UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL – UFRGS
INSTITUTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

APROVEITAMENTO DA PINHA DA *Araucaria angustifolia* PARA EXTRAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS E OBTENÇÃO DE AMIDO RESISTENTE PARA USO COMO ENCAPSULANTE

Mariane Santos Dorneles

Porto Alegre
2025

Mariane Santos Dorneles

APROVEITAMENTO DA PINHA DA *Araucaria angustifolia* PARA EXTRAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS E OBTENÇÃO DE AMIDO RESISTENTE PARA USO COMO ENCAPSULANTE

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos do Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como um dos requisitos para a obtenção do grau de Doutora em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Caciano Pelayo Zapata Noreña

Porto Alegre
2025

CIP - Catalogação na Publicação

Dorneles, Mariane Santos
APROVEITAMENTO DA PINHA DA Araucaria angustifolia PARA EXTRAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS E OBTENÇÃO DE AMIDO RESISTENTE PARA USO COMO ENCAPSULANTE / Mariane Santos Dorneles. -- 2025.
203 f.
Orientador: Caciano Pelayo Zapata Noreña.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Porto Alegre, BR-RS, 2025.

1. Araucaria angustifolia. 2. amido resistente. 3. compostos fenólicos. 4. encapsulamento. 5. materiais de parede. I. Noreña, Caciano Pelayo Zapata, orient. II. Título.

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da UFRGS com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Mariane Santos Dorneles

TESE DE DOUTORADO

APROVEITAMENTO DA PINHA DA *Araucaria angustifolia* PARA EXTRAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS E OBTENÇÃO DE AMIDO RESISTENTE PARA USO COMO ENCAPSULANTE

Submetido como requisito parcial para obtenção do título de:

DOUTORA EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos (PPGCTA)
Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS)

Aprovada em: ____ / ____ / ____
Pela Comissão Examinadora:

Prof. Dr. Caciano Pelayo Zapata Noreña
Orientador – PPGCTA/UFRGS

Prof. Dr. Adriano Brandelli
Banca – PPGCTA/UFRGS

Prof. Dr. Julian Martínez
Banca – PPG Engenharia de Alimentos, FEA – Unicamp

Prof. Dr. Christian R. Encina-Zelada
Banca – Tecnologia de Alimentos, FIAL – Universidad Nacional Agraria La Molina, Peru

Homologada em: ____ / ____ / ____
Por:

Prof. Dr. Rafael Costa Rodrigues
Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos – PPGCTA-ICTA/UFRGS)

Profª. Drª. Florencia Cladera Olivera
Diretora do Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos – ICTA/UFRGS

AGRADECIMENTOS

Sou grata à “Energia” criadora da vida por ter me guiado e permitido vivenciar esta etapa.

Aos meus pais, Ivone e Clovis, toda gratidão por terem sempre me apoiado. À minha irmã Rafaela, à minha sobrinha Valentina e ao meu cunhado Tiago, agradeço toda a parceria de sempre.

Ao meu marido Tiago, faltam palavras. Obrigada por estar sempre ao meu lado, o teu apoio, ajuda, compreensão e companheirismo foram fundamentais para mais esta conquista. Te amo!

Para Aurora, minha filha, que chegou quase ao final desta jornada, dedico esta tese. Que toda a caminhada vivida por mim até aqui possa servir de exemplo e inspiração para este serzinho que veio iluminar nossas vidas. Que ela entenda, desde cedo, que a educação, como diria Paulo Freire, é um ato de amor, coragem e transformação.

Ao meu orientador, Professor Caciano, minha sincera gratidão por todos os ensinamentos ao longo destes anos. Foram tempos de intensos aprendizados, e agradeço imensamente pela confiança que sempre depositaste em mim. O Lab 116 sempre estará no meu coração.

Muitos colegas se tornaram grandes amigos. Liliana e Júnior, os eternos Mestres do Chefe; a pequena grande Luana; e a Fernanda, que, além da amizade estudantil, agora divide comigo as alegrias e angústias da maternidade. A retomada após a pandemia só foi possível graças ao apoio, à companhia e à parceria do Eli e da Eduarda, meus queridos companheiros de “Apê”. Obrigada por terem tornado dias angustiantes nos mais divertidos momentos. Lembrarei para sempre de nossas conversas (e fofocas) na sala do TNN2001B.

Eduarda, sabes o quanto sou grata por te ter ao meu lado. Nossos cafés com pão de queijo foram fundamentais para que as discussões sobre as metodologias acontecessem e tivéssemos êxito nas práticas. Este trabalho aconteceu porque pude contar contigo. Obrigada por tudo!

Aos professores do ICTA, meu agradecimento por todo o aprendizado e ajuda recebida.

Aos funcionários, em especial à Ana, Michele, Edgar, Diogo e ao Dani da portaria, agradeço pela disponibilidade e prontidão em auxiliar sempre que necessário.

Aos professores Dr. Adriano Brandelli, Dr. Julian Martínez e Dr. Christian R. Encina-Zelada, meu muito obrigada pela participação na minha banca examinadora.

Agradeço à Universidade Federal do Rio Grande do Sul e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos do Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos por terem oportunizado o espaço e as condições para minha formação acadêmica e pessoal ao longo desta jornada.

Também sou grata pelo apoio financeiro recebido da CAPES, CNPq e FAPERGS.

Para isso existem as escolas: não para ensinar as respostas, mas para ensinar as perguntas. As respostas nos permitem andar sobre a terra firme. Mas somente as perguntas nos permitem entrar pelo mar desconhecido.

Rubem Alves

RESUMO

A *Araucaria angustifolia*, espécie nativa da Mata Atlântica brasileira, representa um importante recurso regional do ponto de vista ecológico, cultural e econômico. A exploração sustentável de seus subprodutos, como os pinhões e as brácteas (sementes estéreis), oferece oportunidades para o desenvolvimento de ingredientes funcionais de alto valor agregado. Neste contexto, esta pesquisa teve como objetivo geral desenvolver sistemas encapsulados contendo extratos fenólicos de brácteas de *A. angustifolia*, obtidos por extração assistida por micro-ondas, utilizando como materiais de parede o amido resistente de pinhão modificado por métodos físicos, em combinação com fibras alimentares (goma guar parcialmente hidrolisada - PHGG, polidextrose - PD) e proteína isolada do soro de leite (WPI), aplicando diferentes técnicas de encapsulamento. Inicialmente, o amido extraído dos pinhões foi submetido a dois métodos de modificação física: tratamento com micro-ondas seguido de resfriamento e tratamento térmico a baixa umidade (TTBU). As análises térmicas (DSC, TGA), estruturais (DRX, FTIR), morfológicas (MEV), de digestibilidade *in vitro* e de reologia demonstraram que ambos os tratamentos promoveram alterações significativas no amido, resultando em aumento no teor de amido resistente, melhoria na estabilidade térmica e modificações na estrutura granular, tornando-o adequado como material de parede para encapsulamento. Na sequência, as brácteas foram submetidas à extração assistida por micro-ondas, técnica que apresentou eficiência na recuperação de compostos fenólicos, gerando um extrato com elevada capacidade antioxidante (ABTS, DPPH). Em seguida, o extrato obtido foi encapsulado utilizando três técnicas distintas: eletropulverização, atomização e liofilização, com formulações baseadas em diferentes combinações de materiais de parede contendo o amido de pinhão modificado. Os sistemas encapsulados foram caracterizados quanto às suas propriedades físico-químicas, morfológicas, reológicas e funcionais. Os resultados indicaram que a escolha dos materiais de parede e da técnica de encapsulamento influenciaram diretamente a eficiência de encapsulamento, retenção dos compostos fenólicos, estabilidade térmica, morfologia das partículas e as propriedades reológicas das dispersões. A eletropulverização, apesar de ser uma técnica emergente e ainda limitada em escala, mostrou-se eficiente na produção de esferas de alginato com a incorporação de amido, sendo um método prático e econômico para aumentar a proteção e a distribuição de compostos bioativos extraídos de brácteas de *A. angustifolia* em produtos alimentícios. Dentre os sistemas produzidos pelas técnicas de atomização e liofilização, destacaram-se aqueles contendo amido modificado em combinação com polidextrose ou WPI, que apresentaram maior retenção de compostos bioativos e desempenho antioxidante superior. De forma geral, os resultados desta pesquisa demonstram o potencial do amido de pinhão modificado

como material encapsulante funcional e a viabilidade do uso de resíduos vegetais de *A. angustifolia* como fonte de compostos bioativos. A estratégia adotada contribui para a valorização de recursos naturais regionais, o aproveitamento de subprodutos agroflorestais e o desenvolvimento de ingredientes funcionais inovadores com aplicações potenciais nas indústrias de alimentos, nutracêutica e farmacêutica.

Palavras-chave: *Araucaria angustifolia*, amido resistente, compostos fenólicos, encapsulamento, materiais de parede.

ABSTRACT

Araucaria angustifolia, a species native to the Brazilian Atlantic Forest, represents an important regional resource from an ecological, cultural, and economic perspective. The sustainable exploitation of its byproducts, such as pinhão and bracts (sterile seeds), offers opportunities for the development of high-value functional ingredients. In this context, the overall objective of this research was to develop encapsulated systems containing phenolic extracts from *A. angustifolia* bracts, obtained by microwave-assisted extraction, using physically modified pinhão resistant starch as wall materials, in combination with dietary fibers (partially hydrolyzed guar gum – PHGG, polydextrose - PD) and whey protein isolate (WPI), applying different encapsulation techniques. Initially, the starch extracted from the pinhão was subjected to two physical modification methods: microwave treatment followed by cooling and heat treatment at low moisture (HMT). Thermal (DSC, TGA), structural (XRD, FTIR), morphological (SEM), *in vitro* digestibility, and rheological analyses demonstrated that both treatments promoted significant changes in the starch, resulting in an increase in resistant starch content, improved thermal stability, and modifications in the granular structure, making it suitable as a wall material for encapsulation. Subsequently, the bracts were subjected to microwave-assisted extraction, a technique that efficiently recovered phenolic compounds, generating an extract with high antioxidant capacity (ABTS, DPPH). The resulting extract was then encapsulated using three distinct techniques: electrospraying, spray drying, and freeze-drying, with formulations based on different combinations of wall materials containing modified pinhão starch. The encapsulated systems were characterized for their physicochemical, morphological, rheological, and functional properties. The results indicated that the choice of wall materials and encapsulation technique directly influenced the encapsulation efficiency, retention of phenolic compounds, thermal stability, particle morphology and rheological properties of the dispersions. Electrospraying, despite being an emerging technique and still limited in scale, has proven effective in producing alginate spheres with the incorporation of starch, representing a practical and economical method for increasing the protection and distribution of bioactive compounds extracted from *A. angustifolia* bracts in food products. Among the systems produced by the spray drying and freeze-drying techniques, those containing modified starch in combination with polydextrose or WPI stood out, demonstrating greater retention of bioactive compounds and superior antioxidant performance. Overall, the results of this research demonstrate the potential of modified pinhão starch as a functional encapsulating material and the feasibility of using *A. angustifolia* plant residues as a source of bioactive compounds. The adopted strategy contributes to the valorization

of regional natural resources, the utilization of agroforestry byproducts, and the development of innovative functional ingredients with potential applications in the food, nutraceutical, and pharmaceutical industries.

Keywords: *Araucaria angustifolia*, resistant starch, phenolic compounds, encapsulation, wall materials.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO..... 11
OBJETIVOS..... 14
OBJETIVO GERAL..... 14
OBJETIVOS ESPECÍFICOS..... 14
CAPÍTULO 1..... 15
1 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA..... 15
1.1 *Araucaria angustifolia*..... 15
1.2 Caracterização do Amido..... 17
1.3 Classificação dos amidos de acordo com a digestibilidade..... 19
1.3.1 Amido resistente (AR)..... 20
1.4 Modificações do amido nativo por métodos físicos..... 21
1.5 Compostos Fenólicos..... 23
1.5.1 Taninos..... 24
1.6 Antioxidantes naturais..... 25
1.7 Extração de compostos bioativos assistida por micro-ondas..... 26
1.8 Encapsulamento..... 27
1.8.1 Materiais de parede..... 32
1.8.1.1 Amido..... 32
1.8.1.2 Goma guar parcialmente hidrolisada..... 33
1.8.1.3 Polidextrose..... 35
1.8.1.4 Proteína isolada do soro do leite..... 36
CAPÍTULO 2..... 38
Artigo 1. Effect of microwave followed by cooling on structural and digestive properties of pinhão starch..... 38
CAPÍTULO 3..... 69
Artigo 2. Effect of heat treatment at low moisture on the increase of resistant starch content in *Araucaria angustifolia* seed starch..... 69
CAPÍTULO 4..... 101
Artigo 3. Effect of incorporating modified pinhão starch in alginate-based hydrogel beads for encapsulation of bioactive compounds by hydrodynamic electrospray ionization jetting..... 101
CAPÍTULO 5..... 135
Artigo 4. Encapsulation of *Araucaria angustifolia* Bract Extracts: Impact of Drying Methods and Wall Materials on Physicochemical and Thermodynamic Properties..... 135
CAPÍTULO 6..... 182
DISCUSSÃO GERAL..... 182
CONCLUSÕES..... 189
PERSPECTIVAS..... 190
REFERÊNCIAS..... 191

INTRODUÇÃO

Os compostos bioativos de origem vegetal, especialmente os compostos fenólicos, têm sido amplamente estudados devido a sua capacidade de atuar como agentes antioxidantes, neutralizando radicais livres e prevenindo o estresse oxidativo, que é um dos mecanismos centrais para sua atuação na prevenção de doenças inflamatórias, cardiovasculares, neurodegenerativas e câncer (Kalita et al., 2025; Rani et al., 2025; Testa et al., 2025; Wang et al., 2023).

A aplicação prática de compostos fenólicos em alimentos e formulações funcionais enfrenta desafios relacionados à sua instabilidade frente à exposição a variações de pH, luz, temperatura e oxigênio, além da baixa biodisponibilidade resultante das condições do trato gastrointestinal. Diante dessas limitações, estratégias como a extração assistida por micro-ondas (EAM) e o encapsulamento com polímeros de origem natural com propriedades funcionais surgem como alternativas tecnológicas viáveis e sustentáveis para a obtenção e proteção desses compostos.

A EAM tem se destacado como uma técnica verde, que promove a ruptura eficiente das paredes celulares por meio do aquecimento dielétrico, resultando em maior rendimento e menor tempo de extração em comparação aos métodos convencionais (Jaouhari et al., 2025). Essa técnica já foi empregada na recuperação de compostos fenólicos a partir das brácteas de *Araucaria angustifolia* – estruturas estéreis que constituem a maior parte da pinha e são normalmente descartadas como resíduo (Dorneles; Noreña, 2020). Apesar de seu uso limitado, as brácteas são ricas em taninos condensados, classe de polifenóis de alta massa molecular, que apresentam reconhecida capacidade antioxidante e atividade biológica promissora (Dorneles; Noreña, 2020; Michelon et al., 2012; Souza et al., 2014). A valorização das brácteas da *A. angustifolia* alinha-se aos princípios da bioeconomia e do aproveitamento integral de recursos naturais, promovendo a utilização de uma biomassa abundante, regional e subexplorada.

O encapsulamento permite o revestimento dos compostos mediante o emprego de materiais de parede, protegendo-os contra a degradação química por fatores ambientais, a perda de componentes voláteis, além de permitir a liberação controlada destes compostos (Labuschagne, 2018; Sarkar; Singhal, 2011).

A escolha da técnica de encapsulamento exerce influência sobre as características finais do sistema. Assim, métodos como atomização e liofilização são amplamente empregados na indústria de alimentos devido à sua versatilidade, viabilidade econômica e capacidade de preservar compostos sensíveis (Mazár et al., 2025). De outro lado, a eletropulverização representa uma tecnologia emergente que permite a obtenção de micro ou nanopartículas com morfologia bem controlada – em termos de tamanho, forma e superfície –, favorecendo a liberação controlada e a proteção eficiente dos compostos encapsulados (Charles et al., 2022).

Entre os materiais utilizados como agentes encapsulantes, os biopolímeros naturais com propriedades funcionais têm ganhado destaque. As fibras alimentares solúveis, como a polidextrose e a goma guar parcialmente hidrolisada, que apresentam alta solubilidade em água, estabilidade térmica e efeito prebiótico comprovado, são amplamente utilizadas (Kuck; Noreña, 2016; Tang; Fang; Ng, 2020). A proteína isolada do soro de leite também se destaca por sua excelente capacidade emulsificante, formação de filmes e interação com compostos fenólicos, contribuindo para a formação de sistemas estáveis e com potencial de melhorar a biodisponibilidade dos compostos ativos (Figueiredo et al., 2025).

Além desses biopolímeros, o amido resistente (AR) também é empregado como material de parede, conferindo não apenas funcionalidade tecnológica ao sistema encapsulado, mas também benefícios fisiológicos associados ao seu metabolismo no trato gastrointestinal. Por escapar à digestão enzimática no intestino delgado, esse amido alcança o cólon praticamente intacto, onde é fermentado pela microbiota intestinal. Esse processo resulta na produção de ácidos graxos de cadeia curta e na modulação positiva da microbiota, configurando um efeito prebiótico com impacto potencial sobre a saúde do consumidor (Chen et al., 2024a).

O amido nativo pode ser modificado por tratamentos físicos, como micro-ondas ou aquecimento sob baixa umidade, para aumentar seu conteúdo de amido resistente e melhorar suas propriedades estruturais e térmicas (Wu et al., 2022).

Existem várias fontes botânicas que fornecem amidos nativos com propriedades funcionais adequadas para aplicações industriais específicas. No entanto, nos últimos anos a pesquisa com amidos não convencionais tem atraído interesse, devido à produção sustentável, ao uso de subprodutos, à sua disponibilidade regional e às possíveis vantagens tecnológicas sobre os amidos tradicionais (Mendez-Montealvo et al., 2022). Um exemplo disso são os pinhões, sementes comestíveis da *A. angustifolia*, que representam o principal produto proveniente da espécie, tendo grande importância cultural, econômica e ambiental na região sul do Brasil, possuindo altos teores de amido.

