>	25,63 ± 0,06 <sup>b</sup>	25,59 ± 0,00 <sup>b</sup>
Pinobanksin	10,74 ± 0,01 <sup>a</sup>	10,79 ± 0,10 <sup>a</sup>	9,82 ± 0,09 <sup>b</sup>	9,78 ± 0,18 <sup>b</sup>	9,91 ± 0,07 <sup>b</sup>	9,74 ± 0,00 <sup>b</sup>	9,73 ± 0,02 <sup>b</sup>	9,64 ± 0,01 <sup>b</sup>	9,75 ± 0,17 <sup>b</sup>	9,62 ± 0,00 <sup>b</sup>	9,65 ± 0,00 <sup>b</sup>
Naringina	30,86 ± 2,44 <sup>a</sup>	30,22 ± 2,25 <sup>a</sup>	23,85 ± 0,45 <sup>b</sup>	23,76 ± 0,07 <sup>b</sup>	23,65 ± 0,06 <sup>b</sup>	22,81 ± 0,07 <sup>c</sup>	22,98 ± 0,00 <sup>c</sup>	23,22 ± 0,02 <sup>c</sup>	nd	nd	nd
Rutina	53,06 ± 8,73 <sup>a</sup>	47,89 ± 0,09 <sup>b</sup>	32,09 ± 0,26 <sup>c</sup>	32,69 ± 0,36 <sup>c</sup>	nd	31,93 ± 0,07 <sup>d</sup>	32,00 ± 0,14 <sup>d</sup>	31,86 ± 0,03 <sup>d</sup>	nd	nd	nd
Isoquercitrina	19,40 ± 1,09 <sup>a</sup>	19,24 ± 1,31 <sup>a</sup>	16,64 ± 0,01 <sup>b</sup>	16,36 ± 0,20 <sup>b</sup>	14,95 ± 0,09 <sup>c</sup>	16,02 ± 0,17 <sup>b</sup>	16,52 ± 0,52 <sup>b</sup>	15,90 ± 0,00 <sup>c</sup>	15,94 ± 0,00 <sup>d</sup>	16,22 ± 0,02 <sup>b</sup>	14,55 ± 0,47 <sup>c</sup>
Taxifolina	32,15 ± 0,14 <sup>a</sup>	32,63 ± 0,50 <sup>a</sup>	29,34 ± 0,47 <sup>b</sup>	29,04 ± 0,33 <sup>b</sup>	29,02 ± 0,02 <sup>b</sup>	29,21 ± 0,24 <sup>b</sup>	29,08 ± 0,14 <sup>b</sup>	28,11 ± 0,16 <sup>c</sup>	29,43 ± 0,13 <sup>b</sup>	29,19 ± 0,28 <sup>b</sup>	28,86 ± 0,12 <sup>c</sup>

Letras diferentes entre linhas indicam diferença estatística (Teste de Tukey,  $p < 0,05$ ). GI: castanha do gurguéia *in natura*. FOGI: fase oral da gurguéia *in natura*; FGGI: fase gástrica gurguéia *in natura*; FIGI: fase intestinal gurguéia *in natura*. nd: não detectável.

Tabela 2.4 – Concentrações de compostos fenólicos individuais (média  $\pm$  desvio padrão) de castanha do gurguéia torrada (GT) antes e após simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*.

Compostos fenólicos (mg L <sup>-1</sup> )	Integral		Fase oral			Fase gástrica			Fase intestinal		
	GT-1	GT-2	FOGT-1	FOGT-2	CFOGT	FGGT-1	FGGT-2	CFGGT	FIGT-1	FIGT-2	CFIGT
Ácido benzóico	151,78 $\pm$ 2,18 <sup>b</sup>	260,94 $\pm$ 11,02 <sup>a</sup>	71,74 $\pm$ 2,20 <sup>c</sup>	262,99 $\pm$ 17,34 <sup>a</sup>	101,02 $\pm$ 14,20 <sup>b</sup>	51,72 $\pm$ 18,30 <sup>e</sup>	36,45 $\pm$ 14,17 <sup>g</sup>	32,45 $\pm$ 7,16 <sup>g</sup>	79,77 $\pm$ 7,11 <sup>c</sup>	64,74 $\pm$ 12,98 <sup>d</sup>	47,28 $\pm$ 6,33 <sup>f</sup>
Ácido ferúlico	146,69 $\pm$ 6,93 <sup>c</sup>	206,11 $\pm$ 12,12 <sup>b</sup>	639,53 $\pm$ 0,90 <sup>a</sup>	618,57 $\pm$ 0,49 <sup>a</sup>	161,33 $\pm$ 13,61 <sup>c</sup>	138,66 $\pm$ 38,46 <sup>c</sup>	67,57 $\pm$ 3,09 <sup>d</sup>	56,07 $\pm$ 5,35 <sup>d</sup>	39,96 $\pm$ 0,74 <sup>e</sup>	41,23 $\pm$ 0,28 <sup>f</sup>	39,13 $\pm$ 0,26 <sup>e</sup>
Ácido siríngico	20,64 $\pm$ 0,07 <sup>a</sup>	22,03 $\pm$ 0,07 <sup>a</sup>	16,49 $\pm$ 0,02 <sup>b</sup>	17,97 $\pm$ 0,25 <sup>c</sup>	17,04 $\pm$ 0,15 <sup>c</sup>	15,47 $\pm$ 0,08 <sup>d</sup>	15,48 $\pm$ 0,02 <sup>d</sup>	15,94 $\pm$ 0,17 <sup>d</sup>	15,85 $\pm$ 0,03 <sup>d</sup>	15,87 $\pm$ 0,07 <sup>d</sup>	15,14 $\pm$ 0,00 <sup>d</sup>
Ácido clorogênico	12,01 $\pm$ 0,06 <sup>a</sup>	12,46 $\pm$ 0,07 <sup>a</sup>	10,76 $\pm$ 0,07 <sup>b</sup>	10,76 $\pm$ 0,01 <sup>b</sup>	10,76 $\pm$ 0,01 <sup>b</sup>	10,76 $\pm$ 0,01 <sup>b</sup>	10,85 $\pm$ 0,03 <sup>b</sup>	10,80 $\pm$ 0,03 <sup>b</sup>	10,80 $\pm$ 0,02 <sup>b</sup>	10,70 $\pm$ 0,00 <sup>b</sup>	10,72 $\pm$ 0,00 <sup>b</sup>
Ácido 2,5- dihidroxibenzoico	59,56 $\pm$ 1,80 <sup>c</sup>	68,73 $\pm$ 7,02 <sup>c</sup>	109,47 $\pm$ 6,00 <sup>a</sup>	44,00 $\pm$ 2,02 <sup>d</sup>	79,72 $\pm$ 48,07 <sup>b</sup>	50,47 $\pm$ 0,06 <sup>d</sup>	43,28 $\pm$ 14,84 <sup>d</sup>	81,28 $\pm$ 18,12 <sup>b</sup>	50,13 $\pm$ 0,42 <sup>e</sup>	53,73 $\pm$ 0,06 <sup>e</sup>	63,15 $\pm$ 8,15 <sup>e</sup>
Ácido salicílico	17,95 $\pm$ 1,52 <sup>b</sup>	22,12 $\pm$ 1,46 <sup>a</sup>	11,87 $\pm$ 0,15 <sup>c</sup>	12,43 $\pm$ 0,04 <sup>c</sup>	9,85 $\pm$ 0,04 <sup>d</sup>	10,43 $\pm$ 0,49 <sup>d</sup>	10,85 $\pm$ 0,34 <sup>d</sup>	10,57 $\pm$ 0,22 <sup>d</sup>	11,48 $\pm$ 0,39 <sup>d</sup>	10,74 $\pm$ 0,09 <sup>d</sup>	10,17 $\pm$ 0,32 <sup>d</sup>
Ácido 3,4- dihidroxibenzoico	81,80 $\pm$ 9,74 <sup>a</sup>	101,67 $\pm$ 5,69 <sup>a</sup>	36,68 $\pm$ 0,56 <sup>b</sup>	37,76 $\pm$ 0,95 <sup>b</sup>	28,91 $\pm$ 0,92 <sup>c</sup>	2,45 $\pm$ 0,11 <sup>d</sup>	2,64 $\pm$ 0,06 <sup>d</sup>	11,81 $\pm$ 2,24 <sup>e</sup>	0,64 $\pm$ 0,02 <sup>f</sup>	0,55 $\pm$ 0,11 <sup>f</sup>	1,34 $\pm$ 0,32 <sup>g</sup>
Ácido <i>p</i> -cumárico	67,06 $\pm$ 12,29 <sup>c</sup>	97,65 $\pm$ 2,58 <sup>b</sup>	228,55 $\pm$ 23,97 <sup>a</sup>	228,56 $\pm$ 23,90 <sup>a</sup>	59,76 $\pm$ 3,69 <sup>d</sup>	59,15 $\pm$ 24,00 <sup>d</sup>	21,29 $\pm$ 2,04 <sup>g</sup>	14,04 $\pm$ 2,13 <sup>g</sup>	36,78 $\pm$ 4,17 <sup>f</sup>	40,49 $\pm$ 2,59 <sup>f</sup>	5,82 $\pm$ 0,18 <sup>h</sup>
Ácido gálico	5966,18 $\pm$ 74,78 <sup>a</sup>	7394,90 $\pm$ 1,20 <sup>a</sup>	531,96 $\pm$ 1,85 <sup>c</sup>	499,80 $\pm$ 19,12 <sup>c</sup>	30,30 $\pm$ 1,59 <sup>g</sup>	1269,81 $\pm$ 23,69 <sup>b</sup>	1701,82 $\pm$ 15,82 <sup>d</sup>	280,23 $\pm$ 30,11 <sup>e</sup>	17,68 $\pm$ 1,57 <sup>f</sup>	16,36 $\pm$ 0,74 <sup>f</sup>	25,86 $\pm$ 8,35 <sup>g</sup>
Ácido caféico	27,92 $\pm$ 0,30 <sup>c</sup>	29,56 $\pm$ 0,50 <sup>b</sup>	24,75 $\pm$ 0,00 <sup>d</sup>	33,48 $\pm$ 0,13 <sup>a</sup>	25,80 $\pm$ 0,08 <sup>d</sup>	37,24 $\pm$ 0,00 <sup>c</sup>	35,21 $\pm$ 0,13 <sup>d</sup>	24,09 $\pm$ 0,77 <sup>d</sup>	24,68 $\pm$ 0,04 <sup>d</sup>	24,70 $\pm$ 0,02 <sup>d</sup>	24,74 $\pm$ 0,18 <sup>d</sup>
Ácido sináptico	50,14 $\pm$ 0,09 <sup>a</sup>	50,42 $\pm$ 0,06 <sup>a</sup>	48,11 $\pm$ 0,11 <sup>b</sup>	48,09 $\pm$ 0,10 <sup>b</sup>	nd	48,10 $\pm$ 0,15 <sup>b</sup>	48,05 $\pm$ 0,09 <sup>b</sup>	47,89 $\pm$ 0,04 <sup>b</sup>	nd	nd	nd
Pinocembrina	11,66 $\pm$ 0,47 <sup>a</sup>	12,65 $\pm$ 0,67 <sup>a</sup>	9,65 $\pm$ 0,00 <sup>b</sup>	10,11 $\pm$ 0,07 <sup>a</sup>	9,66 $\pm$ 0,01 <sup>b</sup>	9,96 $\pm$ 0,10 <sup>b</sup>	9,80 $\pm$ 0,02 <sup>b</sup>	9,64 $\pm$ 0,01 <sup>b</sup>	nd	nd	nd
Epicatequina	40,16 $\pm$ 0,27 <sup>a</sup>	40,49 $\pm$ 0,07 <sup>a</sup>	39,72 $\pm$ 0,11 <sup>b</sup>	39,52 $\pm$ 0,50 <sup>b</sup>	nd	41,66 $\pm$ 0,15 <sup>b</sup>	41,75 $\pm$ 0,10 <sup>b</sup>	39,58 $\pm$ 0,01 <sup>b</sup>	nd	nd	nd
Siringaldeído	40,95 $\pm$ 0,48 <sup>a</sup>	46,31 $\pm$ 1,38 <sup>b</sup>	38,04 $\pm$ 0,01 <sup>c</sup>	40,54 $\pm$ 0,01 <sup>a</sup>	34,85 $\pm$ 0,27 <sup>d</sup>	33,32 $\pm$ 0,71 <sup>d</sup>	33,62 $\pm$ 0,21 <sup>d</sup>	36,07 $\pm$ 1,47 <sup>c</sup>	34,51 $\pm$ 0,00 <sup>d</sup>	34,86 $\pm$ 0,44 <sup>d</sup>	32,63 $\pm$ 0,37 <sup>d</sup>
Catequina	40,95 $\pm$ 0,27 <sup>b</sup>	52,42 $\pm$ 0,02 <sup>a</sup>	36,46 $\pm$ 0,07 <sup>c</sup>	36,47 $\pm$ 0,00 <sup>c</sup>	36,56 $\pm$ 0,00 <sup>c</sup>	51,79 $\pm$ 0,19 <sup>c</sup>	50,52 $\pm$ 0,02 <sup>c</sup>	36,56 $\pm$ 0,01 <sup>c</sup>	nd	nd	nd

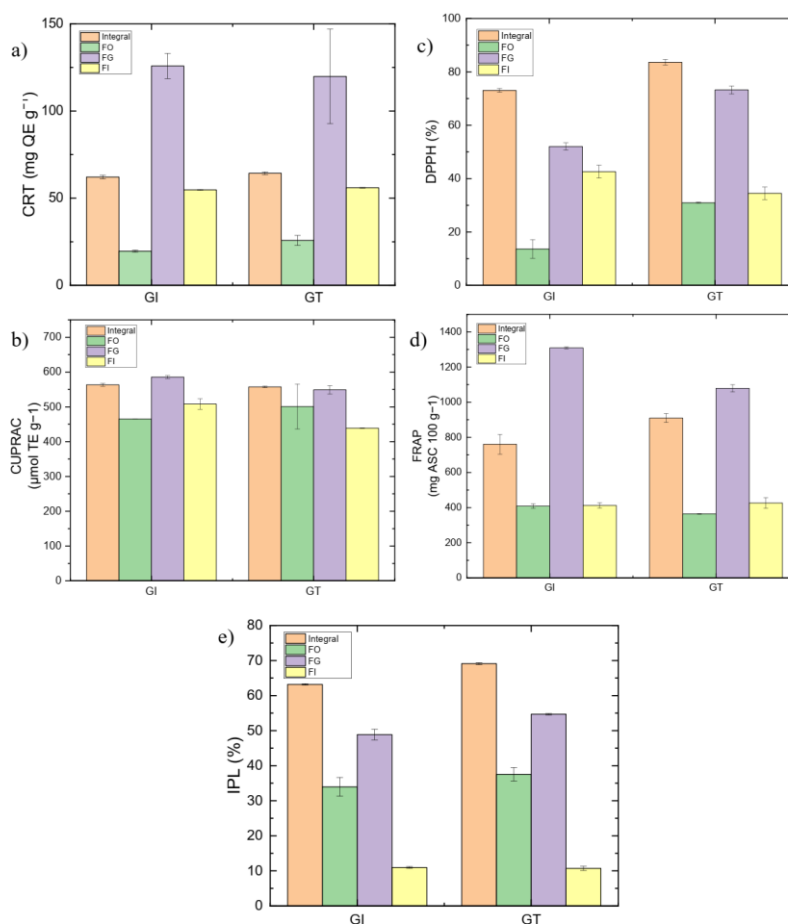


Hesperidina	26,28 ± 0,09 <sup>a</sup>	24,27 ± 7,95 <sup>a</sup>	17,99 ± 0,02 <sup>c</sup>	22,62 ± 0,27 <sup>b</sup>	18,60 ± 0,98 <sup>c</sup>	17,98 ± 0,06 <sup>c</sup>	17,86 ± 0,05 <sup>c</sup>	17,90 ± 0,04 <sup>c</sup>	18,25 ± 0,01 <sup>c</sup>	18,26 ± 0,04 <sup>c</sup>	17,88 ± 0,00 <sup>c</sup>
Luteolina	66,93 ± 2,16 <sup>a</sup>	71,26 ± 0,50 <sup>a</sup>	62,22 ± 1,36 <sup>b</sup>	62,13 ± 1,45 <sup>b</sup>	58,59 ± 0,00 <sup>c</sup>	58,65 ± 0,01 <sup>c</sup>	58,67 ± 0,04 <sup>c</sup>	58,66 ± 0,00 <sup>c</sup>	nd	nd	nd
Cumarina	109,98 ± 0,48 <sup>b</sup>	185,88 ± 3,74 <sup>b</sup>	50,25 ± 0,32 <sup>d</sup>	474,23 ± 21,04 <sup>a</sup>	143,57 ± 10,99 <sup>c</sup>	169,41 ± 56,83 <sup>c</sup>	67,92 ± 7,91 <sup>d</sup>	56,26 ± 4,04 <sup>d</sup>	92,57 ± 1,21 <sup>f</sup>	101,04 ± 8,62 <sup>f</sup>	33,42 ± 1,60 <sup>g</sup>
Coniferaldeído	24,23 ± 1,56 <sup>a</sup>	26,82 ± 0,46 <sup>a</sup>	18,03 ± 0,04 <sup>b</sup>	18,57 ± 0,06 <sup>b</sup>	17,93 ± 0,03 <sup>b</sup>	18,37 ± 0,35 <sup>b</sup>	18,26 ± 0,11 <sup>b</sup>	18,02 ± 0,11 <sup>b</sup>	17,95 ± 0,03 <sup>b</sup>	17,92 ± 0,02 <sup>b</sup>	17,82 ± 0,01 <sup>b</sup>
Sinapaldeído	50,14 ± 0,09 <sup>a</sup>	50,42 ± 0,06 <sup>a</sup>	48,11 ± 0,11 <sup>b</sup>	48,09 ± 0,10 <sup>b</sup>	nd	48,10 ± 0,15 <sup>b</sup>	48,05 ± 0,09 <sup>b</sup>	47,89 ± 0,07 <sup>b</sup>	nd	nd	nd
Naringenina	29,19 ± 0,09 <sup>a</sup>	29,61 ± 0,14 <sup>a</sup>	25,62 ± 0,09 <sup>b</sup>	26,21 ± 0,12 <sup>b</sup>	25,68 ± 0,45 <sup>b</sup>	25,95 ± 0,07 <sup>b</sup>	25,75 ± 0,22 <sup>b</sup>	25,55 ± 0,47 <sup>b</sup>	25,64 ± 0,77 <sup>b</sup>	25,68 ± 0,02 <sup>b</sup>	24,17 ± 0,04 <sup>c</sup>
Pinobanksin	34,54 ± 0,05 <sup>a</sup>	34,72 ± 0,08 <sup>a</sup>	34,26 ± 0,08 <sup>a</sup>	34,26 ± 0,03 <sup>a</sup>	34,50 ± 0,01 <sup>a</sup>	nd	nd	nd	nd	nd	nd
Naringina	32,23 ± 3,88 <sup>a</sup>	37,08 ± 1,24 <sup>a</sup>	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
Rutina	65,20 ± 14,26 <sup>b</sup>	91,46 ± 13,11 <sup>a</sup>	34,95 ± 0,09 <sup>c</sup>	35,95 ± 0,09 <sup>c</sup>	32,15 ± 0,89 <sup>d</sup>	32,40 ± 0,11 <sup>d</sup>	32,56 ± 0,31 <sup>d</sup>	31,49 ± 0,06 <sup>e</sup>	31,46 ± 0,05 <sup>e</sup>	31,54 ± 0,05 <sup>e</sup>	30,13 ± 0,01 <sup>e</sup>
Isoquercitrina	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
Taxifolina	33,08 ± 0,64 <sup>a</sup>	34,08 ± 0,79 <sup>a</sup>	29,45 ± 0,09 <sup>b</sup>	29,67 ± 0,39 <sup>b</sup>	28,93 ± 0,06 <sup>b</sup>	29,31 ± 0,10 <sup>b</sup>	29,37 ± 0,04 <sup>b</sup>	28,74 ± 0,01 <sup>b</sup>	29,65 ± 0,45 <sup>b</sup>	29,90 ± 0,12 <sup>b</sup>	28,66 ± 0,17 <sup>b</sup>

Letras diferentes entre linhas indicam diferença estatística (Teste de Tukey,  $p < 0,05$ ). GT: gurguéia torrada; FOGT: fase oral da gurguéia torrada; FGGT: fase gástrica gurguéia torrada; FIGT: fase intestinal gurguéia torrada. nd: não detectável.

A Figura 2.4 e a Tabela 2.5 estão apresentados os resultados de potencial antioxidante para amostras de castanha do gurguéia *in natura* (GI) e castanha do gurguéia torrada (GT), antes e após as fases oral, gástrica e intestinal da simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*. Os resultados para o PA nas diferentes fases da simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* diferiram significativamente ( $p < 0,05$ ). A amostra GT apresentou maior potencial antioxidante para os métodos CRT (23,73-24,86 mg QE 100 g<sup>-1</sup>), DPPH (82,84-84,37%), FRAP (891,94-927,88 mg ASC 100 g<sup>-1</sup>) e IPL (68,91-69,31%). Tanto para a amostra GI quanto para GT, os métodos CRT, CUPRAC, DPPH, FRAP e ILP foi observado uma diminuição do PA na fase oral, seguido por um aumento na fase gástrica e posterior diminuição na fase intestinal.

Figura 2.5 – Potencial antioxidante (CRT, CUPRAC, DPPH, FRAP e IPL) das amostras de castanha do gurguéia *in natura* (GI) e torrada (GT), integral e nas fases oral (FO), gástrica (FG) e intestinal (FI).



Fonte: Autoria própria. CRT: Capacidade redutora total; CUPRAC: potencial antioxidante redutor do íon cúprico; DPPH: Captura do radical DPPH; FRAP: potencial antioxidante redutor férrico; IPL: Inibição da peroxidação lipídica.

Tabela 2.5 – Potencial antioxidante por CRT, CUPRAC, DPPH, FRAP e IPL para extratos de castanha do gurguéia *in natura* (GI) e castanha do gurguéia torrada (GT) durante a simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*.

Amostras		CRT (mg QE g <sup>-1</sup> )	CUPRAC (μmol TE g <sup>-1</sup> )	DPPH (%)	FRAP (mg ASC 100 g <sup>-1</sup> )	IPL (%)	
Castanha do gurguéia <i>in natura</i>	Integral	GI-1	61,39 ± 0,15 <sup>a</sup>	566,52 ± 0,11 <sup>a</sup>	73,56 ± 0,02 <sup>b</sup>	800,35 ± 0,01 <sup>a</sup>	63,34 ± 0,04 <sup>a</sup>
		GI-2	62,93 ± 0,75 <sup>a</sup>	560,12 ± 0,13 <sup>a</sup>	72,55 ± 0,01 <sup>b</sup>	720,93 ± 0,01 <sup>b</sup>	63,05 ± 0,00 <sup>a</sup>
	Fase oral	FOGI-1	19,19 ± 0,42 <sup>d</sup>	465,72 ± 0,11 <sup>c</sup>	11,17 ± 0,04 <sup>c</sup>	417,74 ± 0,01 <sup>a</sup>	32,06 ± 0,06 <sup>b</sup>
		FOGI-2	20,09 ± 0,51 <sup>c</sup>	465,12 ± 0,02 <sup>c</sup>	16,11 ± 0,05 <sup>b</sup>	399,19 ± 0,01 <sup>a</sup>	35,87 ± 0,06 <sup>b</sup>
		Controle-FOGI	25,06 ± 0,01 <sup>a</sup>	542,65 ± 0,12 <sup>b</sup>	63,80 ± 0,01 <sup>a</sup>	580,65 ± 0,02 <sup>b</sup>	69,11 ± 0,01 <sup>a</sup>
	Fase gástrica	FGGI-1	120,66 ± 0,00 <sup>b</sup>	588,39 ± 0,09 <sup>a</sup>	52,99 ± 0,04 <sup>a</sup>	1312,81 ± 0,01 <sup>a</sup>	47,80 ± 0,01 <sup>a</sup>
		FGGI-2	130,93 ± 0,00 <sup>a</sup>	582,65 ± 0,03 <sup>a</sup>	51,08 ± 0,02 <sup>a</sup>	1305,86 ± 0,03 <sup>a</sup>	49,95 ± 0,06 <sup>a</sup>
		Controle-FGGI	100,76 ± 0,03 <sup>c</sup>	507,92 ± 0,03 <sup>a</sup>	40,95 ± 0,07 <sup>b</sup>	1061,22 ± 0,00 <sup>b</sup>	38,32 ± 0,01 <sup>b</sup>
	Fase intestinal	FIGI-1	54,96 ± 0,05 <sup>a</sup>	518,72 ± 0,04 <sup>a</sup>	44,33 ± 0,02 <sup>a</sup>	401,51 ± 0,01 <sup>a</sup>	11,14 ± 0,03 <sup>a</sup>
		FIGI-2	54,59 ± 0,02 <sup>a</sup>	497,59 ± 0,00 <sup>b</sup>	40,88 ± 0,06 <sup>a</sup>	422,96 ± 0,02 <sup>a</sup>	10,75 ± 0,00 <sup>a</sup>
		Controle -FIGI	21,83 ± 0,00 <sup>b</sup>	570,39 ± 0,01 <sup>a</sup>	47,05 ± 0,06 <sup>b</sup>	110,49 ± 0,03 <sup>b</sup>	39,78 ± 0,01 <sup>b</sup>
	Castanha do gurguéia torrada	Integral	GT-1	64,86 ± 0,01 <sup>a</sup>	559,45 ± 0,11 <sup>a</sup>	84,37 ± 0,01 <sup>a</sup>	927,88 ± 0,04 <sup>a</sup>
GT-2			63,73 ± 0,03 <sup>a</sup>	556,05 ± 0,09 <sup>a</sup>	82,85 ± 0,01 <sup>a</sup>	891,94 ± 0,05 <sup>b</sup>	69,31 ± 0,00 <sup>a</sup>
Fase oral		FOGT-1	27,79 ± 0,01 <sup>a</sup>	495,39 ± 0,16 <sup>b</sup>	30,77 ± 0,82 <sup>a</sup>	365,57 ± 0,10 <sup>a</sup>	38,91 ± 0,05 <sup>a</sup>
		FOGT-2	23,76 ± 0,01 <sup>b</sup>	506,72 ± 0,06 <sup>a</sup>	31,13 ± 0,04 <sup>a</sup>	363,25 ± 0,10 <sup>a</sup>	36,17 ± 0,03 <sup>a</sup>
		Controle-FOGT	22,16 ± 0,00 <sup>c</sup>	582,05 ± 0,03 <sup>a</sup>	51,63 ± 0,01 <sup>b</sup>	454,84 ± 0,01 <sup>b</sup>	57,87 ± 0,04 <sup>b</sup>
Fase gástrica		FGGT-1	100,67 ± 0,01 <sup>b</sup>	550,25 ± 0,44 <sup>a</sup>	74,30 ± 0,51 <sup>a</sup>	1093,68 ± 0,01 <sup>a</sup>	54,84 ± 0,01 <sup>a</sup>
		FGGT-2	139,00 ± 0,01 <sup>a</sup>	537,59 ± 0,80 <sup>a</sup>	72,17 ± 0,42 <sup>a</sup>	1064,12 ± 0,02 <sup>a</sup>	54,55 ± 0,01 <sup>a</sup>
		Controle-FGGT	86,50 ± 0,01 <sup>c</sup>	305,59 ± 0,03 <sup>b</sup>	57,09 ± 0,03 <sup>b</sup>	841,41 ± 0,01 <sup>b</sup>	49,46 ± 0,02 <sup>b</sup>
Fase intestinal		FIGT-1	55,79 ± 0,10 <sup>a</sup>	438,59 ± 0,05 <sup>b</sup>	32,84 ± 0,06 <sup>b</sup>	447,88 ± 0,06 <sup>a</sup>	10,26 ± 0,05 <sup>a</sup>
		FIGT-2	56,16 ± 0,50 <sup>a</sup>	439,25 ± 0,10 <sup>b</sup>	36,13 ± 0,06 <sup>b</sup>	404,41 ± 0,02 <sup>a</sup>	11,14 ± 0,05 <sup>a</sup>
		Controle-FIGT	52,59 ± 0,03 <sup>b</sup>	479,85 ± 0,05 <sup>a</sup>	55,18 ± 0,05 <sup>a</sup>	808,46 ± 0,00 <sup>b</sup>	34,21 ± 0,91 <sup>b</sup>

Letras diferentes entre colunas indicam diferença estatística (Teste de Tukey,  $p < 0,05$ ) entre amostras digeridas na mesma fase, mas com tratamento diferentes, ou seja, *in natura* ou torrada. GI: gurguéia *in natura*; FOGI: fase oral da gurguéia *in natura*; FGGI: fase gástrica gurguéia *in natura*; FIGI: fase intestinal gurguéia *in natura*. GT: gurguéia torrada; FOGT: fase oral da gurguéia torrada; FGGT: fase gástrica gurguéia torrada; FIGT: fase intestinal gurguéia torrada. CRT: Capacidade redutora total; CUPRAC: potencial antioxidante redutor do íon cúprico; DPPH: Captura do radical DPPH; FRAP: potencial antioxidante redutor férrico; IPL: Inibição da peroxidação lipídica.

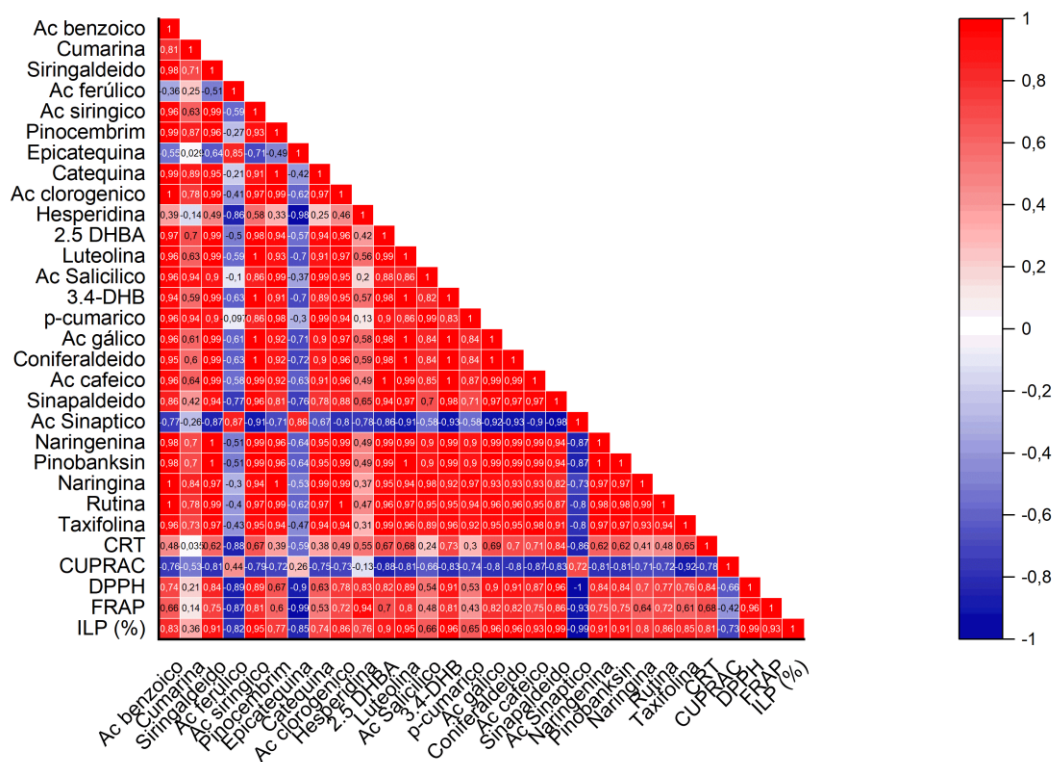
As amostras GI e GT apresentaram maior potencial antioxidante após a simulação da digestão na fase gástrica, indicando a metabolização dos nutrientes e liberação de compostos com propriedades antioxidantes nesta fase. De acordo com Vinholes *et al.* (2018), a perda acentuada do potencial antioxidante após a fase intestinal também ocorreu em algumas frutas nativas brasileiras (araçá, butiá e pitanga) indicando que a maioria dos antioxidantes pode ser degradada nesta etapa. Um comportamento semelhante foi reportado por Haas *et al.* (2019) para a simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* de sedimento de suco de uva. Os autores indicaram que o maior PA estava relacionado com maiores concentrações de compostos fenólicos na fase gástrica. O pH, o meio gástrico e as interações enzimáticas no sistema digestório podem estar relacionados a esse comportamento (BAKER; CHOCHAN; OPARA, 2013). O potencial antioxidante de farinha de castanha de caju desengordurada foi maior após todas as etapas de digestão simulada *in vitro* para os ensaios ORAC (526,0  $\mu\text{mol TE g}^{-1}$ ) e ABTS (76,64  $\mu\text{mol TE g}^{-1}$ ) (BISINOTTO *et al.*, 2021).

Observa-se que nas amostras controle (Controle-FOGI, -FGGI, -FIGI, -FOGT, -FGGT e -FIGT), utilizando as mesmas condições de simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* com exceção adição das enzimas digestivas e os sais biliares, apresentaram um potencial antioxidante inferior do que as amostras que foram adicionadas de biocatalisadores. No estudo de Cheung *et al.* (2023) com simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* de noz pecã, a adição de enzimas digestivas produziram uma redução desses valores de compostos fenólicos totais e do PA para os métodos avaliados (ORAC, FRAP e TEAC). Este fato é importante, pois mostra que as mudanças no potencial antioxidante, são afetados apenas pelo pH, mas também podem ser influenciados pela atividade enzimática digestiva das enzimas utilizadas.

Na Figura 2.6 pode ser observada a correlação e interações significativas com base no pareamento de Pearson para os resultados obtidos para compostos fenólicos e potencial antioxidante para as amostras GI e GT. A maioria dos compostos fenólicos (ácido benzoico, cumarina, ácido siríngico, pinocembim, catequina, ácido clorogênico, 2,5-DHBA, luteolina, ácido salicílico, 3,4-DHB, ácido *p*-cumárico, ácido gálico, coniferaldeído, ácido caféico, sinapaldeído, naringenina, pinobanksin, , naringina, rutina, taxifolina) e do potencial antioxidante (DPPH, FRAP e IPL) nas amostras GI e GT apresentaram uma correlação forte positiva ( $r > 0,70$ ) com exceção para ácido ferúlico, epicatequina e o ácido sináptico; CTR apresentou mais correlações positivas moderadas ( $0,7 > r > 0,5$ ), e alguns valores de uma interação positiva fraca ( $r < 0,5$ ) que os outros métodos de PA. Entretanto, correlações fortes negativas ( $r > 0,70$ ) foram identificadas entre o ácido ferúlico, epicatequina, CUPRAC e o ácido

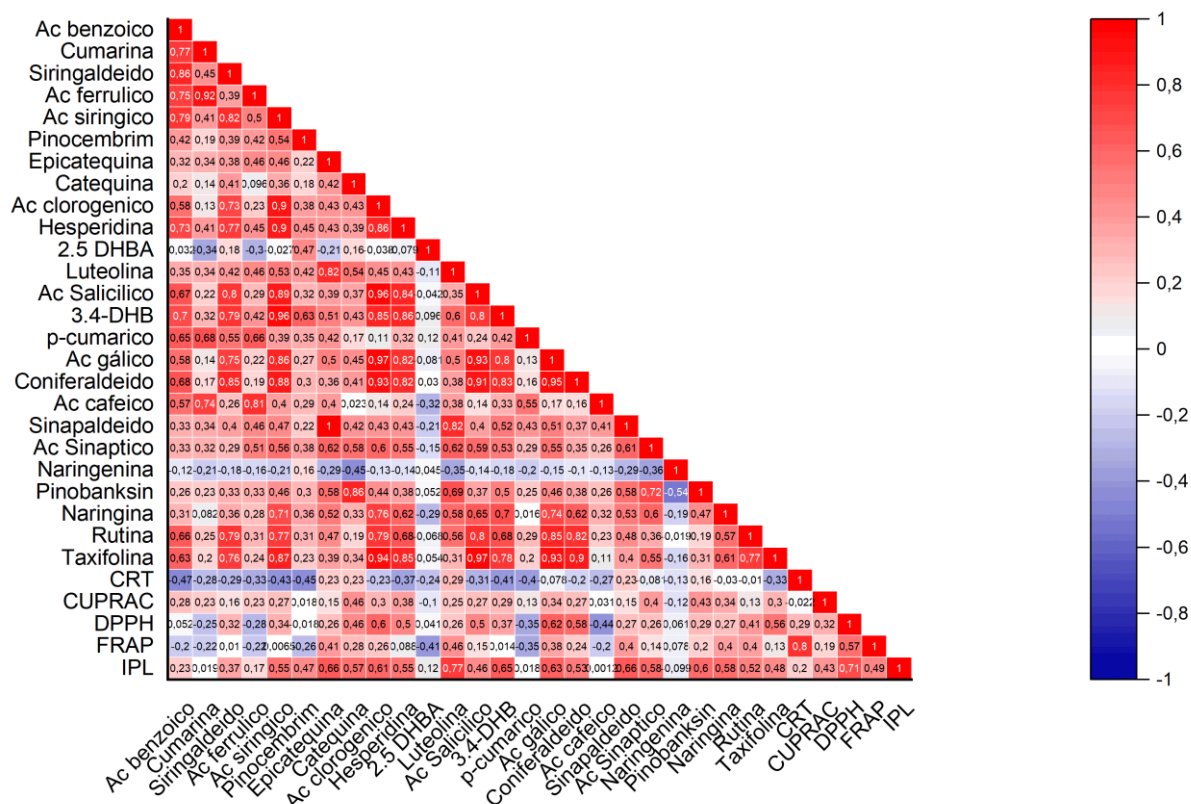
sinápico, indicando concentrações inversas, enquanto os outros compostos aumentaram, esses compostos diminuíram em comparação aos demais.

