UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROCESSAMENTOS EM PRODUTOS VEGETAIS E SUAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS PARA O DESENVOLVIMENTO DE INGREDIENTES FUNCIONAIS

BRUNO HENRIQUE FIGUEIREDO SAQUETI

Maringá

2024

BRUNO HENRIQUE FIGUEIREDO SAQUETI

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROCESSAMENTOS EM PRODUTOS VEGETAIS E SUAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS PARA O DESENVOLVIMENTO DE INGREDIENTES FUNCIONAIS

Tese apresentada ao programa de Pós Graduação em Ciência de Alimentos da Universidade Estadual de Maringá, como parte dos requisitos para obtenção do título de doutor em Ciência de Alimentos.

Maringá

2024

Orientador

Prof. Dr. Oscar de Oliveira Santos Júnior

Co-Orientadora

Profa. Dra. Suelen Pereira Ruiz

BRUNO HENRIQUE FIGUEIREDO SAQUETI

"ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROCESSAMENTOS EM PRODUTOS VEGETAIS E SUAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS PARA O DESENVOLVIMENTO DE INGREDIENTES FUNCIONAIS"

Tese apresentada à Universidade Estadual de Maringá, como parte das exigências do Programa de Pós-graduação em Ciência de Alimentos, para obtenção do grau de Doutor em Ciência de Alimentos.

Prof. Dr. Jesuí Vergílio Visentainer,

Profa. Dra. Grasiele Scaramal Madrona,

Profa. Dra. Carina Alexandra Rodrigues

Profa. Dra. Julianna Matias Vagula

Prof. Dr. Oscar de Oliveira Santos Junior
Orientador

Maringá – 2024

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
(Biblioteca Central - UEM, Maringá - PR, Brasil)

Saqueti, Bruno Henrique Figueiredo

S242e Estudo da influência de diferentes processamentos em produtos vegetais e suas características físico-químicas para o desenvolvimento de ingredientes funcionais / Bruno Henrique Figueiredo Saqueti. -- Maringá, PR, 2024.

68 f. : color., figs., tabs.

Orientador: Prof. Dr. Oscar de Oliveira Santos Júnior.
Coorientadora: Profa. Dra. Suelen Pereira Ruiz.
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Maringá, Centro de Ciências Agrárias, Departamento de Agronomia, Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos, 2024.

1. Jurubeba. 2. Organogel. 3. Triacilglicerol. 4. Óleo de canola. 5. Ácidos graxos. I. Santos Júnior, Oscar de Oliveira , orient. II. Ruiz, Suelen Pereira , coorient. III. Universidade Estadual de Maringá. Centro de Ciências Agrárias. Departamento de Agronomia. Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos. IV. Título.

CDD 23.ed. 664

Marinalva Aparecida Spolon Almeida - 9/1094

BIOGRAFIA

Bruno Henrique Figueiredo Saqueti nasceu em 1994 na cidade de Pérola (PR), mas residiu em Esperança Nova e Umuarama. Possui graduação em Processos Gerenciais pela Faculdade Alfa de Umuarama e graduação em Tecnologia em Alimentos, além de Mestrado em Ciência de Alimentos pela Universidade Estadual de Maringá (UEM). Atualmente, é doutorando no Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos (PPC) da UEM. Atuou como representante discente no colegiado do Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos (PPC) da UEM e é membro do grupo de pesquisa consolidado "Analítica Aplicada a Lipídios, Esteróis e Antioxidantes" (APLE-A/CNPq). Possui experiência nas áreas de Ciência e Tecnologia de Alimentos, com ênfase em: desenvolvimento de novos produtos, cromatografia em fase gasosa, química de alimentos, extração de compostos antioxidantes de matrizes alimentares, determinação da capacidade antioxidante por ensaios químicos e lipídios estruturados (organogéis). Nos últimos anos, como pesquisador, publicou 28 artigos científicos e 9 capítulos de livros. Apresentou 8 trabalhos completos, 8 resumos expandidos e 7 resumos em eventos científicos. Participou ativamente de 4 projetos de pesquisa e 1 projeto de ensino, além de coorientar 3 projetos de iniciação científica. Sua atuação também se destacou na divulgação e exposição dos projetos desenvolvidos no âmbito da pós-graduação, contribuindo para ampliar o impacto e a visibilidade dessas iniciativas.

Dedico este trabalho,
com gratidão e carinho,
à minha família e aos
meus amigos, cujo apoio
incondicional e presença
constante tornaram esta
jornada possível.

AGRADECIMENTOS

É com grande satisfação que expresso meus sinceros agradecimentos a todos que me acompanharam e contribuíram para o meu crescimento pessoal e profissional ao longo da Pós-Graduação. Em especial, gostaria de agradecer:

A Deus, e a minha família.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Oscar de Oliveira Santos Júnior, pela oportunidade, pelo apoio, pela parceria e, principalmente, pela confiança;

À minha coorientadora, Profa. Dra. Suelen Pereira Ruiz, pela ajuda e pelas valiosas contribuições ao meu trabalho;

Aos meus amigos e colegas de pesquisa, cuja colaboração foi essencial para o desenvolvimento e a elaboração desta tese. Em especial, Eloize da Silva Alves, Matheus de Campos Castro, Cintia Stephany Ripke Ferreira, Patricia Daniele Silva dos Santos, Talita Aparecida Ferreira de Campos, Alisson de Lima Figueiredo, Catharina Paula Buranello Pires Lazilha, Izabelle Cremaschi Kasuwa Martins, Carina Alexandra Rodrigues entre muitos outros.

Aos membros do grupo de pesquisa APLE-A, pela colaboração, união, incentivo e amizade;

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos, pela oportunidade de realizar esta importante etapa da minha vida acadêmica. Em especial, agradeço à secretária Marilda Ferreira Guimarães Nascimento pelo incansável apoio, assistência ao longo dessa jornada e amizade.

Agradeço a todos os docentes, que sempre estiveram dispostos a ajudar e compartilhar seus valiosos ensinamentos. Em especial, à Profa. Dra. Grasiele Scaramal Madrona, Profa. Dra. Andresa Carla Feihrmann, Prof. Dr. Jesui Vergilio Visentainer e Prof. Dr. Anderson Reginaldo Sampaio.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), à Fundação Araucária de Apoio ao desenvolvimento Científico e Tecnológico do Estado do Paraná e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo auxílio, suporte financeiro e apoio concedido.

APRESENTAÇÃO

Esta tese de doutorado é apresentada na forma de dois artigos científicos:

1 Bruno Henrique Figueiredo Saqueti, Eloize Silva Alves, Matheus Campos Castro, Isadora Boaventura Ponhozi, Jiuliane Martins Silva, Jesui Vergilio Visentainer, Oscar Oliveira Santos. **Influence of drying and roasting on chemical composition, lipid profile and antioxidant activity of jurubeba (***Solanum paniculatum* L.**)**. Journal of Food Measurement and Characterization, V. 16, Ed. 4. 2749-2759, 2022. Classificação Qualis A4 na área de Ciência de Alimentos.

2 Bruno Henrique Figueiredo Saqueti, Eloize Silva Alves, Matheus Campos Castro, Cintia Stefhany Ripke Ferreira, Milena Keller Bulla, Anderson Reginaldo Sampaio, Jesui Vergilio Visentainera, Suelen Pereira Ruiz, Oscar Oliveira Santos. **Canola oil-based organogels: Effects of concentrations of structuring agents on physicochemical, rheological and structural characteristics.** Journal of Molecular Liquids. Em revisão. Classificação Qualis A1 na área de Ciência de Alimentos.

GENERAL ABSTRACT

INTRODUCTION: The influence of different processing techniques on plant products seeks to understand how these techniques impact their physicochemical characteristics, such as texture, nutritional composition, and antioxidant capacity. This is crucial for developing functional ingredients that benefit health, increase the shelf life of foods, and make it possible to replace ingredients used in the industry. In addition, optimizing processes adds value to vegetables, making them more attractive to the food industry and consumers. Article 1: Jurubeba (*Solanum paniculatum* L) is an unconventional food plant (PANC). In Brazil, PANCs occupy areas of native vegetation mainly in communities, and small family farmers, where they cultivate or collect a great diversity of species. The use of these species involves not only the choice of healthy food but is also related to the cultural, sustainable, and environmental recognition and historical value of regional foods. The fruit belongs to the Solanaceae family, native to Brazil, and occurs in other tropical regions of South America, such as Paraguay, Bolivia, and Argentina. The lipid composition of these vegetables is extremely important and can benefit human health. The main component of the glyceride fraction of vegetables is triglycerides, which are made up of saturated and unsaturated fatty acids, polyunsaturated and monounsaturated. Strictly essential fatty acids stand out, such as α-linolenic acid from the omega-3 family and linoleic acid from the omega-6 family, precursors of the essential fatty acids eicosapentaenoic (EPA), docosahexaenoic (DHA) and arachidonic (AA) acids responsible for the development and maintenance of the nervous and visual systems. Jurubeba fruits are mainly eaten cooked or preserved after appropriate heat treatment. Heat treatment is the main cause of changes in the content of natural antioxidants in foods. Among the heat treatments that can be applied is drying, which offers advantages such as increased shelf life, nutrient concentration, reduced post-harvest losses, ease of transportation, and marketing. Another treatment is roasting, an operation to remove water associated with chemical changes in the composition of carbohydrates, lipids, proteins, and the concentration of minerals, using high temperatures, known as the pyrolysis reaction. The authors are unaware of any studies in which the influence of heat treatment on jurubeba has been assessed, evaluating its lipid profile and antioxidant capacity in vitro. Article 2: Health Regulatory Agencies have recommended reducing or excluding the consumption of trans and saturated fats due to their harmful effects on health, the link between trans fatty acids, and increased risk factors for cardiovascular disease, cancer, and diabetes. In 2019, Brazil's National Health Surveillance Agency published Resolution No. 332 establishing a ban on the production and use of partially hydrogenated oils and fats from 2023. In this context, research into the effect of agents on the structure of lipids has grown significantly, demonstrating the potential of organogel technology. Organogels are viscoelastic materials formed by structuring agents that create a semi-solid phase in which the liquid organic phase is immobilized by an interconnected three-dimensional network. The structuring components can be macromolecules or low molecular weight compounds such as fatty acids, mixtures of sorbitan monostearate, lecithin, and waxes. The structuring used in this study are: Span 60, a nonionic hydrophobic surfactant produced by the esterification of sorbitol by stearic acid. Glyceryl monostearate is a non-ionic emulsifying agent belonging to the fatty ester class. Type III carnauba wax, obtained from the surface of carnauba leaves, and its chemical composition comprises a mixture of hydrocarbons, fatty acids, long-chain alcohols, diols, esters, and cinnamic acid derivatives. For the development of organogels, the selection of the organic phase (oil) is essential. Canola oil stands out for having high concentrations of unsaturated fatty acids (oleic acid, linoleic acid, α-linolenic acid), phytosterols, and antioxidant compounds, providing health benefits, as well as low production costs. Thus, enriching an organogel with the nutritional characteristics of canola oil appears to be a promising innovation, replacing vegetable fats and trans fats, and promoting a healthier approach to food production. In addition, the study uses an innovative combination of structuring agents, which are already widely studied individually or in other combinations, to obtain the ideal concentrations and maximize the properties of the gel, thus improving its functionality and applicability.

AIMS: This study aims to identify the methods that best preserve or optimize the functional properties of plant products, to contribute to the development of functional ingredients for the food industry. Article 1 aims to apply dehydration and roasting treatments to fresh

jurubeba and evaluate their influence on its centesimal composition, fatty acid composition, triacylglycerol profile, total phenolic content, and antioxidant capacity. Article 2 aims to develop canola oil-based organogels with different concentrations of structuring agents, determining their effects on physicochemical, rheological, and structural characteristics, as well as assessing their oxidative stability. In addition, the lipid composition and nutritional quality of canola oil were investigated in comparison with vegetable fat, since the latter can have high concentrations of saturated and trans fatty acids and is widely used in processed food products.

MATERIAL AND METHODS: In Article 1, green fruits of jurubeba (*Solanum paniculatum* L.) were collected in April 2020 in a rural area (23°22’39.3"S, 53°37’19.9"W) in the municipality of Icaraíma, Paraná, Brazil. Three treatments were carried out: fresh (JUIN), dehydrated (JUD), and roasted (JUT) samples. The samples were packed in plastic polyethylene bags and stored in a freezer (-18 °C) until the analyses were carried out. Centesimal composition, fatty acid composition, triacylglycerol profile, phenolic compounds, and antioxidant capacity using the DPPH• method were analyzed. The results were expressed as the mean ± standard deviation of three replicates. The data from all the responses were subjected to analysis of variance (ANOVA) and Tukey's test with 95% confidence ($p \leq 0.05$). The fatty acid composition data and antioxidant assays were subjected to a multivariate exploration technique, the chosen technique being principal component analysis (PCA) using the R software version 3.1.6 and Rstudio version 1.4.1106. In Article 2, refined canola oil, without added antioxidants, from a single batch and vegetable fat (GV) were purchased from a local market in Maringá, Paraná (Brazil). Both were characterized by determining their fatty acid composition and the nutritional quality of the lipids, calculated using six indices. The organogels were then prepared and different concentrations were evaluated using ternary combinations of the structuring agents (Span 60, Glyceryl Monostearate, and Type III Carnauba Wax), using values (%) multiples of 3, resulting in the samples OG 3%, OG 6%, OG 9%, OG 12% and OG 15%. The organogels were characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy, visual assessment of organogel formation, determination of lipid oxidation (OXITEST®), texture analysis, rheological parameters, and morphology. The results were submitted to analysis of variance (ANOVA), and the Tukey test was applied to compare the means between the organogel, canola oil, and vegetable fat samples, with a significance level of 5% ($p \leq 0.05$). All data was analyzed using Statistica software, version 7.0.

RESULTS AND DISCUSSION: In Article 1, the results of the centesimal composition of jurubeba under different heat treatments showed values (g per 100 g wet weight) in the following ranges: moisture (1.36-74.24), ash (1.38-5.59), protein (4.37-12.44), lipids (0.89-5.79), crude fiber (11.44-51.59) and carbohydrates (7.69-24.86). The drying methods concentrated most of the compounds. In the fatty acid composition results, 13 fatty acids were identified. Linoleic acid was the main fatty acid in all the samples, ranging from 55.54% to 64.36%. This increase was due to the induced change in cell wall structure, which increased oil extraction. The Lipid Maps® database provided information that triacylglycerols can be found in the m/z 842-930 region. It was observed that linoleic acid was present in all the most abundant TAGs, followed by oleic and palmitic acids. Dehydration and roasting increased antioxidant capacity and total phenolic compounds due to the concentration of the compounds. The PCA analysis explained 100% of the variation in sample composition, with PC1 explaining 72.7% and PC2 explaining 27.3% of the data. When evaluating the PCA graph generated, it was observed that no groups were formed, i.e. the samples were not similar to each other. Thus, the PCA analysis corroborated the data relating to the fatty acid and antioxidant components. In article 2, the results showed that 12 fatty acids were identified in canola oil and 13 in vegetable fat. Canola oil had a higher content of unsaturated fatty acids (UFA) compared to vegetable fat, with a 44% higher content of monounsaturated fatty acids and a 21% higher content of polyunsaturated fatty acids. Saturated fatty acids are also noteworthy, as they were 5 times higher in vegetable fat. The matrix used offers an unsaturated fatty acid content that nutritionally benefits atherogenic and thrombogenic indices, as well as improving the hypocholesterolemic/hypercholesterolemic ratio. Regarding the characterization of the organogels, FTIR showed a sharp peak near 3450 cm^{-1}, caused by crystallization, characterizing the specific intermolecular hydrogen bonds. FTIR confirmed the successful

formation of canola oil-based organogels using different structuring agents. In the visual analysis, the OG 6%, OG 9%, OG 12%, and OG 15% samples did not differ from each other ($p > 0.05$) on the days analyzed, presenting a gel totally firm (classification 5), similar to that observed for vegetable fat (GV) during the same period. The highest oil release occurred for OG 3% (13.97±1.62), which is undesirable. In the other samples, the increase in structuring agents promoted oil retention in the structure. In addition, the same behavior was observed in the lipid oxidation analysis, with a concentration of 9% being a limit for slowing down oxidation. The hardness analyzed in the vegetable fat showed a value of 4.63 N, placing it between the values for OG 6% (2.39 N) and OG 9% (7.82 N). This suggests that these organogel formulations may be of particular interest due to their comparable effectiveness to traditional vegetable fats. For true τ_0, GV (761.10 Pa.s) showed an approximate similarity only to OG 9% (788.90 Pa.s). τ_0 refers to the initial force applied so that the sample can flow; the higher the value of τ_0, the greater the force applied. Finally, in polarized light microscopy, the concentrations of 9%, 12%, and 15% were the most similar to vegetable fat, confirming that the structuring agents used formed small crystals (~5 μm), desirable in stable polymorphic crystalline systems, an important parameter in the sensory properties of foods.

CONCLUSIONS: This study concluded that the processes of drying and roasting of jurubeba, concentrated chemical compounds, increased antioxidant capacity (140%-807%) and total phenolics (14%-86%). Thirteen fatty acids were identified, with ∑AGPI above 55%, with linoleic acid (18:2n-6) being the majority. The chromatographic analysis was consistent with the TAG ions detected, and the PCA analysis corroborated the data, with no similar groups forming between the samples. Jurubeba shows promise for the food and pharmaceutical industries, although more toxicological and nutritional studies are needed. The organogel based on canola oil, structured with agents such as Span 60, Glyceryl Monostearate, and Carnauba Wax, transformed the liquid oil into a semi-solid material. The minimum concentration of 6% of structuring agents ensured the formation of a stable network and effective structuring of the organogel, while concentrations of 9% or more provided superior results in terms of stability, texture, and rheology. Organogels are promising as an alternative to saturated and trans fats, offering a healthier approach for the food industry. Future studies are recommended to evaluate sensory aspects and application in various food products.

Keywords: Jurubeba; Triacylglycerol; Fatty acids; Organogel; Structuring agent; Canola oil.

RESUMO GERAL

INTRODUÇÃO: A influência de diferentes processamentos em produtos vegetais busca entender como essas técnicas impactam suas características físico-químicas, como textura, composição nutricional e capacidade antioxidante. Isso é crucial para o desenvolvimento de ingredientes funcionais que beneficiem a saúde, além de aumentar a vida útil dos alimentos e possibilitar a substituição de ingredientes utilizados na indústria. Além disso, a otimização dos processos agrega valor aos vegetais, tornando-os mais atrativos para a indústria alimentícia e os consumidores. Artigo 1: A jurubeba (*Solanum paniculatum L*) é uma planta alimentícia não convencional (PANC). No Brasil, as PANCs ocupam áreas de vegetação nativa principalmente em comunidades, pequenos agricultores familiares, onde cultivam ou coletam uma grande diversidade de espécies. O uso dessas espécies envolve não somente a escolha de um alimento saudável, mas está relacionado ao reconhecimento cultural, sustentável, ambiental e ao valor histórico dos alimentos regionais. O fruto pertence à família *Solanaceae*, nativa do Brasil, e ocorre em outras regiões tropicais da América do Sul, como Paraguai, Bolívia e Argentina. A composição lipídica desses vegetais é de extrema importância, podendo favorecer a saúde humana. O principal componente da fração glicerídica dos vegetais são os triglicerídeos, eles são constituídos por ácidos graxos saturados e insaturados sendo poliinsaturados e monoinsaturados. Destacam-se os ácidos graxos estritamente essenciais, como o ácido α-linolênico da família ômega-3 e o ácido linoleico da família ômega-6, precursores dos ácidos graxos essenciais eicosapentaenóico (EPA), docosahexaenóico (DHA) e araquidônico (AA) responsáveis pelo desenvolvimento e manutenção do sistema nervoso e visual. Os frutos da jurubeba são consumidos principalmente cozidos ou em forma de conservas após aplicação de tratamento térmico adequado. O tratamento térmico é a principal causa de alterações no teor de antioxidantes naturais nos alimentos. Dentre os tratamentos térmicos que podem ser aplicados está a secagem, oferecendo vantagens como aumento do prazo de validade, da concentração de nutrientes, redução de perdas pós-colheita, facilidade de transporte e comercialização. Outro tratamento é a torrefação, operação de remoção de água que está associada a alterações químicas na composição de carboidratos, lipídios, proteínas e na concentração de minerais, utilizando altas temperaturas, conhecida como reação de pirólise. Os autores desconhecem estudos nos quais foi avaliada a influência de tratamentos térmicos na jurubeba, avaliando seu perfil lipídico e capacidade antioxidante *in vitro*. Artigo 2: As Agências Reguladoras de Saúde passaram a recomendar a redução ou exclusão do consumo de gorduras *trans* e saturadas devido aos seus efeitos nocivos à saúde, relação entre os ácidos graxos *trans* e o aumento dos fatores de risco para doenças cardiovasculares, câncer e diabetes. Em 2019, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária do Brasil publicou a Resolução nº 332 estabelecendo a proibição da produção e uso de óleos e gorduras parcialmente hidrogenados a partir de 2023. Neste contexto, a investigação sobre o efeito dos agentes na estrutura dos lipídios tem crescido significativamente, demonstrando o potencial da tecnologia dos organogéis. Os organogéis são materiais viscoelásticos formados por agentes estruturantes que criam uma fase semi-sólida, na qual a fase orgânica líquida é imobilizada por uma rede tridimensional interconectada. Os componentes estruturantes podem ser macromoléculas ou compostos de baixo peso molecular como os ácidos graxos, misturas de monoestearato de sorbitano, lecitina e ceras. Os estrurantes usados no presente estudo são: O Span 60, um tensoativo hidrofóbico não iónico produzido pela esterificação do sorbitol pelo ácido esteárico. O monoestearato de glicerila, agente emulsificante não iônico, pertencente à classe dos ésteres graxos. E a cera de carnaúba tipo III, obtida da superfície das folhas da carnaubeira e sua composição química compreende uma mistura de hidrocarbonetos, ácidos graxos, álcoois de cadeia longa, dióis, ésteres e derivados do ácido cinâmico. Para o desenvolvimento de organogéis, a seleção da fase orgânica (óleo) é essencial. O óleo de canola destaca-se por apresentar altas concentrações de ácidos graxos insaturados (ácido oleico, linoleico, α-linolênico), fitoesteróis e compostos antioxidantes, proporcionando benefícios à saúde, além de baixo custo de produção. Desta forma, o enriquecimento de um organogel com as caraterísticas nutricionais do óleo de canola surge como uma inovação promissora, substituindo as gorduras vegetais e as gorduras *trans*, promovendo assim uma abordagem mais saudável na produção alimenticia. Além disso, o estudo utiliza uma combinação inovadora de agentes estruturantes, que já são amplamente estudados individualmente ou em outras combinações, para obter as concentrações ideais e maximizar

as propriedades do gel, melhorando assim a sua funcionalidade e aplicabilidade.