O amido extraído dos pinhões apresenta grande potencial, pois seu amido nativo é resistente à digestão, atuando como amido resistente e conferindo efeitos prebióticos associados à modulação da microbiota intestinal (Zortéa-Guidolin et al., 2017). O alto teor de amilose presente nos amidos contribui para a formação de amido resistente (AR) após o cozimento, sendo responsável pela baixa resposta glicêmica. A quantidade de AR presente no amido permite sua aplicação como fonte de fibra alimentar.

Assim, este trabalho propõe uma alternativa de valorização da pinha da *A. angustifolia*, encapsulando o extrato obtido das brácteas, rico em compostos bioativos, com o amido modificado

de suas sementes como material encapsulante, em combinações com goma guar parcialmente hidrolisada, polidextrose e proteína isolada do soro de leite.

O presente trabalho está estruturado em 6 capítulos: o Capítulo 1 apresenta a fundamentação teórica, abordando a *A. angustifolia*, as propriedades do amido, os compostos fenólicos, os métodos de extração e encapsulamento, bem como os materiais de parede utilizados; os Capítulos 2 e 3 correspondem aos artigos científicos que avaliaram as modificações físicas aplicadas ao amido de pinhão (micro-ondas e TTBU), com foco em suas propriedades estruturais, térmicas e digestivas; o Capítulo 4 descreve o desenvolvimento de cápsulas por eletropulverização, utilizando amido de pinhão modificado incorporado em sistemas de hidrogel de alginato para encapsulação do extrato fenólico obtido das brácteas da araucária; o Capítulo 5 apresenta os resultados da encapsulação do extrato de brácteas por atomização e liofilização, utilizando diferentes combinações de materiais de parede, com avaliação das propriedades físico-químicas, antioxidantes e estruturais dos pós obtidos; o Capítulo 6 apresenta a discussão geral dos resultados, as conclusões finais da pesquisa e propõe perspectivas para estudos futuros.

OBJETIVOS

OBJETIVO GERAL

Desenvolver sistemas encapsulados contendo extrato fenólico de brácteas de *Araucaria angustifolia*, obtido por extração assistida por micro-ondas, utilizando amido resistente de pinhão modificado por métodos físicos, em combinação com goma guar parcialmente hidrolisada, polidextrose e proteína isolada de soro de leite, avaliando os efeitos dos materiais de parede e das técnicas de encapsulamento nas características funcionais, estruturais e antioxidantes dos pós obtidos.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Extrair o amido dos pinhões de *Araucaria angustifolia* e submetê-lo a modificações físicas (tratamento com micro-ondas seguido de resfriamento e tratamento térmico a baixa umidade), visando aumentar o teor de amido resistente;
- Caracterizar os amidos nativo e modificado quanto às propriedades térmicas, estrutura molecular, cristalinidade, morfologia, propriedades reológicas e frações de digestibilidade *in vitro*;
- Obter extratos fenólicos das brácteas da *Araucaria angustifolia* por extração assistida por micro-ondas, e quantificar os compostos fenólicos totais, taninos totais, taninos condensados e capacidade antioxidante.
- Encapsular os extratos obtidos utilizando diferentes técnicas (eletropulverização, atomização e liofilização), utilizando como materiais de parede o amido modificado em combinação com goma guar parcialmente hidrolisada, polidextrose e proteína isolada do soro de leite;
- Avaliar os sistemas encapsulados quanto às propriedades físico-químicas, morfológicas, térmicas, estrutura molecular, estabilidade em condições aceleradas de armazenamento e simulação da digestão gástrica *in vitro*;
- Determinar a capacidade antioxidante dos encapsulados por meio dos métodos de captura de radicais DPPH e ABTS.
- Estudar o comportamento reológico das dispersões formuladas com os diferentes materiais de parede, verificando as implicações na estabilidade e nas propriedades viscoelásticas dos sistemas.
- Avaliar a simulação gástrica *in vitro* dos encapsulados obtidos por eletropulverização e as isotermas de adsorção nos pós produzidos por atomização e liofilização.

CAPÍTULO 1

1 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

1.1 *Araucaria angustifolia*

As florestas de *Araucaria angustifolia* distribuem-se pelo Brasil, Argentina, Chile e Paraguai, sendo esta espécie considerada a conífera de maior relevância no Brasil, com expressiva importância econômica, cultural e social (Bello-Pérez et al., 2006; Gonçalves et al., 2014; Orellana; Vanclay, 2018; Peralta et al., 2016). Trata-se de uma espécie característica do bioma da Mata Atlântica (Kuhn; Mariath, 2014; Montagna et al., 2019).

Entretanto, a floresta ombrófila mista, ecossistema caracterizado pela presença de *A. angustifolia* (Figura 1), sofreu uma redução de pelo menos 87% de sua área nas últimas décadas, sobretudo em razão do desmatamento e das mudanças climáticas. Como consequência, *A. angustifolia* encontra-se atualmente ameaçada de extinção (Bernardinis et al., 2023; Cattaneo et al., 2013). Diante desse cenário, iniciativas de conservação vêm sendo promovidas por órgãos governamentais das áreas ambiental e agrícola, com ênfase na propagação de *A. angustifolia* por meio do cultivo direcionado (Branco et al., 2015).

Figura 1 – *Araucaria angustifolia* no Jardim Botânico de Curitiba, PR, Brasil.

Fonte: A autora

Nesse contexto, pequenos produtores das regiões de ocorrência natural da araucária têm buscado alternativas de exploração sustentável da espécie, com o objetivo de conciliar a geração

de renda com a conservação dos recursos naturais (Figueiredo Filho et al., 2011). O pinhão, semente comestível da *A. angustifolia*, destaca-se como o principal produto comercial da espécie, tendo sua colheita regulamentada pela Portaria Normativa DC-20, de 1976, do então Instituto Brasileiro de Desenvolvimento Florestal (IBDF), atualmente vinculado ao Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis - IBAMA (BRASIL, 1976). Essa normativa estabelece o período legal para a coleta, visando assegurar a maturação completa das pinhas e o desprendimento natural das sementes.

A *A. angustifolia* é uma espécie dioica, ou seja, apresenta indivíduos masculinos e femininos com estróbilos distintos. O estróbilo feminino, denominado pinha (Figura 2), é composto pelas sementes (pinhões) e pelas brácteas – sementes estéreis que, por não apresentarem valor comercial imediato, são usualmente descartadas no meio ambiente. As brácteas, no entanto, representam aproximadamente 80% do peso total da pinha (Branco et al., 2015; Peralta et al., 2016).

Diversos estudos demonstraram que as brácteas são fontes relevantes de compostos fenólicos, destacando-se os taninos condensados de alta massa molar como os principais constituintes. Esses compostos possuem elevada capacidade antioxidante, superior à de fenólicos simples (Cordenunsi et al., 2004; Koehnlein et al., 2012). A literatura também registra evidências da atividade antioxidante *in vitro* e *in vivo* do extrato das brácteas, além de seu potencial antigenotóxico, atribuídos ao elevado teor de compostos fenólicos presentes nesses resíduos vegetais (Michelon et al., 2012; Souza et al., 2014).

Figura 2 – Pinhas da *Araucaria angustifolia*

Fonte: A autora.

A semente da *Araucaria angustifolia*, popularmente conhecida como pinhão, é composta por três estruturas principais (Figura 3): (1) tegumento, (2) endosperma e (3) embrião (BRASIL,

2009), sendo o endosperma a parte comestível da semente. O pinhão é amplamente consumido e destaca-se por suas propriedades nutricionais e funcionais, sendo composto principalmente por amido (68–72% em base seca) e quantidades mínimas de açúcares e lipídios, além de fornecer fibras alimentares, magnésio e cobre. Do ponto de vista funcional, sua ingestão está associada a baixos índices glicêmicos, em grande parte devido à presença de amido resistente, e ao potencial efeito prebiótico. Essa combinação reforça seu potencial como alimento de interesse para a saúde e para aplicações em formulações funcionais (Cordenunsi et al., 2004; Da Rocha et al., 2024; Zortéa-Guidolin et al., 2017).

O amido extraído do pinhão apresenta baixo teor de lipídios e proteínas, o que contribui para sua pureza e versatilidade, sendo uma característica desejável para aplicações em diversas indústrias, especialmente na alimentícia, farmacêutica e de materiais (Da Rocha et al., 2024; Do Prado Cordoba et al., 2016).

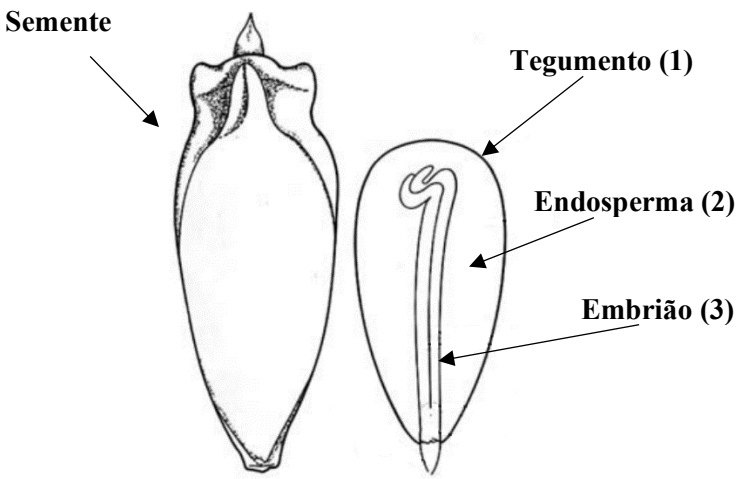


Figura 3 – Estrutura da semente da *Araucaria angustifolia*

Fonte: Adaptado de Brasil (2009).

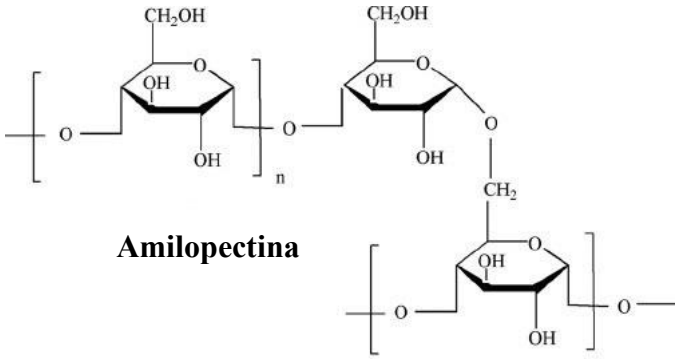
1.2 Caracterização do Amido

O amido é um dos polímeros naturais mais amplamente utilizados nas indústrias alimentícia e não alimentícia, em função de sua abundância em diversas matérias-primas vegetais e de sua ampla aplicabilidade em diferentes setores, incluindo as indústrias de alimentos, papel, petróleo, construção civil, química, farmacêutica, têxtil e de bens de consumo. Essa versatilidade se deve, principalmente, às suas propriedades físico-químicas e à capacidade de interagir com outros constituintes, especialmente água e lipídios (Copeland et al., 2009; Przetaczek-Rożnowska, 2017).

Na indústria alimentícia, o amido destaca-se como ingrediente funcional essencial, sendo utilizado como espessante, gelificante, estabilizante, aglutinante, adesivo e formador de filme. Suas propriedades tecnológicas permitem sua aplicação em uma ampla variedade de produtos, contribuindo para a modulação da textura, viscosidade, estabilidade e aparência dos alimentos (Yan et al., 2024).

Na nutrição humana, o amido representa uma das principais fontes de energia, sendo o principal carboidrato de reserva produzido pelas plantas (Do Prado Cordoba et al., 2016). Estima-se que ele seja responsável por cerca de 30 a 70% da ingestão calórica diária, especialmente em dietas baseadas no consumo de grãos, raízes e tubérculos (Copeland, 2024).

O amido ocorre naturalmente como grânulos semicristalinos compostos por duas macromoléculas, a amilose e a amilopectina (Figura 4), encontradas em células vegetais como aglomerados altamente ordenados, chamados grânulos de amido, insolúveis em água e resistentes à maioria dos ataques químicos e enzimáticos (Aparicio et al., 2009; Copeland, 2024). A amilose possui aproximadamente 1000 moléculas de glicose com ligações glicosídicas α (1→4) em cadeias lineares, enquanto a amilopectina é composta por aproximadamente 4000 unidades de glicose com ligações α (1→4) e ramificações ocorrendo com ligações α (1→6) (Haralampu, 2000).



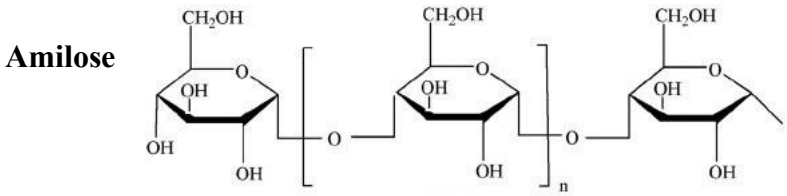


Figura 4 – Estrutura da amilopectina e da amilose em amido.

Fonte: Adaptado de Ismail; Irani; Ahmad (2013).

Os grânulos de amido se diferenciam pela forma e tamanho. Dependendo do tipo de planta, o diâmetro do grânulo pode variar de 1 a 100 μm (Wang et al., 2019). Sua estrutura geral é determinada pela origem botânica das macromoléculas constituintes, pela maneira como se associam por meio de ligações inter e intramoleculares, além da influência de componentes não glicídicos. O grau de interação entre amilose e amilopectina contribui para as heterogeneidades estruturais do amido: quando essas interações são intensas, numerosas e ordenadas, as cadeias formam regiões cristalinas bem definidas; já nas regiões amorfas, predominam ligações mais fracas e desorganizadas (Tharanathan; Mahadevamma, 2003).

As estruturas cristalinas apresentam padrões de difração de raios-X específicos, sendo classificadas como dos tipos A, B ou C (Wang et al., 2019). As estruturas do tipo-A são empacotadas de forma compactada com moléculas de água entre cada dupla hélice, enquanto a estrutura tipo-B é mais aberta com moléculas de água localizadas na cavidade central formada por seis duplas hélices. O padrão de difração tipo-C é considerado como a mistura entre os tipos A e B, uma vez que o padrão de raio-X revela a combinação dos dois tipos (Cai et al., 2014). Apesar da estrutura mais compacta, o padrão tipo A é menos resistente à hidrólise comparado ao tipo B devido aos canais que conectam a região central à superfície dos grânulos dos amidos (Zhang et al., 2016).

A maioria dos amidos de cereais fornece o padrão do tipo A, como os amidos de milho, arroz, trigo e aveia. A estrutura cristalina tipo B é encontrada nos amidos de tubérculos, frutas e caule, batata, banana e cereais com alto ter de amilose. Certas raízes e sementes (ervilha e fava) apresentam o padão tipo C (Pérez; Bertoft, 2010). O amido de pinhão exibe um padrão de cristalinidade do tipo C (Pinto et al., 2015).

1.3 Classificação dos amidos de acordo com a digestibilidade

A classificação do amido com base em seu comportamento frente às enzimas digestivas é determinada pela taxa de digestão e pelo local onde ocorre seu metabolismo no trato gastrointestinal (Silva et al., 2017). O amido é, em geral, passível de digestão pelas enzimas amilolíticas do trato gastrointestinal humano, uma vez que sua estrutura é composta exclusivamente por ligações α-glicosídicas. No entanto, a digestibilidade do amido pode variar significativamente de acordo com sua origem, estrutura e grau de processamento, podendo, em alguns casos, não ser completamente degradado pelo organismo (Polesi, 2011).

Os fatores que interferem na digestibilidade são: características estruturais do grânulo, acessibilidade física às cadeias dos amidos, disponibilidade de água necessária à hidrólise das ligações glicosídicas e viscosidade do meio (Polesi, 2011). A proporção entre amilose e

amilopectina influencia significativamente a digestibilidade do amido, sendo um dos principais fatores relacionados às características dos grânulos. Isso ocorre porque as cadeias dessas macromoléculas possuem estruturas e propriedades fisiológicas distintas, resultando em diferentes comportamentos no organismo durante o processo digestivo (Liao et al., 2024; Sharma; Yadav; Ritika, 2008). A hidrólise da amilose pela β-amilase é limitada, pois essa molécula linear apresenta apenas uma extremidade não redutora disponível. Em contrapartida, a amilopectina, devido à sua estrutura altamente ramificada, disponibiliza múltiplas extremidades não redutoras, facilitando a ação da enzima (Sharma; Yadav; Ritika, 2008).

A digestibilidade do amido é uma característica funcional essencial para avaliar sua qualidade nutricional, além de influenciar diretamente os níveis de glicose no sangue e a saúde metabólica como um todo (Doan et al., 2025; Wang et al., 2019). Englyst; Kingman; Cummings (1992), desenvolveram uma metodologia para avaliar a digestibilidade *in vitro* dos amidos, caracterizando as frações nutricionais dos mesmos. O método envolve a simulação da condição fisiológica da digestão do amido no intestino delgado por hidrólise com uma mistura enzimática de pancreatina e amiloglicosidase a 37 °C. Desta forma o amido pode ser classificado em: amido rapidamente digerível (ARD) que representa a fração que é hidrolisada em glicose em 20 min; amido digerível lentamente (ADL) convertido em glicose entre 20 e 120 min; e o amido resistente (AR) que não é hidrolisado mesmo após 120 min, sendo fermentado no cólon.

1.3.1 Amido resistente (AR)

O principal interesse em relação ao AR envolve seu papel fisiológico, pois como sua digestão não acontece no intestino delgado torna-se substrato para fermentação pelas bactérias anaeróbicas do cólon, razão pela qual o AR é considerado um agente prebiótico (Polesi, 2011).

A utilização de AR na dieta humana é recomendada, devido a suas características funcionais e seus potenciais benefícios fisiológicos, como o aumento do teor de fibras alimentares na dieta (Sang et al., 2010). O AR é composto principalmente pela parte linear da molécula de amido (amilose) que é fermentada por microrganismos considerados probióticos, incluindo espécies de *Bifidobacterium* no cólon (Amini Khoozani; Birch; Bekhit, 2019). A fermentação resulta na produção de ácidos graxos de cadeia curta (principalmente ácidos acético, propiônico e butírico), dióxiodo de carbono (CO_2), hidrogênio (H_2) e em alguns indivíduos o metano (CH_4), aumento do volume fecal e diminuição do pH do cólon (Dundar; Gocmen, 2013).