Figura 2.6 – Correlograma entre a relação da concentração de compostos fenólicos e potencial antioxidante pelo coeficiente de Pearson ( $r$ ) das amostras GI e GT integral.



Na Figura 2.7 é possível observar a correlação entre as amostras GI e GT antes e após a simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*, após cada uma das fases (oral, gástrica e intestinal) sobre os resultados dos compostos fenólicos e potencial antioxidante, bem como as interações significativas com base no pareamento de Pearson ( $p < 0,001$ ). Os compostos fenólicos nas amostras GI e GT que apresentaram mais correlações fortes positivas ( $r > 0,70$ ) foram cumarina, siringaldeido, ácido ferúlico, ácido siringico, ácido clorogênico, hesperidina, ácido gálico e coniferaldeido. Os demais compostos fenólicos bem como o PA obtido para os diferentes métodos apresentaram em sua maioria correlações moderadas positivas ( $0,7 > r > 0,5$ ) e correlações fracas positivas ( $r < 0,5$ ). Os compostos que apresentaram correlações fracas negativas ( $r < 0,5$ ) foram os ácidos 2,5-dihidroxibenzoico e caféico, sinapaldeido, ácido sinápico e a naringenina; e o PA para os métodos CRT, DPPH e FRAP.

Figura 2.7 – Correlograma entre relação da concentração de compostos fenólicos e potencial antioxidante pelo coeficiente de Pearson ( $r$ ) das amostras GI e GT integrais e durante as fases de simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*.



Fonte: Autoria própria

### 2.3.4 Bioacessibilidade de compostos fenólicos individuais durante a digestão gastrointestinal simulada *in vitro*

Os índices de bioacessibilidade dos compostos fenólicos das amostras GI e GT durante a simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* são apresentados na Tabela 2.6.

Tabela 2.6 – Compostos fenólicos após simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* das amostras da castanha do gurguéia *in natura* (GI) e torrada (GT).

Compostos fenólicos	VCG (%)		VCI (%)		IB (%)	
	GI	GT	GI	GT	GI	GT
Ácido benzóico	68,24 ± 5,82 <sup>a</sup>	75,98 ± 14,22 <sup>a</sup>	59,21 ± 1,13 <sup>a</sup>	61,32 ± 19,62 <sup>a</sup>	40,79 ± 1,13 <sup>a</sup>	38,68 ± 19,62 <sup>a</sup>
Ácido ferúlico	68,51 ± 5,25 <sup>a</sup>	36,34 ± 3,66 <sup>b</sup>	81,61 ± 0,90 <sup>a</sup>	76,38 ± 5,12 <sup>a</sup>	18,34 ± 0,97 <sup>a</sup>	23,00 ± 5,12 <sup>b</sup>
Ácido siríngico	17,63 ± 1,04 <sup>a</sup>	27,38 ± 3,31 <sup>b</sup>	16,63 ± 0,16 <sup>b</sup>	25,58 ± 3,36 <sup>a</sup>	83,52 ± 0,37 <sup>a</sup>	74,42 ± 3,36 <sup>b</sup>
Ácido clorogênico	8,09 ± 0,17 <sup>b</sup>	11,46 ± 2,56 <sup>a</sup>	8,65 ± 1,05 <sup>b</sup>	12,57 ± 2,36 <sup>a</sup>	91,65 ± 0,65 <sup>a</sup>	87,43 ± 2,36 <sup>b</sup>
Ácido 2,5- dihidroxibenzoico	-	-	-	-	-	-
Ácido salicílico	40,25 ± 2,35 <sup>a</sup>	46,40 ± 6,40 <sup>a</sup>	36,43 ± 0,97 <sup>b</sup>	43,74 ± 10,86 <sup>a</sup>	64,30 ± 2,00 <sup>a</sup>	56,26 ± 10,86 <sup>a</sup>
Ácido 3,4- dihidroxibenzoico	93,72 ± 0,95 <sup>b</sup>	97,21 ± 0,28 <sup>a</sup>	97,32 ± 0,08 <sup>b</sup>	99,34 ± 0,17 <sup>a</sup>	2,59 ± 0,06 <sup>a</sup>	0,66 ± 0,17 <sup>b</sup>
Ácido <i>p</i> -cumárico	59,35 ± 13,46 <sup>a</sup>	44,99 ± 46,96 <sup>a</sup>	45,51 ± 3,15 <sup>b</sup>	51,84 ± 9,46 <sup>a</sup>	53,53 ± 4,50 <sup>a</sup>	48,16 ± 9,46 <sup>a</sup>
Ácido gálico	66,83 ± 14,58 <sup>b</sup>	84,61 ± 8,34 <sup>a</sup>	99,55 ± 0,03 <sup>a</sup>	99,74 ± 0,05 <sup>a</sup>	0,45 ± 0,04 <sup>a</sup>	0,26 ± 0,05 <sup>b</sup>
Ácido caféico	3,20 ± 0,57 <sup>b</sup>	8,59 ± 0,69 <sup>a</sup>	1,30 ± 0,10 <sup>b</sup>	14,03 ± 3,43 <sup>a</sup>	97,70 ± 1,52 <sup>a</sup>	85,97 ± 3,43 <sup>b</sup>
Ácido sináptico	61,95 ± 1,79 <sup>a</sup>	18,17 ± 0,43 <sup>b</sup>	65,02 ± 0,05 <sup>a</sup>	-	34,00 ± 0,06	-
Pinocembrina	-	-	-	-	-	-
Epicatequina	3,16 ± 1,25 <sup>a</sup>	1,54 ± 0,43 <sup>b</sup>	-	-	-	-
Siringaldeído	7,35 ± 0,50 <sup>b</sup>	23,01 ± 6,19 <sup>a</sup>	7,94 ± 0,38 <sup>b</sup>	20,23 ± 6,34 <sup>a</sup>	92,06 ± 0,38 <sup>a</sup>	79,77 ± 6,34 <sup>b</sup>
Catequina	5,04 ± 0,91 <sup>b</sup>	20,25 ± 14,27 <sup>a</sup>	5,38 ± 074	-	94,10 ± 0,73	-
Hesperidina	20,25 ± 6,62 <sup>b</sup>	29,01 ± 3,66 <sup>a</sup>	24,76 ± 0,32 <sup>a</sup>	27,66 ± 4,07 <sup>a</sup>	79,84 ± 6,18 <sup>a</sup>	72,34 ± 4,07 <sup>b</sup>
Luteolina	3,94 ± 0,20 <sup>b</sup>	15,03 ± 3,75 <sup>a</sup>	-	-	-	-
Cumarina	34,99 ± 14,19 <sup>b</sup>	50,18 ± 18,79 <sup>a</sup>	25,64 ± 4,55 <sup>a</sup>	30,74 ± 1,08 <sup>a</sup>	74,23 ± 4,37 <sup>a</sup>	69,26 ± 1,06 <sup>b</sup>
Coniferaldeído	9,96 ± 0,57 <sup>b</sup>	28,04 ± 5,47 <sup>a</sup>	11,12 ± 0,04 <sup>b</sup>	29,56 ± 5,13 <sup>a</sup>	88,83 ± 0,04 <sup>a</sup>	70,44 ± 5,13 <sup>b</sup>
Sinapaldeído	1,37 ± 0,34 <sup>b</sup>	4,39 ± 0,45 <sup>a</sup>	-	-	-	-
Naringenina	5,43 ± 0,11 <sup>b</sup>	11,87 ± 4,07 <sup>a</sup>	5,82 ± 0,02 <sup>b</sup>	12,94 ± 3,22 <sup>a</sup>	94,06 ± 0,15 <sup>a</sup>	87,06 ± 3,22 <sup>b</sup>
Pinobanksin	9,55 ± 0,41 <sup>b</sup>	18,57 ± 5,59 <sup>a</sup>	9,79 ± 0,85	-	89,99 ± 1,16	-
Naringina	25,02 ± 1,50	-	-	-	-	-
Rutina	36,49 ± 4,70 <sup>b</sup>	57,35 ± 9,97 <sup>a</sup>	-	58,64 ± 9,73	-	-
Isoquercitrina	72,61 ± 16,79	-	98,80 ± 1,15	-	1,03 ± 0,90	-

Taxifolina	10,01 ± 10,23 <sup>a</sup>	12,61 ±1,73 <sup>a</sup>	8,83 ± 0,52 <sup>b</sup>	11,33 ± 1,35 <sup>a</sup>	90,50 ±1,48 <sup>a</sup>	88,67 ± 1,35 <sup>a</sup>
------------	-------------------------------	-----------------------------	-----------------------------	------------------------------	-----------------------------	------------------------------

Letras diferentes na mesma linha indica diferença estatística (Teste de t student,  $p < 0,05$ ) entre as amostras GI e GT. IB: Índice de bioacessibilidade. VCG: Variação da concentração após a digestão gástrica em relação à amostra não digerida (%), VCI: Variação da concentração após a digestão intestinal em relação à amostra não digerida (%). -: não foi possível calcular.

A variação da concentração dos fenólicos após a digestão gástrica (VCG) para as amostras GI e GT foi maior para ácido 3,4-dihidroxibenzoico (93,72% para GI e 97,21% para GT), ácido benzóico (68,24% para GI e 75,98% para GT) e ácido gálico (66,83% para GI e 84,61% para GT). Esses compostos fenólicos apresentaram mais de 70% de variação da concentração na fase gástrica em relação à amostra não digerida. A maioria dos compostos fenólicos diferiu significativamente ( $p > 0,05$ ) entre as amostras GI e GT. Os compostos naringina e isoquercitina na amostra GT não foram detectados. Estes resultados podem se devido a degradação térmica ou pH do meio reacional. Entretanto, a maioria dos compostos fenólicos da amostra GT apresentaram um VCG maior do que a amostra GI.

A variação da concentração dos fenólicos após a digestão intestinal (VCI) apresentou os maiores valores do ácido gálico (99,55% para GI e 99,74% para GT), ácido 3,4-dihidroxibenzoico (97,32% para GI e 99,34% para GT) e ácido ferúlico. Esses compostos fenólicos apresentaram mais de 80% da variação da concentração na fase intestinal em relação a amostra não digerida. A maioria dos compostos fenólicos diferiu significativamente ( $p > 0,05$ ) entre as amostras GI e GT. Tanto para a amostra GI quanto para a GT foi observada perda maior de compostos fenólicos (epicatequina, catequina luteolina, sinapaldeído, naringina, rutina e isocatequina) durante a fase intestinal provavelmente em função do pH do meio. Contudo, da mesma forma que na fase gástrica, durante a fase intestinal a maioria dos compostos fenólicos da amostra GT apresentaram um VCI maior do que o apresentado para a amostra GI.

Os ácidos caféico (97,70% e 85,97), pinobanksin (94,06% e 87,06%), clorogênico (91,65% e 87,43%), siringaldeído (92,06% e 9,77%); e a taxifolina (90,50% e 88,67 %) apresentaram o maior índice de bioacessibilidade (IB) para as amostras GI e GT, respectivamente. O IB da maioria dos compostos fenólicos diferiu significativamente ( $p > 0,05$ ) entre as amostras GI e GT, apresentando maiores valores para a amostra GI.

Esses resultados demonstram que o tratamento de torrefação diminuiu o IB para ácido ferúlico, ácido sirínico, ácido clorogênico, ácido 3,4-dihidroxibenzoico, ácido caféico, siringaldeído, hesperidina, cumarina, coniferaldeído e naringenina comparado à amostra GI, possivelmente, esses resultados podem ser devido a degradação térmica causada pela torrefação. Herbelo-Hermelo *et al.* (2018) reportou valores de bioacessibilidade em relação aos



compostos fenólicos totais para nozes (20%), macadâmias (15%) nozes pecã (30%), castanha do Brasil (81%), avelã *in natura* (49%), avelã torrada (66%), amêndoa *in natura* (31%), amêndoa torrada (18%), castanha de caju (89%) e pistaches (88%). As diferenças de biodisponibilidade são atribuídas ao tipo de planta, que podem biossintetizar diferentes polifenóis e processamento realizado nas amostras. De acordo com Haas *et al.* (2019), que estudaram o perfil fenólico em frações bioacessíveis de sedimento de suco de uva, a matriz alimentar e o processamento realizado são fatores que afetam a bioacessibilidade de substâncias fenólicas, portanto, os dados não são comparáveis. Os índices de bioacessibilidade dos compostos fenólicos calculados apresentaram alta variabilidade corroborando que a matriz da amostra pode afetar a estabilidade e o comportamento destes compostos durante a passagem gastrointestinal.

Estudos indicaram que a bioacessibilidade dos compostos fenólicos pode aumentar durante a digestão gástrica, enquanto a digestão intestinal promove reduções nas concentrações de diferentes tipos de polifenóis, provavelmente relacionadas à sua estabilidade, mudanças estruturais e degradação (BERMÚDEZ-SOTO; TOMÁS-BARBERÁN; GARCÍA-CONESA, 2007; TAGLIAZUCCHI *et al.*, 2010).

Alguns compostos fenólicos apresentaram uma concentração alta, mas um IB baixo, como o ácido gálico, ácido ferúlico e ácido 3,4-dihidroxibenzoico. Os ácidos fenólicos de menor massa molar, como o ácido gálico, são rapidamente absorvidos trato gastrointestinal, são digeridos logo após a fase gástrica (KETNAWA *et al.*, 2022). No caso do ácido ferúlico, no estudo de Haas *et al.* (2019) a concentração de ácido ferúlico foi reduzida em 32% e 49% após a digestão do sedimento de suco de uva de Bordo e Isabel, a bioacessibilidade foi de 72% e 13%, respectivamente. Dada a ampla ocorrência de polifenóis nos alimentos, a estabilidade e, conseqüentemente, a bioacessibilidade desses compostos são dependentes de suas interações com a matriz original, explicando assim as variações entre diferentes alimentos de origem vegetal, bem como o tratamento térmico realizado na castanha do gurguéia.

Na natureza, compostos bioativos como antioxidantes fenólicos estão presentes principalmente como ésteres, glicosídeos e polímeros em formas solúveis ou insolúveis em água. Antes da absorção, os antioxidantes fenólicos precisam sofrer hidrólise e metabolização através do meio e/ou pela ação da microflora do trato digestivo. Liberação e ativação de compostos fenólicos são reguladas pela sua bioacessibilidade, e as formas metabolizadas através do trato gastrointestinal são transferidos através do sangue para os órgãos-alvo (KARAŚ *et al.*, 2017). De acordo com a literatura, aproximadamente 48% dos polifenóis são digeridos no estômago e intestino delgado, ou seja, na fase gástrica e parte da fase intestinal, enquanto

cerca de 42% são bioacessíveis no cólon, assim completando a fase intestinal, onde parcialmente esses compostos são absorvidos. Os 10% restantes de polifenóis que não são digeridos, permanecem intactos dentro da matriz alimentar, serão excretados completando o ciclo da digestão natural (KETNAWA *et al.*, 2022). A mudança nos compostos fenólicos e no potencial antioxidante dos alimentos à base de plantas durante a digestão simulada pode derivar da mudança correspondente à estrutura fenólica de cada composto individual (GOULAS; HADJISOLOMOU, 2019; MA *et al.*, 2020). Isso ajuda a entender a mudança de polifenóis durante a digestão, estudando as conversões entre compostos polifenólicos e formas metabólicas (KETNAWA *et al.*, 2022). Desta forma, a biodisponibilidade é altamente influenciada pelas propriedades físicas e químicas da matriz alimentar, pelas condições gastrointestinais de cada indivíduo, como microbiota, pH e taxa de absorção e pelas alterações do alvo durante o processo de digestão humana (HERBELLO-HERMELO *et al.*, 2018).

## 2.4 CONCLUSÕES

A castanha do gurguéia indicou ter potencial nutricional e tecnológico pela sua composição química e antioxidante, pois essa é uma matéria-prima apresenta altos teores de lipídios, podendo ser aplicada como uma matéria-prima promissora na indústria de óleos vegetais, tendo também altos teores de carboidratos, sendo a celobiose e a sacarose os principais carboidratos individuais. A torrefação da castanha do gurguéia favoreceu o teor dos compostos fenólicos, principalmente o ácido gálico que apresentou maior concentração para essa matéria-prima, e o potencial antioxidante pelos métodos *in vitro* avaliados (CRT, DPPH, FRAP e IPL). Durante a simulação da digestão gastrointestinal *in vitro* os maiores teores de compostos fenólicos e potencial antioxidante foram encontrados principalmente na fase gástrica para a castanha do gurguéia torrada, provavelmente esses compostos devem ser absorvidos biologicamente logo após essa fase. Entretanto, a torrefação da castanha do gurguéia diminuiu o índice de bioacessibilidade, quando comparado com a castanha *in natura*, porém, a biodisponibilidade é altamente influenciada por vários fatores biológicos, desde a composição da matriz alimentar até condições gastrointestinais de cada indivíduo. Desta forma, incentiva-se a produção de mais estudos sobre ensaios da digestão gastrointestinal da castanha do gurguéia, não somente dos compostos fenólicos, mas outros nutrientes de interesse, como proteínas e carboidratos. Contudo, os resultados deste trabalho representam um avanço para o conhecimento desta matéria-prima subutilizada, demonstrando o grande potencial nutricional e tecnológico desta matéria-prima para a indústria alimentícia. Além disso, os dados obtidos poderão ser utilizados para estimular a produção e consumo da castanha do gurguéia.

## 2.5 REFERÊNCIAS

- ALASALVAR, C.; BOLLING, B. W. Review of nut phytochemicals, fat-soluble bioactives, antioxidant components and health effects. **British Journal of Nutrition**, v. 113, n. S2, p. S68–S78, 2015.
- ALASALVAR, C.; SALVADÓ, J. S.; ROS, E. Bioactives and health benefits of nuts and dried fruits. **Food Chemistry**, v. 314, p. 126192, 2020.
- APAK, R. *et al.* Mechanism of antioxidant capacity assays and the CUPRAC (cupric ion reducing antioxidant capacity) assay. **Microchimica Acta**, v. 160, n. 4, p. 413–419, 2008.
- AOAC - ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis of the AOAC**. 18th. Ed. AOAC, Arlington, VA, 2005.
- ATTRI, S. *et al.* Effect of *in vitro* gastric and pancreatic digestion on antioxidant potential of fruit juices. **Food Bioscience**, v. 17, p. 1–6, 2017.
- BAKER, I.; CHOCHAN, M.; OPARA, E. I. Impact of Cooking and Digestion, In Vitro, on the Antioxidant Capacity and Anti-Inflammatory Activity of Cinnamon, Clove and Nutmeg. **Plant Foods for Human Nutrition**, v. 68, n. 4, p. 364–369, 2013.
- BENZIE, I. F. F.; STRAIN, J. J. The Ferric Reducing Ability of Plasma (FRAP) as a Measure of “Antioxidant Power”: The FRAP Assay. **Analytical Biochemistry**, v. 73, p. 366–369, 1996.
- BERKER, K. I. *et al.* Modified Folin-Ciocalteu antioxidant capacity assay for measuring lipophilic antioxidants. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 61, n. 20, p. 4783–4791, 2013.
- BERMÚDEZ-SOTO, M. J.; TOMÁS-BARBERÁN, F. A.; GARCÍA-CONESA, M. T. Stability of polyphenols in chokeberry (*Aronia melanocarpa*) subjected to *in vitro* gastric and pancreatic digestion. **Food Chemistry**, v. 102, n. 3, p. 865–874, 2007.
- BISINOTTO, M. S. *et al.* Bioaccessibility of cashew nut kernel flour compounds released after simulated *in vitro* human gastrointestinal digestion. **Food Research International**, v. 139, 2020, 2021.
- BOLLING, B. W. *et al.* Tree nut phytochemicals: Composition, antioxidant capacity, bioactivity, impact factors. A systematic review of almonds, Brazils, cashews, hazelnuts, macadamias, pecans, pine nuts, pistachios and walnuts. **Nutrition Research Reviews**, v. 24, n. 2, p. 244–275, 2011.
- BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a Free Radical Method to Evaluate Antioxidant Activity. **LWT - Food Science and Technology**, v. 28, n. 1, p. 25–30, 1995.

BRODKORB, A. *et al.* INFOGEST static *in vitro* simulation of gastrointestinal food digestion. *Nature Protocols*, v. 14, n. 4, p. 991–1014, 2019.

CARVALHO, M. G. *et al.* Avaliação dos parâmetros físicos e nutricionais de amêndoas de sapucaia and castanha-do-gurguéia Material e métodos. **Revista Ciência Agrônômica**, v. 39, p. 517–523, 2008.

CHANDRASEKARA, N.; SHAHIDI, F. Effect of roasting on phenolic content and antioxidant activities of whole cashew nuts, kernels, and testa. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 59, n. 9, p. 5006–5014, 2011.

CHANG, S. K. *et al.* Nuts and their co-products: The impact of processing (roasting) on phenolics, bioavailability, and health benefits - A comprehensive review. **Journal of Functional Foods**, v. 26, p. 88–122, 2016.

CHEUNG, M. *et al.* Evaluating the phenolic composition and antioxidant properties of Georgia pecans after *in vitro* digestion. **Food Bioscience**, v. 51, p. 102351, 2023.

CRISTOFORI, V. *et al.* Nut and kernel traits and chemical composition of hazelnut (*Corylus avellana* L.) cultivars. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 88, n. 6, p. 1091–1098, 2008.

DE OLIVEIRA, N. A. *et al.* Composition and physical properties of babassu seed (*Orbignya phalerata*) oil obtained by supercritical CO<sub>2</sub> extraction. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 150, p. 21–29, 2019.

DI STASIO, L. *et al.* *In vitro* gastroduodenal and jejunal brush border membrane digestion of raw and roasted tree nuts. **Food Research International**, v. 136, p. 109597, 2020.

FRIEDMAN, M.; JURGENS, H. Effect of pH on the stability of DNA origami. *Acta Polymerica Sinica*, n. 12, p. 1993–2000, 2017.

GOULAS, V.; HADJISOLOMOU, A. Dynamic changes in targeted phenolic compounds and antioxidant potency of carob fruit (*Ceratonia siliqua* L.) products during *in vitro* digestion. **Lwt**, v. 101, n. October 2018, p. 269–275, 2019.

GRANADO-LORENCIO, F. *et al.* Comparative *in vitro* bioaccessibility of carotenoids from relevant contributors to carotenoid intake. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 55, n. 15, p. 6387–6394, 2007.

GULLON, B. *et al.* *In vitro* gastrointestinal digestion of pomegranate peel (*Punica granatum*) flour obtained from co-products: Changes in the antioxidant potential and bioactive compounds stability. **Journal of Functional Foods**, v. 19, p. 617–628, 2015.

GÜNDEŞLİ, M. A. Determination of Sugar contents, Total Phenol and Antioxidant Activity of various parts ‘Uzun’ pistachio cultivar (*Pistacia vera* L.). **International Journal of Agriculture, Environment and Food Sciences**, v. 1, p. 52–58, 2020.

HAAS, I. C. DA S. *et al.* Polyphenolic profile, macro- and microelements in bioaccessible fractions of grape juice sediment using *in vitro* gastrointestinal simulation. **Food Bioscience**, v. 27, n. November 2018, p. 66–74, 2019.

HERBELLO-HERMELO, P. *et al.* Polyphenol bioavailability in nuts and seeds by an *in vitro* dialyzability approach. **Food Chemistry**, v. 254, p. 20–25, 2018.

JOHN, J. A.; SHAHIDI, F. Phenolic compounds and antioxidant activity of Brazil nut (*Bertholletia excelsa*). **Journal of Functional Foods**, v. 2, n. 3, p. 196–209, 2010.

KARAS, M. *et al.* Digestion and bioavailability of bioactive phytochemicals. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 52, n. 2, p. 291–305, 2017.

KETNAWA, S. *et al.* Changes in bioactive compounds and antioxidant activity of plant-based foods by gastrointestinal digestion: a review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 62, n. 17, p. 4684–4705, 2022.

LAURENT, C.; BESANÇON, P.; CAPORICCIO, B. Flavonoids from a grape seed extract interact with digestive secretions and intestinal cells as assessed in an *in vitro* digestion/Caco-2 cell culture model. **Food Chemistry**, v. 100, n. 4, p. 1704–1712, 2007.

LIU, R. H. Potential Synergy of Phytochemicals in Cancer Prevention: Mechanism of Action. **The Journal of Nutrition**, v. 134, n. 12, p. 3479S–3485S, 2004.

MA, Y. *et al.* Phenolics and antioxidant activity of bamboo leaves soup as affected by *in vitro* digestion. **Food and Chemical Toxicology**, v. 135, n. September 2019, p. 110941, 2020.

MARGRAF, T. *et al.* Effects of geographical origin, variety and farming system on the chemical markers and *in vitro* antioxidant capacity of Brazilian purple grape juices. **Food Research International**, v. 82, p. 145–155, 2016.

MARÍN, L. *et al.* Bioavailability of dietary polyphenols and gut microbiota metabolism: Antimicrobial properties. **BioMed Research International**, v. 2015, 2015.

MINEKUS, M. *et al.* A standardised static *in vitro* digestion method suitable for food-an international consensus. **Food and Function**, v. 5, n. 6, p. 1113–1124, 2014.

ORO, T. *et al.* Evaluación de la calidad durante el almacenamiento de nueces Pecán [*Carya illinoensis* (Wangenh.) C. Koch] acondicionadas en diferentes envases. **Grasas y Aceites**, v. 59, n. 2, p. 132–138, 2008.

ORTEGA, N. *et al.* Matrix composition effect on the digestibility of carob flour phenols by an in-vitro digestion model. **Food Chemistry**, v. 124, n. 1, p. 65–71, 2011.

QUEIROGA NETO, V. *et al.* *Dipteryx lacunifera* seed oil: characterization and thermal stability. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 33, n. 6, p. 1601–1607, dez. 2009.

RAO, G.; SUI, J.; ZHANG, J. Metabolomics reveals significant variations in metabolites and correlations regarding the maturation of walnuts (*Juglans regia* L.). **Biology Open**, v. 5, n. 6, p. 829–836, 15 jun. 2016.

REHMAN, M. U. *et al.* Neuroprotective Strategies for Neurological Disorders by Natural Products: An update. **Current Neuropharmacology**, v. 17, n. 3, p. 247–267, 2018.

RIBEIRO, F. S. C.; SOUZA, V. A. B.; LOPES, Â. C. A. Physical characteristics and chemical-nutritional composition of the castanheira-do-gurgueia fruit (*Dipteryx lacunifera* Ducke). **Revista Ciencia Agronomica**, v. 43, n. 2, p. 301–311, 2012.

RIBEIRO, F. S. DE C.; DE SOUZA, V. A. B.; LOPES, Â. C. DE A. Diversidade genética em castanheira-do-gurgueia (*Dipteryx lacunifera* Ducke) com base em características físicas e químico-nutricionais do fruto. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 34, n. 1, p. 190–199, 2012.

SETER, S. D. *et al.* Comparison of total lipids, fatty acids, sugars and nonvolatile organic acids in nuts from four *Castanea* species. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 65, n. 2, p. 223–227, 1994.

SERAGLIO, S. K. T. *et al.* Development and validation of a LC-ESI-MS/MS method for the determination of phenolic compounds in honeydew honeys with the diluted-and-shoot approach. **Food Research International**, v. 87, p. 60–67, 2016.

SUÁREZ, M. H. *et al.* Sugars, Organic Acids and Total Phenols in Varieties of Chestnut Fruits from Tenerife (Spain). **Food and Nutrition Sciences**, v. 03, n. 06, p. 705–715, 2012.

TAGLIAZUCCHI, D. *et al.* *In vitro* bio-accessibility and antioxidant activity of grape polyphenols. **Food Chemistry**, v. 120, n. 2, p. 599–606, 2010.

VENKATACHALAN, M.; SATHE, S. K. Chemical composition of selected edible nut seeds. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 54, n. 13, p. 4705–4714, 2006.

VIEIRA, G. M. *et al.* Terpenos e ácidos graxos de *Dipteryx lacunifera* Ducke. **Quimica Nova**, v. 30, n. 7, p. 1658–1662, 2007.

VINHOLES, J. *et al.* Effect of: *In vitro* digestion on the functional properties of *Psidium cattleianum* Sabine (araca), *Butia odorata* (Barb. Rodr.) Noblick (butiá) and *Eugenia uniflora* L. (pitanga) fruit extracts. **Food and Function**, v. 9, n. 12, p. 6380–6390, 2018.

YAMAGATA, K. Polyphenols Regulate Endothelial Functions and Reduce the Risk of Cardiovascular Disease. **Current Pharmaceutical Design**, v. 25, n. 22, p. 2443–2458, 2019.

ZHU, Q. Y. *et al.* Stability of the flavan-3-ols epicatechin and catechin and related dimeric procyanidins derived from cocoa. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 50, n. 6, p. 1700–1705, 2002.

**CAPÍTULO 3: CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO DE CASTANHA DO GURGUÉIA (*Dipteryx lacunifera* Ducke) OBTIDA POR PRENSA HIDRÁULICA E DO ÓLEO DA TORTA OBTIDO POR EXTRAÇÃO SUPERCRÍTICA**

Esse capítulo foi baseado no artigo intitulado “*Chemical characterization of gurguéia nut (Dipteryx lacunifera Ducke) and press cake oil obtained by hydraulic pressing and supercritical extraction*”, publicado na revista: *Biomass Conversion and Biorefinery*



## RESUMO

*Dipteryx lacunifera*, conhecida como castanha gurguéia, é uma matéria-prima potencial para obtenção de óleos *gourmet*. O processamento da castanha do gurguéia para obtenção do óleo gera cerca de 635 g kg<sup>-1</sup> de torta, um alimento rico em óleo residual. Uma abordagem sequencial usando prensagem hidráulica (PH) e extração de fluido supercrítico com CO<sub>2</sub> (ESC-CO<sub>2</sub>) foi empregada para maximizar a recuperação de óleo da castanha do gurguéia. Alto teor de β-sitosterol (55,8 mg 100 g<sup>-1</sup>), estigmasterol (38,6 mg 100 g<sup>-1</sup>), campesterol (13,9 mg 100 g<sup>-1</sup>), esqualeno (668,7 mg 100 g<sup>-1</sup>), fenólicos totais (6,1 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>) e potencial antioxidante (4,2 mg TE 100 g<sup>-1</sup> em FRAP; 5,4% em DPPH; e 54,3% em ILP) foram observados no óleo de ESC-CO<sub>2</sub> em comparação aos óleos PH e Soxhlet. Teores significativos de γ- e α-tocoferol (3,5-4,2 e 18,2-21,5 μg g<sup>-1</sup>) foram encontrados nos óleos. Oleico (~60%), palmítico (9,9-18,9%) e linoleico (11,6-12,9%) foram os principais ácidos graxos. Como resultado, os principais triacilgliceróis foram OOO (23,0-35,5% em peso), POO (13,4-31,3% em peso) e OLO (2,1-15,6% em peso). A análise térmica revelou dois grandes eventos exotérmicos durante a cristalização e um único pico na fusão, mostrando também que os óleos de gurguéia são líquidos a 20 °C. A combinação de tecnologias sustentáveis foi útil para valorizar a biomassa residual da prensagem hidráulica para a obtenção de um óleo de alta qualidade com potencial de uso nas indústrias alimentícia, cosmética e farmacêutica.

**Palavras-chave:** Óleo de Gurguéia; Fitoesteróis; Tocoferóis; Esqualeno; Ácidos Graxos; Potencial Antioxidante.

### 3.1 INTRODUÇÃO

Castanhas e nozes são consumidas em todo o mundo como lanches frescos, torrados ou salgados, as nozes têm sido associadas à prevenção de doenças cardiovasculares e câncer (CHANG *et al.*, 2016). Os efeitos na saúde relacionados ao consumo de nozes provavelmente estão relacionados à interação sinérgica de diferentes compostos bioativos (ALASALVAR; BOLLING, 2015; CHANG *et al.*, 2016; GERVASI *et al.*, 2021). Além de apresentarem aminoácidos essenciais e minerais, as nozes possuem em sua composição alto teor de ácidos graxos insaturados (por exemplo, ácidos oleico e linoleico), em contraste com o baixo teor de ácidos graxos saturados. Além disso, são ricas em outros lipídios bioativos, como tocoferóis e fitoesteróis (ALASALVAR; BOLLING, 2015; BOLLING *et al.*, 2011).

Os tocoferóis apresentam potencial antioxidante devido à sua capacidade de doar hidrogênio aos radicais livres e retardar o processo de peroxidação lipídica, contribuindo para a estabilização das membranas celulares. Os tocoferóis também influenciam as respostas celulares ao estresse oxidativo modulando as vias de transdução de sinal (SAINI; KEUM, 2016; SALDEEN; SALDEEN, 2005). Além de serem potentes antioxidantes, estudos têm demonstrado que os tocoferóis possuem potencial terapêutico, principalmente na prevenção de doenças cardiovasculares, doenças neurodegenerativas e câncer de mama (KHANNA *et al.*, 2006; PRASAD, 2011).

Fitoesteróis (esteróis vegetais) são triterpenos que são importantes componentes estruturais das membranas vegetais. Os fitoesteróis livres estabilizam as bicamadas fosfolipídicas nas membranas das células vegetais, assim como o colesterol nas membranas das células animais. As membranas de vegetais contêm vários tipos de fitoesteróis que são semelhantes em estrutura ao colesterol, mas diferem nas cadeias laterais e na saturação da estrutura do anel. Estudos mostram que os fitoesteróis podem reduzir os níveis de colesterol no sangue em indivíduos hiper e normocolesterolêmicos (ABUMWEIS; BARAKE; JONES, 2008; CLIFTON *et al.*, 2004; RIBAS *et al.*, 2017). A ingestão de 2 a 3 g dia<sup>-1</sup> de fitoesteróis pode reduzir os níveis de colesterol LDL em aproximadamente 10% em humanos (CABRAL; KLEIN, 2017; RACETTE *et al.*, 2010).

O esqualeno é um triterpeno armazenado nas plantas e é o precursor de moléculas essenciais como  $\beta$ -sitosterol, campesterol e estigmasterol. Essas moléculas são precursoras de hormônios de crescimento (como os brassinosteróides), que são importantes para a adaptação das plantas às condições de estresse biológico (LOZANO-GRANDE *et al.*, 2018). Em ensaios *in vitro*, o esqualeno demonstrou reduzir o risco de doenças cardiovasculares e câncer

(CHESTER et al., 2017). Também pode ter um efeito preventivo sobre hipertensão e doença cardíaca coronária e é um potencial agente quimiopreventivo (KOHNO *et al.*, 1995; SMITH, 2000). Estudos *in vivo* demonstraram o efeito cardioprotetor do esqualeno. Farvin *et al.* (2006) testaram o esqualeno na dose de 2% em camundongos por 45 dias, verificando redução significativa do colesterol, triglicerídeos e ácidos graxos saturados no plasma e nos tecidos cardíacos. Além disso, esqualeno demonstrou diminuir os níveis de colesterol LDL, aumentar o colesterol HDL e prevenir a peroxidação lipídica nos animais. Em outro estudo, o esqualeno (1000 mg kg<sup>-1</sup>) reduziu a leptina, colesterol, triglicerídeos e glicose no plasma sanguíneo de camundongos após 4 semanas (LIU *et al.*, 2009). Kohno *et al.* (1995) relataram que no esqualeno extingue o oxigênio singlete e previne a peroxidação lipídica devido à exposição à luz ultravioleta, protegendo os danos à pele (LOZANO-GRANDE *et al.*, 2018; SHIN *et al.*, 2004). O esqualeno tem sido usado como adjuvante em vacinas e adicionado a uma emulsão lipídica como carreador de medicamentos (GARÇON; VAUGHN; DIDIERLAURENT, 2012; SRIVASTAVA; SREERAMA; DHARMARAJ, 2021).

As castanhas e nozes mais consumidas em todo o mundo são amêndoas, nozes, castanha de caju, pistache, avelã e noz pecã (International Nut and Dried Fruit Council, 2022). Embora ainda existam castanhas e nozes na biodiversidade brasileira que são pouco conhecidas, o potencial para sua exploração comercial tem sido relatado na literatura (DEMOLINER *et al.*, 2018b; POLICARPI *et al.*, 2018; TEIXEIRA *et al.*, 2020). A castanha do gurguéia (*Dipteryx lacunifera* Ducke) é uma espécie distribuída por toda a região Nordeste do Brasil, principalmente no bioma Cerrado do Piauí e Maranhão (CAVALCANTE *et al.*, 2015).

Nas últimas décadas, o Cerrado brasileiro sofreu intenso desmatamento e remoção de vegetação nativa, incluindo todas as fitofisionomias do Cerrado (florestas, matas e campos) (TRIGUEIRO; NABOUT; TESSAROLO, 2020). O plantio de espécies nativas, como a gurguéia, pode ajudar na recuperação de áreas desmatadas. Apesar de sua importância ambiental, protegendo nascentes e margens de rios, a castanha do gurguéia é fonte de alimento para comunidades indígenas, fauna e abrigo para animais nativos da região. O cultivo da árvore de gurguéia também pode representar uma oportunidade para os produtores locais acessarem mercados especializados, onde os consumidores buscam produtos diferenciados, com características únicas, segurança alimentar, conservação e respeito ao meio ambiente (SILVA JUNIOR *et al.*, 2019).

