



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS
UNIDADE ACADÊMICA DE ENGENHARIA AGRÍCOLA



DISSERTAÇÃO

**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO EM PROCESSAMENTO E ARMAZENAMENTO DE
PRODUTOS AGRÍCOLAS**

**CARACTERIZAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS OBTIDOS POR EXTRAÇÃO
HIDROALCOÓLICA DA CASCA DE CEBOLA ROXA**

ALINE PACHECO ALBUQUERQUE

**CAMPINA GRANDE - PARAÍBA
FEVEREIRO, 2017**

ALINE PACHECO ALBUQUERQUE

**CARACTERIZAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS OBTIDOS POR EXTRAÇÃO
HIDROALCOÓLICA DA CASCA DE CEBOLA ROXA**

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Ana Paula Trindade Rocha

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, Área de Concentração em Processamento e Armazenamento de Produtos Agrícolas, do Centro de Tecnologia e Recursos Naturais da Universidade Federal de Campina Grande, em cumprimento das exigências para obtenção do Título de Mestre em Engenharia Agrícola.

**CAMPINA GRANDE - PARAÍBA
FEVEREIRO, 2017**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

A345c Albuquerque, Aline Pacheco.
Caracterização de compostos bioativos obtidos por extração hidroalcóolica da casca de cebola roxa / Aline Pacheco Albuquerque. – Campina Grande, 2017.
68. : il. color.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, 2017.
"Orientação: Profa. Dra. Ana Paula Trindade Rocha".
Referências.

1. Resíduos Agrícolas. 2. Resíduos Vegetais. 3. Compostos Químicos. 4. Extração Hidroalcóolica. I. Rocha, Ana Paula Trindade. II. Título.

CDU 62-665.9(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AGRÍCOLA

PARECER FINAL DO JULGAMENTO DA DISSERTAÇÃO

ALINE PACHECO ALBUQUERQUE

"CARACTERIZAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS OBTIDOS POR EXTRAÇÃO
HIDROALCOÓLICA DE CASCA DE CEBOLA ROXA"

APROVADA: 22 de fevereiro de 2017

BANCA EXAMINADORA



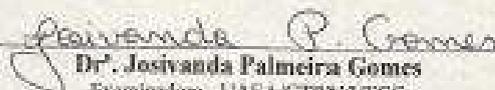
Dr.ª Ana Paula Trindade Rocha
Orientadora - UAFA/CTRN/UFCG



Dr.ª Eliane Rolim Florentino
Examinadora - DQ/CCT/UEPB



Dr.ª Isanna Menezes Florêncio
Examinadora - DQ/CCT/UEPB



Dr.ª Josivanda Palmeira Gomes
Examinadora - UAFA/CTRN/UFCG

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais Juscelino Pereira e Maria Alice, por dedicarem grande parte de suas vidas em função de proporcionar a melhor educação que podiam, por sempre mostrarem que sou capaz e que com estudo tudo é possível. Por todo investimento que fizeram em mim, e principalmente por abrirem mão da minha presença, para que eu pudesse atingir meus objetivos, oferecendo-os um futuro melhor através do conhecimento, por todo o esforço em mostrar que com o saber pode-se ir muito além. Por respeitarem minhas escolhas e me apoiarem nessa longa jornada repleta de desafios e de grandes vitórias.

À professora Eliane Rolim, por conseguir conciliar tão bem o papel de orientar e cuidar, por toda dedicação sendo minha mãe, minha amiga, minha companheira, por ser a pessoa que consegue ser tudo isso e ainda me estimula sendo exemplo de profissional e me impulsiona em meio aos desafios.

À minha orientadora Ana Paula por ter acolhido minhas ideias e sempre se mostrar solícita, por toda a confiança depositada em mim e pelo incentivo ao meu crescimento na vida acadêmica. A professora Josivanda Palmeira por todo o suporte e auxílio durante essa jornada, ao professor Gilmar por todo conhecimento transferido.

A toda equipe técnica do NUPEA (Núcleo de Pesquisa e Extensão em Alimentos), Isanna, por aceitar participar da minha banca, por todos os ensinamentos que me fez acreditar que tudo é possível quando acreditamos em nos mesmos e por todo o suporte em minhas dúvidas; Elaine, que sempre teve muita paciência comigo e por se fazer sempre presente pra me aconselhar e ajudar a enfrentar minhas limitações; Michely por todo o companheirismo e apoio no desenvolvimento da minha pesquisa, assim como Thiago, que sempre foi amigo e me ajudou de forma muito prestativa.

A todos que fazem parte da Universidade Estadual da Paraíba que contribuíram na realização do meu estudo, em especial as professoras Flávia Carolina e Wanda Isabel, aos técnicos Ademir e Rodolfo, a todos os alunos que me deram suporte quando necessário; Valmara, Gabriel, Bruno, Júnior, Raphael, Newton, Ana Paula e Girlênia.

Aos colegas da pós-graduação em Engenharia Agrícola, Jacó e Shirlyanne que me auxiliaram na realização de alguns experimentos. A Kívia, Daniela, Fernanda, que de companheiras de sala de aula, enfrentaram ao meu lado batalhas pessoais revelando o início de uma grande amizade.

Aos amigos que conquistei nessa fase de minha vida; Reiron, Yuri, Samara, Grace, Rafaella, Ana, Yanna, que mesmo sem conhecer da área que atuo me incentivaram

acreditando em mim e dando incentivo para nunca desistir e almejar sempre crescer cada dia mais. Em especial meu namorado Gabriel de Souza, que partilhou das minhas incertezas e inseguranças e sempre teve presente para me fazer confiar na minha capacidade.

Ao CNPq, pelo apoio financeiro para o desenvolvimento da pesquisa.

À coordenadora Vera Lúcia e todos os professores que contribuíram para o meu crescimento profissional e acadêmico.

À Universidade Federal de Campina Grande, pela oportunidade da realização dos meus estudos e pesquisa.

Por fim, minha gratidão a todos que contribuíram na realização deste trabalho.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
2.1 Cebola.....	14
2.2 Composição da cebola	15
2.3 Compostos bioativos	17
2.3.1 Compostos fenólicos.....	18
2.3.2 Flavonoides	19
2.4 Atividade Antioxidante.....	22
2.5 Soluções extrativas e extração hidroalcoólica	23
2.6 Planejamento fatorial.....	25
3 MATERIAS E MÉTODOS	26
3.1 Material vegetal	26
3.2 Processamento	26
3.3 Caracterizaçãodo material vegetal seco.....	28
3.3.1 Acidez	28
3.3.2 pH	28
3.3.3 Perda por dessecação.....	28
3.3.4 Cinzas	29
3.3.5 Proteínas.....	29
3.3.6 Densidade aparente.....	29
3.3.7 Densidade compactada	30
3.3.8 Fator de Hausner e o índice de compressibilidade.....	30
3.3.9 Solubilidade e insolubilidade	31
3.3.10 Fluidez.....	31
3.3.11 Molhabilidade.....	32
3.4 Planejamento fatorial para extração	32
3.5 Obtenção do extrato etanólico	33
3.6 Caracterização da solução extrativa	34
3.6.1 Quantificação dos compostos fenólicos totais	35
3.6.2 Quantificação de flavonoides e antocianinas totais.....	35
3.7 Análise Estatística	35
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	36

4.1. Caracterização do material vegetal seco.....	36
4.2. Caracterização da solução extrativa	41
4.2.1 Análise das soluções extrativas através do planejamento experimental.....	41
4.3 <i>Análises Estatísticas</i>	45
4.3.1 <i>Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para compostos fenólicos</i>	45
4.3.1 <i>Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para flavonoides totais</i>	48
4.3.3 <i>Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para antocianinas</i>	52
5 CONCLUSÕES	54
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	55

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura	2.1	Estrutura básica de flavonoides.....	20
Figura	2.2	Estrutura da antocianina cianidina 3-glucosídeo.....	22
Figura	3.1	Casca e cebola roxa.....	26
Figura	3.2	Fluxograma de processamento das cascas de cebola roxa.....	27
Figura	3.3	Fluxograma da metodologia para obtenção da solução extrativa.....	34
Figura	4.1	Gráfico de Pareto para compostos fenólicos totais.....	46
Figura	4.2	Superfície de resposta para teor de compostos fenólicos interação (a) entre Cs e T.....	47
Figura	4.2	Superfície de resposta para teor de compostos fenólicos interação (b) entre Cs e t.....	47
Figura	4.2	Superfície de resposta para teor de compostos fenólicos interação (c) entre T e t.....	48
Figura	4.3	Gráfico de Pareto para flavonoides totais.....	49
Figura	4.4	Superfície de resposta para teor de flavonoides interação entre Cs e (a) T.....	50
Figura	4.4	Superfície de resposta para teor de flavonoides interação entre Cs e (b) t.....	51
Figura	4.4	Superfície de resposta para teor de flavonoides interação entre T e (c) t.....	51
Figura	4.5	Gráfico de Pareto para antocianinas.....	52

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1	Principais produtores de cebola no Brasil.....	14
Tabela 2.2	Composição da cebola crua.....	16
Tabela 3.1	Níveis reais e codificados das variáveis de entrada.....	32
Tabela 3.2	Matriz de planejamento fatorial 2^3 com 2 repetições no ponto central e replicata.....	32
Tabela 4.1	Média dos resultados das análises físico-químicas do material vegetal seco.....	36
Tabela 4.2	Média dos resultados das análises físicas do material vegetal seco.....	39
Tabela 4.3	Matriz de planejamento fatorial $2^3 + 2$ repetições no ponto central com replicata e resultados dos experimentos nas soluções extrativas.....	42
Tabela 4.4	ANOVA para a teor de compostos fenólicos. Efeito da concentração de solvente, temperatura e tempo.....	46
Tabela 4.5	ANOVA para a teor de flavonoides. Efeito da concentração de solvente, temperatura e tempo.....	49
Tabela 4.6	ANOVA para a teor de antocianinas. Efeito da concentração de solvente, temperatura e tempo.....	53

RESUMO

O aproveitamento de resíduos como uma nova fonte alimentícia vem despertando o interesse por parte da sociedade quando relacionada ao consumo de alimentos naturais devido a novas descobertas em sua composição, destacando-se no contexto funcional devido a presença de compostos bioativos. Objetivou-se na realização deste estudo caracterizar os compostos bioativos presentes em extratos hidroalcoólicos obtidos da casca de cebola roxa, analisando as variáveis dependentes: compostos fenólicos, flavonóides e antocianinas. As cascas *in natura* foram coletadas, selecionadas e sanitizadas. Em seguida, secas em estufa com circulação de ar a temperatura de 50 °C, sendo trituradas posteriormente. O material vegetal seco foi caracterizado físico-quimicamente quanto à acidez, pH, perda por dessecação, cinzas e proteínas, também foram analisadas as propriedades físicas quanto à densidade aparente, densidade compactada, fator de Hausner, índice de compressibilidade, solubilidade, insolubilidade, fluidez e molhabilidade. Em seguida, foram obtidos extratos hidroalcoólicos através de planejamento fatorial $2^3 + 2$ repetições no ponto central com replicata. Como variáveis independentes adotaram-se: concentração de solvente de 30, 50 e 70% de etanol; temperaturas de 30, 40 e 50 °C e tempos de 30, 75 e 120 minutos. De acordo com os resultados, o teor de compostos fenólicos variaram de 1.917,0124 mg EAG (100g)⁻¹ no ensaio 11 a 8.369,2946 mg EAG(100g)⁻¹ no ensaio 5, para a determinação de flavonoides obtiveram-se valores entre 50,9134 mg.(100g)⁻¹ no ensaio 7 e 412,5326 mg (100g)⁻¹ no ensaio 13; já para quantificação de antocianinas os resultados variaram de 11,2016 mg (100g)⁻¹ extrato 1 a 44,8065 mg (100g)⁻¹ no extrato 13. Os resultados obtidos demonstraram que os extratos hidroalcoólicos provenientes do material vegetal (casca de cebola roxa) são fontes de compostos com propriedades bioativas.

Palavras-chave: Resíduos vegetais. Compostos químicos. Planejamento experimental.

ABSTRACT

The use of waste as a new food source has aroused the interest of society when related to the consumption of natural foods due to new discoveries in its composition, standing out in the functional context due to the presence of bioactive compounds. The objective of this study was to characterize the bioactive compounds present in hydroalcoholic extracts obtained from the purple onion bark, analyzing the dependent variables: phenolic compounds, flavonoids and anthocyanins. The in - nature bark was collected, selected and sanitized. Then, they were dried in an oven with circulation of air at a temperature of 50 ° C, being further crushed. Dry matter was characterized physicochemically in terms of acidity, pH, desiccation loss, ashes and proteins. The physical properties were also analyzed for apparent density, compacted density, Hausner's factor, compressibility index, solubility, insolubility, fluidity and wettability. Subsequently, hydroalcoholic extracts were obtained through factorial design $2^3 + 2$ replicates at the central point with replicate, totalizing 20 trials performed in triplicate. As independent variables were adopted: solvent concentration of 30, 50 and 70% ethanol; Temperatures of 30, 40 and 50 ° C and times of 30, 75 and 120 minutes. According to the results, the content of phenolic compounds varied from 1,917,0124 mg EAG (100g)⁻¹ in assay 11 to 8,369,2946 mg EAG (100g)⁻¹ in assay 5, for the determination of flavonoids values were obtained (100g)⁻¹ in assay 7 and 412.5326 mg (100g)⁻¹ in assay 13, already for quantification of anthocyanins the results ranged from 11,2016 mg (100g)⁻¹ extract 1 to 44,8065 mg (100g)⁻¹ in extract 13. The results obtained demonstrated that hydroalcoholic extracts from plant material (purple onion bark) are the source of compounds with bioactive properties.

Keywords: Vegetable residues. Chemical compounds. Factorial planning

1 INTRODUÇÃO

Atualmente, novas pesquisas estão sendo realizadas buscando o aproveitamento de resíduos com elevado potencial agregado para a alimentação humana uma vez que a população mundial vem crescendo cada dia mais. Devido às interferências climáticas e aos impactos ambientais, as safras dos alimentos vêm sendo comprometidas, destacando a descoberta de novas fontes alimentícias provenientes de subprodutos gerados pelas indústrias. Os resíduos vegetais compreendem uma grande gama de substâncias naturais biologicamente ativas que são capazes de promover contribuições à saúde.

Os resíduos descartados da cebola podem incluir: cascas (maior fonte de descarte), camadas externas, raízes e caules, assim como as cebolas que não atingem o tamanho ideal para comercialização e as danificadas. De acordo com Benitez et al. (2012), o cultivo da cebola tem destaque dentre o grupo dos vegetais sendo a segunda hortaliça de maior consumo mundial. Agregada a alta produção, o Brasil é um dos países que mais consome cebola no mundo, sendo a maior parte comercializada processada na forma de temperos, dando origem a um elevado descarte das partes não utilizadas nesse processo. Associada a elevada produção dessa hortaliça a crescente procura por cebolas já processadas proporciona um significativo aumento na geração de resíduos, resultando em cerca de 500.000 toneladas por ano (GONZALEZ-SAIZ et al., 2008).

Experimentos realizados na Universidade de Lisboa em Portugal utilizaram as cascas de cebola como fonte de corantes naturais para tingimento em tecidos de algodão e lã. Para tal, foram realizadas caracterizações que demonstraram a presença de compostos fenólicos e flavonoides em sua composição. De acordo com Shim, Kim (2011) é principalmente na casca da cebola que se encontram espécies biologicamente ativas, ricas em compostos polifenólicos e com atividade antioxidante, substâncias que apresentam inúmeros benefícios à saúde.