O consumo de AR tem sido associado a benefícios à saúde dos consumidores, os quais são mediados principalmente pela atividade da microbiota probiótica, conforme ilustrado na Figura 5.

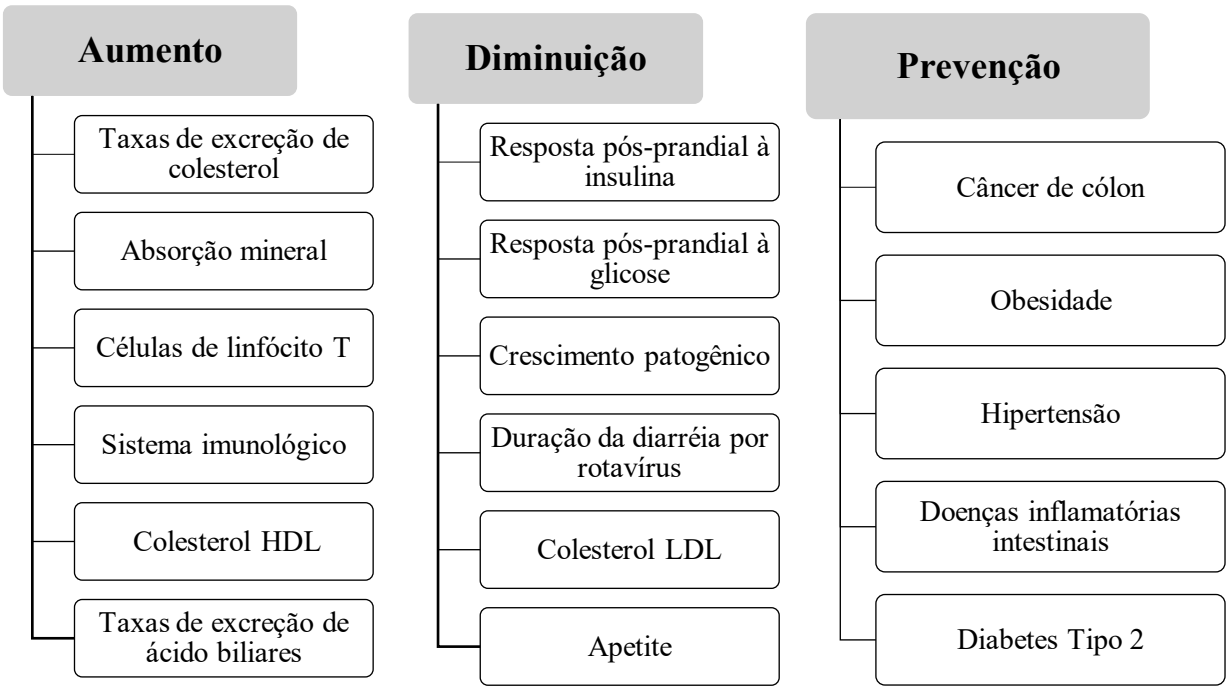


Figura 5 – Efeitos benéficos pela ingestão de amido resistente

Fonte: Adaptado de Amini Khoozani; Birch; Bekhit (2019).

O AR classifica-se em cinco categorias. O tipo 1 (AR-1) corresponde aos grânulos fisicamente inacessíveis dentro da matriz vegetal: a conformação do alimento limita a ação da amilase pancreática, reduzindo a digestão do amido; isso ocorre, por exemplo, quando o amido permanece encapsulado em estruturas inteiras ou apenas parcialmente rompidas, como em grãos, ou quando paredes celulares rígidas impedem seu intumescimento e dispersão, como em leguminosas. O tipo 2 (AR-2) abrange os grânulos nativos presentes no interior das células vegetais, cuja lenta digestibilidade decorre da organização cristalina intrínseca desses grânulos. O tipo 3 (AR-3) é formado por polímeros de amido retrogradado—predominantemente amilose—gerados pelo resfriamento subsequente à gelatinização (Lobo; Silva, 2003). Já os tipos 4 e 5 incluem, respectivamente, estruturas quimicamente reticuladas (AR-4) e complexos amilose-lipídeos (AR-5) (Jeong et al., 2019).

1.4 Modificações do amido nativo por métodos físicos

Os amidos nativos possuem propriedades diversas, que podem atender diferentes aplicações, no entanto possuem uma gama limitada de funcionalidades e são comumente modificados para as propriedades desejadas (Zhu, 2018).

No contexto da modificação de amidos, os métodos físicos têm se destacado como alternativas preferenciais por sua eficiência, viabilidade econômica, ausência de reagentes químicos e menor impacto ambiental. Esses métodos oferecem vantagens em termos de segurança

alimentar e sustentabilidade, sendo amplamente utilizados para aprimorar as propriedades funcionais e tecnológicas do amido em diversas aplicações industriais (Wang et al., 2024).

As modificações físicas, tais como tratamento com umidade-calor, recozimento, pré-gelatinização, tratamento de alta pressão, radiação e sonicação melhoram as propriedades dos amidos nativos e ampliam a sua gama de aplicações em indústrias alimentícias, farmacêuticas, de papel e têxteis (Hoover, 2010; Kaur et al., 2012). O amido modificado possui melhores propriedades físicas e químicas do que o amido nativo correspondente e atrai cada vez mais atenção.

Nos últimos anos, a influência da radiação de micro-ondas na digestibilidade do amido tem sido amplamente estudada. Alguns desses estudos mostraram que a ação das micro-ondas seguida de resfriamento pode ocasionar a retrogradação, aumento da temperatura de gelatinização e formação de AR (Mutlu; Kahraman; Öztürk, 2017; Zhang et al., 2010).

O efeito das micro-ondas causa um rearranjo das estruturas intramoleculares durante a gelatinização, alterando a capacidade de absorção de água e de intumescimento, solubilidade, características de gelatinização, comportamento de contração por desidratação e propriedades reológicas do amido (Fan et al., 2017). A aplicação de micro-ondas durante a gelatinização do amido geralmente resulta em um aumento da temperatura de transição e em uma redução da entalpia, em decorrência das alterações estruturais promovidas na matriz amilácea (Brasoveanu; Nemtanu, 2014). Existem muitos fatores relacionados às características do amido (origem botânica, teor de água, densidade, propriedades dielétricas) e às condições de radiação por micro-ondas (frequência, potência e tempo de exposição) que afetam significativamente a forma como o amido granular responde ao tratamento por micro-ondas (Villanueva et al., 2018).

Dentre as vantagens do tratamento por micro-ondas, destacam-se a elevada taxa de aquecimento, o curto tempo de processamento e a distribuição térmica uniforme, uma vez que a energia eletromagnética penetra diretamente no interior do material. Quando aplicado em potências elevadas, esse método pode promover a formação de estruturas com maior grau de ordenamento e regiões amorfas, favorecendo o aumento do teor de amido resistente (RS) e reduzindo a digestibilidade enzimática do amido (Niu et al., 2025).

Outra modificação física que pode ser utilizada para aumentar os teores de amido resistente é o tratamento térmico de baixa umidade (TTBU). Este tratamento consiste na exposição do amido a temperaturas acima da temperatura de gelatinização (80 a 120 °C) em baixos teores de umidade, geralmente na faixa de 15-35%, por períodos de 15 min até 16 h (Collado et al., 2001; Maache-Rezzoug et al., 2008; Rostamabadi et al., 2024).

O TTBU modifica as propriedades físico-químicas do amido sem destruir a estrutura dos grânulos, reduzindo a viscosidade e a retrogradação do amido, o intumescimento dos grânulos e a lixiviação da amilose, gerando um aumento na temperatura de gelatinização (Brumovsky; Thompson, 2001; Pinto et al., 2012; Wang et al., 2019). A ação do TTBU no amido permite realizar uma mobilidade potencial das cadeias presentes na molécula de amido, formando estruturas altamente ordenadas que impedem a ação da α-amilase, diminuindo assim a digestibilidade e aumentando a fração de AR (Hoover, 2010).

Klein et al. (2013) e Pinto et al. (2012) modificaram o amido nativo de pinhão por meio do TTBU, obtendo amidos com menor poder de intumescimento e solubilidade, além de apresentarem aumento na temperatura de gelatinização. Os autores atribuíram essas alterações à maior estabilidade térmica conferida pelo tratamento, o que amplia as possibilidades de aplicação tecnológica do amido de pinhão modificado.

1.5 Compostos Fenólicos

Os compostos fenólicos representam uma ampla classe de metabólitos secundários, amplamente distribuídos no reino vegetal, com destaque para sua elevada concentração em frutas, hortaliças, chás, vinhos e café. Embora não estejam diretamente envolvidos nos processos primários de crescimento, desenvolvimento ou reprodução das plantas, esses compostos exercem funções adaptativas essenciais, como defesa contra patógenos e herbívoros, proteção contra radiação ultravioleta, promoção da polinização e competição por recursos naturais (Chaachouay; Zidane, 2024).

Além de sua relevância ecológica, os fenólicos têm papel significativo na qualidade sensorial dos alimentos, influenciando atributos como cor, sabor e aroma. O amargor característico de algumas frutas, por exemplo, está frequentemente relacionado à interação desses compostos com glicoproteínas salivares, enquanto sua participação na coloração natural de frutos e vegetais evidencia seu papel funcional e sua importância na aparência dos alimentos (Alara; Abdurahman; Ukaegbu, 2021).

Dentre os metabólitos secundários vegetais, os compostos fenólicos representam a classe mais numerosa e diversificada, com mais de 8.000 estruturas já identificadas — número que continua a crescer com os avanços nas técnicas de identificação e caracterização (Alara; Abdurahman; Ukaegbu, 2021; Zhang et al., 2022). Essa diversidade compreende desde compostos simples, como os ácidos fenólicos, até macromoléculas complexas, como os taninos. A classificação dos fenólicos baseia-se principalmente em suas estruturas químicas, sendo agrupados em ácidos fenólicos, flavonoides, taninos, lignanas e estilbenos. Quimicamente, esses compostos

compartilham como unidade central o anel fenólico (estrutura benzenoide), geralmente substituído por múltiplos grupos hidroxila. A diversidade estrutural pode ser descrita a partir de seus esqueletos carbônicos. O esqueleto C6–C1, típico de ácidos fenólicos simples (como o ácido gálico) e taninos hidrolisáveis, refere-se à presença de um anel aromático de seis carbonos ligado a uma única cadeia lateral de um carbono. Já o esqueleto C6–C3–C6, característico de flavonoides, taninos condensados e alguns ácidos fenólicos, corresponde a duas unidades aromáticas de seis carbonos interconectadas por uma cadeia de três carbonos. Além disso, muitos polifenóis ocorrem na forma de glicosídeos, ligados a açúcares simples ou complexos, ou conjugados com ácidos orgânicos, formando ésteres e seus derivados metilados (Chen et al., 2024b).

A ampla presença dos compostos fenólicos em diversos órgãos vegetais — como folhas, frutos, sementes e raízes — aliada às suas variadas funções de defesa, torna esses metabólitos essenciais para a sobrevivência e adaptação das plantas às condições ambientais. Paralelamente, esses compostos vêm ganhando destaque na área da saúde humana, especialmente por suas propriedades bioativas, como atividade antioxidante, anti-inflamatória, antimicrobiana e anticancerígena (Chen; Lan; Xie, 2024; Mumtaz et al., 2021; Xu et al., 2025; Zhang et al., 2021b). Seu mecanismo de ação está fortemente relacionado à capacidade de neutralizar espécies reativas de oxigênio (ROS) e nitrogênio (RNS), geradas durante processos metabólicos, que estão associadas a danos oxidativos a biomoléculas como lipídios, proteínas e DNA. Nesse sentido, os compostos fenólicos na dieta têm se consolidado como agentes promissores na prevenção de doenças crônicas não transmissíveis, como câncer, diabetes, doenças cardiovasculares e neurodegenerativas. Tais evidências vêm impulsionando sua investigação no contexto de alimentos funcionais, terapias nutricionais e formulações bioativas voltadas à promoção da saúde (Jalouli et al., 2025; Rahman et al., 2022; Rudrapal et al., 2022).

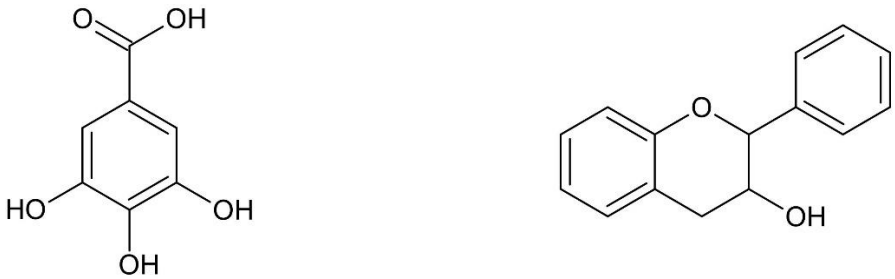
1.5.1 Taninos

Taninos são compostos fenólicos naturais amplamente distribuídos em diversos vegetais, estando presentes principalmente na casca, caules, sementes, raízes, brotos e folhas das plantas. Desempenham funções importantes na defesa, no desenvolvimento e no crescimento vegetal, além de serem reconhecidos pelo seu potencial de aplicação na promoção da saúde humana (Melo et al., 2023; Ozogul et al., 2025; Yamauchi et al., 2023).

Além disso, os taninos exercem impacto relevante sobre os atributos sensoriais de alimentos e bebidas, particularmente na modulação da adstringência, amargor, perfil aromático e percepção tátil oral (Cosme et al., 2025).

Os taninos se destacam pela capacidade de interagir com macromoléculas, modulando suas funções em sistemas alimentares e biológicos. Devido ao elevado teor fenólico, apresentam significativa atividade antioxidante, promovendo a eliminação eficiente de radicais livres, a mitigação do estresse oxidativo e a inibição da peroxidação lipídica. Adicionalmente, os taninos exercem múltiplas funções em sistemas biológicos, atuando como quelantes de íons metálicos, agentes precipitantes de proteínas e potentes antioxidantes endógenos (Cosme et al., 2025; Ignat; Volf; Popa, 2011).

Os taninos são classificados em duas principais famílias (Figura 6): taninos hidrolisáveis, que contêm carboidratos como a D-glicose e compostos fenólicos como o ácido gálico e o ácido hexahidroxidifênico; e taninos condensados, formados por oligômeros ou polímeros de polihidroxiflavan-3-óis conectados predominantemente por ligações carbono-carbono (C–C) simples (Melo et al., 2023; Ozogul et al., 2025; Yamauchi et al., 2023).



Taninos hidrolisáveis **Taninos condensados**

Figura 6 – Tipos de taninos e suas estruturas básicas.

Fonte: (Ghosh, 2015).

1.6 Antioxidantes naturais

Radicais livres (RLs), espécies reativas de oxigênio (EROs) e espécies reativas de nitrogênio (ERNs) são moléculas altamente reativas que exercem funções essenciais em processos fisiológicos, como sinalização celular, defesa imune e regulação da apoptose. No entanto, a produção excessiva ou o desequilíbrio entre essas espécies e os mecanismos de defesa antioxidante do organismo levam ao estabelecimento do estresse oxidativo, um estado patológico associado ao desenvolvimento e à progressão de diversas doenças crônicas, incluindo câncer, doenças cardiovasculares, diabetes e distúrbios neurodegenerativos (Chibuye et al., 2024).

Nesse contexto, os antioxidantes naturais surgem como elementos fundamentais na neutralização dessas espécies reativas. Esses compostos formam um grupo diversificado de metabólitos bioativos produzidos principalmente por plantas e certos microrganismos, sendo capazes de modular o estresse oxidativo por meio da doação de elétrons a radicais livres,

interrompendo reações em cadeia prejudiciais às células (Patil et al., 2025). Essa ação estabilizadora contribui para preservar a integridade do DNA, lipídios e proteínas, mantendo o equilíbrio redox e promovendo a funcionalidade celular.

Os antioxidantes naturais podem ser amplamente classificados em diferentes categorias, destacando-se os polifenóis, compostos sulfurados (como a alicina e o sulforafano) e os terpenoides, além de carotenoides, vitaminas (como C e E) e outras moléculas bioativas. Em especial, os polifenóis têm despertado grande interesse devido à sua ampla gama de atividades biológicas. Seu potencial antioxidante está relacionado à capacidade de sequestrar RLs, quelar íons metálicos pró-oxidantes e induzir a expressão de enzimas antioxidantes endógenas, como superóxido dismutase (SOD), catalase (CAT) e glutationa peroxidase (GPx) (Andrés et al., 2023; Jomova et al., 2024; Rani et al., 2021).

Os organismos vivos contam ainda com sistemas antioxidantes endógenos, de natureza enzimática e não enzimática. Entre os principais representantes enzimáticos estão a SOD, a CAT e a GPx, responsáveis por catalisar a conversão de espécies reativas em compostos menos danosos. Já os mecanismos não enzimáticos incluem a ação de moléculas como a glutationa reduzida, bilirrubina, coenzima Q, carotenos, flavonoides e vitaminas hidrossolúveis. No entanto, quando o sistema antioxidante endógeno é saturado ou comprometido, torna-se necessário o aporte de antioxidantes exógenos por meio da alimentação ou suplementação, a fim de restaurar o equilíbrio redox e prevenir danos celulares mais extensos (Panova; Tatikolov, 2023; Rani et al., 2021; Sharifi-Rad et al., 2020).

A ingestão regular de alimentos ricos em compostos antioxidantes naturais tem sido associada a uma ampla gama de benefícios à saúde, incluindo efeitos protetores contra doenças cardiovasculares, distúrbios neurodegenerativos, processos inflamatórios, infecções virais e até o envelhecimento precoce (Patil et al., 2025).

1.7 Extração de compostos bioativos assistida por micro-ondas

A eficiência na extração de compostos bioativos, como os antioxidantes, é um aspecto fundamental para favorecer o uso racional dos recursos naturais, além de contribuir para a sustentabilidade dos processos industriais. Estratégias de extração otimizadas não apenas aumentam o rendimento de fitoquímicos a partir de matrizes vegetais, mas também melhoram a qualidade e a pureza dos extratos obtidos, tornando-os mais adequados para aplicação em setores como cosméticos, nutracêuticos e farmacêuticos (Mungwari et al., 2025).