A castanha do gurguéia é rica em lipídios, proteínas e carboidratos (DA SILVA-ARAÚJO; DE MOURA; CHAVES, 2010; QUEIROGA NETO; BORA; QUEIROGA, 2009). Os óleos de castanhas e nozes possuem alto valor agregado, pois são considerados óleos

*gourmet*, geralmente produzidos como ingrediente para a indústria cosmética ou farmacêutica ou vendidos como óleos utilização alimentar. A obtenção de óleos de castanhas e nozes geralmente é realizada por prensagem hidráulica ou mecânica (CHENG; DIEN; SINGH, 2019). Além disso, solventes orgânicos como o hexano são normalmente usados para recuperar o óleo residual da torta resultante da prensagem. No entanto, seu uso tem sido desencorajado devido à alta inflamabilidade, toxicidade e emissão de compostos orgânicos voláteis. A extração de óleos de oleaginosas utilizando fluidos supercríticos como o CO<sub>2</sub> tem sido descrita como um método ambientalmente correto. Além disso, apresenta alto rendimento de extração de óleo com altas concentrações de lipídios bioativos, como fitoesteróis e tocoferóis (SALVADOR *et al.*, 2016; TEIXEIRA *et al.*, 2020). Desta forma, as preocupações com o meio ambiente, segurança e saúde dos trabalhadores e consumidores promoveram a necessidade de substituir o processo de extração por solventes orgânicos por tecnologias mais seguras, lucrativas e ambientalmente amigáveis (ZHUANG *et al.*, 2018). Técnicas sustentáveis de extração com baixo impacto ambiental aliadas ao aproveitamento integral da matéria-prima processada têm sido amplamente incentivadas e estudadas, buscando modelos de produção e consumo que promovem a otimização de recursos e a valorização de resíduos. A extração de óleos de oleaginosas utilizando fluidos supercríticos, como o CO<sub>2</sub>, tem sido descrita como um método ambientalmente correto. Além disso, apresenta um alto rendimento de extração de óleo com altas concentrações de lipídios bioativos, como fitoesteróis e tocoferóis (DE ZORDI *et al.*, 2017; MARTÍNEZ; MATTEA; MAESTRI, 2008; SALGIN; SALGIN, 2006; SALVADOR *et al.*, 2016).

A extração do óleo residual da torta após a extração por prensagem mecânica foi relatada na literatura (MARTÍNEZ; MATTEA; MAESTRI, 2008; SALVADOR *et al.*, 2016). Essa estratégia pode aumentar o rendimento da extração, preservando a qualidade do óleo. Além disso, pode originar uma torta desengordurada de alta qualidade rico em nutrientes e ser utilizado como ingrediente em alimentos (BURANACHOKPAISAN; CHALERMCHAT; MUANGRAT, 2022; BURANACHOKPAISAN; MUANGRAT; CHALERMCHAT, 2021). Essa abordagem pode contribuir para o desenvolvimento de novos produtos a partir da castanha do gurguéia, que possam complementar a alimentação da população brasileira com uma excelente fonte nutricional e estimular o crescimento da atividade econômica na região. A valorização dessa matéria-prima também pode gerar uma importante fonte de renda familiar para o extrativismo das comunidades e interesse comercial no mercado nacional.

O estudo do óleo de castanha do gurguéia com foco em seus compostos bioativos ainda não foi relatado na literatura. Neste estudo, o óleo de castanha do gurguéia foi obtido por

prensagem hidráulica (PH) e o óleo residual da torta de prensagem foi obtido por extração supercrítica com CO<sub>2</sub> (ESC-CO<sub>2</sub>) e Soxhlet (SOX). Foram determinados índices de qualidade, perfil lipídico, compostos fenólicos totais (CFT), potencial antioxidante (PA), comportamento de fusão e cristalização dos óleos da castanha do gurguéia. Essas informações são essenciais para estimular o consumo, processamento e comercialização dessa matéria-prima.

## 3.2 MATERIAL E MÉTODOS

### 3.2.1 Amostras

As castanhas do gurguéia (*Dipteryx lacunifera* Ducke) coletadas em agosto de 2019 e 2020 (Alvorada do Gurguéia, Piauí, Brasil - latitude: 8° 22' 30" Sul, longitude: 43° 50' 48" Oeste, altitude: 239 m) foram doadas pela Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA Meio-Norte). As castanhas do gurguéia foram secas em estufa a 40 °C por 48 h até 4,50 g 100 g<sup>-1</sup> de umidade, e as cascas foram retiradas com equipamento de corte artesanal.

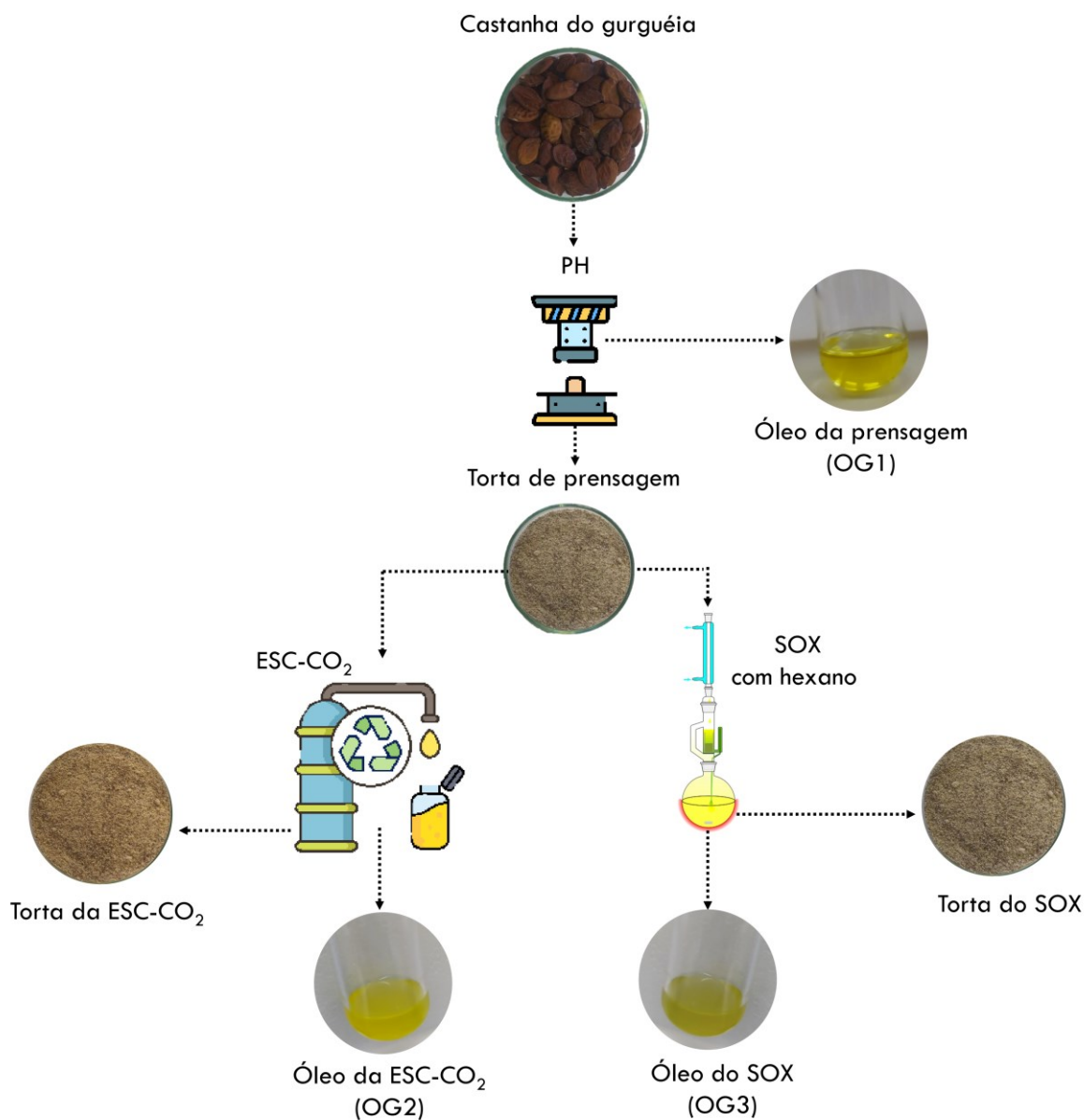
### 3.2.2 Reagentes Químicos

Reagente de fenol Folin-Ciocalteu, DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazil), Trolox, N, O-Bis(trimetilsilil) trifluoroacetamida (BSTFA), padrões de grau GC e HPLC foram obtidos da Sigma-Aldrich (São Paulo, Brasil). Nitrogênio, hélio, ar sintético e hidrogênio foram adquiridos da White Martins (São Paulo, Brasil). Os demais produtos químicos eram de grau analítico.

### 3.2.3 Extração do óleo da castanha do gurguéia e da torta

O óleo de castanha do gurguéia obtido por prensagem hidráulica (PH) foi identificado como OG1. A torta obtida após a extração do óleo foi o material empregado para a recuperação do óleo residual utilizando CO<sub>2</sub> supercrítico (ESC-CO<sub>2</sub>) (OG2) e Soxhlet (SOX) (OG3) (Figura 3.1). As extrações foram realizadas em duplicata e estão descritas nos itens a seguir.

Figura 3.1 – Extração sequencial de óleo de castanha do gurguéia.



Fonte: Autoria própria

### 3.2.3.1 Extração do óleo da castanha do gurguéia por prensagem hidráulica (PH)

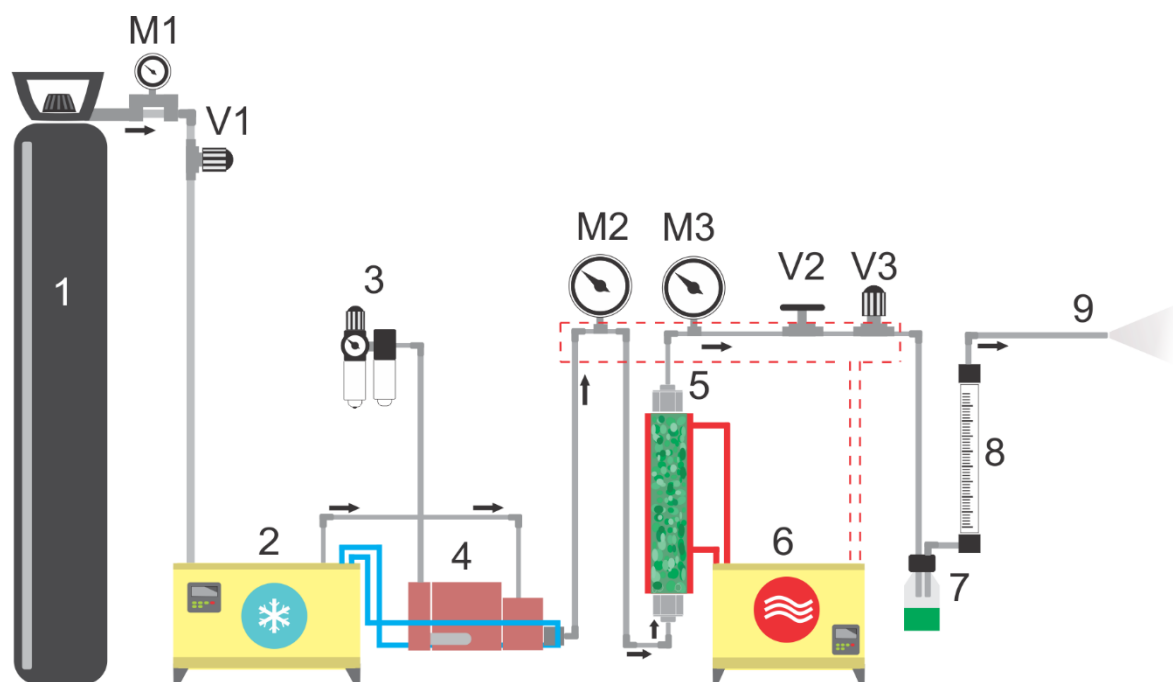
O OG1 foi obtido em prensa hidráulica Tecnal<sup>®</sup> TE-098 (São Paulo, Brasil). Para o cálculo do rendimento foram utilizadas 100 g de castanha prensadas por 3 vezes. O óleo coletado foi centrifugado em centrífuga Daiki<sup>®</sup> 80-2B (Presidente Prudente, Brasil) a 1968 g de força por 10 min. O sobrenadante OG1 foi coletado com uma micropipeta e armazenado em frasco âmbar sob atmosfera de nitrogênio a  $-24\text{ }^{\circ}\text{C}$ . A torta de prensagem restante foi armazenada em embalagens plásticas a  $-24\text{ }^{\circ}\text{C}$  para futuras extrações. As extrações usando PH

foram realizadas em duplicata e os resultados de rendimento foram expressos como média  $\pm$  desvio padrão.

### 3.2.3.2 Extração de óleo da torta de gurguéia por ESC-CO<sub>2</sub>

Os experimentos de extração supercrítica foram realizados na unidade de extração localizada no Laboratório de Termodinâmica e Tecnologia Supercrítica (LATEC) da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), conforme descrito por Ferro et al. (2019). O equipamento opera até uma pressão de 300 bar e vazões de solvente variando de 1,67 g min<sup>-1</sup> a 36,67 g min<sup>-1</sup>. O fluido supercrítico utilizado como solvente foi o CO<sub>2</sub> com 99,9% de pureza. A Figura 3.2 apresenta um esquema detalhado dos componentes utilizados nesta unidade.

Figura 3.2 – Esquema da unidade de extração com fluido supercrítico.



Fonte: Ferro *et al.* (2019).

Onde:

- 1: Cilindro de CO<sub>2</sub>;
- 2: Banho de resfriamento;
- 3: Regulador de ar comprimido;
- 4: Bomba de CO<sub>2</sub>;
- 5: Recipiente de extração revestido;



- 6: Banho de aquecimento;
- 7: Frasco de coleta SFE;
- 8: Rotâmetro;
- 9: Saída de CO<sub>2</sub>;
- M1, M2, M3: Manômetro;
- V1: Bloquear válvula de agulha;
- V2, V3: Válvula de agulha do regulador.

Na Figura 3.2 é possível observar que a unidade de extração com fluido supercrítico consiste em um cilindro de dióxido de carbono com tubo pescador (1), que alimenta diretamente a linha de extração, e com uma pressão de até 60 bar. A linha de solvente (CO<sub>2</sub>) é imersa em um banho termostático (Thermo Haake, C10 – K10, Niedersachsen/Alemanha) utilizando uma mistura de água e etileno glicol programado com temperatura inferior a 0 °C (2) para manter o solvente (CO<sub>2</sub>) no estado líquido antes de sua entrada na bomba de alta pressão (3) (Maximator, booster M111, Niedersachsen/Alemanha), que opera alimentada por uma linha de ar comprimido (mantido em 1 bar pela válvula de frequência (V1)) para pressurizar o CO<sub>2</sub> até a pressão desejada. A pressão na unidade de ESC é controlada através da pressão do ar comprimido, uma vez que a bomba opera a uma vazão de 1:130 (4). Durante o processo de extração, a bomba encaminha o CO<sub>2</sub> pressurizado a uma pressão estabelecida para a linha de extração, passando pelo extrator (5), o qual consiste em um cilindro de aço inox encamisado de 32,9 cm de comprimento, 2,0 de diâmetro interno e 107,7 mL de volume, com as extremidades rosqueadas. A linha de saída do extrator é mantida submersa em um banho de aquecimento com circulação (Microquímica, MQBTZ99 – 20, Palhoça/SC) a uma temperatura de 65 °C (6), evitando o congelamento da linha e da válvula agulha micrométrica (V2) durante o processo de despressurização da mistura soluto/solvente.

No início do processo de extração as válvulas V2 e V3 permanecem fechadas, o cilindro (1) é aberto e o *booster* (3) é acionado através da regulação do ar comprimido (V1) que entra na bomba que estabelece a pressão de trabalho desejada, ou seja, multiplica a pressão do ar comprimido para o sistema na ordem 1:130. Após o estabelecimento da pressão desejada, o fluxo de CO<sub>2</sub> é aberto e mantido constante através da regulação das válvulas V2, conectada na saída do extrator, e V3, na despressurização da mistura solvente + solutos. Após passar pela V3, o CO<sub>2</sub> é expandido a gás, soluto é precipitado e coletado em frascos âmbar (7) e a vazão de CO<sub>2</sub> é medida através do rotâmetro (Automation Products, ABB 10A61) (8).

O método dinâmico de extração, caracterizado pela passagem contínua do solvente supercrítico pela matriz sólida, foi aplicado para determinação do rendimento global ESC (FERREIRA *et al.*, 1999). Para as condições utilizadas foram utilizadas como referência pesquisas desenvolvidas pelo grupo de pesquisa do LATESC (ANDRADE *et al.*, 2012; MEZZOMO; OLIVEIRA; FERREIRA, 2013; MAZZUTI, 2016; LASTA, 2017).

A torta de prensagem foi triturada em moinho analítico (IKA, A 11) e foi padronizada para granulometria de 1,00 mm de diâmetro e umidade residual média de 3%. Os experimentos de ESC com CO<sub>2</sub> foram realizados na unidade de ESC (Figura 3.2), empregando parâmetros baseados em dados de literatura (ALMEIDA; MEZZOMO; FERREIRA, 2012; DIAS *et al.*, 2019; SALVADOR *et al.*, 2016; MICHIELIN *et al.*, 2009; TEIXEIRA *et al.*, 2018; ZHANG *et al.*, 2009). Para as extrações a partir da torta de prensagem foi empregada massa de amostra de 15 g, temperatura de 40 °C, vazão de 1,0 kg CO<sub>2</sub> h<sup>-1</sup> e pressão de 200 bar. O preenchimento do leito foi realizado com a amostra (15 g) algodão e esferas de vidro de 3 mm, para completar o leito de partículas. Utilizou-se a pressão de 200 bar e temperatura de 40 °C, garantindo o estado supercrítico do solvente, e vazão de CO<sub>2</sub> de 1,0 kg h<sup>-1</sup>. O óleo recuperado por ESC-CO<sub>2</sub> foi coletado em frasco âmbar, sob atmosfera nitrogênio, e armazenado sob refrigeração (- 18 °C) e ausência de luz até submetido às análises. A extração foi feita em duplicata e os resultados expressos em média ± desvio padrão.

#### 3.2.3.2.1 Cinética de extração

A cinética experimental foi realizada para determinar o tempo necessário para a extração da torta de prensagem com ESC-CO<sub>2</sub> (FERREIRA; MEIRELES, 2002). Primeiramente, uma série de frascos âmbar com capacidade de 30 mL foram pesados. Em seguida, 15 g da torta de prensagem moída foram colocados no extrator para realizar a cinética. O sistema foi regulado para 20 MPa e 40 °C. A amostra de óleo foi coletada nos frascos âmbar em intervalos de tempo pré-estabelecidos: a cada 5 min, nos primeiros 30 min de extração; a cada 10 min, de 30 a 100 min; a cada 20 min até 150 min; a cada 30 min até 240 min. A vazão de CO<sub>2</sub> foi fixada em 1,0 kg h<sup>-1</sup>. Finalmente, os frascos âmbar foram pesados novamente para obter a massa acumulada (g) versus o tempo de extração (min) para construir a curva cinética de extração (WEINHOLD *et al.*, 2008). O modelo de regressão linear por partes foi ajustado aos dados experimentais usando o software Origin Pro 2015 (OriginLab, Northampton, EUA). Três ajustes lineares foram aplicados considerando dois pontos de quebra propostos pelo modelo. As três retas apresentadas pelo modelo representam os três períodos da curva de

extração: taxa de extração constante (CER), taxa de extração decrescente (FER) e difusional controlada (DC). Os respectivos ajustes nas três etapas de extração são apresentados nas Equações (1-3).

Para  $t \leq t_{CER}$  (CER):

$$y = a_1 + k_1 t \quad (1)$$

Para  $t_{CER} \leq t \leq t_{FER}$  (FER):

$$y = a_1 + k_1 t_{CER} + t_2(t - t_{CER}) \quad (2)$$

Para  $t \geq t_{FER}$  (DC):

$$y = a_1 + k_1 t_{CER} + k_2(t_{FER} - t_{CER}) + k_3(t - t_{FER}) \quad (3)$$

Onde:  $y$  é a massa acumulada e  $t$  é o tempo;  $a_1$  é o coeficiente linear da linha na etapa CER;  $k_1$ ,  $k_2$  e  $k_3$  são os coeficientes angulares das linhas nas etapas CER, FER e DC, respectivamente;  $t_{CER}$  é o tempo relativo ao primeiro intervalo, onde termina a etapa CER e inicia a etapa FER;  $t_{FER}$  é o ponto próximo à segunda quebra, onde a etapa FER termina e a etapa DC começa.

### 3.2.3.3 Extração por Soxhlet (SOX)

Foram utilizados 5 g da torta de prensagem e 150 mL de hexano como solvente (1:30 m/v) foram usados para recuperar o óleo por SOX (OG3). A temperatura de extração foi mantida próxima à temperatura de ebulição do solvente (~69 °C), fornecendo 4 a 5 gotas por segundo durante 6 h. O solvente foi evaporado rotativamente sob vácuo (Fisatom, São Paulo, Brasil), e o óleo restante foi armazenado em frasco âmbar sob atmosfera de nitrogênio a -18 °C, protegido da luz. A castanha do gurguéia e a torta de prensagem também foram extraídas com éter de petróleo por 8 h para estimar o teor de lipídios totais. As extrações (ESC e SOX com hexano e com éter de petróleo) foram realizadas em duplicata, e os resultados de rendimento foram expressos como média  $\pm$  desvio padrão.

### 3.2.3.4 Rendimento da extração

O rendimento ( $Ye$ ) do óleo de gurguéia ( $\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$ ) foi estimado como a massa de óleo ( $M_{\text{óleo}}$ ) da massa inicial da amostra de castanha do gurguéia ( $M_{\text{amostra}}$ ) conforme a Equação 4.

$$Ye = \frac{M_{\text{óleo}}}{M_{\text{amostra}}} \times 100 \quad (4)$$

Através de  $Ye$ , o balanço de massa do material foi realizado. A recuperação de óleo (% p/p) foi calculada de acordo com a Equação 5.

$$R = \frac{Ye}{TL} \times 100 \quad (5)$$

Onde  $R$  é o teor de extração de óleo (%);  $Ye$  é o rendimento de óleo ( $\text{g } \text{óleo } 100 \text{ g}^{-1}$ );  $TL$  é o teor de lipídeos da castanha ou torta de gurguéia extraído por Soxhlet com éter de petróleo ( $\text{g de } \text{óleo } 100 \text{ g}^{-1}$ ).

O balanço de material para as extrações foi calculado de acordo com a Eq. (6-7).

$$M_{\text{entrada}} = M_{\text{saída}} \quad (6)$$

$$M_{MP} = M_{\text{óleo}} + M_{\text{torta}} + M_{\text{perda}} \quad (7)$$

Onde  $M_{MP}$  é a massa total da matéria-prima (g);  $M_{\text{óleo}}$  é a massa de óleo (g);  $M_{\text{torta}}$  é a massa da torta;  $M_{\text{perda}}$  é a massa de perdas do processo de extração.

### 3.2.4 Avaliação da qualidade do óleo da castanha do gurguéia

O índice de acidez (Ca 3d-63), índice de peróxido (Cd 8-53), índice de *p*-anisidina (Cd 18-90), ponto de fumaça (Cc 9a-48) e a estabilidade oxidativa por Rancimat a  $110 \text{ }^\circ\text{C}$  (Cd 12b-92) foram realizadas nos óleos de castanha do gurguéia obtidos usando a metodologia oficial AOCS (AOCS, 2004). As análises foram realizadas em duplicata os resultados foram expressos como média  $\pm$  desvio padrão.

### 3.2.5 Perfil lipídico do óleo da castanha do gurguéia

#### 3.2.5.1 Perfil de ácidos graxos

Os ésteres metílicos de ácidos graxos foram obtidos conforme descrito por Hartman e Lago (1973). O perfil de ácidos graxos foi determinado de acordo com o método oficial Ce 1-62 (AOCS, 2004) usando um cromatógrafo a gás GC-2010 (Shimadzu, Kyoto, Japão) equipado com um detector de ionização de chama (FID), injetor split/splitless, Agilent Coluna capilar HP-88 de 100 m × 0,25 mm × 0,2 μm (Santa Clara, CA, EUA). Nitrogênio e hélio (99,99%) foram usados como gases de arraste e de reposição. A temperatura da coluna foi mantida a 140 °C (5 min), depois aumentada para 240 °C (2,50 °C min<sup>-1</sup>) e mantida por 15 min. A temperatura do injetor e do detector era de 250 °C. A injeção (2 μL) foi realizada usando uma proporção de divisão de 1:20. Os ácidos graxos foram relatados como uma porcentagem da área total em comparação com uma mistura Supelco 37 Component FAME (CRM47885, TraceCERT®, Sigma-Aldrich). A análise foi realizada em duplicata os resultados foram expressos como média ± desvio padrão.

#### 3.2.5.2 Composição do triacilglicerol

A composição de triacilglicerol (TAG) foi estimada por meio do *software* PrOleos programado de acordo com Antoniosi Filho, Mendes e Lanças (1995). O algoritmo é baseado na hipótese de distribuição 1,3-random-2-random, que prevê a porcentagem molar de triacilgliceróis presentes em óleos vegetais. Este método utilizou um modelo de distribuição aleatória (sem preferência para a posição *sn*-1,3 e *sn*-2) de ácidos graxos em glicerol com base na composição de ácidos graxos da amostra estudada como dados de entrada.

#### 3.2.5.2 Índices de lipídios de saúde

O índice lipídico nutricional (ILN) (CHEN; LIU, 2020), o índice aterogênico (IA), o índice trombogênico (IT), o índice hipocolesterolêmico/hipercolesterolêmico (H/H) (FERNANDES *et al.*, 2014), e o cálculo a oxidabilidade (Cox) (TAVAKOLI; HAMEDANI; HADDAD KHODAPARAST, 2016) foi determinada com base no perfil de ácidos graxos de óleos de castanha do gurguéia de acordo com as Equações (8-12).

$$ILN = \frac{C18:0+C18:1}{C16:0} \quad (8)$$

$$IA = \frac{C12:0+4 \times C14:0+C16:0}{\Sigma UFA} \quad (9)$$

$$IT = \frac{C14:0+C16:0+C18:0}{[(0.5 \times MUFA) + (0.5 + \Sigma n6) + (3 \times \Sigma n3) + (\Sigma n3 / \Sigma n6)]} \quad (10)$$

$$H/H = \frac{C18:1 n9 + C18:1 n7 + C18:2 n6 + C18:3 n6 + C18:3 n3 + C20:3 n6 + C20:4 n6 + C20:5 n3 + C22:4 n6 + C22:5 n3 + C22:6 n3}{C14:0 + C16:0} \quad (11)$$

$$Cox = \frac{1 \times C18:1 + (10.3 \times C18:2) + (21.6 \times C18:3)}{100} \quad (12)$$

### 3.2.5.3 Tocoferóis, fitoesteróis e esqualeno

As amostras foram dissolvidas em hexano e os tocoferóis foram analisados usando um sistema de cromatografia gasosa (CG) Agilent 7890B acoplado a uma espectrometria de massas (MS-q-TOF) quadrupolo Agilent 7200 equipada com um impacto eletrônico (EI) fonte de ionização. Foi utilizada uma coluna capilar Agilent Zorbax DB5-MS + 10 m Duraguard (30 m  $\times$  250  $\mu$ m  $\times$  0,25  $\mu$ m). O gás de arraste foi o hélio a 0,8 mL min<sup>-1</sup> (> 99%). A injeção (1  $\mu$ L) foi realizada no modo splitless por 2 min, mantendo a temperatura do injetor em 250 °C. O forno do CG foi programado a 60 °C por 1 min, aumentado para 325 °C (10 °C min<sup>-1</sup>) e mantido por 10 min. O detector MS foi operado no modo de aquisição de varredura completa em uma faixa de varredura m/z de 50–600 Da (5 espectros por segundo). As temperaturas da linha de transferência, do quadrupolo e da fonte de íons foram fixadas em 290, 150 e 250 °C, respectivamente. As amostras foram injetadas em duplicata. A deconvolução sistemática do espectro de massa dos sinais cromatográficos foi realizada usando a ferramenta Agilent Mass Hunter Unknown Analysis vinculada aos bancos de dados NIST MS Search v.2.0 e Fiehn Lib para a identificação tentativa de fitoesteróis desconhecidos. Padrões de tocoferóis (mistura de  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  e  $\delta$ -tocoferóis) foram usados para fins de confirmação e quantificação.

As análises de fitoesteróis e esqualeno foram realizadas em um GCMS-QP2010 SE (Shimadzu, Japão) equipado com um injetor automático (AOC-20i) e uma coluna capilar Shimadzu Rtx-5MS (30 m  $\times$  0,25 mm  $\times$  0,25  $\mu$ m). O hélio foi usado como gás de arraste a uma vazão de 1,0 mL min<sup>-1</sup>. A amostra (1,0  $\mu$ L) foi injetada e duplicata com uma proporção de divisão de 1:40. Os compostos foram derivados de 40 mg da amostra de óleo e 40  $\mu$ L de BSTFA

com 1% de trimetilclorossilano, seguido de aquecimento a 60 °C por 30 min (STEVANATO & SILVA, 2019). Em seguida, 80 µL de solução de 5- $\alpha$ -colestano (5 mg mL<sup>-1</sup>) foram adicionados como padrão interno e o volume foi completado para 1 mL com heptano. O injetor, a fonte de íons e a interface CG-MS foram mantidos a 280 °C, 260 °C e 280 °C, respectivamente. A temperatura da coluna foi inicialmente mantida em 155 °C, que aumentou para 230 °C a 6 °C min<sup>-1</sup>; em seguida, a coluna foi aquecida a 280 °C a 15 °C min<sup>-1</sup> e permaneceu por 16 min. Os espectros de massa foram registrados a 70 eV com 55 a 550 m/z. A identificação do composto foi realizada a partir da Biblioteca Espectral de Massa NIST (versão 2014). Os resultados foram relatados em mg de composto por 100 g de óleo.

### 3.2.6 Compostos fenólicos totais (CFT) e potencial antioxidante (PA) *in vitro*

Extratos metanólicos de óleo de gurguéia foram obtidos com 1 g de óleo (OG1, OG2 e OG3) e 3 mL de solução aquosa de metanol 90% (v/v) (TEIXEIRA *et al.*, 2020). Todos os métodos foram realizados em triplicata, as leituras das absorbâncias com o comprimento de onda correspondente aos métodos avaliados foram realizadas no espectrofotômetro leitor de microplacas (Spectramax Paradigm, Molecular Devices, San Jose, CA, EUA) e os resultados foram expressos com média  $\pm$  desvio padrão. O CFT foi determinado nos extratos de acordo com Singleton e Rossi (1965) a 725 nm e relatado como mg de equivalente de ácido gálico (GAE) por 100 g de óleo.

A atividade de inibição do radical DPPH foi avaliada de acordo com Brand-Williams, Cuvelier e Berset (1995) a 517 nm, e água ultrapura foi usada como branco. A PA, expressa como porcentagem de eliminação de DPPH (%), foi calculada de acordo com a Equação 13:

$$PA = \left( 1 - \left( \frac{Abs_{amostra}}{Abs_{branco}} \right) \right) \times 100 \quad (13)$$

O potencial antioxidante redutor férrico (FRAP) foi determinado de acordo com Benzie e Strain (1996) a 593 nm, e os resultados foram expressos em miligramas de equivalentes Trolox (TE) por 100 g de óleo.

A inibição da peroxidação lipídica (IPL) pela gema de ovo foi avaliada segundo Margraf *et al.* (2016) a 532 nm. Uma amostra controle foi preparada usando água ultrapura ao invés dos extratos metanólicos. O resultado foi calculado usando a Equação 14:

$$IPL (\%) = \frac{(Abs_{controle} - Abs_{amostra})}{Abs_{controle}} \quad (14)$$

### 3.2.7 Comportamento térmico

A análise térmica foi realizada em um calorímetro diferencial de varredura (DSC) Q2000 equipado com um módulo de resfriamento RCS90 (TA Instruments, New Castle, EUA). Foram utilizadas taxas de aquecimento/resfriamento de 10 °C min<sup>-1</sup> e fluxo de nitrogênio de 50 mL min<sup>-1</sup>. Primeiramente, as amostras de óleo (10 mg) foram pesadas e seladas hermeticamente em uma panela de alumínio. Em seguida, foi realizado um teste de resfriamento e aquecimento. As amostras foram mantidas a 20 °C por 5 min e aquecidas a 50 °C a 5 °C min<sup>-1</sup>, então mantidas por 5 min, seguidas de resfriamento a -80 °C a 5 °C min<sup>-1</sup> e mantidas nesta temperatura por 5 min. Em seguida, as amostras foram aquecidas de -80 a 50 °C a 5 °C min<sup>-1</sup> (TEIXEIRA *et al.*, 2018). O termograma foi registrado e os parâmetros térmicos foram calculados usando o software TRIOS 5.1.1 (TA Instruments). As análises foram realizadas em duplicata os resultados foram expressos como média ± desvio padrão.

### 3.2.8 Análise estatística

A extração do óleo, avaliação da qualidade do óleo, perfil de ácidos graxos, tocoferóis, fitoesteróis, esqualeno e comportamento térmico foram realizados em duplicata, e os compostos fenólicos totais e potencial antioxidante *in vitro* em triplicata. Os dados foram expressos como média ± desvio padrão e as médias foram comparadas pelo teste *t* ou teste de Tukey com nível de significância de 5% usando o software Statistica 10.0 (StatSoft Inc., Tulsa, EUA). Gráficos e correlação de Pearson baseados em pairwise foram realizados usando o software Origin 2021 (OriginLab, Northampton, EUA).



### 3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.3.1 Extração do óleo da castanha do gurguéia

##### 3.3.1.1 Rendimento da extração ( $Ye$ )

Após a prensagem hidráulica obteve-se  $32,50 \pm 0,19$  g  $100$  g<sup>-1</sup> de óleo (OG1) e  $63,50$  g  $100$  g<sup>-1</sup> de torta, subproduto da prensa, com perda de  $4,00$  g  $100$  g<sup>-1</sup> durante o processo de extração do óleo. Por outro lado, o rendimento ( $Ye$ ) de extração de óleo da torta obtida por ESC-CO<sub>2</sub> (OG2) e por SOX com hexano (OG3) foi de  $15,52 \pm 0,50$  e  $18,49 \pm 0,05$  g  $100$  g<sup>-1</sup>, respectivamente. A ESC-CO<sub>2</sub> foi realizada para determinação de rendimento ( $Ye$ ) com tempo de processo de 180 minutos, conforme definido pela cinética de extração, como descrito no item 3.1.2. Após extrações por ESC-CO<sub>2</sub> e SOX foram obtidas tortas desengorduradas (T2 e T3, respectivamente) com teor de lipídios totais de 4,30% e 3,50%, respectivamente.

O teor de lipídios da castanha do gurguéia e da torta de prensa (T1) foi de  $45,76 \pm 0,01$  g  $100$  g<sup>-1</sup> e  $22,02 \pm 0,88$  g  $100$  g<sup>-1</sup>, respectivamente. Portanto, a recuperação de óleo de OG1, OG2 e OG3 foi de 71,03%, 70,51% e 84,00%, respectivamente. A recuperação do óleo da castanha do gurguéia pela PH, seguida da extração do óleo da torta desengordurada pela ESC e SOX, foi de 92,5% e 96,7%, respectivamente.

O  $Ye$  obtido pelo método SOX (OG3) foi significativamente maior ( $p < 0,05$ ) quando comparado à ESC (OG2). A recirculação do solvente durante os ciclos de processo pode ter contribuído para aumentar a taxa de extração no processo SOX, comparado com a ESC. Embora resulte em um processo mais eficiente e com rendimentos maiores do que a extração usando ESC (FETZER *et al.*, 2021), o SOX usa uma temperatura e tempo de exposição mais altos (6 h), o que pode danificar alguns compostos alvo.

A umidade da castanha do gurguéia foi de  $4,50$  g  $100$  g<sup>-1</sup>. O teor de umidade é essencial para alcançar altos rendimentos de óleo, bons padrões de qualidade do óleo e preservar os lipídios bioativos da composição original (KHAN; HANNA, 1983; MAESTRI *et al.*, 2020). A umidade de pistaches (CATALÁN *et al.*, 2017), amêndoas (MAESTRI *et al.*, 2020; MARTÍNEZ *et al.*, 2013), nozes (MAESTRI *et al.*, 2020), macadâmias (DOMÍNGUEZ *et al.*, 2007) e castanha do Brasil (DE OLIVEIRA *et al.*, 2020) foi entre 1,20 e 8,00 g  $100$  g<sup>-1</sup> têm sido associados a um alto rendimento de extração nessas castanhas e nozes. Çakaloğlu, Özyurt

e Ötles (2018) relataram que quando o teor de umidade da matéria-prima é de 10% ou mais, pode afetar negativamente o rendimento e a composição do óleo.