Ressalta-se que a presença dessas substâncias bioativas está associada a uma série de benefícios para o homem, sendo assim, o aproveitamento desses resíduos como fonte de novos produtos traz um perfil inovador, uma vez que uma crescente procura por parte da sociedade vem ocorrendo em busca da melhoria na qualidade de vida.

Para isto, faz-se necessário a aplicação de novas tecnologias que possibilitem a extração das mesmas. Pesquisas com diferentes metodologias são utilizadas onde se destacam como processos extrativos mais convencionais: extração com solventes, extração por ultrassom, Soxhlet e extração por aquecimento em refluxo simples, podendo existir também extração com líquido auxiliada por micro-ondas, alta pressão hidrostática, pulsos elétricos e

extração com fluido supercrítico (HUANG et al., 2013).

Em comparação ao grande número de pesquisas existentes a respeito da cebola, pouco se conhece sobre estudos que busquem caracterizar seus subprodutos. Vale salientar que este é um estudo pioneiro, relacionando uma técnica de extração com concentração de solvente e variáveis de tempo e temperatura associadas, para quantificação de compostos bioativos das cascas de cebola roxa. Embora estudos semelhantes com a mesma matéria vegetal tenham sido realizados, não existe uma pesquisa que relacione condições ótimas para os parâmetros descritos anteriormente.

Baseado na investigação de uma alternativa sustentável para obtenção de extratos bioativos de interesse alimentício, o presente trabalho propõe a realização de um estudo que relacione as melhores condições de obtenção e concentração dessas substâncias biologicamente ativas em material vegetal. Dessa forma, nosso principal objetivo consiste em analisar a influência no processo de extração hidroalcoólica de compostos bioativos das cascas de cebola roxa quanto aos fatores de concentração do solvente, temperatura e o tempo de extração.

Diante do exposto o estudo apresenta como objetivos específicos:

- Beneficiar a matéria-prima (cascas de cebola roxa) para obtenção do material vegetal processado, por meio de sanitização, secagem, trituração e armazenamento;
- Caracterizar físico-quimicamente o material vegetal seco quanto à acidez, pH, perda por dessecação, cinzas e proteínas.
- Caracterizar as propriedades físicas do material vegetal seco quanto à densidade aparente, densidade compactada, fator de Hausner, índice de compressibilidade, solubilidade, insolubilidade, fluidez e molhabilidade.
- Obter o extrato hidroalcoólico, analisando a influência das concentrações de solvente, tempo e temperatura;
- Caracterizar os extratos quanto ao teor de compostos bioativos (compostos fenólicos totais, flavonoides totais e antocianinas);
- Analisar estatisticamente os resultados das análises físico-químicas e físicas do material vegetal e das análises químicas dos extratos obtidos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Cebola

A cebola, *Allium cepa* L., é uma hortaliça constituída de bulbos, que está enquadrada na família *Alliaceae* e ao gênero *Allium*. Essa planta é cultivada desde a antiguidade, tendo seus benefícios relatados na história e difundida no mundo por apresentar grande importância nas sociedades mais antigas (BLOCK, 2010). Os cultivares desse vegetal se dá em diferentes países, devido seu desenvolvimento ocorrer numa ampla variedade de condições climáticas e latitudes. Os maiores produtores dessa hortaliça são a China, Índia e Estados Unidos (BRYSTRICKÁ et al., 2013). Existe diferentes tipos de cebolas no mercado, as quais se encontram disponíveis em quatro cores diferentes: branca, amarela, marrom e roxa.

A produção de cebola, em 2011, alcançou uma produção de 85 milhões de toneladas, sendo o segundo vegetal mais consumido mundialmente, onde a maior produção mundial foi na China produzindo cerca de 22,3 milhões de toneladas. Entre as hortaliças, a cebola ocupou no Brasil, o quarto lugar em importância econômica, depois de culturas como tomate, batata e melancia, com um valor de produção de R\$ 900,3 milhões e uma produção total de 1.523.316 t.

O Brasil é o décimo maior produtor de cebola, de acordo com estimativa da Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO, 2013). Dados do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE), constam que em 2016 a produção de cebola alcançou uma produção de cerca 1 563 986 toneladas, com estimativa de uma safra de 1 563 533 t para 2017. A Tabela 2.1 estabelece um ranking com os principais estados produtores de cebola do Brasil no ano de 2015.

Tabela 2.1– Principais produtores de cebola no Brasil.

POSIÇÃO	ESTADO	PRODUÇÃO (mil t)	PARTICIPAÇÃO (%)
1º	Santa Catarina	432,4	28,6
2º	Bahia	320,3	21,2
3º	Minas Gerais	171,5	11,3
4º	São Paulo	154,2	10,2
5º	Rio Grande do Sul	148,7	9,8
6º	Paraná	128,9	8,5
7º	Goiás	96,0	6,3
8º	Pernambuco	61,4	4,1

Fonte: IBGE (2015).

Segundo Berno (2013), as cebolas mais requisitadas pelos consumidores brasileiros podem variar de acordo com a região, geralmente apresentam tamanho mediano, firmes, arredondados, com películas que variam da cor amarela a marrom escura, tendo que as cebolas com as colorações externas avermelhadas intensas e arroxeadas apresentam uma demanda menor e concentrada no Nordeste e algumas regiões de Minas Gerais.

Para serem consumidas, algumas operações são efetuadas, como: limpeza, lavagem, seleção, descascamento, corte, embalagem e armazenamento (MORETTI; DURIGAN, 2007).

Atualmente, essa hortaliça vem se tornando de grande importância econômica, despertando também um crescente interesse em toda sua cadeia produtiva por meio das indústrias alimentícias devido a sua composição rica em compostos que beneficiam o organismo humano.

2.2 Composição da cebola

A composição nutricional da cebola apresenta alta complexidade, sendo uma das principais fontes alimentícias na dieta humana por se tratar de uma espécie rica em compostos fitoquímicos que possuem ação nutracêutica, vindo a ser considerado um alimento funcional. Tendo como uma das principais fontes desses nutrientes o consumo da cebola é incluso em diferentes países (LEE et al., 2008).

De acordo com Botrel e Oliveira (2012), alguns componentes da cebola como as vitaminas, e alguns minerais possuem a ação de cofatores em reações bioquímicas. Destacando-se em sua composição a presença de minerais, como o fósforo, potássio, cálcio e magnésio.

A presença desses componentes pode atuar como principais responsáveis pelo tratamento e prevenção de algumas doenças cardiovasculares, câncer, obesidade, diabetes tipo 1 e 2, catarata, distúrbios do sistema digestivo, hipertensão, dentre outros (ROLDÁN-MARÍN et al., 2009; KAUR; JOSHI; KAPOOR, 2009; LANZOTTI, 2006).

Segundo Perez-Gregorio *et al.* (2014), muitas dessas propriedades estão relacionadas aos compostos organossulfurados e bioativos presentes. As concentrações dos compostos fenólicos, componentes nutricionais, podem variar nos bulbos das cebolas de acordo com os fatores intrínsecos e extrínsecos do produto, que envolvem as condições climáticas, de cultivo e formas de processamento e armazenamento.

Conforme Tabela 2.2, é possível observar os principais nutrientes presentes na cebola crua.

Tabela 2.2– Composição da cebola crua.

NUTRIENTES	QUANTIDADES (por 100g)
Carboidratos	8,9 g
Proteínas	1,7 g
Lipídeos	0,1 g
Fibras alimentares	2,2 g
Energia total	39,0 Kcal
VITAMINAS	
Piridoxina	0,14 mg
Tiamina	0,04 mg
Ácido Ascórbico	4,7 mg
MINERAIS	
Sódio	1,0 mg
Potássio	176,0 mg
Cálcio	14,0 mg
Cobre	0,05 mg
Ferro	0,2 mg
Magnésio	12,0 mg
Manganês	0,13 mg
Fósforo	38,0 mg
Zinco	0,2 mg

Fonte: TACO, (2011).

Soares *et al.* (2004) afirmam que as cascas das cebolas apresentam uma elevada concentração de compostos fenólicos, que englobam uma grande gama de substâncias com alta influência na qualidade dos alimentos. Sendo responsáveis pela pungência, sabor e aroma característicos destas espécies. Dentre os compostos fenólicos destacam-se os taninos e flavonoides, ressaltando-se a quercetina e a antocianina pela sua ação antioxidante e coloração perspicaz (BOTREL; OLIVEIRA, 2012).

O aspecto do bulbo é definido pelas películas externas (cascas) da cebola, influenciando na conservação da dormência, prevenindo a perda excessiva de água e dificultando a ação por microrganismos patogênicos para que não ocorra a contaminação dos bulbos durante a armazenagem. Não há conhecimento sobre alterações bioquímicas ocorridas nas cascas por ocasião da pós-colheita, mas sabe-se que a cor externa é determinada pelo acúmulo de substâncias fenólicas próximas a esse período (NIESING, 2010).

Estudos desenvolvidos por Albishi et al. (2013), demonstraram que as cascas de cebola, especialmente com coloração mais escura (vermelho e amarelo), são ricas em compostos antioxidantes, estabelecendo que a casca de cebola pode servir como uma fonte promissora dessas substâncias para o desenvolvimento de produtos de elevado valor nutritivo agregado.

2.3 Compostos bioativos

De acordo com Souza *et al.* (2012), devido à crescente popularidade dos produtos naturais, os compostos bioativos presentes na constituição das plantas têm sido fonte de diversos estudos nos últimos anos por apresentar diversas atividades terapêuticas proporcionando benefícios à saúde.

Alguns dos compostos bioativos podem possuir uma ação antinutricional, ou seja, os mesmos podem alterar a digestão, a absorção e o metabolismo do organismo, devido à degradação de nutrientes essenciais. Todavia, quando presentes em vegetais podem auxiliar em funções fisiológicas, sendo aplicável também em clínicas, na agropecuária e na biotecnologia.

Souza *et al.* (2011) destacam o uso desses compostos como inibidores de α -amilase podendo ser utilizados no tratamento de diabetes, na inibição da lipase pancreática, agindo no controle da obesidade e também podem ser aplicados no controle de insetos que promovem pragas.

A determinação de compostos bioativos analisados quanto à capacidade antioxidante e a quantidade de compostos fenólicos totais foi desenvolvida em estudo por Santana (2015) em pós obtidos das cascas de diferentes variedades de cebola. Constatou-se que a cebola roxa quando comparada com cebolas amarelas e brancas apresentava um maior teor de fenólicos totais e atividade antioxidante.

A caracterização físico-química e a quantificação das substâncias bioativas vêm sendo pesquisada em todo mundo por acrescentar qualidade nutricional e valor aos produtos que os contenha. O enriquecimento de alimentos com essas substâncias é justificado apenas quando os componentes bioativos são bioacessíveis e biodisponíveis. Estudos desenvolvidos para implementação de flavonoides presentes na casca de cebola em alimentos, comprovaram que os mesmos foram altamente biodisponível e bioacessível.

2.3.1 Compostos fenólicos

Os fenóis são compostos orgânicos que contêm um grupo hidróxi (-OH) ligado a um anel benzeno. Diferentemente dos álcoois, os fenóis são ácidos devido à influência dos anéis aromáticos. Aproximadamente cinco mil compostos polifenólicos são conhecidos (LIMA *et al.*, 2009). Estes compostos resultam dos metabólitos secundários dos vegetais e estão relacionados à proteção do fruto contra a ação de micro-organismos e pragas, presentes em maior quantidade nas cascas. Na maioria dos vegetais, os compostos fenólicos constituem os antioxidantes mais abundantes (EVERETTE *et al.*, 2010).

Estes compostos encontrados naturalmente em vegetais (ferúlico, cinâmico e vanílico) são compostos com grande diversidade de atividade biológica, apresentando funções antioxidantes, efeitos anti-inflamatórios, efeito vasodilatador, ação antialérgica, atividade contra o desenvolvimento de tumores, antihepatotóxica, antiulcerogênica, atuação antiplaquetária, bem como ações antimicrobianas e antivirais (YE *et al.*, 2011). De acordo com Souza *et al.* (2010) e Kucekova *et al.* (2011), na cebola, destacam-se as funções antimicrobianas e produção de micotoxinas, assim como propriedades anti-inflamatórias e anticolesterolêmicas.

São responsáveis por processos de coloração, adstringência e aroma de diferentes alimentos (MANDALARI *et al.*, 2010). Segundo Mateo Anson *et al.* (2010), estes compostos, são sugeridos como sendo os principais compostos bioativos, contribuindo para a higidez de frutas, legumes e grãos. Os maiores grupos dos agentes fenólicos com propriedades antioxidantes incluem os fenóis neutros, os ácidos fenólicos, flavonoides; isoflavonas, flavonas, antocianinas, catequinas, taninos e outros presentes naturalmente em frutas e vegetais (OLIVEIRA; FURLONG, 2008).

Dentro do grupo dos vegetais, a cebola é um dos alimentos que contém elevado teor de compostos fenólicos, sendo considerada excelente fonte dessas substâncias, estando presente em suas cascas a quercetina, miricetina, ácido gálico, ácido ferúlico, ácido protocatecuico e kaempferol (SINGH, 2009).

Os ácidos *p*-hidroxibenzoico, vanílico e protocatequínico possuem ação inibitória somente em concentrações relativamente altas. O metil éster ácido cisferúlico e o metil éster ácido cis-3,4-dimetoxicinâmico, são inibidores em pequenas concentrações, o que comprova que a atividade inibitória depende da concentração, mas também da estrutura desses compostos (RASOOLI; ABYANEH, 2004; SOUZA *et al.*, 2010).

A caracterização dos compostos fenólicos presentes em alimentos envolve uma série de problemáticas quanto à metodologia empregada devido a grande variedade de substâncias envolvidas que estão susceptíveis a ações enzimáticas e uma série de reações (AGUIAR et al., 2007). Souza et al. (2009) afirmam que mesmo com diversos estudos sendo desenvolvidos a respeito do conteúdo fenólico presentes nos alimentos são poucos os trabalhos que descrevem adaptações do procedimento para extração em matrizes específicas e/ou condições críticas de preparo de amostra para a quantificação. Ainda ressaltam que o processo de extração para distintas matrizes e analitos de fundamental importância para a estimativa mais exata de compostos fenólicos para diferentes fins.

A quantificação dos compostos fenólicos totais em diferentes extratos é feita empregando o reagente de Folin-Ciocalteu, que consistiu uma mistura de ácidos fosfotúngstico e molibidico, nos quais omolibdênio e o tungstênio no estado de oxidação 6+, e em presença de redutores, no caso fenóis, passam ao estado de oxidação variando entre 5 e 6 (forma azul) permitindo a quantificação de substâncias redutoras. Uma vez que esses compostos são capazes de atuarem como agentes redutores, sequestrantes de radicais livres, inativando a reatividade deles por desativação de seus elétrons desemparelhados (MUNIZ; MATTOS; MORETTI, 2012; CHAVES et al., 2010).

2.3.2 Flavonoides

Os flavonoides são metabólitos secundários, pertencentes ao grupo de compostos fenólicos com capacidade antioxidante, um dos mais importantes princípios ativos existentes na natureza que estão diretamente ligados ao sabor, odor e coloração dos vegetais, por esse motivo o mesmo possui diferentes usos como: flavorizantes e corantes na indústria cosmética, alimentícia e farmacêutica, agindo na redução de risco das principais doenças crônicas (BOOTS et al., 2011).