OBJETIVOS: O objetivo deste estudo é identificar os métodos que melhor preservam ou otimizam as propriedades funcionais dos produtos vegetais, visando contribuir para o desenvolvimento de ingredientes funcionais para a indústria alimentícia. O Artigo 1 tem como objetivo aplicar os tratamentos de desidratação e torrefação na jurubeba *in natura* e avaliar sua influência na composição centesimal, composição de ácidos graxos, perfil de triacilgliceróis, teor de fenólicos totais e capacidade antioxidante. O Artigo 2 visa desenvolver organogéis à base de óleo de canola com diferentes concentrações de agentes estruturantes, determinando seus efeitos sobre as características físico-químicas, reológicas e estruturais, além de avaliar sua estabilidade oxidativa. Além disso, investigou-se a composição lipídica e a qualidade nutricional do óleo de canola em comparação com a gordura vegetal, uma vez que esta última pode apresentar altas concentrações de ácidos graxos saturados e *trans*, sendo amplamente utilizada em produtos alimentícios processados.

MATERIAL E MÉTODOS: No Artigo 1, os frutos verdes de jurubeba (*Solanum paniculatum* L.) foram coletados em abril de 2020 na área rural (23°22’39.3"S, 53°37’19.9"W) no município de Icaraíma, Paraná, Brasil. Três tratamentos foram realizados: amostras *in natura* (JUIN), desidratadas (JUD) e torradas (JUT). As amostras foram embaladas em sacos plásticos de polietileno e armazenadas em freezer (-18 °C) até a realização das análises. Foram realizadas análises de composição centesimal, composição de ácidos graxos, perfil de triacilgliceróis, compostos fenólicos e capacidade antioxidante pelo método DPPH$^{\bullet}$. Os resultados foram expressos como média ± desvio padrão de três repetições. Os dados de todas as respostas foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey com 95% de confiança ($p \leq 0,05$). Nos dados de composição de ácidos graxos, e ensaios antioxidantes, foram submetidos a uma técnica de exploração multivariada, a técnica escolhida foi a análise de componentes principais (PCA) utilizando os softwares R versão 3.1.6 e Rstudio versão 1.4.1106. No Artigo 2, o óleo de canola refinado, sem adição de antioxidantes, proveniente de um único lote e a gordura vegetal (GV) foram adquiridos em um mercado local de Maringá, Paraná (Brasil). Ambos foram caracterizados por meio da determinação da composição de ácidos graxos e da qualidade nutricional dos lipídios, calculada por seis índices. Em seguida, os organogéis foram preparados e avaliadas diferentes concentrações através de combinações ternárias dos agentes estruturantes (Span 60, Monoestearato de Glicerila e Cera de Carnaúba Tipo III), utilizando valores (%) múltiplos de 3, resultando nas amostras OG 3%, OG 6%, OG 9%, OG 12% e OG 15%. Os organogéis foram caracterizados por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier, avaliação visual da formação do organogel, determinação da oxidação lipídica (OXITEST®), análise de textura, parâmetros reológicos e morfologia. Os resultados foram submetidos à análise de variância (ANOVA), e o teste de Tukey foi aplicado para comparar as médias entre as amostras de organogel, óleo de canola e gordura vegetal, com nível de significância de 5% ($p \leq 0,05$). Todos os dados foram analisados utilizando o software Statistica, versão 7.0.

RESULTADOS E DISCUSSÃO: No artigo 1, os resultados da composição centesimal da jurubeba sob diferentes tratamentos térmicos apresentaram os valores (g por 100 g de peso úmido) nas seguintes faixas: umidade (1,36–74,24), cinzas (1,38–5,59), proteínas (4,37–12,44), lipídios (0,89–5,79), fibra bruta (11,44–51,59) e carboidratos (7,69–24,86). Os métodos de secagem concentraram a maioria dos compostos. Nos resultados da composição de ácidos graxos, foram identificados 13 ácidos graxos. O ácido linoleico foi o principal ácido graxo em todas as amostras, variando de 55,54% a 64,36%. Esse aumento ocorreu devido à alteração induzida na estrutura da parede celular, o que aumentou a extração de óleo. O banco de dados Lipid Maps® forneceu informações de que, na região *m/z* 842–930, podem ser encontrados triacilgliceróis. Observou-se que o ácido linoleico esteve presente em todos os TAGs mais abundantes, seguido pelos ácidos oleico e palmítico. A desidratação e a torrefação aumentaram a capacidade antioxidante e os compostos fenólicos totais, devido à concentração dos compostos. A análise de PCA explicou 100% da variação da composição da amostra, sendo que o PC1 explicou 72,7% e o PC2 explicou 27,3% dos dados. Ao avaliar o gráfico de PCA gerado, observou-se que não houve formação de grupos, ou seja, as amostras não apresentaram similaridade entre si. Dessa forma, a análise de PCA corroborou

os dados relativos aos componentes de ácidos graxos e antioxidantes. No artigo 2, os resultados mostraram que, no óleo de canola, foram identificados 12 ácidos graxos, e na gordura vegetal, 13 ácidos graxos. O óleo de canola apresentou um teor mais elevado de ácidos graxos insaturados (AGI) em comparação com a gordura vegetal, com um teor 44% mais elevado de ácidos graxos monoinsaturados e 21% mais elevado de ácidos graxos poliinsaturados. Os ácidos graxos saturados também merecem destaque, já que eram 5 vezes mais elevados na gordura vegetal. A matriz utilizada oferece um teor de ácidos graxos insaturados que beneficia nutricionalmente os índices aterogênicos e trombogênicos, além de melhorar a relação hipocolesterolêmica/hipercolesterolêmica. Em relação à caracterização dos organogéis, através do FTIR, verificou-se um pico acentuado próximo a 3450 cm^{-1}, causado pela cristalização, caracterizando as ligações de hidrogênio intermoleculares específicas. O FTIR confirmou a formação bem-sucedida dos organogéis à base de óleo de canola, utilizando diferentes agentes estruturantes. Na análise visual, as amostras OG 6%, OG 9%, OG 12% e OG 15% não diferiram entre si ($p > 0,05$) nos dias analisados, apresentando uma classificação de gel totalmente firme (classificação 5), semelhante à observada para a gordura vegetal (GV) durante o mesmo período. A maior liberação de óleo ocorreu para OG 3% (13,97±1,62), o que é indesejável. Nas outras amostras, destacou-se que o aumento dos agentes estruturantes promoveu a retenção de óleo na estrutura. Além disso, na análise de oxidação lipídica, observou-se o mesmo comportamento, sendo a concentração a partir de 9% um limite para retardar a oxidação. A dureza analisada na gordura vegetal apresentou um valor de 4,63 N, posicionando-se entre os valores para OG 6% (2,39 N) e OG 9% (7,82 N). Isso sugere que essas formulações de organogel podem ser de particular interesse devido à sua eficácia comparável às gorduras vegetais tradicionais. Para τ_0 verdadeiro, a GV (761,10 Pa.s) mostrou uma semelhança aproximada apenas com OG 9% (788,90 Pa.s). τ_0 refere-se à força inicial aplicada para que a amostra possa fluir; quanto maior o valor de τ_0, maior a força aplicada. Por fim, na microscopia de luz polarizada, as concentrações de 9%, 12% e 15% foram as mais semelhantes à gordura vegetal, confirmando que os agentes estruturantes utilizados formaram pequenos cristais (~5 μm), desejável em sistemas cristalinos polimórficos estáveis, parâmetro importante nas propriedades sensoriais dos alimentos.

CONCLUSÕES: Este estudo concluiu que os processos de secagem e torrefação da jurubeba concentraram compostos químicos, aumentaram a capacidade antioxidante (140%-807%) e os fenólicos totais (14%-86%). Foram identificados 13 ácidos graxos, com ∑AGPI acima de 55%, sendo o ácido linoleico (18:2n-6) o majoritário. A análise cromatográfica foi consistente com os íons TAG detectados, e a análise de PCA corroborou os dados, sem formação de grupos similares entre as amostras. A jurubeba mostra-se promissora para as indústrias alimentícia e farmacêutica, embora mais estudos toxicológicos e nutricionais sejam necessários. O organogel à base de óleo de canola, estruturado com agentes como Span 60, Monostearato de Glicerila e Cera de Carnaúba, transformou o óleo líquido em um material semissólido. A concentração mínima de 6% de agentes estruturantes garantiu a formação de uma rede estável e a estruturação eficaz do organogel, enquanto concentrações de 9% ou mais proporcionam resultados superiores em termos de estabilidade, textura e reologia.Os organogéis são promissores como alternativa às gorduras saturadas e *trans*, oferecendo uma abordagem mais saudável para a indústria alimentícia. Estudos futuros são recomendados para avaliar os aspectos sensoriais e de aplicação em diversos produtos alimentícios.

Palavras-chaves: Jurubeba; Triacilglicerol; Ácidos graxos; Organogel; Estruturante; Óleo de Canola.

Sumário

GENERAL ABSTRACT 8
RESUMO GERAL 11
Artigo 1: Influência da secagem e torra na composição química, perfil lipídico e capacidade antioxidante da jurubeba (*Solanum paniculatum* L.).
Resumo 16
1. Introdução 17
2. Materiais e métodos 18
2.1. Reagentes e produtos químicos 18
2.2. Amostragem 19
2.3. Preparação da amostras 19
2.4. Avaliação da composição centesimal 19
2.5. Extração e metilação de lipídios 19
2.6. Composição de ácidos graxos (AGs) 20
2.7. Análise do perfil de triacilglicerol (TAG) 20
2.8. Atribuição e estimativa de TAG 21
2.9. Preparação do extrato para análise antioxidante 21
2.10. Compostos Fenólicos Totais (CFT) 21
2.11. Ensaio de DPPH$^{\bullet}$ 21
2.12. Análise estatística 22
3. Resultados e discussão 22
3.1. Composição centesimal 22
3.3. Perfil de triacilglicerol 26
3.4. Determinação da capacidade antioxidante e compostos fenólicos totais 28
3.5. Análise de componentes principais (PCA) 30
4. Conclusão 31
5. Referências 32
Artigo 2: Organogéis à base de óleo de canola: Efeitos das concentrações de agentes estruturantes nas características físico-químicas, reológicas e estruturais.
Resumo 38
1. Introdução 39
2. Materiais e métodos 40
2.1. Amostragem e reagentes 40
2.2. Determinação dos ácidos graxos do óleo de canola e da gordura vegetal 41
2.3. Qualidade nutricional dos lipídios 41
2.4. Preparação dos organogéis 42
2.5. Caracterização dos organogéis 43
2.5.1. Espectroscopia FTIR (*Fourier Transform Infrared*) 43
2.5.2. Avaliação da formação do organogel 43

2.5.3. Perda de óleo 44
2.5.4. Determinação da oxidação lipídica (OXITEST®) 44
2.5.5. Análise da textura 45
2.5.6. Estudo reológico 45
2.5.7. Microestrutura 46
2.6. Análise estatística 46
3. Resultados e discussão 46
3.1. Qualidade lipídica do óleo de canola em comparação com a gordura vegetal 46
3.1.1. Composição em ácidos graxos e índices nutricionais 46
3.2.2. Avaliação da formação de organogel 52
3.2.3. Perda de óleo, determinação da oxidação lipídica e textura 53
3.2.4. Estudo reológico 55
3.2.5. Microestrutura 57
4. Conclusão 59
5. Referências 60

Artigo 1: Influência da secagem e torra na composição química, perfil lipídico e capacidade antioxidante da jurubeba (*Solanum paniculatum* L.).

Bruno Henrique Figueiredo Saqueti, Eloize Silva Alves, Matheus Campos Castro, Isadora Boaventura Ponhozi, Jiuliane Martins Silva, Jesui Vergilio Visentainer, Oscar Oliveira Santos.

DOI: https://doi.org/10.1007/s11694-022-01370-w

Resumo

A jurubeba (*Solanum paniculatum* L.) é uma planta alimentícia não convencional, com poucos estudos realizados até o momento, é um fruto promissor e métodos de conservação são necessários para aumentar sua vida útil. O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da desidratação e torrefação dos frutos *in natura* na composição química, composição de ácidos graxos, perfil de triacilgliceróis, fenólicos totais e capacidade antioxidante. Foram obtidos três tratamentos: amostras *in natura* (frutos verdes); amostras desidratadas submetidas à secagem em estufa com circulação de ar forçada a 50 °C por 24 h; e amostras torradas, sendo utilizados os frutos desidratados, submetendo-os à mufla a 190 °C por 20 min. Foram encontrados 13 ácidos graxos, a porcentagem deles foi modificada pelo tratamento térmico, a torrefação teve um aumento de 9% na soma de ácidos graxos poliinsaturados. Os processos de desidratação e torrefação não alteram os triacilgliceróis da jurubeba, mas modificaram suas porcentagens e seu perfil, quando comparados à amostra *in natura*. A capacidade antioxidante (aumento de 140% e 807%) e compostos fenólicos totais (aumento de 14% e 86%) em relação à jurubeba *in natura*. A análise de PCA explicou 100% da variação na composição da amostra, sendo que PC1 explicou 72,7% e PC2 explicou 27,3% dos dados, avaliando o gráfico de PCA gerado observamos que não houve formação de grupos, ou seja, as amostras não apresentaram similaridade entre si. A jurubeba se mostrou um fruto promissora, incentivando futuras investigações sobre sua aplicação em novos produtos nas indústrias alimentícia e farmacêutica, que podem agregar valor a este fruto.

Palavras-chave: Processamento térmico; Ácidos graxos; Cromatografia gasosa; Espectrometria de massa; DPPH•.

1. Introdução

A jurubeba (*Solanum paniculatum* L.), também conhecida como “jurupeba”, “jubeba” ou “juna”, é denominada de planta alimentícia não convencional (PANC) comumente utilizada para fins culinários e na medicina popular [1]. As PANCs possuem uma ou mais partes comestíveis, sendo espontâneas ou cultivadas, nativas ou exóticas que não fazem parte do cardápio diário, e produções em sistemas convencionais de agricultura [2]. No Brasil, as PANCs ocupam áreas de vegetação nativa principalmente em comunidades, pequenos agricultores familiares, onde cultivam ou coletam uma grande diversidade de espécies para subsistência. O uso dessas espécies envolve não somente a escolha de um alimento saudável, mas está relacionado ao reconhecimento cultural, sustentável, ambiental e ao valor histórico dos alimentos regionais [3].

O fruto pertence à família *Solanaceae*, nativa do Brasil, e ocorre em outras regiões tropicais da América do Sul, como Paraguai, Bolívia e Argentina [4]. As plantas do gênero *Solanum* se destacam pelos seus principais fitoquímicos, como antioxidantes, esteroides, saponinas, alcaloides, ácidos graxos, glicosídeos e flavonoides, importantes metabólitos secundários para as defesas naturais das plantas [5]. Devido à relevância dos fitoquímicos farmacológicos, essas plantas estão no topo da lista dos principais herbários brasileiros [1].

Alguns compostos bioativos com atividade antioxidante presentes na jurubeba, como as poliaminas, apresentam propriedades benéficas à saúde, pois podem combater doenças cardiovasculares e cancerígenas [6]. Além disso, o uso terapêutico da jurubeba também se aplica a diabetes, tosse, anemia, doenças inflamatórias e hepáticas, atribuído principalmente à sua capacidade antioxidante e altas concentrações de compostos fenólicos [7].

A composição lipídica desses vegetais também é de extrema importância, podendo favorecer a saúde humana. O principal componente da fração lipídica dos vegetais são os triglicerídeos, eles são constituídos por ácidos graxos saturados e insaturados sendo poliinsaturados e monoinsaturados, e seus benefícios dependem de suas concentrações [8]. Dentre os poliinsaturados, destacam-se os ácidos graxos estritamente essenciais, como o ácido α-linolênico (Ln, 18:3n-3) da família ômega-3 e o ácido linoleico (L, 18:2n-6) da família ômega-6, precursores dos ácidos graxos essenciais, ácido eicosapentaenóico (EPA), ácido docosahexaenóico (DHA) e ácido araquidônico (AA) responsáveis pelo desenvolvimento e manutenção do sistema nervoso e visual [9].

Os frutos verdes da jurubeba são consumidos principalmente cozidos ou em forma de conservas após aplicação de tratamento térmico adequado [10]. O tratamento térmico é a principal causa de alterações no teor de antioxidantes naturais nos alimentos [11]. Para a jurubeba em conserva, é relatado que o processo de cozimento não causa aumento no teor de

carotenoides e flavonoides em comparação aos frutos crus, mas causa aumento no teor de fenóis [12]. Dessa forma, é possível aplicar outros tratamentos térmicos para aumentar o prazo de validade, favorecendo o aumento de compostos antioxidantes.

Dentre os tratamentos térmicos que podem ser aplicados está a secagem, operação de remoção de água (desidratação) de uma porção de alimento sólido, por meio de uma técnica de vaporização térmica a uma temperatura inferior à temperatura de ebulição da água [13]. O tratamento de desidratação oferece inúmeras vantagens como aumento do prazo de validade, concentração de nutrientes, redução de perdas pós-colheita, facilidade de transporte e comercialização [14]. Outro tratamento térmico que pode ser aplicado é a torrefação, operação de remoção de água que está associada a alterações químicas na composição de carboidratos, lipídios, proteínas e na concentração de minerais, utilizando altas temperaturas, conhecida como reação de pirólise [15].

Nos últimos anos, têm sido aplicados temas como: alcaloides 3-aminofurostano de raízes de *Solanum paniculatum* L. [16], estudos sobre a capacidade leishmanicida e citotóxica da jurubeba e outras plantas [17], além disso, as plantas do gênero *Solanum* têm atraído grande interesse dos pesquisadores, devido à presença de compostos bioativos e atividade antioxidante [18, 19]. Entretanto, os autores desconhecem estudos nos quais foi avaliada a influência de tratamentos térmicos na jurubeba, avaliando seu perfil lipídico e capacidade antioxidante *in vitro*. Com base nas considerações acima, este estudo teve como objetivo aplicar o tratamento de desidratação e torrefação na jurubeba *in natura* e avaliar a influência na composição centesimal, composição de ácidos graxos, perfil de triacilgliceróis, teor de fenólicos totais e capacidade antioxidante.

2. Materiais e métodos

2.1. Reagentes e produtos químicos

2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH$^{\bullet}$), ácido 6-hidroxi-2,5,7,8-tetrametilcromano-2-carboxílico (Trolox), ácido gálico, reagente fenol Folin-Ciocalteu, clorofórmio, metanol e n-heptano foram adquiridos da Millipore Sigma (Darmstadt, Alemanha). Cloreto de potássio, acetato de sódio, carbonato de sódio e cloreto de alumínio foram adquiridos da Dinâmica (São Paulo, Brasil). Cloreto de sódio foi adquirido da Synth (São Paulo, Brasil). Hidróxido de sódio, cloreto de amônio e ácido sulfúrico (todos de grau analítico) foram adquiridos da Dinâmica (São Paulo, Brasil). Metanol e clorofórmio (grau de cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC)) foram adquiridos da JT Baker® (Philipsburg, EUA) e da Riedel-de Haën (Seelze, Baixa Saxônia, Alemanha), respectivamente. Formiato de amônio (97%) foi adquirido da Sigma-Aldrich (Darmstadt, Alemanha). Uma mistura de ésteres metílicos de ácidos graxos

(EMAGs, 189-19) (≥ 98%, pureza) foi usada como padrão para identificação de ácidos graxos adquiridos da Sigma-Aldrich (Saint Louis, EUA).

2.2. Amostragem

Os frutos verdes de jurubeba (*Solanum paniculatum* L.) foram coletados em abril de 2020 em área rural (23° 22′39.3″S, 53° 37′19.9″W) no município de Icaraíma, Paraná, Brasil. O material vegetal contendo as inflorescências foi utilizado para confecção de um exemplar-testemunho, identificado pela professora Dra. Lilian Auler Mentz (Universidade Federal do Rio Grande do Sul) e armazenado no Herbário da Universidade Estadual de Maringá (HUEM) sob o número de registro 36061 (HUEM000027077) (http://splink.org.br/). Foram obtidos 5 kg de frutos no estágio de maturação verde, as amostras foram lavadas em água corrente, a sanitização foi realizada com hipoclorito de sódio a 200 ppm por 15 min e lavadas em água corrente e seguidos para o preparação das amostras.

2.3. Preparação da amostras

Foram obtidos três tratamentos: Para as amostras *in natura* (JUIN) foram utilizados frutos verdes intereiros, selecionados, limpos e higienizados. Para as amostras desidratadas (JUD) foram utilizados frutos *in natura* que foram higienizados, em seguida, foram submetidos à secagem em estufa de circulação forçada de ar (Sterilifer SX 1.3 DTME, Diadema, São Paulo, Brasil) a 50 °C por 24 h. Para as amostras torradas (JUT) foram utilizados frutos desidratados, submetendo-os à mufla de torrefação (Quimis Q318M24, Diadema, São Paulo, Brasil) a 190 °C por 20 min. As amostras foram embaladas em saco plástico de polietileno e armazenadas em freezer (− 18 °C) até a realização das análises.

2.4. Avaliação da composição centesimal

As análises foram realizadas segundo *Association of Official Analytical Chemists* (2005) [20] sendo umidade (método 934.01), cinzas (método 942.05), proteína (método 990.03), fibra bruta (993.21) e carboidrato (por diferença). Todas as análises foram realizadas em triplicata.

2.5. Extração e metilação de lipídios

A extração foi realizada conforme Bligh e Dyer [21], com reduções proporcionais na quantidade de amostra e solventes. Na primeira etapa, foram pesados aproximadamente 15,0 g de amostra e adicionados 15,0 mL de clorofórmio e 30,0 mL de metanol, em seguida a mistura foi homogeneizada por 5 min em agitador magnético (Fisatommod: 653, Brasil). Na sequência foram adicionados 15,0 mL de clorofórmio e a mistura foi agitada novamente por 2 min, além

disso foram adicionados 15,0 mL de água à mistura para formar a separação de duas fases. A mistura foi agitada por mais 5 min, a amostra foi filtrada em funil de Büchner utilizando papel de filtro (Whatman nº 1) sob vácuo e o filtrado foi transferido para funil de separação. Após a separação, a fase orgânica (inferior) foi coletada em um balão de fundo plano de 250 mL (LaborGlas Brasil, Schott Duran, Alemanha) e o solvente foi evaporado em um evaporador rotativo (Fisatommod: 802, Brasil). A extração foi utilizada para determinação de lipídios totais. Posteriormente, amostras de lipídios foram coletadas e mantidas a -18 °C em um freezer até a realização das análises. Para obtenção dos ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAGs) foram preparados por "Metilação de Lipídios Totais" de acordo com a metodologia proposta pela *International Organization for Standardization* (ISO) n.º 5509 [22] e posteriormente analisados em cromatógrafo gasoso com detector de ionização de chama.

2.6. Composição de ácidos graxos (AGs)

A análise cromatográfica foi realizada em um cromatógrafo a gás Schimadzu GC-2010 Plus equipado com um detector de ionização de chama (DIC), injetor *split/splitless* e coluna capilar de sílica fundida CP-7420 (Select FAME, 100,0 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno e filme de cianopropil de 0,25 mm como fase estacionária). Os parâmetros operacionais utilizados foram temperatura do forno programada para iniciar em 165 °C, depois uma rampa de aquecimento de 4 °C min^{-1} , aumentando para 185 °C, mantendo ácido por 3 min. Após uma rampa de aquecimento de 6 °C min^{-1} , aumentando para 235 °C, mantida por 2,67 min, para um tempo total de análise de 26 min. As temperaturas do injetor e do detector foram mantidas em 230 e 250 °C, respectivamente. Os fluxos de gás foram de 1,2 mL min^{-1} para gás de arraste hidrogênio (H_2), 30,0 mL min^{-1} para gás *make up* nitrogênio (N_2) e em DIC 30,0 e 300,0 mL min^{-1} de gás hidrogênio (H_2) e ar sintético, respectivamente. As amostras foram injetadas no modo split, com uma proporção de 1:40. O volume de injeção foi de 1,0 µL. Os ésteres metílicos de ácidos graxos foram identificados pela comparação do tempo de retenção das amostras e dos componentes padrão (mistura padrão EMAGs, C4-C24, Saint Louis, EUA, Sigma-Aldrich).