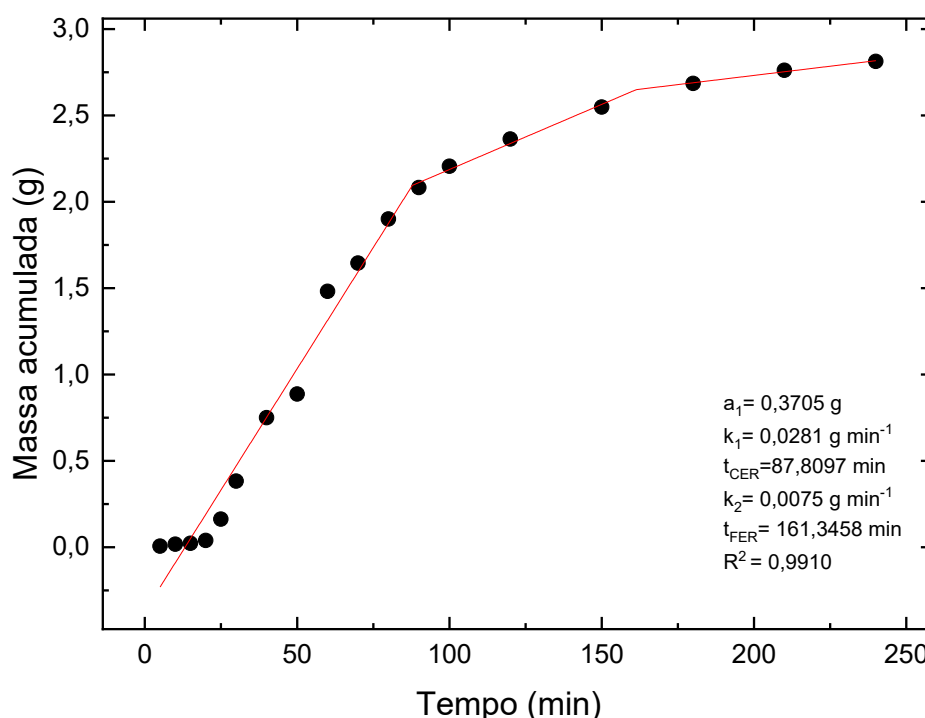
Os valores de  $Y_e$  alcançados pelo ESC-CO<sub>2</sub> estão de acordo com estudos anteriores de diferentes pesquisadores sobre a extração de diversas castanhas nozes usando ESC-CO<sub>2</sub>. Vasquez *et al.* (2021) relataram uma recuperação de 100% (rendimento de 59,2 g 100 g<sup>-1</sup>) da torta de castanha do Brasil usando ESC a 60 °C e 40 MPa. Jokic *et al.* (2016) relataram 100% de recuperação de óleo (rendimento de 11,81 g 100 g<sup>-1</sup>) de torta de avelã usando ESC-CO<sub>2</sub> a 40 °C e 30 MPa. Salvador *et al.* (2016) relataram 98,30% de recuperação de óleo (rendimento de 58,4 g 100 g<sup>-1</sup>) de torta prensada de noz pecã usando ESC-CO<sub>2</sub> a 40 °C e 30 MPa. Bardeau *et al.* (2015) relataram 76% de recuperação (rendimento de 56 g 100 g<sup>-1</sup>) para óleo de torta de nozes usando ESC-CO<sub>2</sub> e etanol como co-solvente (25 MPa, 45 °C e 2 h). Esses resultados indicam que o ESC-CO<sub>2</sub> é um processo muito eficiente para a recuperação de óleo de diferentes tortas de castanha, podendo ser uma alternativa para a recuperação total de óleo de diferentes matérias-primas. Além disso, a extração de óleos vegetais usando ESC-CO<sub>2</sub> tem sido descrita como um método ecologicamente correto, sem o uso de solventes tóxicos ou inflamáveis. Além disso, observa-se a remoção completa do solvente tanto do óleo quanto da torta sem geração de resíduos no meio ambiente (ZHUANG *et al.*, 2018).

### 3.1.2 Cinética da ESC

A Figura 3.3 mostra a curva cinética e os parâmetros do modelo Piecewise para extração da torta desengordurada de castanha do gurguéia usando ESC-CO<sub>2</sub>. A taxa de extração de óleo aumentou rapidamente entre 30 e 100 min, indicando rápida extração e disponibilidade de lipídios na superfície das partículas da castanha do gurguéia, representando o período CER, controlado pelo mecanismo de convecção e que foi de 87,8 min, como apresentado pelo modelo Piecewise. Na segunda parte da curva, entre 100 e 150 min, observa-se o período FER, descrito pelo modelo Piecewise entre 100 e 161 min. Nesta etapa ocorre a diminuição da disponibilidade do soluto na superfície da partícula, indicando a concorrência entre a convecção e a difusão, como mecanismos de transferência de massa, com conseqüente redução da taxa de extração, comparada com o período convectivo da etapa CER. Na etapa final da extração, DC, que ocorre entre 150 e 240 min, a taxa de extração é controlada pela difusão devido à exaustão do soluto da superfície das partículas (GUINDANI *et al.*, 2016). A cinética foi realizada por até 240 min. Considerando a curva de extração, o tempo de processo para a obtenção do valor de rendimento

( $Y_e$ ) foi estabelecido em 180 min., por representar a etapa difusional (período de taxa quase nula de extração). Os primeiros 30 minutos são o tempo de condicionamento, correspondendo ao tempo de contato entre o solvente e a amostra na ausência de circulação do solvente. Em estudos com castanhas como sapucaia, pracaxi, baru e torta de castanha do Brasil que realizaram extração de óleo com ESC-CO<sub>2</sub>, a cinética mostrou os melhores tempos de extração de 60 a 240 min (DOS SANTOS *et al.*, 2016; TEIXEIRA *et al.*, 2018a; VASQUEZ *et al.*, 2021).

Figura 3.3 – Curva cinética para extração com CO<sub>2</sub> supercrítico (ESC-CO<sub>2</sub>) de óleo de castanha do gurguéia.



Fonte: Autoria própria

### 3.3.2 Parâmetros de qualidade do óleo da castanha do gurguéia

A Tabela 3.1 mostra os resultados para os parâmetros de qualidade das amostras de óleo de gurguéia. O índice de acidez e o ponto de fumaça diferiram significativamente ( $p < 0,05$ ) entre as amostras OG1, OG2 e OG3. A menor índice de acidez para as amostras OG1 e OG2 provavelmente foram causadas pelas baixas temperaturas ( $< 40 \text{ }^\circ\text{C}$ ) utilizadas para as extrações de óleo em PH e ESC-CO<sub>2</sub>. Por outro lado, a alta temperatura no SOX ( $\sim 70 \text{ }^\circ\text{C}$ ) pode ter causado a degradação de alguns compostos, produzindo ácidos graxos livres (AGL) responsáveis pelo aumento do índice de acidez. Como esperado, o ponto de fumaça (170-203

°C) nas amostras foi inversamente proporcional ao índice de acidez. O índice de acidez variando de 0,19 a 0,34 g KOH kg<sup>-1</sup> e o ponto de fumaça de 209 °C foram relatados para o óleo de castanha de sapucaia prensado a frio (DEMOLINER *et al.*, 2018). Índice de acidez de 0,26 g KOH kg<sup>-1</sup> foi relatado para o óleo de noz-pecã obtido por PH (POLMANN *et al.*, 2019).

Tabela 3.1 – Parâmetros de qualidade do óleo de gurguéia obtido das castanhas por prensagem hidráulica (OG1) e da torta por ESC-CO<sub>2</sub> (OG2) e Soxhlet (OG3).

Parâmetros	OG1	OG2	OG3
Índice de acidez (g KOH kg <sup>-1</sup> )	0,25 ± 0,01 <sup>c</sup>	0,41 ± 0,04 <sup>b</sup>	1,38 ± 0,02 <sup>a</sup>
Ponto de fumaça (°C)	203,00 ± 1,83 <sup>a</sup>	195,50 ± 3,50 <sup>b</sup>	170,00 ± 0,03 <sup>c</sup>
Índice de peróxido (mEq O <sub>2</sub> kg <sup>-1</sup> )	1,65 ± 0,29 <sup>a</sup>	1,72 ± 0,19 <sup>a</sup>	2,55 ± 0,28 <sup>b</sup>
Índice <i>p</i> -anisidina	nd	nd	nd
Índice de iodo (g I <sub>2</sub> 100 g <sup>-1</sup> )*	83,13 ± 0,60 <sup>a</sup>	80,98 ± 0,05 <sup>b</sup>	81,35 ± 0,14 <sup>b</sup>
Estabilidade oxidativa (h)	9,60 ± 0,01 <sup>a</sup>	8,60 ± 0,02 <sup>b</sup>	8,40 ± 0,02 <sup>c</sup>

Os dados são expressos como média ± desvio padrão ( $n = 2$ ). Letras iguais na mesma linha não apresentam diferença estatística (teste de Tukey,  $p < 0,05$ ). nd, não detectado. \* Calculado a partir do perfil de ácidos graxos.

Os resultados do índice de peróxido ficaram dentro dos limites máximos recomendados pelo *Codex Alimentarius* (2019) para óleos prensados a frio e virgens (15 mEq O<sub>2</sub> kg<sup>-1</sup>). Os óleos de castanha do gurguéia não apresentaram metabólitos secundários como aldeídos e cetonas formados durante as reações de oxidação, pois o valor de *p*-anisidina não foi detectado. Salvador *et al.* (2016) relataram um valor de índice de peróxido entre 2,5 e 6,1 mEq O<sub>2</sub> kg<sup>-1</sup> para óleo de variedades de tortas de nozes pecã obtidas por ESC-CO<sub>2</sub> e etanol como cossolvente.

O índice de iodo variou entre 80,9 e 83,1 g I<sub>2</sub> 100 g<sup>-1</sup>, indicando alto teor de ácidos graxos insaturados (UFA). Esses resultados estão de acordo com Marques *et al.* (2015) que relatou um índice de iodo de 89,4-89,9 g I<sub>2</sub> 100 g<sup>-1</sup> para óleo de castanha de baru, que é da mesma família da castanha do gurguéia.

A estabilidade oxidativa variou de 8,4 a 9,6 h. A qualidade e a estabilidade das amostras de óleo estão correlacionadas com a preservação da matéria-prima e método de extração, perfil de ácidos graxos e presença de antioxidantes como tocoferóis e compostos fenólicos (MIKOŁAJCZAK; TAŃSKA; OGRODOWSKA, 2021). Estudos relataram que a estabilidade oxidativa a 110 °C de óleos de amendoim (8,03 h) (RAMEZAN *et al.*, 2015), castanha do Brasil (14,9 h) (SANTOS *et al.*, 2013), castanha de sapucaia (8,6 a 12,9 h) (DEMOLINER *et al.*, 2018) e noz pecã (12,7 h) (POLMANN *et al.*, 2019).

### 3.3.3 Ácidos graxos, fitoesteróis, tocoferóis, esqualeno e triacilgliceróis da castanha do gurguéia

A Tabela 3.2 mostra o perfil de ácidos graxos (AG), tocoferóis, fitoesteróis e esqualeno de OG1, OG2 e OG3. Os ácidos graxos predominantes dos óleos de castanha do gurguéia foram os ácidos oleico (C18:1), linoleico (C18:2) e palmítico (C16:0) (60,0-60,5%, 11,6-12,9% e 9,9-18,9%, respectivamente). Além disso, os óleos apresentaram entre 1,3 e 2,9% de ácido  $\alpha$ -linolênico (C18:3), que é um AG essencial. Relatou-se para óleo de castanha do gurguéia 36,1 a 75,8% de ácido oleico; 1,6 a 14,4% de ácido linoleico; e 8,6 a 20,0% de ácido palmítico (DA SILVA-ARAÚJO; DE MOURA; CHAVES, 2010).

Tabela 3.2 – Composição de ácidos graxos, fitoesteróis e esqualeno para óleo de gurguéia obtido da castanha por prensagem hidráulica (OG1) e da torta por ESC-CO<sub>2</sub> (OG2) e Soxhlet (OG3).

Ácidos graxos (%)	OG1	OG2	OG3
Palmítico (C16:0)	9,95 ± 0,33 <sup>b</sup>	18,95 ± 0,07 <sup>a</sup>	17,48 ± 0,52 <sup>a</sup>
Palmitoleico (C16:1)	0,10 ± 0,01 <sup>a</sup>	nd	0,31 ± 0,01 <sup>b</sup>
Estearico (C18:0)	3,60 ± 0,07 <sup>a</sup>	3,56 ± 0,15 <sup>a</sup>	3,22 ± 0,00 <sup>a</sup>
Oleico (C18:1n9c)	60,20 ± 0,09 <sup>ab</sup>	60,00 ± 0,13 <sup>a</sup>	60,51 ± 0,08 <sup>b</sup>
Linoleico (C18:2n6c)	11,60 ± 0,14 <sup>a</sup>	12,92 ± 0,12 <sup>c</sup>	12,39 ± 0,10 <sup>b</sup>
$\alpha$ -Linolênico (C18:3n3)	2,91 ± 0,09 <sup>b</sup>	1,35 ± 0,06 <sup>a</sup>	1,56 ± 0,01 <sup>a</sup>
Araquídico (C20:0)	0,91 ± 0,01 <sup>b</sup>	0,39 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,42 ± 0,01 <sup>a</sup>
<i>cis</i> -11-Eicosenoico (C20:1)	0,16 ± 0,00 <sup>b</sup>	0,26 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,21 ± 0,01 <sup>a</sup>
Beênico (C22:0)	6,20 ± 0,00 <sup>a</sup>	1,77 ± 0,16 <sup>c</sup>	2,15 ± 0,02 <sup>b</sup>
<i>cis</i> -11,14,17-Eicosatrienoico (C20:3n3)	0,60 ± 0,02 <sup>a</sup>	0,18 ± 0,00 <sup>c</sup>	0,25 ± 0,02 <sup>b</sup>
Desconhecido	3,69 ± 0,06 <sup>a</sup>	0,67 ± 0,34 <sup>c</sup>	1,17 ± 0,01 <sup>b</sup>
$\Sigma$ SFA	20,66 ± 0,24 <sup>b</sup>	24,40 ± 0,37 <sup>a</sup>	23,26 ± 0,54 <sup>a</sup>
$\Sigma$ MUFAs	60,46 ± 0,11 <sup>a</sup>	60,26 ± 0,13 <sup>a</sup>	61,02 ± 0,06 <sup>b</sup>
$\Sigma$ PUFAs	15,10 ± 0,25 <sup>b</sup>	14,45 ± 0,06 <sup>ab</sup>	14,25 ± 0,08 <sup>a</sup>
$\Sigma$ UFA	75,56 ± 0,36 <sup>a</sup>	74,70 ± 0,07 <sup>a</sup>	75,21 ± 0,02 <sup>a</sup>
$\Sigma$ n3	3,50 ± 0,11 <sup>b</sup>	1,53 ± 0,06 <sup>a</sup>	1,80 ± 0,01 <sup>a</sup>
$\Sigma$ n6	11,60 ± 0,14 <sup>a</sup>	12,92 ± 0,12 <sup>b</sup>	12,39 ± 0,10 <sup>c</sup>
UFA/SFA	3,66 ± 0,06 <sup>a</sup>	3,03 ± 0,05 <sup>c</sup>	3,23 ± 0,08 <sup>b</sup>
n3/n6	0,30 ± 0,01 <sup>c</sup>	0,12 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,15 ± 0,00 <sup>b</sup>
<b>Índices lipídios de saúde</b>			
ILN	7,22 ± 0,26 <sup>a</sup>	3,35 ± 0,01 <sup>b</sup>	3,65 ± 0,10 <sup>b</sup>
IA	0,13 ± 0,00 <sup>c</sup>	0,25 ± 0,00 <sup>a</sup>	0,23 ± 0,01 <sup>b</sup>
IT	0,30 ± 0,00 <sup>b</sup>	0,55 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,49 ± 0,01 <sup>a</sup>
H/H	7,37 ± 0,00 <sup>a</sup>	3,93 ± 0,02 <sup>b</sup>	4,28 ± 0,13 <sup>b</sup>

Cox	2,42 ± 0,04 <sup>a</sup>	2,22 ± 0,00 <sup>b</sup>	2,22 ± 0,01 <sup>b</sup>
<b>Tocoferol (µg g<sup>-1</sup>)</b>			
γ-tocoferol	4,20 ± 0,10	4,00 ± 0,20	3,50 ± 0,10
α-tocoferol	21,50 ± 0,30	18,20 ± 0,40	18,40 ± 0,50
<b>Fitosteróis (mg 100 g<sup>-1</sup>)</b>			
Campesterol	9,65 ± 0,53 <sup>a</sup>	13,89 ± 1,39 <sup>b</sup>	10,07 ± 0,70 <sup>a</sup>
Stigmaesterol	27,44 ± 2,36 <sup>c</sup>	38,57 ± 2,46 <sup>a</sup>	37,01 ± 4,08 <sup>b</sup>
β-Sitosterol	35,22 ± 2,02 <sup>c</sup>	55,82 ± 2,94 <sup>a</sup>	40,79 ± 1,71 <sup>b</sup>
<b>Esqualeno (mg 100 g<sup>-1</sup>)</b>			
	644,60 ± 35,99 <sup>a</sup>	668,69 ± 20,09 <sup>a</sup>	440,14 ± 6,41 <sup>b</sup>

Os dados são expressos como média ± desvio padrão ( $n = 2$ ). Letras iguais na mesma linha não apresentam diferença significativa (teste de Tukey e teste  $t$  de Student,  $p < 0,05$ ). nd, não detectado. SFA, ácidos graxos saturados; MUFAS, ácidos graxos monoinsaturados; PUFAS, ácidos graxos poli-insaturados; UFAs, ácidos graxos insaturados; IVN, índice de valor nutritivo; IA, índice aterogênico; IT, índice trombogênico; h/H, índice hipocolesterolêmico/hipocolesterolêmico; Cox, calculado a oxidabilidade.

Os óleos da castanha do gurguéia apresentaram valores de IVN, IA e IT variando de 3,35-7,22; 0,13-0,25; e 0,30-0,55, respectivamente. GO1 apresentou o maior IVN (7,22), H/H (7,37) e menor IA (0,13) e IT (0,30). Tilami e Kourimská (2022) reportaram valores de IVN e H/H para óleos de castanha do Brasil, baru e macadâmia (3,51 e 4,81; 7,86 e 11,61; e 6,91 e 6,23, respectivamente). O IVN é um índice usado para avaliar o impacto da dieta na saúde cardiovascular. Ele levanta a hipótese de que todos os ácidos graxos poli-insaturados (PUFAs) da dieta podem diminuir a lipoproteína de baixa densidade (LDL) e diminuir os níveis séricos de colesterol. Em contraste, todos os ácidos graxos saturados (SFAs) contribuem para altos níveis séricos de colesterol. Assim, quanto maior o IVN do óleo, melhor o efeito do seu consumo (CHEN; LIU, 2020).

Os valores de IA e IT foram relatados para noz pecã (0,07 e 0,17), amêndoa (0,07 e 0,19), avelã (0,06 e 0,18), noz (0,10 e 0,35), pistache (0,15 e 0,30), castanha do Brasil (0,20 e 0,42), e castanha de baru (0,13 e 0,24) (TILAMI; KOURIMSKÁ, 2022) foram semelhantes aos resultados para a castanha do gurguéia. IA indica a atividade proaterogênica ou antiaterogênica dos lipídios. Os lipídios aterogênicos favorecem a sua adesão às células dos sistemas imunitário e circulatório. Por outro lado, os lipídios antiaterogênicos inibem a agregação plaquetária, diminuindo os níveis de AGs esterificados, colesterol e fosfolipídios. Esses efeitos podem prevenir doenças cardiovasculares (FERNANDES *et al.*, 2014). IT é a razão entre ácidos graxos protrombogênicos (saturados) e antitrombogênicos ( $\Sigma$  MUFA,  $\Sigma$   $n-6$  PUFA e  $\Sigma$   $n-3$  PUFA) indicando a tendência do óleo de formar coágulos nos vasos sanguíneos. IA e IT indicam o potencial para estimular a agregação plaquetária. Dessa forma, IA e IT indicam que os óleos da castanha do gurguéia têm baixa influência no desenvolvimento de doenças arteriais

coronarianas. Óleos e gorduras com IA e IT menores que 1,0 e 0,5, respectivamente, são recomendados na dieta (FERNANDES *et al.*, 2014; TILAMI; KOURIMSKÁ, 2022). O IVN, IA e IT dos óleos de nozes indicam que podem ter efeitos positivos na saúde do consumidor.

O valor de Cox de OG1 (2,42) foi ligeiramente maior que OG2 (2,22) e OG3 (2,22) devido ao seu maior teor de PUFA quando comparado com OG2 e OG3. O valor de Cox está relacionado à composição de ácidos graxos insaturados (UFA). Quanto maior o valor de Cox, mais UFA está na composição do óleo e pode oxidar mais rapidamente. No entanto, esse valor não substituiu o índice de estabilidade oxidativa (OSI) (RÓŽAŇSKA *et al.*, 2019). O valor de Cox observado para os óleos de castanha do gurguéia indica que os óleos têm uma composição de UFA balanceada, com valores de Cox menores que os óleos de amêndoa para diferentes variedades de pistache: *Pistacia khinjuk* (3,14) e *P. atlantica* (4,23) (TAVAKOLI; HAMEDANI; HADDAD KHODAPARAST, 2016).

Amostras do óleo de gurguéia apresentaram valores para  $\alpha$ -tocoferol e  $\gamma$ -tocoferol de 18,2 a 21,5  $\mu\text{g g}^{-1}$  e de 3,5 a 4,2  $\mu\text{g g}^{-1}$ , respectivamente. Os maiores valores foram observados para OG1 com 21,50  $\mu\text{g g}^{-1}$  de  $\alpha$ -tocoferol e 4,20  $\mu\text{g g}^{-1}$  de  $\gamma$ -tocoferol, indicando que os tocoferóis tiveram maior concentração na primeira extração com PH. A amostra OG2 apresentou maiores concentrações de  $\alpha$  e  $\gamma$ -tocoferol (18,20  $\mu\text{g g}^{-1}$  e 4,00  $\mu\text{g g}^{-1}$ , respectivamente) quando comparado à amostra OG3. Esses resultados indicam que o ESC-CO<sub>2</sub> preservou mais tocoferol do óleo de gurguéia obtido da torta de gurguéia. Foi relatado para noz pecã 1,7 mg 100 g<sup>-1</sup> de  $\alpha$ -tocoferol e 26,80 mg 100 g<sup>-1</sup> de  $\gamma$ -tocoferol (POLMANN *et al.*, 2019); e para óleo de castanha de sapucaia 0,8-2,2 mg 100 g<sup>-1</sup> para  $\alpha$ -tocoferol e 19,2-28,5 mg 100 g<sup>-1</sup> para  $\gamma$ -tocoferol (DEMOLINER *et al.*, 2018). Leo *et al.* (2005) relataram que no óleo de amêndoa obtido por ESC-CO<sub>2</sub> (50 °C, 420 bar e 25 kg h<sup>-1</sup>) apresentou maior teor de tocoferol (0,6 mg g<sup>-1</sup> de óleo) quando comparado ao SOX com hexano. O  $\beta$ -sitosterol foi o principal fitosterol observado nas amostras OG1, OG2 e OG3 (35,2-55,8 mg 100 g<sup>-1</sup>), seguido pelo estigmasterol (27,4-38,6 mg 100 g<sup>-1</sup>) e campesterol (9,7-13,9 mg 100 g<sup>-1</sup>). Os óleos apresentaram diferenças significativas ( $p < 0,05$ ) nas concentrações de fitoesteróis entre os métodos de extração. OG1 apresentou os maiores valores de fitosteróis, indicando que maior concentração foi obtida na segunda extração com ESC-CO<sub>2</sub>. Policarpi *et al.* (2018) e Demoliner *et al.* (2018) relataram um teor total de fitoesteróis de 18,6 mg 100 g<sup>-1</sup> e 8,6 mg 100 g<sup>-1</sup>, para chichá e sapucaia, respectivamente. Valores mais elevados de fitoesteróis foram relatados para castanha de baru (14,2-17,7 mg 100 g<sup>-1</sup>) e castanha de sapucaia (11,2 mg 100 g<sup>-1</sup>) (DEMOLINER *et al.*, 2018b; MARQUES *et al.*, 2015). Por outro lado, valores mais baixos de  $\beta$ -sitosterol para castanha (12,5 mg 100 g<sup>-1</sup>), caju (54,7 mg 100 g<sup>-1</sup>) e amendoim (54,1 mg 100

$\text{g}^{-1}$ ) foram relatados (WANG *et al.*, 2019). O óleo obtido de nozes usando ESC-CO<sub>2</sub> apresentou maior concentração de  $\beta$ -sitosterol do que o óleo de noz obtido por prensagem mecânica (118 e 105,3 mg 100  $\text{g}^{-1}$ , respectivamente) (DE ZORDI *et al.*, 2017).

O teor de esqualeno no óleo da castanha do gurguéia apresentou diferenças significativas (de 440 mg 100  $\text{g}^{-1}$  para 669 mg 100  $\text{g}^{-1}$ ). Beltrán *et al.* (2016) relataram o teor de esqualeno no azeite virgem de vinte e oito cultivares de azeitona (*Olea europaea* L.) variando de 110 (cultivar “Piñonera”) a 839 mg 100  $\text{g}^{-1}$  (cultivar “Castellana”), com concentração média de esqualeno de 502 mg 100 $\text{g}^{-1}$ . Os autores deste estudo indicaram que a genética da azeitona, fatores agrônômicos e condições agroclimáticas poderiam explicar a alta variabilidade na concentração de esqualeno. Foi relatado que o óleo de grão de amaranto tem uma alta concentração de esqualeno em vegetais (143.380,00 mg 100  $\text{g}^{-1}$ ) (SRIVASTAVA; SREERAMA; DHARMARAJ, 2021). Além disso, uma menor concentração de esqualeno, comparada à castanha do gurguéia, foi relatada para nozes como avelã (18,64 mg 100  $\text{g}^{-1}$ ), macadâmia (18,50 mg 100  $\text{g}^{-1}$ ), noz (0,94 mg 100  $\text{g}^{-1}$ ), amêndoa (9,50 mg 100  $\text{g}^{-1}$ ) e amendoim (27,4 mg 100  $\text{g}^{-1}$ ) (LOZANO-GRANDE *et al.*, 2018; MAGUIRE *et al.*, 2004).

A Tabela 3.3 mostra a provável composição do TAG para os óleos de gurguéia, considerando apenas os FAs > 0,5%. Antoniosi Filho, Mendes e Lanças (1995) relataram uma alta correlação ( $r > 0,97$ ) entre os dados da cromatografia gasosa de alta resolução (HRGC) e as previsões do computador. Este programa de computador permitiu a identificação de todos os TAG presentes em mais de 30 óleos vegetais e misturas de óleos vegetais com altos teores de ácidos graxos insaturados, analisados por HRGC em colunas apolares e polarizáveis. Os principais TAGs dos óleos de gurguéia foram OOO (23,0–35,5% em peso) POO (13,5–31,3% em peso) e OLO (2,1–15,7% em peso), representando  $\approx 50\%$  em peso dos TAGs. Esses resultados concordaram com a composição de ácidos graxos, que é rica em ácidos oleico, palmítico e linoleico, e mostraram que os ácidos graxos C18:1 e C18:2 estão preferencialmente na posição *sn*-2. Isso também foi relatado para o óleo de pracaxi (TEIXEIRA *et al.*, 2020); óleos de pracaxi e patawa (PEREIRA *et al.*, 2020); e óleos de murumuru, tucuma, bacuri, pracaxi, patawa e castanha do Brasil (PEREIRA *et al.*, 2019). As diferenças observadas entre a composição de TAG dos óleos de gurguéia estão correlacionadas com o perfil de ácidos graxos.



Tabela 3.3 – Composição de triacilgliceróis para o óleo de castanha do gurguéia obtido por prensagem hidráulica (OG1) e da torta por ESC-CO<sub>2</sub> (OG2) e Soxhlet (OG3).

Triacilgliceróis (%) *	OG1	OG2	OG3
PPP	nd	0,77 ± 0,05 <sup>b</sup>	0,92 ± 0,00 <sup>a</sup>
POP	2,24 ± 0,17 <sup>c</sup>	7,14 ± 0,23 <sup>b</sup>	9,33 ± 0,01 <sup>a</sup>
PLP	nd	1,56 ± 0,10	nd
POS	1,60 ± 0,02 <sup>c</sup>	2,60 ± 0,08 <sup>a</sup>	3,34 ± 0,00 <sup>b</sup>
PLS	nd	0,57 ± 0,03	nd
POO	13,47 ± 0,41 <sup>c</sup>	22,19 ± 0,05 <sup>b</sup>	31,31 ± 0,28 <sup>a</sup>
PLO	5,21 ± 0,12 <sup>b</sup>	9,70 ± 0,26 <sup>a</sup>	1,26 ± 0,00 <sup>c</sup>
PLnO	1,30 ± 0,01 <sup>b</sup>	0,99 ± 0,06 <sup>c</sup>	1,62 ± 0,00 <sup>a</sup>
SOO	4,81 ± 0,14 <sup>b</sup>	nd	5,82 ± 0,26 <sup>a</sup>
SLO	1,86 ± 0,07 <sup>b</sup>	4,04 ± 0,02 <sup>a</sup>	nd
OOO	26,97 ± 0,36 <sup>b</sup>	23,02 ± 0,85 <sup>c</sup>	35,46 ± 0,01 <sup>a</sup>
OLO	15,65 ± 0,34 <sup>a</sup>	15,08 ± 0,12 <sup>b</sup>	2,13 ± 0,00 <sup>c</sup>
OLnO	3,91 ± 0,13 <sup>a</sup>	1,54 ± 0,04 <sup>c</sup>	2,71 ± 0,05 <sup>b</sup>
OLL	3,03 ± 0,09 <sup>a</sup>	3,29 ± 0,07 <sup>a</sup>	nd
OLnL	1,51 ± 0,06 <sup>a</sup>	0,67 ± 0,04 <sup>a</sup>	nd
POBe	2,76 ± 0,12 <sup>a</sup>	1,24 ± 0,01 <sup>b</sup>	2,21 ± 0,06 <sup>a</sup>
PLBe	0,92 ± 0,53	nd	nd
AOO	1,13 ± 0,20	nd	nd
SOBe	4,62 ± 5,16	nd	nd
BeOO	5,75 ± 3,58 <sup>a</sup>	1,94 ± 0,05 <sup>c</sup>	3,80 ± 0,01 <sup>b</sup>
BeLO	2,00 ± 1,68 <sup>a</sup>	0,85 ± 0,00 <sup>a</sup>	nd
BeLnO	0,81 ± 0,03	nd	nd

\*A composição dos triacilgliceróis foi estimada pelo software PrOleos, desconsiderando 0,50. nd, não detectado. Os dados são expressos como média ± desvio padrão ( $n = 2$ ). Letras iguais na mesma linha não apresentam diferença significativa (teste de Tukey e teste  $t$  de Student,  $p < 0,05$ ). P, palmítico; S, esteárico; O, oleico; L, linoleico; Ln, linolênico; A, araquídica; Be, behênico.

### 3.3.4 Compostos fenólicos totais (CFT), potencial antioxidante (PA) e inibição da peroxidação lipídica (IPL) de óleos de castanha do gurguéia

A Tabela 3.4 mostra o CFT e PA dos extratos metanólicos dos óleos da castanha gurguéia. Os valores de TPC apresentaram diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre as amostras de óleo avaliadas, sendo o maior valor observado no OG2, que também proporcionou o maior PA medido pelos ensaios FRAP, DPPH e ILP (4,19 mg TE 100 g<sup>-1</sup>, 5,42% e 54,30% de inibição, respectivamente). Por outro lado, o OG1 apresentou maiores valores de CFT e PA em relação ao OG3. Esses resultados indicaram que os métodos ESC-CO<sub>2</sub> e PH preservaram mais CFT e PA nos óleos do que o método SOX, provavelmente devido à alta temperatura utilizada neste último método (MIKOŁAJCZAK; TAŃSKA; OGRODOWSKA, 2021).

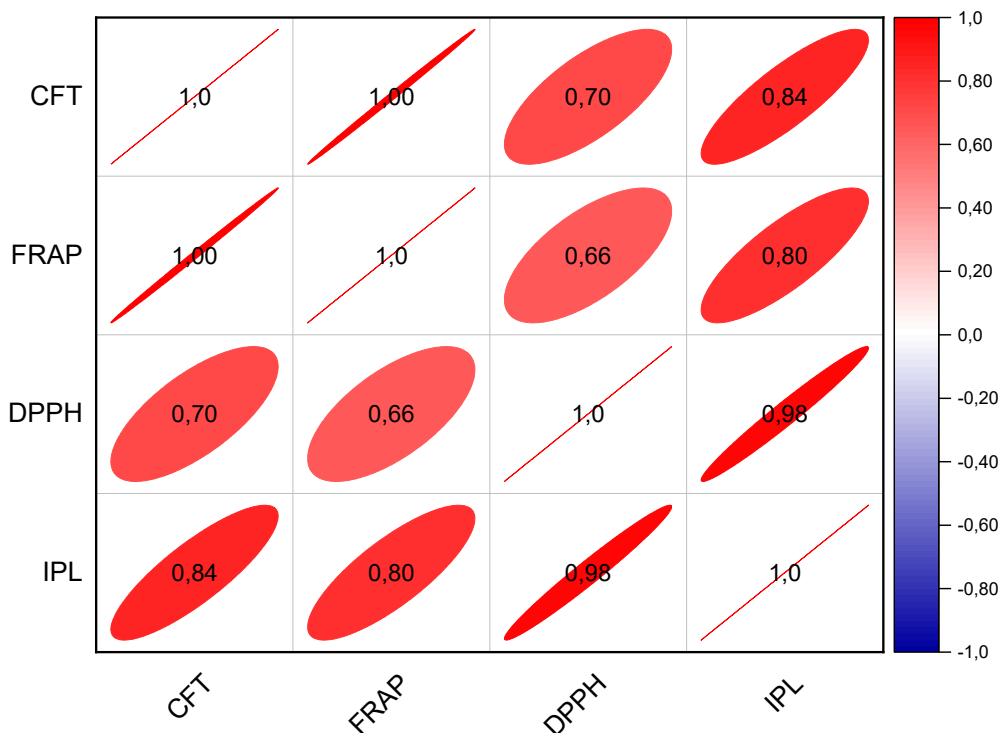
Tabela 3.4 – Compostos fenólicos totais (CFT) e potencial antioxidante (FRAP, DPPH e IPL) do óleo da castanha do gurguéia extraído por prensagem hidráulica (OG1) e dos óleos de torta obtidos por extração com fluido supercrítico (OG2) e Soxhlet (OG3).

Óleos	TPC (mg GAE 100 g <sup>-1</sup> )	FRAP (mg TE 100 g <sup>-1</sup> )	DPPH (%)	IPL (%)
OG1	5,01 ± 0,06 <sup>b</sup>	2,41 ± 0,03 <sup>a</sup>	5,31 ± 0,04 <sup>a</sup>	44,18 ± 0,02 <sup>b</sup>
OG2	6,14 ± 0,09 <sup>c</sup>	4,19 ± 0,04 <sup>b</sup>	5,42 ± 0,05 <sup>a</sup>	54,30 ± 0,03 <sup>c</sup>
OG3	4,75 ± 0,06 <sup>a</sup>	2,16 ± 0,03 <sup>a</sup>	4,20 ± 0,01 <sup>a</sup>	20,70 ± 0,07 <sup>a</sup>

Os dados são expressos como média ± desvio padrão ( $n = 3$ ). Letras iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa (teste de Tukey,  $p < 0,05$ ). FRAP, poder antioxidante redutor férrico; DPPH, 2,2-difenil-1-picrilhidrazilo; IPL, inibição da peroxidação lipídica.

O correlograma da Figura 3.4 mostra a relação entre CFT e PA (FRAP, DPPH e IPL), bem como as interações significativas com base no pareamento de Pearson. Uma alta correlação positiva ( $r > 0,70$ ) foi encontrada entre CFT × FRAP e CFT × IPL. Caso contrário, CFT × DPPH apresentou interação moderada ( $0,7 > r > 0,5$ ), e as correlações entre CFT e FRAP. Isso indica uma menor contribuição dos fenólicos dos óleos de gurguéia para a redução férrica. Altas correlações foram observadas entre FRAP × IPL e DPPH × IPL. Tal comportamento é comumente relatado para antioxidantes uma vez que a atividade está relacionada à estrutura química dos compostos, mecanismo de ação; coeficiente de solubilidade e partição; e solvente utilizado na extração (SAGAR; KEDARE; SINGH, 2011).

Figura 3.4 – Correlograma mostrando a relação entre CFT e potencial antioxidante dos óleos de gurguéia pelo coeficiente de Pearson ( $r$ ).