As moléculas polifenólicas apresentam estrutura característica conforme Figura 2.1, constituída de um esqueleto com 15 átomos de carbono na forma C6-C3-C6, e são divididos em classes dependendo do estado de oxidação do anel central de pirano, possui dois ou mais anéis benzênicos, e ligação de carbono com um oxigênio, responsável pela ligação de dois anéis A e B, formando anel pirano C (JIMÉNEZ et al., 2009).

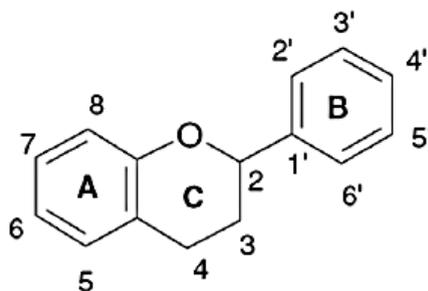


Figura 2.1- Estrutura básica de flavonoides (BALASUNDRAM; SUNDRAM; SAMMAN, 2006).

A grande maioria dos flavonoides possui em combinação propriedades biológicas e químicas como, por exemplo: atividade antioxidante, habilidade de retirar espécies reativas de oxigênio, capacidade de sequestrar eletrólitos, potencial para gerar peróxido de hidrogênio quando entra em contato com alguns metais, aptidão de modular a ação de algumas enzimas celulares. Alguns flavonoides também possuem a capacidade de inibir a replicação viral do agente causador da Síndrome da Imuno deficiência Humana (HIV) (MANTAS et al., 2000).

Sendo assim, uma alimentação rica em flavonoides pode proteger contra diversos tipos de doenças: doenças cardiovasculares, distúrbios neurodegenerativos e alguns tipos de câncer (DAMODARAM; PARKIN; FENNEMA, 2010). Alimentos como leguminosas podem apresentar teores de flavonoides que variam dentre 40 a 160 mg/Kg de alimento. Tendo como uma das principais fontes dessa substância a cebola, pode-se atingir a ingestão de até 486 miligramas por quilo do produto, principalmente na forma de quercetina (SANTANA, 2015).

Segundo Perez-Gregorio et al. (2014) desde a última década, já eram conhecidas mais de 8000 estruturas de flavonoides. Subdividiam-se em 13 classes, dentre suas ramificações se encontram na cebola predominantemente: flavonóis (quercetina, miracetina, kaempferol), as antocianinas e dihidroflavonol, em menor quantidade (SLIMESTAD, 2007).

Dentre os principais flavonoides encontrados em bulbos e nas cascas de cebolas, destacam-se: os flavonóis, que estão em maior concentração nas cebolas amarelas, destacando a quercetina e seus derivados, e as antocianinas, predominantes em cebolas roxas, sendo esses compostos os principais responsáveis pela sua coloração (SWIECA et al., 2013).

Pesquisas realizadas por Lee; Jung; Kim (2012), quando em comparação com a polpa da cebola, a casca desse vegetal pode apresentar teores, aproximadamente, 48 vezes superiores em flavonoides. De acordo com Santana (2015) os flavonoides estão presentes naturalmente na cebola apresentando uma capacidade antioxidante. Possuem características

específicas e estruturas químicas particulares que auxiliam em sua diferenciação dentro das classes anteriormente citadas.

A determinação do teor dos flavonoides é de grande relevância uma vez que a quantidade de substâncias ativas pode variar de acordo com diversos fatores. Para esta caracterização utiliza-se comumente a técnica analítica de espectrofotometria na região do ultravioleta visível (UV-VIS), devido a sua robustez, custo relativamente baixo e grande número de aplicações (POZZI, 2007).

2.3.2.1 Antocianinas

No ano de 1853, o termo antocianina passou a ser utilizado. Essa deriva do grego, anthos = flores; kianos = azul, o mesmo foi inventado para se referir aos pigmentos das flores que apresentavam coloração azul predominante. Com o passar dos anos percebeu-se não apenas essa cor, mas também várias outras em: flores, frutos, folhas, caules e raízes, passando a serem atribuídas a pigmentos quimicamente similares aos que deram origem à “flor azul” (MARÇO; POPPI; SCARMINIO, 2008).

Dentro da classe das antocianidinas, os pigmentos ocorrem geralmente na forma de antocianinas que são suas formas glicosiladas, destacando-se devido sua diversidade e inúmeras atividades. Esses flavonoides são responsáveis por uma larga faixa de cores que englobam laranja, vermelho, roxo e azul. Sendo assim, possuem uso nas indústrias alimentícias para adição de pigmentação dos mais diversos produtos. Essas substâncias constituem um grupo de pigmentos que são solúveis em água, e podem variar de acordo com condições intrínsecas, como o pH, temperatura e presença de oxigênio (MORAES-DE-SOUZA, 2007).

Segundo Lopes *et al.* (2007), ao serem utilizadas um dos principais fatores que afetam a sensibilidade das antocianinas nos processos é o pH, pois o mesmo compromete a estabilidade química e a cor desta classe de substâncias. Quando as mesmas estão presentes em soluções ácidas (pH entre 1-2), a antocianina é comumente vermelha, mas com o aumento do pH a intensidade de cor diminui. Em solução alcalina, a cor azul é obtida, porém é instável.

Nos estudos desenvolvidos por Lopes (2007); Março; Poppi; Scarminio (2008); Cardoso *et al.* (2011) foram realizadas explanações a respeito das antocianinas descrevendo influências sofrida pelas mesmas com relação a diferentes fatores, destacando, dentre eles, além do pH, o aquecimento como agente de degradação das antocianinas que quando em

presença de alguns cátions e outros metais, formam produtos insolúveis que possuem aplicações como corantes apresentando estabilidade ao calor, pH e oxigênio superior à das antocianinas livres. As antocianinas apresentam como estrutura fundamental o cátion flavílico (PATIL et al., 2009), que assim como o açúcar presente na molécula (Figura 2.2) fazem parte da maioria dos vegetais, e confere um caráter hidrofílico, o que estabelece como bom solvente para a extração a água.

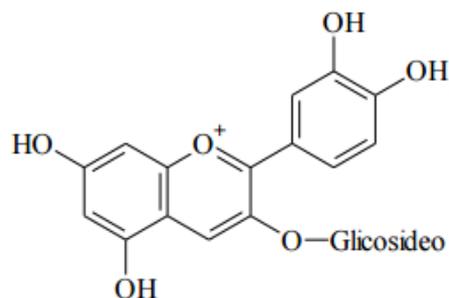


Figura 2.2 - Estrutura da antocianina cianidina 3-glicosídeo (IN; POPPI; SCARMINIO, 2008).

Ainda segundo Março; Poppi; Scarminio (2008), a estabilidade das antocianinas ao descolorimento é aumentada quando presentes ácidos fenólicos devido associação da antocianina com flavonoides, mas especificamente do grupo dos flavonóis, ocorre um aumento na estabilidade, atribuindo à copigmentação, em função das ligações de hidrogênio, fazendo com que o flavonol forme uma estrutura protetora envolvendo assim a antocianina. Sabe-se ainda que a luz é um outro fator de grande importância na alteração da cor das antocianinas. A transformação é mais intensa quando o fator luz é combinado com o efeito do oxigênio.

2.4 Atividade antioxidante

As substâncias antioxidantes são aquelas capazes de inibir e/ou diminuir efeitos desencadeados pelos radicais livres e compostos oxidantes de diversos substratos, que envolvem desde moléculas simples até biosistemas complexos, protegendo os sistemas biológicos contra efeitos potencialmente nocivos dos processos que podem ocasionar oxidação em excesso (KARRE et al., 2013).

As camadas exteriores da cebola são excelente fonte de substâncias antioxidantes (GAWLIK-DZIK et al., 2013). De acordo com Nuutila et al. (2003), a capacidade antioxidante

desses vegetais é superior à do alho, estando nas partes não comestíveis os extratos com essa atividade. Shim; Kim (2011) observaram que a capacidade antioxidante é mais alta nas camadas mais externas da cebola decrescendo para camadas mais interna, ou seja, a parte comestível tanto para cebolas amarela, roxa e branca.

Segundo Podsedek (2007), os antioxidantes classificam-se de acordo com a sua obtenção, podendo ser naturais ou sintéticos. As moléculas podem estar presentes naturalmente em plantas e vegetais, como por exemplo, vitaminas C e E, carotenoides e compostos fenólicos, destacando-se os flavonoides. Atualmente, as indústrias estão sendo impulsionadas pelos consumidores a fornecer alimentos como fontes de antioxidantes dispostos em produtos naturais.

2.5 Soluções extrativas e extração hidroalcoólica

De acordo com Fônsaca (2005), as soluções extrativas podem ser definidas como aquelas que resultam da dissolução de uma ou mais substâncias num determinado solvente e ao serem dissolvidas o solvente utilizado é capaz de arrastar apenas alguns dos constituintes, diferenciando a mesma de uma verdadeira solução. Essa operação tem como principal intenção extrair os componentes que apresentam atividade farmacológica, podendo estes pertencer as seguintes classes: alcaloides, taninos, heterosídeos flavonônicos, antociânicos, dentre outros.

Os processos extrativos estão envolvidos na obtenção de compostos biologicamente ativos tendo como finalidade avaliar o efeito desses compostos nos alimentos ou a utilização dos mesmos na conservação e concentração. Expressando que este processo é de grande destaque na produção industrial de produtos naturais, faz-se necessárias análises mais detalhadas das melhores condições para se adquirir extratos de fontes naturais. A escolha da técnica de extração das moléculas bioativas é realizada de acordo com a aplicação potencial desses extratos, bem como o solvente que será utilizado, destacando-se o uso de soluções hidroalcoólicas em indústria de alimentos.

De acordo com Gironi; Piemonte (2011), solventes alcoólicos estão sendo comumente empregados para extração de compostos fenólicos oriundos de fontes naturais, eles fornecem um rendimento muito elevado de extrato total. Em particular, misturas de álcoois e água revelaram-se mais eficientes na extração de constituintes fenólicos do que seu uso em separado, devido esta mistura de solvente com a água proporcionar um aumento da polaridade do

solvente, com isso maiores teores de compostos fenólicos podem ser extraídos (SULTANA et al., 2007; WIJEKOON et al., 2011).

Segundo Benelli (2010), os métodos de extração que envolve compostos bioativos podem apresentar uma variação de acordo com localização dos mesmos nas plantas e com a finalidade do seu uso. Existem diferentes técnicas para executar a extração destes compostos sendo as mais convencionais por: extração com solventes, maceração, percolação, decocção, ultrassom, extração em Soxhlet, destilação direta, destilação por arraste a vapor de água, dentre outras.

Os principais solventes utilizados para a extração são: hexano, benzeno, acetona, os álcoois metílico, etílico e propílico ou a sua combinação com a água e diversos solventes clorados. Todavia, não existem solventes que sejam satisfatórios a um sistema específico de extração, com o objetivo de alcançar o isolamento de todos ou de classe específica de antioxidantes naturais devido a diversos fatores que podem envolver a natureza dos compostos bioativos nos vegetais (como os ácidos fenólicos, antocianinas e taninos), assim como a possibilidade de interação dos compostos antioxidantes com carboidratos, proteínas e outros componentes dos alimentos (BIESAGA, 2011).

Nos últimos anos as mais distintas metodologias de extração foram desenvolvidas e estudadas, visando diminuir o tempo de processo, o uso de solventes orgânicos e aumentar a eficiência da extração, assim tendo por finalidade reduzir os custos de processo e principalmente a poluição ambiental (HUANG et al., 2013).

Segundo Djeridane et al. (2006), geralmente para extração de compostos fenólicos em materiais derivados de plantas são utilizadas concentrações de 70 ou 75% de etanol, já em estudo desenvolvido por Cruz (2013), recomenda-se extração de compostos bioativos com solução de 30% de etanol quando trata-se do bagaço de uva rosada.

Ainda segundo a pesquisa de Cruz (2013), a temperatura tem influência positiva no rendimento de compostos fenólicos na extração etanólica, justificado pelo aumento do coeficiente de difusão e da solubilidade das moléculas no solvente. Esse estudo indicou que embora a maioria dos compostos bioativos recuperados sejam termolábeis, não se verificaram perdas com a temperatura de 50 °C, tendo um tempo de extração de 120 minutos. Também estabeleceu que os aumentos no teor de etanol e na temperatura da extração favoreceram o rendimento em atividade antioxidante.

A temperatura durante a extração pode influenciar nos compostos bioativos de diferentes maneiras. A estabilidade dos compostos fenólicos, durante a extração, é afetada por

degradações químicas e enzimáticas e pela volatilização dos compostos tendo o seu conteúdo total diminuído com o aumento da temperatura.

Souza et al. (2009), em seu estudo das condições de extração de compostos fenólicos de cebola (*Allium cepa* L.) concluíram que as condições otimizadas ocorreram quando foi utilizado o tempo de extração de 120 minutos e a rotação de 200 rpm em mesa agitadora orbital. Enquanto que Celeghini et al. (2007), em seu trabalho sobre a otimização das condições de extração hidroalcoólica das furano cumarinas utilizando maceração com ultrassom, afirmam que as variáveis de extração foram otimizadas obtendo-se um tempo de maceração em 30 minutos e porcentagem do solvente extrator etanol: água (50%).

Diversos outros estudos vêm sendo realizados nos últimos anos buscando as melhores condições de extração dessas substâncias bioativas devido à comprovação de inúmeros benefícios das mesmas quando associadas a saúde humana. Como visto anteriormente, as condições de: tempo, temperatura e concentração de solvente podem variar de acordo com a matéria-prima utilizada e outros diversos fatores. Sendo assim, tendo em destaque as condições instituídas na literatura citada anteriormente foram estabelecidos os valores mínimos e máximos utilizados nessa pesquisa.

2.6 Planejamento fatorial

Os estudos científicos têm promovido grandes avanços em todos os campos da ciência, gerando uma gama crescente de dados e informações, de modo que para a devida exploração e o correto entendimento dos mesmos, a aplicação de ferramentas estatísticas torna-se indispensável (PEREIRA FILHO et al., 2002).

Ao se planejar experimentos é definida uma sequência de coletas de dados experimentais para atingir certos objetivos. Dentre os diversos métodos de planejamento experimental disponíveis na literatura, o planejamento fatorial é o mais indicado quando se deseja estudar os efeitos de duas ou mais variáveis de influência, sendo que em cada tentativa ou réplica, todas as combinações possíveis dos níveis de cada variável são investigadas, permitindo avaliar simultaneamente o efeito de um grande número de variáveis sobre as respostas desejadas, a partir de um número reduzido de ensaios experimentais, quando comparados aos processos univariados (PERALTA-ZAMORA; MORAIS; NAGATA, 2005).

3 MATERIAL E MÉTODOS

São descritos a seguir os materiais e metodologias aplicadas no desenvolvimento dos experimentos, os quais foram conduzidos em parceria com os laboratórios: LAPP (Laboratório de Armazenamento e Processamento de Produtos Agrícolas), LEA (Laboratório de Engenharia de Alimentos pertencentes à Universidade Federal de Campina Grande, e NUPEA (Núcleo de Pesquisa e Extensão em Alimentos) na Universidade Estadual da Paraíba (UEPB), na Paraíba.

3.1 Material vegetal

Para desenvolvimento experimental deste trabalho, foram utilizadas as cascas de cebolas roxas coletadas em supermercado local da cidade de Campina Grande, PB e em seguida encaminhadas ao NUPEA para processamento. As mesmas foram cultivadas no município de Recife, PE (08° 03' 14" S e 34° 52' 52" O).