2.7. Análise do perfil de triacilglicerol (TAG)

Os lipídios das amostras foram preparados de acordo com da Silveira *et al*. [23], aproximadamente 50,0 µL de lipídios foram adicionados a 950,0 µL de clorofórmio. Em seguida, 5,0 µL desta solução foram adicionados a uma solução de metanol/clorofórmio de 1,0 mL com uma proporção de 9:1 (v/v). Para obter os adutos de amônio, $[TAG + NH_4]^+$, 20,0 µL de formiato de amônio 0,10 mol L^{-1} preparado em metanol foi adicionado à solução final. As

soluções preparadas foram infundidas diretamente em um espectrômetro de massas triplo quadrupolo Xevo TQ-D™ (Waters, Milford, Massachusetts, EUA), equipado com uma fonte de ionização por eletrospray Z spray™ operando em modo positivo (ESI+), a uma vazão de 50 µL min^{-1}, com as seguintes condições: vazão de gás de dessolvatação (450 L h^{-1}), temperatura da fonte (130 °C), temperatura de dessolvatação (200 °C), tensão capilar e cone (20:00 kV e 3,00 V respectivamente) de acordo com da Silveira *et al*. [23]. O perfil de TAG das amostras lipídicas foi avaliado na faixa *m/z* 500–1100. Os resultados obtidos foram determinados usando o software MassLynx™.

2.8. Atribuição e estimativa de TAG

Os TAGs foram atribuídos e estimados (%) através da Plataforma LAMES, com base no algoritmo matemático que descreve a distribuição de AGs em moléculas de TAGs usando a porcentagem de AG determinada por CG-DIC [24]. Com o banco de dados Lipid maps®, foi possível encontrar uma fórmula molecular para os TAGs. Os dados foram expressos (%) de acordo com Alves *et al*. [25].

2.9. Preparação do extrato para análise antioxidante

Para obtenção do extrato, os amostras submetidas a tratamentos foram processados em misturador (Philips, Walita, São Paulo, Brasil), e preparados conforme Miamoto *et al*. [26], sob condições otimizadas para extração de compostos bioativos. Foi utilizado como solvente extrator uma solução de etanol a 70% na concentração de 10% (p/v) de amostra. A extração foi realizada em banho ultrassônico (ELMA, Elmasonic P, São Paulo, Brasil) trabalhando a 80 kHz de frequência e temperatura de 30 °C por 30 min. O extrato obtido foi filtrado em papel de filtro (Whatman n° 3) e então colocado em um frasco âmbar e armazenado em freezer (− 18 °C) para análises de Compostos Fenólicos Totais e $DPPH^{\bullet}$.

2.10. Compostos Fenólicos Totais (CFT)

O conteúdo fenólico foi determinado utilizando o reagente Folin-Ciocalteu segundo o método descrito por Singleton & Rossi [27] com modificações. Foi utilizado um comprimento de onda (λ) de 725 nm através de um espectrofotômetro UV-Vis (Genesys 10-S, Madison, EUA). O conteúdo fenólico foi calculado utilizando uma curva padrão preparada a partir de soluções aquosas de ácido gálico (0,01–0,4 mg mL^{-1}) e os resultados foram expressos em mg equivalente de ácido gálico (EAG) por 100 g^{-1} de amostra.

2.11. Ensaio de $DPPH^{\bullet}$

O ensaio da capacidade antioxidante (DPPH•) foi realizado de acordo com Rodrigues *et al*. [28], o comprimento de onda (λ) de 517 nm foi utilizado para leitura em um espectrofotômetro UV-Vis (Genesys 10-S, Madison, EUA). Para o cálculo da capacidade antioxidante, foi utilizada uma curva padrão com Trolox (0–0,3 mg mL^{-1}). O resultado é expresso em μmol equivalente de Trolox (ET) g^{-1} de amostra.

2.12. Análise estatística

Os resultados foram expressos como média ± desvio padrão de três repetições. Os dados de todas as respostas foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey com 95% de confiança ($p < 0,05$), utilizando os softwares R versão 3.1.6 e Rstudio versão 1.4.1106, este teste foi utilizado para avaliar a diferença estatística entre os dados. Nos dados de composição de ácidos graxos, e ensaios antioxidantes, foram submetidos a uma técnica de exploração multivariada, a técnica escolhida foi a análise de componentes principais (PCA), sendo realizada no software Rstudio versão 1.4.1106. A análise de PCA foi realizada utilizando os pacotes de dados factoextra e factominer com pacotes adicionais ggplot2.

3. Resultados e discussão

3.1. Composição centesimal

A Tabela 1 mostra os resultados da composição centesimal da jurubeba em diferentes tratamentos térmicos e amostra *in natura*. Os valores (g por 100 g de peso úmido) seguiram as seguintes faixas: umidade (1,36–74,24); cinzas (1,38–5,59), proteínas (4,37–12,44), lipídios (0,89–5,79), fibra bruta (11,44–51,59) e carboidratos (7,69–24,86). Conceitualmente, PANCs como *Solanum paniculatum* L. são consideradas ricas em fibras, antioxidantes e proteínas, superiores às fontes vegetais convencionais [29].

Tabela 1. Composição centesimal (g por 100 g de peso úmido) da jurubeba em diferentes tratamentos térmicos e amostra *in natura.*

PARÂMETROS	TRATAMENTOS		
	JUIN	JUD	JUT
Umidade	$74,24±0,28^{a}$	$9,47±0,03^{b}$	$1,36±0,07^{c}$
Cinzas	$1,38±0,09^{c}$	$5,20±0,17^{a}$	$5,59±0,08^{b}$
Proteínas	$4,37±0,05^{b}$	$12,10±0,50^{a}$	$12,44±0,65^{a}$
Lipídios	$0,89±0,20^{c}$	$3,04±0,09^{b}$	$5,79±0,71^{a}$
Fibra Bruta	$11,44±0,81^{a}$	$45,09±3,75^{b}$	$51,59±3,21^{b}$
Carboidratos	$7,69±0,85^{a}$	$24,86±3,62^{b}$	$22,93±4,16^{b}$

Resultados expressos como média ± desvio padrão de triplicata. Valores com letras diferentes na mesma linha são significativamente diferentes ($p < 0,05$) pelo teste de Tukey. Tratamentos: JUIN - Jurubeba *in natura*; JUD - Jurubeba desidratada; JUT - Jurubeba torrada.

Os diferentes tratamentos térmicos afetaram ($p < 0,05$) a umidade, cinzas, lipídios, fibras e carboidratos, mas não alteraram significativamente o teor de proteína, fibra e carboidrato entre as amostras de jurubeba desidratada (JUD) e torrada (TJU). Os métodos de secagem provocaram a concentração da maioria dos compostos.

Os resultados obtidos sobre a composição química do JUIN em umidade (74,24 ± 0,28), teor de cinzas (1,38 ± 0,09), lipídios (0,89 ± 0,20), e carboidratos (7,69 ± 0,85). O teor de umidade da jurubeba avaliado por Siqueira *et al*. [30] ficou em torno de 72 g por 100 g, valor próximo ao medido em nosso estudo, e também assemelha-se ao trabalho de Nadeeshani *et al*. [31], que compararam os frutos da mesma espécie do presente estudo (*Solanum*), com quantidades de umidade (80,0 ± 5,41), cinzas (0,99 ± 0,04), lipídios (0,70 ± 0,03) e carboidratos (8,67 ± 0,08), respectivamente no fruto *Solanum torvum* Sw. As variações entre os estudos referenciados podem ser explicadas por influências genéticas e ambientais, diferenças nos procedimentos de extração e partes dos frutos utilizados para a análise de sua composição centesimal.

Além disso, a umidade da amostra JUD (9,47 ± 0,03) é semelhante ao trabalho de Guine *et al*. [32], que secou *Solanum melongena* L. em diferentes temperaturas (50, 60, 70 e 80 °C) e concluiu que a 50 °C o fruto apresentou teor de umidade de 7,47 ± 0,64. No estudo comparativo, a amostra foi deixada para secar por 6 h, enquanto a JUD permaneceu por 24 h. Este resultado para a umidade se deve ao fato das amostras de *Solanum melongena* L. estarem expostas em fatias, facilitando assim a evaporação da água, enquanto no presente trabalho foi realizada a secagem no fruto inteiro.

Semelhante ao JUD, processo de desidratação em estufa com ventilação forçada, Tun *et al*. [33] investigaram as condições ideais para secagem de café moído em diferentes processos e observaram que a composição química do café também foi alterada durante o processo de secagem em estufa. Além disso, foi possível verificar a redução da umidade da amostra com o tempo de secagem em estufa para diferentes espessuras de amostra, indicando o fato de que a evaporação de água do produto e a transferência de massa para o ar de secagem foram ótimas e revelaram alterações na composição de vários componentes químicos.

A amostra JUT com umidade de 1,36 ± 0,07, quando comparada ao trabalho de Shi *et al*. [34], que estudou a torra de amendoim, encontrou umidade de 1,60 g por 100 g para as amostras torradas a 204 °C; os autores também relatam que em uma matriz alimentar, o teor de umidade é um fator crítico que influencia a taxa de inúmeras reações químicas e físicas, como escurecimento de Maillard, oxidação lipídica, danos à microestrutura e pode estar relacionado a outras propriedades químicas e de textura.

Um aumento na concentração de proteína foi notável após a desidratação (JUD-12,10 ± 0,50) e torrefação (JUT-12,44 ± 0,65), quando comparado o fruto *in natura* (JUIN-4,37 ± 0,05) ($p < 0,05$, Tabela 1). O aumento da concentração de proteína está associado à secagem. O pouco aumento entre a JUD e JUT pode ser explicado pela formação de componentes voláteis de nitrogênio durante o processo de torrefação, o que pode ter afetado os resultados da análise de proteínas pelo método Kjeldahl [35].

3.2. Composição de ácidos graxos

Os resultados da composição de ácidos graxos em jurubeba em diferentes tratamentos térmicos, *in natura*, desidratada e torrada estão descritos na Tabela 2. É possível observar que um total de 13 ácidos graxos foram encontrados nas amostras.

Tabela 2. Composição de ácidos graxos (%) da jurubeba (*Solanum paniculatum* L.) em diferentes tratamentos térmicos e amostra *in natura*.

Composição de Ácidos Graxos (%)	TRATAMENTOS		
	JUIN	JUD	JUT
14:0 (Ácido mirístico)	0,38±0,10^{a}	0,24±0,01^{ab}	0,17±0,03^{a}
16:0 (Ácido palmítico)	14,72±0,45^{b}	15,72±0,16^{a}	11,30±0,23^{c}
16:1n-7 (Ácido palmitoleico)	1,40±0,08^{a}	1,06±0,01^{b}	1,29±0,03^{a}
17:0 (Ácido margárico)	0,16±0,01^{b}	0,21±0,00^{a}	0,09±0,00^{c}
17:1n-9 (Ácido 8-heptadecenoico)	0,07±0,01^{a}	0,06±0,00^{a}	0,07±0,01^{a}
18:0 (Ácido Esteárico)	2,95±0,32^{b}	4,26±0,01^{a}	2,99±0,01^{b}
18:1n-9 (Ácido oleico)	15,31±0,16^{b}	16,47±0,52^{a}	15,18±0,00^{b}
18:1n-7 (Ácido Vacênico)	2,12±0,08^{b}	2,33±0,05^{a}	2,29±0,04^{a}
18:2n-6 (Ácido linoleico)	59,15±0,07^{b}	55,54±0,37^{c}	64,36±0,49^{a}
20:0 (Ácido araquídico)	2,99±0,09^{a}	2,68±0,19^{a}	1,73±0,11^{b}
18:3n-3 (Ácido α-linolênico)	0,25±0,05^{b}	0,41±0,05^{a}	0,21±0,00^{b}
22:0 (Ácido behênico)	0,27±0,11^{b}	0,48±0,01^{a}	0,16±0,02^{b}
24:0 (Ácido lignocérico)	0,24±0,06^{b}	0,53±0,02^{a}	0,15±0,02^{b}
Σ AGS (Ácidos graxos saturados)	21,71±0,15^{b}	24,12±0,04^{a}	16,29±0,59^{c}
Σ AGMI (Ácidos graxos monoinsaturados)	18,90±0,16^{b}	19,93±0,46^{a}	18,83±0,11^{b}
Σ AGPI (Ácidos graxos poliinsaturados)	59,40±0,02^{b}	55,95±0,42^{c}	64,57±0,70^{a}

Resultados expressos como média ± desvio padrão de triplicata,Valores com letras diferentes na mesma linha são significativamente diferentes ($p < 0,05$) pelo teste de Tukey. Tratamentos: JUIN - Jurubeba *in natura*; JUD - Jurubeba desidratada; JUT - Jurubeba torrada.

Os ácidos graxos são fontes de energia e componentes de membrana, tendo diferentes atividades biológicas que influenciam a saúde e o bem-estar do organismo. Os resultados para

frutos *in natura* são semelhantes a um estudo conduzido por Ramadan *et al*. [36], que analisou a composição em ácidos graxos em sementes da família *Solanaceae*, e o estudo mantém uma concordância quanto ao nível relativamente alto de ácidos poliinsaturados (AGPI) encontrado no presente trabalho.

O ácido linoleico (L 18:2n-6) foi o principal ácido graxo em todas as amostras, variando de 55,54–64,36% com diferença significativa entre as amostras ($p < 0,05$). Esses valores são similares ao estudo realizado em sementes de Nicotianeae, da mesma família da jurubeba (*Solanaceae*), e estas também apresentaram ácido linoleico em maior concentração, representando 58,8–79,8% do total de ácidos graxos [37].

Estudos relatam que o ácido linoleico (L 18:2n-6) pode trazer benefícios à saúde cardiovascular [38]. Além disso, o ácido linolênico (Ln 18:3n-3) e o ácido linoleico (L 18:2n-6), que estavam presentes nos frutos da jurubeba, desempenham um papel importante nas membranas celulares e no funcionamento fisiológico do organismo, e como são ácidos graxos estritamente essenciais, ou seja, não são produzidos endogenamente, devem ser obtidos da dieta [39]. Por meio desses ácidos graxos estritamente essenciais, outros ácidos graxos podem ser produzidos por vias metabólicas, os ácidos graxos essenciais, ácido eicosapentaenóico (EPA), ácido docosahexaenóico (DHA) e ácido araquidônico (AA) [40], observamos que, mesmo após o processo de torra, os ácidos linoleico e linolênico são preservados, mantendo assim os importantes benefícios que esses compostos oferecem à saúde.

Outro estudo realizado com sementes da família *Solanaceae*, realizado por Ramadan *et al*. [36], determinou os ácidos graxos de quatro espécies de *Datura* (*D. stramonium, D. metel, D. tatula, D. innoxia*) e duas espécies de *Hyoscyamus* (*H. muticus, H. niger*). Eles descobriram que todas as sementes tinham o AG linoleico (L 18:2n-6) como o principal ácido graxo, seguido pelo oleico (O 18:1n-9), palmítico (P 16:0) e esteárico (S 18:0), com a mesma sequência de ácidos graxos, foi determinado em todos os frutos, mesmo após o processo de desidratação e torrefação.

Em nosso estudo, os ácidos oleico (18:1n-9) e palmítico (16:0) estavam presentes nas amostras, variando de 15,18–16,47% e 11,30–15,72%, respectivamente. Outros ácidos graxos que foram detectados em menores concentrações, como: ácido esteárico (18:0), araquídico (20:0), vacênico (18:1n-7), palmitoleico (16:1n-7), mirístico (14:0), behênico (22:0), linolênico (18:3n-3), lignocérico (24:0), margárico (17:0) e 8-heptadecenoico (17:1n-9).

Conforme pode ser observado na Tabela 2, após o processo de desidratação e torrefação, a composição de ácidos graxos apresentou diferenças, como ácido palmítico, margárico, vacênico, linoleico e araquídico. O estudo de Juhaimi *et al*. [41], em sementes de damasco, mostrou que o processo de torrefação modificou o perfil de ácidos graxos, em comparação às

amostras *in natura*. Em outro estudo de Ahmed *et al*. [42], observou-se que a torrefação aumentou os valores dos ácidos vacênico e linoleico e diminuiu os ácidos palmítico, margárico e araquídico, reforçando os encontrados no presente estudo.

Outro estudo realizado com amotras de café verde e torrado constatou que houve diferença significativa na quantidade de ácidos graxos em função do processo de torra. Os autores também constataram que o teor de ácido palmítico dos grãos torrados diminuiu em relação aos grãos crus, assim como o ácido linoleico aumentou de forma única após o processo de torra [43], corroborando assim com o presente estudo. Segundo Suri *et al*. [44], o aumento na quantidade de 18:2n-6 ocorre devido à alteração induzida na estrutura da parede celular, o que aumenta a porosidade e permite uma maior liberação desses compostos, reduzindo a viscosidade do óleo e aumentando a extração.

3.3. Perfil de triacilglicerol

O perfil de TAG está representada nas Tabelas 3 e 4. Os resultados foram obtidos na análise realizada por ESI–MS na faixa de *m/z* de 500 a 1100, podendo relacionar os TAGs encontrados nas amostras *in natura* (JUIN), e após os processos de desidratação (JUD) e torrefação (JUT), respectivamente.

Tabela 3. Intensidade relativa de íons TAG (%) determinada por ESI (+)-MS de jurubeba (*Solanum Paniculatum* L.) em diferentes tratamentos térmicos e amostra *in natura*

Fórmula molecular	**Taquigrafia**	**Ionização**	***m/z***	**TAG porcentagem (%)**		
				JUIN	**JUD**	**JUT**
$C_{55}H_{96}O_6$	52:5	$[M+NH_4]^+$	870	12.80	16.33	11.14
$C_{55}H_{98}O_6$	52:4	$[M+NH_4]^+$	872	74.92	85.59	65.99
$C_{55}H_{100}O_6$	52:3	$[M+NH_4]^+$	874	45.44	59.65	41.71
$C_{55}H_{102}O_6$	52:2	$[M+NH_4]^+$	876	23.35	33.33	21.21
$C_{55}H_{104}O_6$	52:1	$[M+NH_4]^+$	878	10.95	19.07	10.09
$C_{57}H_{96}O_6$	54:7	$[M+NH_4]^+$	894	10.10	12.33	7.25
$C_{57}H_{98}O_6$	54:6	$[M+NH_4]^+$	896	100.00	97.15	100.00
$C_{57}H_{100}O_6$	54:5	$[M+NH_4]^+$	898	90,18	100,00	91,71
$C_{57}H_{102}O_6$	54:4	$[M+NH_4]^+$	900	58,29	72,03	58,17
$C_{57}H_{104}O_6$	54:3	$[M+NH_4]^+$	902	34,77	43,57	34,45
$C_{57}H_{106}O_6$	54:2	$[M+NH_4]^+$	904	14,62	64,78	13,16
$C_{57}H_{108}O_6$	54:1	$[M+NH_4]^+$	906	5,43	40,85	5,95
$C_{58}H_{108}O_6$	55:2	$[M+NH_4]^+$	918	6,20	9,65	5,23

$C_{58}H_{110}O_6$	55:1	$[M+NH_4]^+$	920	4,99	13,65	3,88
$C_{59}H_{106}O_6$	56:4	$[M+NH_4]^+$	928	4,87	63,42	6,96
$C_{59}H_{108}O_6$	56:3	$[M+NH_4]^+$	930	3,81	65,20	5,62
$C_{59}H_{110}O_6$	56:2	$[M+NH_4]^+$	932	2,77	46,43	3,60
$C_{59}H_{114}O_6$	56:0	$[M+NH_4]^+$	936	1,22	41,96	1,38

Taquigrafia simula o número de carbono:número de ligações duplas das três porções de ácidos graxos. Tratamentos: JUIN - Jurubeba *in natura*; JUD - Jurubeba desidratada; JUT - Jurubeba torrada.

Tabela 4. Intensidade relativa de íons TAG (%) determinada por ESI (+)-MS de jurubeba (*Solanum paniculatum* L.) em diferentes tratamentos térmicos e amostra *in natura* definidos pelo software LAMES.

Fórmula molecular	**Taquigrafia**	**Ionização**	***m/z***	**Atribuição de TAG**	**Estimativa TAG (%)**		
					JUIN	**JUD**	**JUT**
$C_{53}H_{98}O_6$	50:2	$[M+NH_4]^+$	842	PLP	4,369	4,768	2,772
$C_{53}H_{100}O_6$	50:1	$[M+NH_4]^+$	850	POP	1,131	1,406	-
$C_{55}H_{96}O_6$	52:5	$[M+NH_4]^+$	870	PoLL	1,650	1,183	1,817
$C_{55}H_{98}O_6$	52:4	$[M+NH_4]^+$	872	PLL	17,446	16,886	15,797
$C_{55}H_{98}O_6$	52:4	$[M+NH_4]^+$	872	PLVc	1,240	1,397	1,128
$C_{55}H_{100}O_6$	52:3	$[M+NH_4]^+$	874	PLO	9,033	9,961	7,457
$C_{55}H_{102}O_6$	52:2	$[M+NH_4]^+$	876	SLP	1,771	2,612	1,472
$C_{55}H_{102}O_6$	52:2	$[M+NH_4]^+$	876	POO	1,169	1,469	-
$C_{57}H_{98}O_6$	54:6	$[M+NH_4]^+$	896	LLL	23,222	19,933	30,009
$C_{55}H_{98}O_6$	54:6	$[M+NH_4]^+$	896	VcLL	2,475	2,474	3,215
$C_{57}H_{100}O_6$	54:5	$[M+NH_4]^+$	898	OLL	18,036	17,639	21,249
$C_{57}H_{100}O_6$	54:5	$[M+NH_4]^+$	898	OLVc	1,282	1,459	1,518
$C_{57}H_{102}O_6$	54:4	$[M+NH_4]^+$	900	OLO	4,669	5,203	5,015
$C_{57}H_{102}O_6$	54:4	$[M+NH_4]^+$	900	SLL	3,536	4,625	4,194
$C_{57}H_{104}O_6$	54:3	$[M+NH_4]^+$	902	SLO	1,831	2,728	1,980
$C_{57}H_{106}O_6$	54:2	$[M+NH_4]^+$	904	ALP	1,771	-	-
$C_{57}H_{106}O_6$	54:2	$[M+NH_4]^+$	904	PLA	-	1,640	-
$C_{59}H_{106}O_6$	56:4	$[M+NH_4]^+$	928	ALL	3,536	2,904	2,377
$C_{59}H_{108}O_6$	56:3	$[M+NH_4]^+$	930	ALO	1,831	1,713	-

Taquigrafia simula o número de carbono:número de ligações duplas das três porções de ácidos graxos. P: ácido palmítico (16:0); Po: ácido palmitoleico (16:1n-7); S: ácido esteárico (18:0); O: ácido oleico (18:1n-9); Vc: ácido vaccénico (18:1n-7); L: ácido linoleico (18:2n-6); A: ácido araquídico (20:0). Tratamentos: JUIN - Jurubeba *in natura*; JUD - Jurubeba desidratada; JUT - Jurubeba torrada.