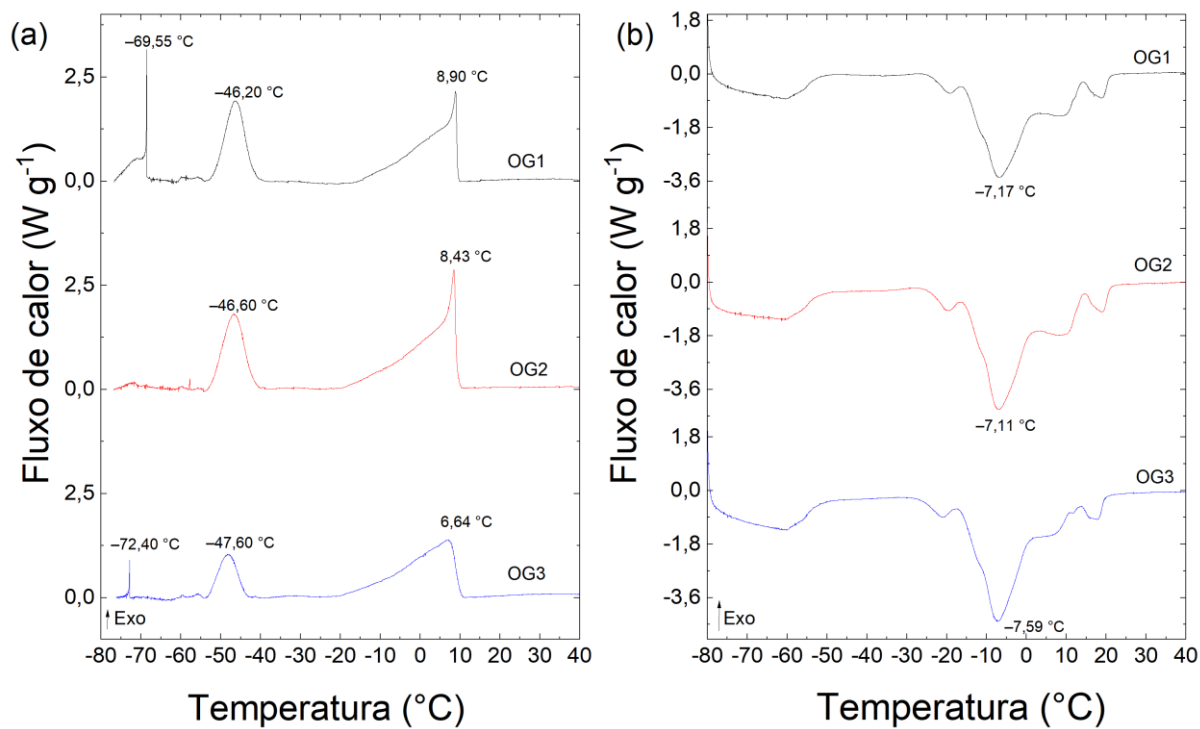
Fonte: Autoria própria

Os óleos da castanha do gurguéia (OG1, OG2 e OG3) apresentam maior teor de CFT do que os óleos obtidos por prensagem a frio, como caju (1,30 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>), avelã (1,29 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>) e pistache (3,90 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>) (MIKOŁAJCZAK; TAŃSKA; OGRODOWSKA, 2021). O OG2 apresentou maior IPL (54,3%) do que o óleo de pracaxi (24,8%) usando ESC-CO<sub>2</sub> (300 bar e 40 °C) relatado por Teixeira *et al.* (2020). O ensaio *in vitro* IPL simula as condições fisiológicas de oxidação lipídica, indicando potencial resposta biológica *in vivo* dos antioxidantes presentes na matriz avaliada (MARGRAF *et al.*, 2016). Foi relatado que a capacidade de inibir a peroxidação lipídica em castanhas pode estar correlacionada com fenóis monohídricos ou polihídricos. A capacidade desses compostos de transferir átomos de hidrogênio para radicais alquil lipídicos também foi descrita (BODOIRA; MAESTRI, 2020).

### 3.3.5 Comportamento térmico e teor de gordura sólida dos óleos da castanha do gurguéia

Os termogramas DSC mostrando o comportamento de fusão e cristalização dos óleos de gurguéia são mostrados na Figura 3.5.

Figura 3.5 – Comportamento da cristalização (a) e fusão (b) por DSC para óleo de castanha do gurguéia obtido por prensagem hidráulica (OG1) e da torta por ESC-CO<sub>2</sub> (OG2) e Soxhlet (OG3).



Fonte: Autoria própria

As temperaturas (início, pico e final) e a entalpia dos eventos térmicos são mostradas na Tabela 3.5.

Tabela 3.5 – Parâmetros de cristalização e fusão de óleos de castanha do gurguéia obtidos por prensagem hidráulica (OG1), extração com fluido supercrítico (OG2) e Soxhlet (OG3).

Óleos	Cristalização												$\Delta H_{CT}$
	Pico 1				Pico 2				Pico 3				
	Onset	Pico	Endset	$\Delta H_{C1}$	Onset	Pico	Endset	$\Delta H_{C2}$	Onset	Pico	Endset	$\Delta H_{C3}$	
OG1	10,30 ± 0,01	8,90 ± 0,01	-21,70 ± 1,85	21,46 ± 0,76	-33,40 ± 0,05	-46,20 ± 0,05	-55,60 ± 0,27	13,53 ± 0,21	-69,52 ± 1,39	-69,55 ± 1,41	-72,6 ± 0,18	1,40 ± 0,45	36,39
OG2	10,60 ± 0,01	8,43 ± 0,03	-22,50 ± 0,79	22,90 ± 0,55	-39,10 ± 0,06	-46,60 ± 0,06	-53,80 ± 0,01	11,93 ± 0,13	-	-	-	-	24,83
OG3	11,40 ± 0,54	6,64 ± 0,72	-23,50 ± 2,48	19,19 ± 0,35	-40,90 ± 0,16	-47,60 ± 0,16	-54,40 ± 0,08	7,43 ± 2,24	-70,11 ± 3,83	-72,40 ± 3,82	-73,80 ± 3,82	0,23 ± 0,01	26,85

Óleos	Fusão			
	Onset	Pico	Endset	$\Delta H_M$
OG1	-24,41 ± 0,05	-7,17 ± 0,06	21,10 ± 0,14	69,78 ± 0,04
OG2	-26,60 ± 0,44	-7,11 ± 0,02	21,40 ± 0,04	68,80 ± 1,64
OG3	-28,30 ± 0,18	-7,59 ± 0,15	20,70 ± 0,92	65,79 ± 0,30

Temperatura inicial, máxima e final em °C;  $\Delta H_{C1}$ ,  $\Delta H_{C2}$ , and  $\Delta H_{C3}$  são as entalpias de cristalização ( $J g^{-1}$ ) para os picos 1, 2 e 3, respectivamente;  $\Delta H_{CT}$ , entalpia de cristalização total.  $\Delta H_M$ , entalpia de fusão ( $J g^{-1}$ ).

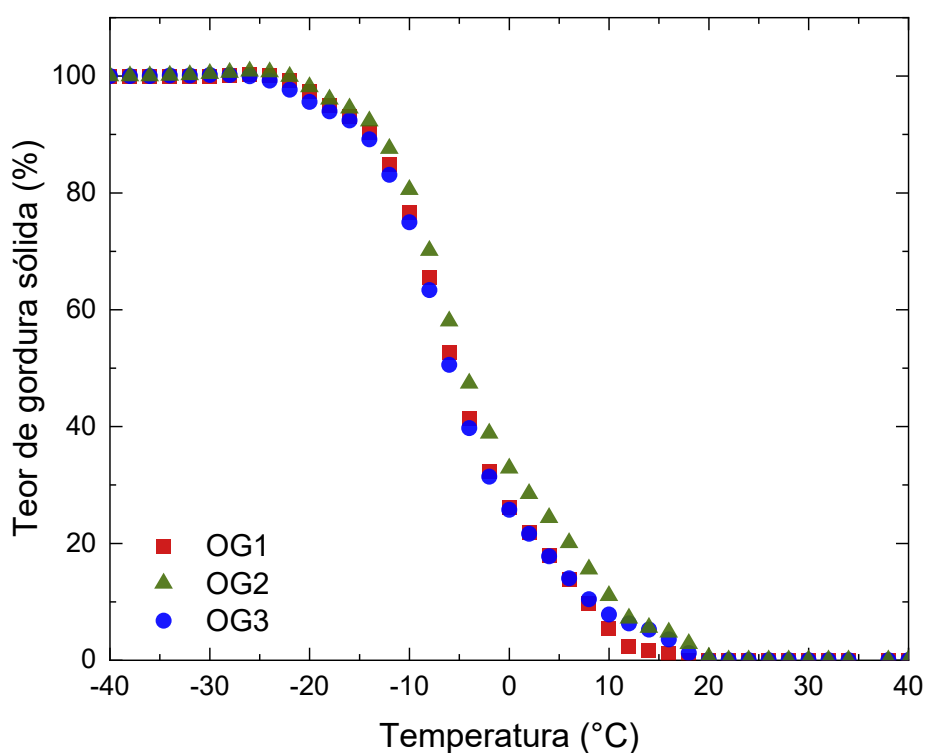
As amostras de óleo apresentaram comportamento de cristalização semelhante durante o resfriamento (Figura 3.4a). A temperatura de início, que indica o início da transição de fase, não apresentou diferenças significativas entre as amostras ( $p > 0,05$ ) e variou de 10,30 a 11,40 °C. Conforme mostrado na Figura 3.4a e na Tabela 3.5, os óleos da castanha do gurguéia obtidos pela prensa a frio (OG1) e Soxhlet (OG3) apresentaram três picos, enquanto o OG2 apresentou dois picos principais. O primeiro evento exotérmico (11 a -24 °C) apresentou um pico de temperatura variando entre 6,64 e 8,90 °C, indicando o início da transição de fase de líquido para sólido. Uma variação de entalpia de 19 a 23 J g<sup>-1</sup> foi observada neste evento. O segundo evento exotérmico ocorreu entre -40 e -55 °C, e seu pico correspondente foi observado na faixa de temperatura de -46,2 e -47,8 °C. A entalpia para o segundo evento térmico variou de 7 a 13 J g<sup>-1</sup>. Um terceiro pico nas amostras de OG1 e OG3 foi observado entre -69 e -73 °C, cuja entalpia variou de 0,23 a 1,40 J g<sup>-1</sup>. Durante o resfriamento, o primeiro pico pode estar relacionado à fração oleosa composta principalmente por ácidos graxos saturados, como os ácidos palmítico, esteárico e behênico, uma vez que os TAG saturados cristalizam a temperaturas mais altas que os insaturados. O segundo e terceiro picos podem ser atribuídos à fração de óleo insaturado, como os ácidos oleico, linoleico e linolênico. Um terceiro pico pode resultar de uma baixa intersolubilidade de triacilgliceróis, contendo principalmente ácidos graxos poli-insaturados, cristalizando assim a temperaturas extremamente baixas (ALARCON *et al.*, 2020).

A curva de aquecimento da Figura 3.4b revela um único evento endotérmico para os três óleos de gurguéia, com um ombro antes e dois ombros depois do pico principal. O evento térmico de fusão ocorreu em uma faixa de temperatura de -28 °C a 20 °C e entalpia entre 65,8 e 69,8 J g<sup>-1</sup>. O pico de fusão foi próximo a -7 °C para todas as amostras e a transição de fase terminou perto de 21 °C, o que está correlacionado com a fusão de ácidos graxos di e trissaturados (Figura 3.5) (PEREIRA *et al.*, 2019). O óleo da castanha do gurguéia contém 20-24% SFA, o que pode contribuir para a alta temperatura de fusão. No entanto, maiores detalhes sobre o comportamento de fusão dos óleos de castanha do gurguéia dependem de seu perfil de triacilglicerol. Queiroga Neto, Bora e Queiroga (2009) avaliaram os eventos térmicos para o óleo da castanha do gurguéia, indicando que a presença de antioxidantes no óleo influencia sua energia de transição por indução de entalpia.

O teor de gordura sólida foi estimado a partir das curvas de fusão DSC de -30 a 20 °C, que é a região do pico de fusão (Figura 3.5). As amostras apresentaram comportamento semelhante com uma queda rápida de seu teor de gordura sólida de -20 para 10 °C quando o teor de gordura sólida restante estava próximo de 10%. Os óleos de castanha do gurguéia

apresentaram um comportamento típico observado em óleos vegetais apresentando aproximadamente 20% de teor de gordura sólida em relação aos cristais de gordura em temperaturas de refrigeração (2-5 °C) e 0% de teor de gordura sólida em temperatura ambiente (~ 20 °C). O teor de gordura sólida está associado a gordura cristalina em uma amostra e afeta muitas propriedades físicas e químicas, como espalhabilidade, resistência à oxidação, espessura e sabor. As espécies moleculares e a estereoespecificidade do TAG afetam as propriedades físicas, como ponto de fusão e padrões de cristalização de óleos e gorduras. As propriedades como a sensação na boca também são influenciadas pela posição (*sn*-1, *sn*-2 ou *sn*-3) do ácido graxo no TAG (KARUPAIAH; SUNDRAM, 2007).

Figura 3.6 – Teor de gordura sólida estimado a partir da curva de fusão DSC para óleo de castanha do gurguéia obtido por prensagem hidráulica (OG1) e da torta por ESC-CO<sub>2</sub> (OG2) e Soxhlet (OG3).



Fonte: Autoria própria

### 3.4. CONCLUSÕES

O rendimento de OG1 foi de 32,50 g 100 g<sup>-1</sup>, enquanto os rendimentos de óleos obtidos por extração sequencial foram de 15,52 g 100 g<sup>-1</sup> para OG2 e 18,49 g 100 g<sup>-1</sup> para OG3. A recuperação total de óleo da sequência de extrações combinadas por PH, seguida da extração de óleo da torta de prensa por ESC-CO<sub>2</sub> e SOX, foi de 92,5% e 96,7%, respectivamente. O óleo obtido por ESC-CO<sub>2</sub> (OG2) apresentou altos parâmetros qualidade que podem estar relacionados com a baixa temperatura de extração, curto tempo de processamento e solvente. Os óleos da castanha do gurguéia foram predominantemente compostos de ácidos oleico e linoleico de ácidos graxos insaturados (~70%) e apresentaram bom IVN. O óleo de castanha do gurguéia pode ser considerado uma fonte de esqualeno e os compostos fenólicos foram positivamente correlacionados com seu potencial antioxidante. A composição química e os antioxidantes naturais dos óleos da castanha do gurguéia podem ter contribuído para sua alta estabilidade oxidativa. O comportamento térmico indicou que o óleo da castanha do gurguéia é líquido a 20 °C. O óleo da castanha do gurguéia tem potencial como óleo especial para uso nas indústrias alimentícia, cosmética e farmacêutica. O óleo recuperado da torta de gurguéia usando ESC-CO<sub>2</sub> apresentou alta qualidade, mostrando que a combinação de tecnologias sustentáveis é útil para a extração completa de óleos de alta qualidade. Mais estudos sobre a torta de castanha do gurguéia são necessários para o aproveitamento integral dessa matéria-prima.



## 3.5 REFERÊNCIAS

- ALARCON, R. T. *et al.* Spectroscopic characterization and thermal behavior of baru nut and macaw palm vegetable oils and their epoxidized derivatives. **Industrial Crops and Products**, v. 154, n. June, p. 112585, 2020.
- ALMEIDA, P. P.; MEZZOMO, N.; FERREIRA, S. R. S. Extraction of *Mentha spicata* L. Volatile Compounds: Evaluation of Process Parameters and Extract Composition. **Food and Bioprocess Technology**, v. 5, n. 2, p. 548–559, 2012.
- ANDRADE, K. S. *et al.* Supercritical fluid extraction from spent coffee grounds and coffee husks: Antioxidant activity and effect of operational variables on extract composition. **Talanta**, v. 88, p. 544–552, 2012.
- AOAC - ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis of the AOAC**. 18th. Ed. AOAC, Arlington, VA, 2005.
- AOCS - AMERICAN OIL CHEMIST'S SOCIETY. **Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists Society**, Champaign, IL., 2004.
- BARDEAU, T. *et al.* Recovery of oils from press cakes by CO<sub>2</sub> -based technology. **OCL - Oilseeds and fats, Crops and Lipids**, v. 22, n. 4, p. 0–5, 2015.
- BENZIE, I. F. F.; STRAIN, J. J. The Ferric Reducing Ability of Plasma (FRAP) as a Measure of “Antioxidant Power”: The FRAP Assay. **Analytical Biochemistry**, v. 73, p. 366–369, 1996.
- BODOIRA, R.; MAESTRI, D. Phenolic Compounds from Nuts: Extraction, Chemical Profiles, and Bioactivity. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 68, n. 4, p. 927–942, 2020.
- BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **LWT - Food Science and Technology**, v. 28, n. 1, p. 25–30, 1995.
- CAVALCANTE, Í. H. L. *et al.* Gurguéia nut: a new and potential fruit crop. **Comunicata Scientiae**, v. 6, n. 1, p. 1–9, 2015.
- CHANG, S. K. *et al.* Nuts and their co-products: The impact of processing (roasting) on phenolics, bioavailability, and health benefits - A comprehensive review. **Journal of Functional Foods**, v. 26, p. 88–122, 2016.
- CHEN, J.; LIU, H. Nutritional indices for assessing fatty acids: A mini review. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 21, n. 16, p. 1–24, 2020.
- CHENG, M. H.; DIEN, B. S.; SINGH, V. Economics of plant oil recovery: A review. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 18, 2019.
- DA SILVA-ARAÚJO, F. D.; DE MOURA, C. V. R.; CHAVES, M. H. Biodiesel metílico de *Dipteryx lacunifera*: Preparação, caracterização e efeito de antioxidantes na estabilidade à oxidação. **Química Nova**, v. 33, n. 8, p. 1671–1676, 2010.

DEMOLINER, F. *et al.* Sapucaia nut (*Lecythis pisonis* Cambess) and its by-products: A promising and underutilized source of bioactive compounds. Part II: Phenolic compounds profile. **Food Research International**, v. 112, p. 434–442, 2018.

DIAS, J. L. *et al.* Extraction of umbu (*Spondias tuberosa*) seed oil using CO<sub>2</sub>, ultrasound and conventional methods: Evaluations of composition profiles and antioxidant activities. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 145, p. 10–18, 2019.

FERNANDES, C. E. *et al.* Nutritional and lipid profiles in marine fish species from Brazil. **Food Chemistry**, v. 160, p. 67–71, 2014.

FERREIRA, S. R. S.; MEIRELES, M. A. A. Modeling the supercritical fluid extraction of black pepper (*Piper nigrum* L.) essential oil. **Journal of Food Engineering**, v. 54, n. 4, p. 263–269, 2002.

FERRO, D. M. *et al.* Integrated extraction approach to increase the recovery of antioxidant compounds from *Sida rhombifolia* leaves. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 149, p. 10–19, 2019.

FETZER, D. L. *et al.* Extraction of cumaru seed oil using compressed propane as solvent. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 169, p. 105123, 2021.

GERVASI, T. *et al.* Health benefits related to tree nut consumption and their bioactive compounds. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 22, n. 11, 2021.

HARTMAN, L.; LAGO, R. C. Rapid preparation of fatty acid methyl esters from lipids. **Laboratory practice**, v. 22, n. 6, p. 475–6, 1973.

INTERNATIONAL NUT AND DRIED FRUIT COUNCIL. **International Nut and Dried Fruit Council**. 2021/2022 ed. Reus, Spain: INC International Nut and Dried Fruit Council, 2022.

JOKIC, S. *et al.* Hazelnut oil production using pressing and supercritical CO<sub>2</sub> extraction. **Hemijska industrija**, v. 70, n. 4, p. 359–366, 2016.

KARUPAIAH, T.; SUNDRAM, K. Effects of stereospecific positioning of fatty acids in triacylglycerol structures in native and randomized fats: A review of their nutritional implications. **Nutrition and Metabolism**, v. 4, p. 1–17, 2007.

KETENOGLU, O. *et al.* Molecular distillation of olive pomace oil — Multiobjective optimization for tocopherol and squalene. **Lwt**, v. 91, p. 198–202, 2018.

LOZANO-GRANDE, M. A. *et al.* Plant Sources, Extraction Methods, and Uses of Squalene. **International Journal of Agronomy**, v. 2018, 2018.

MARGRAF, T. *et al.* Effects of geographical origin, variety and farming system on the chemical markers and *in vitro* antioxidant capacity of Brazilian purple grape juices. **Food Research International**, v. 82, p. 145–155, 2016.

- MARQUES, F. G. *et al.* Identification of terpenes and phytosterols in *Dipteryx alata* (baru) oil seeds obtained through pressing. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 25, n. 5, p. 522–525, 2015.
- MEZZOMO, N.; OLIVEIRA, D. A.; FERREIRA, S. R. S. Antioxidant Potential of Extracts from Processing Residues from Brazilian Food Industries. **Food and Nutrition Sciences**, v. 04, n. 08, p. 211–218, 2013.
- MICHIELIN, E. M. Z. *et al.* Chemical composition and antibacterial activity of *Cordia verbenacea* extracts obtained by different methods. **Bioresource Technology**, v. 100, n. 24, p. 6615–6623, 2009.
- MIKOŁAJCZAK, N.; TAŃSKA, M.; OGRODOWSKA, D. Phenolic compounds in plant oils: A review of composition, analytical methods, and effect on oxidative stability. **Trends in Food Science and Technology**, v. 113, p. 110–138, 2021.
- PEREIRA, E. *et al.* Physical properties of Amazonian fats and oils and their blends. **Food Chemistry**, v. 278, p. 208–215, 2019.
- POLICARPI, P. DE B. *et al.* Nutritional potential, chemical profile and antioxidant activity of Chichá (*Sterculia striata*) nuts and its by-products. **Food Research International**, v. 106, p. 736–744, 2018.
- POLMANN, G. *et al.* Enzyme-assisted aqueous extraction combined with experimental designs allow the obtaining of a high-quality and yield pecan nut oil. **LWT**, v. 113, p. 108283, out. 2019.
- QUEIROGA NETO, V.; BORA, P. S.; QUEIROGA, K. F. *Dipteryx lacunifera* seed oil: Characterization and thermal stability. **Ciencia e Agronomia**, v. 33, p. 1601–1607, 2009.
- RAMEZAN, Y. *et al.* The application of differential scanning calorimetry as a mean to determine the oxidative stability of vegetable oils and its comparison with rancimat. **Oriental Journal of Chemistry**, v. 31, n. 3, p. 1389–1394, 2015.
- SAGAR, B.; KEDARE, R.; SINGH, R. P. Genesis and development of DPPH method of antioxidant assay. **Journal of Food Science and Technology**, v. 48, n. 4, p. 412–422, 2011.
- SALVADOR, A. A. *et al.* Increasing the value of pecan nut [*Carya illinoensis* (Wangenh) C. Koch] cake by means of oil extraction and antioxidant activity evaluation. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 116, p. 215–222, 2016.
- SANTOS, O. V. *et al.* Yield, nutritional quality, and thermal-oxidative stability of Brazil nut oil (*Bertolletia excelsa* H.B.K) obtained by supercritical extraction. **Journal of Food Engineering**, v. 117, p. 499–504, 2013.
- SINGLETON, V. L.; ROSSI, S. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolibdic-phosphotungstic acid reagents. **J. Enol. Vitic.**, v. 16, p. 144–158, 1965.
- SRIVASTAVA, S.; SREERAMA, Y. N.; DHARMARAJ, U. Effect of processing on squalene content of grain amaranth fractions. **Journal of Cereal Science**, v. 100, p. 103218, 2021.

TARHAN, Í. A new and rapid analysis method for the most important herbal squalene source: Comparison of UV–visible, fluorescence, and FTIR techniques for the quantification of squalene in amaranth seed oil. **Microchemical Journal**, v. 168, 2021.

TAVAKOLI, J.; HAMEDANI, F.; HADDAD KHODAPARAST, M. H. Investigating Chemical Properties and Oxidative Stability of Kernel Oil from Pistacia khinjuk Growing Wild in Iran. **JAACS, Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 93, n. 5, p. 681–687, 2016.

TEIXEIRA, G. L. *et al.* Assessment of subcritical propane, supercritical CO<sub>2</sub> and Soxhlet extraction of oil from sapucaia (*Lecythis pisonis*) nuts. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 133, p. 122–132, 2018.

TEIXEIRA, G. L. *et al.* Composition, thermal behavior and antioxidant activity of pracaxi (*Pentaclethra maculoba*) seed oil obtained by supercritical CO<sub>2</sub>. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 24, 2020.

TILAMI, S. K.; KOURIMSKÁ, L. Assessment of the Nutritional Quality of Plant Lipids Using Atherogenicity and Thrombogenicity Indices. **Nutrients**, v. 14, p. 3795, 2022.

VASQUEZ, W. V. *et al.* Supercritical carbon dioxide extraction of oil and minor lipid compounds of cake byproduct from Brazil nut (*Bertholletia excelsa*) beverage production. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 171, p. 105188, 2021.

WANG, W. *et al.* Extraction Technology Can Impose Influences on Peanut Oil Functional Quality: A Study to Investigate the Lipid Metabolism by Sprague–Dawley Rat Model. **Journal of Food Science**, v. 84, p. 911–919, 2019.

WEINHOLD, T. DE S. *et al.* *Polygala cyparissias* oleoresin: Comparing CO<sub>2</sub> and classical organic solvent extractions. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 47, n. 1, p. 109–117, 2008.

ZHANG, Q. A. *et al.* Optimization of SC-CO<sub>2</sub> extraction of oil from almond pretreated with autoclaving. **LWT - Food Science and Technology**, v. 42, p. 1530–1537, 2009.

**CAPÍTULO 4: TORTAS DE CASTANHA DO GURGUÉIA (*Dipteryx lacunifera* Ducke)  
COMO NOVA FONTE PARA OBTENÇÃO DE FARINHA E EXTRATOS RICOS EM  
COMPOSTOS BIOATIVOS UTILIZANDO TECNOLOGIAS LIMPAS**

Esse capítulo foi baseado no artigo intitulado “*Gurguéia nut (Dipteryx lacunifera Ducke) cake as a new source for obtaining flour and extracts rich in bioactive compounds using clean technologies*”, que será submetido para revista *Biomass Convert & Biorefinery*

## RESUMO

A castanha do gurguéia representa uma rica fonte de lipídios e compostos bioativos com potencial para exploração sustentável. Neste trabalho foi avaliada a composição nutricional e química de tortas de gurguéia obtidas por prensa hidráulica (T1), CO<sub>2</sub> supercrítico (T2) e Soxhlet (SOX) com hexano (T3). Além disso, extratos hidroetanólicos obtidos por SOX, extração líquida pressurizada (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM) foram avaliados quanto ao rendimento, compostos fenólicos totais (CFT), flavonoides, flavonoides, *orto*-difenois (ODP), taninos condensados (TC) e potencial antioxidante (ABTS, TRC, CUPRAC, DPPH, FRAP e IPL). T2 apresentou maior teor de proteína (34,8 g 100 g<sup>-1</sup>), carboidrato (45,0 g 100 g<sup>-1</sup>), celobiose (1710,7 mg 100 g<sup>-1</sup>), sacarose (1125,8 mg 100 g<sup>-1</sup>) e ácido málico (1399,4 mg 100 g<sup>-1</sup>). Os principais compostos fenólicos da torta de gurguéia foram catequina (1,2-1,7 mg kg<sup>-1</sup>) e ácido gálico (0,7-0,8 mg kg<sup>-1</sup>). As tortas apresentaram propriedades funcionais como absorção de água e óleo, capacidade de emulsão e espuma. Os extratos com maior rendimento (35,6-39,9%) e potencial antioxidante para ABTS (1319,1 mmol TE 100 g<sup>-1</sup>), TRC (1064,0 mg QE 100 g<sup>-1</sup>), CUPRAC (70,4 mmol TE 100 g<sup>-1</sup>) e IPL (75,6%) foram obtidos por PLE com etanol:água (70:30, v/v). Por outro lado, maior TPC (4624,7 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>), flavonóides totais (418,4 mg EC 100 g<sup>-1</sup>), flavonóis (150,4 mg QE 100 g<sup>-1</sup>) e ODP (381,9 mg CGA 100 g<sup>-1</sup>) os teores foram observados para o extrato obtido por PLE com etanol:água (30:70, v/v). Os resultados indicaram que a torta de gurguéia é rica em compostos bioativos e pode ser plenamente explorada por meio de tecnologias limpas.

**Palavras-chave:** Castanha do Brasil, extração líquida pressurizada (ELP), extração assistida por micro-ondas (EAM), coprodutos, compostos fenólicos, ácidos orgânicos, potencial antioxidante.

## 4.1 INTRODUÇÃO

As castanhas e nozes são amplamente consumidas como lanches e utilizadas como ingredientes na indústria alimentícia, como lanches, torradas, salgadas ou carameladas, também podem ser aplicadas como ingrediente em produtos de panificação, chocolates, bebidas alternativas ao leite, laticínios, entre outros. Os óleos de castanhas e nozes podem ser aplicados como um ingrediente em cosméticos e produtos farmacêuticos, produtos para cuidados com a pele. O consumo de castanhas, devido à sua composição complexa, resulta em benefícios à saúde dos consumidores. Potencial antioxidante, melhora da imunidade, propriedades anti-inflamatórias e prevenção de doenças cardiovasculares são alguns dos efeitos relatados na literatura (ALASALVAR; BOLLING, 2015).

A composição das castanhas e nozes inclui um alto teor de ácidos graxos insaturados, como ácido oleico e linoleico, proteínas, fibras, vitaminas (ácido fólico, niacina, vitamina B6), minerais (Ca, Mg e K). Além disso, as castanhas e nozes contêm lipídios bioativos (fitoesteróis, tocoferóis, tocotrienóis) e compostos fenólicos, como ácidos fenólicos, flavonoides, lignina, taninos hidrolisáveis e condensados. (ALASALVAR; BOLLING, 2015; BOLLING *et al.*, 2011; CHANG *et al.*, 2016; SHAHIDI *et al.*, 2019). Os flavan-3-óis são flavonoides e compreendem uma das principais unidades constitutivas dos taninos condensados (proantocianidinas). Aron e Kennedy (2008) relataram uma revisão abrangente com flavan-3-ol de vários vegetais, como uvas, sementes de uva, cacau, chá verde, chá preto e nozes, indicando que flavan-3-ol apresenta efeitos benéficos à saúde, atuando como antioxidantes, neuroprotetores, cardioprotetores, antimicrobianos, antivirais e agentes anticancerígenos. Ottaviani *et al.* (2006) relataram através de ensaios *in vitro* efeitos celulares para regulação da pressão arterial através do flavan-3-ol extraído do cacau. Janisch *et al.* (2006) indicaram que o flavan-3-ol do pó da semente de *Vitis vinifera* liberado durante a digestão simulada *in vitro* tem potencial de eliminação contra radicais superóxido, radicais hidroxila e oxigênio singleto. Estudos epidemiológicos sugerem que o consumo de alimentos contendo flavan-3-ols tem efeitos preventivos contra o câncer (KNAZE *et al.*, 2012; LEI *et al.*, 2016).

Os benefícios do consumo de castanhas e nozes no controle glicêmico foram relatados (LEE *et al.*, 2014; MAH *et al.*, 2017; OREM *et al.*, 2013; SAUDER *et al.*, 2015). Em estudos que investigaram os efeitos do consumo de castanhas e nozes (amêndoas, nozes, cajus, macadâmias, avelãs, castanhas e pecans) por meio de meta-análises selecionando estudos epidemiológicos com humanos, Polmann *et al.* (2022) demonstraram que o consumo de castanhas e nozes favorece controle do colesterol total e reduz os níveis de lipoproteínas de

baixa densidade (LDL). Afshin *et al.* (2014) relataram que o consumo de castanhas e nozes foi inversamente associado a doenças cardiovasculares fatais e diabetes, mas não a acidentes vasculares cerebrais, Grosso *et al.* (2015) indicou que uma porção de castanhas e nozes por semana (~28 g) diminuiu o risco de mortalidade por doença arterial coronariana e câncer, Luo *et al.* (2014) indicaram que a ingestão de castanhas e nozes está inversamente associada a doenças cardiovasculares e não significativamente associada a diabetes e acidente vascular cerebral.

Embora o Brasil possua uma biodiversidade notável, muitas castanhas nativas e com grande potencial de exploração sustentável ainda não são comercializadas e permanecem desconhecidas da maioria da população. A castanha do gurguéia (*Dipteryx lacunifera* Ducke) é uma espécie distribuída nas regiões Norte e Nordeste do Brasil, principalmente no Cerrado do Sul e Centro-Sul dos estados do Piauí e Maranhão (RIBEIRO; SOUZA; LOPES, 2012). A castanha do gurguéia é comercializada em feiras livres onde é cultivada e consumida pela população local torrada e como ingrediente para a produção de doces e confeitos (VIEIRA *et al.*, 2007). Embora Cavalcante *et al.* (2015) relataram a castanha do gurguéia como uma cultura potencial para processamento e comercialização de castanha, atualmente subutilizada. Além disso, os dados sobre a produção dessa matéria-prima são escassos e foram publicados poucos estudos, como sobre parâmetros físicos e nutricionais (CARVALHO *et al.*, 2008; QUEIROGA-NETO *et al.*, 2009; RIBEIRO; SOUZA; LOPES, 2012), perfil de aminoácidos (QUEIROGA-NETO *et al.*, 2009), óleo de castanha do gurguéia extraído por prensagem e determinação do perfil de ácidos graxos e análise térmica (DA SILVA-ARAÚJO; DE MOURA; CHAVES, 2010; QUEIROGA NETO *et al.*, 2009; VIEIRA *et al.*, 2007), obtenção do óleo da castanha do gurguéia por prensagem a frio e do óleo da torta obtido por CO<sub>2</sub> supercrítico, determinação do perfil lipídico, potencial antioxidante, comportamento de fusão e cristalização por análise térmica por DSC (POLMANN *et al.*, 2023) foram relatados na literatura.

Processos de extração sustentáveis com aproveitamento integral da matéria-prima e baixo impacto ambiental podem ser realizados combinando técnicas analíticas de alta resolução, obtendo produtos e coprodutos de alta qualidade, pois essas técnicas, além de sustentáveis, destacam-se por apresentarem níveis superiores metabólitos de interesse no produto. Essa abordagem pode ser usada para valorizar totalmente as matérias-primas subutilizadas, minimizando os danos ao meio ambiente (ALVES *et al.*, 2020; SALVADOR *et al.*, 2016; VASQUEZ *et al.*, 2021). A extração com fluido supercrítico (ESC), realizada principalmente com dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), é amplamente empregada para extrair coprodutos de alto valor agregado. Além de rendimentos satisfatórios, o ESC permite a



obtenção de frações ricas em compostos como ácidos graxos poli-insaturados, fitoesteróis e tocoferóis (DE ZORDI *et al.*, 2017; MARTÍNEZ; MATTEA; MAESTRI, 2008; SALGIN; SALGIN, 2006; SALVADOR *et al.*, 2016). Extração com líquidos pressurizados ou extração assistida por micro-ondas também têm sido relatados como processos alternativos sustentáveis para obtenção de extratos ricos em compostos bioativos (LUO *et al.*, 2017; TEIXEIRA *et al.*, 2021). Usar uma mistura de solventes durante a extração pode melhorar a eficiência da extração, pois um solvente pode melhorar a solubilidade do analito enquanto o outro pode aumentar a dessorção do analito. A água está frequentemente envolvida na quebra da matriz e na ligação matriz-analito. Foi relatado que uma mistura de solvente orgânico e água melhorou a recuperação de catequinas de folhas de chá e compostos fenólicos de uva e sementes de uva (PALMA; PIÑEIRO; BARROSO, 2002; PENGDEE; SRITULARAK; PUTALUN, 2020; PIÑEIRO; PALMA; BARROSO, 2004). Além disso, pode melhorar a extração de espécies termicamente lábeis e mais hidrofóbicas em plantas medicinais a baixa temperatura (MUSTAFA; TURNER, 2011).