Foram utilizadas cebolas pertencentes ao genótipo crioula roxa que possuem um formato globular (Figura 3.1), apresentando como principais características sua alta produtividade, grande uniformidade de bulbos e ótima conservação pós-colheita.



Figura 3.1 – Casca e cebola roxa.

3.2 Processamento

O processamento das cascas de cebola para obtenção do material vegetal seco foi desenvolvido de acordo com Santana (2015), consistindo nas etapas de produção descritas através do fluxograma da Figura 3.2.

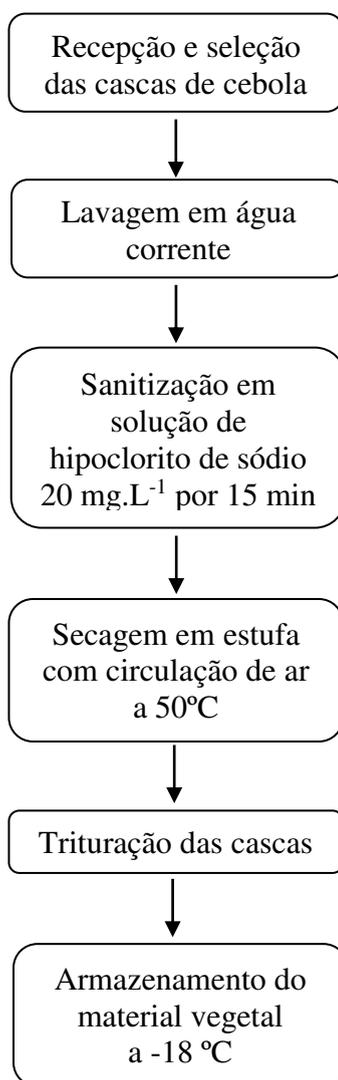


Figura 3.2- Fluxograma de processamento das cascas de cebola roxa.

Inicialmente, foi realizada a seleção das cascas da cebola, de tal modo que se mantiveram as íntegras desprezando as que apresentavam algum tipo de desgaste. Em seguida, as mesmas foram lavadas em água corrente para retirada de sujidades e, em seguida, sanitizadas com solução de hipoclorito de sódio 20 mg L⁻¹ durante 15 minutos. As cascas higienizadas foram dispostas em bandejas de alumínio e submetidas à secagem em estufa com circulação de ar com temperatura de 50 °C por 24 horas, tempo necessário para manter o peso constante. O processo de secagem das cascas teve como objetivo auxiliar no processo de trituração, bem como a redução da umidade, tendo em vista a diminuição do crescimento microbiano durante o armazenamento. O material vegetal seco foi triturado em liquidificador industrial de inox, visando o aumento da superfície de contato para futura extração e o seu acondicionamento foi realizado em freezer a -18 °C, até a realização das extrações.

3.3 Caracterização do material vegetal seco

O material vegetal obtido das cascas de cebola roxa foi caracterizado físico-quimicamente quanto à: acidez titulável, pH, perda por dessecação, cinzas e proteínas. Também foram analisadas as propriedades físicas do material vegetal seco quanto à: densidade aparente, densidade compactada, fator de Hausner, índice de compressibilidade, insolubilidade, solubilidade, fluidez e molhabilidade. Todas as análises foram realizadas em triplicata.

3.3.1 Acidez

A análise de acidez foi realizada conforme as normas descritas em IAL (2008). A análise da acidez total titulável foi determinada pela titulação da amostra com solução 0,1 mol.L⁻¹ de hidróxido de sódio, utilizando-se como indicador uma solução alcoólica a 1% de fenolftaleína, com acompanhamento do pH até 8,2, considerando desta forma que o ácido orgânico predominante, o ácido pirúvico, tenha sido titulado. Os resultados foram expressos em g de ácido pirúvico por 100g de amostra.

3.3.2 pH

A determinação do potencial hidrogeniônico (pH) foi realizada através de leitura direta em um pHmetro previamente calibrado com soluções tampão de pH 4,0 e 7,0, segundo as normas descritas em IAL (2008). Os resultados serão expressos em unidades de pH.

3.3.3 Perda por dessecação

A caracterização pela determinação da perda por dessecação foi realizada pela pesagem de 2,0 g do material vegetal seco e transferência para placas de Petri previamente taradas, colocadas em estufa a $105 \pm 3^\circ\text{C}$ por 24 h e pesadas até obtenção de massa constante, seguindo método descrito em IAL (2008). Os resultados de perda por dessecação foram expressos em porcentagem ponderal, por meio da média de três determinações, do teor de água onde foram calculadas em base seca e base úmida, de acordo com as Equações 3.1 e 3.2, respectivamente.

$$\%X_{b.u} = \frac{P_{H_2O}}{P_t} \quad (3.1)$$

$$\%X_{b.u} = \frac{P_{H_2O}}{P_{MS}} \quad (3.2)$$

Onde:

P_{H_2O} -peso da água eliminada (g);

P_t - peso total (g);

P_{MS} - peso da massa seca (g).

3.3.4 Cinzas

As cinzas foram determinadas por incineração da matéria orgânica, segundo as normas descritas em IAL (2008). Determinando-se a perda de massa do material seco submetido a aquecimento em mufla a temperatura de 550°C, até massa constante. Os resultados foram expressos em percentagem.

3.3.5 Proteínas

Foi realizada segundo o método de Kjeldahl descritas em IAL (2008), que se baseia no aquecimento da amostra com ácido sulfúrico e catalizador para a digestão até que o carbono e o hidrogênio sejam oxidados. O nitrogênio da proteína é reduzido e transformado em sulfato de amônia e em nitrogênio amoniacal devido à destilação com hidróxido de sódio concentrado. Para a análise utilizou-se um digestor, um destilador e foi aplicado um fator de 6,25.

3.3.6 Densidade aparente

A densidade aparente foi realizada de acordo com a metodologia descrita por Souza et al. (2010), com algumas adaptações. Foi pesado 1 g do material vegetal seco e posto em proveta graduada de 10 mL, sem compactação, para determinação do volume total ocupado pelo sólido. A densidade aparente foi calculada conforme Equação 3.3.

$$\rho_a = \frac{m}{V} \quad (3.3)$$

Onde:

ρ_a - densidade aparente;

m - massa do sólido, g;

V - Volume total, cm³.

3.3.7 Densidade compactada

Para determinação da densidade compactada, 1g do material vegetal seco foi transferido para uma proveta graduada de 10 mL. O pó foi compactado batendo-se manualmente a proveta 50 vezes sobre a superfície de uma bancada sempre na mesma altura. A densidade compactada foi calculada de acordo com Tonon (2009), conforme a Equação 3.4:

$$\rho_c = \frac{m}{V_a} \quad (3.4)$$

Onde:

ρ_c - densidade compactada;

m - massa da amostra em pó, g;

V_a - Volume da amostra em pó após compactação, cm³.

3.3.8 Fator de Hausner e o índice de compressibilidade

A partir das densidades aparente e compactada, determinou-se o fator de Hausner e o índice de compressibilidade onde seguiu-se os critérios descritos de acordo com USP (2006), onde o fator de Hausner (FH) consiste na razão entre a densidade de compactação e a densidade aparente. E o índice de compressibilidade (IC) foi calculado a partir dos valores individuais de densidades de compactação e densidade aparente, conforme as Equações 3.5 e 3.6, respectivamente:

$$FH = \frac{\rho_c}{\rho_a} \quad (3.5)$$

$$IC = \frac{\rho_c - \rho_a}{\rho_c} \quad (3.6)$$

Onde:

FH - fator de Hausner;

IC - índice de compressibilidade;

ρ_c - densidade compactada;

ρ_a - densidade aparente.

3.3.9 Solubilidade e insolubilidade

A determinação da insolubilidade foi realizada segundo metodologia descrita por Dacanal (2005), onde foi pesado 1 g do material vegetal seco em um bequer de 150 mL e posteriormente foi adicionado 50 mL de água destilada. A mistura foi agitada por 1 min e em seguida filtrada a vácuo. O papel de filtro com o sobrenadante foi seco em estufa a 60 °C por 24 h. A equação 3.7 determina o percentual do material não solubilizado (INSOL.), sendo o correspondente a parte solubilizada (SOL) a diferença entre 100% e o percentual de insolúveis, Equação 3.8.

$$\text{INSOL} = \frac{m_2(1 + U_{bs})}{m_1} \times 100 \quad (3.7)$$

$$\text{SOL} = 100 \% - \text{INSOL} \quad (3.8)$$

Onde:

m_1 = massa da amostra (g);

m_2 = massa da amostra seca (g);

U_{bs} = Umidade em base seca.

3.3.10 Fluidez

A fluidez foi avaliada segundo o método descrito por Bhandari et al. (1998), baseado na medida do ângulo de repouso estático. O material foi despejado vagarosamente de uma altura fixa através de um funil de vidro, de modo a formar na placa de Petri uma pilha cônica. A partir das medidas do raio da placa de recolhimento e da altura do cone formado pelo pó, foi determinado o ângulo de repouso, de acordo com a Equação 3.8

$$\arctg[h/(2r)] = \alpha \quad (3.8)$$

Onde:

α - ângulo de repouso;

h - altura do cone, cm;

r - raio da base, cm.

3.3.11 Molhabilidade

Para a determinação do tempo de molhabilidade, foi utilizado o método proposto por Lannes e Medeiros (2003), com algumas modificações. Esse método consistiu em depositar 1 g de amostra sobre 100 mL de água destilada a 25 °C, em um bécker de 250 mL, sem agitação e determinar visualmente o tempo necessário para que todas as partículas se molhem.

3.4 Planejamento fatorial para extração

Na Tabela 3.1 estão expostos os níveis reais e codificados das variáveis independentes de entrada. Para análise de regressão não linear dos dados experimentais, foi utilizado um planejamento fatorial 2^3 com duas repetições no ponto central (nível 0) seguida de replicata, onde a mesma foi utilizada devido instabilidade dos compostos analisados, uma vez que a amostra foi coletada em diferentes épocas do ano o que altera sua composição. Cada experimento foi realizado em triplicata, na Tabela 3.2 encontra-se a matriz do planejamento fatorial obtida pelo programa Statistica, versão 7.0.

Tabela 3.1 - Níveis reais e codificados das variáveis de entrada.

Níveis reais	Níveis codificados		
	-1	0	+1
C_s (%)	30	50	70
T (°C)	30	40	50
t (min)	30	75	120

Tabela 3.2. Matriz de planejamento fatorial 2^3 com 2 repetições no ponto central e replicata.

Experimentos	C_s (%)	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)
1	- (30)	- (30)	- (30)
2	+(70)	- (30)	- (30)
3	- (30)	+ (50)	- (30)
4	+(70)	+ (50)	- (30)

5	- (30)	- (30)	+ (120)
6	+(70)	- (30)	+ (120)
7	- (30)	+ (50)	+ (120)
8	+(70)	+ (50)	+ (120)
9C	0 (50)	0 (40)	0 (75)
10C	0 (50)	0 (40)	0 (75)
11	- (30)	- (30)	- (30)
12	+(70)	- (30)	- (30)
13	- (30)	+ (50)	- (30)
14	+(70)	+ (50)	- (30)
15	- (30)	- (30)	+ (120)
16	+(70)	- (30)	+ (120)
17	- (30)	+ (50)	+ (120)
18	+(70)	+ (50)	+ (120)
19C	0 (50)	0 (40)	0 (75)
20C	0 (50)	0 (40)	0 (75)

O planejamento fatorial utilizado neste trabalho teve como objetivo, avaliar a influência das variáveis de entrada: concentração de solvente C_s (%), temperatura T (°C) e tempo t (min), sobre as variáveis de resposta: teor de compostos fenólicos, flavonoides e antocianinas, diminuindo desta forma, a quantidade de ensaios e conseqüentemente, o tempo e custo empregado. Os valores estabelecidos foram baseados em estudos descritos no item 2.5.

3.5 Obtenção do extrato etanólico

Para o preparo do extrato etanólico foi seguida metodologia descrita por Muniz (2012), com modificações devido à matéria-prima diferir do material em análise. Primeiramente foi pesado 3,0 g da amostra e adicionado 30 mL de etanol variando as concentrações entre 30, 50 e 70%, em seguida a extração foi conduzida em banho maria, nas temperaturas de 30, 40 e 50 °C, com tempos de 30, 75 e 120 min, conforme estudos descritos no item 3.4.

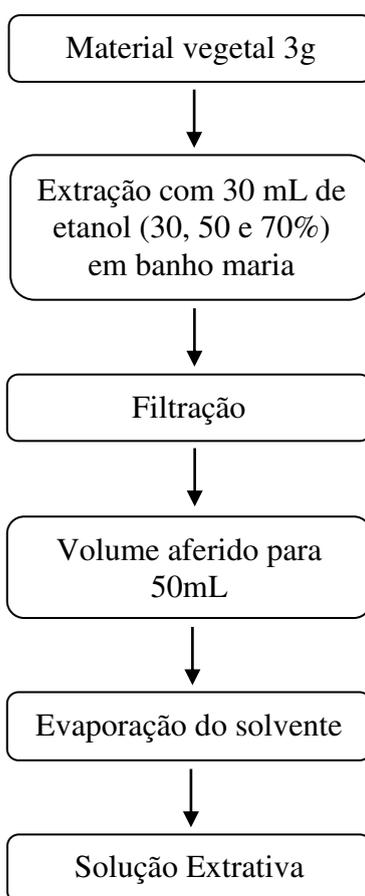


Figura 3.3 - Fluxograma da metodologia para obtenção da solução extrativa.

Após a extração, as soluções extrativas foram filtradas utilizando coador de pano e em seguida transferiu-se o filtrado para um balão volumétrico de 50 mL aferindo o volume com etanol na concentração correspondente ao experimento. Posteriormente as soluções foram concentradas mediante evaporação do solvente em estufa com circulação de ar. A solução extrativa obtida foi acondicionada em frascos âmbar com alumínio para ausência da luz e sob refrigeração em freezer a -18°C . Na figura 3.3, observa-se o fluxograma com metodologia descrita anteriormente.

3.6 Caracterização da solução extrativa

A solução extrativa do material vegetal (casca de cebola roxa) foi caracterizada quanto à: compostos fenólicos, flavonoides e antocianinas totais. As análises foram realizadas em triplicata.

3.6.1 Quantificação dos compostos fenólicos totais

A obtenção do teor de compostos fenólicos totais foi realizada de acordo com método descrito por Singleton e Rossi (1965), modificado por Nuutila et al. (2003), utilizando o reagente Folin-Ciocalteu. Foram empregados extratos na diluição 1:100 para todas as amostras. Esses extratos foram diluídos em etanol 70% e a leitura da absorbância foi medida em espectrofotômetro UV- VIS com $\lambda = 765$ nm. Uma amostra em branco foi conduzida nas mesmas condições, o cálculo do teor de fenólicos foi realizado através da elaboração da curva padrão com ácido gálico em 5 concentrações diferentes, obtendo-se que $y = 0,0482x + 0,0512$, com $R^2 = 0,99$, os resultados dos compostos fenólicos totais foram expressos em miligramas de equivalente de ácido gálico por 100g de material vegetal.