O banco de dados Lipid Maps® forneceu dados de que na região *m/z* 842–930 podem ser encontrados triacilgliceróis (TAG). Através da Tabela 3 pode-se notar que os íons mais

intensos foram detectados na região próxima a m⁄z 896 para as amostras *in natura* (JUIN) e torradas (JUT), o que corrobora com o obtido pela determinação da intensidade dos íons relativos ao TAG (%) presente na Tabela 4, determinada pela plataforma LAMES. Já para a amostra desidratada (JUD), observou-se através da Tabela 3 que a maior intensidade foi obtida na região de 898 m⁄z. O perfil de TAG para as amostras JUIN e JUT não difere, a amostra JUD apresenta um perfil de TAG diferente das demais, isso se deve a fatores como a remoção de água, exposição a alta temperatura e eficiência de extração na amostra com características químicas próprias, obtidas pelos tratamentos.

A Tabela 4 apresenta 13 relações massa/carga (*m⁄z*) com seus possíveis TAGs, que foram determinados na região de *m⁄z* 842 a 930. A Plataforma LAMES, utilizada, foi desenvolvida para a configuração de seleção aleatória de TAGs para óleos vegetais. A utilização da Plataforma LAMES para análise de TAGs de jurubeba mostra confiabilidade pela utilização de uma amostra vegetal e sua similaridade na composição química a outros óleos vegetais já estudados e consolidados na literatura, tudo isso através de um modelo de distribuição 1,2,3-aleatório que tenta estimar a porcentagem molar de TAGs de uma amostra através da concentração de ácidos graxos presentes na amostra [24].

As maiores estimativas de triacilglicerol foram apresentadas com o íon mais intenso de *m⁄z* 896 $[M+ NH_4]^+$ LLL, correspondendo a 23,222% em JUIN, 19,933% em JUD e 30,009% em JUT, seguido pelo íon com *m⁄z* 898 $[M+ NH_4]^+$ OLL sendo 18,036 em JUIN, 17,639% em JUD e 21,249% em JUT; *m⁄z* 872 $[M+ NH_4]^+$ PLL sendo 17,446% em JUIN; 16,886% em JUD e 15,797% em JUT. O íon com *m⁄z* 874 $[M+ NH_4]^+$ PLO, a composição correspondendo a 9,033% em JUIN, 9,962% em JUD e 7,457% em JUT.

Observou-se que o ácido linoleico (18:2n-6) esteve presente em todos os TAGs mais abundantes, seguido do ácido oleico (18:1n-9) e do ácido palmítico (16:0), corroborando os resultados apresentados na Tabela 2, que também mostra esses ácidos graxos como mais abundantes. Os resultados obtidos se assemelha com o estudo do óleo obtido do fruto *Lycium europaeum*, da mesma família da jurubeba (*Solanaceae*) que também mostrou esses triglicerídeos como os principais apresentando LLL (39,87%) e LLU/PLL (39,43%) [45].

Os TAGs com ácido palmítico e ácido araquídico em suas moléculas apresentaram diminuição com o processo de torra em comparação à jurubeba *in natura*, o que está de acordo com a Tabela 2, que também apresentou redução na composição de ácidos graxos em comparação ao ácido palmítico e araquídico após a torra.

3.4. Determinação da capacidade antioxidante e compostos fenólicos totais

A Tabela 5 apresenta os resultados obtidos para os ensaios de capacidade antioxidante

do DPPH• e compostos fenólicos totais.

Tabela 5. Determinação da capacidade antioxidante (μmol de Trolox g $^{-1}$) e compostos fenólicos totais (mg EAG 100 g $^{-1}$) de jurubeba (*Solanum paniculatum* L .) em diferentes tratamentos térmicos e amostra *in natura.*

	Tratamentos		
Parâmetros	**JUIN**	**JUD**	**JUT**
DPPH•	63,30±3,60^{c}	152,07±1,65^{b}	574,50±1,10^{a}
CFT	205,00±3,30^{c}	234,57±3,87^{b}	381,95±3,54^{a}

Resultados expressos como média ± desvio padrão de triplicata. Valores com letras diferentes na mesma linha são significativamente diferentes (p < 0,05) pelo teste de Tukey. DPPH• (capacidade antioxidante), CFT (compostos fenólicos totais). Tratamentos: JUIN - Jurubeba *in natura*; JUD - Jurubeba desidratada; JUT - Jurubeba torrada.

De modo geral, houve influência da aplicação de diferentes tratamentos térmicos nas amostras de jurubeba (p < 0,05, Tabela 5), uma vez que a desidratação e a torrefação aumentaram tanto a capacidade antioxidante quanto os compostos fenólicos totais, devido à concentração dos compostos (remoção de água). Aumentos significativos são verificados na Tabela 5, na capacidade antioxidante a JUD teve um aumento de 140% e JUT aumento de 807% em relação à amostra JUIN, similarmente ao CFT a JUD teve um aumento de 14% e JUT aumento de 86% em relação à amostra JUIN. O aumento do teor de CFT nas amostras desidratadas e torradas, em comparação às amostras *in natura* também é justificado pelo processo térmico aplicado, que facilita a separação desses compostos fenólicos que estão ligados a estruturas como tecidos vegetais, compostos polissacarídeos e oligossacarídeos, tornando-se disponíveis após o tratamento térmico [46], portanto o aumento da capacidade antioxidante está relacionado ao aumento e disponibilidade dos CFT.

Além disso, Ko *et al*. [47], investigaram a relação entre a composição química e a capacidade antioxidante do extrato de casca de *Citrus unshiu* torrado sob várias condições de torra (100–155 °C) e descobriram que o conteúdo de CFT e capacidade antioxidantes no extrato aumentaram com o aumento da temperatura de torra, e o maior efeito foi observado a 155 °C.

Segundo Muñoz *et al*. [48], em seu estudo avaliando a capacidade antioxidante e compostos fenólicos em café verde e torrado, observa-se um aumento na concentração de fenólicos e capacidade antioxidante nas amostras torradas, corroborando os resultados do presente estudo, porém ao estudar os compostos fenólicos individuais, alguns compostos durante o processo térmico podem ser degradados devido às altas temperaturas de torra, neste estudo foi utilizada uma temperatura de 190 °C, temperatura média utilizada na torra de café. O processo de secagem em frutos pode aumentar a concentração de compostos bioativos, prolongando a vida útil e permitindo um armazenamento mais prolongado [49].

3.5. Análise de componentes principais (PCA)

A análise de PCA foi realizada para amostras *in natura*, desidratadas e torradas, incluindo assim dados sobre composição de ácidos graxos, CFT e capacidade antioxidante, para obter mais informações sobre os dados e entender a relação entre as variáveis e as amostras. A análise de PCA é uma técnica que permite o reconhecimento de padrões não supervisionados de análise multivariada e com isso é possível agrupar os dados de um espaço dimensional mais alto para um espaço mais baixo com menos componentes principais, que podem ser usados posteriormente para visualizar a estrutura dos dados sem perda de informação.

Assim, para observar a similaridade da composição de ácidos graxos e da capacidade antioxidante das amostras, foi realizada a análise de PCA, sendo obtidos dois componentes principais PC1 e PC2, que explicaram 72,7% e 27,3%, respectivamente, ou seja, 100% dos dados foram explicados pela análise de PCA, as variáveis são representadas como cargas enquanto as amostras são representadas como *scores*, isso é demonstrado na Fig. 1.

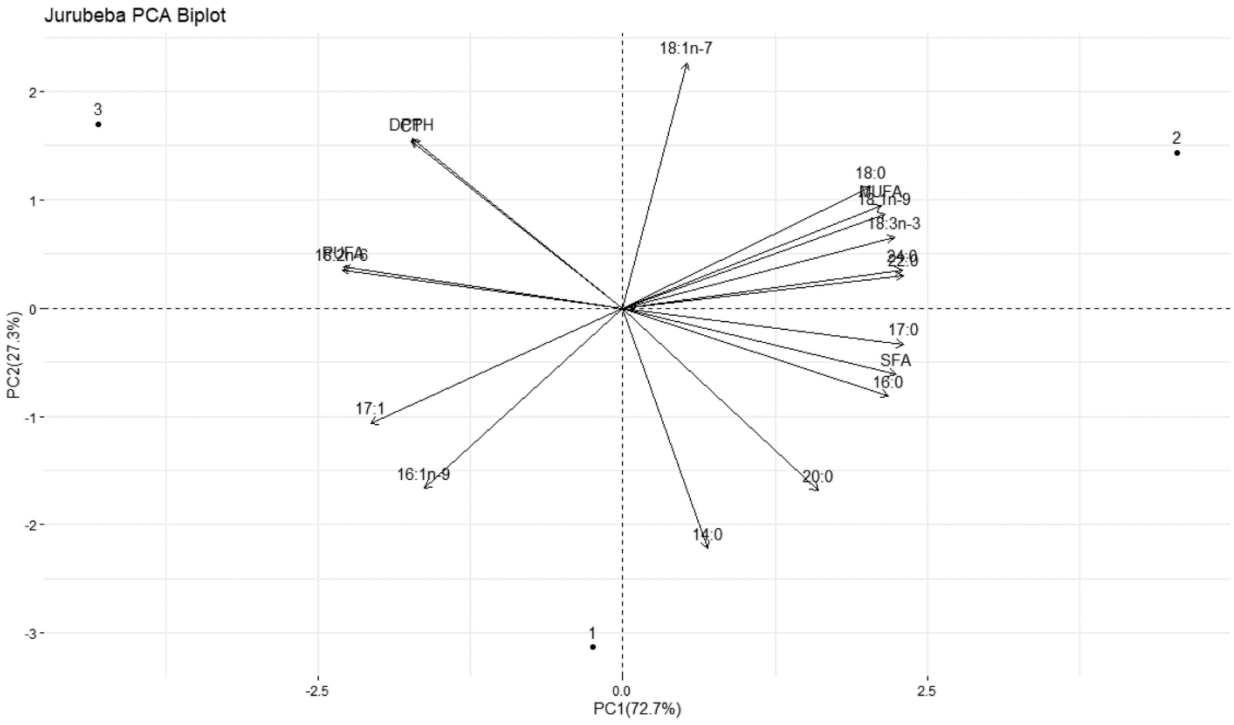

Fig. 1. Composição do PCA Biplot de ácidos graxos, capacidade antioxidante e compostos fenólicos totais das amostras. 1 - Jurubeba *in natura*; 2 - Jurubeba desidratada; 3 - Jurubeba torrada.

PC1 corresponde à maior variabilidade das amostras, pois este componente explica 72,7% da variação, as variáveis à direita de PC1, como 14:0 e 18:1n-7, contribuem positivamente para PC1, enquanto as variáveis à esquerda contribuem negativamente, como exemplo temos 16:1n-9 e $DPPH^{\bullet}$.

Pode-se observar que os *scores* (amostras) não apresentaram similaridade entre si, corroborando com a análise de antioxidantes, compostos fenólicos e composição em ácidos graxos.

Todas as cargas (variáveis) tiveram distância igual ao centro do gráfico, mostrando assim que todas as variáveis tiveram a mesma significância ao expressar o PCA. Os ΣAGPI, DPPH•, CFT e 18:2n-6 estão mais próximos da amostra torrada, isso porque essas variáveis têm maior valor na amostra torrada. A amostra *in natura* possui variáveis (17:1n-9, 16:1n-9, 14:0, 20:0) para fornecer os maiores valores de pares para essa amostra, o mesmo ocorre para as variáveis da amostra desidratada (ΣAGMI, 18:0, 18:3n-3, 22:0 e 24:0) que tiveram valores mais próximos do gráfico, corroborando as análises dos ensaios de ácidos graxos e antioxidantes.

Dessa forma, podemos concluir que os tratamentos das amostras, *in natura*, desidratada e torrada, não apresentam similaridade em suas composições de ácidos graxos e capacidade antioxidante, isso é evidenciado na Fig. 1 e também nas Tabelas 2 e 5.

4. Conclusão

Os processos de secagem e torrefação concentraram a maior parte dos compostos químicos e aumentaram a capacidade antioxidante (aumento de 140% e 807%) e compostos fenólicos totais (aumento de 14% e 86%) em relação à jurubeba *in natura*. Foram determinados um total de 13 ácidos graxos nas amostras, com uma concentração de AGPI superior a 55%, esse resultado é relevante, pois esses ácidos graxos estão associados a benefícios à saúde. Os íons TAG com maior intensidade encontrados em ambas as amostras foram identificados entre as regiões de *m/z* 896–898, que são compostos principalmente por AGPI, o que condiz com os resultados obtidos na análise cromatográfica de ácidos graxos. Conclui-se que a amostra, mesmo após a realização dos tratamentos térmicos, apresentou como majoritário os mesmos ácidos graxos e TAGs e, além disso, todas continham o ácido graxo estritamente essencial linoleico (18:2n-6) como majoritário. A análise de PCA explicou 100% da variação da composição da amostra, sendo que PC1 explicou 72,7% e PC2 explicou 27,3% dos dados, avaliando o gráfico de PCA gerado observamos que não houve formação de grupos, ou seja, as amostras não apresentaram similaridade entre si, desta forma a análise de PCA corroborou com os resultados de ácidos graxos e antioxidantes que foram apresentados. Portanto, este estudo revela a jurubeba como um fruto promissor e incentiva futuras pesquisas a explorarem sua aplicação em novos produtos nas indústrias alimentícia e farmacêutica, o que pode agregar valor a este fruto, ainda pouco explorado no mercado e nas pesquisas. Ressalta-se também a importância das PANCs e dos processos industriais que podem ser aplicados para o desenvolvimento de ingredientes funcionais.

5. Referências

[1] N. Teixeira, J.C.S. Melo, L.F. Batista, J. Paula-Souza, P. Fronza, M.G.L. Brandão, Edible fruits from Brazilian biodiversity: A review on their sensorial characteristics versus bioactivity as tool to select research, Food Res. Int. 119 (2019) 325–348. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.01.058.

[2] A.C. Tuler, A.L. Peixoto, N.C.B. da Silva, Plantas alimentícias não convencionais (PANC) na comunidade rural de São José da Figueira, Durandé, Minas Gerais, Brasil., Rodriguésia 70 (2019). https://doi.org/10.1590/2175-7860201970077.

[3] M.L. Leal, R.P. Alves, N. Hanazaki, Knowledge, use, and disuse of unconventional food plants, J. Ethnobiol. Ethnomed. 14 (2018) 6. https://doi.org/10.1186/s13002-018-0209-8.

[4] A.P.C.R. Ferraz, A. Sussulini, J.L. Garcia, M.R. Costa, F. V. Francisqueti-Ferron, A.J.T. Ferron, C.C.V. de A. Silva, J.E. Corrente, V.M. Manfio, V. Namba, G.P.P. Lima, B.S. Pereira, D. Fecchio, I.O. Minatel, K.C. dos Santos, C.R. Corrêa, Hydroethanolic Extract of Solanum paniculatum L. Fruits Modulates ROS and Cytokine in Human Cell Lines, Oxid. Med. Cell. Longev. 2020 (2020) 1–10. https://doi.org/10.1155/2020/7240216.

[5] C.S. Ramos, N.S.M. Ramos, R.R. Da Silva, C.A.G. Da Câmara, A. V. Almeida, Metabolism by grasshoppers of volatile chemical constituents from Mangifera indica and Solanum paniculatum leaves, J. Insect Physiol. 58 (2012) 1663–1668. https://doi.org/10.1016/j.jinsphys.2012.10.007.

[6] S. Mandal, A. Mandal, M.H. Park, Depletion of the polyamines spermidine and spermine by overexpression of spermidine/spermine N 1-acetyltransferase 1 (SAT1) leads to mitochondria-mediated apoptosis in mammalian cells, Biochem. J. 468 (2015) 435–447. https://doi.org/10.1042/BJ20150168.

[7] K. do N. Magalhães, W.A.S. Guarniz, K.M. Sá, A.B. Freire, M.P. Monteiro, R.T. Nojosa, I.G.C. Bieski, J.B. Custódio, S.O. Balogun, M.A.M. Bandeira, Medicinal plants of the Caatinga, northeastern Brazil: Ethnopharmacopeia (1980–1990) of the late professor Francisco José de Abreu Matos, J. Ethnopharmacol. 237 (2019) 314–353. https://doi.org/10.1016/j.jep.2019.03.032.

[8] F. Sakouhi, W. Herchi, K. Sebei, C. Absalon, H. Kallel, S. Boukhchina, Accumulation of total lipids, fatty acids and triacylglycerols in developing fruits of Olea europaea L., Sci. Hortic. (Amsterdam). 132 (2011) 7–11. https://doi.org/10.1016/j.scienta.2011.07.025.

[9] A.A. Rydlewski, L.P. Manin, J.S. Pizzo, P.D. Silva, R. da Silveira, C.B.G. Tavares, M. de Paula, O. Pereira, O.O. Santos, J. V. Visentainer, Lipid profile by direct infusion ESI-MS and fatty acid composition by GC-FID in human milk: Association with nutritional status of donors, J. Food Compos. Anal. 100 (2021) 103797.

https://doi.org/10.1016/j.jfca.2020.103797.

[10] M.B. da Silva, L.F.O.S. Rodrigues, G.C. Monteiro, G.R.S. Monar, H.A. Gomez Gomez, S. Seabra Junior, I.O. Minatel, G.P.P. Lima, Evaluation of biogenic amines and nitrate in raw and pickled jurubeba (Solanum paniculatum L.) fruit, J. Food Sci. Technol. 56 (2019) 2970–2978. https://doi.org/10.1007/s13197-019-03772-z.

[11] I. Juániz, I.A. Ludwig, E. Huarte, G. Pereira-Caro, J.M. Moreno-Rojas, C. Cid, M.-P. De Peña, Influence of heat treatment on antioxidant capacity and (poly)phenolic compounds of selected vegetables, Food Chem. 197 (2016) 466–473. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.10.139.

[12] B. da S. M ocirc nica, F.O.S.R. Luan, C.R. Talita, C. de S.V. Marizete, O. aacute vio M. Igor, P.P.L. Giuseppina, Effects of boiling and oil or vinegar on pickled jurubeba (Solanum paniculatum L.) fruit, African J. Biotechnol. 15 (2016) 125–133. https://doi.org/10.5897/AJB2015.15077.

[13] M.C. Karam, J. Petit, D. Zimmer, E. Baudelaire Djantou, J. Scher, Effects of drying and grinding in production of fruit and vegetable powders: A review, J. Food Eng. 188 (2016) 32–49. https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2016.05.001.

[14] M. Vera Zambrano, B. Dutta, D.G. Mercer, H.L. MacLean, M.F. Touchie, Assessment of moisture content measurement methods of dried food products in small-scale operations in developing countries: A review, Trends Food Sci. Technol. 88 (2019) 484–496. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.04.006.

[15] N.Q. Bitter, D.P. Fernandez, A.W. Driscoll, J.D. Howa, J.R. Ehleringer, Distinguishing the region-of-origin of roasted coffee beans with trace element ratios, Food Chem. 320 (2020) 126602. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126602.

[16] T. Silva, T. Silva, M. Agra, C. Camara, 3-Aminofurostane Alkaloids from Solanum paniculatum (“Jurubeba Verdadeira”) Roots, J. Braz. Chem. Soc. (2020). https://doi.org/10.21577/0103-5053.20190269.

[17] D. Arévalo-Lopéz, N. Nina, J.C. Ticona, I. Limachi, E. Salamanca, E. Udaeta, C. Paredes, B. Espinoza, A. Serato, D. Garnica, A. Limachi, D. Coaquira, S. Salazar, N. Flores, O. Sterner, A. Giménez, Leishmanicidal and cytotoxic activity from plants used in Tacana traditional medicine (Bolivia), J. Ethnopharmacol. 216 (2018) 120–133. https://doi.org/10.1016/j.jep.2018.01.023.

[18] M. Akhbari, S. Hamedi, Z. Aghamiri, Optimization of total phenol and anthocyanin extraction from the peels of eggplant (Solanum melongena L.) and biological activity of the extracts, J. Food Meas. Charact. 13 (2019) 3183–3197. https://doi.org/10.1007/s11694-019-00241-1.

[19] S. Rohilla, C.L. Mahanta, Optimization of extraction conditions for ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from tamarillo fruit (Solanum betaceum) using response surface methodology, J. Food Meas. Charact. 15 (2021) 1763–1773. https://doi.org/10.1007/s11694-020-00751-3.

[20] A. of official analytical chemists – AOAC, Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, Gaithersburg, USA 18th ed. (2005). https://www.researchgate.net/publication/292783651_AOAC_2005.

[21] E.G. Bligh, W.J. Dyer, A RAPID METHOD OF TOTAL LIPID EXTRACTION AND PURIFICATION, Can. J. Biochem. Physiol. 37 (1959) 911–917. https://doi.org/10.1139/o59-099.

[22] Animal and Vegetable Fats and Oils – Preparation of Methyl Esters of fatty Acids, Int. Organ. Stand. – ISO. No. 5509. (n.d.). https://www.iso.org/standard/11560.html.

[23] R. da Silveira, J.M. Vágula, I. de Lima Figueiredo, T. Claus, M.B. Galuch, O.O. Santos Junior, J.V. Visentainer, Rapid methodology via mass spectrometry to quantify addition of soybean oil in extra virgin olive oil: A comparison with traditional methods adopted by food industry to identify fraud, Food Res. Int. 102 (2017) 43–50. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.09.076.

[24] N.R.A. Filho, O.L. Mendes, F.M. Lanças, Computer prediction of triacylglycerol composition of vegetable oils by HRGC, Chromatographia 40 (1995) 557–562. https://doi.org/10.1007/BF02290268.

[25] E. Alves, M. Castro, B. Saqueti, L. Manin, R. da Silveira, P. Souza, O. Santos, J. Visentainer, Whey Isolation from Rejected Human Milk and Its Lipid Content Characterization by GC-FID and ESI-MS, J. Braz. Chem. Soc. (2021). https://doi.org/10.21577/0103-5053.20210092.

[26] J. de B.M. Miamoto, S. Aazza, N.R. Ruas, A.A. de Carvalho, J.E.B.P. Pinto, L.V. Resende, S.K.V. Bertolucci, Optimization of the extraction of polyphenols and antioxidant capacities from two types of Solanum gilo Raddi using response surface methodology, J. Appl. Res. Med. Aromat. Plants 16 (2020) 100238. https://doi.org/10.1016/j.jarmap.2019.100238.

[27] V.L. Singleton, J.A. Rossi, Colorimetry of Total Phenolics with Phosphomolybdic-Phosphotungstic Acid Reagents, Am. J. Enol. Vitic. 16 (1965) 144–158. https://doi.org/10.5344/ajev.1965.16.3.144.