Dentre as técnicas emergentes, a extração assistida por micro-ondas (EAM) tem ganhado destaque pela sua eficácia e sustentabilidade. Essa abordagem inovadora baseia-se no aquecimento

simultâneo do solvente e da matriz vegetal por meio da radiação de micro-ondas, promovendo uma rápida liberação dos compostos bioativos. Em comparação aos métodos convencionais, a EAM apresenta uma série de vantagens, incluindo maior taxa de difusão, menor consumo energético, uso reduzido de solventes, maiores rendimentos e impacto ambiental significativamente inferior (Baglary et al., 2024; Junior et al., 2024).

O princípio da EAM envolve a aplicação de micro-ondas em uma faixa de frequência que varia de 300 MHz a 300 GHz, as quais interagem com moléculas polares no sistema extrator por meio de mecanismos como a rotação dipolar e a condução iônica. Essa interação promove a conversão da energia eletromagnética em calor, resultando em aquecimento interno da amostra. A eficiência do aquecimento está diretamente relacionada à constante dielétrica do solvente utilizado, o que influencia a capacidade do sistema em absorver energia (Bitwell et al., 2023).

Durante o processo, o calor gerado provoca a evaporação da água intracelular, o que leva ao aumento de pressão interna na matriz vegetal. Como consequência, ocorre a ruptura das paredes celulares, facilitando a liberação dos fitoquímicos, incluindo compostos fenólicos com atividade antioxidante. No entanto, a eficácia do processo depende de parâmetros operacionais críticos, como a potência das micro-ondas, o tempo de exposição e o tipo de solvente utilizado, sendo necessário otimizar essas variáveis para maximizar o rendimento e preservar a integridade dos compostos extraídos (Shawky et al., 2025).

1.8 Encapsulamento

Compostos bioativos, embora promissores por seus efeitos funcionais e terapêuticos, apresentam diversas limitações que comprometem sua eficácia quando aplicados diretamente em formulações alimentícias ou farmacêuticas. De modo geral, sua baixa solubilidade em água, instabilidade química, baixa permeabilidade e reduzida biodisponibilidade oral dificultam a absorção e favorecem a degradação durante o processamento, armazenamento e mesmo após a ingestão. Além disso, esses compostos são altamente sensíveis à luz, temperatura, oxigênio e às condições do trato gastrointestinal, o que pode comprometer sua estabilidade, além de conferir sabor e odor indesejáveis aos produtos finais. Diante desses desafios, o encapsulamento surge como uma estratégia tecnológica essencial para proteger os compostos bioativos, melhorar sua estabilidade e biodisponibilidade, mascarar características sensoriais indesejáveis e permitir uma liberação controlada no organismo (Dias et al., 2017; Đorđević et al., 2014; Rezagholizade-shirvan et al., 2024; Wang; Xu, 2025) .

Encapsulamento é definido como o processo pelo qual substâncias ativas ou sensíveis são envolvidas por um material de parede, formando estruturas capazes de protegê-las contra fatores

externos, controlar sua liberação e melhorar sua estabilidade e funcionalidade em diferentes aplicações (Rahul et al., 2024). O composto a ser incorporado é denominado de material ativo ou encapsulado, núcleo, fase interna ou dispersa ou preenchimento, enquanto o material que forma a matriz é denominado material de parede, agente encapsulante, invólucro, transportador ou material de membrana (Ribeiro; Estevinho; Rocha, 2020).

Secagem por atomização, liofilização, gelificação iônica, coextrusão, eletrofiação, eletropulverização e coacervação são técnicas de encapsulamento que abrangem diferentes princípios físico-químicos e têm sido amplamente empregadas no desenvolvimento de sistemas de liberação controlada, proteção de compostos bioativos e melhoria da estabilidade em formulações alimentícias, farmacêuticas e cosméticas (Rahul et al., 2024).

A escolha da técnica de encapsulamento mais adequada requer uma análise criteriosa, considerando as propriedades físico-químicas do material a ser encapsulado, bem como as exigências do produto final em que será aplicado, uma vez que cada composto apresenta características específicas que influenciam diretamente na escolha do método mais eficaz (Babu et al., 2025; Dias et al., 2017).

O encapsulamento por atomização tem início na preparação da dispersão, na qual se faz a distribuição do material a ser encapsulado ao encapsulante. Na sequência é realizada a homogeneização da dispersão formada, assim como sua atomização, seguida da desidratação das partículas atomizadas. Durante este processo de secagem, a evaporação da água ou de outro solvente é rápida, e o pó contendo o composto de interesse é obtido quase instantaneamente (Gómez-Aldapa et al., 2019).

A liofilização é baseada na sublimação da água, no estado de gelo, presente na amostra. Inicialmente a dispersão, contendo o extrato a ser encapsulado e o material de parede, é congelada a baixas temperaturas, geralmente abaixo de -30 °C. A seguir, os cristais de água formados são sublimados em uma câmara de vácuo, empregando pressões menores do que 600 Pa. O produto liofilizado geralmente tem alta qualidade, mas os longos tempos de secagem, as baixas temperaturas, o alto vácuo resultam em um elevado custo operacional que limita o uso desta técnica em larga escala (Ishwarya; Anandharamakrishnan; Stapley, 2015)

As técnicas de encapsulamento eletro-hidrodinâmicas, que englobam a eletrofiação e a eletropulverização, têm se mostrado bastante promissoras. As duas técnicas referem-se a mesma raiz tecnológica, compartilhando aparelhos e força motriz semelhantes (força eletrostática), empregando um campo elétrico para solidificar uma solução de polímero para a produção de fibras ou partículas com alta relação área/volume superficial (Huang et al., 2022; Moreira et al., 2021). A principal diferença entre os dois processos é a viscosidade da solução: a eletrofiação requer uma

solução polimérica altamente viscosa, gerando como produto final nano ou microfibras, enquanto em viscosidades mais baixas ocorre a eletropulverização, obtendo-se nano ou micropartículas (Figura 7) (Moreira et al., 2021).

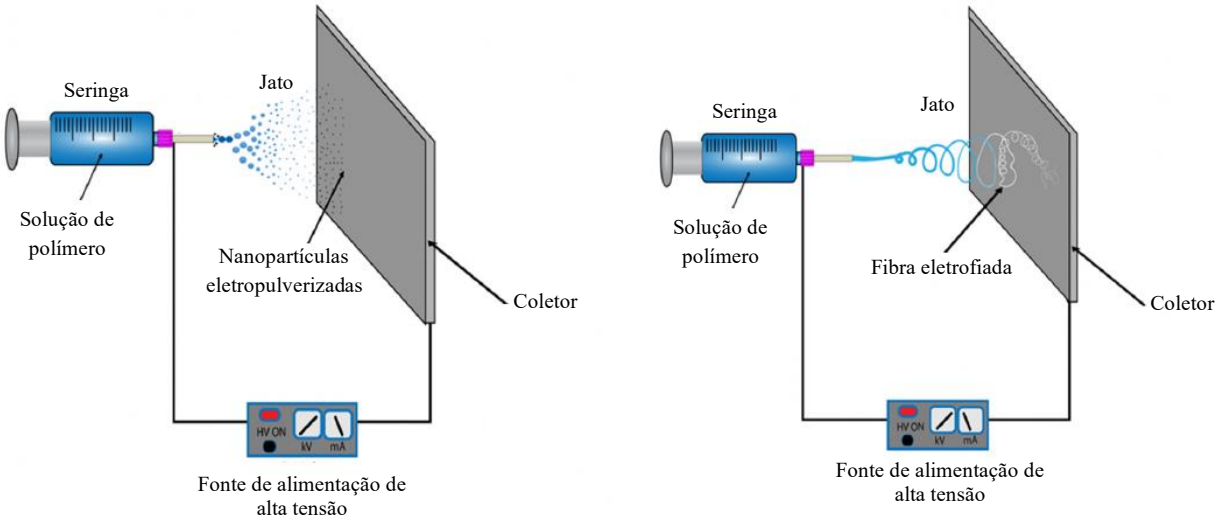


Figura 7 – Esquemas de eletropulverização (esquerda) e eletrofiação (direita).

Fonte: Adaptado de Moreira et al. (2021).

A eletrofiação consiste em um tubo capilar que se comporta como um condutor elétrico, um coletor aterrado e uma fonte de alimentação, responsável por gerar a alta tensão (em torno de 5 a 50 kV) (Figura 8). O processo consiste na deposição de uma dispersão no capilar mantida por sua tensão superficial no final da ponta capilar, formando uma gota pendente. Com o aumento gradativo da tensão elétrica ocorre a amplificação da gota, formando um cone, conhecido como cone de *Taylor*. Quando o campo elétrico aplicado atinge um valor crítico, as forças elétricas repulsivas excedem as forças de tensão superficial e o jato carregado da dispersão de polímero é ejetado da ponta do cone de *Taylor,* que se torna longo e fino. Enquanto isso, o solvente evapora deixando para trás uma fibra polimérica carregada que acelera em direção ao coletor de polaridade oposta. A fibra obtida se caracteriza por ter uma grande área superficial em relação ao volume e alta porosidade (Fathi; Martín; McClements, 2014; Neo et al., 2013; Tampau; González-Martinez; Chiralt, 2017).

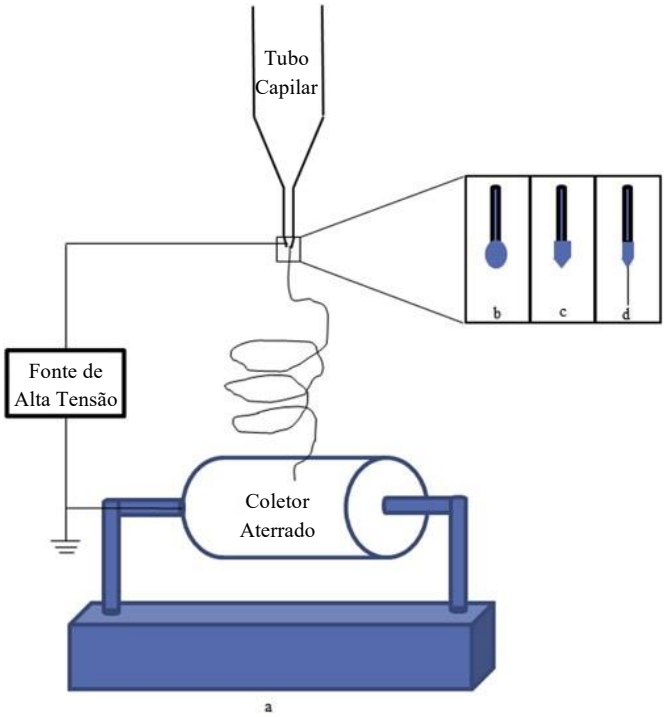


Figura 8 – Representação esquemática do sistema típico de eletrofiação.

a) Coletor aterrado; b) gota pendente; c) cone de *Taylor*; d) cone de *Taylor* quando se torna longo e fino

Fonte: Fathi; Martín; Mcclements (2014).

Por outro lado, em um processo básico de eletropulverização, a dispersão é continuamente fornecida por uma bomba de seringa e o campo elétrico é gerado por um gerador de alta tensão que conecta o emissor e um eletrodo de aterramento, conforme esquematizado na Figura 9. V_E é a tensão do emissor e V_G é a tensão de terra. H é a distância de trabalho definida como a distância entre a ponta do bico e o eletrodo de aterramento (He; Jokerst, 2020).

À medida que a tensão aplicada aumenta, o modo de pulverização muda do modo de gotejamento para o modo de jato de cone de *Taylor* e modo multijato. O modo jato de cone de *Taylor* é o mais recomendado para a fabricação de nano/micropartículas porque oferece geração estável de gotículas, mais monodispersas e com tamanhos que variam de nanômetros a micrômetros (He; Jokerst, 2020).

Para a formação de um jato de cone de *Taylor*, a dispersão é polarizada pela aplicação de um potencial de alta voltagem (denominado campo aplicado) à dispersão (aplicado diretamente ao capilar ou agulha de alimentação de líquido) em relação a um eletrodo aterrado (geralmente uma placa) localizado a jusante. Isso leva a um campo elétrico intenso ao redor da gota da dispersão pendente ou fluindo do tubo capilar, deformando-o em forma de cone. Um estado estacionário é alcançado quando a vazão que alimenta o menisco cônico através da agulha capilar é igual a liberada através do jato (Gañán-Calvo et al., 2018) .

Na eletropulverização, a baixa viscosidade, que está associada à menor concentração de polímeros, normalmente resulta na quebra do jato ejetado em gotículas durante o voo em direção ao substrato (Huang et al., 2022).

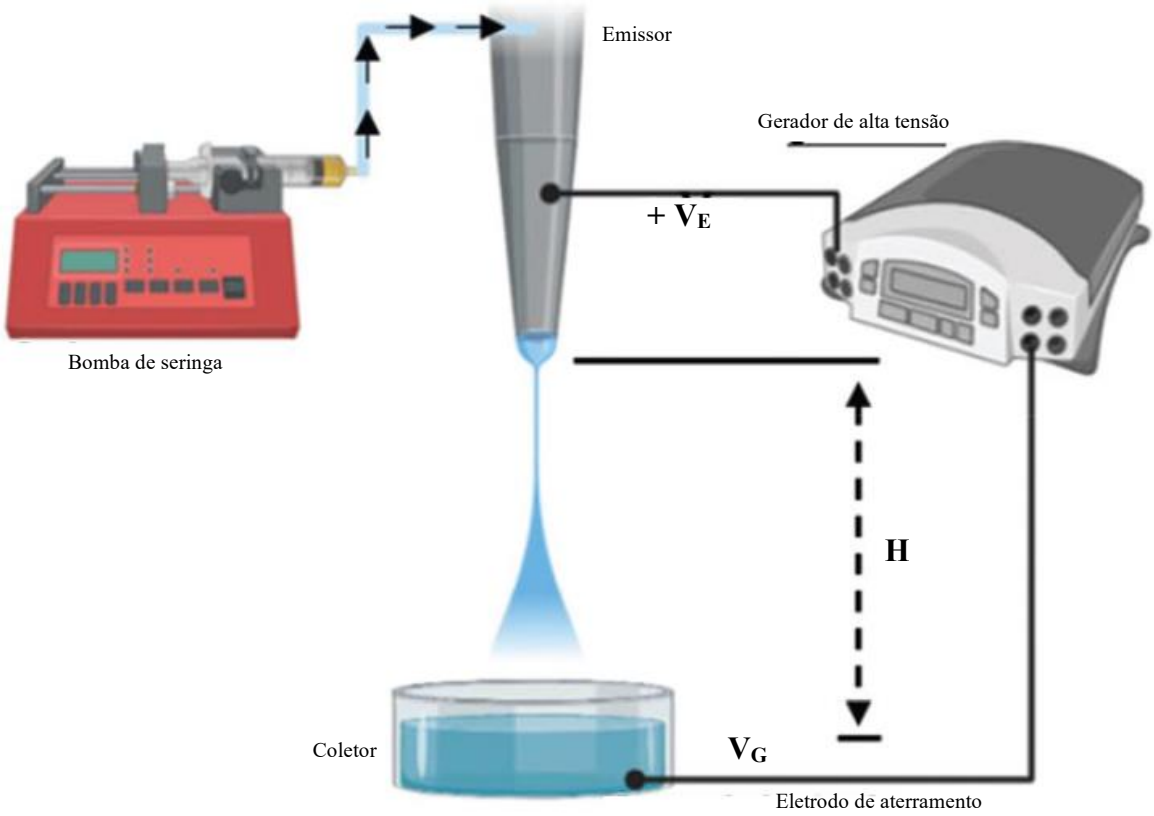


Figura 9 – Ilustração esquemática da configuração experimental para eletropulverização
Fonte: Adaptado de He; Jokerst (2020).

Esta tecnologia tem sido aplicada no encapsulamento de múltiplos compostos bioativos com aplicações nas indústrias alimentar, farmacêutica e cosmética, sendo adequada para o encapsulamento destes compostos, devido às suas condições de operação, pois é operada em condições ambientes (pressão e temperatura). A eletropulverização também apresenta mais vantagens em comparação com outras técnicas de encapsulamento, como alta eficiência de encapsulamento e capacidade de produzir micro e nanoestruturas diferentes e versáteis, ajustando seus parâmetros de processamento e solução. Além disso, não requer uma etapa subsequente para separar as partículas do meio, e uma ampla gama de materiais de parede podem ser usadas (Silva et al., 2022; Vázquez-González et al., 2021).

Apesar dos benefícios citados, a eletropulverização é um método lento, com pouca reprodutibilidade e baixo rendimento de encapsulamento, o que torna um problema seu uso em escala industrial (Mohammadalinejhad; Kurek, 2021). O uso de dispersões de biopolímeros de carboidratos com alta carga superficial é favorável para os métodos de eletrofiação e eletropulverização, resultando em fibras mais finas ou partículas menores (Fathi; Martín; McClements, 2014).

1.8.1 Materiais de parede

Um dos principais aspectos do encapsulamento é a seleção adequada dos materiais de parede (Sarkar; Singhal, 2011). Para aplicação em alimentos, os materiais utilizados no encapsulamento devem possuir status de "geralmente reconhecidos como seguros" (GRAS), conforme estabelecido por órgãos regulatórios. Além disso, é fundamental considerar aspectos como funcionalidade tecnológica, concentração do composto encapsulado, liberação direcionada e exigências de estabilidade ao longo do processamento e armazenamento (Shishir et al., 2018).

Os biopolímeros como proteínas e polissacarídeos são amplamente utilizados como materiais de parede, devido à sua versatilidade funcional, que inclui desde boa solubilidade, estabilidade térmica e mecânica, até propriedades como elasticidade, resistência, formação de filmes, capacidade emulsificante, gelificação e características hidrofóbicas (Babu et al., 2025).