3.6.2 Quantificação de flavonoides e antocianinas totais

Para determinação de flavonoides e antocianinas, seguiu-se a metodologia descrita por Francis (1982), utilizando solução de etanol 95 % + HCL 1,5 N (85:15 v/v). A leitura das amostras foi realizada em espectrofotômetro utilizando $\lambda = 374$ nm para flavonoides e de $\lambda = 535$ nm para antocianinas. O branco foi composto apenas da solução de etanol 95 % + HCL 1,5 N (85:15 v/v). Onde o teor de antocianinas totais é determinado pela equação 3.9 e o teor de flavonoides através da equação 3.10.

$$\text{Antocianinas Totais em mg (100 g)}^{-1} = \frac{\text{Absorbância} \times \text{fator de diluição}}{98,2} \quad (3.9)$$

$$\text{Flavonoides Totais em mg (100 g)}^{-1} = \frac{\text{Absorbância} \times \text{fator de diluição}}{76,6} \quad (3.10)$$

O fator de diluição foi obtido utilizando o peso da amostra dividida pelo volume de diluição.

3.7 Análise estatística

Os dados experimentais da caracterização da solução extrativa, obtidos a partir do planejamento experimental foram analisados estatisticamente através da ANOVA (análise de variância) e do método de superfície de resposta, através do programa estatístico STATISTICA® VERSÃO 7.0.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização do material vegetal seco

A matéria-prima (cascas de cebola roxa), depois de higienizadas, desidratadas e trituradas, constituíram o material vegetal seco que foi caracterizado físico-quimicamente com o objetivo de ampliar o conhecimento das propriedades da amostra. Por se tratar do resíduo da cebola, poucos são os dados na literatura que destacam sua composição uma vez que grande parte das pesquisas ressaltam apenas o estudo das principais partes desse vegetal.

Os resultados dos ensaios para determinação do pH, acidez titulável, perda por dessecação em base úmida e seca, cinzas e proteínas, constam na Tabela 4.1.

Tabela 4.1. Média dos resultados das análises físico-químicas do material vegetal seco.

Ensaio de caracterização	Média dos resultados	DP ³	CV ⁴ (%)
pH	4,61	0,0153	0,3311
Acidez (% de ácido pirúvico)	0,5521	0,0503	9,1161
Perda por dessecação (%X _{b,u}) ¹	6,6084	0,0879	1,2845
Perda por dessecação (%X _{b,s}) ²	7,4212	0,1530	2,0613
Cinzas (%)	8,7210	0,1665	1,9087
Proteínas (%)	3,0183	0,0242	0,8021

¹ %X_{b,u}- base úmida; ² %X_{b,s}- base seca; ³ DP- desvio padrão; ⁴CV - coeficiente de variação.

De acordo com a Tabela 4.1, pode-se verificar um valor de pH pouco ácido, esse parâmetro trata-se de um dos principais fatores intrínsecos dos alimentos o que caracteriza possível crescimento de uma microbiota bastante variada. Todavia para que isso ocorra faz-se necessário que uma série de outros fatores também torne o meio propício para a multiplicação dos microrganismos.

Tendo em vista que o alimento estudado se trata da cebola, vale salientar que uma das principais características desse vegetal está relacionada aos fatores antimicrobianos naturais, ou seja, em sua composição estão presentes substâncias que tem a capacidade de retardar ou inibir a multiplicação microbiana.

A acidez titulável encontrada nas cascas de cebola roxa (material vegetal) encontra-se um pouco superior ao resultado de Grangeiro et al. (2008) que avaliaram alguns atributos de qualidade de diferentes genótipos de cebola (*Allium cepa* L.), cultivados em Mossoró-RN e

observaram valores para acidez total titulável de 0,19 a 0,45 (% de ácido pirúvico), tendo que esse último valor pertence a variedade de cebola BRS Cascata.

Berno (2013) desenvolveu um estudo com cebola crioula roxa minimamente processada e verificou valores de pH que variam entre 5,428 e 4,287, a diferenciação entre os mesmos no estudo desenvolvido está relacionada com a temperatura, tipo de corte e dias de armazenamento. Os resultados que mais se assemelham a este trabalho são os de 4,924 e 4,287, que foram obtidos com 15°C e 15 dias de armazenamento, respectivamente. Para a acidez titulável foi encontrado um valor de 0,327 % de ácido pirúvico também com 15 dias.

Segundo Albuquerque *et al.* (2013), o pH trata-se de um indicativo de grande importância quando relacionado ao sabor de uma hortaliça, em seu estudo foram analisadas características físicas e químicas em diferentes tecidos da planta da cebola roxa cultivada no Sertão Paraibano, onde para as folhas obtiveram-se um valor de pH= 4,46 em concordância com o encontrado nesta pesquisa, com relação a acidez o valor mais aproximado foi o encontrado nos bulbos da cebola com 0,31 % de ácido pirúvico

Em comparação aos dados da literatura citados anteriormente pode-se verificar que o valor de pH das cascas de cebola roxa possui similaridade com a polpa das cebolas podendo atribuir uma boa indicação de qualidade organoléptica. O pH está associado, assim como a acidez, a concentração de ácidos orgânicos. Devido a esses compostos apresentarem acidez, quanto mais elevado seu conteúdo, mais ácido fica e menor o pH. A acidez, expressa em porcentagem de ácido pirúvico, é relacionada com a pungência, uma vez que esta é determinada pelo teor de ácido pirúvico liberado enzimaticamente, quando ocorre o rompimento da membrana (CHITARRA; CHITARRA, 2005; COSTA *et al.*, 2011).

Ainda de acordo com a Tabela 4.1, verificam-se os teores de água do material vegetal em base úmida ($\%X_{b,u}$) e em base seca ($\%X_{b,s}$). O teor de água determinado através da perda por dessecação trata-se de um parâmetro de grande relevância para o acompanhamento das condições que a matéria-prima se encontra. Esse fator é de suma importância uma vez que tem contribuição direta na proliferação de microrganismos e está relacionado à diminuição da taxa de respiração dos vegetais, reduzindo assim a velocidade das reações químicas que ocorrem nos mesmos. Sendo assim, a redução na quantidade de água em matérias-primas vegetais auxilia de forma positiva na manutenção dos seus constituintes, bem como na estabilidade de sua composição.

O valor do teor de água de para base úmida e para base seca encontrados foram relativamente baixos sendo justificados devido ao processo de secagem sofrido pelo resíduo

vegetal antes da trituração. Santana (2015) elaborou pós de diferentes variedades de cebola e analisou a composição centesimal das mesmas encontrando resultados para umidade de 7,98 % para cebola amarela e 9,46% para cebola branca. A cebola roxa analisada apresentou 8,91%, valor superior ao encontrado em ambas às bases deste trabalho. Um teor de água menos elevado permite uma maior durabilidade desde material, podendo vir a ser utilizado em diferentes produtos conferindo uma maior conservação.

As cinzas ou resíduo por incineração, quando presentes em altas taxas podem ser associadas a uma maior concentração dos minerais, representando de forma genérica o conteúdo desses componentes na amostra. Todavia, nem sempre este resíduo representa apenas a matéria inorgânica devido ao fato de que alguns sais podem sofrer volatilização ou redução na temperatura utilizada nessa análise (550- 570 °C).

Benitez et al. (2011) no estudo de cascas de cebolas das variedades Recas e Figueres, obtiveram um teor de cinzas em torno de 9,3 e 10,6 %, demonstrando teores elevados em concordância com o estudo, já Santana (2015), obteve um valor máximo de cinzas em pós elaborados de cascas de cebolas brancas de 7,46% e de 6,55% para cebola roxa, inferior ao encontrado nessa pesquisa. De acordo com o item 2.2 na Tabela Brasileira de Composição de Alimentos – TACO (2011) pode-se verificar que na polpa crua de cebola encontra-se apenas 0,4 % de cinzas, tendo que na casca da cebola roxa obteve-se cerca de 20 vezes mais conteúdo mineral.

Em termos de conteúdo protéico o material vegetal analisado apresentou-se como grande fonte de proteínas quando comparada a cebola crua. Constando com cerca de 2 vezes mais. A TACO (2011) apresenta dados de composição centesimal dos principais alimentos consumidos no Brasil, dentre os produtos analisados pode-se destacar uma série deles que possuem valores semelhantes ao conteúdo protéico do material em análise, como por exemplo: agrião 2,7%; couve 2,9 %, leite de cabra 3,1% e brócolis com 3,6 %.

A verificação de uma possível discrepância nos resultados é justificada devido ao conteúdo das plantas variarem de acordo com os cultivares das mesmas, bem como a genética, condições climáticas, localização do plantio e o tipo de solo. Os resultados encontrados na caracterização do material vegetal revelaram que o resíduo da casca de cebola roxa apresenta um excelente potencial nutritivo para incrementação do mesmo em produtos destinados à alimentação humana, como por exemplo, na panificação para elaboração de cookies, pães, donuts, massas de pizzas, podendo ainda ser utilizado como tempero para saladas, carnes, embutidos, na elaboração de queijos condimentados, dentre outros.

Na Tabela 4.2 estão inseridos os resultados médios dos parâmetros físicos analisados no material vegetal seco.

Tabela 4.2. Média dos resultados das análises físicas do material vegetal seco.

Ensaio de caracterização	Média dos resultados
Densidade aparente (g/cm ³)	0,1430 ± 0,0041
Densidade compactada (g/cm ³)	0,1688 ± 0,0065
Fator de Hausner	1,1808 ± 0,0565
Índice de compressibilidade	0,1518 ± 0,0403
Solubilidade (%)	15,2393 ± 1,4160
Insolubilidade (%)	84,7607 ± 1,4160
Fluidez (°)	12,1234 ± 0,3511
Molhabilidade (minutos)	01:32

A realização das análises físicas permite uma maior explanação acerca de características que são de fundamental importância para compreender o comportamento do material vegetal estudado, tendo em vista sua aplicação seja na indústria farmacêutica ou alimentícia.

De acordo com a Tabela 4.2 o resultado encontrado para densidade aparente foi de 0,1430 g/cm³ valor inferior, todavia aproximado ao encontrado por Dantas et al. (2009) ao avaliarem pós de misturas de frutas, onde obtiveram resultados de 0,29 e 0,21 (g/ cm³) para as duas formulações elaboradas. Esse parâmetro permite avaliar a razão entre a massa do material vegetal seco e o volume ocupado pelo mesmo considerando os espaços vazios.

Através do resultado encontrado foi possível definir que trata-se de um material leve que ocupa um volume significativamente maior quando comparado a polpas de fruta em pó, como pode ser observado através dos valores encontrados por Oliveira, Figueiredo e Queiroz (2006) que obtiveram densidades aparentes de 1,1923 (g/ cm³) e 1,3806 (g/ cm³), já Domingues et al. (2002) ao analisarem o suco de abacaxi obtiveram valores que variaram de 0,55 a 0,62 g/cm³ e Francisoni et al. (2002) ao estudarem as propriedades físicas do suco de maracujá encontraram densidades aparentes entre 0,38 e 0,57 (g/cm³).

A densidade compactada permite determinar quando o volume verificado desconsidera os demais espaços vazios, o valor encontrado nessa análise quando comparado ao estudo desenvolvido por Dantas et al. (2009) apresentou proximidade aos seus resultados que foram

de 0,40 g/cm² para a formulação 01 e 0,33 g/cm³ para a formulação 02.

Para a determinação do fator de Hausner foi encontrado um valor de 1,1808, onde segundo a classificação do fluxo dos materiais descrita na United States Pharmacopeia (2007), quando o mesmo se apresenta entre 1,12 - 1,18, o material estudado é classificado com um fluxo bom. Ainda pode-se relacionar o número de Hausner com o efeito das forças coesivas de sólido particulado, verificando que materiais que possuem valores para o Número de Hausner superiores a 1,4 são classificados como coesivos, enquanto que os que apresentam valores inferiores a 1,25 são enquadrados como de fácil escoamento (DANTAS et al., 2009).

O índice de compressibilidade encontrado foi de 0,1518, esse parâmetro está relacionado à capacidade de empacotamento do pó. De acordo com a Farmacopéia Americana o índice de compressibilidade e a proporção ou razão de Hausner são empregados como indicadores de compressibilidade e do grau de interação entre as partículas.

Quando relacionado o índice de compressibilidade em percentual (15,18%) a classificação da característica do pó também insere-se na denominação de bom. De acordo com a literatura valores superiores a 0,20 caracterizam materiais com empacotamento mais estáveis dificultando a capacidade de escoamento, sendo o valor encontrado nesse estudo inferior ao estabelecido anteriormente classifica-se o material vegetal seco como de fácil fluidez.

Os valores encontrados para solubilidade e insolubilidade descritos na Tabela 4.2, quando equiparados a pesquisa desenvolvida por Endo et al. (2007) na análise da vida de prateleira do maracujá em pó mostraram-se em discrepância uma vez que foram obtidos valores de solubilidade de 94,44 (5,56% insolubilidade) a 97,99 (2,01% insolubilidade). Guimarães et al. (2008) ao analisarem o concentrado protéico de amêndoas de baru, encontraram solubilidade abaixo de 75%. Todavia, mesmo com os resultados obtidos nesse trabalho se encontrarem abaixo dos descritos anteriormente, ressalta-se que o material vegetal em estudo se trata de um componente não utilizado comumente como parte comestível. Sendo assim, um dos objetivos desse trabalho foi conduzir de forma satisfatória a melhor solubilidade dos compostos bioativos presentes através da incorporação do estudo das melhores condições de extração dos mesmos.

A fluidez de sólidos determinada através do ângulo de repouso é útil para se obter informações sobre o escoamento do material estudado. De acordo com a United States Pharmacopeia os critérios de avaliação para propriedades do fluxo a partir do ângulo de repouso, que foi de aproximadamente 12°, o que caracteriza o material vegetal como excelente

por classificar-se com ângulo inferior a 30°. Shittu; Lawal (2007) afirmaram que sólidos particulados com até 35° de ângulo de repouso possuem boa fluidez, os de 35 a 45° possuem coesividade fraca, os de 45 a 55° apresentam coesividade e os acima de 55° são muito coesivos.

Segundo Lannes; Medeiros (2003), algumas indústrias utilizam o teste de molhabilidade por ser um ensaio simples que irá fornecer o tempo necessário para que um determinado pó seja absorvido por um líquido. O teste de molhabilidade realizado no material vegetal seco obteve um resultado de 1min 32 s, no estudo realizado por Lannes; Medeiros 2010, foram realizados testes de molhabilidade em substitutos do cacau e obtiveram tempos que variaram entre 1:03 e 7:55, sendo que o Aroma de Cacau apresentou o tempo de 01:28 resultado bem próximo ao do estudo em questão.

Ainda segundo Lannes; Medeiros (2003), mesmo que o tempo máximo para um produto se molhar por completo possa tratar-se de uma arbitrariedade, considera-se com uma boa molhabilidade amostras que se encontram com 90% já mergulhadas em até 5 min, sendo assim o material vegetal seco atende esse parâmetro.

4.2. Caracterização da solução extrativa

4.2.1 Análise das soluções extrativas através do planejamento experimental

A análise dos resultados obtidos para concentração de solvente (Cs), temperatura e tempo foi realizada através de métodos estatísticos, utilizando-se o software Statistica 7.0, de acordo com o planejamento fatorial 2^3 e 2 repetições do ponto central (10 ensaios), com replicata (10 ensaios), totalizando 20 experimentos, realizados em triplicata.

Na Tabela 4.3, verificam-se os resultados encontrados ao serem analisados quantitativamente a influência das variáveis de entrada sobre as respostas para extração hidroalcoólica.

Tabela 4.3 - Matriz de planejamento fatorial $2^3 + 2$ repetições no ponto central com replicata e media dos resultados dos experimentos nas soluções extrativas.