[28] C.A. Rodrigues, A.E. Nicácio, J.S. Boeing, F.P. Garcia, C.V. Nakamura, J.V. Visentainer, L. Maldaner, Rapid extraction method followed by a d-SPE clean-up step for determination of phenolic composition and antioxidant and antiproliferative activities

from berry fruits, Food Chem. 309 (2020) 125694. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125694.

[29] B. Odhav, S. Beekrum, U. Akula, H. Baijnath, Preliminary assessment of nutritional value of traditional leafy vegetables in KwaZulu-Natal, South Africa, J. Food Compos. Anal. 20 (2007) 430–435. https://doi.org/10.1016/j.jfca.2006.04.015.

[30] E.M. de A. Siqueira, F.R. Rosa, A.M. Fustinoni, L.P. de Sant'Ana, S.F. Arruda, Brazilian Savanna Fruits Contain Higher Bioactive Compounds Content and Higher Antioxidant Activity Relative to the Conventional Red Delicious Apple, PLoS One 8 (2013) e72826. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0072826.

[31] H. Nadeeshani, G. Samarasinghe, S. Wimalasiri, R. Silva, D. Hunter, T. Madhujith, Comparative analysis of the nutritional profiles of selected Solanum species grown in Sri Lanka, J. Food Compos. Anal. 99 (2021) 103847. https://doi.org/10.1016/j.jfca.2021.103847.

[32] R.P.F. Guine, P.M.R. Correia, A.C. Correia, F. Goncalves, M.F.S. Brito, J.R.P. Ribeiro, Effect of Drying Temperature on the Physical-chemical and Sensorial Properties of Eggplant (Solanum melongena L.), Curr. Nutr. Food Sci. 14 (2018) 28–39. https://doi.org/10.2174/1573401313666170316113359.

[33] M.M. Tun, H. Raclavská, D. Juchelková, J. Růžičková, M. Šafář, K. Štrbová, P. Gikas, Spent coffee ground as renewable energy source: Evaluation of the drying processes, J. Environ. Manage. 275 (2020) 111204. https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.111204.

[34] X. Shi, L.O. Dean, J.P. Davis, K.P. Sandeep, T.H. Sanders, The effects of different dry roast parameters on peanut quality using an industrial belt-type roaster simulator, Food Chem. 240 (2018) 974–979. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.07.130.

[35] L.S. Oliveira, A.S. Franca, J.C.F. Mendonça, M.C. Barros-Júnior, Proximate composition and fatty acids profile of green and roasted defective coffee beans, LWT - Food Sci. Technol. 39 (2006) 235–239. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2005.01.011.

[36] M.F. Ramadan, R. Zayed, H. El-Shamy, Screening of bioactive lipids and radical scavenging potential of some solanaceae plants, Food Chem. 103 (2007) 885–890. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.09.040.

[37] D.M. Maestri, C.A. Guzmán, A comparative study of seed lipid components of nicotianeae (Solanaceae), Biochem. Syst. Ecol. 23 (1995) 201–207. https://doi.org/10.1016/0305-1978(95)93850-3.

[38] S.J. Baum, P.M. Kris-Etherton, W.C. Willett, A.H. Lichtenstein, L.L. Rudel, K.C. Maki, J. Whelan, C.E. Ramsden, R.C. Block, Fatty acids in cardiovascular health and disease: A comprehensive update, J. Clin. Lipidol. 6 (2012) 216–234.

https://doi.org/10.1016/j.jacl.2012.04.077.

[39] M. Alagawany, S.S. Elnesr, M.R. Farag, M.E. Abd El-Hack, A.F. Khafaga, A.E. Taha, R. Tiwari, M.I. Yatoo, P. Bhatt, S.K. Khurana, K. Dhama, Omega-3 and Omega-6 Fatty Acids in Poultry Nutrition: Effect on Production Performance and Health, Animals 9 (2019) 573. https://doi.org/10.3390/ani9080573.

[40] M. Ibarguren, D.J. López, P. V. Escribá, The effect of natural and synthetic fatty acids on membrane structure, microdomain organization, cellular functions and human health, Biochim. Biophys. Acta - Biomembr. 1838 (2014) 1518–1528. https://doi.org/10.1016/j.bbamem.2013.12.021.

[41] F. AL Juhaimi, M. Musa Özcan, K. Ghafoor, E.E. Babiker, The effect of microwave roasting on bioactive compounds, antioxidant activity and fatty acid composition of apricot kernel and oils, Food Chem. 243 (2018) 414–419. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.09.100.

[42] I.A. Mohamed Ahmed, F.Y. Al Juhaimi, M.A. Osman, S.A. Al Maiman, A.B. Hassan, H.A.S. Alqah, E.E. Babiker, K. Ghafoor, Effect of oven roasting treatment on the antioxidant activity, phenolic compounds, fatty acids, minerals, and protein profile of Samh (Mesembryanthemum forsskalei Hochst) seeds, LWT 131 (2020) 109825. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109825.

[43] M. Saeed Alkaltham, M. Musa Özcan, N. Uslu, A.M. Salamatullah, K. Hayat, Effect of microwave and oven roasting methods on total phenol, antioxidant activity, phenolic compounds, and fatty acid compositions of coffee beans, J. Food Process. Preserv. 44 (2020). https://doi.org/10.1111/jfpp.14874.

[44] K. Suri, B. Singh, A. Kaur, Impact of microwave roasting on physicochemical properties, maillard reaction products, antioxidant activity and oxidative stability of nigella seed (Nigella sativa L.) oil, Food Chem. 368 (2022) 130777. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130777.

[45] A. Rosa, A. Maxia, D. Putzu, A. Atzeri, B. Era, A. Fais, C. Sanna, A. Piras, Chemical composition of Lycium europaeum fruit oil obtained by supercritical CO 2 extraction and evaluation of its antioxidant activity, cytotoxicity and cell absorption, Food Chem. 230 (2017) 82–90. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.03.019.

[46] E.-S.M. Abdel-Aal, I. Rabalski, Effect of baking on free and bound phenolic acids in wholegrain bakery products, J. Cereal Sci. 57 (2013) 312–318. https://doi.org/10.1016/j.jcs.2012.12.001.

[47] H.C. Ko, M.G. Jang, J.M. Oh, J.Y. Park, J.E. Kim, J.-W. Kim, S. Baek, S.H. Han, S.-J. Kim, Changes in chemical composition and antioxidant activity of dried Citrus unshiu

peel after roasting, LWT 131 (2020) 109612. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109612.

[48] A.E. Muñoz, S.S. Hernández, A.R. Tolosa, S.P. Burillo, M. Olalla Herrera, Evaluation of differences in the antioxidant capacity and phenolic compounds of green and roasted coffee and their relationship with sensory properties., LWT 128 (2020) 109457. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109457.

[49] B. Saqueti, E. Alves, M. Castro, P. dos Santos, N. Sinosaki, C. Senes, J. Visentainer, O. Santos, Shelf Life of Bioactive Compounds from Acerola Pulp (Malpighia spp.) through Freeze-Drying and Microencapsulation, J. Braz. Chem. Soc. (2021). https://doi.org/10.21577/0103-5053.20210096.

Artigo 2: Organogéis à base de óleo de canola: Efeitos das concentrações de agentes estruturantes nas características físico-químicas, reológicas e estruturais.

Bruno Henrique Figueiredo Saqueti, Eloize Silva Alves, Matheus Campos Castro, Cintia Stefhany Ripke Ferreira, Milena Keller Bulla, Anderson Reginaldo Sampaio, Jesui Vergilio Visentainera, Suelen Pereira Ruiz, Oscar Oliveira Santos.

Em revisão: Journal of Molecular Liquids

Resumo

As tecnologias para modificar a estrutura dos óleos têm despertado grande interesse nas indústrias porque aumentam a sua utilidade. As autoridades de saúde recomendam a redução das gorduras *trans* e saturadas devido aos seus riscos para a saúde, estabelecendo regulamentos que incluem limites para as gorduras *trans* nos alimentos e a proibição de óleos parcialmente hidrogenados. Assim, a investigação sobre o efeito de agentes estruturantes em óleos vegetais para o desenvolvimento de organogéis (OG) é promissora. Este estudo teve como objetivo desenvolver organogéis com diferentes concentrações (3 a 15%) de agentes estruturantes, avaliando seus efeitos nas caraterísticas físico-químicas, reológicas, estruturais e estabilidade oxidativa, em comparação com a gordura vegetal. Para demonstrar a qualidade lipídica do óleo de canola, este foi caracterizado em comparação com a gordura vegetal, onde foi observado que a matriz utilizada pode oferecer um maior teor de ácidos graxos insaturados, beneficiando nutricionalmente os índices aterogênicos e trombogênicos, bem como a relação hipocolesterolêmica/hipercolesterolêmica. A estruturação do óleo de canola foi eficiente em concentrações superiores a 6% de agentes estruturantes, transformando sua estrutura líquida em um material semi-sólido, porém com caraterísticas diferentes. As concentrações dos agentes estruturantes mostraram-se determinantes, sendo indesejável o uso de 3%; percentuais a partir de 6% foram favoráveis nas análises visuais, e teores a partir de 9% também apresentaram viabilidade nos estudos de estabilidade, textura e reologia. Os valores de dureza da gordura vegetal situaram-se entre as amostras de OG 6 e 9%, parâmetro importante nas propriedades sensoriais dos alimentos. Concluiu-se que os organogéis desenvolvidos são uma inovação promissora na indústria alimentícia e podem substituir as gorduras vegetais e *trans*, promovendo a produção de alimentos mais saudáveis.

Palavras-chave: Span 60; Monoestearato de glicerila; Cera de carnaúba; Ácidos graxos; Textura.

1. Introdução

As Agências Reguladoras de Saúde e as Sociedades responsáveis pela elaboração da Diretrizes de Alimentação Saudável passaram a recomendar a redução ou exclusão do consumo de gorduras *trans* e saturadas devido aos seus efeitos nocivos à saúde, com uma ligação direta entre os ácidos graxos *trans* e o aumento dos fatores de risco para doenças cardiovasculares, câncer e diabetes [1-3]. Em 2019, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária do Brasil (ANVISA) [4] publicou a Resolução nº 332 para estabelecer diretrizes para o controle de gorduras *trans*, estabelecendo um limite máximo de 2% do total de gorduras permitidas em alimentos e óleos refinados até 2021. Além disso, a resolução estabeleceu a proibição da produção e uso de óleos e gorduras parcialmente hidrogenados a partir de 2023.

As tecnologias de modificação da estrutura dos óleos e gorduras têm sido de grande interesse para as indústrias química, farmacêutica e alimentícia, uma vez que a maioria dos óleos e gorduras naturais tem a sua aplicabilidade limitada pela sua estrutura original [5]. Um exemplo de uma tecnologia amplamente utilizada em óleos vegetais é o processo de hidrogenação catalítica, realizado para modificar a composição, estrutura e consistência. No entanto, as alterações aplicadas podem adicionar ácidos graxos saturados e *trans* aos produtos, o que consequentemente, através da ingestão de alimentos que contenham níveis elevados destes ácidos graxos, está associado a um maior risco de doença cardíaca, devido às elevadas concentrações plasmáticas de lipoproteínas de baixa densidade (LDL) e colesterol [6].

Neste contexto, a investigação sobre o efeito dos agentes na estrutura de lipídios ricos em ácidos graxos insaturados (AGI) tem crescido significativamente, demonstrando o potencial da tecnologia dos organogéis. Organogéis são materiais viscoelásticos formados por agentes estruturantes que criam uma fase semi-sólida, na qual a fase orgânica líquida é imobilizada por uma rede tridimensional interconectada formada pelos agentes estruturantes [7]. Através de interações físico-moleculares, forma-se um mecanismo entre os agentes na mistura com uma substância apolar aquecida. Após o resfriamento, os agentes estruturantes precipitam como fibras, resultando na formação de micelas reversas. Outra abordagem direciona as ceras e os monoglicéridos como agentes para formar cristais. Esses materiais lipídicos formados se destacam pela capacidade de reter grandes volumes de óleo e são classificados como organogéis [6,8].

Os componentes estruturantes podem ser representados por macromoléculas, compostos de baixo e alto peso molecular como os ácidos graxos, misturas de monoestearato de sorbitano, triestearato de sorbitano, lecitinas e ceras [9,10]. O Span 60 (S60) ($C_{24}H_{46}O_6$), também conhecido como monoestearato de sorbitano, é um tensoativo hidrofóbico não iônico produzido pela esterificação do sorbitol pelo ácido esteárico [11]. É um sólido granular que se dispersa em

fases orgânicas por aquecimento a 60 °C, conduzindo a uma formação branca brilhante com uma textura de gel suave, sendo por isso capaz de formar organogéis em diferentes óleos vegetais [12].

O monoestearato de glicerila (MG) ($C_{21}H_{42}O_4$) é um agente emulsificante não iônico, pertencente à classe dos ésteres graxos, sendo seu principal componente o monoéster em concentrações acima de 40%, muito utilizado em formulações cosméticas e alimentícias [13]. Já a cera de carnaúba tipo III (CCt3) ($C_{25}H_{51}CO_2C_{30}H_{61}$) é obtida da superfície das folhas da carnaubeira (*Copernicia prunifera*), após clarificação com peróxido de hidrogênio. A sua composição química compreende uma mistura de hidrocarbonetos, ácidos graxos, álcoois de cadeia longa, dióis, ésteres e derivados do ácido cinâmico, sendo o cerotato de miricilo o principal constituinte [14].

Para o desenvolvimento de organogéis, a seleção da fase orgânica (óleo) é essencial. Neste sentido, os óleos vegetais são promissores e têm sido amplamente estudados. Dentre estes, o óleo de canola destaca-se por apresentar altas concentrações de ácidos graxos insaturados (ácido oleico, linoleico, α-linolênico), fitoesteróis e compostos antioxidantes, proporcionando benefícios à saúde, além de baixo custo de produção [15]. No entanto, sua consistência líquida pode comprometer a textura dos alimentos, devido ao escoamento do óleo, quando introduzida diretamente nos processos tecnológicos [16].

Desta forma, o enriquecimento de um organogel com as caraterísticas nutricionais do óleo de canola surge como uma inovação promissora que poderá transformar a indústria de alimentos, substituindo as gorduras vegetais (ricas em ácidos graxos saturados) e as gorduras *trans*, promovendo assim uma abordagem mais saudável na produção alimentícia. Além disso, o estudo utiliza uma combinação inovadora de agentes estruturantes, que já são amplamente estudados individualmente [17,18] ou em outras combinações [6,19], para obter as concentrações ideais e maximizar as propriedades do gel, melhorando assim a sua funcionalidade e aplicabilidade. Portanto, este estudo teve como objetivo desenvolver organogéis à base de óleo de canola com diferentes concentrações de agentes estruturantes, determinando os efeitos sobre suas caraterísticas físico-químicas, reológicas e estruturais, além de avaliar sua estabilidade oxidativa. Além disso, investigou-se a composição lipídica e a qualidade nutricional do óleo de canola em comparação com a gordura vegetal, uma vez que a gordura vegetal pode apresentar altas concentrações de ácidos graxos saturados e *trans* e é amplamente utilizada em produtos alimentícios processados.

2. Materiais e métodos

2.1. Amostragem e reagentes

O óleo de canola refinado sem adição de antioxidantes em um único lote (Liza, Brasil) e a gordura vegetal (GV) composta por óleos vegetais líquidos interesterificados com adição do antioxidante Butilhidroxitolueno (BHT) em um único lote (Coamo, Brasil) foram adquiridos em um mercado local de Maringá, Paraná (Brasil). Os agentes estruturantes utilizados na formação dos organogéis foram o Span 60 (S60) adquirido da Sigma Aldrich (Saint Louis, EUA), o Monoestearato de Glicerila (MG) fornecido pela Synth (Diadema, Brasil), e a cera de carnaúba tipo III (CCt3) adquirida da ACS Científica (Rio de Janeiro, Brasil). O padrão de éster metílico de ácido graxo (EMAG) Mix C4-C24 (pureza ≥ 97%) e brometo de potássio (grau FT-IR, pureza ≥ 99%) da Sigma-Aldrich (Saint Louis, EUA). Os reagentes heptano (pureza ≥ 99%), metanol (pureza ≥ 99,8%) e hidróxido de potássio (pureza ≥ 85%) foram adquiridos da Synth (Diadema, Brasil).

2.2. Determinação dos ácidos graxos do óleo de canola e da gordura vegetal

Para obter ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAGs), o óleo de canola e a gordura vegetal foram preparados por "Metilação de lipídios totais" de acordo com a metodologia proposta pela Organização Internacional de Normalização (ISO) n.º 5509/2000 [20], e depois analisados em cromatógrafo a gás. A análise cromatográfica foi efetuada num cromatógrafo em fase gasosa (Shimadzu GC-2010 Plus, Japão) equipado com um detetor de ionização de chama (DIC), coluna capilar de sílica fundida CP-7420 Select Fame (100 m de comprimento x 0,25 mm de diâmetro x 0,25 mm de espessura). As temperaturas do injetor e do detector foram mantidas a 240 °C. Os parâmetros de funcionamento utilizados foram a temperatura do forno programada para começar a 165 °C durante 7 min, seguida de uma rampa de aquecimento de 4 °C min^{-1}, aumentando para 185 °C, mantida durante 3 min. Após uma rampa de aquecimento de 6 °C min^{-1}, aumentando para 235 °C, mantida durante 2,67 min, para um tempo total de análise de 26 min. Os fluxos de gás foram de 1,2 mL min^{-1} para o gás de arraste hidrogênio (H_2), 30,0 mL min^{-1} para o gás *make up* de nitrogênio (N_2) e, no DIC, 40,0 e 400,0 mL min^{-1} de gás de hidrogénio (H_2) e ar sintético, respetivamente. As amostras foram injectadas em modo split a uma razão de 1:40 e o volume de injeção foi de 1,0 μL. Os ésteres metílicos de ácidos graxos foram identificados por comparação do tempo de retenção das amostras e dos componentes da mistura padrão C4-C24 (Sigma-Aldrich, Saint Louis, EUA). Os resultados foram expressos em percentagem da área relativa.

2.3. Qualidade nutricional dos ácidos graxos

A qualidade nutricional dos lipídios foi avaliada através da composição dos ácidos graxos, calculada por 6 índices: soma dos ácidos graxos do grupo ômega 6 em relação ao grupo

ômega 3 (equação 1); soma dos ácidos graxos poliinsaturados em relação à soma dos ácidos graxos saturados (equação 2); Índice de Aterogenicidade (IA) (equação 3); Índice de Trombogenecidade (IT) (equação 4); razão hipocolesterolémica/hipercolesterolémica (HH) (equação 5) [21]; Valor de Oxidabilidade Calculado (VOC) (equação 6) [22].

$$Razão\ grupo\ ômega = \frac{\Sigma n-6}{\Sigma n-3} \quad (1)$$

$$Razão\ \frac{\Sigma\ Poliinsaturados}{\Sigma\ Saturados} = \frac{\Sigma AGPI}{\Sigma AGS} \quad (2)$$

$$IA = \frac{[C12{:}\,0 + (4 \times C14{:}\,0) + C16{:}\,0]}{\Sigma AGI} \quad (3)$$

$$IT = \frac{(C14{:}\,0 + C16{:}\,0 + C18{:}\,0)}{[(0.5 \times \Sigma n-6\ AGPI) + (3 \times \Sigma n-3\ AGPI) + (n-3/n-6)]} \quad (4)$$

$$HH = \frac{(18{:}\,1n-9 + \Sigma AGPI)}{(C12{:}\,0 + C14{:}\,0 + C16{:}\,0)} \quad (5)$$

$$VOC = \frac{C18{:}\,1 + 10.3 \times C18{:}\,2 + 21.6 \times C18{:}\,3}{100} \quad (6)$$

2.4. Preparação dos organogéis

Os organogéis foram preparados como descrito por Godoi *et al*. [6] com modificações. Inicialmente, o óleo de canola foi aquecido a 85 ± 2 °C em um banho-maria (Fisatom 550, Brasil). Em seguida, os agentes estruturantes (S60, MG e CCt3) foram gradualmente incorporados ao óleo de canola sob agitação magnética constante (Quimis® Q261, Brasil) e mantidos aquecidos até que os agentes estruturantes estivessem completamente dispersos na fase líquida. As amostras foram então transferidas para recipientes estéreis de polipropileno com capacidade de 80 mL e colocadas em uma incubadora de demanda bioquímica de oxigênio (BOD) (SolidSteel SSBOD, Brasil) a 5 ºC por 24 h para permitir a estruturação e estabilização dos organogéis. Finalmente, os materiais foram armazenados à temperatura ambiente (25 °C)

até a análise. Foram avaliadas diferentes concentrações e combinações ternárias dos agentes estruturantes, como mostra a Tabela 1, considerando valores (%) múltiplos de 3.

Tabela 1. Formulações de organogéis à base de óleo de canola utilizando diferentes concentrações de agentes estruturantes.

	Formulações				
Estruturante	**OG 3%**	**OG 6%**	**OG 9%**	**OG 12%**	**OG 15%**
S60	1	2	3	4	5
MG	1	2	3	4	5
CCt3	1	2	3	4	5

Estruturante: S60 = Span 60; MG = Monoestearato de Glicerila; Ct3 = Cera de Carnaúba Tipo III. Formulações: OG = Organogel contendo S60, MG e CCt3, combinação ternária e concentrações de 3, 6, 9, 12 e 15%.

2.5. Caracterização dos organogéis

2.5.1. Espectroscopia FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Para caraterizar o conteúdo do organogel, foi utilizada a espetroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) (modelo Nicolet iN10, Thermo Fisher Scientific, Brasil). Os agentes estruturantes foram analisados no modo FTIR com bromato de potássio (FTIR-KBr), misturando-os individualmente na proporção de 1:100 (p/p) [23]. O óleo de canola e os organogéis foram medidos pelo método de reflectância total atenuada (ATR) utilizando um cristal de seleneto de zinco (ZnSe) [24]. Todas as amostras foram analisadas em faixa de onda de 4000 a 400 cm^{-1} com uma resolução de 4 cm^{-1} e 64 análises.

2.5.2. Avaliação da formação do organogel

Para a avaliação visual dos organogéis, 40 g da amostra foram separados individualmente em recipientes de polipropileno estéreis e observados durante um período de 1, 3 e 7 dias de armazenamento a uma temperatura de 25 °C. Foi definida uma classificação com graus atribuídos de acordo com as caraterísticas observadas do organogel, de acordo com a Tabela 2 [6].

Tabela 2. Classificação e caraterísticas para avaliação visual de organogéis.

Classificação	Características observadas
5- Gel totalmente firme	A amostra deve ter a caraterística visual de gel, sem escoamento, quando o conteúdo da embalagem é vertido e sujeito a uma força gravitacional (com a face voltada para baixo, foram dadas cinco pancadas suaves na embalagem em direção à superfície de apoio).

4- Gel firme	A amostra deve aparecer visualmente como um gel, sem fluxo quando o conteúdo do recipiente é vertido, mas com fluxo lento quando sujeito a força gravitacional;
3- Gel médio	A amostra deve ser visualmente gelatinosa, mas fácil de drenar quando o conteúdo da embalagem é derramado ou sujeito a força gravitacional.
2- Gel fraco	A amostra deve ser viscosa, com fluxo mais lento quando a embalagem é sujeita a força gravitacional ou quando o conteúdo da embalagem é derramado.
1- Totalmente líquido	A amostra deve ser oleosa, fluindo facilmente quando o conteúdo da embalagem é derramado ou sujeito a força gravitacional.