Além disso, os materiais de parede podem, além de conferir proteção aos compostos, ter propriedades funcionais, tais como as fibras dietéticas, que correspondem a uma ampla categoria de ingredientes alimentares não digeríveis. De acordo com a definição unificadora da comissão do *Codex Alimentarius* em 2009, os principais componentes da fibra alimentar são polissacarídeos não-amiláceos, frutanos, amido resistente e lignina (Liu et al., 2019). Algumas fibras são consideradas prebióticas quando chegam intactas ao cólon, estimulando seletivamente o crescimento da microbiota intestinal benéfica e, assim, podendo conferir benefícios à saúde (Yan; Hu; Gänzle, 2018).

Vários polímeros apresentam características de fibra dietética e efeito prebiótico, entre eles a polidextrose, a goma guar parcialmente hidrolisada e o amido resistente obtido de diferentes fontes (Gurpilhares et al., 2019).

1.8.1.1 Amido

O amido é um dos polissacarídeos mais amplamente utilizados na indústria de alimentos e farmacêutica, não apenas como fonte de energia, mas também como agente funcional em diversos sistemas. No entanto, o amido nativo apresenta limitações importantes para aplicações

tecnológicas mais exigentes, como baixa resistência ao calor, à acidez e à retrogradação, além de rápida digestibilidade no trato gastrointestinal. Nesse contexto, a modificação do amido tem sido amplamente explorada com o objetivo de otimizar suas propriedades físico-químicas e funcionais, particularmente para o desenvolvimento de amido resistente (AR), com destaque para seu uso como material de parede em sistemas de encapsulação (Guo et al., 2021).

O AR refere-se à fração do amido que resiste à digestão pelas enzimas do trato gastrointestinal humano, comportando-se de forma semelhante à fibra alimentar (Raigond; Ezekiel; Raigond, 2014). Essa resistência pode ser induzida por diferentes tipos de modificação utilizando tratamentos físicos, como o aquecimento térmico, o uso de ultrassom e o tratamento por micro-ondas, que alteram sua estrutura sem uso de reagentes químicos (Sudheesh et al., 2024).

A aplicação do AR como material de parede é particularmente atrativa em sistemas de liberação controlada, pois além de proteger compostos bioativos durante o processamento e o armazenamento, contribui para a liberação seletiva no cólon, onde a fermentação pela microbiota intestinal pode ocorrer (Shi et al., 2021). Essa propriedade é altamente desejável para compostos fenólicos e outros fitoquímicos sensíveis, cujos benefícios à saúde estão fortemente associados à sua biodisponibilidade e metabolismo no cólon (Lippolis et al., 2023).

Além da resistência à digestão, o AR apresenta boas propriedades de formação de filmes, baixo índice de solubilidade em água quente e elevada capacidade de absorção, características que favorecem sua utilização como agente encapsulante. Quando combinado a outros materiais de parede, como fibras alimentares solúveis (ex. polidextrose, goma guar parcialmente hidrolisada) e proteínas (ex. proteína isolada do soro), o AR pode compor matrizes híbridas com desempenho superior, otimizando parâmetros como eficiência de encapsulamento, estabilidade oxidativa e comportamento reológico das dispersões (Hoyos-Leyva et al., 2018).

O amido de pinhão na forma hidrolisada foi estudado no encapsulamento de beta-caroteno por Spada et al. (2012) encontrando resultados satisfatórios na retenção desse composto, sugerindo que o amido modificado pode ser considerado um material de parede potencial.

1.8.1.2 Goma guar parcialmente hidrolisada

A goma guar é obtida a partir do endospema de *Cyamopsis tetragonolobus*, família Leguminosae, onde é armazenada como reserva alimentar (George; Shah; Shrivastav, 2019; Sharma et al., 2018). Possui uma estrutura polimérica similar a uma haste na qual as cadeias laterais de galactose estão ligadas ao esqueleto de manose com uma razão molecular média de 1:2. As cadeias direitas de unidades D-manose são unidas pela ligação glicosídica β (1→4) e as

unidades de D-galactose são unidas de maneira alternada através da ligação glicosídica (1→6) (Sharma et al., 2018).

Por ser uma matéria prima de baixo custo, renovável, biodegradável, biocompatível no sistema vivo, fácil manuseio e armazenamento, a goma guar é considerada segura e encontra muitas utilidades comerciais e abundantes aplicações industriais (Thombare et al., 2016).

A goma guar é amplamente empregada na indústria alimentícia por suas propriedades funcionais distintivas, incluindo elevada capacidade de retenção de água, redução na taxa de evaporação, influência no ponto de congelamento, modulação na formação de cristais de gelo e participação em diversas transformações químicas durante o processamento dos alimentos. (Sharma et al., 2018). Além disso, é uma importante fonte não calórica de fibra dietética, sendo utilizada como fibra alimentar (Thombare et al., 2016).

A goma guar em sua forma nativa (Figura 10A) possui viscosidade alta, limitando a sua aplicação como material de parede para uso no encapsulamento. Neste sentido, a despolimerização por hidrólise parcial da goma guar vem sendo aplicada com o objetivo de se obter uma fibra dietética natural, que seja solúvel em água (Sarkar; Singhal, 2011). A goma guar parcialmente hidrolisada - GGPH (Figura 10B) possui uma massa molar menor e uma viscosidade marcadamente mais baixa do que a goma guar natural (Slavin; Greenberg, 2003), proporcionando características adequadas para aplicação como material de parede.

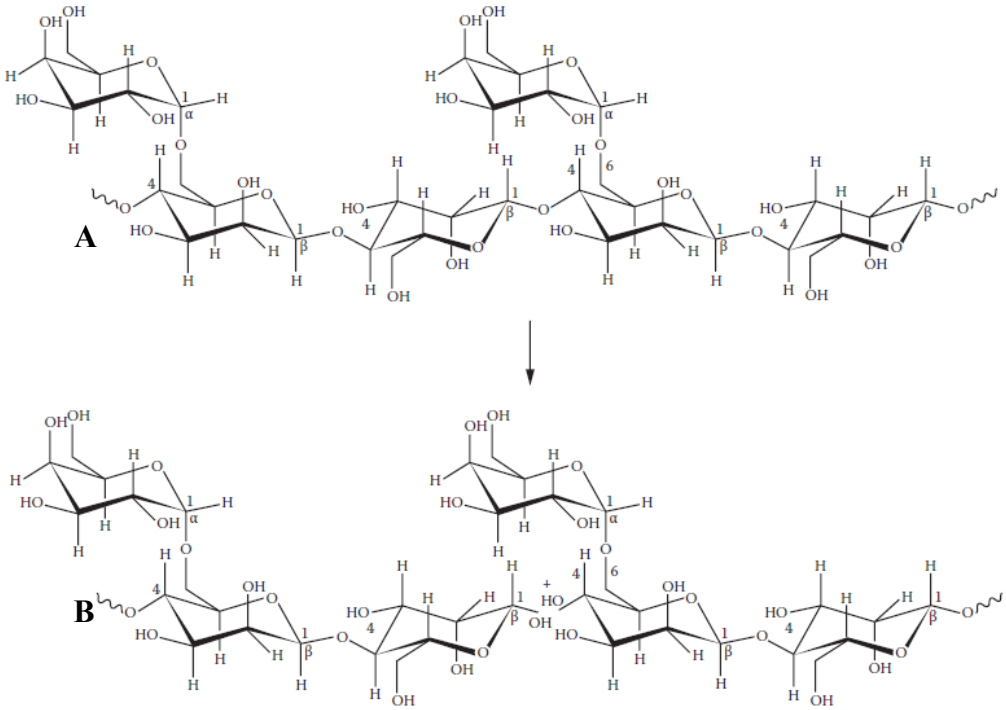


Figura 10 – Estrutura química da goma guar nativa (A); goma guar parcialmente hidrolisada (B).
Fonte: Kapoor; Juneja, (2009).

A GGPH demonstrou desempenho promissor como material de parede na encapsulação de compostos fenólicos de extrato de casca de uva *Vitis labrusca* var. Bordô por meio das técnicas de atomização e liofilização. No estudo conduzido por Kuck e Noreña (2016), foram avaliadas formulações contendo GGPH isoladamente e em combinação com outros agentes encapsulantes, como goma arábica e polidextrose. A utilização de GGPH resultou em elevadas eficiências de encapsulamento, com retenção de compostos fenólicos variando de 81,4% a 95,3%, e de antocianinas entre 80,8% e 99,6%, dependendo da formulação e do método de secagem empregado. Além disso, os sistemas com GGPH apresentaram boas propriedades físico-químicas, como baixa higroscopicidade, alta solubilidade e estabilidade térmica, características desejáveis para a conservação de compostos bioativos. Esses resultados evidenciam o potencial da GGPH como um biopolímero funcional na proteção de fenólicos sensíveis durante o processamento e armazenamento, especialmente quando associada a técnicas de secagem eficientes como a atomização.

1.8.1.3 Polidextrose

A polidextrose é um polímero de glicose altamente ramificado e aleatoriamente ligado, que praticamente não apresenta doçura, possui baixo valor energético (1 kcal g^{-1}) e é classificado como uma fibra alimentar solúvel. Comercialmente, a polidextrose é produzida por policondensação a vácuo de uma mistura fundida de glicose, sorbitol e ácido cítrico ou fosfórico (Chaudhary; Small; Kasapis, 2013; Hu et al., 2022).

Devido à sua estrutura, a polidextrose apresenta baixa digestibilidade, não sendo hidrolisada pelas enzimas digestivas no intestino delgado, mas sim fermentada no cólon pela microbiota endógena (Do Carmo et al., 2016). Essa resistência à digestão confere características fisiológicas semelhantes às das fibras solúveis, resultando em uma menor disponibilidade calórica em comparação aos carboidratos convencionais. No cólon, a polidextrose é fermentada por microrganismos intestinais, atuando como um prebiótico e favorecendo o crescimento e a atividade de determinadas espécies bacterianas benéficas (Borges et al., 2023).

Os inúmeros benefícios fisiológicos, como fibra dietética, baixo índice glicêmico e efeitos prebióticos, fazem da polidextrose um ingrediente útil em novas aplicações alimentares e nutracêuticas (Spada et al., 2015). O estudo desenvolvido por Cassol e Noreña (2021) demonstrou a eficácia da polidextrose na encapsulação de extratos ricos em antocianinas de *Hibiscus sabdariffa*, empregando as técnicas de atomização e liofilização. Os melhores resultados foram obtidos quando a polidextrose foi utilizada isoladamente na secagem por liofilização, apresentando elevadas taxas de retenção de compostos fenólicos, antocianinas e atividade antioxidante.

Kuhn, Dorneles e Noreña (2022) investigaram a encapsulação de betacianinas e compostos fenólicos de extrato de brácteas de *Bougainvillea glabra*, e observaram que a formulação contendo polidextrose apresentou elevada eficiência de retenção dos compostos encapsulados, com taxas superiores a 77% mesmo após 42 dias de armazenamento a 30 °C. Os dados também revelaram que a liberação dos compostos no trato gastrointestinal simulado foi favorecida pela estrutura da matriz, reforçando o potencial da polidextrose como agente encapsulante para compostos bioativos.

1.8.1.4 Proteína isolada do soro do leite

A proteína isolada do soro de leite (*Whey Protein Isolate* – WPI, sigla em inglês) é um biopolímero de origem láctea amplamente utilizado na indústria de alimentos e na pesquisa científica, devido às suas propriedades nutricionais e funcionais (Huang et al., 2024). A WPI é obtida a partir do soro, um subproduto gerado durante a fabricação de queijos, quando o pH do leite bovino é reduzido a aproximadamente 4,6, promovendo a precipitação da caseína (formação da coalhada) e a separação do sobrenadante proteico. Esse sobrenadante, conhecido como soro do leite, contém uma mistura de proteínas solúveis, das quais se obtém a WPI por meio da remoção da caseína e de outros constituintes não proteicos. O produto final apresenta alto teor proteico (≥ 90%) e é composto majoritariamente por β-lactoglobulina, α-lactoalbumina, imunoglobulinas (IG) e albumina sérica bovina (BSA) (Ferraz et al., 2022; Jiang et al., 2024; Zhang et al., 2021).

No contexto do encapsulamento de compostos bioativos, a WPI tem se destacado como material de parede eficiente para proteger moléculas sensíveis contra degradação oxidativa, hidrólise e efeitos adversos de fatores ambientais, como luz, calor e pH extremo (Falsafi et al., 2022).

As proteínas globulares da WPI apresentam propriedades estruturais e funcionais favoráveis à sua aplicação em sistemas de encapsulamento, demonstram notável versatilidade na elaboração de sistemas nanoestruturados de liberação, incluindo nanopartículas, hidrogéis, oleogéis, bigéis, filmes, fibras, nanotubos e nanoemulsões, destacando-se pela elevada solubilidade em meio aquoso, eficiente capacidade emulsificante e aptidão para formar filmes coesos e estáveis (Jiang et al., 2024; Plati; Paraskevopoulou, 2023).

A versatilidade estrutural da WPI permite sua adaptação em diferentes técnicas de encapsulamento, como atomização, liofilização, coacervação complexa, gelificação e nanoprecipitação, sendo eficaz na formação micropartículas com propriedades desejáveis de estabilidade, liberação controlada e biodisponibilidade (Afzal et al., 2024).

A β-lactoglobulina, principal proteína da WPI, apresenta elevada afinidade com compostos hidrofóbicos, como polifenóis, carotenoides e vitaminas lipossolúveis, estabelecendo interações não covalentes, incluindo ligações de hidrogênio e forças hidrofóbicas. Essa capacidade de associação facilita a formação de complexos estáveis entre a proteína e os compostos bioativos, os quais podem ser estabilizados por meio de tratamentos térmicos ou ajustes de pH, resultando em sistemas encapsulantes eficazes, com maior proteção contra a degradação oxidativa ou enzimática prematura (Figueiredo et al., 2025).

Estudos demonstram que o uso de WPI como encapsulante proporciona bons resultados na retenção de compostos fenólicos, na manutenção da atividade antioxidante e na proteção contra processos oxidativos, especialmente quando combinado com outros materiais de parede, como polissacarídeos ou amidos modificados (Kuhn; Santagapita; Noreña, 2021; Santos et al., 2024; Sekhavatizadeh et al., 2025; Zhang et al., 2024).

A formação de matrizes híbridas proteico-polissacarídicas pode melhorar a estabilidade física e química das cápsulas, além de favorecer a liberação direcionada dos compostos no trato gastrointestinal (Afzal et al., 2024; Bakhtiyari; Hamidi-Esfahani; Barzegar, 2022; Cruz-Molina et al., 2023).

Assim, a utilização da WPI como material de parede representa uma abordagem promissora e funcional para o encapsulamento de compostos bioativos, especialmente fenólicos, em matrizes alimentares. Sua combinação com outros biopolímeros pode ser explorada estrategicamente para otimizar a eficiência de encapsulamento, estabilidade durante o armazenamento e liberação controlada, conforme os objetivos específicos de aplicação.

CAPÍTULO 6

DISCUSSÃO GERAL

A crescente demanda por ingredientes funcionais e sustentáveis impulsiona o estudo de biomateriais alternativos, como o amido de pinhão, semente da *Araucaria angustifolia*, uma fonte regional rica em amido com alto teor de amilose e alto conteúdo de amido resistente (AR). Este amido se destaca como matriz encapsulante funcional, especialmente após modificações físicas que potencializam suas propriedades estruturais, tecnológicas e funcionais. Os quatro artigos apresentados fornecem uma visão abrangente sobre diferentes abordagens de modificação física e aplicação do amido de pinhão em sistemas encapsulantes.

Neste sentido, este capítulo tem como objetivo integrar e discutir brevemente os principais resultados obtidos na pesquisa. Os trabalhos abordam desde a obtenção de amido resistente por métodos físicos, até a caracterização morfoestrutural, funcional e antioxidante de micropartículas encapsuladas com diferentes materiais de parede e submetidas a distintos processos de secagem. Estes estudos contribuem significativamente para o avanço no desenvolvimento de sistemas encapsulantes, com potencial aplicação na indústria de alimentos funcionais.

Inicialmente, os artigos 1 e 2 investigaram os efeitos de duas técnicas distintas de modificação física: micro-ondas seguido de resfriamento (Artigo 1) e tratamento térmico com baixa umidade - TTBU (Artigo 2). A aplicação prática do amido modificado foi explorada nos artigos 3 e 4, com foco na encapsulação de extratos de brácteas de *A. angustifolia*, ricos em compostos fenólicos, como os taninos. No artigo 3, o amido modificado por micro-ondas foi incorporado em esferas de alginato produzidas por jateamento hidrodinâmico por eletrospray com ionização (HEIJ), enquanto o artigo 4 aprofundou-se na análise de diferentes combinações de materiais de parede com o amido modificado (polidextrose, goma guar parcialmente hidrolisada e isolado proteico do soro de leite), utilizando dois métodos de secagem (spray-drying e freeze-drying).

O primeiro estudo, intitulado *"Effect of microwave followed by cooling on structural and digestive properties of pinhão starch"* teve como objetivo avaliar o efeito da irradiação por micro-ondas (300 W, 90 s) seguida de resfriamento a 4 °C por diferentes tempos (4, 8, 16, 24 e 72 h) sobre as propriedades estruturais, reológicas e digestivas do amido nativo de pinhão. Os dados de DRX mostraram que todas as amostras preservaram o padrão cristalino tipo C, característico de amidos com misturas de estruturas A e B. A cristalinidade relativa decresceu

significativamente após o tratamento com micro-ondas, atingindo valores entre 18,69% (MR4) e 22,46% (MR72), em comparação ao amido nativo (26,95%). Tais dados confirmam a desorganização da estrutura helicoidal da amilopectina causada pela irradiação.

A análise por FTIR indicou redução na razão 1047/1022 cm^{-1}, relacionada à ordem da região cristalina, e aumento na razão 995/1022 cm^{-1}, associada à desorganização da estrutura helicoidal dupla, confirmando a desestruturação e reestruturação do amido. Em termos térmicos, a análise DSC mostrou aumento nas temperaturas de início e pico de gelatinização, e redução nos valores de entalpia (exceto para MR72, com $\Delta H = 10,94$ J/g), indicando a formação de cristais mais homogêneos e estáveis.

O grau de retrogradação (RD), calculado em relação à amostra modificada sem resfriamento (MI), foi crescente com o tempo de resfriamento, alcançando 96,56% na MR72. Resultados semelhantes foram descritos por Wang et al. (2019) em amidos de milho, batata e castanha modificados por micro-ondas seguidos de resfriamento.