Ensaio	C _s (%)	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	Compostos fenólicos (mg EAG.100 g ⁻¹)	Flavonoides (mg.100 g ⁻¹)	Antocianinas (mg.100 g ⁻¹)
1	- (30)	- (30)	- (30)	1968,8797	78,3289	11,2016
2	+(70)	- (30)	- (30)	7134,8548	240,2088	24,4399
3	- (30)	+ (50)	- (30)	3493,7759	406,0052	43,7882
4	+(70)	+ (50)	- (30)	6906,6390	221,9311	18,3299
5	- (30)	- (30)	+ (120)	8369,2946	121,4092	19,3483
6	+(70)	- (30)	+ (120)	7414,9378	236,2923	25,4582
7	- (30)	+ (50)	+ (120)	3161,8257	50,9134	11,2016
8	+(70)	+ (50)	+ (120)	5547,7178	400,7833	35,6415
9C	0 (50)	0 (40)	0 (75)	3172,1992	342,0365	32,5865
10C	0 (50)	0 (40)	0 (75)	5298,7552	152,7415	17,3116
11	- (30)	- (30)	- (30)	1917,0124	84,8564	13,2383
12	+(70)	- (30)	- (30)	6564,3154	240,2088	24,4399
13	- (30)	+ (50)	- (30)	2165,9751	412,5326	44,8065
14	+(70)	+ (50)	- (30)	6242,7386	221,9321	18,3299
15	- (30)	- (30)	+ (120)	8141,0788	124,0209	19,3483
16	+(70)	- (30)	+ (120)	6834,0249	236,2924	23,4215
17	- (30)	+ (50)	+ (120)	3462,6556	50,9138	11,2016
18	+(70)	+ (50)	+ (120)	5423,2365	402,0887	34,6232
19C	0 (50)	0 (40)	0 (75)	3483,4025	344,6475	32,5866
20C	0 (50)	0 (40)	0 (75)	5174,2739	154,0470	17,3116

De acordo com a Tabela 4.3 os resultados encontrados para o teor de compostos fenólicos variam de 1.917,01 mg EAG (100 g)⁻¹ no ensaio 11 a 8.369,29 mg EAG (100 g)⁻¹ no ensaio 5, para a determinação de flavonoides obtive-se valores entre 50,9134 mg (100g)⁻¹ no ensaio 7 e 412,5326 mg (100g)⁻¹ no ensaio 13, já para quantificação de antocianinas os resultados obtidos variam de 11,20 mg (100g)⁻¹ no extrato 1 a 44,80 mg (100g)⁻¹ no extrato 13.

Os resultados encontrados para compostos fenólicos totais quando comparados a estudos realizados por Nuutila et al. (2003) em cebolas vermelhas torna-se em média 10 vezes superior ao resultado encontrado de 207,5 mg EAG (100 g)⁻¹. Esse aumento foi semelhante ao do experimento desenvolvido por Veber et al. (2015), que ao realizar um estudo sobre esses

componentes em extratos de folhas de jambolão obtiveram cerca de 237,52 mg EAG (100g)⁻¹. Todavia, Fonseca et al. (2015) ao determinarem os compostos fenólicos em mirtilos com diferentes extratores, obtiveram um resultado de 1.117 mg EAG (100 g)⁻¹, valor aproximado, entretanto ainda inferior ao encontrado neste estudo.

A determinação dos compostos fenólicos trata-se apenas de um indicativo de sua concentração, uma vez que não existe um método analítico que seja capaz de determinar com precisão todo o conteúdo fenólico presente nas hortaliças, os mesmos constituem uma grande classe de fitoquímicos com estruturas químicas muito diversas. Dessa forma, os pesquisadores têm realizado a extração desses componentes utilizando vários solventes isolados ou misturados e avaliando o melhor solvente extrator (SOUSA, 2011).

Lima et al. (2000) conduziram um estudo para determinar o teor de antocianinas em acerolas de algumas variedades e como resultado obtiveram teores de 14,06 mg (100g)⁻¹ para seleção Coopama e 45,76 mg (100g)⁻¹ para seleção de Barbados, apontando semelhança entre os valores encontrados neste trabalho, o que deve-se ao fato da coloração vermelha da acerola madura ser decorrente da presença de antocianinas. Texeira et al. (2008) avaliaram os teores de 10 fontes potenciais de antocianinas, onde dentre elas pode-se destacar: o repolho roxo 24,36 mg (100g)⁻¹, morango 21,69 mg (100g)⁻¹, açaí 21,23 mg (100g)⁻¹, romã 12,67 mg (100g)⁻¹, sendo o material vegetal analisado nesse estudo foi superior em até 4 vezes mais que o romã.

Os resultados descritos na Tabela 4.3, ainda fornecem dados importantes, ao se comparar a variação (do mínimo ao máximo) do componente concentração de solvente (Cs) aos valores mínimos de temperatura (T) e tempo (t) permitindo verificar que o ensaio 2 apresentou 72,40% mais compostos fenólicos do que o ensaio 1, para os parâmetros de flavonóides totais e antocianinas, observando-se aumentos de 67,41% e 54,17%, respectivamente.

Ainda relacionando a variação do parâmetro (Cs) aos valores máximos de temperatura e tempo tem-se o aumento para todos os teores quando comparados os ensaios 7 e 8, com proporções de 43,00% para compostos fenólicos, 87,30% para flavonoides e 68,57% para antocianinas, tendo assim que o aumento das variáveis (temperatura e tempo), proporcionaram uma redução no conteúdo fenólico extraído. Logo, o aumento da Cs favoreceu positivamente para melhor extração dos compostos fenólicos, e, dos flavonoides e antocianinas em menores quantidades.

O fato do aumento das proporções extraídas de flavonoides e antocianinas ser menos

significativo do que o obtido para compostos fenólicos totais é justificado devido a solubilidade em água dessas substâncias fenólicas que podem aparecer livres ou na forma de glicosídeos. Os poliglicosídios quando presentes nos compostos fenólicos torna-os mais solúveis em água e pouco solúveis em solventes orgânicos apolares. A posição do açúcar na estrutura fenólica influi na solubilidade e em outras propriedades físico-químicas. Sendo assim, os compostos fenólicos apresentam uma grande variedade de solubilidade e estabilidade (ANTOLOVICH; PRENZLER; RYAN, 2000). Já os flavonoides são de peso molecular médio-baixo, sendo a maior parte dos flavonoides constituída de compostos hidrossolúveis, extraídos com mais facilidade em soluções aquosas. Dessa forma, o aumento da Cs diminuiu a proporção de água na solução extrativa e ocasionou redução na extração dos flavonóides e conseqüentemente das antocianinas.

Segundo dados da Tabela 4.3 a variação da temperatura quando relacionada aos valores mínimos de Cs e t indica um aumento de 43,65% quando relaciona o ensaio 1 e 3 para análise de compostos fenólicos de 80,71% para flavonóides e de 74,42% para antocianinas. Para os valores máximos verificou-se aumentos de 41,04% e 28,57% para flavonoides e antocianinas respectivamente, entre os ensaios 6 e 8, todavia para o parâmetro compostos fenólicos foi observado um decréscimo de 25,18%.

O aumento da temperatura proporcionou melhores teores de extração para as análises de flavonóides e antocianinas quando relacionada a intervalos de tempo menores, sendo justificado pelo tempo x temperatura, onde os mesmos devem ser inversamente proporcionais. Todavia, essa diminuição dos compostos fenólicos durante o aumento da temperatura pode ser atribuída a ligação dos polifenóis com outros compostos presentes em suas ramificações, bem como ao maior tempo de operação.

Ao relacionar a variação do tempo aos resultados mínimos de Cs e T, nota-se o aumento de todos os parâmetros analisados com 76,47, 35,48 e 42,11%, para compostos fenólicos, flavonoides e antocianinas. Quando comparado esse fator aos dados máximos tem-se aumentos de 44,63% para flavonoides e 48,57% para antocianinas, e decréscimo de 19,68% no conteúdo fenólico.

A avaliação comparativa dos parâmetros analisados presentes no material vegetal em estudo demonstrou que devido a variação da solubilidade desses componentes deve-se atribuir como melhor extrato o extrato 2 por ter sido aquele que propiciou elevados teores extraídos para todos os parâmetros analisados mantendo as condições mínimas de tempo e temperatura.

Todo o conteúdo anteriormente discutido torna-se mais evidente a seguir quando

ilustrado graficamente por meio das superfícies de respostas.

4.3 Análises Estatísticas

A análise dos efeitos das variáveis independentes: concentração de solvente, temperatura e tempo, sobre as variáveis dependentes: compostos fenólicos, flavonoides e antocianinas foram avaliados mediante análise por planejamento fatorial, cada resposta foi avaliada separadamente com um nível de confiança de 95%, utilizando o programa Statistica versão 7.0.

4.3.1 Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para compostos fenólicos

O modelo codificado está apresentado na Equação 4.1, com os coeficientes estatisticamente significativos em negrito.

$$CF = 5093,88 + 2423,50 \text{ Cs} - 1492,48 \text{ T} + 1495,07 \text{ t} + 535,53 \text{ Cs T} - 1902,23 \text{ Cs t} - 1798,50 \text{ T t} \quad (4.1)$$

A Figura 4.1 representa o efeito das variáveis independentes sobre o teor de compostos fenólicos totais através do gráfico de Pareto. Nota-se que a Cs foi a variável mais influente, apresentando um efeito positivo, ou seja, com o aumento da Cs aumenta o teor fenólico extraído.

Verifica-se também que a interação entre as variáveis Cs x Tempo, Temperatura x Tempo foram significativas, mesmo mostrando uma tendência negativa. Os componentes Tempo e Temperatura ainda que significativos tiveram efeitos opostos, sendo que o aumento da Temperatura influenciou de forma negativa e o Tempo efeito positivo sobre essa variável. A interação Cs x Temperatura embora não significativo teve influência positiva no processo de extração.

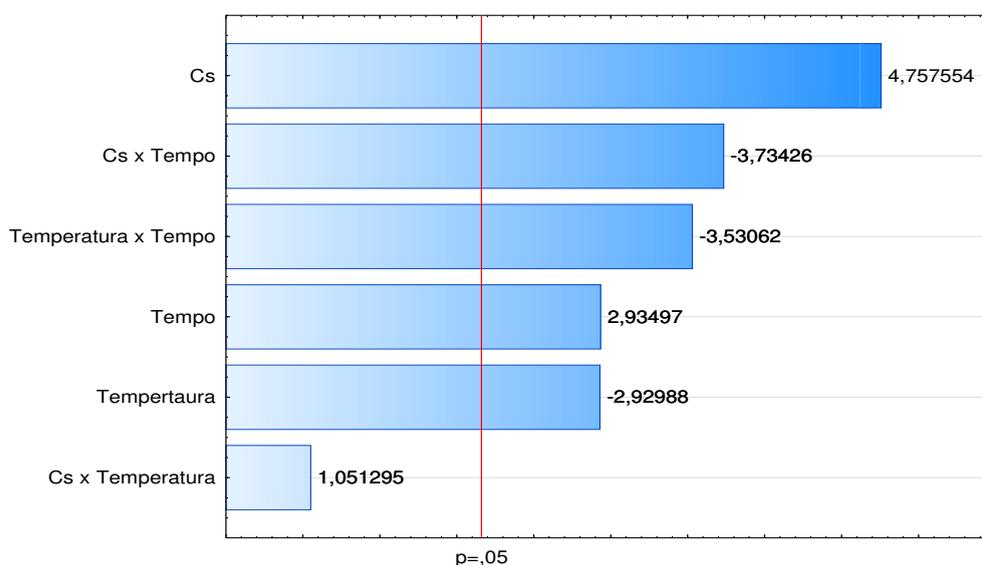


Figura 4.1- Gráfico de Pareto para compostos fenólicos totais.

Na Tabela 4.4, é descrita a análise de variância do teor de compostos fenólicos das amostras de extratos hidroalcoólicos que determina a significância estatística do modelo.

Tabela 4.4 – ANOVA para o teor de compostos fenólicos. Efeito da concentração de solvente, temperatura e tempo.

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	F _{cal}
Regressão	69903709,3671	6	11650618,23	11,2246
Resíduos	13493372,9404	13	1037951,76	
Total	83397082,3075	19		

% variação explicada (R^2) = 83,82%; $F_{6,13; 0,05} = 2,92$.

O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados é de 83,82%. Com relação ao teste F, observa-se que a razão entre o $F_{calculado}$ e o $F_{tabelado}$ é de 3,8440 confirmando que o modelo ajustado é de estatisticamente significativo, porém não é preditivo.

Nas Figuras 4.2 (a), (b), (c) observa-se o comportamento das variáveis concentração de solvente, temperatura e tempo em relação ao teor de compostos fenólicos.

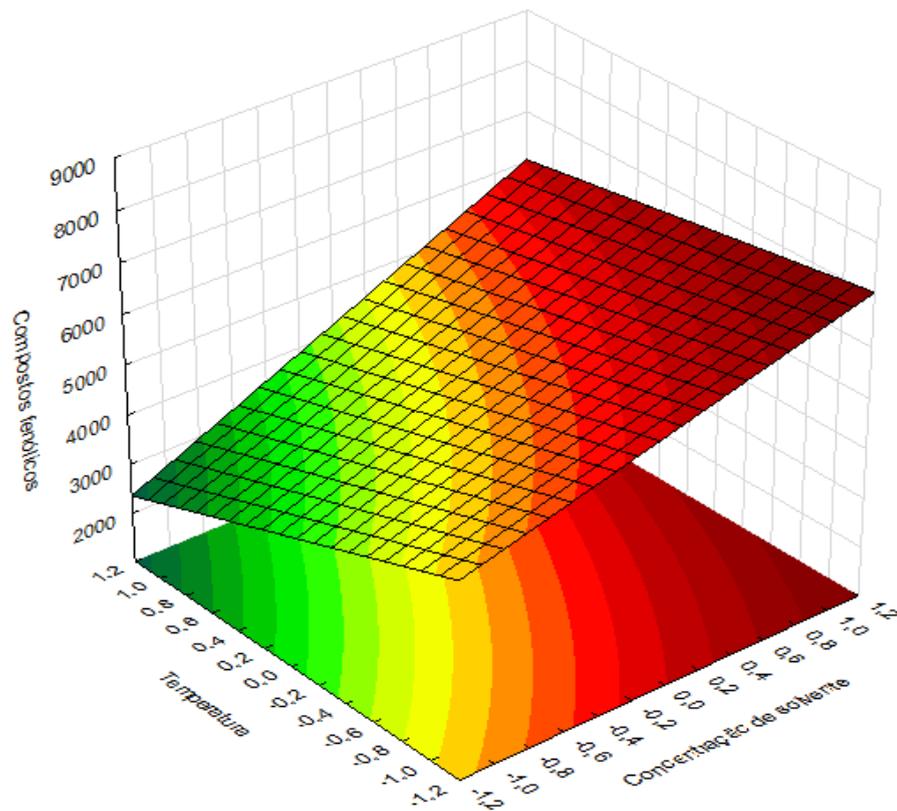


Figura 4.2 (a) – Superfície de resposta para teor de compostos fenólicos com interação entre Cs e T.