2.5.3. Perda de óleo (PO)

A determinação da perda de óleo foi realizada de acordo com o método adaptado de Meng *et al*. [5], que consistiu em pesar um tubo falcon de 15 mL e registar a sua massa (a), depois pesar cerca de 5 g do organogel e registar a sua massa (b), e depois os tubos foram centrifugados (Sanyo Harrier 18/80 Refrigerated, Loughborough, LE, UK) a 4000 g durante 30 min (25 °C). A fase superior do óleo liberado foi drenada do tubo após a centrifugação e a massa foi registada (c). Os resultados são expressos como perda de óleo (%), calculado através da Equação 7:

$$PO(\%) = \frac{\big((a+b)-c\big)}{b} \times 100 \qquad (7)$$

2.5.4. Determinação da oxidação lipídica (OXITEST®)

Os ensaios de oxidação do óleo de canola, gordura vegetal e dos organogéis foram efetuados segundo o método estabelecido por Claus *et al*. [25], utilizando o equipamento de análise OXITEST® (Velp Scientifica, Usmate, Milão, Itália) equipado com duas câmaras de oxidação independentes. As amostras (aproximadamente 5 g de cada) foram submetidas a condições de oxidação acelerada com pressão e temperatura controlada. A pressão aplicada foi de 588 kPa, com uma pureza de oxigénio de 99,9999%, enquanto a temperatura foi mantida a 90 °C. A variação da pressão na câmara de oxidação foi monitorizada durante todo o processo. Os tempos de indução, expressos em horas, foram determinados utilizando o método das duas tangentes. Cada experimento foi repetido três vezes.

2.5.5. Análise da textura

A análise da textura dos organogéis foi realizada utilizando um texturômetro TA.XT Plus (Stable Micro Systems, UK), de acordo com a metodologia descrita por Rocha *et al*. [26], com modificações. Foi utilizada uma sonda metálica cilíndrica com diâmetro de 36 mm (P/36R) e os parâmetros utilizados foram em modo de força medida em compressão, com velocidade de 1,0 mm. s^{-1} e distância de 15 mm da altura inicial da amostra. A análise utilizou 50 g de organogel (30 mm de altura), colocados em recipientes estéreis de polipropileno de 80 mL (45 mm de diâmetro interno e 50 mm de altura) a uma temperatura de 25 °C. Foi avaliado em condições estáticas, onde a força máxima aplicada (N) foi utilizada como medida de textura, considerada um parâmetro de dureza.

2.5.6. Estudo reológico

Os parâmetros reológicos dos organogéis foram estudados utilizando um reómetro Haake MARS II (Thermo Fisher Scientific, Alemanha). Em todos os testes, foi utilizada uma geometria de placa com o sensor de cisalhamento C35RS (35 mm de diâmetro, 0,2 μm de intervalo e superfície rugosa) e uma temperatura controlada de 25 °C utilizando um sistema Peltier. Os organogéis foram armazenados em condições estáticas durante 24 horas antes da experiência. Com uma espátula higienizada, o organogel foi cuidadosamente removido para evitar deformações. Foi utilizada uma quantidade ligeiramente excessiva, permitindo o ajuste preciso da geometria da placa do reómetro para condicionar e nivelar a amostra sem comprometer a sua integridade.

Os dados de tensão versus taxa de cisalhamento, a chamada curva de fluxo, foram obtidos em modo rotacional com controle da taxa de cisalhamento (modo CR) na gama de 0 a 300 s^{-1}. As amostras foram submetidas a três varrimentos progressivos para eliminar a tixotropia e calcular as propriedades reológicas em estado estacionário. No primeiro, a taxa de cisalhamento aumentou progressivamente de 0 a 300 s^{-1} (curva ascendente), no segundo, a taxa de cisalhamento diminuiu progressivamente de 0 a 300 s^{-1} (curva descendente) e no terceiro, ocorreu uma nova curva ascendente.

Os dados obtidos no terceiro exame foram ajustados ao modelo de Herschel-Bulkley, que representa o comportamento da Lei da Potência com tensão de cedência (Equação 8), e o modelo que representa apenas o comportamento da Lei da Potência (Equação 9), através de um método de análise de regressão não linear. Após a eliminação da tixotropia, as propriedades em estado estacionário foram calculadas utilizando a diferença entre a primeira e a terceira curva que mostram histerese.

$$\tau = \tau_0 + k \times \gamma^n \quad (8)$$

$$\tau = k \times \gamma^n \quad (9)$$

onde, τ: tensão de cisalhamento (Pa); τ0: tensão inicial (Pa); K: índice de consistência (Pa.sn); n: índice de comportamento (adimensional); γ: taxa de cisalhamento (s^{-1}).

2.5.7. Microestrutura

A morfologia cristalina dos agentes estruturantes e as transições de fase do organogel foram avaliadas utilizando um microscópio de luz polarizada (Leica, DM LP, Alemanha) ligado a uma câmara CCD (modelo Sony DXC107A). Para a preparação das amostras, os organogéis foram inicialmente aquecidos a 100 °C numa estufa e uma gota foi cuidadosamente colocada numa lâmina de vidro pré-aquecida (100 °C) utilizando um tubo capilar e depois coberta com uma lamínula. As amostras foram mantidas a 5 °C durante 24 horas, seguido de 25 °C durante mais 24 horas. As imagens foram captadas com uma ampliação de 50x utilizando o software Image Pro-Plus (Media Cybernetics).

2.6. Análise estatística

Os resultados foram submetidos à análise de variância (ANOVA). O teste de Tukey foi aplicado para comparar as médias entre as amostras de organogel, óleo de canola e gordura vegetal a um nível de significância de 5% ($p < 0,05$). Todos os dados foram analisados usando o software Statistica versão 7.0 (STATSOFT Inc., São Paulo, Brasil). As imagens espectrais de FTIR foram obtidas por meio de processamento de sinal, que envolveu a normalização inicial dos dados e cálculos de segunda derivada utilizando o software OriginPro versão 8.5.1.

3. Resultados e discussão

3.1. Qualidade lipídica do óleo de canola em comparação com a gordura vegetal

3.1.1. Composição em ácidos graxos e índices nutricionais

Os óleos e gorduras naturais são constituídos principalmente por moléculas de triacilglicerol compostas por ácidos graxos e glicerol [27]. Portanto, é interessante estudar a composição de ácidos graxos para demonstrar a qualidade lipídica da matriz utilizada nos organogéis, comparando o óleo de canola com a gordura vegetal, como mostra a Tabela 3.

Dentre os resultados, foram identificados 12 ácidos graxos no óleo de canola e 13 ácidos graxos na gordura vegetal, através da identificação individual do ácido graxo láurico (12:0) (0,18±0,01%). O óleo de canola tinha um teor mais elevado de AGI do que a gordura vegetal, com um teor 44% mais elevado de ácidos graxos monoinsaturados (AGMI) e 21% mais elevado de ácidos graxos poliinsaturados (AGPI). Os ácidos graxos saturados (AGS) também

merecem destaque, uma vez que eram 5x mais elevados na gordura vegetal do que no óleo de canola.

Tabela 3. Composição em ácidos graxos (%) do óleo de canola e da gordura vegetal por cromatografia gasosa e índices nutricionais.

Ácidos Graxos (%) e Índices	Nomenclatura	Amostras	
		Óleo de Canola	Gordura Vegetal
12:0	Ácido láurico	*ND	0,18±0,01
14:0	Ácido mirístico	0,07±0,01[b]	0,66±0,01[a]
16:0	Ácido palmítico	5,59±0,24[b]	34,79±0,01[a]
16:1n-7	Ácido Palmitoleico	0,02±0,00[a]	0,02±0,00[a]
16:1n-9	Ácido Hexadecenóico	0,15±0,02[a]	0,11±0,01[a]
17:0	Ácido margárico	0,05±0,00[b]	0,10±0,01[a]
18:0	Ácido Esteárico	1,65±0,06[b]	6,04±0,07[a]
18:1n-9	Ácido oleico	59,73±1,00[a]	35,54±0,12[b]
18:1n-7	Ácido Vacénico	5,51±0,48[a]	1,07±0,03[b]
18:2n-6	Ácido linoleico	19,76±0,65[a]	19,72±0,08[a]
18:3n-3	Ácido α-linolênico	6,83±0,08[a]	1,33±0,01[b]
20:0	Ácido araquídico	0,19±0,03[a]	0,18±0,01[a]
20:1n-9	Ácido Gondoico	0,46±0,03[a]	0,25±0,01[b]
∑ AGS	Ácidos graxos saturados	7,55±0,16[b]	41,88±0,21[a]
∑ AGMI	Ácidos graxos monoinsaturados	65,86±0,77[a]	37,05±0,13[b]
∑ AGPI	Ácidos graxos poliinsaturados	26,59±0,62[a]	21,07±0,09[b]
∑ n-6	Ômega 6	19,76±0,65[a]	19,73±0,01[a]
∑ n-3	Ômega 3	6,83±0,08[a]	1,33±0,01[b]
∑ n-6/n-3	Razão Ômega-6/Ômega-3	2,89±0,11[b]	14,83±0,10[a]
∑ AGPI/AGS	Razão Poliinsaturado/Saturado	3,52±0,03[a]	0,52±0,00[b]
IA	Índice de Aterogenicidade	0,06±0,00[b]	0,65±0,01[a]
IT	Índice de Trombogenicidade	0,11±0,00[b]	1,28±0,01[a]
HH	Hipocolesterolémico/Hipercolesterolémico	15,28±0,73[a]	1,59±0,01[b]
VOC	Valor de Oxidabilidade Calculada	4,11±0,06[a]	2,67±0,01[b]

Valores expressos em média ± desvio padrão. Valores com letras diferentes na mesma linha são significativamente diferentes ($p < 0,05$) pelo teste de Tukey. *ND (não detectado).

O total de AGI no óleo de canola representa aproximadamente 90% da composição total de ácidos graxos [28], este teor corrobora com o total identificado no presente estudo no óleo de canola (92,42%). Essa composição configura o organogel de óleo de canola como um

substituto alimentar saudável [29], como exemplo há uma variedade de produtos alimentícios que utiliza organogéis como ingredientes, incluindo biscoitos, cremes, sorvetes, produtos de panificação e salsichas; e oferecem melhores composições lipídicas em comparação com as gorduras tradicionalmente utilizadas [30]. Como destacado no estudo de Espert *et al*. [31], os autores desenvolveram um oleogel usando óleo de girassol estruturado com hidroxipropilmetilcelulose. Este oleogel foi utilizado como substituto da gordura convencional em massa folhada, proporcionando uma melhoria significativa no perfil nutricional do produto. Assim, esta abordagem revelou-se uma estratégia promissora para reduzir o consumo de gorduras saturadas e *trans* em produtos de panificação, preservando assim as propriedades tecnológicas e sensoriais proporcionadas pelos lipídios. Da mesma forma, de acordo com Jimenez-Colmenero *et al*. [32], espera-se que a fase lipídica interna dos organogéis forneça níveis mais elevados de ácidos graxos insaturados do que a sua ingestão recomendada e, consequentemente, promova benefcios a saúde.

Em relação ao teor de AGMI, o óleo de canola apresentou maiores concentrações, representadas principalmente pelo ácido graxo oleico (18:1n-9) com 59,73±1,00%, apresentando diferença significativa ($p < 0,05$) em relação ao teor presente na gordura vegetal (35,54±0,12%). Os achados reforçam as considerações de Jia *et al*. [33], de que quanto menor o teor de AGS, maior o teor de ácido oléico no óleo vegetal. De acordo com Shen *et al*. [28], concentrações entre 46 e 66,03% de 18:1n-9 têm demonstrado diversas vantagens, como estabilidade ao calor e à oxidação, além de contribuir para a melhora de doenças cardiovasculares e reduzir o LDL. Ainda, seguindo suas propriedades, os estudos de Mandu *et al*. [34] recomendam o uso do óleo de canola para substituir a gordura vegetal em bolos.

Como mencionado anteriormente, a gordura vegetal foi caracterizada por um alto teor de AGSs (Tabela 3), com os ácidos láurico (12:0), mirístico (14:0) e palmítico (16:0) apresentando valores de 0,18±0,01%, 0,66±0,01%, e 34,79±0,01%, respetivamente. Esses valores foram significativamente maiores ($p < 0,05$) do que os encontrados no óleo de canola, que apresentou em 14:0 e 16:0 o teor de 0,07±0,01% e 5,59±0,24%, respetivamente e o AG 12:0 não identificado. Isso caracteriza uma desvantagem para o uso convencional da gordura vegetal na alimentação, tendo em vista seus efeitos negativos como o risco de doenças cardiovasculares, devido ao aumento dos níveis de colesterol no sangue [35], diabetes, obesidade e danos ao metabolismo [36].

Outros destaques do óleo de canola foram os ácidos graxos linoleico (18:2n-6) e linolênico (18:3n-3), com valores de 19,76±0,65% e 6,83±0,08%, respetivamente (Tabela 3). No entanto, os resultados identificados para a gordura vegetal foram semelhantes ($p > 0,05$) para o 18:2n-6 com 19,72±0,08%, mas uma diferença significativa ($p < 0,05$) foi observada

para o 18:3n-3 (1,33±0,01%) com uma concentração 5,5x menor do que a encontrada no óleo de canola. Esse fato ressalta a importância do 18:3n-3 na dieta, pois desempenha importantes funções biológicas, promovendo o aumento do colesterol de alta densidade (HDL) e a diminuição do LDL [37].

Em relação às caraterísticas nutricionais lipídicas, a proporção de ∑ n-6/n-3 mostra que o óleo de canola possui um teor significativamente menor ($p < 0,05$) com 2,89±0,11, enquanto a gordura vegetal possui um valor de 14,83±0,10. A quantidade e a qualidade dessa classe lipídica são importantes para o equilíbrio das atividades metabólicas do corpo humano, consideradas anti-inflamatórias e pró-inflamatórias, respetivamente [38]. Jia *et al*. [33] apontam que os óleos vegetais possuem ∑ n-6/n-3 entre 1:1 e 4:1, o que indica um maior valor nutricional para o consumo do óleo de canola. Além disso, o nível máximo da relação ∑ n-6/n-3 considerado para uma dieta humana saudável deve ser de até 4 [39], o que não atende ao encontrado na gordura vegetal para o presente estudo.

Uma relação comum para avaliar a qualidade nutricional dos alimentos também é avaliada pelo ∑ AGPI/AGS, cujos resultados para o óleo de canola foram 3,52±0,03 e para a gordura vegetal foram 0,52±0,00 (Tabela 3), apresentando diferenças significativas ($p < 0,05$). Um razão ∑ AGPI/AGS acima de 0,45 é considerado desejável e saudável para a redução do colesterol, no entanto, níveis elevados de AGS na gordura vegetal sugerem um valor próximo do limite indicado [21].

Outro índice relevante é o IA, que de acordo com os achados para a gordura vegetal (0,65±0,01) foi maior que para o óleo de canola (0,06±0,00) ($p < 0,05$), demonstrando uma maior suscetibilidade de aterogenicidade dos lipídios dos AGS (12:0, 14:0, 16:0) em relação à gordura vegetal. O valor de IA obtido para o óleo de canola foi próximo ao de Tilami e Kouřimská [40] (0,05) para o mesmo óleo. O IA pode ser usado para avaliar a qualidade nutricional dos lipídios e o risco que representam para a doença coronária e avaliar o potencial de depósitos de gordura nas paredes das artérias sanguíneas (aterosclerose acelerada) através de vias inflamatórias [40].

O IT estima a tendência de formação de coágulos sanguíneos nos vasos sanguíneos (trombose) e doenças cardiovasculares que afetam a saúde humana [40]. No presente estudo, foi observada uma diferença significativa ($p < 0,05$) entre a gordura vegetal (1,28±0,01) e o óleo de canola (0,11±0,00). Alves *et al*. [21] elucidam o aumento de AGPI na composição de ácidos graxos como um benefício importante para a saúde humana, refletido na redução do IT.

Além disso, o HH é um índice para avaliar os efeitos da composição de ácidos graxos sobre o colesterol, no qual se afirma que quando o HH apresenta um conteúdo relativamente alto, favorece a diminuição da incidência de doença arterial coronariana [38]. Portanto, o valor

obtido no óleo de canola (15,28±0,73) foi significativamente maior do que o encontrado para a gordura vegetal (1,59±0,01). Os resultados são justificados pela alta concentração de 18:1n-9 e baixo teor de AGS na matriz proposta para este estudo [41].

Os valores de VOC foram significativamente diferentes entre as amostras de óleo de canola e gordura vegetal ($p < 0,05$), sendo 4,11±0,06 e 2,67±0,01, respectivamente. Da mesma forma, o valor obtido aqui é semelhante ao óleo de canola avaliado por Nosratpour *et al*. [42], com um valor de VOC de 4,61±0,03. A composição de ácidos graxos impacta os fatores dietéticos de gorduras e óleos vegetais, então o cálculo corresponde à associação dos ácidos graxos 18:3n-3, 18:2n-6, 18:1n-9, permitindo avaliar seus níveis e os efeitos consequentes da quantidade e qualidade de gordura dietética no risco de doença coronariana [43]. Um valor de VOC mais alto resulta em menor estabilidade oxidativa [42].

Embora o óleo de canola tenha apresentado a maior proporção de AGPI neste estudo, seu valor de VOC não foi elevado, já que contém majoritáriamente o 18:1n-9, que tem uma taxa de oxidação menor do que 18:2n-6 e 18:3n-3 [41]. Portanto, o perfil de ácidos graxos encontrado no óleo de canola oferece maior qualidade para consumo e saúde humana.

Assim, enriquecer alimentos com conteúdo de AGPI pode induzir efeitos benéficos à saúde humana, reduzindo a incidência de doenças crônicas e cardiovasculares [44]. Portanto, a adição de óleo de canola em organogéis pode oferecer um potencial aumento de AGPI em comparação ao uso de gordura vegetal [27]. A substituição de gorduras saturadas e *trans* em alimentos por organogéis contribuirá para o desenvolvimento de produtos mais saudáveis com um perfil de ácidos graxos melhorado. Isso foi demonstrado no estudo de Gómez-Estaca *et al*. [45], que utilizou um oleogel à base de óleos de oliva, linhaça e peixe em formulações de hambúrguer. Nesse estudo, o perfil de ácidos graxos mostrou melhorias significativas, com um aumento de 3,6 vezes na razão $\sum$ AGPI/AGS e uma diminuição de 23 vezes na razão $\sum$ n-6/n-3 em comparação ao grupo controle.

3.2. Caracterização dos organogéis

3.2.1. Caracterização de grupos funcionais por FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

O método FTIR foi utilizado para caracterizar a estrutura química dos produtos, determinando os grupos funcionais avaliados pelos espectros na Fig. 1. Dessa forma, é possível identificar as interações intermoleculares entre os organogéis e seus componentes: óleo de canola e agentes estruturantes, por meio das intensidades em números de onda específicos.

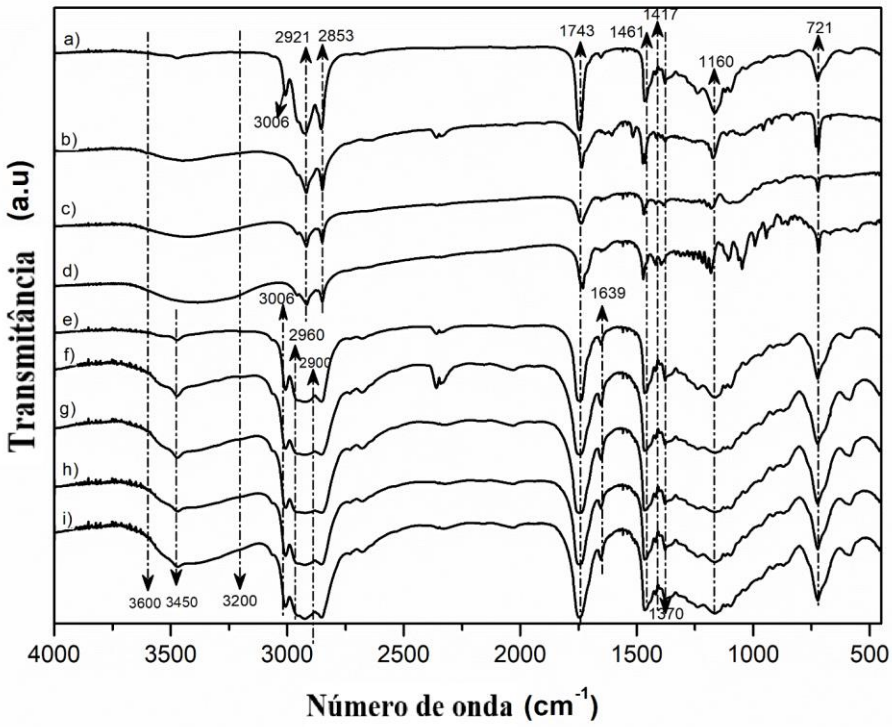

Fig. 1 Espectros FTIR. Amostras: a) Óleo de canola; b) Cera de carnaúba tipo III; c) Span 60; d) Monoestearato de glicerila; e) Organogel 3%; f) Organogel 6%; g) Organogel 9%; h) Organogel 12%; i) Organogel 15%.

Algumas interações químicas são observadas na Fig. 1, identificadas pela apresentação de uma configuração singular entre 3600-3200 cm^{-1} nos espectros dos organogéis, o que, de acordo com Marangoni [46], é comumente esperado como um pico acentuado próximo a 3450 cm^{-1}, causado pela cristalização, caracterizando as ligações de hidrogênio intermoleculares específicas que ocorrem entre o grupo –OH e o grupo C–3 no componente esterol e o grupo carbonila do éster de esterol. Segundo Aliasl Khiabani *et al*. [19], a estrutura semicristalina dos organogéis é então definida diretamente por ligações de hidrogênio intra ou intermoleculares.

Outros pontos específicos foram observados, com os picos encontrados próximos a 3006 cm^{-1} no espectro do óleo de canola e nas formulações do organogel, associados a sinais de alcano e alceno. Outra consideração entre os espectros de óleo de canola e agentes estruturantes pode ser relacionada aos picos próximos de 2921 cm^{-1} e 2853 cm^{-1}, que representam vibrações de alongamento C–H. Ainda próximo a essa banda, há interações associadas à estabilidade causada pelo deslocamento do pico de 2921 cm^{-1} para uma banda larga entre 2960-2900 cm^{-1}, correspondente à mudança no ponto de fusão dos ácidos graxos saturados, que aumenta à medida que suas respectivas massas moleculares aumentam devido às forças de Van der Waals [47].

As bandas formadas em 1461 cm^{-1} e 1417 cm^{-1} são atribuídas à flexão dos grupos CH e

CH_2, bem como ao alongamento C–O de C–O–C [48]. O alongamento dos grupos alceno (C═C) é identificado próximo a 1743 cm^{-1} [19], enquanto em torno de 1639 cm^{-1} está associado às vibrações de alongamento dos ésteres carboxílicos (C═O) [19,48]. Vibrações também são observadas em 1160 cm^{-1}, correspondentes ao alongamento C–O, e em torno de 1370 cm^{-1} à flexão dos grupos C–H e CH_3. Além disso, o pico em 721 cm^{-1} é observado em amostras que contêm lipídios, correspondendo à flexão da cadeia alquila $(CH_2)n$ [19]. Assim, os espectros de FTIR confirmam a formação bem-sucedida dos organogéis à base de óleo de canola utilizando diferentes agentes estruturantes.