Reologicamente, todas as amostras apresentaram comportamento pseudoplástico, com $n < 1$ (modelo de Ostwald-de-Waele). A amostra MR72 apresentou o maior valor para o índice de consistência ($K = 7,399$ Pa s^n), menor índice de fluxo ($n = 0,369$) e maior módulo elástico ($G'máx = 1747$ Pa), sugerindo formação de uma estrutura de gel robusta. Esse comportamento foi atribuído à reorganização das cadeias de amilose e amilopectina, reforçada pela análise de viscoelasticidade ($G' > G''$), típica de materiais estruturados.

Na análise de digestibilidade, a amostra MR72 apresentou o maior teor de amido resistente (RS = 42,55%) e redução do amido rapidamente digerível (RDS), evidenciando a eficácia da modificação física na melhoria do perfil funcional do amido. A correlação positiva entre grau de retrogradação e teor de RS sugere que a recristalização de cadeias lineares e ramificadas resultou em agregados menos suscetíveis à ação enzimática.

A modificação física do amido de pinhão por micro-ondas seguida de resfriamento revelou-se uma estratégia eficaz para alterar sua estrutura molecular e aprimorar suas propriedades funcionais. O tratamento promoveu a gelatinização parcial do amido, seguida de retrogradação controlada durante o resfriamento, resultando na formação de estruturas recristalizadas com maior estabilidade térmica. As análises estruturais, térmicas e reológicas indicaram o desenvolvimento de uma matriz mais coesa, com redução da cristalinidade relativa e aumento da fração de amido resistente, conferindo ao material maior resistência à digestão enzimática.

Essas características são altamente desejáveis para aplicações em encapsulamento de compostos bioativos, especialmente naqueles com liberação direcionada ao intestino. Além

disso, a utilização de um método físico simples, econômico e livre de solventes orgânicos reforça a viabilidade tecnológica e ambiental do processo. O amido modificado por essa técnica apresenta grande potencial tanto como um ingrediente funcional e biomaterial versátil para formulações alimentícias quanto para sistemas de liberação controlada.

Na segunda pesquisa, intitulada *"Effect of heat treatment at low moisture on the increase of resistant starch content in Araucaria angustifolia seed starch"* buscou-se avaliar os efeitos da modificação física por tratamento térmico em baixa umidade (HMT, sigla em inglês) sobre as propriedades físico-químicas, estruturais, reológicas e de digestibilidade do amido extraído das sementes de *A. angustifolia*.

A aplicação do HMT com diferentes teores de umidade (15–35%) resultou em alterações marcantes nas propriedades funcionais do amido. Observou-se uma redução significativa da solubilidade e do poder de intumescimento, especialmente em temperaturas elevadas (90 °C), o que indica o fortalecimento das interações intermoleculares entre cadeias de amilose e amilopectina promovidas pelo tratamento térmico. Essa estrutura mais compacta limita a entrada de água nas regiões amorfas e cristalinas, diminuindo a hidratação e o inchaço dos grânulos.

A microscopia eletrônica de varredura evidenciou aglomeração e concavidades nos grânulos a partir de teores de umidade acima de 20%, indicativas de uma reorganização da estrutura granular decorrente da atuação sinérgica do calor e da umidade. Paralelamente, análises de difração de raios-X e FTIR revelaram uma redução da cristalinidade relativa e a transição do padrão cristalino de tipo C (nativo) para tipo A. Essa transição estrutural foi associada à reorganização das hélices duplas de amilopectina e à expulsão de moléculas de água dos canais cristalinos, formando uma estrutura mais densa e menos acessível à digestão enzimática.

Do ponto de vista térmico, o TGA mostrou que o HMT aumentou a estabilidade térmica dos amidos modificados, com menor perda de massa nas faixas de evaporação de água e maior resistência à decomposição térmica. Essas mudanças estão relacionadas à compactação da matriz amilácea e ao fortalecimento das interações moleculares.

As análises reológicas confirmaram o comportamento pseudoplástico de todas as amostras, com redução da viscosidade sob cisalhamento crescente, característica importante para formulações alimentares. Os valores mais elevados do módulo elástico (G') em relação ao módulo viscoso (G") indicaram formação de estruturas em gel mais coesas e resistentes, especialmente nas amostras HMT25 a HMT35, o que sugere maior resistência mecânica e

menor susceptibilidade à digestão. Este comportamento é coerente com a maior presença de amido resistente nessas formulações.

A quantificação do conteúdo aparente de amilose mostrou um aumento significativo nas amostras HMT15 a HMT25. Esse resultado pode estar relacionado à degradação térmica de cadeias ramificadas de amilopectina e à formação de cadeias lineares semelhantes à amilose, que se associam e contribuem para a formação de estruturas mais resistentes à digestão.

Os ensaios de digestibilidade *in vitro* demonstraram uma elevação expressiva nas frações de amido resistente em todas as amostras modificadas, com destaque para HMT35, que apresentou teor de RS de 47,36%, superior aos 29,63% do amido nativo. Esse resultado evidencia o sucesso do tratamento térmico em modular a estrutura do amido, tornando-o menos suscetível à ação enzimática e, portanto, mais adequado para aplicações em alimentos funcionais de baixo índice glicêmico.

Os resultados obtidos corroboram estudos prévios com outras fontes amiláceas, como arroz, batata-doce, ervilha e milheto, que demonstraram comportamento semelhante após modificação por HMT (Han et al., 2021; Sandhu et al., 2020; Trung et al., 2017; Wang et al., 2018). Em contrapartida, este manuscrito se destaca por explorar o amido de pinhão, uma fonte regional abundante e ainda pouco explorada, na qual a modificação por HMT se mostrou uma estratégia eficaz para melhorar suas propriedades nutricionais e funcionais, ampliando seu potencial para aplicação em alimentos com propriedades funcionais.

O terceiro estudo, intitulado "*Effect of incorporating modified pinhão starch in alginate-based hydrogel beads for encapsulation of bioactive compounds by hydrodynamic electrospray ionization jetting"* investigou os efeitos da incorporação de amido de pinhão modificado em esferas de hidrogel à base de alginato de sódio, produzidas por meio da técnica de jato de ionização por eletrospray hidrodinâmico (HEIJ), para encapsulação de compostos bioativos extraídos das brácteas de *A. angustifolia*. A pesquisa destaca-se pelo uso combinado de dois biopolímeros – alginato de sódio e amido de pinhão modificado – e pela aplicação da técnica HEIJ, caracterizada por sua natureza não térmica, favorável à preservação da integridade dos compostos fenólicos.

A adição de amido modificou significativamente as propriedades físico-químicas e funcionais das dispersões e das cápsulas formadas. Os resultados de ζ-potencial indicaram redução da carga negativa com o aumento do teor de amido, sugerindo a ocorrência de interações entre os grupos carboxílicos do alginato e as hidroxilas do amido. Esse comportamento está associado a uma maior compactação da rede polimérica e menor tendência à agregação ou instabilidade coloidal, conforme também observado por (Feltre et al., 2020).

As análises reológicas evidenciaram que todas as dispersões apresentaram comportamento pseudoplástico, com aumento progressivo na viscosidade (índice de consistência, *K*) conforme maior concentração de amido. Esse reforço estrutural foi atribuído à formação de uma matriz tridimensional mais robusta, mediada por ligações de hidrogênio entre os biopolímeros. Os ensaios de varredura no tempo e de *creep* e *recovery* confirmaram a estabilidade mecânica das formulações, sendo os valores de compliância (*J*) significativamente menores nas dispersões com amido, indicando menor susceptibilidade à deformação.

No que se refere às propriedades das cápsulas, os dados de resistência à ruptura revelaram que as formulações AG-MS4 e AG-MS6 foram significativamente mais resistentes que o controle (AG), reforçando o papel estrutural do amido na matriz hidrogel. Quanto à morfologia, observou-se que o aumento da concentração de amido resultou em maior diâmetro, área e perímetro das esferas. Contudo, todas mantiveram boa circularidade, importante para propriedades tecnológicas como fluidez e estabilidade durante armazenamento. A análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostrou que as esferas sofreram colapso superficial após a liofilização, independentemente da formulação, o que é consistente com relatos da literatura sobre a fragilidade da rede de alginato frente ao processo de desidratação, e que não foi prevenido mesmo com a presença de amido, possivelmente devido à sua concentração relativamente baixa, como discutido por Li et al. (2021).

As análises térmicas (TGA e DSC) evidenciaram maior estabilidade térmica nas cápsulas com amido, com menor perda de massa e maior entalpia de fusão, refletindo interações físicas adicionais na estrutura. A análise por ATR-FTIR confirmou a ausência de novas ligações químicas, indicando que a encapsulação ocorreu por meio de interações físicas, como ligações de hidrogênio e forças de van der Waals entre os componentes de parede e os compostos bioativos. Os picos característicos dos compostos fenólicos extraídos das brácteas foram mantidos nas formulações encapsuladas.

Com relação à funcionalidade, todas as formulações demonstraram alta capacidade antioxidante residual (>80%), com destaque para AG-MS4 (96,21%), indicando que a técnica HEIJ é eficiente na preservação da bioatividade. A eficiência de encapsulação foi particularmente alta para taninos totais nas formulações com amido, atingindo 66,99% em AG-MS6.

Durante a digestão in vitro, observou-se um perfil de liberação controlada, com baixa liberação de TPC e TT nas fases oral e gástrica, e liberação acentuada na fase intestinal (60–63%). Tal comportamento está relacionado à estabilidade da matriz em pH ácido e à desintegração sob pH neutro-alcalino, fenômeno bem documentado para alginato. A presença

de amido resistente contribuiu adicionalmente para retardar a liberação e atuar como suporte funcional no trato intestinal.

De forma geral, a combinação de alginato com amido modificado de pinhão mostrou-se uma estratégia eficiente, de baixo custo e com potencial aplicação em sistemas alimentícios funcionais, conferindo proteção, estabilidade térmica e direcionamento da liberação de compostos bioativos oriundos de um subproduto vegetal regional de alto valor agregado.

O quarto manuscrito, intitulado *"Encapsulation of Araucaria angustifolia Bract Extracts: Impact of Drying Methods and Wall Materials on Physicochemical and Thermodynamic Properties"* teve como objetivo desenvolver sistemas encapsulantes para compostos fenólicos extraídos das brácteas de *A. angustifolia*, utilizando amido modificado de pinhão (MS) combinado com diferentes materiais de parede (polidextrose – PD, goma guar parcialmente hidrolisada – PHGG e isolado proteico do soro de leite – WPI), submetidos aos métodos de secagem por spray-drying (SD) e freeze-drying (FD). Foram avaliadas as propriedades reológicas das dispersões, bem como as características físico-químicas, morfológicas, estruturais, térmicas e funcionais dos pós obtidos.

As dispersões apresentaram comportamento pseudoplástico ($n < 1$), típico de sistemas não-newtonianos, o que favorece o bombeamento e atomização durante a secagem por spray-drying. A formulação MS-PD se destacou com o maior índice de consistência (K), indicando maior viscosidade inicial, enquanto a MS-PHGG apresentou maior comportamento elástico ($G' > G''$), sugerindo formação de uma estrutura mais coesa e estável – característica desejável para maior proteção dos compostos bioativos.

A análise físico-química dos pós indicou que os tratamentos com FD resultaram em amostras com menores valores de atividade de água e umidade, atributos que favorecem maior estabilidade microbiológica e oxidativa durante o armazenamento. No entanto, os pós obtidos por SD apresentaram rendimentos superiores, especialmente com a formulação MS-PD (SD), que atingiu 94,7%. No que se refere à higroscopicidade, observou-se tendência de valores mais elevados nos pós obtidos por SD, particularmente para a formulação MS-PD, resultado atribuído à alta afinidade da polidextrose pela umidade. Embora isso possa prejudicar a estabilidade, a combinação com o amido modificado permitiu a formação de micropartículas esféricas e bem distribuídas, conforme evidenciado nas micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), favorecendo o desempenho funcional em aplicações alimentícias.

Do ponto de vista estrutural, os espectros de FTIR e os difratogramas de DRX revelaram interações específicas entre os compostos fenólicos e os materiais de parede, como ligações de

hidrogênio e interações hidrofóbicas. O padrão amorfo predominante nas amostras é benéfico, pois tende a aumentar a solubilidade e a biodisponibilidade dos compostos encapsulados. A formulação MS-WPI (FD) apresentou o maior deslocamento da curva de TGA para temperaturas elevadas, refletindo maior estabilidade térmica da matriz proteica, o que reforça o potencial do WPI para aplicações que exigem resistência térmica.

Em relação ao conteúdo de compostos fenólicos, taninos totais e condensados, bem como à capacidade antioxidante, destaca-se a formulação MS-PD (SD), que apresentou os maiores valores de TPC (60,33 mg g^{-1}), bem como alta atividade antioxidante (164,12 µmol g^{-1}, DPPH). Esses resultados indicam que a matriz MS-PD oferece proteção efetiva aos compostos bioativos mesmo sob as condições térmicas do spray-drying, sendo um sistema promissor para aplicação como ingrediente funcional.

Os dados obtidos neste estudo reforçam a relevância da escolha adequada tanto dos materiais de parede quanto do método de secagem. A combinação de amido de pinhão modificado com polidextrose, especialmente quando submetida à secagem por atomização, mostrou-se eficaz para preservar a integridade dos compostos fenólicos e conferir boas propriedades físico-químicas e estruturais ao produto encapsulado. Por outro lado, o uso de WPI favoreceu a estabilidade térmica das partículas, embora com menor retenção de compostos fenólicos, o que pode ser vantajoso em formulações expostas a altas temperaturas. Já a PHGG demonstrou capacidade de formar estruturas tridimensionais coesas, sugerindo boa estabilidade em soluções aquosas, ainda que sua morfologia final na forma de pó apresente certa fragilidade quando obtida por liofilização.

Assim, este estudo amplia o conhecimento sobre o uso de amido modificado de *A. angustifolia* como matriz encapsulante e destaca o potencial das brácteas da planta como fonte de compostos bioativos.

Os resultados dos quatro estudos revelam o alto potencial do amido modificado de pinhão como um material de parede para sistemas de encapsulamento. A escolha do tipo de modificação física influencia diretamente as propriedades estruturais, reológicas e funcionais do amido, sendo que micro-ondas e HMT promoveram melhorias complementares. A aplicação em diferentes sistemas (esferas e pós desidratados) e em combinação com outros materiais de parede ampliou a compreensão sobre os mecanismos de proteção, estabilidade e liberação dos compostos bioativos.

A combinação de alginato com amido modificado de pinhão mostrou-se uma estratégia eficiente, que conferiu proteção, estabilidade térmica e direcionamento da liberação de compostos bioativos. O sistema MS-PD (SD) destacou-se pela elevada eficiência de

encapsulamento e atividade antioxidante, sendo apropriado para aplicações industriais com foco em funcionalidade e viabilidade econômica. Já o sistema MS-WPI (FD) mostrou-se mais estável termicamente e com potencial para produtos sensíveis ao calor. A combinação com PHGG favoreceu propriedades reológicas, com possível aplicação em sistemas estruturados.

O uso do amido de pinhão em associação à valorização das brácteas de *Araucaria angustifolia* constitui uma estratégia exemplar no contexto da economia circular, ao transformar subprodutos regionais em ingredientes de alto valor agregado, ampliando sua aplicabilidade em formulações funcionais e sustentáveis. Essa abordagem se insere no conceito de biorrefinaria, em que cada fração da biomassa é aproveitada de forma integrada, promovendo máxima eficiência no uso de recursos e reduzindo significativamente a geração de resíduos. Tal perspectiva não apenas contribui para o desenvolvimento de alimentos funcionais inovadores, mas também fortalece a conservação e o uso sustentável de uma espécie nativa e de relevância sociocultural, especialmente para o sul do Brasil. Além disso, a integração desse modelo aos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODSs) da ONU evidencia sua relevância global, com destaque para o ODS 2 (fome zero e agricultura sustentável), ODS 3 (saúde e bem-estar), ODS 9 (indústria, inovação e infraestrutura), ODS 12 (consumo e produção responsáveis) e ODS 15 (vida terrestre). Nesse sentido, o aproveitamento das brácteas e do amido de pinhão transcende a agregação de valor a subprodutos, representando uma estratégia inovadora e multidimensional, alinhada tanto às demandas de sustentabilidade ambiental e social quanto às tendências de inovação científica e tecnológica no setor de alimentos.

CONCLUSÕES

Esta pesquisa evidenciou o potencial de aproveitamento da pinha da *Araucaria angustifolia* para a produção de ingredientes funcionais, contemplando tanto o amido extraído dos pinhões quanto os compostos fenólicos presentes nas brácteas, direcionados ao desenvolvimento de sistemas encapsulados com propriedades bioativas e tecnológicas. Os resultados obtidos ao longo dos quatro estudos experimentais confirmaram a viabilidade da proposta, tanto do ponto de vista técnico quanto funcional, com impacto direto no desenvolvimento de ingredientes sustentáveis e inovadores. A pesquisa combinou técnicas de modificação física do amido e diferentes estratégias de encapsulamento, resultando na produção de sistemas encapsulados com propriedades funcionais promissoras.

Os amidos modificados por tratamento térmico a baixa umidade e por micro-ondas seguido de resfriamento, apresentaram aumento significativo no teor de amido resistente, além

de alterações estruturais, térmicas e morfológicas favoráveis à sua aplicação como material de parede.

A combinação dos amidos modificados com fibras alimentares e proteína isolada do soro de leite proporcionou partículas encapsuladas com alta retenção de compostos bioativos, excelente capacidade antioxidante e estabilidade térmica. As técnicas de eletropulverização, atomização e liofilização influenciaram de maneira significativa as características físico-químicas dos pós obtidos, permitindo maior versatilidade na aplicação dos sistemas desenvolvidos. Além disso, o estudo do comportamento reológico das dispersões revelou que os materiais empregados são promissores na elaboração de matrizes com propriedades viscoelásticas moduláveis, reforçando sua aplicabilidade em diferentes contextos alimentares.