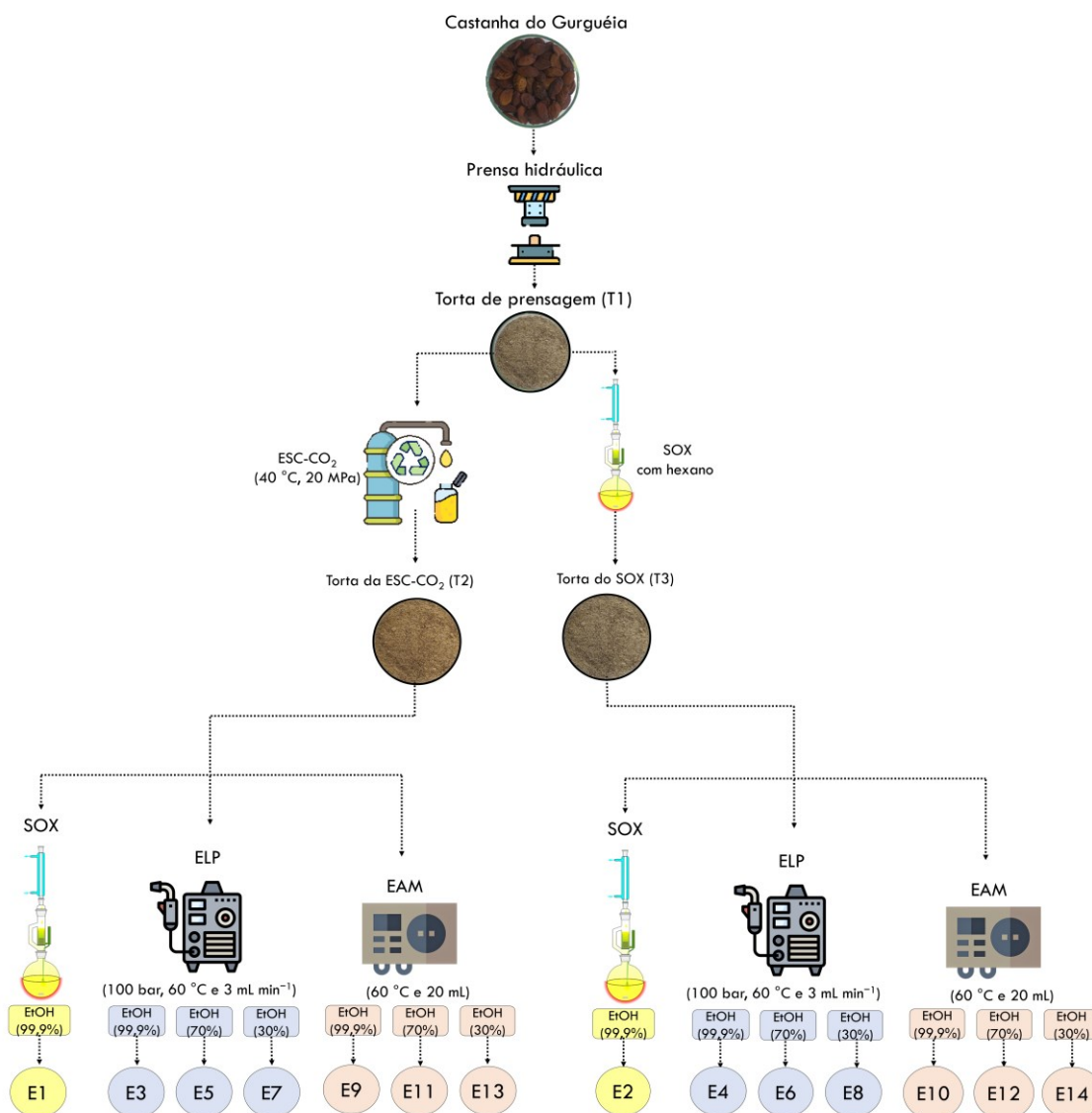
O perfil químico e de compostos bioativos da torta obtida a partir da extração da castanha do gurguéia não foi relatado na literatura. Neste estudo é apresentado um potencial de uso sustentável da torta de castanha do gurguéia combinando tecnologias limpas de extração. Foram determinados a composição nutricional, carboidratos, ácidos orgânicos e compostos fenólicos, propriedades funcionais e estrutura microscópica da torta de castanha do gurguéia. Além disso, foram determinados os fitoquímicos e o potencial antioxidante dos extratos da torta de castanha do gurguéia, obtidos por extração líquida pressurizada (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM), como estratégia para o aproveitamento integral dessa matéria-prima.

## 4.2 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.2.1 Amostras

As castanhas do gurguéia (*Dipteryx lacunifera* Ducke) foram coletadas em agosto de 2019 e 2020 na região de Alvorada do Gurguéia no Estado do Piauí (Brasil) (latitude: 8° 22' 30" Sul, longitude: 43° 50' 48" Oeste, altitude: 239 m) e doado pela Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA Meio-Norte). As castanhas foram secas em estufa a 40 °C por 48 horas, e as cascas foram retiradas com equipamento de corte artesanal. Em seguida, as castanhas foram desengorduradas parcialmente em prensa hidráulica (modelo TE-098, Tecnal, São Paulo, Brasil) para obtenção da torta de prensagem (T1). A partir de T1, foram realizadas extrações para obtenção da Torta 2 (T2) obtida por ESC usando CO<sub>2</sub> (40 °C, 20 MPa por 180 min), e a Torta 3 (T3) obtida por Soxhlet com hexano (~69 °C). T2 e T3 foram usados para obter extratos usando extração líquida pressurizada (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM) usando etanol (99,9%), etanol:água (70% e 30%, v/v) como solventes. A Figura 4.1 mostra o procedimento experimental para obtenção de tortas e extratos da amêndoa da noz gurguéia.

Figura 4.1 – Fluxograma para obtenção de extratos de amostras de torta de castanha do gurguéia, T2 e T3, por Soxhlet (SOX), extração por líquido pressurizado (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM) com os solventes etanol (99,9%), etanol:água (70%) e etanol:água (30%).



Fonte: Autoria própria

#### 4.2.2 Composição nutricional das tortas

As análises da composição nutricional foram realizadas de acordo com a *Association of Official Analytical Chemists* (AOAC, 2005). A umidade (925,09) foi determinada em estufa a 105 °C até massa constante. As cinzas (923,03) foram determinadas em mufla a 550 °C. As

proteínas (920,87) foram determinadas pelo método de Kjeldahl ( $N \times 5,30$ ). Os lipídios totais (920,85) foram determinados pelo método de Soxhlet, utilizando éter de petróleo a 80 °C; e os carboidratos foram obtidos por diferença. O valor energético foi calculado pela soma dos teores de proteína bruta e carboidratos multiplicado por 4 e o teor de lipídios totais multiplicado por 9. As análises foram realizadas em triplicata, e os resultados foram expressos em  $g\ 100\ g^{-1}$  em base úmida (média  $\pm$  desvio padrão).

#### **4.2.2 Análises de carboidratos e ácidos orgânicos nas tortas**

A obtenção dos extratos da torta para análise de carboidratos e ácidos orgânicos foi realizada utilizando 1 g da amostra diluída em 10 mL de água ultrapura (Milli-Q) em tubos de centrífuga e colocados em banho ultrassônico (200 W, 40 Hz) por 30 min a 45°C. Os extratos foram centrifugados a  $4000 \times g$ , por 5 min, a 5 °C. O sobrenadante foi filtrado através de um filtro de membrana de celulose de 0,22  $\mu m$ . As amostras foram mantidas sob refrigeração até o momento da análise.

##### *4.2.2.1 Carboidratos individuais*

Os carboidratos foram identificados e quantificados usando um sistema 1260 Infinity II High Performance Liquid Chromatography (Agilent, Santa Clara, EUA) equipado com um detector de índice de refração (RID) a 40 °C, uma coluna Supelguard C610H (5 cm  $\times$  4,6 mm, Sigma- Aldrich, Brasil) e pré-coluna Supelcogel C610H (30 cm  $\times$  7,8 mm, Sigma-Aldrich, Brasil). A fase móvel foi água deionizada acidificada com ácido fosfórico (0,1%) a uma vazão de  $0,5\ mL\ min^{-1}$  e temperatura do forno de 40 °C. A injeção foi feita com 10  $\mu L$  de cada amostra. As curvas analíticas foram realizadas usando padrões de glicose, frutose, sacarose, celobiose, xilose e arabinose com pureza  $\geq 98\%$  (Sigma Aldrich, São Paulo, Brasil). O manual de aplicação do Supelcogel – Coluna Sigma-Aldrich descreve as condições de análise utilizadas. Os teores de carboidratos foram expressos em  $mg\ 100\ g^{-1}$ .

##### *4.2.2.2 Ácidos orgânicos*

A identificação e quantificação dos ácidos orgânicos foram realizadas pelo sistema HPLC descrito no item 4.2.2.1. A fase móvel foi água deionizada acidificada com ácido fosfórico (0,1%) em fluxo de  $0,5\ mL\ min^{-1}$  e temperatura do forno de 40 °C. Para identificação

e quantificação, 10  $\mu\text{L}$  de cada amostra foram coletados e injetados no cromatógrafo. Os padrões utilizados foram os ácidos cítrico, ascórbico, málico e tartárico. O método cromatográfico utilizado foi de acordo com o método descrito por Scherer, Rybka e Godoy (2008) com modificações. Os resultados foram expressos em  $\text{mg L}^{-1}$ .

### 4.2.3 Compostos fenólicos das tortas

Os compostos fenólicos foram extraídos de tortas de castanha do gurguéia de acordo com Escriche e Juan-Borrás (2018). Resumidamente, 1 g da amostra foi pesado e dissolvido em 30 mL de solução hidroetanólica 70% (v/v). O processo de extração foi realizado em banho ultrassônico (200 W, 40 Hz) a 30 °C por 25 min. Em seguida, os extratos foram filtrados através de filtros hidrofílicos de PTFE (Politetrafluoretileno) com tamanho de poro de 0,22  $\mu\text{m}$ . As curvas de calibração foram preparadas a partir de soluções estoque individuais de caféico, clorogênico, gálico, elágico, catequina, naringina, rutina, quercetina, miricetina e kaempferol foram preparadas em metanol a 10  $\text{mg mL}^{-1}$  e diluídas para concentrações finais de 2, 10, 50, 100, 200, 500 e 1000  $\mu\text{g mL}^{-1}$ . Um sistema de HPLC Agilent modelo 1260 Infinity II com um detector de arranjo de diodos (DAD/UV-Vis) foi usado para identificar e quantificar os compostos fenólicos em 295 nm a 350 nm. O *software* OpenLab-Chemstation foi usado para análise de dados. A separação cromatográfica foi realizada em coluna Zorbax C18 (250 mm  $\times$  4,6 mm  $\times$  5  $\mu\text{m}$ , Agilent, Santa Clara, EUA) com tempo de corrida de 30 min. As seguintes condições cromatográficas foram utilizadas: temperatura do forno da coluna a 30 °C; 5% de ácido fórmico como fase móvel A; acetonitrilo como fase móvel B; fluxo de 0,8  $\text{mL min}^{-1}$ ; a lavagem da agulha foi de 100% de acetonitrilo; 20  $\mu\text{L}$  de volume de injeção. O gradiente aplicado foi o seguinte: 0 min 10% B; 3 min 15% B; 18 min 40% B; 24 min 40% B; 27 min 66% B; 33 min 70% B; 40 min 80% B. Os resultados da amostra foram expressos em  $\text{mg kg}^{-1}$ .

### 4.2.4 Propriedades funcionais da castanha do gurguéia e das tortas

#### 4.2.4.1 Turbidez das dispersões

O método foi adaptado de Zhang *et al.* (2015), onde dispersões contendo 1% (m/v) das amostras de castanha do gurguéia e tortas (T1, T2 e T3) foram homogeneizadas em vórtice por 2 min. Em seguida, transferiu-se uma alíquota para uma cubeta de quartzo e mediu-se a

absorbância em espectrofotômetro a 500 nm. O valor obtido foi utilizado como parâmetro de turbidez.

#### 4.2.4.2 Capacidade de retenção de água ou óleo

A capacidade de retenção de água (CRA) ou capacidade de retenção de óleo (CRO) foi determinada usando o método descrito por Ling *et al.* (2016). Uma alíquota de 1 g das amostras de castanha do gurguéia e tortas (T1, T2 e T3) foram pesadas em um tubo de centrífuga de 50 mL de massa conhecida e adicionada de 20 mL de óleo de soja ou água. Essa mistura foi misturada em vórtice por 2 min, mantida em repouso por 30 min em temperatura ambiente, seguida de centrifugação a  $3500 \times g$  por 10 min. O sobrenadante foi descartado e o precipitado foi drenado por 2 min antes de pesar novamente o tubo de amostra. CRA ou CRO foi expresso como a quantidade de óleo/água retida por grama de amostra, de acordo com a Equação 1.

$$CR = \frac{m3 - m2 - m1}{m1} \quad (1)$$

Onde CR é a capacidade de retenção (em óleo ou água ( $g\ g^{-1}$  da amostra)),  $m1$  é a massa da amostra inicial (g),  $m2$  é a massa do tubo da centrífuga (g),  $m3$  é a massa de o tubo com amostra (g) após centrifugação e remoção do sobrenadante.

#### 4.2.4.3 Atividade e estabilidade da emulsão

As emulsões de óleo em água foram preparadas pela dispersão de 25% de óleo de soja em uma solução aquosa de 1% de cada amostra de castanha do gurguéia e das tortas (T1, T2 e T3), seguida de agitação a 15.000 rpm por 5 min. O índice de atividade emulsificante (IAE) e a estabilidade da emulsão (IEE) das amostras foram determinados de acordo com Zhang *et al.* (2015). Uma alíquota de 50  $\mu$ L da emulsão foi coletada em 0 e 10 min após a homogeneização, à qual foram adicionados 5 mL de solução 0,1% (m/v) de dodecil sulfato de sódio. A absorbância da solução foi medida em um espectrofotômetro a 500 nm imediatamente (A0) e 10 min (A10) após a preparação da emulsão, cujos valores foram usados para calcular o IAE e o IEE de acordo com as seguintes Equações 2 e 3.

$$IAE = \frac{2 \times 2,303 \times A_0}{F \times C} \quad (2)$$

$$IEE = \frac{A_{10} \times \Delta t}{\Delta A} \quad (3)$$

Onde  $F$  é a fração volumétrica do óleo (0,25);  $A_0$  é a absorbância no tempo 0 e  $A_{10}$  no tempo 10 min após a homogeneização;  $\Delta t = 10$  min;  $\Delta A = A_0 - A_{10}$ .

#### 4.2.4.4 Propriedades de espuma

Para análise de propriedades de espuma utilizou-se 25 mL de solução a 1% (p/v) da castanha do gurguéia e das tortas (T1, T2 e T3) foram homogeneizados com homogeneizador digital IKA T50 (Ultra-Turrax) a 15.000 rpm por 3 min. A espuma e a solução obtidas foram transferidas para um tubo de ensaio graduado de 50 mL. O volume da porção de espuma foi medido em 0min para capacidade de formação de espuma (FE) e após 30 min de descanso para estabilidade de espuma (EE). Cada amostra foi avaliada em duplicado. FE e EE foram calculados de acordo com as Equações 4 e 5:

$$FE (\%) = \frac{V_1 - V_0}{V_0} \quad (4)$$

$$EE (\%) = \frac{V_2 - V_1}{V_0} \quad (5)$$

Onde  $V_0$  é o volume antes da agitação (mL);  $V_1$  é o volume após agitação (mL);  $V_2$  é o volume após (mL).

#### 4.2.4.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A castanha do gurguéia e as tortas foram avaliados por MEV. Stubs de alumínio com fita dupla face de carbono foram usados para fixar as amostras moídas, que foram então revestidas com ouro (350 Å de espessura). A análise prosseguiu com a visualização no

microscópio eletrônico de varredura JSM-6390LV (JEOL, Tóquio, Japão) a 10 kV. As imagens foram capturadas em 1000 ×.

#### 4.2.4 Abordagem sequencial para obtenção de extratos

Tortas parcialmente desengorduradas obtidas por ESC com CO<sub>2</sub> (T2) e Soxhlet com hexano (T3) foram usadas para extratos obtidos usando Soxhlet (SOX) com etanol, e extração líquida pressurizada (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM) usando etanol ou soluções hidroetanólicas (30 ou 70% v/v) (Figura 4.1) conforme descrito abaixo

##### 4.2.4.1 Extração por Soxhlet

A extração em Soxhlet foi realizada utilizando 5 g da torta e 150 mL de etanol, garantindo uma proporção de 1:30 (p/v). A temperatura de extração foi mantida próxima à temperatura de ebulição do solvente (~79°C), fornecendo 4 a 5 gotas por segundo durante 6 h. O extrato restante foi armazenado em frasco âmbar sob atmosfera de nitrogênio a -18 °C, protegido da luz. As extrações foram duplicadas e os resultados de rendimento foram expressos como média ± desvio padrão.

##### 4.2.4.2 Extração com líquido pressurizado (ELP)

Uma amostra de 5 g de torta (T2 ou T3) foi mantida dentro do extrator (138,2 mL, diâmetro interno de 20 mm e altura de 440 mm) (MAZZUTTI *et al.*, 2018). Em seguida, as extrações foram realizadas seguindo a metodologia ELP descrita por Rudke *et al.* (2019) e conduzida a 100 bar, 60 °C e vazão constante de 3 mL min<sup>-1</sup>, fornecida por uma bomba de cromatografia. Os ensaios foram realizados utilizando etanol absoluto (99,9%) e soluções etanol:água 70 ou 30% (v/v) como solventes. Os extratos obtidos foram coletados em frascos âmbar e armazenados (-18 °C) na ausência de luz. Todas as extrações foram duplicadas e os resultados foram expressos como média ± desvio padrão.

O tempo de processamento do ELP foi determinado considerando a cinética de extração da torta. A cinética foi realizada com 3 g de amostra, 60 °C, 100 bar 3 mL de solvente min<sup>-1</sup>, para etanol como solvente. A curva de extração de T2 foi realizada com coletas de amostra a cada 3 min, até 10 min de extração; seguido de intervalo de 4 min até 30 min, e então a cada 5 min até 60 min; e a cada 10 min até 120 min. Para a extração de T3, o tempo de coleta



da amostra foi a cada 3 min, até 20 min, seguido de um intervalo de 5 min até 90 min. O modelo de regressão linear por partes foi ajustado aos dados experimentais usando o software Origin Pro 2021 (OriginLab, Northampton, EUA). Três ajustes lineares foram aplicados considerando dois pontos de quebra propostos pelo modelo. As três retas apresentadas pelo modelo representam os três períodos da curva de extração: taxa de extração constante (CER), taxa de extração decrescente (FER) e difusional controlada (DC). Os ajustes para as três etapas de extração são apresentados nas Equações 6, 7 e 8.

Para  $t \leq t_{CER}$  (CER):

$$y = a_1 + k_1 t \quad (6)$$

Para  $t_{CER} \leq t \leq t_{FER}$  (FER):

$$y = a_1 + k_1 t_{CER} + k_2 (t - t_{CER}) \quad (7)$$

Para  $t \geq t_{FER}$  (DC):

$$y = a_1 + k_1 t_{CER} + k_2 (t_{FER} - t_{CER}) + k_3 (t - t_{FER}) \quad (8)$$

Onde:  $y$  é a massa acumulada e  $t$  é o tempo;  $a_1$  é o coeficiente linear da linha na etapa CER;  $k_1$ ,  $k_2$  e  $k_3$  são os coeficientes angulares das linhas nas etapas CER, FER e DC, respectivamente;  $t_{CER}$  é o tempo relativo ao primeiro intervalo, onde termina a etapa CER e inicia a etapa FER;  $t_{FER}$  é o ponto próximo à segunda quebra, onde a etapa FER termina e a etapa DC começa.

#### 4.2.4.3 Extração assistida por micro-ondas (EAM)

Foi utilizado um equipamento Monowave 200 (Anton Paar GmbH, Graz, Áustria) com 850 W de potência e pressão máxima de 2 MPa. A extração foi realizada a 60 °C com 20 mL de cada solvente (absoluto (99,9%), soluções de etanol 70 ou 30% (v/v)) misturado com 1 g de amostra em um frasco de borosilicato, que foi inserido no reator de micro-ondas. Os extratos foram filtrados com papel filme (Whatman®, Grau 42) para remoção dos sólidos. Em seguida, foram armazenados em freezer a -18 °C até o momento da análise. Os ensaios foram realizados em duplicata e os resultados de rendimento foram expressos como média  $\pm$  desvio padrão.

O tempo de processamento do EAM foi determinado considerando a cinética de extração da torta. Primeiramente, a cinética foi realizada com 1,0 g de amostra e etanol como solvente. A partir de T2, os tempos de coleta foram 1, 4, 7, 10, 15, 30, 45, 50 e 80 min. A partir do T3, os tempos de coleta foram 1, 4, 7, 10, 15, 30, 45 e 60 min. Esses tempos de coleta foram definidos de acordo com dados da literatura para EAM de compostos bioativos de Sacha inchi (Sanchez-Reinoso *et al.*, 2020). As curvas foram ajustadas pelo modelo Gompertz usando o software Origin Pro 2021, usando a Equação 9.

$$y = ae^{-e(-k(t-t_c))} \quad (9)$$

Onde  $y$  representa o rendimento (%) após  $t$  minutos do início da extração;  $ae$  representa a extração final (%) e  $t_c$  é o tempo em que ocorre o ponto de inflexão.

#### 4.2.4.4 Remoção de solventes de extratos

Após os procedimentos de extração, os extratos e solventes resultantes foram separados em rotaevaporador Fisatom 802 (São Paulo, Brasil) e secos em liofilizador Liotop L 101, Liotop (São Carlos, Brasil). Os extratos foram inertizados com nitrogênio por 1 min e armazenados em frasco âmbar a  $-18$  °C.

#### 4.2.4.5 Rendimento da extração

O rendimento global de extração ( $X_0$ ) foi calculado como percentual (%) de extrato seco em massa ( $m_{ext}$ ) em relação à massa total de matéria-prima ( $m_{mp}$ ) utilizada para extração, conforme a Equação 10.

$$X_0 = \frac{m_{ext}}{m_{mp}} \times 100 \quad (10)$$

#### 4.2.5 Análise dos extratos

#### 4.2.5.1 Fitoquímicos

Todos os métodos de fitoquímicos foram realizados em triplicata, a leituras as absorvâncias com o comprimento de onda correspondente aos métodos avaliados foram realizadas no espectrofotômetro leitor de microplacas (Spectramax Paradigm, Molecular Devices, San Jose, CA, EUA) e os resultados foram expressos com média  $\pm$  desvio padrão.

Os compostos fenólicos totais dos extratos foi estimado pelo método do azul da Prússia (PRICE; VAN SCOYOC; BUTLER, 1978) com modificações propostas por Margraf *et al.* (2015). Este método utiliza ferricianeto de potássio ( $K_3[Fe(CN)_6]$ ,  $0,5 \text{ mmol L}^{-1}$ ) e cloreto férrico hexahidratado ( $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ ,  $0,5 \text{ mmol L}^{-1}$ ) como agentes complexantes em meio ácido e  $100 \mu\text{L}$  de extratos diluídos em etanol (1:10, v/v). A absorvância foi registrada a  $725 \text{ nm}$  e os valores foram expressos em mg de equivalente em ácido gálico (GAE) por  $100 \text{ g}$  de amostra ( $\text{mg GAE } 100 \text{ g}^{-1}$ ).

Os compostos fenólicos totais (CFT) pelo método de Folin-Ciocalteu foram determinados de acordo com Singleton e Rossi (1965), onde a absorvância foi monitorada em  $725 \text{ nm}$ . Os resultados do ensaio em triplicado foram relatados como mg GAE  $100 \text{ g}^{-1}$  de amostra.

O conteúdo total de flavonoides foi determinado pelo método descrito por Herald, Gadgil e Tilley (2012). A leitura da absorvância foi realizada a  $510 \text{ nm}$ . Os resultados foram expressos em mg de equivalente de catequina (CE) por  $100 \text{ g}$  de amostra ( $\text{mg CE } 100 \text{ g}^{-1}$ ).

O conteúdo total de flavonóis nos extratos foi estimado conforme descrito por Yermakov, Arasimov e Yarosh (1987), adaptado para microplacas segundo Granato *et al.* (2016), e a absorvância foi registrada a  $440 \text{ nm}$ . Os resultados foram expressos em mg de equivalente de quercetina (QE) por  $100 \text{ g}$  de amostra ( $\text{mg QE } 100 \text{ g}^{-1}$ ).

O teor de taninos condensados foi estimado segundo Horszwald e Andlauer (2011) em extratos diluídos em etanol (1:10, v/v). A absorvância foi registrada a  $500 \text{ nm}$ . O teor de taninos condensados foi expresso em mg CE  $100 \text{ g}^{-1}$  de amostra.

O conteúdo de *orto*-difenois foi avaliado de acordo com Durán *et al.* (1991) tomando uma alíquota de  $50 \mu\text{L}$  de extratos diluídos em etanol (1:10, v/v) e misturados com  $200 \mu\text{L}$  de  $5 \text{ g } 100 \text{ mL}^{-1}$  de solução alcoólica sódica de molibdato de sódio dihidratado, após deixar reagir por  $25 \text{ min}$ . A absorvância foi registrada a  $370 \text{ nm}$  contra um branco (água ultrapura). Os resultados foram relatados como mg de equivalente de ácido em clorogênico (CGA) por  $100 \text{ g}$  de amostra ( $\text{mg CGA } 100 \text{ g}^{-1}$ ).

#### 4.2.5.2 Potencial antioxidante *in vitro*

Todos os métodos de potencial antioxidante foram realizados em triplicata, a leituras as absorbâncias com o comprimento de onda correspondente aos métodos avaliados foram realizadas no espectrofotômetro leitor de microplacas (Spectramax Paradigm, Molecular Devices, San Jose, CA, EUA) e os resultados foram expressos com média  $\pm$  desvio padrão.

O potencial antioxidante usando o sequestro do radical 2,2'-azinobis (ácido 3-etilbenzotiazolina-6-sulfônico) (ABTS) foi avaliado de acordo com Re *et al.* (1999), com modificações. Primeiramente, a solução do radical ABTS<sup>+</sup> foi preparada de acordo com as especificações do método. Em seguida, 20  $\mu$ L da amostra aquosa diluída (1:10, v/v) foram adicionados a 280  $\mu$ L da solução reagente ABTS<sup>+</sup> em uma microplaca. As amostras foram mantidas protegidas da luz a 25 °C por 30 minutos. Água ultrapura foi utilizada como amostra em branco (Ab). A leitura da absorbância foi realizada a 734 nm. Os resultados foram expressos em equivalentes de Trolox em mmol por 100 g de amostra (mmol TE 100 g<sup>-1</sup>).

A atividade de eliminação do radical DPPH foi avaliada de acordo com Brand-Williams, Cuvelier e Berset (1995). A absorbância foi registrada em 517 nm, e água ultrapura foi usada como branco. A potencial antioxidante, expressa como porcentagem de eliminação de DPPH (PA, %), foi calculada de acordo com a Equação 11:

$$PA = \left( 1 - \left( \frac{Abs_{sample}}{Abs_{blank}} \right) \times 100 \right) \quad (11)$$

A análise do potencial antioxidante redutor férrico (FRAP) foi realizada conforme descrito por Benzie e Strain (1996). A absorbância foi monitorada em 593 nm, e os resultados foram expressos em miligramas de equivalentes Trolox (TE) por 100 g de torta de amostra (mg TE 100 g<sup>-1</sup>).

O potencial antioxidante redutor do íon cúprico (CUPRAC) foi avaliado conforme descrito por Apak *et al.* (2008). Resumidamente, uma alíquota de 100  $\mu$ L de extrato diluído (1:10, v/v) foi misturada com 1 mL de solução de CuCl<sub>2</sub> (1,0  $\times$  10<sup>-2</sup> M), 1 mL de solução alcoólica de neocuproína (7,5  $\times$  10<sup>-3</sup> M), e 1 mL de solução tampão de NH<sub>4</sub>Ac (1M, pH 7,0) e 1 mL de água para completar o volume final de 4,1 mL. A absorbância deve ser registrada a 450 nm contra um branco (água ultrapura) após 30 min. Os resultados foram expressos em  $\mu$ mol Trolox equivalente (TE) por grama de torta de amostra (mmol TE 100 g<sup>-1</sup>).

O poder redutor total dos compostos hidrofílicos e lipofílicos (CRT) das amostras foi avaliado pelo método de Folin-Ciocalteu modificado por Berker *et al.* (2013). O reagente de Folin-Ciocalteu diluído em isobutanol (1:10, v/v) foi adicionado a uma alíquota da amostra diluída em acetona, seguido da adição de NaOH 0,1 mol L<sup>-1</sup> e água ultrapura. A absorbância foi registrada em 665 nm, e os valores foram expressos em mg de quercetina por 100 gramas de amostra (QE 100 g<sup>-1</sup>).

A inibição da peroxidação lipídica (IPL) pela gema de ovo foi avaliada segundo Margraf *et al.* (2016). A absorbância foi registrada em 532 nm. Uma amostra controle foi preparada usando água ultrapura ao invés dos extratos metanólicos. O resultado foi calculado de acordo com a Equação 12:

$$ILP (\%) = \frac{(Abs_{control} - Abs_{sample})}{Abs_{control}} \times 100 \quad (12)$$

#### 4.2.6 Análise estatística

Os dados foram expressos como média  $\pm$  desvio padrão, e as médias foram comparadas pelo teste t ou teste de Tukey com nível de significância de 5% usando o software Statistica 10.0 (StatSoft Inc., Tulsa, EUA). Os gráficos foram realizados usando o *software* OriginPro 2021 (OriginLab, Northampton, EUA).

## 4.3 RESULTADOS

### 4.3.1 Composição nutricional de tortas

A Tabela 1 apresenta os resultados obtidos para a composição centesimal de tortas parcialmente desengorduradas de castanha do gurguéia obtidas por prensa hidráulica (T1), ESC-CO<sub>2</sub> (T2) e Soxhlet com hexano (T3). A amostra T1 apresentou altos teores de carboidratos, proteínas e lipídeos (44, 27 e 22 g 100 g<sup>-1</sup>, respectivamente). carboidratos (36-45 g 100 g<sup>-1</sup>) e proteínas (31-35 g 100 g<sup>-1</sup>) devido à remoção de lipídios de T1 por ESC (amostra T2) ou por SOX (amostra T3) pode apresentar mais de 20% de lipídios (DEMOLINER *et al.*, 2018; SALVADOR *et al.*, 2016).

Tabela 4.1 – Composição nutricional (base úmida), carboidratos individuais e ácidos orgânicos em tortas de castanha do gurguéia obtidas por prensa hidráulica (T1), ESC-CO<sub>2</sub> (T2) e Soxhlet com hexano (T3).

Componente (g 100 g <sup>-1</sup> ) <sup>1</sup>	T1	T2	T3
Umidade	3,83 ± 0,03 <sup>c</sup>	10,08 ± 0,01 <sup>a</sup>	9,20 ± 0,01 <sup>b</sup>
Cinzas	3,02 ± 0,01 <sup>c</sup>	11,77 ± 0,02 <sup>a</sup>	10,80 ± 0,06 <sup>b</sup>
Proteínas <sup>2</sup>	26,86 ± 0,05 <sup>c</sup>	34,80 ± 0,61 <sup>a</sup>	31,50 ± 0,44 <sup>b</sup>
Lipídios	22,02 ± 0,88 <sup>c</sup>	5,82 ± 0,01 <sup>a</sup>	3,52 ± 0,42 <sup>b</sup>
Carboidratos totais <sup>3</sup>	44,27 ± 0,95 <sup>a</sup>	37,53 ± 0,60 <sup>b</sup>	44,98 ± 0,68 <sup>a</sup>
Valor energético (kcal 100 g <sup>-1</sup> ) <sup>4</sup>	482,68	341,70	337,60
<b>Carboidratos (mg 100 g<sup>-1</sup>)</b>			
Arabinose	nd	nd	nd
Celobiose	1507,88 ± 0,05 <sup>c</sup>	1710,73 ± 0,02 <sup>a</sup>	1688,85 ± 0,02 <sup>b</sup>
Frutose	103,31 ± 0,00 <sup>b</sup>	979,30 ± 0,01 <sup>a</sup>	420,16 ± 0,00 <sup>c</sup>
Glicose	nd	nd	nd
Sacarose	950,31 ± 0,01 <sup>c</sup>	1125,85 ± 0,01 <sup>b</sup>	1268,99 ± 0,01 <sup>a</sup>
Xilose	nd	nd	nd
<b>Ácidos orgânicos (mg 100 g<sup>-1</sup>)</b>			
Ácido ascórbico	264,56 ± 15,00 <sup>b</sup>	322,91 ± 26,37 <sup>a</sup>	280,69 ± 4,97 <sup>b</sup>
Ácido cítrico	67,98 ± 4,69 <sup>b</sup>	85,90 ± 4,15 <sup>a</sup>	42,80 ± 4,18 <sup>c</sup>
Ácido tartárico	1116,78 ± 5,86 <sup>a</sup>	1077,78 ± 41,45 <sup>a</sup>	1118,10 ± 8,23 <sup>a</sup>
Ácido málico	1131,50 ± 68,87 <sup>b</sup>	1399,37 ± 121,06 <sup>a</sup>	1205,56 ± 22,80 <sup>b</sup>

Letras diferentes entre linhas indicam grupos estatisticamente diferentes (Teste de Tukey,  $p < 0,05$ )

<sup>1</sup> Média ± desvio padrão de três réplicas, com resultados expressos em base úmida. <sup>2</sup> Fator de conversão 5.30. <sup>3</sup> Carboidratos totais calculados por diferença. <sup>4</sup> Calculado somando as porcentagens de proteína bruta (g 100 g<sup>-1</sup>) e carboidratos (g 100 g<sup>-1</sup>) multiplicadas pelo fator 4, e o conteúdo lipídico total (g 100 g<sup>-1</sup>) multiplicado pelo fator 9. nd: não detectado.

Celobiose, sacarose e frutose foram os principais carboidratos encontrados nas amostras de torta. T2 apresentou o maior teor de celobiose (1710,73 mg 100 g<sup>-1</sup>) e frutose (979,30 mg 100 g<sup>-1</sup>). Em contraste, T3 apresentou o maior teor de sacarose (1268,99 mg 100 g<sup>-1</sup>). A celobiose é um dissacarídeo composto por duas moléculas de glicose unidas por ligações do tipo  $\beta$ . Este polissacarídeo estrutural, incluindo castanhas e nozes, é o principal componente das paredes celulares das plantas. A sacarose, que é o principal açúcar relatado em castanhas como a castanha portuguesa, é um dissacarídeo formado por uma molécula de glicose e frutose (SUÁREZ *et al.*, 2012).

Srichamnong e Srzednicki (2015) estudaram cinco cultivares de macadâmia (A38, 246, 816, 842 e Dad) e relataram teores de sacarose variando de 23,00 a 50,00 mg g<sup>-1</sup>, glicose variando de 2,00 a 15,00 mg g<sup>-1</sup> e frutose variando de 2,60 a 7,00 mg g<sup>-1</sup>. Gündeşli (2020) mostrou para o grão de pistache que o teor de frutose (12,10 mg 100 g<sup>-1</sup>) foi maior do que glicose (5,48 mg 100 g<sup>-1</sup>) e sacarose (3,10 mg 100 g<sup>-1</sup>). Senter *et al.* (1994) estudaram diferentes espécies de *Castanea* que apresentavam principalmente frutose (100 a 600 mg 100 g<sup>-1</sup>), glicose (90 a 220 mg 100 g<sup>-1</sup>) e sacarose (1900-13400 mg 100 g<sup>-1</sup>). Suárez *et al.* (2012) relataram concentração de sacarose de 3110 e 9940 mg 100 g<sup>-1</sup> em castanhas das variedades Picuda e Mollar, respectivamente.

A amostra T2 teve o maior teor de ácido málico (1399,37 mg 100 g<sup>-1</sup>), ácido ascórbico (322,91 mg 100 g<sup>-1</sup>) e ácido cítrico (85,90 mg 100 g<sup>-1</sup>), indicando que o processo de extração sequencial usando ESC-CO<sub>2</sub> favorece a recuperação desses compostos. Por outro lado, o teor de ácido tartárico (1077-1118 mg 100 g<sup>-1</sup>) não diferiu significativamente ( $p < 0,05$ ) entre as amostras T1, T2 e T3, enquanto o ácido cítrico foi reduzido na T3 obtido por Soxhlet. Senter *et al.* (1994) relataram ácidos orgânicos málico (100 a 200 mg 100 g<sup>-1</sup>) e cítrico (40 a 2900 mg 100 g<sup>-1</sup>) para diferentes espécies de castanha portuguesa (*Castanea*). No entanto, o estudo de Suárez *et al.* (2012) com diferentes variedades de nozes mostrou ácido ascórbico (67400-88800 mg 100 g<sup>-1</sup>), ácido málico (41800-109600 mg 100 g<sup>-1</sup>), ácido cítrico (38300-113500 mg 100 g<sup>-1</sup>) e ácido tartárico (8500-48400 mg 100 g<sup>-1</sup>) como os principais compostos.

#### 4.3.2 Compostos fenólicos de castanha do gurguéia e das tortas

Os principais compostos fenólicos encontrados na torta de gurguéia foram catequina, ácido gálico e naringina (Tabela 4.2). A amostra T1 apresentou o maior teor de flavonoides como catequina (1,67 mg kg<sup>-1</sup>), kaempferol (0,85 mg kg<sup>-1</sup>) e miricetina (0,38 mg kg<sup>-1</sup>). Por

outro lado, as amostras T2 e T3 apresentaram maior teor de ácidos fenólicos do que a amostra T1, como ácido gálico (0,77-0,78 mg kg<sup>-1</sup>), ácido clorogênico (0,28,9-0,30 mg kg<sup>-1</sup>) e ácido elágico (0,24- 0,27 mg kg<sup>-1</sup>). Os teores de compostos fenólicos apresentaram diferenças significativas ( $p < 0,05$ ), provavelmente devido às extrações sequenciais realizadas. As condições escolhidas para extração para obtenção de T2 e T3 podem ter causado a quebra de ligações intermoleculares, expondo ácidos fenólicos (SHAHIDI *et al.*, 2019). Por outro lado, no entanto, alguns flavonóides como kaempferol, miricetina e rutina provavelmente foram danificados após os processos ESC e Soxhlet.

Tabela 4.2 – Compostos fenólicos da castanha do gurguéia *in natura* (CG) e tortas de castanha do gurguéia obtidas por prensa hidráulica (T1), ESC-CO<sub>2</sub> (T2) e Soxhlet com hexano (T3).