3.2.2. Avaliação da formação de organogel

Para avaliar qualitativamente a estabilidade estrutural, Cerqueira *et al*. [49] sugerem que ela está diretamente relacionada ao delicado equilíbrio entre a solubilidade e a insolubilidade dos agentes estruturantes na mistura, conforme influenciado pela formação do gel. A Tabela 4 fornece uma classificação das características visuais dos organogéis e da gordura vegetal em relação à sua estabilidade ao longo de 7 dias.

Tabela 4. Classificação dos organogéis e da gordura vegetal de acordo com a avaliação visual

Amostras	Tempo de avaliação		
	Dia 1	Dia 3	Dia 7
OG 3%	3	2	2
OG 6%	5	5	5
OG 9%	5	5	5
OG 12%	5	5	5
OG 15%	5	5	5
GV	5	5	5

Amostras: OG = Organogel contendo S60, MG e CCt3, combinação ternária e concentrações de 3, 6, 9, 12 e 15%. GV = Gordura vegetal.

Apenas a formulação OG 3% apresentou diferença em comparação com as demais durante o período de armazenamento de 7 dias. No dia 1, o OG 3% foi classificado como um gel médio (classificação 3), pois fluiu para fora do béquer quando submetido a uma força gravitacional. Entre os dias 3 e 7, ele se tornou um organogel com características de gel fraco (classificação 2). Esse resultado mostra que a concentração mínima de agentes estruturantes foi indesejável para a gelificação do organogel.

As amostras OG 6%, OG 9%, OG 12% e OG 15% não diferiram entre si ($p > 0,05$) nos dias analisados, apresentando uma classificação de gel totalmente firme (classificação 5),

semelhante à observada para a gordura vegetal (GV) durante o mesmo período. Assim, quando o óleo de canola foi incorporado aos agentes estruturantes a partir de 6%, formaram-se estruturas sólidas que mantiveram estabilidade e dureza durante o período de avaliação de 7 dias. Esses resultados estão diretamente relacionados às propriedades específicas dos agentes estruturantes, já que sua estrutura química pode influenciar diretamente a formação do organogel [49].

Assim, vale destacar que o CCt3, devido a seus principais componentes químicos serem álcoois primários de cadeia reta C32 e C34 e ésteres de ácido carboxílico C24 e C28, apresenta bom comportamento de gelificação [50]. Além disso, o Span 60 promove interações devido à presença de grupos hidrofóbicos com o óleo, levando à formação de estruturas mais densas [49], e o monostearato de glicerila atua como agente emulsificante e também retém óleos de forma eficiente, produzindo uma estrutura firme [13,51]. Portanto, os resultados encontrados sustentam que as formulações OG 6%, OG 9%, OG 12% e OG 15% apresentam características desejáveis, atribuídas às concentrações adequadas dos agentes estruturantes incorporados ao óleo de canola, possibilitando a substituição da gordura vegetal e garantindo a retenção do óleo de canola na formação estrutural cristalina.

3.2.3. Perda de óleo, determinação da oxidação lipídica e textura

A Tabela 5 mostra os resultados dos parâmetros físico-químicos das amostras de organogel e gordura vegetal.

Tabela 5. Parâmetros físico-químicos das amostras de organogel e de gordura vegetal.

Amostras	Parâmetros		
	Perda de óleo (%)	OXITEST® (h)	Dureza (N)
OG 3%	$13,97\pm1,62^{a}$	$14,07\pm0,28^{d}$	$0,93\pm0,16^{f}$
OG 6%	$1,49\pm0,24^{b}$	$15,23\pm0,52^{c}$	$2,39\pm0,12^{e}$
OG 9%	$0,32\pm0,11^{c}$	$15,83\pm0,25^{bc}$	$7,82\pm0,19^{c}$
OG 12%	$0,26\pm0,11^{c}$	$16,33\pm0,28^{b}$	$14,76\pm0,62^{b}$
OG 15%	$0,01\pm0,00^{d}$	$16,49\pm0,23^{b}$	$22,10\pm0,75^{a}$
GV	-	$33,24\pm0,17^{a}$	$4,63\pm0,50^{d}$

Valores expressos em média ± desvio padrão. [a-f]Diferentes letras maiúsculas dentro de cada linha por amostras indicam diferenças significativas ($p < 0,05$). Amostras: OG = Organogel contendo S60, MG e CCt3, combinação ternária e concentrações de 3, 6, 9, 12 e 15%. GV = Gordura vegetal.

A perda de óleo permite avaliar o potencial dos organogéis para reter óleo em sua estrutura, o que influencia suas aplicações futuras [52]. Os resultados descritos na Tabela 5

sugerem que a concentração do agente estruturante é um fator importante na perda de óleo.

A maior liberação de óleo ocorreu para OG 3% (13,97±1,62), seguido por OG 6% (1,49±0,24), enquanto nas amostras OG 9% (0,32±0,11) e OG 12% (0,26±0,11) não houve diferenças estatísticas ($p > 0,05$) entre elas. Finalmente, OG 15% (0,01±0,00) apresentou a menor perda de óleo, o que destaca que o aumento dos agentes estruturantes promove a retenção de óleo na estrutura. Os resultados obtidos estão de acordo com Pandolsook e Kupongsak [53], que estudaram a influência da cera de farelo de arroz em organogéis e obtiveram uma perda de óleo em torno de 0,25% quando a concentração do agente estruturante era de 9%. Os mesmos autores apontam que essa concentração tem alta capacidade de retenção de óleo, sugerindo seu uso em futuras produções de emulsões água-em-óleo sem a adição de emulsificante ou estabilizante. Portanto, considerando a semelhança deste estudo, os organogéis formulados com 9% de agente estruturante são promissores para aplicações futuras.

Além disso, a análise pelo OXITEST® permite medir a oxidação lipídica de óleos e gorduras em um curto período de tempo. Ela avalia diretamente amostras sólidas ou líquidas, sem necessidade de extração prévia, e, portanto, não utiliza reagentes caros ou tóxicos [54,55]. A Tabela 5 apresenta os valores do período de indução para organogéis e gordura vegetal. Esse período de indução caracteriza a fase inicial da oxidação lipídica no OXITEST® [56]. Não há estudos publicados na literatura que tenham avaliado a estabilidade oxidativa lipídica de organogéis utilizando o OXITEST®.

Para as amostras OG 3% e OG 6%, houve diferenças estatísticas significativas ($p < 0,05$), com o OG 3% exibindo o menor tempo de indução (14,07±0,28 h). Este resultado está de acordo com as descobertas de Claus *et al*. [25], que avaliaram o tempo de indução do óleo de canola sem aditivos, relatando um valor de 14,80 h. Para OG 9% (15,83±0,25), OG 12% (16,33±0,28) e OG 15% (16,49±0,23), os valores não diferiram significativamente ($p > 0,05$) entre si, sugerindo que a concentração de 9% do agente estruturante marca um limite para retardar a oxidação. Os efeitos da CCt3 como agente estruturante são explicados por seus compostos com propriedades antioxidantes, que prolongam o período de indução [57]. Além disso, a análise da gordura vegetal (amostra controle) mostrou um período de indução mais longo (33,24±0,17), atribuído à presença do antioxidante sintético, BHT (Butilhidroxitolueno).

A textura dos organogéis foi avaliada por meio da análise de dureza, medindo a força máxima obtida na primeira compressão das amostras. A faixa de força máxima para compressão a 25 °C apresentada pelos organogéis (Tabela 5) variou entre 0,93 N (OG 3%) e 22,10 N (OG 15%). Embora, na avaliação visual, quatro das cinco formulações não tenham apresentado diferenças significativas, sendo classificadas como géis totalmente firmes (exceto o OG 3%), a análise de textura revelou diferenças, uma vez que se trata de uma análise

quantitativa, na qual a dureza aumentou com o aumento das concentrações de cada agente estruturante.

Outros pesquisadores também testaram diferentes agentes estruturantes e quantidades em combinações para a formação de organogéis. No estudo de Godoi *et al*. [6], Span 60, cera de candelila e óleo de palma hidrogenado foram utilizados como ingredientes para organogel, resultando em organogéis mais duros com o aumento da proporção de cera (1-6%), enquanto o uso isolado do Span 60 não proporcionou uma dureza considerável. De forma semelhante, Woern *et al*. [58] desenvolveram organogéis à base de óleo de canola para a substituição parcial de gordura animal em salame cozido, contendo etilcelulose e lecitina, sugerindo uma correlação entre o aumento da concentração de surfactante e o aumento da dureza dos géis, já que os valores obtidos aumentaram entre as formulações contendo 9% de agente estruturante (5 N) e 13% (14,4 N). Os valores são semelhantes aos obtidos neste estudo para OG 9% (7,82±0,19 N) e OG 12% (14,76±0,62 N).

Os resultados mostram que a combinação dos três agentes estruturantes utilizados neste estudo pode aumentar certas propriedades, como a dureza, ampliando a capacidade dos géis de resistirem à deformação, evidenciando interações com outras moléculas por meio de ligações de hidrogênio, interações hidrofóbicas e dipolo-dipolo, permitindo a formação de uma estrutura de rede mais estável [59].

A gordura vegetal analisada, contendo uma mistura de óleos vegetais interesterificados, apresentou uma dureza de 4,63 N, posicionada entre os valores para OG 6% (2,39 N) e OG 9% (7,82 N). Isso sugere que essas formulações de organogel podem ser de particular interesse devido à sua eficácia comparável às gorduras vegetais tradicionais [60]. Determinar a dureza é crucial para avaliar a espalhabilidade dos organogéis, o que fornece informações sobre seu uso potencial em margarinas e outros produtos gordurosos para espalhar. Os resultados deste estudo estão alinhados com os relatados por Papadaki *et al*. [61], onde os valores de dureza de oleogéis à base de cera de óleo microbiano variaram entre 2,4 e 6,0 N. Esses resultados são considerados suficientes para aplicação em produtos alimentícios contendo gordura que se deseja espalhar [62].

3.2.4. Estudo reológico

A caracterização reológica dos organogéis é crucial para a obtenção de produtos alimentícios com propriedades reológicas desejáveis, pois esses sistemas influenciam diretamente o comportamento físico e as propriedades sensoriais dos alimentos. Além disso, esses dados são essenciais para facilitar sua produção em escala industrial [63]. Na Tabela 6, os resultados reológicos dos organogéis são comparados com os da gordura vegetal.

Tabela 6. Propriedades reológicas em estado estacionário dos organogéis, gordura vegetal e viscosidade aparente a 25 °C.

Amostras	Parâmetros							
	η10 (Pa.s)	**η100 (Pa.s)**	**Histerese (Pa/s)**	**τ0 (Pa.s)**	**τ0 (Pa.s) Verdadeiro**	**K (Pa.s^n)**	***n***	**R^2**
OG 3%	0,23	0,08	1455,93	1,13±0,06	10,34	0,16±0,01	0,84±0,01	0,99
OG 6%	0,53	0,15	3119,32	3,30±0,10	45,94	0,27±0,01	0,83±0,01	0,99
OG 9%	1,52	0,36	7169,40	10,79±0,16	788,90	0,57±0,02	0,82±0,00	0,99
OG 12%	2,26	0,47	22849,07	17,11±0,24	1859,00	0,69±0,03	0,83±0,01	0,99
OG 15%	2,36	0,49	30074,29	18,38±0,43	2717,00	0,59±0,04	0,87±0,01	0,99
GV	13,66	1,96	31989,73	85,08±2,11	761,10	20,40±1,19	0,37±0,01	0,99

Amostras: OG = Organogel contendo S60, MG e CCt3, combinação ternária e concentrações de 3, 6, 9, 12 e 15%. GV = gordura vegetal. η10 = viscosidade aparente com taxa de cisalhamento de 10 s^{-1}; η100 = viscosidade aparente com taxa de cisalhamento de 100 s^{-1}; τ0 = tensão inicial; K = índice de consistência; n = índice de comportamento, R2 = coeficiente de determinação.

A equação de Herschel-Bulkley é amplamente utilizada para caracterizar organogéis e materiais pseudoplásticos [6,60,64]. Esse modelo foi usado para ajustar as curvas de fluxo, resultando em valores de R^2 iguais (0,99) para todas as amostras. Os valores de η10 (viscosidade aparente a uma taxa de cisalhamento de 10 s^{-1}) e η100 (viscosidade aparente a uma taxa de cisalhamento de 100 s^{-1}) aumentaram em relação ao aumento da concentração de agente estruturante, com o valor máximo obtido para OG 15% sendo 2,36 Pa.s (η10) e 0,49 Pa.s (η100), enquanto para GV os valores encontrados foram mais altos, em 13,66 Pa.s (η10) e 1,96 Pa.s (η100). Assim, as amostras de organogel apresentaram comportamento tixotrópico, onde a viscosidade diminui com o aumento da taxa de deformação; os valores do fenômeno conhecido como histerese aumentam em relação à concentração dos agentes estruturantes e indicam que o material tende a retornar ao seu estado físico original após a aplicação crescente de taxas de cisalhamento. Esse fenômeno é frequentemente observado em fluidos alimentares, ocorrendo por meio da reconstrução molecular, onde, após o fim da aplicação do estresse (ponto de escoamento), a estrutura cristalina formada pode apresentar recuperação parcial ou completa [65].

A GV (85,08±2,11 Pa.s) apresentou o maior valor de τ_0 (tensão inicial), seguido por OG 15% (18,38±0,43 Pa.s), OG 12% (17,11±0,24), OG 9% (10,79±0,16), OG 6% (3,30±0,10), OG 3% (1,13±0,06). No entanto, para τ_0 verdadeiro (tensão inicial verdadeira), a GV (761,10 Pa.s) mostrou uma semelhança aproximada apenas com OG 9% (788,90 Pa.s). τ_0 refere-se à força inicial aplicada para que a amostra possa fluir, então, quanto maior o valor de τ_0, maior é a força aplicada. Esse valor é essencial para a industrialização desse material e para o projeto de

tubulações e bombas de industrias que desejam produzir este organogel.

Quanto aos valores de K (índice de consistência), a amostra com o maior valor foi a GV (20,40±1,19 Pa.s^n), enquanto as amostras de organogel variaram de 0,16 a 0,59 Pa.s^n. O índice de consistência indica o grau de resistência ao fluxo do fluido, quanto maior o valor de K, mais viscoso é o material. Para n (índice de comportamento), os resultados variaram de 0,37 a 0,87, indicando que as amostras analisadas apresentaram comportamento de fluxo pseudoplástico, já que os valores de n foram menores que 1,00 [66]. Resultados semelhantes foram relatados por Godoi *et al*. [6] no desenvolvimento de organogéis com diferentes concentrações e combinações de agentes estruturantes, que variaram de 0,65 a 0,93.

3.2.5. Microestrutura

A microscopia de luz polarizada é uma ferramenta valiosa para revelar a organização microestrutural das moléculas e detectar alterações morfológicas nas estruturas cristalinas. Portanto, essa técnica pode explicar variações na textura, no tamanho dos cristais, nas interações e nas formas, conforme apontado pelos estudos de Ribeiro *et al*. [67] e Stahl *et al*. [68]. A Fig. 2 mostra os resultados da microscopia de luz polarizada das formulações de organogel à base de óleo de canola com diferentes concentrações de agentes estruturantes e da gordura vegetal.

Os resultados obtidos a 25 ºC mostraram que todas as formulações formaram aglomerados cristalinos. No entanto, a topologia de superfície dos organogéis variou com a adição de concentrações graduais dos agentes estruturantes. Assim, ao comparar as amostras, o OG 3% apresentou menor presença de cristais brilhantes e regiões irregulares e amorfas devido à sua baixa concentração, sugerindo que não é suficiente para formar uma rede cristalina estruturada no organogel. Isso corrobora os resultados encontrados na avaliação visual (Tabela 4), que descrevem que o OG 3% é insuficiente para formar uma rede cristalina estruturada, afetando negativamente suas propriedades físico-químicas.

Por outro lado, concentrações a partir de 6% promoveram a formação de redes cristalinas mais densas e homogêneas, com um aumento claro no número de cristais. Esses achados demonstram o maior potencial dessas formulações para uso na indústria alimentícia, já que seu caráter de compactação estrutural influencia diretamente a dureza, suavidade e propriedades reológicas das matrizes lipídicas, conforme observado por Barbosa *et al*. [69]. De maneira semelhante, Ribeiro *et al*. [67] descreveram que essas características contribuem para qualidades desejáveis no produto, como boa espalhabilidade.

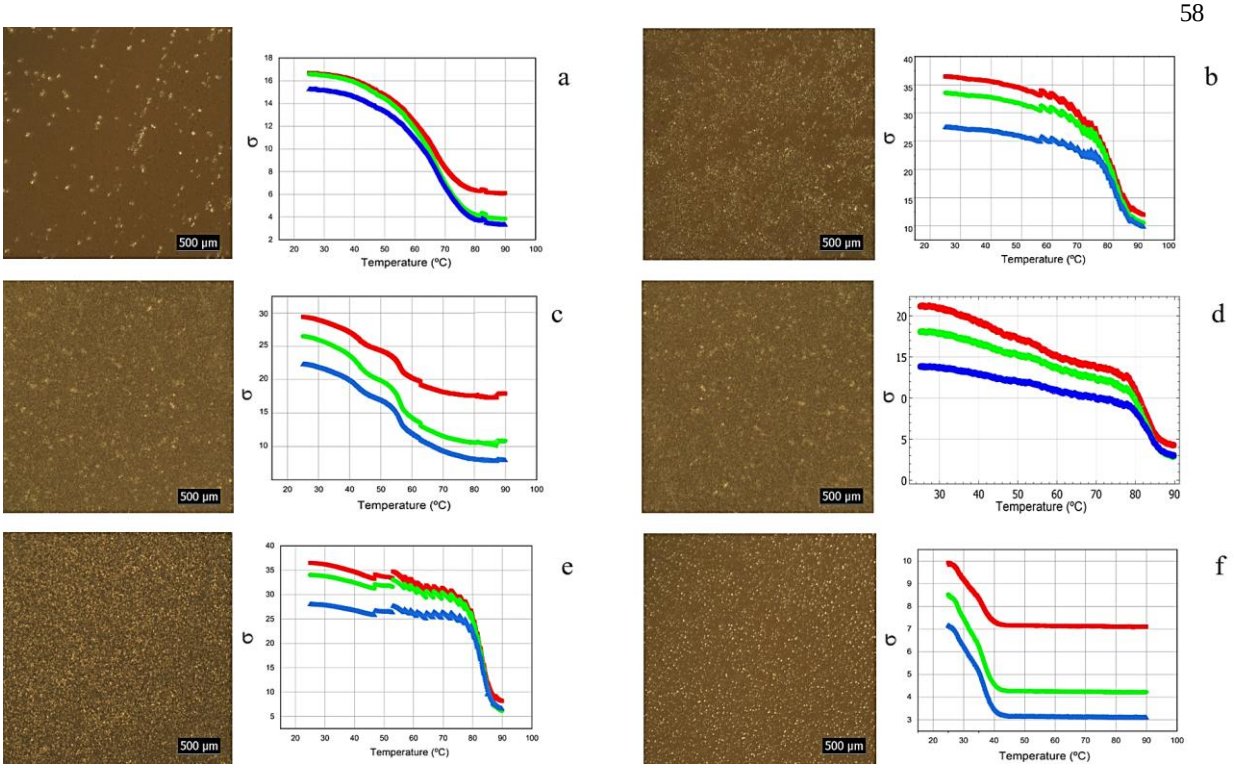

Fig. 2. Microestrutura e transições de fase. Amostras: a) Organogel 3%; b) Organogel 6%; c) Organogel 9%; d) Organogel 12%; e) Organogel 15%; f) Gordura vegetal.

A Fig. 2 também mostra que as concentrações de 9%, 12% e 15% foram mais semelhantes à gordura vegetal. Esse fato contribui para as propriedades físico-químicas, mas ressalta que, em concentrações adequadas, os organogéis podem ser produtos promissores para o consumo humano, pois formam redes cristalinas semelhantes ao produto sólido convencional com uma menor proporção de ácidos graxos saturados.

Além disso, a alta área de superfície das formulações de 9%, 12% e 15% garante melhores interações entre a estrutura lipídica do óleo de canola e os agentes estruturantes, favorecendo os domínios intercristalinos. Portanto, a possível explicação para os melhores atributos nas formulações com maior teor de agentes estruturantes é a formação de redes tridimensionais que asseguram um empacotamento molecular homogêneo, definindo o comportamento dos organogéis em termos de textura, aparência e funcionalidade. Nossos resultados são semelhantes aos de Godoi *et al*. [70], que relataram benefícios em organogéis com níveis de agentes estruturantes superiores a 10%.

De acordo com Ribeiro *et al*. [67], a aplicação de gordura em produtos alimentícios exige que o diâmetro médio dos cristais seja inferior a 30 µm para evitar uma sensação arenosa na boca, proporcionando consistência e suavidade adequadas. Assim, as imagens da Fig. 2 confirmaram que os agentes estruturantes utilizados formaram pequenos cristais (~5 µm), presentes em um sistema cristalino polimórfico estável.

Outros resultados também foram descritos no gráfico exposto na Fig. 2, representando

mudanças texturais de acordo com o aumento da temperatura. A partir dos resultados obtidos, observou-se que, na faixa de temperatura de 25 ºC a 90 ºC, todos os organogéis e a gordura vegetal apresentaram mudanças estruturais devido à agitação térmica das moléculas na rede cristalina, onde, após atingir o ponto de fusão, apresentaram desestruturação da rede cristalina, perda de textura e estruturação dos cristalitos de gordura devido à transição de mudança de estado físico. No entanto, apesar das diferenças nas proporções dos agentes estruturantes, todas as formulações apresentaram um ponto de fusão próximo de 90 ºC, diferindo da gordura vegetal, que apresentou um ponto de fusão de 40 ºC. Os resultados corroboram Hwang [71], que afirma que organogéis contendo ceras vegetais como agentes estruturantes oferecem um ponto de fusão mais alto do que as gorduras sólidas.

Além disso, estudos anteriores descrevem que o alto teor de ácidos graxos insaturados no óleo de canola reduz o ponto de fusão do produto; contudo, com a adição de agentes estruturantes, o ponto de fusão da mistura é aumentado, assim aprimorando seu uso em formulações de produtos alimentícios [72].

4. Conclusão

Os resultados deste estudo indicam que o organogel à base de óleo de canola, utilizando diferentes concentrações dos agentes estruturantes Span 60, Monostearato de Glicerila e Cera de Carnaúba Tipo III, transformou o óleo líquido em um material semissólido por meio da formação de uma rede tridimensional. No entanto, embora o uso do óleo de canola contribua para a qualidade nutricional lipídica dos organogéis devido ao seu maior teor de ácidos graxos insaturados (AGI) em comparação com a gordura vegetal, as concentrações dos agentes estruturantes demonstraram uma influência significativa no desenvolvimento das características dos organogéis. Os resultados determinaram que, em uma concentração de 3% de agentes estruturantes, o gel inicialmente formado apresentou firmeza moderada, mas tornou-se quebradiço entre o terceiro e o sétimo dia. Em contraste, em concentrações variando de 6% a 15%, os géis mantiveram firmeza adequada ao longo do período de armazenamento. Portanto, uma concentração mínima de 6% de agentes estruturantes é necessária para garantir a formação de uma rede estável e a estruturação eficaz do organogel, enquanto concentrações de 9% ou mais proporcionam resultados superiores em termos de estabilidade, textura e reologia.