Os dados obtidos ao longo desta pesquisa evidenciam que o amido de pinhão modificado atua como um material de parede altamente eficaz, apresentando desempenho comparável — e, em diversos aspectos, superior — a encapsulantes convencionais. Essa constatação foi corroborada por sua elevada eficiência de encapsulação, pela retenção expressiva de compostos fenólicos após os processos de encapsulamento, e pela estabilidade térmica observada nas análises instrumentais. Além disso, as partículas obtidas demonstraram morfologia adequada, solubilidade satisfatória e capacidade de formar dispersões com propriedades reológicas ajustáveis, destacando a versatilidade tecnológica do sistema e seu potencial para formulações funcionais em diferentes matrizes.

A proposta de valorização da *A. angustifolia*, tanto em suas sementes quanto em seus resíduos vegetais, mostra-se promissora para o desenvolvimento de ingredientes funcionais aplicáveis à indústria alimentícia, farmacêutica e nutracêutica, promovendo a sustentabilidade e o uso de recursos naturais regionais com elevado valor agregado.

PERSPECTIVAS

Como perspectivas para trabalhos futuros, destacam-se:

- Avaliar a aplicação dos sistemas encapsulados em matrizes alimentares, como em bebidas, barras nutricionais ou produtos lácteos fermentados, observando sua estabilidade durante o processamento e o armazenamento;
- Avaliação da capacidade antioxidante *in vivo* dos extratos das brácteas de *A. angustifolia* e dos pós encapsulados;
- Realizar estudos *in vivo* para avaliar os efeitos prebióticos do amido resistente combinado aos compostos fenólicos;

- Investigar o comportamento dos sistemas encapsulados por atomização e liofilização em condições gastrointestinais simuladas visando avaliar a biodisponibilidade e liberação dos compostos bioativos;
- Escalar os processos de produção (especialmente a eletropulverização), visando sua viabilidade em aplicações industriais e comerciais.
- Ampliar os estudos de extração dos compostos bioativos das brácteas de *A. angustifolia*, considerando métodos inovadores e sustentáveis, como extrações sob altas pressões, com fluidos supercríticos, líquidos pressurizados e solventes eutéticos naturais profundos, a fim de potencializar a recuperação desses compostos.
- Identificar e quantificar os compostos fenólicos, tais como taninos, do extrato das brácteas de *A. angustifolia* por HPLC-DAD-MS.

REFERÊNCIAS

AFZAL, Atka *et al.* Milk protein based encapsulation of probiotics and other food material: comprehensive review. **International Journal of Food Properties**, v. 27, n. 1, p. 245–262, 2024.

ALARA, Oluwaseun Ruth; ABDURAHMAN, Nour Hamid; UKAEGBU, Chinonso Ishamel. Extraction of phenolic compounds: A review. **Current Research in Food Science**, v. 4, p. 200–214, 2021.

AMINI KHOOZANI, Amir; BIRCH, John; BEKHIT, Alaa El-Din Ahmed. Resistant starch preparation methods. *In*: **Encyclopedia of Food Chemistry**. *[S.l.]*: Academic Press Oxford, 2019. v. 2 p. 390–394.

ANDRÉS, Celia María Curieses *et al.* Polyphenols as Antioxidant/Pro-Oxidant Compounds and Donors of Reducing Species: Relationship with Human Antioxidant Metabolism. **Processes**, v. 11, n. 9, 1 set. 2023.

APARICIO, C. *et al.* Assessment of starch gelatinization by ultrasonic and calorimetric techniques. **Journal of Food Engineering**, v. 94, n. 3–4, p. 295–299, 2009.

BABU, Ashley *et al.* Review on encapsulating bioactive compounds in spices. **Food and Humanity**, v. 4, 2025.

BAGLARY, Gouri Rani *et al.* Sustainable extraction of bioactive compounds from aromatic plants and agro-food wastes for food preservation: A review. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 61, 2024.

BAKHTIYARI, Maryam; HAMIDI-ESFAHANI, Zohreh; BARZEGAR, Mohsen. Optimization of co-encapsulation of L. plantarum cells and Silybum marianum seed extract and evaluation of protective effect of extract on cells survival in simulated gastrointestinal fluids. **LWT**, v. 165, 2022.

BELLO-PÉREZ, Luis Arturo *et al.* Isolation and characterization of starch from seeds of Araucaria brasiliensis: A novel starch for application in food industry. **Starch/Staerke**, v. 58, n. 6, p. 283–291, 2006.

BERNARDINIS, Giulliana B. *et al.* Ecological restoration and protection of remnants are key to the survival of the critically endangered Araucaria tree under climate change. **Global Ecology and Conservation**, v. 47, 2023.

BITWELL, Chibuye *et al.* A review of modern and conventional extraction techniques and their applications for extracting phytochemicals from plants. **Scientific African**, v. 19, 2023.

BORGES, Natalia Alvarenga *et al.* Effects of Polydextrose Supplementation on Intestinal Function in Hemodialysis Patients: A Double-Blind, Randomized, Placebo-Controlled Trial. **Journal of Renal Nutrition**, v. 33, n. 6, p. 747–754, 2023.

BRANCO, Cátia Dos Santos *et al.* Mitochondria and redox homoeostasis as chemotherapeutic targets of Araucaria angustifolia (Bert.) O. Kuntze in human larynx HEp-2 cancer cells. **Chemico-Biological Interactions**, v. 231, p. 108–118, 2015.

BRASIL. Portaria Normativa DC-20, de 27 de setembro de 1976. **Diário Oficial da União: seção 1**, Brasília, DF, 28 set. 1976.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Regras para análise de sementes.** Secretaria de Defesa Agropecuária. Brasília: MAPA/ACS, 2009. 399 p. ISBN 978-85-99851-70-8.

BRASOVEANU, Mirela; NEMTANU, Monica R. Behaviour of starch exposed to microwave radiation treatment. **Starch/Starke**, v. 66, p. 3–14, 2014.

BRUMOVSKY, Jorge O.; THOMPSON, Donald B. Production of boiling-stable granular resistant starch by partial acid hydrolysis and hydrothermal treatments of high-amylose maize starch. **Cereal Chemistry**, v. 78, n. 6, p. 680–689, 2001.

CAI, Jinwen *et al.* Structural and functional properties of C-type starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, n. 1, p. 289–300, 2014.

CASSOL, Liliana; NOREÑA, Caciano Pelayo Zapata. Microencapsulation and accelerated stability testing of bioactive compounds of Hibiscus sabdariffa. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 15, n. 2, p. 1599–1610, 2021.

CATTANEO, Nicolás *et al.* Sex-related, growth-climate association of Araucaria angustifolia in the neotropical ombrophilous woodlands of Argentina. **Dendrochronologia**, v. 31, n. 3, p. 147–152, 2013.

CHAACHOUAY, Noureddine; ZIDANE, Lahcen. Plant-Derived Natural Products: A Source for Drug Discovery and Development. **Drugs and Drug Candidates**, v. 3, n. 1, p. 184–207, 2024.

CHARLES, Anto Pradeep Raja *et al.* Application of yellow mustard mucilage and starch in nanoencapsulation of thymol and carvacrol by emulsion electrospray. **Carbohydrate Polymers**, v. 298, 2022.

CHAUDHARY, Vinita; SMALL, Darryl M.; KASAPIS, Stefan. Structural studies on matrices of deacylated gellan with polydextrose. **Food Chemistry**, v. 137, n. 1–4, p. 37–44, 2013.

CHEN, Xuening; LAN, Weiqing; XIE, Jing. Natural phenolic compounds: Antimicrobial properties, antimicrobial mechanisms, and potential utilization in the preservation of aquatic products. **Food Chemistry**, v. 440, 2024.

CHEN, Zhao *et al.* Resistant starch and the gut microbiome: Exploring beneficial interactions and dietary impacts. **Food Chemistry: X**, v. 21, 2024a.

CHEN, Zhe *et al.* Exploring the Correlation Between the Molecular Structure and Biological Activities of Metal–Phenolic Compound Complexes: Research and Description of the Role of Metal Ions in Improving the Antioxidant Activities of Phenolic Compounds. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 25, n. 21, 2024b.

CHIBUYE, Bitwell *et al.* Natural antioxidants: A comprehensive elucidation of their sources, mechanisms, and applications in health. **Next Research**, v. 1, n. 2, p. 100086, 2024.

COLLADO, L. S. *et al.* Bihon-type noodles from heat-moisture-treated sweet potato starch. **Journal of Food Science**, v. 66, n. 4, p. 604–609, 2001.

COPELAND, Les *et al.* Form and functionality of starch. **Food Hydrocolloids**, v. 23, n. 6, p. 1527–1534, 2009.

COPELAND, Les. Assessing the glycemic impact of starch by in vitro methods. **Food Bioscience**, v. 60, 2024.

CORDENUNSI, Beatriz Rosana *et al.* Chemical composition and glycemic index of Brazilian pine (Araucaria angustifolia) seeds. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, n. 11, p. 3412–3416, 2004.

COSME, Fernanda *et al.* A Comprehensive Review of Bioactive Tannins in Foods and Beverages: Functional Properties, Health Benefits, and Sensory Qualities. **Molecules**, v. 30, n. 4, 2025.

CRUZ-MOLINA, Aimara V. De La *et al.* Whey–pectin microcapsules improve the stability of grape marc phenolics during digestion. **Journal of Food Science**, v. 88, n. 12, p. 4892–4906, 2023.

DA ROCHA, Edson Maikon *et al.* Araucaria angustifolia seed coat waste reduction through its utilization in substrate diversification for Pleurotus djamor production. **Scientia Horticulturae**, v. 330, 2024.

DIAS, Disney Ribeiro *et al.* Encapsulation as a tool for bioprocessing of functional foods. **Current Opinion in Food Science**, v. 13, p. 31–37, 2017.

DO CARMO, Mariane Moreira Ramiro *et al.* Polydextrose: Physiological function, and effects on health. **Nutrients**, v. 8, n. 9, p. 1–13, 2016.

DO PRADO CORDOBA, Layse *et al.* Effect of enzymatic treatments on thermal, rheological and structural properties of pinhão starch. **Thermochimica Acta**, v. 642, p. 45–51, 2016.

DOAN, Huyen Thi Thanh *et al.* Synthesis and potential application of slowly digestible starch. **Journal of Functional Foods**, v. 131, 2025.

ĐORĐEVIĆ, Verica *et al.* Trends in Encapsulation Technologies for Delivery of Food Bioactive Compounds. **Food Engineering Reviews**, v. 7, n. 4, p. 452–490, 2014.

DORNELES, Mariane S.; NOREÑA, Caciano P. Z. Extraction of bioactive compounds from Araucaria angustifolia bracts by microwave-assisted extraction. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 44, p. 1–12, 2020.

DUNDAR, Ayse Neslihan; GOCMEN, Duygu. Effects of autoclaving temperature and storing time on resistant starch formation and its functional and physicochemical properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 97, n. 2, p. 764–771, 2013.

ENGLYST, H. N.; KINGMAN, S. M.; CUMMINGS, J. H. Classification and measurement of nutritionally important starch fractions. **European Journal of Clinical Nutrition**, v. 46, p. S33-50, 1992.

FALSAFI, Seid Reza *et al.* Insights into whey protein-based carriers for targeted delivery and controlled release of bioactive components. **Food Hydrocolloids**, v. 133, 2022.

FAN, Daming *et al.* Full-time response of starch subjected to microwave heating. **Scientific Reports**, v. 7, n. 1, p. 1–12, 2017.

FATHI, Milad; MARTÍN, Ángel; MCCLEMENTS, David Julian. Nanoencapsulation of food ingredients using carbohydrate based delivery systems. **Trends in Food Science and Technology**, v. 39, n. 1, p. 18–39, 2014.

FELTRE, Gabriela *et al.* Encapsulation of wheat germ oil in alginate-gelatinized corn starch beads: Physicochemical properties and tocopherols' stability. **Journal of Food Science**, v. 85, n. 7, p. 2124–2133, 2020.

FERRAZ, Mariana Costa *et al.* Co-encapsulation of paprika and cinnamon oleoresin by spray drying using whey protein isolate and maltodextrin as wall material: Development, characterization and storage stability. **Food Research International**, v. 162, 2022.

FIGUEIREDO FILHO, Afonso *et al.* Produção de sementes de Araucaria angustifolia em plantio e em floresta natural no centro-sul do estado do Paraná. **Floresta**, v. 41, n. 1, p. 155–162, 2011.

FIGUEIREDO, Manuel *et al.* Challenges and Advances in the Encapsulation of Bioactive Ingredients Using Whey Proteins. **Foods**, v. 14, n. 4, 2025.

GAÑÁN-CALVO, Alfonso M. *et al.* Review on the physics of electrospray: From electrokinetics to the operating conditions of single and coaxial Taylor cone-jets, and AC electrospray. **Journal of Aerosol Science**, v. 125, p. 32–56, 2018.

GEORGE, Archana; SHAH, Priyanka A.; SHRIVASTAV, Pranav S. Guar gum: Versatile natural polymer for drug delivery applications. **European Polymer Journal**, v. 112, p. 722–735, 2019.

GHOSH, Debosree. Tannins from Foods to Combat Diseases. **International Journal of Pharma Research & Review**, v. 4, n. 5, p. 40, 2015.

GÓMEZ-ALDAPA, Carlos Alberto *et al.* A modified Achira (Canna indica L.) starch as a wall material for the encapsulation of Hibiscus sabdariffa extract using spray drying. **Food Research International**, v. 119, p. 547–553, 2019.

GONÇALVES, Paula Migowski *et al.* Characterization of starch nanoparticles obtained from Araucaria angustifolia seeds by acid hydrolysis and ultrasound. **LWT - Food Science and Technology**, v. 58, n. 1, p. 21–27, 2014.

GUO, Yabin *et al.* Starch-based materials encapsulating food ingredients: Recent advances in fabrication methods and applications. **Carbohydrate Polymers**, v. 270, 15 out. 2021.

GURPILHARES, Daniela de Borba *et al.* Marine prebiotics: Polysaccharides and oligosaccharides obtained by using microbial enzymes. **Food Chemistry**, v. 280, p. 175–186, 2019.

HAN, Lihong *et al.* Modification in physicochemical, structural and digestive properties of pea starch during heat-moisture process assisted by pre- and post-treatment of ultrasound. **Food Chemistry**, v. 360, p. 129929, 2021.

HARALAMPU, S. G. Resistant starch - a review of the physical properties and biological impact of RS 3. **Carbohydrate Polymers**, v. 41, n. 3, p. 285–292, 2000.

HE, Tengyu; JOKERST, Jesse V. Structured micro/nano materials synthesized: Via electrospray: A review. **Biomaterials Science**, v. 8, n. 20, p. 5555–5573, 2020.

HOOVER, Ratnajothi. The impact of heat-moisture treatment on molecular structures and properties of starches isolated from different botanical sources. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 50, n. 9, p. 835–847, 2010.

HOYOS-LEYVA, Javier D. *et al.* Microencapsulation using starch as wall material: A review. **Food Reviews International**, v. 34, n. 2, p. 148–161, 2018.

HU, Qiuyue *et al.* Polydextrose Alleviates Adipose Tissue Inflammation and Modulates the Gut Microbiota in High-Fat Diet-Fed Mice. **Frontiers in Pharmacology**, v. 12, 2022.

HUANG, Liurong *et al.* Emulsification and encapsulation properties of conjugates formed between whey protein isolate and carboxymethyl cellulose under acidic conditions. **Food Chemistry**, v. 430, 2024.

HUANG, Shiyang *et al.* A comprehensive review of electrospray technique for membrane development: Current status, challenges, and opportunities. **Journal of Membrane Science**, v. 646, p. 120248, 2022.

IGNAT, Ioana; VOLF, Irina; POPA, Valentin I. A critical review of methods for characterisation of polyphenolic compounds in fruits and vegetables. **Food Chemistry**, v. 126, n. 4, p. 1821–1835, 2011.

ISHWARYA, S. Padma; ANANDHARAMAKRISHNAN, C.; STAPLEY, Andrew G. F. Spray-freeze-drying: A novel process for the drying of foods and bioproducts. **Trends in Food Science and Technology**, v. 41, n. 2, p. 161–181, 2015.

ISMAIL, Hanafi; IRANI, Maryam; AHMAD, Zulkifli. Starch-based hydrogels: Present status and applications. **International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials**, v. 62, n. 7, p. 411–420, 2013.

JALOULI, Maroua *et al.* Targeting natural antioxidant polyphenols to protect neuroinflammation and neurodegenerative diseases: a comprehensive review. **Frontiers in Pharmacology**, v. 16, 2025.

JAOUHARI, Yassine *et al.* Microwave-assisted extraction of raspberry pomace phenolic compounds, and their bioaccessibility and bioactivity. **Food Chemistry**, v. 478, 2025.

JEONG, Duyun *et al.* Effect of processing, storage, and modification on in vitro starch digestion characteristics of food legumes: A review. **Food Hydrocolloids**, v. 90, p. 367–376, 2019.

JIANG, Liming *et al.* A Review of Whey Protein-Based Bioactive Delivery Systems: Design, Fabrication, and Application. **Foods**, v. 13, n. 15, 2024.

JOMOVA, Klaudia *et al.* Several lines of antioxidant defense against oxidative stress: antioxidant enzymes, nanomaterials with multiple enzyme-mimicking activities, and low-molecular-weight antioxidants. **Archives of Toxicology**, v. 98, n. 5, p. 1323–1367, 1 maio 2024.

JUNIOR, Orlando Vilela *et al.* Innovation in cacti extraction: Evaluating green methods for bioactive compounds. **Food Research International**, v. 196, 2024.

KALITA, Pratap *et al.* Recent progress in improving delivery, bioavailability and bioactivity of polyphenolic compounds through encapsulation: A comprehensive review. **Food Chemistry**, v. 490, 2025.

KAPOOR, Mahendra P.; JUNEJA, Lekh R. Partially Hydrolyzed Guar Gum Dietary Fiber. *In*: **Fiber Ingredients**. *[S.l.]*: CRC Press, 2009. p. 93–134.

KAUR, Bhupinder *et al.* Progress in starch modification in the last decade. **Food Hydrocolloids**, v. 26, n. 2, p. 398–404, 2012.