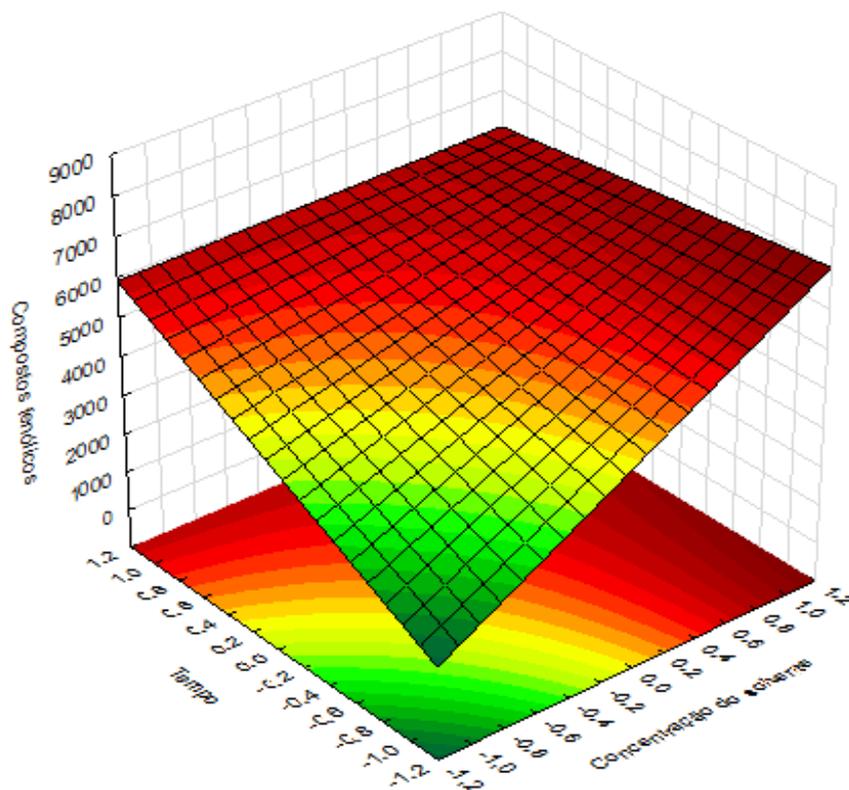


Figura 4.2 (b) – Superfície de resposta para teor de compostos fenólicos com interação entre Cs e t.

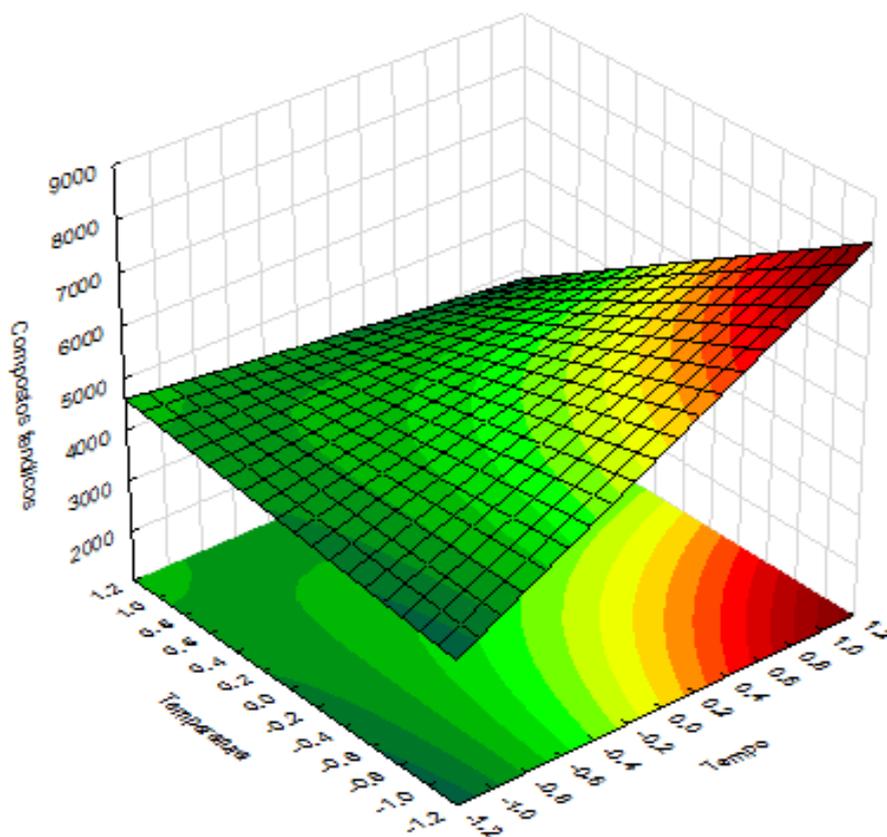


Figura 4.2 (c) – Superfície de resposta para teor de compostos fenólicos com interação entre T e t.

Verifica-se na Figura 4.2 (a) que o aumento da concentração de solvente associado a diminuição da temperatura favoreceu para maior extração dos compostos fenólicos, isso acontece devido os compostos fenólicos serem termolábeis e sofrerem degradação com o aumento da temperatura afetando na extração.

Na Figura 4.2 (b) o aumento de ambas as variáveis (Cs e tempo) tiveram influência positiva no aumento do teor fenólico. Esse crescimento também fica evidente na figura 4.2 (c) ao aumentar o tempo de extração e diminuir a temperatura.

4.3.1 Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para flavonoides totais

O modelo codificado está apresentado na Equação 4.2, com os coeficientes estatisticamente significativos em negrito.

$$F = 226,1097 + 108,8446 \text{ Cs} + 100,6854 \text{ T} - 35,4112 \text{ t} - 27,2520 \text{ Cs T} + 123,2050 \text{ Cs t} - 54,0144 \text{ T t} \quad (4.2)$$

A Figura 4.3 representa o efeito das variáveis independentes sobre o teor de

flavonoides totais através do gráfico de Pareto. Nota-se que a Cs foi a variável mais influente, apresentando um efeito positivo, bem como a interação entre a Cs e a Temperatura. Verifica-se também que a interação entre as variáveis Cs x Tempo, Temperatura x Tempo e a variável Tempo, tiveram uma tendência negativa. O componente Temperatura embora não significativo teve influência positiva no processo de extração de flavonoides, o aumento do mesmo proporcionou uma melhor extração.

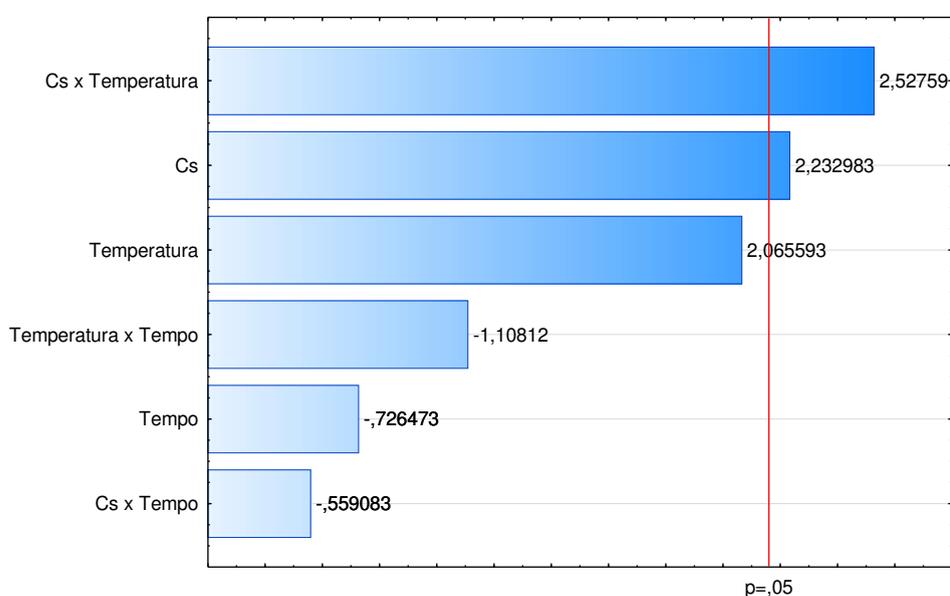


Figura 4.3 – Gráfico de Pareto para flavonoides totais.

Na Tabela 4.5 está descrita a análise de variância do teor de flavonoides totais das amostras de extratos hidroalcoólicos que determina a significância estatística do modelo.

Tabela 4.5 – ANOVA para o teor flavonoides. Efeito da concentração de solvente, temperatura e tempo.

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	F _{cal}
Regressão	168313,3619	6	28052,23	2,9516
Resíduos	123551,0587	13	9503,93	
Total	291864,4206	19		

% variação explicada (R^2) = 57,67%; $F_{6,13; 0,05} = 2,92$.

O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores

preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados é de 57,67%. Com relação ao teste F, observa-se que a razão entre o $F_{\text{calculado}}$ e o F_{tabelado} é de 1,0108 confirmando que o modelo ajustado é de estatisticamente significativo, porém não é preditivo.

Nas Figuras 4.4 (a), (b), (c) observa-se o comportamento das variáveis concentração de solvente, temperatura e tempo em relação ao teor de flavonoides.

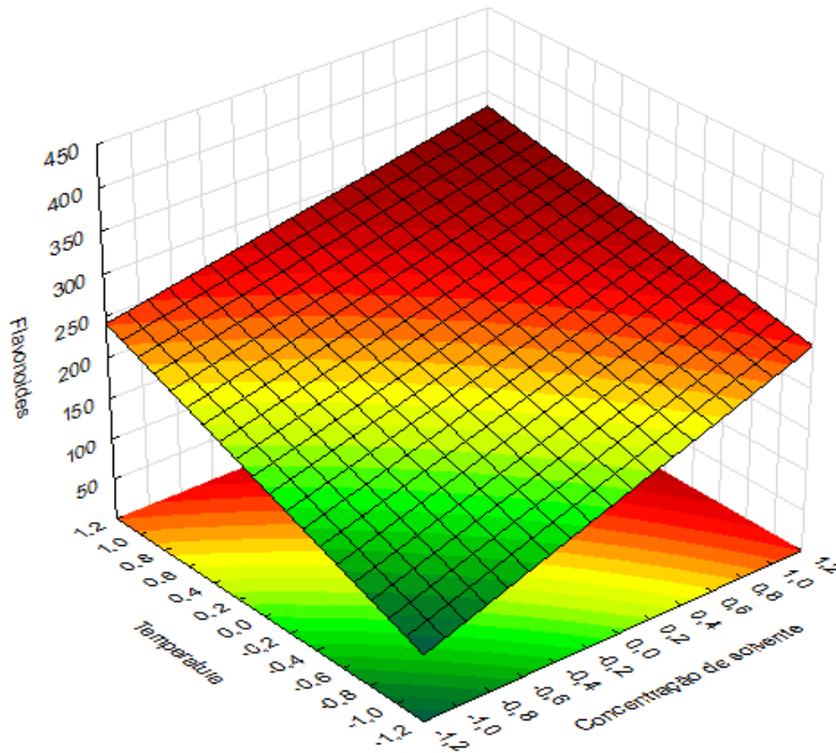


Figura 4.4 (a) – Superfície de resposta para teor de flavonoides com interação entre Cs e T.

De acordo com a figura 4.4 (a) pode-se observar que os componentes Cs e Temperatura influenciaram positivamente no processo de extração, como descrito anteriormente no item 4.2.1. A Figura 4.4 (b) estabelece a relação entre Cs e tempo onde pode-se observar que o aumento no tempo de extração bem como na Cs favoreceu a extração dos flavonoides, já na Figura 4.4 (c) evidencia que o aumento da temperatura utilizada deve ser associado com a redução no tempo da extração desses componentes.

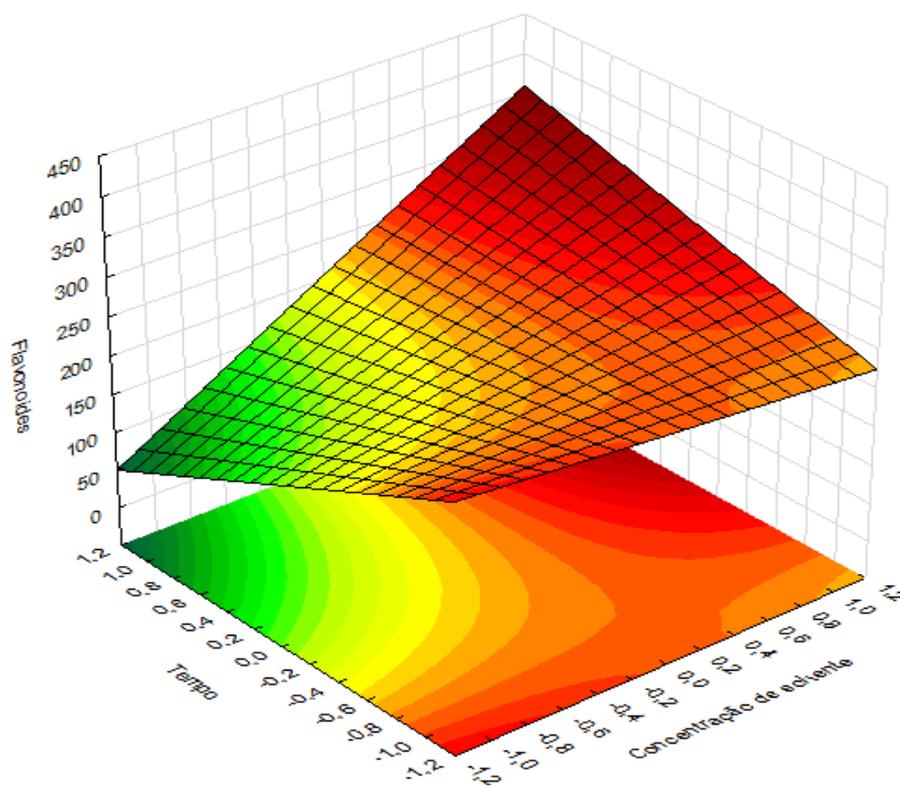


Figura 4.4 (b) – Superfície de resposta para teor de flavonoides com interação entre Cs e t.

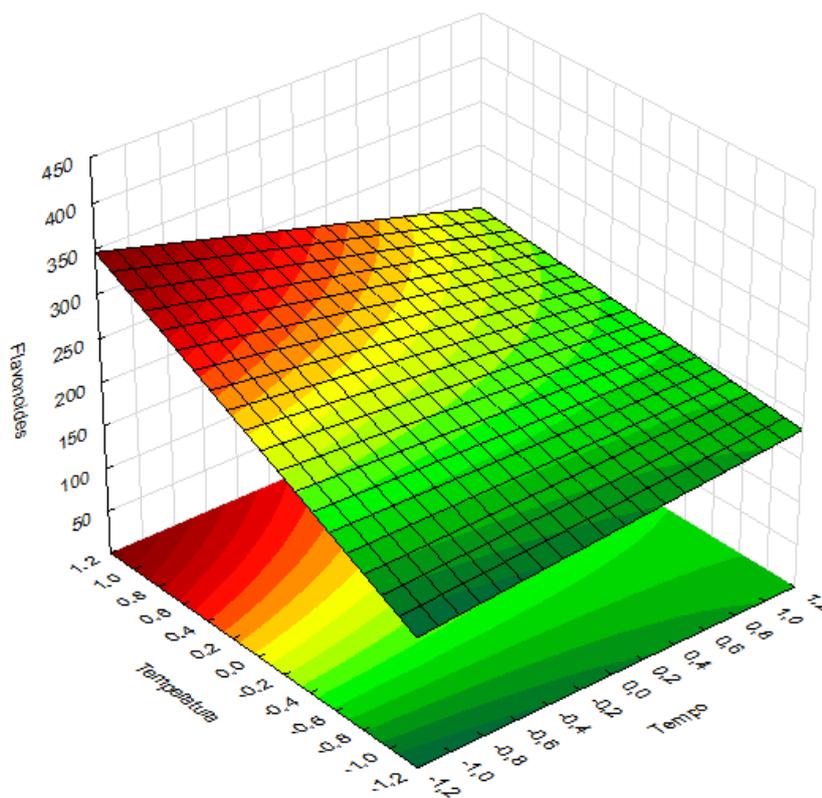


Figura 4.4 (c) – Superfície de resposta para teor de flavonoides com interação entre T e t.