Compostos fenólicos (mg kg <sup>-1</sup> )		CGI	T1	T2	T3
Flavonoides	Catequina	2,77 ± 3,47 <sup>a</sup>	1,67 ± 12,30 <sup>b</sup>	1,15 ± 1,78 <sup>c</sup>	1,20 ± 1,26 <sup>c</sup>
	Kaemperol	0,87 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,85 ± 0,31 <sup>a</sup>	nd	nd
	Miricetina	0,36 ± 2,17 <sup>a</sup>	0,38 ± 0,03 <sup>a</sup>	0,37 ± 0,08 <sup>a</sup>	nd
	Naringina	nd	0,07 ± 0,11 <sup>a</sup>	0,06 ± 0,02 <sup>a</sup>	0,07 ± 0,07 <sup>a</sup>
	Rutina	nd	0,33 ± 0,71	nd	nd
Phenolic acids	Ácido caféico	nd	nd	nd	nd
	Ácido clorogênico	nd	nd	0,28 ± 0,08 <sup>a</sup>	0,30 ± 0,16 <sup>a</sup>
	Ácido elágico	nd	nd	0,27 ± 0,23 <sup>a</sup>	0,24 ± 0,11 <sup>a</sup>
	Ácido gálico	0,73 ± 0,25 <sup>a</sup>	0,77 ± 0,37 <sup>a</sup>	0,78 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,77 ± 0,19 <sup>a</sup>

Os dados são expressos como média ± desvio padrão ( $n = 2$ ). Letras iguais na mesma linha não apresentam diferença significativa (teste de Tukey e teste *t* de Student,  $p < 0,05$ ). nd, não detectado.

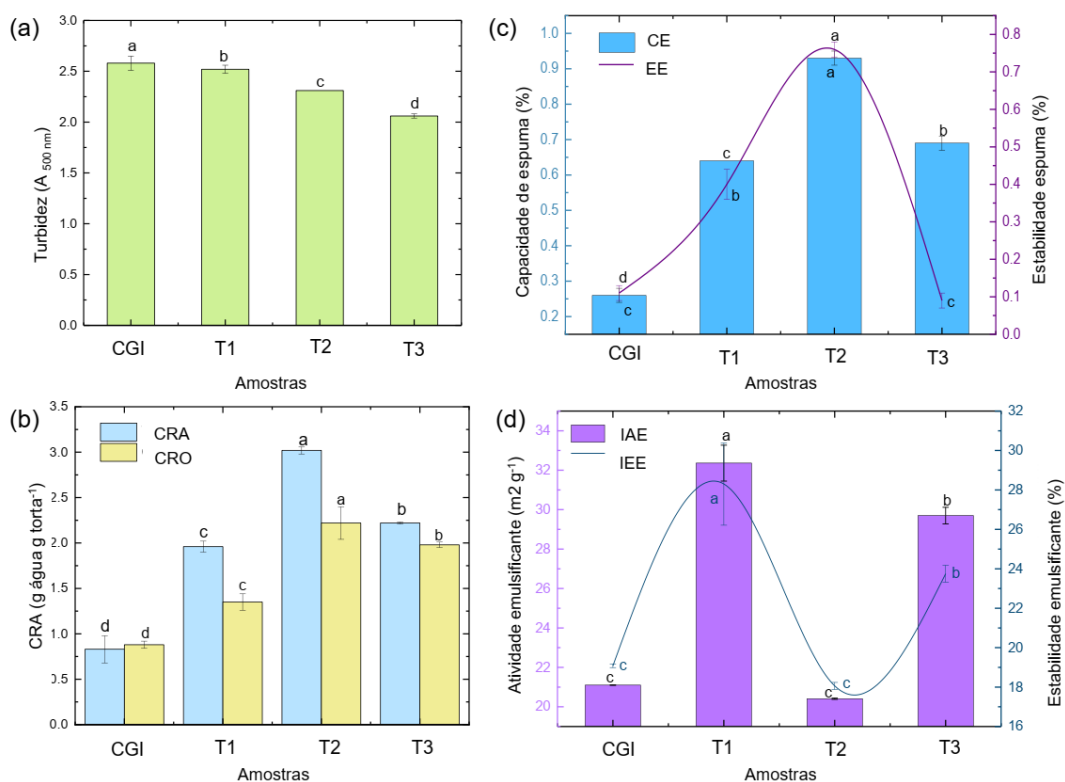
Flavonóides e ácidos fenólicos são os biocompostos mais comumente encontrados em castanhas e nozes, como castanha do Brasil, macadâmia, castanha de caju e nozes (CHANG *et al.*, 2016; POLMANN *et al.*, 2022). Ojeda-Amador *et al.* (2019) relataram que, para torta de pistache, possui conteúdos substanciais de flavonoides, como catequina (155 a 1580 mg kg<sup>-1</sup>), quercetina (1,6 a 3,9 mg kg<sup>-1</sup>), kaempferol (6,0 a 72,3 mg kg<sup>-1</sup>) e miricetina (42 a 98 mg kg<sup>-1</sup>). No estudo de Gomes e Torres (2016) com extratos de torta de castanha do Brasil, altos teores de catequina, ácido protocatecúico, ácido 2,4-dihidroxibenzoico, ácido *p*-hidroxibenzóico, ácido *p*-cumárico e ácido gálico e ácido sinápico (421, 207, 168, 151, 136 e 124 mg kg<sup>-1</sup>, respectivamente).

#### 4.3.3 Propriedades funcionais das tortas de castanha do gurguéia



A Figura 4.2a mostra que a turbidez da solução aquosa 1% (p/v) de castanha do gurguéia *in natura* (CGI) (2,58), T1 (2,25), T2 (2,31) e TC3 (2,06) foi significativamente diferente ( $p < 0,05$ ) entre as amostras. GI, que tem o maior teor de lipídios, apresentou a maior turbidez. Os compostos fenólicos, como os flavonoides, os ácidos fenólicos e o eugenol, são facilmente oxidados e podem sofrer lentamente reações de polimerização com proteínas e carboidratos, aumentando a turbidez da solução (RØDTJER; SKIBSTED; ANDERSEN, 2010).

Figura 4.2 – Turbidez de soluções aquosas a 1% (p/v) da castanha do gurguéia *in natura* (CGI) e tortas (T1, T2 e T3) medidas a 500 nm (a); capacidade de retenção de óleo (CRO) ou água (CRA), (b) capacidade formação de espuma (CE) e estabilidade da espuma (EE) (c), índice de atividade emulsificante (IAE) e índice de estabilidade da emulsão (IEE) (d). A barra de erro indica o desvio padrão ( $n=3$ ). Letras minúsculas indicam diferenças estatísticas ( $p < 0,05$ ).



Fonte: Autoria própria

A Figura 4.2b mostra a capacidade de retenção de água (CRA) e a capacidade de retenção de óleo (CRO) de amêndoas e tortas de castanha do gurguéia. Os valores de CRA e CRO variaram de 0,83 a 3,02 g g<sup>-1</sup> e de 0,88 a 2,22 g g<sup>-1</sup>, respectivamente. Como esperado, maior absorção tanto de água quanto de óleo foi observada nas amostras T2 e T3. Nestas

amostras, o menor teor de lipídios permite a exposição de muitos compostos hidrofílicos e lipofílicos que podem ligar mais água e óleo. Além disso, as amostras expostas a temperaturas mais altas tiveram maior capacidade de reter água e óleo, provavelmente devido à difusão de calor e desnaturação de proteínas, que expõem sítios de ligação adicionais (LING *et al.*, 2016b; TEIXEIRA *et al.*, 2018b). Por outro lado, os menores valores de CRA e CRO foram registrados para a CGI, que apresentou o maior teor de lipídeos. O mesmo efeito foi observado para as farinhas de castanhas e nozes integrais, (CRA entre 1,49 e 0,66 g g<sup>-1</sup>, e CRO entre 1,44 e 0,95 g g<sup>-1</sup>), e desengorduradas (CRA entre 2,45 e 1,58 g g<sup>-1</sup>, e CRO entre 3,40 e 1,61 g g<sup>-1</sup>) de farinhas de amêndoas, castanha do Brasil, caju, avelã, nozes, pistache, macadâmia e nozes (JOSHI; LIU; SATHE, 2015), essas matérias-primas têm um teor de lipídeos totais de 67,63 a 46,10%.

As tortas de castanha do gurguéia apresentaram baixos valores para capacidade de formação de espuma (CE) e estabilidade da espuma (EE), com diferenças significativas ( $p < 0,05$ ) entre as amostras avaliadas. A Figura 4.2c mostra que a amostra T2 apresentou a maior CE (0,93%), seguida por T3, T1 e CGI. O EE seguiu a mesma tendência, indicando T2 como a amostra com espuma mais estável (0,76%), em contraste com a amostra CGI com o menor valor de EE (0,11%). Os valores de CE e EE também podem estar associados ao conteúdo lipídico residual e à composição proteica, o que pode interferir na interação de proteínas hidrofílicas e diminuir a solubilidade do nitrogênio (LING *et al.*, 2016). Outros fatores que afetam o desenvolvimento da espuma são o pH e a exposição a altas temperaturas. Além disso, concentrações deficientes de frações de proteínas solúveis envolvidas nos fenômenos de formação de espuma podem resultar em CE e EE pequenos (OGUNWOLU *et al.*, 2009).

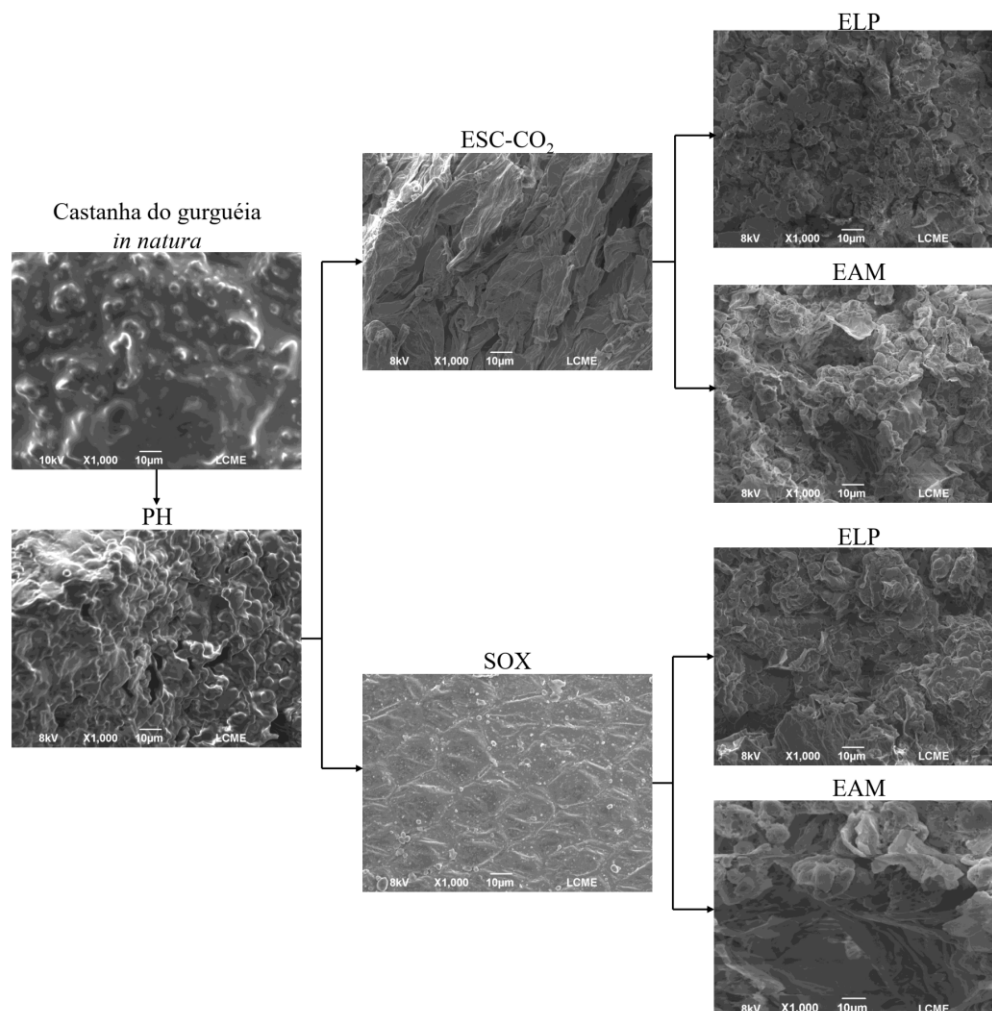
A Figura 4.2d mostra o índice de atividade emulsificante (IAE) e o índice de estabilidade da emulsão (IEE) e não revela nenhum padrão para as outras propriedades funcionais. A Figura 4.2d mostra a diferença estatística ( $p < 0,05$ ) para o índice de atividade emulsificante (IAE) e índice de estabilidade da emulsão (IEE). A entre as amostras, amostra T1 apresentou o maior IAE (32,40 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>) e IEE (28,30%), e a amostra T2 apresentou o menor IAE (20,42 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>) e IEE (18,06%), que foi estatisticamente igual ao CGI bruto (21,10 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> e 19,08%, respectivamente). Os resultados sugerem que o método de extração de óleo pode afetar tanto o IAE quanto o IEE. Após tratamento de alta pressão e alta temperatura, resultados semelhantes foram mostrados em emulsões de nozes, resultando em diminuição da capacidade e estabilidade da emulsão (QAMAR *et al.*, 2020). Teixeira *et al.* (2018) relataram IAE de aproximadamente 20 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, e IEE entre 5-60% para farinha desengordurada de castanha de sapucaia, demonstrando que o IAE foi diretamente influenciado pelo método de extração do

óleo. A capacidade de emulsificação e a estabilidade são propriedades importantes das proteínas alimentares. Fatores como tipo de proteína e conteúdo de proteína, concentração, pH, força iônica, temperatura e viscosidade do sistema afetam a capacidade emulsificante e a estabilidade (KHATTAB; ARNTFIELD, 2009). Além disso, as propriedades emulsificantes também podem ser afetadas pela combinação de proteínas, polissacarídeos e pelo conteúdo lipídico (CHEN *et al.*, 2016). Alguns componentes lipídicos, como monoacilgliceróis e diacilgliceróis, possuem propriedades tensoativas que auxiliam nas propriedades emulsificantes (MCCLEMENTS; WEISS; CORRADINI, 2015). Ramos e Bora (2005) relataram uma capacidade emulsificante de cerca de 11,79 a 63,33% e estabilidade de emulsão de 11,78 a 62,70% para a proteína da castanha do Brasil, cujos valores são altamente afetados pelo pH.

#### **4.3.4 Micrografia estrutural das tortas de castanha do gurguéia**

A Figura 4.3 mostra as micrografias das amostras de castanha do gurguéia antes e depois das extrações sequenciais. A imagem da castanha do gurguéia *in natura* (Figura 4.3a) apresenta uma estrutura compacta, sem porosidade, composta por pequenas estruturas globulares, que podem ser corpos lipídicos dentro da estrutura fibrilar da parede celular. Outras formas irregulares da castanha do gurguéia podem ser proteínas, carboidratos ou mesmo tecidos fibrosos (LING *et al.*, 2016; TEIXEIRA *et al.*, 2021). A amostra T1 (Figura 4.3b) possui estrutura granular com vazios devido à retenção de óleo após o processo de extração em prensa hidráulica. A amostra T2 (Figura 4.3c) apresentou principalmente tecidos de paredes finas e tecidos irregulares e escamosos. Por outro lado, a amostra T3 (Figura 4.3d) apresentou uma estrutura mais compacta, com minúsculos grânulos e cavidades que podem remeter à forma da parede celular vegetal.

Figura 4.3 – MEV da castanha do gurguéia *in natura* e das tortas obtidas prensagem hidráulica (PH), Soxhlet (SOX) com hexano, extração com CO<sub>2</sub> supercrítico (ESC-CO<sub>2</sub>), extração com líquido pressurizado (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM) observadas no aumento de 1000× e 10 μm.



Fonte: Autoria própria

Figura 4.3e e Figura 4.3f, respectivamente. Após a extração de T2 (Fig. 4.3e) e T3 (Fig. 4.3f) com ELP as amostras apresentaram maior porosidade, e a superfície torna-se solta e porosa, possibilitando o reconhecimento dos tecidos da parede celular vegetal. Esses resultados indicaram uma fragmentação das amostras após o tratamento com ELP.

As Figuras 4.3g e 4.3h mostram as imagens das amostras T2 e T3 após a extração com EAM. As amostras apresentaram uma estrutura irregular com aparência escamosa e cavidades aparentes. Nde *et al.* (2016) realizaram extração assistida por micro-ondas do óleo de carité (*Vitellaria paradoxa* Gaertn C.F.), onde as micrografias mostraram que a ruptura celular foi mais pronunciada na amostra EAM, o que explica a extração eficiente e rápida do óleo comparação método de Soxhlet.

A redução do tamanho de partícula e a exposição a metabólitos induzidas por processos de extração de óleo em diferentes matrizes vegetais têm sido relatadas. Além disso, pode alterar a difusividade, densidade e viscosidade e causar inativação enzimática nesses materiais (OSORIO-TOBÓN, 2020). A quebra dos núcleos celulares pode liberar metabólitos e converter a matéria-prima em produtos com tamanho de partícula reduzido e características melhoradas. Uma cadeia de reações pode ocorrer durante a extração usando ESC, ELP e EAM. Os mecanismos sequenciais são responsáveis por alterar a estrutura física da amostra, facilitando a recuperação de macro e micronutrientes (HU *et al.*, 2018b; KHADHRAOUI *et al.*, 2018; TEIXEIRA *et al.*, 2021).

As farinhas obtidas da moagem de tortas desengorduradas ou parcialmente desengorduradas podem ser utilizadas como fonte alternativa de proteína vegetal. Essas farinhas podem ser utilizadas como ingrediente para formular produtos de panificação (CHANNIAH *et al.*, 2019; MARCHETTI; CALIFANO; ANDRÉS, 2018), barras de cereais (DE CARVALHO, 2011), pastas de castanhas (*spreads*) (SHAKERARDEKANI *et al.*, 2013) e bebidas vegetais alternativas ao leite (AYDAR; TUTUNCU; OZCELIK, 2020) para dietas especiais, como intolerantes à lactose, alergias à proteína do leite e veganos.

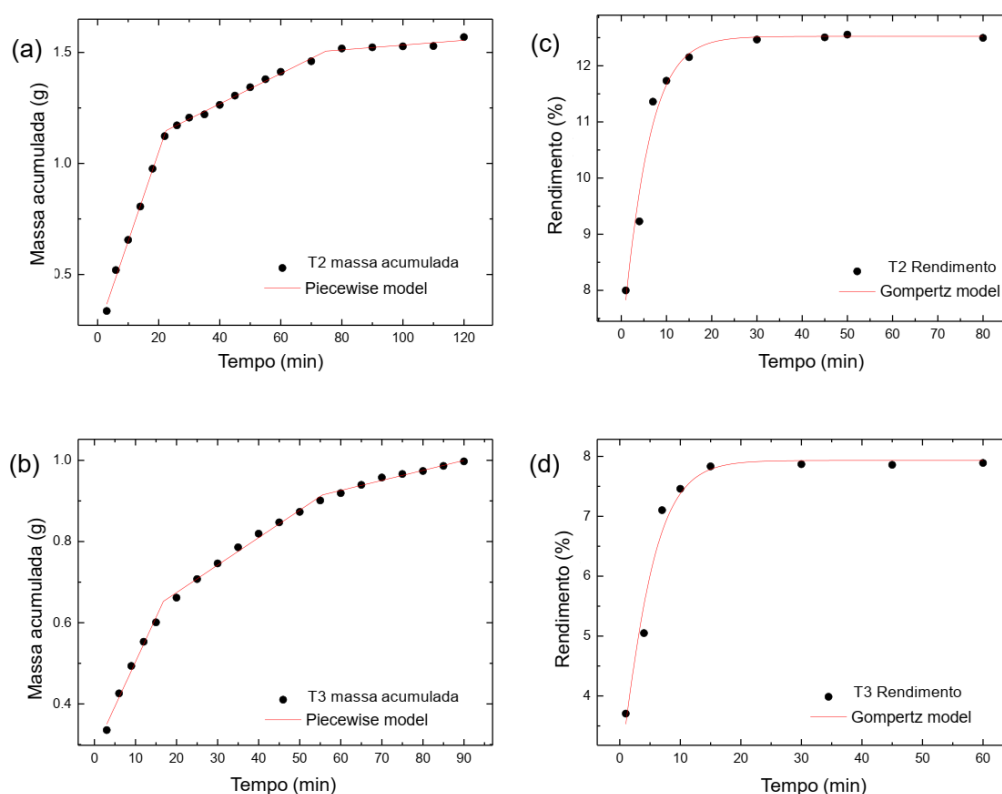
### 4.3.2 Extratos de torta de castanha do gurguéia obtidos por métodos limpos

#### 4.3.2.1 Cinética das extrações

A Figura 4.4a apresenta a curva cinética de extração da amostra T2 submetida ao ELP. Os parâmetros cinéticos pelo modelo Piecewise foram  $a_1 = 0,2453$  g;  $k_1 = 0,0403$  g min<sup>-1</sup>;  $t_{CER} = 22,3919$  min;  $k_2 = 0,0068$  g min<sup>-1</sup>;  $t_{FER} = 74,7872$  min;  $k_3 = 0,0011$  g min<sup>-1</sup>; e  $R^2 = 0,9982$ . A massa de extrato recuperado aumentou rapidamente dentro de 0 a 30 min, indicando uma rápida extração superficial de partículas na amostra T2, representando uma taxa de extração constante (CER). O estágio CER apresentado pelo modelo Piecewise foi de 22,39 min. Nesta etapa, o solvente recobre a superfície externa da partícula, ocorrendo um maior volume de extração. A queda da taxa de extração (FER) foi observada na segunda parte da curva (30 a 80 min), destacada pelo modelo Piecewise como 74,79 min. Durante o período FER, a disponibilidade do extrato na superfície da partícula diminui e a transferência de massa ocorre por convecção, combinada com o mecanismo de difusão, que é mais lento (GUINDANI *et al.*, 2016). A terceira parte da curva (80 a 120 min) representa o estágio de difusão controlada (DC). Nesta etapa final, a transferência de massa por difusão é muito baixa, ocorrendo nas partículas

mais internas da amostra. O tempo total de extração foi determinado em 76 min, de acordo com o tempo indicado pelo modelo de Piecewise ( $t_{FER} = 74,79$  min).

Figura 4.4 – A curva cinética para obtenção dos extratos da torta de gurguéia com extração líquida pressurizada (ELP), ajustada pelo modelo Piecewise: (a) T2, (b) T3; e para extração assistida por micro-ondas (EAM) ajustada pelo modelo de Gompertz: (c) T2, e (d) T3.



Fonte: Autoria própria

A Figura 4.4b mostra a curva de extração cinética para a amostra T3 submetida a ELP. Os parâmetros cinéticos pelo modelo Piecewise foram  $a_1 = 0,2845$  g;  $k_1 = 0,0219$  g min<sup>-1</sup>;  $t_{CER} = 16,7952$  min;  $k_2 = 0,0068$  g min<sup>-1</sup>;  $t_{FER} = 55,5745$  min;  $k_3 = 0,0025$  g min<sup>-1</sup>; e  $R^2 = 0,9978$ . Da mesma forma que T2, a massa de extrato recuperado aumentou rapidamente dentro de 0 a 20 min, destacando-se o estágio CER, que o modelo Piecewise indicou como 16,80 min. O FER foi observado entre 20 e 55 min, enquanto modelo Piecewise mostrou 55,57 min como a conclusão da etapa. A extração foi concluída quando DC foi observada entre 55 e 90 min. O tempo total de extração foi determinado em 56 min.

As Figuras 3c e 3d mostram a curva de extração cinética para as amostras T2 e T3 submetidas ao EAM, respectivamente. Os parâmetros cinéticos pelo modelo de Gompertz para T2 foram  $ae = 12,5245$  %,  $k = 0,2095$  e  $R^2 = 0,97$ . Por outro lado, os parâmetros cinéticos para

T3 foram  $ae = 7,9332 \%$ ,  $k = 0,2679$  e  $R^2 = 0,97$ . Os dados apresentados para o rendimento por EAM se ajustaram bem ao modelo de Gompertz, e a extração de 20 min foi determinada para as duas amostras de torta.

#### 4.3.2.2 Rendimento da extração

A Tabela 4.3 mostra os resultados dos rendimentos dos extratos obtidos pelas técnicas SOX, ELP e EAM utilizando etanol puro (99,9%) ou soluções hidroetanólicas 70 e 30% (v/v), cujos resultados diferiram estatisticamente ( $p < 0,05$ ) de 7,82 a 39,98%. Os maiores rendimentos foram observados nas amostras E5 (39,98%) e E6 (35,60%) obtidas por ELP com etanol 70%, enquanto os menores rendimentos foram verificados nas amostras E9 e E10 (7,82 e 9,24%, respectivamente) obtidas por EAM com etanol puro. Esses dados indicaram que o rendimento é afetado pelo método de extração, solvente e conteúdo lipídico residual. Assim, o ELP apresentou maior eficiência na obtenção de extratos da torta de noz gurguéia comparado ao método de EAM. No ELP, as condições de temperatura e pressão aplicadas aumentaram a capacidade do etanol ou das soluções hidroetanólicas em solvatar compostos de polaridade intermediária, aumentando o rendimento global da extração. Além disso, expor a matéria-prima a altas temperaturas pode aumentar a taxa de difusão e a cinética de desorção (FERRO *et al.*, 2019; MARCUS, 2018).

Tabela 4.3 – Rendimentos de extração de extratos de torta de castanha do gurguéia obtidos por Soxhlet (SOX), extração por líquido pressurizado (ELP) e extração assistida por micro-ondas (EAM).

Métodos	Solventes	Amostra de torta	Extratos	Rendimento (%)
SOX	Etanol (99,9%)	T2	E1	$17,21 \pm 0,23^d$
		T3	E2	$20,85 \pm 0,56^e$
ELP	Etanol (99,9%)	T2	E3	$15,55 \pm 0,62^f$
		T3	E4	$29,49 \pm 0,32^c$
	Etanol (70%)	T2	E5	$39,98 \pm 0,29^a$
		T3	E6	$35,60 \pm 0,33^b$
	Etanol (30%)	T2	E7	$20,46 \pm 0,21^e$
		T3	E8	$27,48 \pm 0,15^d$
EAM	Etanol (99,9%)	T2	E9	$7,82 \pm 0,18^h$
		T3	E10	$9,24 \pm 0,03^g$
	Etanol (70%)	T2	E11	$23,68 \pm 0,07^c$
		T3	E12	$21,34 \pm 0,86^d$
	Etanol (30%)	T2	E13	$20,19 \pm 0,50^c$
		T3	E14	$18,96 \pm 0,02^f$

Os dados são expressos como média  $\pm$  desvio padrão ( $n=2$ ). Letras diferentes entre coluna indicam grupos estatisticamente diferentes (Teste de Tukey,  $p < 0,05$ ).

#### 4.3.2.3 Fitoquímicos e potencial antioxidante

A Tabela 4.4 mostra os resultados para compostos fenólicos totais (Azul da Prússia (AP) e compostos fenólicos totais por Folin-Ciocalteu (CFT)), flavonóides, flavonóis, ortodifenóis (ODP) e taninos condensados (CT) para extratos obtidos de T2 e T3 usando SOX, ELP e EAM. O extrato obtido por ELP com etanol 30% (E7) apresentou concentração de CFT (4624,74 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>), flavonoides (418,36 mg CE 100 g<sup>-1</sup>), flavonóis (150,35 mg QE 100 g<sup>-1</sup>) e ODP (381,91 mg CGA 100 g<sup>-1</sup>) significativamente ( $p < 0,05$ ) maior quando comparado com os demais extratos. Os maiores teores de fenólicos por AP (810,79 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>) e TC (515,03 mg CE 100 g<sup>-1</sup>) foram observados para o extrato E5, obtido por PLE com etanol 70%. Os extratos E7 e E5 foram obtidos de T2 usando Estes resultados concordam com o maior teor de flavonoides e ácidos fenólicos observados para T2 (Tabela 4.2).

A amostra T2 apresentou maior teor de fitoquímicos que a amostra T3, possivelmente por ter vindo do processo de extração com CO<sub>2</sub> supercrítico, onde não foi operada em alta temperatura como ocorreu no processo de extração Soxhlet. Extratos obtidos por ELP da torta de extração com fluido supercrítico apresentaram maior teor de compostos fenólicos quando comparados ao método Soxhlet (BODOIRA; MAESTRI, 2020; PAES *et al.*, 2014). Teixeira *et al.* (2021) relataram a eficiência do ELP na recuperação de extratos com alto teor de fenólicos totais (53,66 a 350,29 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>) da torta de munguba. Bodoira *et al.* (2019) indicaram que em extratos obtidos de amêndoa de pistache desengordurada por ELP (220°C) com água:etanol (50:50, v/v) apresentou TPC de 348,0 mg GAE 100 g<sup>-1</sup>.

O etanol e a água apresentaram o melhor desempenho como solvente nos métodos avaliados. Bodoira e Maestri (2020) relataram em uma revisão sobre compostos fenólicos de nozes, onde indicaram que os solventes que apresentaram os maiores rendimentos de extração de compostos fenólicos foram utilizando água e etanol (30:70, v/v) para amêndoa (86,4 mg de QE g<sup>-1</sup>), amendoim (164,8 mg g<sup>-1</sup>), castanha do Brasil (3,77 mg GAE g<sup>-1</sup>).

Os resultados do método de Folin-Ciocalteu e do método do Azul da Prússia para determinação de compostos fenólicos totais apresentaram grande variação entre as amostras de torta de castanha gurguéia. No entanto, Bodoira e Maestri (2020) relataram que o método Folin-Ciocalteu é usado mundialmente para estimar o conteúdo fenólico total em vários extratos vegetais, pois a determinação em nozes varia muito. Independentemente de vários fatores de



variabilidade, incluindo fatores genéticos, ambientais e agronômicos que podem afetar os compostos fenólicos totais, há um bom consenso de que nozes, pistache e noz pecã têm os valores mais altos. Avelãs, amêndoas, castanha do Pará e macadâmias apresentam valores de CFT significativamente mais baixos (8,35, 4,18, 3,10 e 1,56 mg de GAE g<sup>-1</sup>, respectivamente) (BODOIRA; MAESTRI, 2020; MAESTRI *et al.*, 2020). Em nozes pecã cultivadas na China, Jia *et al.* (2018) encontraram CFT (até 29,5 mg GAE g<sup>-1</sup>), mas em contraste, De La Rosa, Alvarez-Parrilla e Shahidi (2011) relatam valores significativamente mais baixos (11, 7-12,5 mg GAE g<sup>-1</sup>) em nozes pecã mexicanas.

Tabela 4.4 – Compostos fenólicos totais pelos métodos do Azul da Prússia (AP) ou Folin-Ciocalteu (CFT), flavonoides, flavonóis, *orto*-difenóis (ODF) e taninos condensados (TC) em extratos de torta de castanha do gurguéia.

Métodos	Solventes	Amostra de torta	Extratos	AP (mg GAE 100 g <sup>-1</sup> )	CFT (mg GAE 100 g <sup>-1</sup> )	Flavonoides (mg CE 100 g <sup>-1</sup> )	Flavonóis (mg QE 100 g <sup>-1</sup> )	ODP (mg CGA 100 g <sup>-1</sup> )	TC (mg CE 100 g <sup>-1</sup> )
SOX	Etanol (99,9%)	T2	E1	517,72 ± 0,01 <sup>g</sup>	388,28 ± 0,00 <sup>j</sup>	137,41 ± 0,01 <sup>g</sup>	22,98 ± 0,02 <sup>i</sup>	61,82 ± 0,07 <sup>h</sup>	244,50 ± 0,02 <sup>f</sup>
		T3	E2	609,80 ± 0,02 <sup>c</sup>	659,11 ± 0,01 <sup>i</sup>	130,91 ± 0,01 <sup>h</sup>	17,30 ± 0,03 <sup>j</sup>	46,16 ± 0,01 <sup>j</sup>	193,83 ± 0,01 <sup>h</sup>
ELP	Etanol (99,9%)	T2	E3	674,49 ± 0,09 <sup>d</sup>	1327,34 ± 0,03 <sup>g</sup>	221,22 ± 0,01 <sup>e</sup>	54,50 ± 0,02 <sup>d</sup>	151,87 ± 0,00 <sup>e</sup>	227,33 ± 0,05 <sup>g</sup>
		T3	E4	639,83 ± 0,14 <sup>d</sup>	1161,72 ± 0,00 <sup>h</sup>	209,16 ± 0,01 <sup>f</sup>	42,41 ± 0,00 <sup>e</sup>	96,89 ± 0,03 <sup>f</sup>	74,83 ± 0,02 <sup>k</sup>
	Etanol (70%)	T2	E5	810,79 ± 0,03 <sup>a</sup>	3964,84 ± 0,57 <sup>b</sup>	391,69 ± 0,04 <sup>b</sup>	114,40 ± 0,03 <sup>b</sup>	262,46 ± 0,01 <sup>c</sup>	515,03 ± 0,06 <sup>a</sup>
		T3	E6	782,41 ± 0,04 <sup>a</sup>	3834,11 ± 0,50 <sup>b</sup>	303,28 ± 0,02 <sup>c</sup>	79,61 ± 0,03 <sup>c</sup>	198,44 ± 0,12 <sup>d</sup>	398,67 ± 0,00 <sup>c</sup>
	Etanol (30%)	T2	E7	708,81 ± 0,05 <sup>c</sup>	4624,74 ± 0,04 <sup>a</sup>	418,36 ± 0,08 <sup>a</sup>	150,35 ± 0,02 <sup>a</sup>	381,91 ± 0,04 <sup>a</sup>	458,50 ± 0,01 <sup>b</sup>
		T3	E8	747,43 ± 0,04 <sup>b</sup>	3916,93 ± 0,55 <sup>b</sup>	391,06 ± 0,06 <sup>b</sup>	81,42 ± 0,05 <sup>c</sup>	292,55 ± 0,12 <sup>b</sup>	397,83 ± 0,02 <sup>c</sup>
EAM	Etanol (99,9%)	T2	E9	544,06 ± 0,00 <sup>f</sup>	2657,55 ± 0,05 <sup>d</sup>	207,70 ± 0,00 <sup>f</sup>	31,37 ± 0,02 <sup>h</sup>	62,31 ± 0,04 <sup>h</sup>	136,67 ± 0,01 <sup>j</sup>
		T3	E10	233,83 ± 0,00 <sup>j</sup>	1311,20 ± 0,02 <sup>g</sup>	314,84 ± 0,00 <sup>c</sup>	23,22 ± 0,01 <sup>i</sup>	56,14 ± 0,00 <sup>i</sup>	145,83 ± 0,02 <sup>j</sup>
	Etanol (70%)	T2	E11	552,31 ± 0,00 <sup>f</sup>	2149,74 ± 0,05 <sup>f</sup>	277,54 ± 0,05 <sup>d</sup>	34,56 ± 0,05 <sup>f</sup>	42,67 ± 0,05 <sup>k</sup>	334,17 ± 0,00 <sup>d</sup>
		T3	E12	98,51 ± 0,02 <sup>k</sup>	2540,36 ± 0,01 <sup>c</sup>	202,14 ± 0,01 <sup>f</sup>	34,07 ± 0,15 <sup>f</sup>	26,92 ± 0,01 <sup>l</sup>	315,83 ± 0,00 <sup>e</sup>
	Etanol (30%)	T2	E13	504,46 ± 0,00 <sup>h</sup>	3113,28 ± 0,05 <sup>c</sup>	200,56 ± 0,00 <sup>f</sup>	32,79 ± 0,00 <sup>g</sup>	81,48 ± 0,01 <sup>g</sup>	194,17 ± 0,03 <sup>h</sup>
		T3	E14	373,23 ± 0,13 <sup>i</sup>	2730,47 ± 0,03 <sup>d</sup>	211,67 ± 0,00 <sup>e</sup>	11,34 ± 0,01 <sup>k</sup>	22,12 ± 0,00 <sup>m</sup>	177,50 ± 0,01 <sup>i</sup>

Os dados são expressos como média ± desvio padrão ( $n = 3$ ). Letras diferentes entre colunas, para o mesmo método, indicam grupos estatisticamente diferentes (Teste de Tukey,  $p < 0,05$ )

A Tabela 4.5 apresenta os resultados do potencial antioxidante (ABTS, DPPH, TRC, CUPRAC e FRAP) obtidos para os extratos da torta de castanha do gurguéia. O extrato E5, obtido por ELP com etanol 70%, apresentou potencial antioxidante significativamente ( $p < 0,05$ ) maior para ABTS (1319,08 mmol TE 100 g<sup>-1</sup>), TRC (1064,00 mg QE 100 g<sup>-1</sup>) e CUPRAC (70,38 mmol TE 100 g<sup>-1</sup>) do que os demais extratos. Os extratos E6 e E8 apresentaram os maiores valores para DPPH (81,40%) e FRAP (368,36 mg TE 100 g<sup>-1</sup>), respectivamente. Além disso, as amostras E5 e E7 exibiram mais de 75% de IPL. Esses dados indicam que os extratos à base de etanol 30 e 70% obtidos por ELP apresentam o maior potencial antioxidante para as amostras T2 e T3.