KLEIN, Bruna *et al.* Effect of single and dual heat-moisture treatments on properties of rice, cassava, and pinhao starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 98, n. 2, p. 1578–1584, 2013.

KOEHNLEIN, Eloá Angélica *et al.* Antioxidant activities and phenolic compounds of raw and cooked Brazilian pinhão (Araucaria angustifolia) seeds. **African Journal of Food Science**, v. 6, n. 21, p. 512–518, 2012.

KUCK, Luiza Siede; NOREÑA, Caciano Pelayo Zapata. Microencapsulation of grape (Vitis labrusca var. Bordo) skin phenolic extract using gum Arabic, polydextrose, and partially hydrolyzed guar gum as encapsulating agents. **Food Chemistry**, v. 194, p. 569–576, 2016.

KUHN, Fernanda; DORNELES, Mariane Santos; NOREÑA, Caciano Pelayo Zapata. Accelerated stability testing and simulated gastrointestinal release of encapsulated betacyanins and phenolic compounds from Bougainvillea glabra bracts extract. **Food Chemistry**, v. 393, p. 133391, 2022.

KUHN, Fernanda; SANTAGAPITA, Patricio R.; NOREÑA, Caciano Pelayo Zapata. Influence of egg albumin and whey protein in the co-encapsulation of betalains and phenolic compounds from *Bougainvillea glabra* bracts in Ca(II)-alginate beads. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 45, n. 11, 2021.

KUHN, Sofia Aumond; MARIATH, Jorge Ernesto de Araujo. Reproductive biology of the "Brazilian pine" (Araucaria angustifolia - Araucariaceae): Development of microspores and microgametophytes. **Flora: Morphology, Distribution, Functional Ecology of Plants**, v. 209, n. 5–6, p. 290–298, 2014.

LABUSCHAGNE, Philip. Impact of wall material physicochemical characteristics on the stability of encapsulated phytochemicals: A review. **Food Research International**, v. 107, p. 227–247, 2018.

LIAO, Chengjing *et al.* Starch digestion and physiochemical properties of a newly developed rice variety with low glycemic index. **Food Chemistry: X**, v. 24, 2024.

LIPPOLIS, Tamara *et al.* Bioaccessibility and Bioavailability of Diet Polyphenols and Their Modulation of Gut Microbiota. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 24, n. 4, 1 fev. 2023.

LIU, Shuai *et al.* Removal of bound polyphenols and its effect on antioxidant and prebiotics properties of carrot dietary fiber. **Food Hydrocolloids**, v. 93, p. 284–292, 2019.

LOBO, Alexandre Rodrigues; SILVA, Glória Maria De Lemos. Amido resistente e suas propriedades físico-químicaas. **Revista de Nutricao**, v. 16, n. 2, p. 219–226, 2003.

MAACHE-REZZOUG, Z. *et al.* Structural modifications and thermal transitions of standard maize starch after DIC hydrothermal treatment. **Carbohydrate Polymers**, v. 74, n. 4, p. 802–812, 2008.

MAZÁR, Júlia *et al.* Advances in Spray-Drying and Freeze-Drying Technologies for the Microencapsulation of Instant Tea and Herbal Powders: The Role of Wall Materials. **Foods**, v. 14, n. 3, 2025.

MELO, Luciana Fentanes Moura de *et al.* Biological and pharmacological aspects of tannins and potential biotechnological applications. **Food Chemistry**, v. 414, 2023.

MENDEZ-MONTEALVO, Guadalupe *et al.* Insights on the acid hydrolysis of achira (Canna edulis) starch: Crystalline and double-helical structure changes impacting functionality. **Lwt**, v. 153, p. 112509, 2022.

MICHELON, Fabiane *et al.* Araucaria angustifolia: A potential nutraceutical with antioxidant and antimutagenic activities. **Current Nutrition & Food Science**, v. 8, p. 155–159, 2012.

MOHAMMADALINEJHAD, Samira; KUREK, Marcin Andrzej. Microencapsulation of Anthocyanins—Critical Review of Techniques and Wall Materials. **Applied Sciences,** v. 11, 2021.

MONTAGNA, Tiago *et al.* Guidelines for seed collection of Araucaria angustifolia (Bertol.) Kuntze: A genetic, demographic and geographic approach. **Forest Ecology and Management**, v. 438, p. 10–17, 2019.

MOREIRA, Anabela *et al.* Protein encapsulation by electrospinning and electrospraying. **Journal of Controlled Release**, v. 329, p. 1172–1197, 2021.

MUMTAZ, Muhammad Zahid *et al.* Anticancer activities of phenolic compounds from Moringa oleifera leaves: in vitro and in silico mechanistic study. **Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences**, v. 10, n. 1, 2021.

MUNGWARI, Chakanaka P. *et al.* Conventional and modern techniques for bioactive compounds recovery from plants: Review. **Scientific African**, v. 27, 2025.

MUTLU, Selime; KAHRAMAN, Kevser; ÖZTÜRK, Serpil. Optimization of resistant starch formation from high amylose corn starch by microwave irradiation treatments and characterization of starch preparations. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 95, p. 635–642, 2017.

NEO, Yun Ping *et al.* Encapsulation of food grade antioxidant in natural biopolymer by electrospinning technique: A physicochemical study based on zein-gallic acid system. **Food Chemistry**, v. 136, n. 2, p. 1013–1021, 2013.

NIU, Yulong *et al.* Nutrition and Gut Health: Preparation and Efficacy of Resistant Starch. **Foods**, v. 14, n. 3, 2025.

ORELLANA, Enrique; VANCLAY, Jerome K. Could native Araucaria forests be managed for timber production on small farms in southern Brazil? **Forest Ecology and Management**, v. 430, p. 1–9, 2018.

OZOGUL, Yesim *et al.* Tannins for food preservation and human health: A review of current knowledge. **Applied Food Research**, v. 5, n. 1, 2025.

PANOVA, Ina G.; TATIKOLOV, Alexander S. Endogenous and Exogenous Antioxidants as Agents Preventing the Negative Effects of Contrast Media (Contrast-Induced Nephropathy). **Pharmaceuticals**, v. 16, n. 8, 1 ago. 2023.

PATIL, Nikhil Dnyaneshwar *et al.* Recent advances in the analytical methods for quantitative determination of antioxidants in food matrices. **Food Chemistry**, v. 463, 2025.

PERALTA, Rosane M. *et al.* Biological activities and chemical constituents of Araucaria angustifolia: An effort to recover a species threatened by extinction. **Trends in Food Science and Technology**, v. 54, p. 85–93, 2016.

PÉREZ, Serge; BERTOFT, Eric. The molecular structures of starch components and their contribution to the architecture of starch granules: A comprehensive review. **Starch/Staerke**, v. 62, n. 8, p. 389–420, 2010.

PINTO, Vânia Zanella *et al.* Physicochemical, crystallinity, pasting and thermal properties of heat-moisture-treated pinhão starch. **Starch/Staerke**, v. 64, n. 11, p. 855–863, 2012.

PINTO, Vânia Zanella *et al.* Effects of single and dual physical modifications on pinhão starch. **Food Chemistry**, v. 187, p. 98–105, 2015.

PLATI, Fotini; PARASKEVOPOULOU, Adamantini. Hemp protein isolate – gum Arabic complex coacervates as a means for oregano essential oil encapsulation. Comparison with whey protein isolate – gum Arabic system. **Food Hydrocolloids**, v. 136, 2023.

POLESI, Fernando. AMIDO RESISTENTE : APLICAÇÕES E MÉTODOS DE PRODUÇÃO. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, v. 29, p. 211–222, 2011.

PRZETACZEK-ROŻNOWSKA, Izabela. Physicochemical properties of starches isolated from pumpkin compared with potato and corn starches. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 101, p. 536–542, 2017.

RAHMAN, Md Mominur *et al.* Role of phenolic compounds in human disease: Current knowledge and future prospects. **Molecules**, v. 27, n. 1, 2022.

RAHUL, P. B. *et al.* Recent advances in encapsulation of pomegranate peel extract and combination of wall materials: a review of encapsulation technologies, characterization and applications in the food industry. **Sustainable Food Technology**, v. 3, n. 1, p. 123–144, 18 nov. 2024.

RAIGOND, Pinky; EZEKIEL, Rajarathnam; RAIGOND, Baswaraj. Resistant starch in food: a review. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 95, p. 1968–1978, 2014.

RANI, Priya *et al.* Material, antibacterial and anticancer properties of natural polyphenols incorporated soy protein isolate: A review. **European Polymer Journal**, v. 152, 5 jun. 2021.

RANI, Sarita *et al.* Effect of combination of polyphenols, polysaccharide, and sodium selenite on bortezomib anti-cancer action. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 289, 2025.

REZAGHOLIZADE-SHIRVAN, Alieh *et al.* Bioactive compound encapsulation: Characteristics, applications in food systems, and implications for human health. **Food Chemistry: X**, v. 24, 2024.

RIBEIRO, Marisa A.; ESTEVINHO, Berta N.; ROCHA, F. Microencapsulation of polyphenols - The specific case of the microencapsulation of Sambucus Nigra L. extracts - A review. **Trends in Food Science and Technology**, v. 105, p. 454–467, 2020.

ROSTAMABADI, Hadis *et al.* Green modification techniques: Sustainable approaches to induce novel physicochemical and technofunctional attributes in legume starches. **Trends in Food Science and Technology**, v. 146, 2024.

RUDRAPAL, Mithun *et al.* Dietary Polyphenols and Their Role in Oxidative Stress-Induced Human Diseases: Insights Into Protective Effects, Antioxidant Potentials and Mechanism(s) of Action. **Frontiers in Pharmacology**, v. 13, 14 fev. 2022.

SANDHU, Kawaljit Singh *et al.* Effect of heat moisture treatment on rheological and in vitro digestibility properties of pearl millet starches. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v. 1, p. 100002, 2020.

SANG, Yijun *et al.* Effects of alkaline treatment on the structure of phosphorylated wheat starch and its digestibility. **Food Chemistry**, v. 118, n. 2, p. 323–327, 2010.

SANTOS, Jessica Anarellis Barbosa dos *et al.* Nanoparticles based on biopolymers improved antioxidant activity of phenolic compounds from jambolan (Syzygium cumini (L.) skeels). **Heliyon**, v. 10, n. 17, 2024.

SARKAR, Shatabhisa; SINGHAL, Rekha S. Esterification of guar gum hydrolysate and gum Arabic with n-octenyl succinic anhydride and oleic acid and its evaluation as wall material in microencapsulation. **Carbohydrate Polymers**, v. 86, n. 4, p. 1723–1731, 2011.

SEKHAVATIZADEH, Seyed Saeed *et al.* Encapsulation of bioactive compounds from Sargassum ilicifolium: Influence of wall material type and loading content on the physicochemical and structural properties of microparticles. **Heliyon**, v. 11, n. 1, 2025.

SHARIFI-RAD, Mehdi *et al.* Lifestyle, Oxidative Stress, and Antioxidants: Back and Forth in the Pathophysiology of Chronic Diseases. **Frontiers in Physiology**, v. 11, 2 jul. 2020.

SHARMA, Alka; YADAV, Baljeet Singh; RITIKA. Resistant starch: Physiological roles and food applications. **Food Reviews International**, v. 24, n. 2, p. 193–234, 2008.

SHARMA, Gaurav *et al.* Guar gum and its composites as potential materials for diverse applications: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 199, p. 534–545, 2018.

SHAWKY, Eman *et al.* A comprehensive review of large-scale extraction and purification of food-derived bioactive phenolic components. **Process Biochemistry**, v. 154, p. 196–219, 2025.

SHI, Yaning *et al.* Encapsulation of bioactive polyphenols by starch and their impacts on gut microbiota. **Current Opinion in Food Science**, v. 38, p. 102–111, 1 abr. 2021.

SHISHIR, Mohammad Rezaul Islam *et al.* Advances in micro and nano-encapsulation of bioactive compounds using biopolymer and lipid-based transporters. **Trends in Food Science and Technology**, v. 78, p. 34–60, 2018.

SILVA, Pedro M. *et al.* Hydroxypropyl methylcellulose-based micro- and nanostructures for encapsulation of melanoidins: Effect of electrohydrodynamic processing variables on morphological and physicochemical properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 202, 2022.

SILVA, Wyller Max Ferreira *et al.* Starch digestibility and molecular weight distribution of proteins in rice grains subjected to heat-moisture treatment. **Food chemistry**, v. 219, p. 260–267, 2017.

SLAVIN, Joanne L.; GREENBERG, Norman A. Partially hydrolyzed guar gum. **Nutrition**, v. 19, n. 6, p. 549–552, 2003.

SOUZA, Márcia *et al.* Antioxidant and Antigenotoxic Activities of the Brazilian Pine Araucaria angustifolia (Bert.) O. Kuntze. **Antioxidants**, v. 3, n. 1, p. 24–37, 2014.

SPADA, Jordana C. *et al.* Interactions between soy protein from water-soluble soy extract and polysaccharides in solutions with polydextrose. **Carbohydrate Polymers**, v. 134, p. 119–127, 2015.

SPADA, Jordana Corralo *et al.* Microencapsulation of β-carotene using native pinhão starch, modified pinhão starch and gelatin by freeze-drying. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 47, n. 1, p. 186–194, jan. 2012.

SUDHEESH, Cherakkathodi *et al.* Influence of crystalline properties on starch functionalization from the perspective of various physical modifications: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 280, 1 nov. 2024.

TAMPAU, Alina; GONZÁLEZ-MARTINEZ, Chelo; CHIRALT, Amparo. Carvacrol encapsulation in starch or PCL based matrices by electrospinning. **Journal of Food Engineering**, v. 214, p. 245–256, 2017.

TANG, Hsi Yang; FANG, Zhongxiang; NG, Ken. Dietary fiber-based colon-targeted delivery systems for polyphenols. **Trends in Food Science and Technology**, v. 100, p. 333–348, 2020.

TESTA, Roberta *et al.* Plasma adiponectin levels are associated with habitual dietary polyphenol intake in individuals at high cardiometabolic risk: a cross-sectional study. **Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases**, p. 104164, 2025.

THARANATHAN, R. N.; MAHADEVAMMA, S. Grain legumes - A boon to human nutrition. **Trends in Food Science and Technology**, v. 14, n. 12, p. 507–518, 2003.

THOMBARE, Nandkishore *et al.* Guar gum as a promising starting material for diverse applications: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 88, p. 361–372, 2016.

TRUNG, Phan Thanh Bao *et al.* Impact of heat-moisture and annealing treatments on physicochemical properties and digestibility of starches from different colored sweet potato varieties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 105, p. 1071–1078, 2017.

VÁZQUEZ-GONZÁLEZ, Y. *et al.* Electrosprayed cashew gum microparticles for the encapsulation of highly sensitive bioactive materials. **Carbohydrate Polymers**, v. 264, 2021.

VILLANUEVA, Marina *et al.* Microwave radiation and protein addition modulate hydration, pasting and gel rheological characteristics of rice and potato starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 201, p. 374–381, 2018.

WANG, Hongwei *et al.* Insights into the multi-scale structure and digestibility of heat-moisture treated rice starch. **Food Chemistry**, v. 242, p. 323–329, 2018.

WANG, Meng *et al.* Effect of microwave irradiation-retrogradation treatment on the digestive and physicochemical properties of starches with different crystallinity. **Food Chemistry**, v. 298, p. 125015, 2019.

WANG, Taotao *et al.* Effectiveness of targeting the NLRP3 inflammasome by using natural polyphenols: A systematic review of implications on health effects. **Food Research International**, v. 165, 2023.

WANG, Yan *et al.* New insights into starch, lipid, and protein interactions — Colon microbiota fermentation. **Carbohydrate Polymers**, v. 335, 2024.

WANG, Yuying; XU, Zhe. Interactions of the molecular assembly of protein as encapsulation materials: A review. **Food Chemistry**, v. 491, 2025.

WU, Zhuoting *et al.* Nonthermal physical modification of starch: An overview of recent research into structure and property alterations. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 203, p. 153–175, 2022.

XU, Wanjun *et al.* Antimicrobial Phenolic Materials: From Assembly to Function. **Angewandte Chemie - International Edition**, v. 64, n. 13, 2025.

YAMAUCHI, Kosei *et al.* Protein aggregation model to explain the bioactivity of condensed tannins. **Food Chemistry**, v. 416, 2023.

YAN, Xudong *et al.* **Recent advances in the impact of gelatinization degree on starch: Structure, properties and applications**. **Carbohydrate Polymers**, 15 set. 2024.

YAN, Ya Lu; HU, Ying; GÄNZLE, Michael G. Prebiotics, FODMAPs and dietary fiber — conflicting concepts in development of functional food products? **Current Opinion in Food Science**, v. 20, p. 30–37, 2018.

ZHANG, Chao *et al.* Application of whey protein isolate fibrils in encapsulation and protection of β-carotene. **Food Chemistry**, v. 346, 2021a.

ZHANG, Juan *et al.* Study on structural changes of microwave heat-moisture treated resistant Canna edulis Ker starch during digestion in vitro. **Food Hydrocolloids**, v. 24, n. 1, p. 27–34, 2010.

ZHANG, Tao *et al.* Identification and in vitro anti-inflammatory activity of different forms of phenolic compounds in Camellia oleifera oil. **Food Chemistry**, v. 344, 2021b.

ZHANG, Tianxue *et al.* Digestibility and structural changes of waxy rice starch during the fermentation process for waxy rice vinasse. **Food Hydrocolloids**, v. 57, p. 38–45, 2016.

ZHANG, Yuanyuan *et al.* A Brief Review of Phenolic Compounds Identified from Plants: Their Extraction, Analysis, and Biological Activity. **Natural Product Communications**, v. 17, n. 1, 2022.

ZHANG, Zhi Hong *et al.* Characteristics of pomegranate (Punica granatum L.) peel polyphenols encapsulated with whey protein isolate and β-cyclodextrin by spray-drying. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 278, 2024.

ZHU, Fan. Modifications of starch by electric field based techniques. **Trends in Food Science and Technology**, v. 75, p. 158–169, 2018.

ZORTÉA-GUIDOLIN, Manoela Estefânea Boff *et al.* Structural and functional characterization of starches from Brazilian pine seeds (Araucaria angustifolia). **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 19–26, 2017.