Dessa forma, os organogéis surgem como uma inovação promissora, com o potencial de transformar a indústria alimentícia, substituindo as gorduras vegetais ricas em ácidos graxos saturados e gorduras *trans*, promovendo uma abordagem mais saudável para a produção de alimentos. Estudos futuros são sugeridos para realizar avaliações sensoriais, explorando o potencial de aplicação do organogel desenvolvido em diferentes produtos alimentícios.

5. Referências

[1] M. Briggs, K. Petersen, P. Kris-Etherton, Saturated Fatty Acids and Cardiovascular Disease: Replacements for Saturated Fat to Reduce Cardiovascular Risk, Healthcare. 5 (2017) 29. https://doi.org/10.3390/healthcare5020029.

[2] M.A. Islam, M.N. Amin, S.A. Siddiqui, M.P. Hossain, F. Sultana, M.R. Kabir, Trans fatty acids and lipid profile: A serious risk factor to cardiovascular disease, cancer and diabetes, Diabetes Metab. Syndr. Clin. Res. Rev. 13 (2019) 1643–1647. https://doi.org/10.1016/j.dsx.2019.03.033.

[3] M.R. L'Abbé, S. Stender, C.M. Skeaff, Ghafoorunissa, M. Tavella, Approaches to removing trans fats from the food supply in industrialized and developing countries, Eur. J. Clin. Nutr. 63 (2009) S50–S67. https://doi.org/10.1038/ejcn.2009.14.

[4] Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), Resolução – RDC nº 332, de 23 de dezembro de 2019. Definir os requisitos para uso de alimentação trans industrial em alimentos, Ministério da Saúde do Brasil. https://www.in.gov.br/en/web/dou/-/resolucao-rdc-n-332-de-23-de-dezembro-de-2019-235332281, 2019. (accessed 9 August, 2023).

[5] Z. Meng, Y. Guo, Y. Wang, Y. Liu, Organogels based on the polyglyceryl fatty acid ester and sunflower oil: Macroscopic property, microstructure, interaction force, and application, LWT. 116 (2019) 108590. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108590.

[6] K.R.R. de Godoi, R.C. Basso, C.C. Ming, V.M. da Silva, R.L. da Cunha, D. Barrera-Arellano, A.P.B. Ribeiro, Physicochemical and rheological properties of soybean organogels: Interactions between different structuring agents, Food Res. Int. 124 (2019) 108475. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.05.023.

[7] L.S.K. Dassanayake, D.R. Kodali, S. Ueno, Formation of oleogels based on edible lipid materials, Curr. Opin. Colloid Interface Sci. 16 (2011) 432–439. https://doi.org/10.1016/j.cocis.2011.05.005.

[8] N. Siraj, M.A. Shabbir, T. Ahmad, A. Sajjad, M.R. Khan, M.I. Khan, M.S. Butt, Organogelators as a Saturated Fat Replacer for Structuring Edible Oils, Int. J. Food Prop. 18 (2015) 1973–1989. https://doi.org/10.1080/10942912.2014.951891.

[9] F.R. Lupi, V. Greco, N. Baldino, B. de Cindio, P. Fischer, D. Gabriele, The effects of intermolecular interactions on the physical properties of organogels in edible oils, J. Colloid Interface Sci. 483 (2016) 154–164. https://doi.org/10.1016/j.jcis.2016.08.009.

[10] H. Sawalha, P. Venema, A. Bot, E. Flöter, E. van der Linden, The Influence of Concentration and Temperature on the Formation of γ-Oryzanol + β-Sitosterol Tubules in Edible Oil Organogels, Food Biophys. 6 (2011) 20–25.

https://doi.org/10.1007/s11483-010-9169-9.

[11] T. Cottrell, J. van Peij, Sorbitan Esters and Polysorbates, in: Emuls. Food Technol., Wiley, 2014: pp. 271–296. https://doi.org/10.1002/9781118921265.ch12.

[12] Q. Zhao, W. Kuang, Z. Long, M. Fang, D. Liu, B. Yang, M. Zhao, Effect of sorbitan monostearate on the physical characteristics and whipping properties of whipped cream, Food Chem. 141 (2013) 1834–1840. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.04.086.

[13] A.C. Ferro, P.K. Okuro, A.P. Badan, R.L. Cunha, Role of the oil on glyceryl monostearate based oleogels, Food Res. Int. 120 (2019) 610–619. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.11.013.

[14] C.A.S. de Freitas, P.H.M. de Sousa, D.J. Soares, J.Y.G. da Silva, S.R. Benjamin, M.I.F. Guedes, Carnauba wax uses in food – A review, Food Chem. 291 (2019) 38–48. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.03.133.

[15] J. Visentainer, M. Petenuci, O. Junior, P. Montanher, P. Biondo, T. Claus, Canola: a química analítica do processamento aos compostos bioativos, first ed., Appris, Curitiba, 2015.

[16] S. Perța-Crișan, C.-Ștefan Ursachi, B.-D. Chereji, F.-D. Munteanu, Oleogels—Innovative Technological Solution for the Nutritional Improvement of Meat Products, Foods. 12 (2022) 131. https://doi.org/10.3390/foods12010131.

[17] S. Mayumi Antoniazzi Marçola, I. Cremaschi Kasukawa Martins, C. Paula Buranello, E. Julia de Souza, P. Daniele Silva dos Santos, B. Henrique Figueiredo Saqueti, O. Oliveira Santos, Desenvolvimento de Organogéis de Óleo de Canola Utilizando Monoestearato de Sorbitano: Qual é a Influência de Diferentes Concentrações?, Rev. Virtual Química. 16 (2024) 604–611. https://doi.org/10.21577/1984-6835.20240025.

[18] S. Barbut, B.E. Tiensa, A.G. Marangoni, Partial fat replacement in liver pâté using canola oil organogel, LWT. 139 (2021) 110428. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.110428.

[19] A. Aliasl khiabani, M. Tabibiazar, L. Roufegarinejad, H. Hamishehkar, A. Alizadeh, Preparation and characterization of carnauba wax/adipic acid oleogel: A new reinforced oleogel for application in cake and beef burger, Food Chem. 333 (2020) 127446. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127446.

[20] International Organization for Standardization (ISO), Animal and Vegetable Fats and Oils, No. 5509. – Preparation of Methyl Esters of fatty Acids, International Organization for Standardization. https://www.iso.org/standard/11560.html, 2000. (accessed 27 January, 2024).

[21] E. Alves, M. Castro, B. Saqueti, L. Manin, J. Alencar, J. Zacarias, A. Bruni, G. Madrona,

J. Visentainer, M. Cristianini, O. Santos, J. Visentainer, Impact of Conservation Processes on the Lipid Profile and Immunological Factors IL-10 and TGF-β1 in Whey Separated from Discarded Human Milk, J. Braz. Chem. Soc. 35 (2024) e20230102. https://doi.org/10.21577/0103-5053.20230102.

[22] E. Szpunar-Krok, A. Wondołowska-Grabowska, Quality Evaluation Indices for Soybean Oil in Relation to Cultivar, Application of N Fertiliser and Seed Inoculation with Bradyrhizobium japonicum, Foods. 11 (2022) 762. https://doi.org/10.3390/foods11050762.

[23] E.S. Alves, C.S.R. Ferreira, P.R. Souza, A.R.S. Bruni, M.C. Castro, B.H.F. Saqueti, O.O. Santos, G.S. Madrona, J.V. Visentainer, Freeze-dried human milk microcapsules using gum arabic and maltodextrin: An approach to improving solubility, Int. J. Biol. Macromol. 238 (2023) 124100. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124100.

[24] R.Y. Kuwahara, H. Yamagishi, K. Hashimoto, S. Tamesue, T. Yamauchi, N. Tsubokawa, Easy preparation and characterization of conducting polymer-low molecular weight organogel system, Polymer (Guildf). 61 (2015) 99–107. https://doi.org/10.1016/j.polymer.2014.12.059.

[25] T. Claus, S.A. Maruyama, S. V. Palombini, P.F. Montanher, E.G. Bonafé, O. de Oliveira Santos Junior, M. Matsushita, J. V. Visentainer, Chemical characterization and use of artichoke parts for protection from oxidative stress in canola oil, LWT - Food Sci. Technol. 61 (2015) 346–351. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.12.050.

[26] J.C.B. Rocha, J.D. Lopes, M.C.N. Mascarenhas, D.B. Arellano, L.M.R. Guerreiro, R.L. da Cunha, Thermal and rheological properties of organogels formed by sugarcane or candelilla wax in soybean oil, Food Res. Int. 50 (2013) 318–323. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.10.043.

[27] K.F. Chaves, D. Barrera-Arellano, A.P.B. Ribeiro, Potential application of lipid organogels for food industry, Food Res. Int. 105 (2018) 863–872. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.12.020.

[28] J. Shen, Y. Liu, X. Wang, J. Bai, L. Lin, F. Luo, H. Zhong, A Comprehensive Review of Health-Benefiting Components in Rapeseed Oil, Nutrients. 15 (2023) 999. https://doi.org/10.3390/nu15040999.

[29] M. Alejandre, I. Astiasarán, D. Ansorena, S. Barbut, Using canola oil hydrogels and organogels to reduce saturated animal fat in meat batters, Food Res. Int. 122 (2019) 129–136. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.03.056.

[30] T.A. Stortz, A.K. Zetzl, S. Barbut, A. Cattaruzza, A.G. Marangoni, Edible oleogels in food products to help maximize health benefits and improve nutritional profiles, Lipid

Technol. 24 (2012) 151–154. https://doi.org/10.1002/lite.201200205.

[31] M. Espert, Q. Wang, T. Sanz, A. Salvador, Sunflower Oil-based Oleogel as Fat Replacer in Croissants: Textural and Sensory Characterisation, Food Bioprocess Technol. 16 (2023) 1943–1952. https://doi.org/10.1007/s11947-023-03029-w.

[32] F. Jimenez-Colmenero, L. Salcedo-Sandoval, R. Bou, S. Cofrades, A.M. Herrero, C. Ruiz-Capillas, Novel applications of oil-structuring methods as a strategy to improve the fat content of meat products, Trends Food Sci. Technol. 44 (2015) 177–188. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2015.04.011.

[33] X. Jia, X. Xiong, H. Chen, G. Xiao, Q. Cheng, Z. Zhang, Promising Novel Method of Acetylation Modification for Regulating Fatty Acid Metabolism in Brassica napus L., Biology (Basel). 11 (2022) 483. https://doi.org/10.3390/biology11040483.

[34] C.C. Mandu, D. Barrera-Arellano, M.H.A. Santana, G.D. Fernandes, Waxes used as structuring agents for food organogels: A Review, Grasas y Aceites. 71 (2020) 344. https://doi.org/10.3989/gya.1169182.

[35] A. Bot, Y.S.J. Veldhuizen, R. den Adel, E.C. Roijers, Non-TAG structuring of edible oils and emulsions, Food Hydrocoll. 23 (2009) 1184–1189. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2008.06.009.

[36] H. Pehlivanoğlu, M. Demirci, O.S. Toker, N. Konar, S. Karasu, O. Sagdic, Oleogels, a promising structured oil for decreasing saturated fatty acid concentrations: Production and food-based applications, Crit. Rev. Food Sci. Nutr. 58 (2018) 1330–1341. https://doi.org/10.1080/10408398.2016.1256866.

[37] V. Kostik, S. Memeti, B. Bauer, Fatty acid composition of edible oils and fats, J. Hyg. Eng. Des. 4 (2013) 112–116. https://keypublishing.org/jhed/wp-content/uploads/2020/07/06.-Full-paper-Vesna-Kostik-2.pdf.

[38] J. Chen, H. Liu, Nutritional Indices for Assessing Fatty Acids: A Mini-Review, Int. J. Mol. Sci. 21 (2020) 5695. https://doi.org/10.3390/ijms21165695.

[39] B. Öztürk-Kerimoğlu, A. Kara, M. Urgu-Öztürk, M. Serdaroğlu, A new inverse olive oil emulsion plus carrot powder to replace animal fat in model meat batters, LWT. 135 (2021) 110044. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.110044.

[40] S. Khalili Tilami, L. Kouřimská, Assessment of the Nutritional Quality of Plant Lipids Using Atherogenicity and Thrombogenicity Indices, Nutrients. 14 (2022) 3795. https://doi.org/10.3390/nu14183795.

[41] M. Rossi, C. Alamprese, S. Ratti, Tocopherols and tocotrienols as free radical-scavengers in refined vegetable oils and their stability during deep-fat frying, Food Chem. 102 (2007) 812–817. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.06.016.

[42] M. Nosratpour, R. Farhoosh, A. Sharif, Quantitative Indices of the Oxidizability of Fatty Acid Compositions, Eur. J. Lipid Sci. Technol. 119 (2017). https://doi.org/10.1002/ejlt.201700203.

[43] K. Ratusz, E. Symoniuk, M. Wroniak, M. Rudzińska, Bioactive Compounds, Nutritional Quality and Oxidative Stability of Cold-Pressed Camelina (Camelina sativa L.) Oils, Appl. Sci. 8 (2018) 2606. https://doi.org/10.3390/app8122606.

[44] R.B. M, V. Bengt, U. Matti, B. Lars, P. Eva, R. Gabrielle, R.A. A, T. Linda, H. Kjeld, Effects of dietary saturated, monounsaturated, and n−3 fatty acids on blood pressure in healthy subjects, Am. J. Clin. Nutr. 83 (2006) 221–226. https://doi.org/https://doi.org/10.1093/ajcn/83.2.221.

[45] J. Gómez-Estaca, T. Pintado, F. Jiménez-Colmenero, S. Cofrades, Assessment of a healthy oil combination structured in ethyl cellulose and beeswax oleogels as animal fat replacers in low-fat, PUFA-enriched pork burgers, Food Bioprocess Technol. 12 (2019) 1068–1081. https://doi.org/10.1007/s11947-019-02281-3.

[46] A.G. Marangoni, Organogels: An Alternative Edible Oil-Structuring Method, J. Am. Oil Chem. Soc. 89 (2012) 749–780. https://doi.org/10.1007/s11746-012-2049-3.

[47] J. Pan, L. Tang, Q. Dong, Y. Li, H. Zhang, Effect of oleogelation on physical properties and oxidative stability of camellia oil-based oleogels and oleogel emulsions, Food Res. Int. 140 (2021) 110057. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.110057.

[48] A. Mavria, E. Tsouko, S. Protonotariou, A. Papagiannopoulos, M. Georgiadou, D. Selianitis, S. Pispas, I. Mandala, A.A. Koutinas, Sustainable Production of Novel Oleogels Valorizing Microbial Oil Rich in Carotenoids Derived from Spent Coffee Grounds, J. Agric. Food Chem. 70 (2022) 10807–10817. https://doi.org/10.1021/acs.jafc.2c03478.

[49] M.A. Cerqueira, L.H. Fasolin, C.S.F. Picone, L.M. Pastrana, R.L. Cunha, A.A. Vicente, Structural and mechanical properties of organogels: Role of oil and gelator molecular structure, Food Res. Int. 96 (2017) 161–170. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.03.021.

[50] G. V. Buitimea-Cantúa, S.O. Serna-Saldívar, E. Pérez-Carrillo, T. Jordânia Silva, D. Barrera-Arellano, N.E. Buitimea-Cantúa, Effect of quality of carnauba wax (Copernica cerífera) on microstructure, textural, and rheological properties of soybean oil-based organogels, LWT. 136 (2021) 110267. https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.110267.

[51] Y. Zhang, J. Xu, C. Tang, Y. Li, Crystallization Behavior and Physical Properties of Monoglycerides-Based Oleogels as Function of Oleogelator Concentration, Foods. 12 (2023) 345. https://doi.org/10.3390/foods12020345.

[52] S. Da Pieve, S. Calligaris, E. Co, M.C. Nicoli, A.G. Marangoni, Shear Nanostructuring of Monoglyceride Organogels, Food Biophys. 5 (2010) 211–217. https://doi.org/10.1007/s11483-010-9162-3.

[53] S. Pandolsook, S. Kupongsak, Influence of bleached rice bran wax on the physicochemical properties of organogels and water-in-oil emulsions, J. Food Eng. 214 (2017) 182–192. https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.06.030.

[54] F.S. Aksoy, Z.H. Tekin-Cakmak, S. Karasu, A.S. Aksoy, Oxidative stability of the salad dressing enriched by microencapsulated phenolic extracts from cold-pressed grape and pomegranate seed oil by-products evaluated using OXITEST, Food Sci. Technol. 42 (2022). https://doi.org/10.1590/fst.57220.

[55] F. Tinello, A. Lante, M. Bernardi, F. Cappiello, F. Galgano, M.C. Caruso, F. Favati, Comparison of OXITEST and RANCIMAT methods to evaluate the oxidative stability in frying oils, Eur. Food Res. Technol. 244 (2018) 747–755. https://doi.org/10.1007/s00217-017-2995-y.

[56] R. Vilca, C. Espinoza-Silva, S. Alfaro-Cruz, J.C. Ponce-Ramírez, J. Quispe-Neyra, F. Alvarado-Zambrano, P. Cortés-Avendaño, L. Condezo-Hoyos, Hass and Fuerte avocado (Persea americana sp.) oils extracted by supercritical carbon dioxide: Bioactive compounds, fatty acid content, antioxidant capacity and oxidative stability, J. Supercrit. Fluids. 190 (2022) 105750. https://doi.org/10.1016/j.supflu.2022.105750.

[57] L.B. da Silva Andrade, M.S. da Silva Julião, R. Carneiro Vera Cruz, T.H. Soares Rodrigues, R.O. dos Santos Fontenelle, A.L.C. da Silva, Antioxidant and antifungal activity of carnauba wax powder extracts, Ind. Crops Prod. 125 (2018) 220–227. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.09.004.

[58] C. Woern, A.G. Marangoni, J. Weiss, S. Barbut, Effects of partially replacing animal fat by ethylcellulose based organogels in ground cooked salami, Food Res. Int. 147 (2021) 110431. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110431.

[59] S.Y. Ghan, L.F. Siow, C.P. Tan, K.W. Cheong, Y.Y. Thoo, Influence of Soya Lecithin, Sorbitan and Glyceryl Monostearate on Physicochemical Properties of Organogels, Food Biophys. 15 (2020) 386–395. https://doi.org/10.1007/s11483-020-09633-z.

[60] F.C.S. César, P.M.B.G. Maia Campos, Influence of vegetable oils in the rheology, texture profile and sensory properties of cosmetic formulations based on organogel, Int. J. Cosmet. Sci. 42 (2020) 494–500. https://doi.org/10.1111/ics.12654.

[61] A. Papadaki, E.P. Cipolatti, E.C.G. Aguieiras, M.C. Cerqueira Pinto, N. Kopsahelis, D.M.G. Freire, I. Mandala, A.A. Koutinas, Development of Microbial Oil Wax-Based Oleogel with Potential Application in Food Formulations, Food Bioprocess Technol. 12

(2019) 899–909. https://doi.org/10.1007/s11947-019-02257-3.

[62] L. Zeng, X. Lin, P. Li, F.-Q. Liu, H. Guo, W.-H. Li, Recent advances of organogels: from fabrications and functions to applications, Prog. Org. Coatings. 159 (2021) 106417. https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2021.106417.

[63] J. Ahmed, P. Ptaszek, S. Basu, Food Rheology: Scientific Development and Importance to Food Industry, in: Adv. Food Rheol. Its Appl., Elsevier, 2017: pp. 1–4. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100431-9.00001-2.

[64] N.E. Rocha-Guzmán, M.H. Cháirez-Ramírez, J.D. Pérez-Martínez, W. Rosas-Flores, J. de J. Ornelas-Paz, M.R. Moreno-Jiménez, R.F. González-Laredo, J.A. Gallegos-Infante, Use of organogel-based emulsions (o/w) as a tool to increase the bioaccessibility of lupeol, curcumin, and quercetin, J. Am. Oil Chem. Soc. 98 (2021) 1177–1188. https://doi.org/10.1002/aocs.12528.

[65] J.T.C.L. Toneli, F.E.X. Murr, K.J. Park, Estudo da reologia de polissacarídeos utilizados na indústria de alimentos, Rev. Bras. Prod. Agroindustriais. 7 (2005) 181–204. https://doi.org/10.15871/1517-8595/rbpa.v7n2p181-204.

[66] T.C. de O. Delani, J.H. Miyoshi, M.G. Nascimento, A.R. Sampaio, R. da S. Palácios, F. Sato, L.H. Reichembach, C.L. de O. Petkowicz, S.P. Ruiz, G. Matioli, Evaluation of the biosynthesis, structural and rheological characterization of succinoglycan obtained from a formulation composed of whole and deproteinized whey, Food Sci. Technol. 43 (2023). https://doi.org/10.1590/fst.105922.

[67] A.P.B. Ribeiro, R.C. Basso, R. Grimaldi, L.A. Gioielli, A.O. dos Santos, L.P. Cardoso, L.A. Guaraldo Gonçalves, Influence of chemical interesterification on thermal behavior, microstructure, polymorphism and crystallization properties of canola oil and fully hydrogenated cottonseed oil blends, Food Res. Int. 42 (2009) 1153–1162. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.05.016.

[68] M.A. Stahl, M.H.M. Buscato, R. Grimaldi, L.P. Cardoso, A.P.B. Ribeiro, Low sat-structured fats enriched in α-linolenic acid: physicochemical properties and crystallization characteristics, J. Food Sci. Technol. 54 (2017) 3391–3403. https://doi.org/10.1007/s13197-017-2780-8.

[69] K.M. Barbosa, L.P. Cardoso, A.P.B. Ribeiro, T.G. Kieckbusch, M.H.M. Buscato, Crystallization of low saturated lipid blends of palm and canola oils with sorbitan monostearate and fully hydrogenated palm oil, J. Food Sci. Technol. 55 (2018) 1104–1115. https://doi.org/10.1007/s13197-017-3026-5.

[70] K.R.R. de Godoi, R.C. Basso, C.C. Ming, A.Á. da Silva, L.P. Cardoso, A.P.B. Ribeiro, Crystallization, microstructure and polymorphic properties of soybean oil organogels in

a hybrid structuring system, Food Res. Int. 137 (2020) 109460. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109460.

[71] H.-S. Hwang, A critical review on structures, health effects, oxidative stability, and sensory properties of oleogels, Biocatal. Agric. Biotechnol. 26 (2020) 101657. https://doi.org/10.1016/j.bcab.2020.101657.

[72] G.M. de Oliveira, M.A. Stahl, A.P.B. Ribeiro, R. Grimaldi, L.P. Cardoso, T.G. Kieckbusch, Development of zero trans /low sat fat systems structured with sorbitan monostearate and fully hydrogenated canola oil, Eur. J. Lipid Sci. Technol. 117 (2015) 1762–1771. https://doi.org/10.1002/ejlt.201400559.