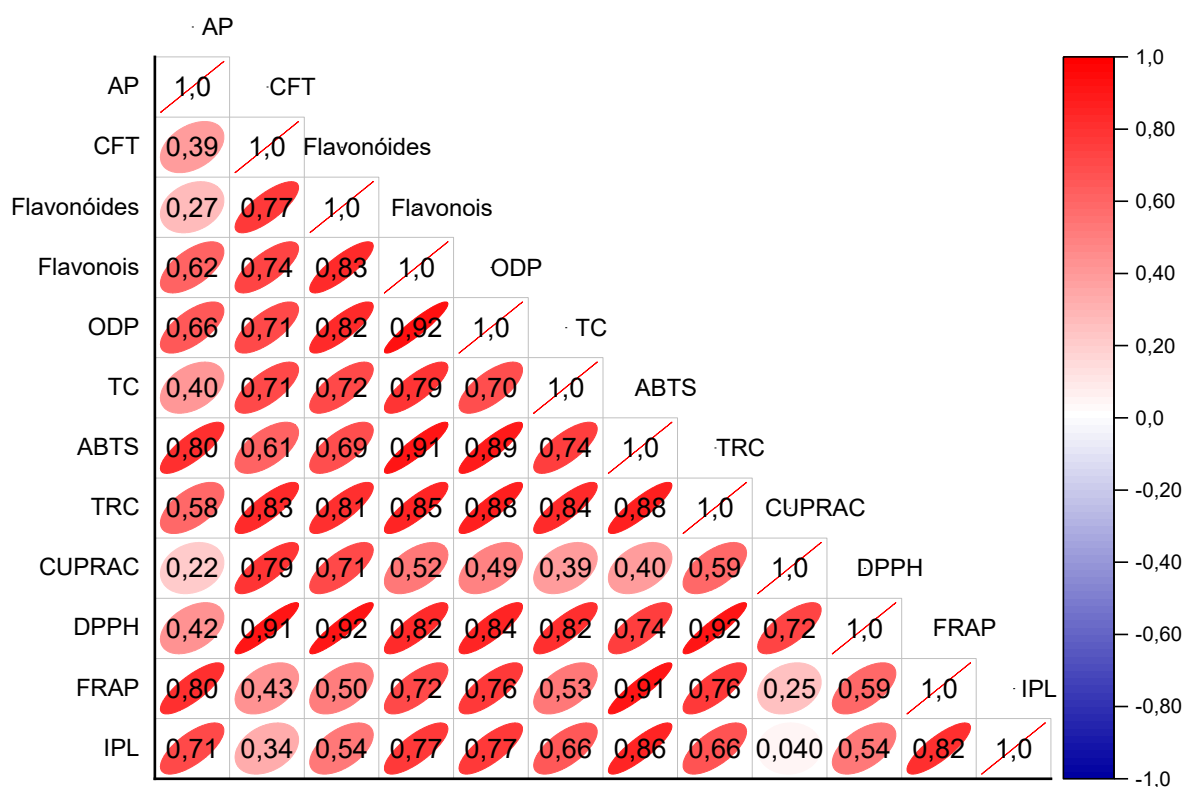
Tabela 4.5 – Potencial antioxidante medido com ABTS, capacidade redutora total (CRT), CUPRAC, DPPH, FRAP e inibição da peroxidação lipídica (IPL) para extratos de torta de castanha do gurguéia.

Métodos	Solventes	Amostras de torta	Extratos	ABTS (mmol TE 100 g <sup>-1</sup> )	DPPH (%)	FRAP (mg TE 100 g <sup>-1</sup> )	CUPRAC (mmol TE 100 g <sup>-1</sup> )	CRT (mg QE 100 g <sup>-1</sup> )	IPL (%)
SOX	Etanol (99.9%)	T2	E1	533,07 ± 0,01 <sup>i</sup>	11,31 ± 0,00 <sup>k</sup>	144,69 ± 0,00 <sup>g</sup>	16,92 ± 0,01 <sup>i</sup>	112,33 ± 0,00 <sup>h</sup>	66,04 ± 1,90 <sup>d</sup>
		T3	E2	723,25 ± 0,02 <sup>g</sup>	12,49 ± 0,02 <sup>j</sup>	139,05 ± 0,06 <sup>h</sup>	12,12 ± 0,01 <sup>b</sup>	83,17 ± 0,03 <sup>i</sup>	64,75 ± 0,12 <sup>c</sup>
ELP	Etanol (99.9%)	T2	E3	849,81 ± 0,02 <sup>f</sup>	23,21 ± 0,01 <sup>i</sup>	238,85 ± 0,02 <sup>e</sup>	56,96 ± 0,01 <sup>f</sup>	395,67 ± 0,05 <sup>f</sup>	59,63 ± 0,52 <sup>f</sup>
		T3	E4	843,32 ± 0,03 <sup>f</sup>	27,93 ± 0,07 <sup>h</sup>	221,79 ± 0,39 <sup>f</sup>	51,31 ± 0,06 <sup>g</sup>	174,00 ± 0,03 <sup>b</sup>	59,29 ± 1,32 <sup>f</sup>
	Etanol (70%)	T2	E5	1319,08 ± 0,00 <sup>a</sup>	72,53 ± 0,05 <sup>c</sup>	307,09 ± 0,00 <sup>b</sup>	70,38 ± 0,01 <sup>a</sup>	1064,00 ± 0,04 <sup>a</sup>	75,08 ± 0,56 <sup>a</sup>
		T3	E6	1211,34 ± 0,01 <sup>c</sup>	63,84 ± 0,02 <sup>d</sup>	368,36 ± 0,45 <sup>a</sup>	68,48 ± 0,05 <sup>c</sup>	930,67 ± 0,06 <sup>b</sup>	69,74 ± 0,05 <sup>c</sup>
	Etanol (30%)	T2	E7	1264,80 ± 0,01 <sup>b</sup>	74,18 ± 0,09 <sup>b</sup>	253,07 ± 0,00 <sup>d</sup>	69,21 ± 0,03 <sup>b</sup>	919,00 ± 0,06 <sup>c</sup>	75,60 ± 0,20 <sup>a</sup>
		T3	E8	1045,18 ± 0,03 <sup>d</sup>	81,35 ± 0,03 <sup>a</sup>	260,28 ± 0,09 <sup>c</sup>	69,69 ± 0,01 <sup>b</sup>	866,50 ± 0,04 <sup>d</sup>	71,42 ± 0,05 <sup>b</sup>
EAM	Etanol (99.9%)	T2	E9	575,40 ± 0,02 <sup>i</sup>	31,48 ± 0,18 <sup>a</sup>	138,87 ± 0,02 <sup>h</sup>	61,02 ± 0,04 <sup>d</sup>	132,50 ± 0,03 <sup>h</sup>	59,89 ± 1,65 <sup>f</sup>
		T3	E10	442,35 ± 0,01 <sup>b</sup>	31,01 ± 0,04 <sup>a</sup>	38,14 ± 0,00 <sup>l</sup>	59,88 ± 0,02 <sup>e</sup>	70,00 ± 0,01 <sup>j</sup>	52,57 ± 0,91 <sup>h</sup>
	Etanol (70%)	T2	E11	523,48 ± 0,02 <sup>i</sup>	41,69 ± 0,02 <sup>e</sup>	75,39 ± 0,01 <sup>i</sup>	49,74 ± 0,04 <sup>h</sup>	357,50 ± 0,02 <sup>f</sup>	53,99 ± 0,01 <sup>g</sup>
		T3	E12	614,35 ± 0,05 <sup>h</sup>	31,56 ± 0,02 <sup>g</sup>	26,13 ± 0,01 <sup>m</sup>	67,61 ± 0,02 <sup>c</sup>	299,17 ± 0,02 <sup>g</sup>	52,92 ± 0,65 <sup>h</sup>
	Etanol (30%)	T2	E13	435,86 ± 0,01 <sup>j</sup>	40,51 ± 0,02 <sup>f</sup>	67,30 ± 0,01 <sup>j</sup>	60,08 ± 0,01 <sup>d</sup>	424,17 ± 0,03 <sup>c</sup>	41,73 ± 0,79 <sup>j</sup>
		T3	E14	442,35 ± 0,00 <sup>j</sup>	30,48 ± 0,01 <sup>g</sup>	43,04 ± 0,00 <sup>k</sup>	57,63 ± 0,04 <sup>f</sup>	78,33 ± 0,01 <sup>k</sup>	47,28 ± 0,98 <sup>i</sup>

Os dados são expressos como média ± desvio padrão ( $n = 3$ ). Letras diferentes entre colunas, para o mesmo método, indicam grupos estatisticamente diferentes (Teste de Tukey,  $p < 0,05$ ).

O correlograma da Figura 4.5 mostra o coeficiente de Person ( $r$ ) entre a relação entre fitoquímicos (CFT, AP, ODP, flavonóides, flavonóis e TC) e o potencial antioxidante (ABTS, CRT, CUPRAC, DPPH, FRAP e IPL). Todas as variáveis apresentaram correlações positivas. O coeficiente de Pearson ( $r$ ) confirmou correlações fortes e positivas ( $r > 0,70$ ) para interações entre CFT  $\times$  DPPH ( $r = 0,91$ ), CFT  $\times$  CRT ( $r = 0,83$ ), CFT  $\times$  CUPRAC ( $r = 0,79$ ), CFT  $\times$  flavonóides ( $r = 0,77$ ), CFT  $\times$  flavonóis ( $r = 0,74$ ), CFT  $\times$  ODP ( $r = 0,71$ ) e CFT  $\times$  CT ( $r = 0,71$ ).

Figura 4.5 – Correlograma mostrando a relação entre fitoquímicos e potencial antioxidante de extratos de tortas de castanha do gurguéia do coeficiente de Pearson ( $r$ ).



Fonte: Autoria própria

A ELP mostrou ser um excelente método para recuperar compostos bioativos de tortas de castanha do gurguéia devido à pressão e temperatura empregadas, ajudando a aumentar a difusão desses compostos no solvente e facilitando sua liberação da matriz (OSORIO-TOBÓN, 2020). Além disso, esse processo que impede a degradação pode retardar a degradação por processos oxidativos (WIANOWSKA; GIL, 2019). Além disso, a temperatura do ELP (60 °C) provavelmente pode aumentar a recuperação de antioxidantes da amostra ou hidrolisar novos

compostos com características antioxidantes. Da mesma forma, o tratamento térmico pode induzir a formação de novas substâncias bioativas (PLAZA *et al.*, 2010).

#### 4.4 CONCLUSÕES

Este estudo apresenta um relato inédito sobre o potencial de uso sustentável de tortas de castanha do gurguéia parcialmente desengorduradas. As tortas de castanha do gurguéia demonstraram ser coprodutos ricos nutricionalmente, em compostos bioativos e em propriedades funcionais. A amostra T2 se destacou pelo teor de proteínas, carboidratos, ácidos orgânicos, compostos fenólicos, capacidade de retenção de óleo e água e capacidade de formação de espuma em relação aos demais bolos. Os extratos obtidos da amostra T2 por ELP apresentaram maiores rendimentos e maiores teores de compostos fenólicos totais, flavonoides, flavonoides, *orto*-difenois e potencial antioxidante. Desta forma, ELP mostrou-se o método mais adequado para obtenção e preservação dos compostos nutricionais e bioativos dos extratos da torta de gurguéia em comparação com os outros métodos de extração avaliados (SOX e EAM). Esses resultados corroboram a literatura, mostrando o alto potencial das tortas de castanha do gurguéia, valorizando uma castanha não convencional e incentivando a aplicação desses coprodutos como ingredientes nas indústrias cosmética, farmacêutica e alimentícia.

## 4.5 REFERÊNCIAS

- AFSHIN, A. *et al.* Consumption of nuts and legumes and risk of incident ischemic heart disease, stroke, and diabetes: A systematic review and meta-analysis. **American Journal of Clinical Nutrition**, v. 100, n. 1, p. 278–288, 2014.
- ALASALVAR, C.; BOLLING, B. W. Review of nut phytochemicals, fat-soluble bioactives, antioxidant components and health effects. **British Journal of Nutrition**, v. 113, n. S2, p. S68–S78, 2015.
- ALVES, J. DOS S. *et al.* Use of compressed fluids in the recovery of pecan nut cake oil: Influence of extraction conditions on yield and extract quality. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 161, p. 104820, jul. 2020.
- AOAC - ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis of the AOAC**. 18th. Ed. AOAC, Arlington, VA, 2005.
- APAK, R. *et al.* Mechanism of antioxidant capacity assays and the CUPRAC (cupric ion reducing antioxidant capacity) assay. **Microchimica Acta**, v. 160, n. 4, p. 413–419, 2008.
- ARON, P. M.; KENNEDY, J. A. Flavan-3-ols: Nature, occurrence and biological activity. **Molecular Nutrition and Food Research**, v. 52, n. 1, p. 79–104, 2008.
- AYDAR, E. F.; TUTUNCU, S.; OZCELIK, B. Plant-based milk substitutes: Bioactive compounds, conventional and novel processes, bioavailability studies, and health effects. **Journal of Functional Foods**, v. 70, p. 103975, 2020.
- BENZIE, I. F. F.; STRAIN, J. J. The Ferric Reducing Ability of Plasma (FRAP) as a Measure of “Antioxidant Power”: The FRAP Assay. **Analytical Biochemistry**, v. 73, p. 366–369, 1996.
- BERKER, K. I. *et al.* Modified Folin-Ciocalteu antioxidant capacity assay for measuring lipophilic antioxidants. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 61, n. 20, p. 4783–4791, 2013.
- BODOIRA, R.; MAESTRI, D. Phenolic Compounds from Nuts: Extraction, Chemical Profiles, and Bioactivity. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 68, n. 4, p. 927–942, 2020.
- BOLLING, B. W. *et al.* Tree nut phytochemicals: Composition, antioxidant capacity, bioactivity, impact factors. A systematic review of almonds, Brazils, cashews, hazelnuts, macadamias, pecans, pine nuts, pistachios and walnuts. **Nutrition Research Reviews**, v. 24, n. 2, p. 244–275, 2011.
- BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **LWT - Food Science and Technology**, v. 28, n. 1, p. 25–30, 1995.
- CARVALHO, M. G. *et al.* Avaliação dos parâmetros físicos e nutricionais de amêndoas de sapucaia and castanha-do-gurguéia Material e métodos. **Revista Ciência Agrônômica**, v. 39, p. 517–523, 2008.



CAVALCANTE, Í. H. L. *et al.* Gurguéia nut: a new and potential fruit crop. **Comunicata Scientiae**, v. 6, n. 1, p. 1–9, 2015.

CHANG, S. K. *et al.* Nuts and their co-products: The impact of processing (roasting) on phenolics, bioavailability, and health benefits - A comprehensive review. **Journal of Functional Foods**, v. 26, p. 88–122, 2016.

CHANNIAIAH, L. H. *et al.* Validation of a nut muffin baking process and thermal resistance characterization of a 7-serovar *Salmonella* inoculum in batter when introduced via flour or walnuts. **International Journal of Food Microbiology**, v. 294, p. 27–30, 2019.

CHEN, H. *et al.* New insights into the functionality of protein to the emulsifying properties of sugar beet pectin. **Food Hydrocolloids**, v. 57, p. 262–270, 2016.

DA SILVA-ARAÚJO, F. D.; DE MOURA, C. V. R.; CHAVES, M. H. Biodiesel metílico de *Dipteryx lacunifera*: Preparação, caracterização e efeito de antioxidantes na estabilidade à oxidação. **Química Nova**, v. 33, n. 8, p. 1671–1676, 2010.

DE CARVALHO, M. G. Formulation and Sensory Acceptance of Cereal-Bars Made with Almonds of chichá, sapucaia and gurguéia Nuts. **The Open Food Science Journal**, v. 5, n. 1, p. 26–30, 2011.

DE ZORDI, N. *et al.* The Supercritical carbon dioxide extraction of  $\Omega$ -3,  $\Omega$ -6 lipids and B-sitosterol from Italian walnuts: a central composite design approach. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 127, p. 223–228, 2017.

DEMOLINER, F. *et al.* Sapucaia nut (*Lecythis pisonis* Cambess) and its by-products: A promising and underutilized source of bioactive compounds. Part I: Nutritional composition and lipid profile. *Food Research International*, v. 108, p. 27–34, 2018.

DURÁN, M. R. *et al.* Biodegradación de los compuestos fenólicos presentes en el alpechín. **Grasas y Aceites**, v. 42, n. 4, p. 271–276, ago. 1991.

ESCRICHE, I.; JUAN-BORRÁS, M. Standardizing the analysis of phenolic profile in propolis. v. 106, p. 834–841, 2018.

FERRO, D. M. *et al.* Integrated extraction approach to increase the recovery of antioxidant compounds from *Sida rhombifolia* leaves. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 149, p. 10–19, 2019.

GHIRARDELLO, D. *et al.* Phenolic acid profile and antioxidant capacity of hazelnut (*Corylus avellana* L.) kernels in different solvent systems. **Journal of Food and Nutrition Research**, v. 49, n. 4, p. 195–205, 2010.

GOMES, S.; TORRES, A. G. Optimized extraction of polyphenolic antioxidant compounds from Brazil nut (*Bertholletia excelsa*) cake and evaluation of the polyphenol profile by HPLC. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 96, n. 8, p. 2805–2814, 2016.

GRANATO, D. *et al.* Chemical perspective and criticism on selected analytical methods used to estimate the total content of phenolic compounds in food matrices. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry Elsevier**, 2016.

GROSSO, G. *et al.* Nut consumption on all-cause, cardiovascular, and cancer mortality risk: A systematic review and meta-analysis of epidemiologic studies. *American Journal of Clinical Nutrition*, v. 101, n. 4, p. 783–793, 2015.

GU, L. *et al.* Concentrations of Proanthocyanidins in Common Foods and Estimations of Normal Consumption. **Journal of Nutrition**, v. 134, n. 3, p. 613–617, 2004.

GUINDANI, C. *et al.* Valorization of chia (*Salvia hispanica*) seed cake by means of supercritical fluid extraction. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 112, p. 67–75, 2016.

GÜNDEŞLI, M. A. Determination of Sugar contents, Total Phenol and Antioxidant Activity of various parts 'Uzun' pistachio cultivar (*Pistacia vera* L.). **International Journal of Agriculture, Environment and Food Sciences**, v. 1, p. 52–58, 2020.

HARNLY, J. M. *et al.* Flavonoid content of U.S. fruits, vegetables, and nuts. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 54, n. 26, p. 9966–9977, 2006.

HERALD, T. J.; GADGIL, P.; TILLEY, M. High-throughput micro plate assays for screening flavonoid content and DPPH-scavenging activity in sorghum bran and flour. **Science of Food and Agriculture**, v. 92, p. 2326–2331, 2012.

HORSZWALD, A.; ANDLAUER, W. Characterisation of bioactive compounds in berry juices by traditional photometric and modern microplate methods. **Journal of Berry Research**, v. 1, n. 4, p. 189–199, 2011.

HU, F. *et al.* Identification and hydrolysis kinetic of a novel antioxidant peptide from pecan meal using Alcalase. **Food Chemistry**, v. 261, n. April, p. 301–310, 2018.

JANISCH, K. M. *et al.* Simulated digestion of *Vitis vinifera* seed powder: Polyphenolic content and antioxidant properties. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 54, n. 13, p. 4839–4848, 2006.

JOSHI, A. U.; LIU, C.; SATHE, S. K. Functional properties of select seed flours. **Lwt**, v. 60, n. 1, p. 325–331, 2015.

KHADHRAOUI, B. *et al.* Histo-cytochemistry and scanning electron microscopy for studying spatial and temporal extraction of metabolites induced by ultrasound. Towards chain detexturation mechanism. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 42, p. 482–492, 2018.

KHATTAB, R. Y.; ARNTFIELD, S. D. Functional properties of raw and processed canola meal. **Lwt**, v. 42, n. 6, p. 1119–1124, 2009.

KNAZE, V. *et al.* Intake estimation of total and individual flavan-3-ols, proanthocyanidins and theaflavins, their food sources and determinants in the European Prospective Investigation into Cancer and Nutrition (EPIC) study. **British Journal of Nutrition**, v. 108, n. 6, p. 1095–1108, 2012.

LEE, Y. J. *et al.* Nut consumption has favorable effects on lipid profiles of Korean women with metabolic syndrome. **Nutrition Research**, v. 34, n. 9, p. 814–820, 2014.

LEI, L. *et al.* Flavan-3-ols consumption and cancer risk: A meta-analysis of epidemiologic studies. **Oncotarget**, v. 7, n. 45, p. 73573–73592, 2016.

LING, B. *et al.* Nutritional Quality, Functional Properties, Bioactivity, and Microstructure of Defatted Pistachio Kernel Flour. **JAOCs, Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 93, n. 5, p. 689–699, 2016.

LUO, C. *et al.* Nut consumption and risk of type 2 diabetes, cardiovascular disease, and all-cause mortality: a systematic review and meta-analysis. **American Journal of Clinical Nutrition**, v. 100, p. 256–269, 2014.

LUO, Y. *et al.* Optimization of simultaneous microwave/ultrasonic-assisted extraction of phenolic compounds from walnut flour using response surface methodology. **Pharmaceutical Biology**, v. 55, n. 1, p. 1999–2004, 2017.

MAH, E. *et al.* Cashew consumption reduces total and LDL cholesterol: a. **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 105, p. 1070–1078, 2017.

MARCHETTI, L.; CALIFANO, A. N.; ANDRÉS, S. C. Partial replacement of wheat flour by pecan nut expeller meal on bakery products. Effect on muffins quality. **Lwt**, v. 95, p. 85–91, 2018.

MARCUS, Y. Extraction by subcritical and supercritical water, methanol, ethanol and their mixtures. **Separations**, v. 5, n. 1, 2018.

MARGRAF, T. *et al.* Comparison between Folin-Ciocalteu and Prussian Blue Assays to Estimate The Total Phenolic Content of Juices and Teas Using 96-Well Microplates. **Journal of Food Science**, v. 80, n. 11, p. C2397–C2403, 2015.

MARGRAF, T. *et al.* Effects of geographical origin, variety and farming system on the chemical markers and in vitro antioxidant capacity of Brazilian purple grape juices. **Food Research International**, v. 82, p. 145–155, 2016.

MARTÍNEZ, M. L.; MATTEA, M. A.; MAESTRI, D. M. Pressing and supercritical carbon dioxide extraction of walnut oil. **Journal of Food Engineering**, v. 88, n. 3, p. 399–404, 2008.

MAZZUTTI, S. *et al.* Integrated green-based processes using supercritical CO<sub>2</sub> and pressurized ethanol applied to recover antioxidant compounds from cocoa (*Theobroma cacao*) bean hulls. *The Journal of Supercritical Fluids*, v. 135, p. 52–59, maio 2018.

MCCLEMENTS, D. J.; WEISS, J.; CORRADINI, AND M. G. **Lipid emulsion**. [s.l: s.n.]. v. 28

MUSTAFA, A.; TURNER, C. Pressurized liquid extraction as a green approach in food and herbal plants extraction: A review. **Analytica Chimica Acta**, v. 703, n. 1, p. 8–18, 2011.

NDE, D. B. *et al.* Oil extraction from sheanut (*Vitellaria paradoxa* Gaertn C.F.) kernels assisted by microwaves. **Journal of Food Science and Technology**, v. 53, n. 3, p. 1424–1434, 2016.

OGUNWOLU, S. O. *et al.* Functional properties of protein concentrates and isolates produced from cashew (*Anacardium occidentale* L.) nut. **Food Chemistry**, v. 115, n. 3, p. 852–858, 2009.

OJEDA-AMADOR, R. M. *et al.* Comprehensive Study of the Phenolic Compound Profile and Antioxidant Activity of Eight Pistachio Cultivars and Their Residual Cakes and Virgin Oils. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 67, n. 13, p. 3583–3594, 2019.

OREM, A. *et al.* Hazelnut-enriched diet improves cardiovascular risk biomarkers beyond a lipid-lowering effect in hypercholesterolemic subjects. **Journal of Clinical Lipidology**, v. 7, n. 2, p. 123–131, 2013.

OSORIO-TOBÓN, J. F. Recent advances and comparisons of conventional and alternative extraction techniques of phenolic compounds. **Journal of Food Science and Technology**, v. 57, n. 12, p. 4299–4315, 2020.

OTTAVIANI, J. I. *et al.* Procyanidin structure defines the extent and specificity of angiotensin I converting enzyme inhibition. **Biochimie**, v. 88, n. 3–4, p. 359–365, 2006.

PALMA, M.; PIÑEIRO, Z.; BARROSO, C. G. In-line pressurized-fluid extraction-solid-phase extraction for determining phenolic compounds in grapes. **Journal of Chromatography A**, v. 968, n. 1–2, p. 1–6, 2002.

PENGDEE, C.; SRITULARAK, B.; PUTALUN, W. Optimization of microwave-assisted extraction of phenolic compounds in *Dendrobium formosum* Roxb. ex Lindl. and glucose uptake activity. **South African Journal of Botany**, v. 132, p. 423–431, 2020.

PIÑEIRO, Z.; PALMA, M.; BARROSO, C. G. Determination of catechins by means of extraction with pressurized liquids. **Journal of Chromatography A**, v. 1026, n. 1–2, p. 19–23, 2004.

PLAZA, M. *et al.* Neoformation of antioxidants in glycation model systems treated under subcritical water extraction conditions. **Food Research International**, v. 43, n. 4, p. 1123–1129, 2010.

POLMANN, G. *et al.* Nuts and Nut-Based Products: A Meta-Analysis from Intake Health Benefits and Functional Characteristics from Recovered Constituents. <https://doi.org/10.1080/87559129.2022.2045495>, 2022.

POLMANN, G. *et al.* Chemical characterization of gurguéia nut (*Dipteryx lacunifera* Ducke) and press cake oil obtained by hydraulic pressing and supercritical extraction. **Biomass Conversion and Biorefinery**, n. 0123456789, 2023.

PRICE, M. L.; VAN SCOYOC, S.; BUTLER, L. G. A critical evaluation of the vanillin reaction as an assay for tannin in sorghum grain. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 26, n. 5, p. 1214–1218, 1978.

QAMAR, S. *et al.* Nuts, cereals, seeds and legumes proteins derived emulsifiers as a source of plant protein beverages: A review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 60, n. 16, p. 2742–2762, 2020.

QUEIROGA-NETO, V. *et al.* Partial evaluation of *Dipteryx lacunifera* seed kernel as a nutritional food: Evaluación parcial de la almendra del fruto de *Dipteryx lacunifera* como alimento nutritivo. **CYTA - Journal of Food**, v. 7, n. 1, p. 23–29, 2009.

QUEIROGA NETO, V. *et al.* *Dipteryx lacunifera* seed oil: characterization and thermal stability. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 33, n. 6, p. 1601–1607, dez. 2009.

RAMOS, C. M. P.; BORA, P. S. Functionality of succinylated Brazil nut (*Bertholletia excelsa* HBK) kernel globulin. **Plant Foods for Human Nutrition**, v. 60, n. 1, p. 1–6, 2005.

RE, R. *et al.* Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. **Free Radical Biology and Medicine**, v. 26, n. 9–10, p. 1231–1237, 1999.

RIBEIRO, F. S. C.; SOUZA, V. A. B.; LOPES, Â. C. A. Physical characteristics and chemical-nutritional composition of the castanheira-do-gurguéia fruit (*Dipteryx lacunifera* Ducke). **Revista Ciencia Agronomica**, v. 43, n. 2, p. 301–311, 2012.

RØDTJER, A.; SKIBSTED, L. H.; ANDERSEN, M. L. The role of phenolic compounds during formation of turbidity in an aromatic bitter. **Food Chemistry**, v. 123, n. 4, p. 1035–1039, 2010.

SALGIN, S.; SALGIN, U. Supercritical fluid extraction of walnut kernel oil. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 108, n. 7, p. 577–582, 2006.

SALVADOR, A. A. *et al.* Increasing the value of pecan nut [*Carya illinoensis* (Wangenh) C. Koch] cake by means of oil extraction and antioxidant activity evaluation. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 116, p. 215–222, 2016.

SAUDER, K. A. *et al.* Effects of pistachios on the lipid/lipoprotein profile, glycemic control, inflammation, and endothelial function in type 2 diabetes: A randomized trial. **Metabolism: Clinical and Experimental**, v. 64, n. 11, p. 1521–1529, 2015.

SENER, S. D. *et al.* Comparison of total lipids, fatty acids, sugars and nonvolatile organic acids in nuts from four *Castanea* species. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 65, n. 2, p. 223–227, 1994.

SHAHIDI, F. *et al.* Phenolic compounds in agri-food by-products, their bioavailability and health effects. **Journal of Food Bioactives**, v. 5, p. 57–119, 2019

SHAKERARDEKANI, A. *et al.* Textural, rheological and sensory properties and oxidative stability of nut spreads-a review. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 14, n. 2, p. 4223–4241, 2013.

SINGLETON, V. L.; ROSSI, S. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolibic-phosphotungstic acid reagents. **J. Enol. Vitic.**, v. 16, p. 144–158, 1965.

SRICHAMNONG, W.; SRZEDNICKI, G. Internal discoloration of various varieties of Macadamia nuts as influenced by enzymatic browning and Maillard reaction. **Scientia Horticulturae**, v. 192, p. 180–186, 2015.

SUÁREZ, M. H. *et al.* Sugars, Organic Acids and Total Phenols in Varieties of Chestnut Fruits from Tenerife (Spain). **Food and Nutrition Sciences**, v. 03, n. 06, p. 705–715, 2012.

TEIXEIRA, G. L. *et al.* Sapucaia nut (*Lecythis pisonis* Cambess.) flour as a new industrial ingredient: Physicochemical, thermal, and functional properties. **Food Research International**, v. 109, n. May, p. 572–582, 2018.

TEIXEIRA, G. L. *et al.* Sequential green extractions based on supercritical carbon dioxide and pressurized ethanol for the recovery of lipids and phenolics from *Pachira aquatica* seeds. **Journal of Cleaner Production**, v. 306, 2021.

VASQUEZ, W. V. *et al.* Supercritical carbon dioxide extraction of oil and minor lipid compounds of cake byproduct from Brazil nut (*Bertholletia excelsa*) beverage production. *Journal of Supercritical Fluids*, v. 171, p. 105188, 2021.

VIEIRA, G. M. *et al.* Terpenos e ácidos graxos de *Dipteryx lacunifera* Ducke. **Quimica Nova**, v. 30, n. 7, p. 1658–1662, 2007.

WIANOWSKA, D.; GIL, M. Critical approach to PLE technique application in the analysis of secondary metabolites in plants. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 114, p. 314–325, 2019.

YERMAKOV, A. I.; ARASIMOV, V. V.; YAROSH, N. P. **Methods of biochemical analysis of plants. In: Leningrad: Agropromizdat.** 2nd. ed. Leningrad: Kolos, 1987. p. 122–142.

ZHANG, Q. T. *et al.* Functional properties and structure changes of soybean protein isolate after subcritical water treatment. **Journal of Food Science and Technology**, v. 52, n. 6, p. 3412–3421, 2015.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

Considerando os resultados obtidos neste trabalho, foi possível observar o elevado potencial nutritivo e tecnológico da castanha do gurguéia (*Dipteryx lacunifera* Ducke), apresentando um alto teor de compostos fenólicos e potencial antioxidante antes e após a simulação da digestão gastrointestinal *in vitro*, especialmente, para castanha submetida ao processo de torrefação. Em relação a extração sequencial para obtenção de óleo de castanha do gurguéia, o método de extração do CO<sub>2</sub> supercrítico demonstrou ser uma boa alternativa para extração de óleo de gurguéia a partir da torta de prensagem, assim, aumentando o rendimento e apresentando uma composição com alta qualidade e preservação de compostos bioativos, como tocoferóis, fitosteróis e esqualeno. Além disso, as tortas provenientes das extrações sequenciais destacaram por seu teor de proteína e carboidratos, e teores de celobiose, sacarose e ácido málico. Os principais fenólicos individuais nas amostras de torta foram catequina e ácido gálico. As amostras de torta também apresentaram propriedades funcionais interessantes para possibilitar aplicações em alimentos. Os extratos obtidos por extração com líquido pressurizado de etanol e água apresentaram os maiores valores de rendimentos entre as extrações realizadas, além de teores de compostos fenólicos totais, flavonoides, flavonóis, ortodifenóis e potencial antioxidante. Desse modo, os produtos e coprodutos obtidos a partir da castanha do gurguéia neste trabalho podem ser estudados como uma alternativa para futuras aplicações em alimentos e em outros campos tecnológicos, como na indústria farmacêutica, cosmética e nutrição animal. Pesquisas sobre a bioassebilidade, a presença de alérgenos e compostos antinutricionais da castanha do gurguéia ainda são necessários para a confirmação. Estas pesquisas são necessárias para a confirmação de que é possível o aproveitamento integral da castanha do gurguéia gerando produtos e coprodutos de alta qualidade. Os conhecimentos obtidos sobre o potencial nutricional, físico e tecnológico apresentam um grande incentivo para utilização desta matéria-prima e podem trazer benefícios ambientais e econômicos para a região do Cerrado brasileiro, pela possibilidade de gerar renda e, principalmente, pela utilização de métodos sustentáveis, sem que haja degradação ambiental.

## ANEXOS

## ANEXO A

Tabela – Padrões e parâmetros da espectrometria de massas para os compostos fenólicos testados nas amostras de castanha do gurguéia.

Name	DP (V)	EP (V)	CE (V)	CXP (V)
Ácido benzoico 1	36	10	17	12
Ácido benzoico 2	36	10	51	24
<i>p</i> -Aminobenzoico 2	56	10	19	8
<i>p</i> -Aminobenzoico 1	56	10	29	10
Siringaldeido 1	41	10	17	8
Siringaldeido 2	41	10	31	10
Ácido ferulico 2	21	10	11	10
Ácido ferulico 1	21	10	41	10
Ácido siringico 1	16	10	21	10
Ácido siringico 2	16	10	13	10
Pinocembrim 1	96	10	33	10
Pinocembrim 2	96	10	73	10
Galangina 1	176	10	43	10
Galangina 2	176	10	59	8
Apigenina 1	181	10	41	10
Apigenina 2	181	10	49	14
Kaempferol 1	111	10	43	10
Kaempferol 2	111	10	89	10
Epicatequina 1	36	10	21	8
Epicatequina 2	36	10	21	8
Catequina 1	16	10	21	10
Catequina 2	16	10	19	8
Ácido clorogênico 1	46	10	21	10
Ácido clorogênico 2	46	10	75	14
Hesperidina 1	51	10	31	16
Hesperidina 2	51	10	67	10
2.5 DHBA 1	41	10	19	8
2.5 DHBA 2	41	10	29	52
Kaem-3-rut 1	41	10	29	12
Kaem-3-rut 2	41	10	15	18
Quer-3-glu 1	71	10	15	20
Quer-3-glu 2	71	10	53	16
Quer-3-rhamno 1	91	10	13	16
Quer-3-rhamno 2	91	10	41	14
Ácido Salicílico 1	-15	-10	-22	-5
Ácido Salicílico 2	-15	-10	-36	-11
3.4-DHB 1	-75	-10	-20	-7
3.4-DHB 2	-75	-10	-32	-13
<i>p</i> -cumarico 1	-90	-10	-20	-7



p-cumarico 2	-90	-10	-40	-5
4-metilumberliferona 3	-135	-10	-28	-9
4-metilumberliferona 4	-135	-10	-36	-7
Coniferaldeido 1	-30	-10	-20	-11
Coniferaldeido 2	-30	-10	-28	-9
Ácido caféico 1	-115	-10	-22	-9
Ácido caféico 2	-115	-10	-30	-7
Sinapaldeido 1	-20	-10	-26	-11
Sinapaldeido 2	-20	-10	-34	-9
Ácido Sináptico 2	-120	-10	-20	-9
Ácido Sináptico 1	-120	-10	-28	-11
Crisina 1	-170	-10	-36	-9
Crisina 3	-170	-10	-30	-11
Naringenina 1	-130	-10	-24	-25
Naringenina 2	-130	-10	-34	-11
Pinobanksin 1	-140	-10	-24	-9
Pinobanksin 2	-140	-10	-32	-7
Quercetina 1	-50	-10	-28	-9
Quercetina 2	-50	-10	-34	-7
Isorahmenetina 1	-225	-10	-28	-15
Isorahmenetina 2	-225	-10	-38	-9
Galato de epigalocatequina 1	-165	-10	-20	-11
Galato de epigalocatequina 2	-165	-10	-52	-9
Naringina 1	-255	-10	-42	-13
Naringina 2	-255	-10	-48	-9
Rutina 1	-230	-10	-48	-15
Rutina 2	-230	-10	-70	-13

DP - Potencial de desagregação; EP – Potencial de entrada; CEP – Potencial de entrada da célula de colisão; CE – Energia de colisão; CXP - Potencial de saída da célula de colisão.

## ANEXO B

Tabela – Parâmetros de anotação GC-QTOF-MS de tocoferóis, fitoesteróis e esqualeno, identificados no óleo de gurguéia.

Peak	RT (min)	Compound	Match Factor	Formula	Monoisotopic mass	m/z [M] <sup>+</sup> (measured)	Error (ppm)	Main fragments (m/z)
1	24.612	Squalene	87	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub>	410.3913	410.3918	-2.7	81, 95, 121
2	26.255	γ-tocopherol <sup>a</sup>	-	C <sub>28</sub> H <sub>48</sub> O <sub>2</sub>	416.3654	416.3659	-2.4	151, 191, 416
3	26.763	α-tocopherol <sup>a</sup>	-	C <sub>29</sub> H <sub>50</sub> O <sub>2</sub>	430.3811	430.3805	0.1	165, 205, 430
4	27.487	Campesterol	80	C <sub>28</sub> H <sub>48</sub> O	400.3705	400.3710	-2.6	145, 315, 400
5	27.650	Stigmasterol	88	C <sub>29</sub> H <sub>48</sub> O	412.3705	412.3700	-0.1	159, 255, 412
6	28.062	β-Sitosterol	82	C <sub>29</sub> H <sub>50</sub> O	414.3862	414.3869	-3.1	213, 329, 414

<sup>a</sup> Confirmed with reference standard

Figura – Cromatograma GC-QTOF-MS anotado do óleo de castanha do gurguéia (amostra OG1).