4.3.3 Análise dos efeitos e da regressão dos modelos estatísticos para antocianinas

O modelo codificado está apresentado na Equação 4.3, com os coeficientes estatisticamente significativos em negrito.

$$A = \mathbf{23,9307} + 3,8187 Cs + 7,12831 T - 2,2912 t - 4,8371 Cs T + \mathbf{10,6925 Cs t} - 5,8554 T t \quad (4.3)$$

A Figura 4.5 representa o efeito das variáveis independentes sobre o teor de antocianinas através do gráfico de Pareto. Verifica-se que a interação entre as variáveis Cs x Tempo foi significativa e positiva. Tem-se ainda que as outras interações e variáveis não apresentaram significância. Os componentes Cs e Temperatura ainda que não significativos tiveram efeitos positivos e o tempo comportamento distinto.

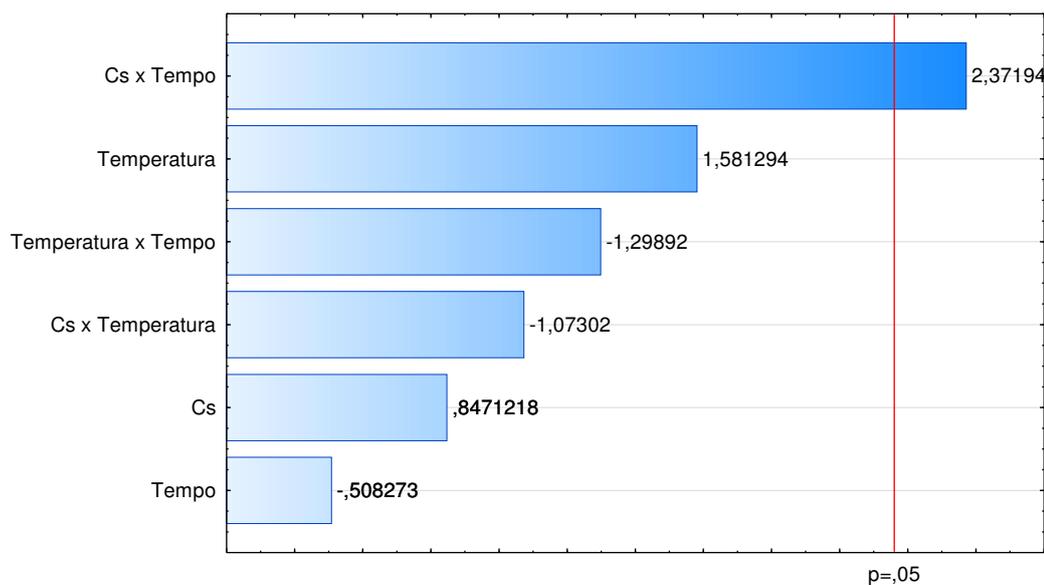


Figura 4.5 – Gráfico de Pareto para antocianinas.

Na Tabela 4.6 está descrita a análise de variância do teor de antocianinas das amostras de extratos hidroalcoólicos que determina a significância estatística do modelo.

Tabela 4.6 – ANOVA para o teor de antocianinas. Efeito da concentração de solvente, temperatura e tempo.

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	F_{cal}
Regressão	970,6281	6	161,77	1,9902
Resíduos	1056,6988	13	81,28	
Total	2027,3269	19		

% variação explicada (R^2) = 47,88%; $F_{6,13; 0,05} = 2,92$.

O resultado do coeficiente de correlação entre as respostas observadas e os valores preditos pelo modelo estatístico ajustado aos dados é de 47,88%. Com relação ao teste F, observa-se que a razão entre o $F_{calculado}$ e o $F_{tabelado}$ é de 0,6816 estabelecendo que o modelo ajustado não é estatisticamente significativo nem preditivo.

O aproveitamento do material vegetal seco, proveniente da casca de cebola roxa, é visivelmente promissor, uma vez que se trata de um resíduo rico em componentes essenciais a alimentação humana com grandes proporções de compostos bioativos extraídos que podem ser incorporados na indústria alimentícia e farmacêutica.

5 CONCLUSÕES

Diante do exposto, pode-se concluir que:

- Quanto à caracterização físico-química do material vegetal seco, pode-se comprovar que o mesmo apresenta elevados teores nutricionais quando comparado a cebola crua podendo ser incorporado na dieta humana como um alimento funcional.

- A análise das propriedades físicas do material vegetal seco revelou que embora apresentando uma baixa solubilidade, os componentes analisados permitiram classificar o material como leve, de boa fluidez e compressibilidade, e, de excelente escoamento.

- A concentração de solvente é um fator limitante para as condições de extração, ou seja, influencia diretamente nas proporções de compostos bioativos que conseguem ser extraídos.

- O aumento da concentração de solvente proporciona extração mais significativa para compostos fenólicos do que para flavonoides e antocianinas, mesmo havendo aumento das proporções de ambos.

- A temperatura quando associada a extração de compostos fenólicos influencia de forma negativa com seu aumento, todavia esse comportamento causa efeito distinto para flavonoides e antocianinas.

- O maior tempo de extração influencia de forma positiva no teor de compostos fenólicos.

- O aumento da temperatura deve ser associado à redução no tempo de extração para maior obtenção dos teores de flavonoides e antocianinas.

- Em relação às substâncias bioativas extraídas, o material vegetal estudado apresentou no extrato 2 uma extração satisfatória com teores elevados para todos os parâmetros analisados.

REFERÊNCIAS

- AGUIAR, C. L.; ALENCAR, S. M.; TSAI, S. M.; PARK, Y. K. Transformações enzimáticas de flavonóides. **Boletim do Centro de Pesquisa e Processamento de Alimentos**, v. 25, n. 1, p. 61-76, 2007.
- ALBISHI, T.; JONH, J.A.; AL-KHALIFA, S.A.; SHAHIDI, F. Antioxidative phenolic constituents of skins of onion varieties and their activities. **Journal of functional foods**, v. 5, p. 1191-1203, 2013.
- ALBUQUERQUE, J. R. T. de; COSTA, F. B. da; PEREIRA, E. M.; ROCHA, T. C. da; LINS, H. A. Qualidade pós-colheita da cebola roxa produzida no sertão paraibano. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 8, n. 4, p 17 -21, 2013.
- ANTOLOVICH, M.; PRENZLER, K. R.; RYAN, D. Sample preparation in the determination of phenolic compounds in fruits. **Analyst**, n. 125, p. 989-1009, 2000.
- BHANDARI, B. R.; DATA, N.; D'ARCY, B.R.; RINTOUL, G.B. Co-crystallization of honeu with sucrose. **Lebensmittel-Wissenschaft und- Technologie**, v. 31, n. 2, p. 138-142, 1998.
- BALASUNDRAM, N.; SUNDRAM, K.; SAMMAN, S. Phenolic compounds in plants and agri-industrial by- products: antioxidant activity, occurrence and potencial uses. **Food Chemistry**, v. 99, p. 191-203, 2006.
- BENELLI, P. **Agregação de valor ao bagaço de laranja (*Citrus sinensis* L. Osbeck) mediante obtenção de extratos bioativos através de diferentes técnicas de extração**. 2010. Dissertação. (Pós- Graduação em Engenharia de Alimentos). Universidade Federal de Santa Catarina, Santa Catarina, 2010.
- BENITEZ, V.; MOLLA, E.; MARTÍN-CABREJAS, M.A.; AGUIELERA, Y.; LOPEZ-ANDREU, F.J.; ESTEBAN, R.M. Onion (*Allium cepa* L.) by- products as source of dietary fiber: physicochemical properties and effect on serum lipid levels is high-fat fed

rats. **European Food Research and Technology**, v. 234, n. 1, p. 617-625. Jan. 2012.

BENTZ, A.B. A Review of Quercetin: Chemistry, Antioxidant Properties, and Bioavailability. **The Journal of Young Investigators. Appalachian State University**. April, 2009.

BERNO, D.N. **Processamento mínimo de cebola roxa: aspectos bioquímicos, fisiológicos e microbiológicos**. 2013. 82p. Dissertação (Mestrado em Ciências). Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2013.

BIESAGA, M. Influence of extraction methods on stability of flavonoids. **Journal of Chromatography A**, v. 1218, n. 18, p. 2505-2512, 2011.

BLOCK, E. All things *Allium*: *Alliums* in literature, arts and culture. Garlic and other *Alliums*: the lore and the science. **Cambridge: The royal Society of Chemistry**, chap 2, p. 33-54, 2010.

BOOTS, A. W.; DRENT, M.; DE BOER, V. C.; BAST, A.; HAENEN, G. R. M. M. Quercetin reduces markers of oxidative stress and inflammation in sarcoidosis. **Clinical Nutrition**, v. 3, n.4, p. 506–512, 2011.

BOTREL N, OLIVEIRA VR. 2012. Cultivares de cebola e alho para processamento. In: Congresso Brasileiro de Olericultura, 52. Horticultura Brasileira 30. Salvador: ABH. S8420-S8434.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M.E.; BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **Food Science and Technology**, v. 28, n. 1, p. 25-20,1995.

BYSTRICKÁ, J.; MUSILOVÁ, J.; VOLLMANNOVÁ, A.; TIMORACKÁ, M.; KAVALCOVÁ, P. Bioactive components of onion (*Allium cepa* L.) – a Review. **Acta Alimentaria**, v. 42, n. 1, p. 11-22, 2013.

CARDOSO, L. M.; LEITE, J. P. V.; PELUZIO, M. do C. G. Efeitos biológicos das antocianinas no processo aterosclerótico. **Revista Colombiana de Ciência Químico Farmacêuticas**, v. 40, n. 1, p.116-138, 2011.

CELEGHINI, R. M. S.; YARIWAKE, J. H.; LANÇAS, F. M. Otimização das condições de extração hidroalcoólica das furanocumarinas de *Dorstenia brasiliensis* Lam. por maceração com ultra-som e análise quantitativa por CLAE/UV e fluorescência. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, v.9, n.2, p.61-66, 2007.

CHANDRA, S.; MEJÍA, E. G. Polyphenolic compounds, antioxidant capacity, and quinone reductase activity of an aqueous extract of ardisia compressa in Comparison to Mate (*Ilex paraguariensis*) and Green (*Camellia sinensis*) Teas. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, p. 3583-3589, 2004.

CHAVES M. H; CITÓ A. M. G. L; LOPES J. A. D, COSTA D. A, OLIVEIRA C. A. A, COSTA A. F. Fenóis totais, atividade antioxidante e constituintes químicos de extratos de *Anacardium occidentale* L., Anacardiaceae. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v 20, n. 1, p. 106-112, 2010.

CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A.B. Pós-colheita e frutos e hortaliças: fisiologia e manuseio. UFLA: ESAL/FAEPE, p.785, 2005.

COSTA, J. N.; FIGUEIREDO, R. W.; SOUSA, P. H. M.; GONZAGA, M. L. DA C.; CONSTANT, P. B. L.; SOARES, D. J. Study of the stability of passion fruit (*Passiflora edullis* f. flavicarpa) powder from organic farming. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 34, n. 2, p. 705-716, 2013.

COSTA, N.D.; LEITE, D.L.; SANTOS, C.A.F.; CANDEIA, J.A.; VIDIGAL, S.M. Cultivares de cebola. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v.23, n.218, p.20-27, 2002.

CRUZ, A.P.G. **Recuperação de moléculas bioativas a partir de coprodutos de produção vitivinícola**. 2013. Tese (Doutorado em Ciência de Alimentos). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2013.

DACANAL, G. C. **Estudo da granulação de suco de acerola desidratado em leite fluidizado**. 2005. 112f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

DAMODARAM, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química de Alimentos de Fennema**. Porto Alegre, 4^o ed., p. 900, 2010.

DANTAS, T. N. P.; SOUZA, J. DE S.; JÚNIOR, F. E. DE S.; MEDEIROS, M. DE F. D. Propriedades físicas e físico-químicas de pós de misturas de polpas de frutas com diferentes fontes lipídicas. In: VIII Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica, 2009, **Anais...** Uberlândia, Minas Gerais, 2009.

DJERIDANE, A.; YOUSFI, M.; NADJEMI, B.; BOUTASSOUNA, D.; STOCKER, P.; & VIDAL, N. Antioxidant activity of some algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds. **Food Chemistry**, v. 97, n. 4, p. 654–660, 2006.

DOMINGUES, A. M.; ABADIO, F. D. B.; OLIVEIRA, V. M.; BORGES, S. V.; GAY, J. Caracterização das propriedades físicas do suco de abacaxi (*Ananas comosus*) em pó desidratado por spray dryer otimizado através da análise de superfície de resposta. In: Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimentos, 18., 2002, Porto Alegre. **Anais...** Porto Alegre: SBCTA, 2002. CD.

ENDO, É.; BORGES, S. V.; DAIUTO, É. R.; CEREDA, M. P.; AMORIM, E. Avaliação da vida de prateleira do suco de maracujá (*Passiflora edullis* f. *flavicarpa*) desidratado. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, v. 27, n. 2, p. 382-386, Campinas, 2007.

EVERETTE, J. D.; BRYANT, Q. M.; GREEN, A. M.; ABBEY, Y. A.; WANGILA, G. W.; WALKER, R. B. Thorough study of reactivity of various compound classes toward the Folin-Ciocalteou reagent. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, p. 8.139-8.144, 2010.

FAO. Food and Agriculture Organization. Faostat – Statistical Databases, 2013. Disponível em: <http://apps.fao.org>. Acessado em 26-09-2015.

FONSECA, M. S.; SANTOS, V. A.; CUNHA, M. A. A. Determinação de compostos fenólicos, antocianinas e atividade antioxidante de mirtilos em protocolos com diferentes agentes extratores. 2015. In: V Simpósio de Bioquímica e Biotecnologia. **Anais...**Londrina- PR, 2015.

FONSECA, S.G. C. Farmacotécnica de Fitoterápicos. 2005. Disponível em: <http://www.farmacotecnica.ufc.br/arquivos/Farmacot_Fitoterapicos.PDF>. Acessado em: 23 de setembro de 2016.

FRANCISONI, A. D.; CAMPOS, F. R.; PEREIRA, D. B.; OLIVEIRA, V. M. DE; BORGES, S. V.; GAY, J. Influência da concentração de maltodextrina e velocidade de atomização sobre as propriedades físicas do suco de maracujá desidratado. In: Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimentos, 18., 2002, Porto Alegre. **Anais...** Porto Alegre: SBCTA, 2002. CD.

FRANCIS, F.J. Analysis of anthocyanins. In: MARKAKIS, P. (ed.). **Anthocyanins as Food Colors**, New York: Academic Press, p. 182-205, 1982.

GAWLIK-DZIK, U.; ŚWIECA, M.; DZIKI, D.; BARANIAK, B.; TOMILO, J.; CZYZ, J. Quality and antioxidant properties of breads enriched dry onion (*Allium cepa* L.) skin. **Food Chemistry**, v.138, n. 2, p. 1621-1628, 2013.

GIRONI, F.; PIEMONTE, V. Temperature and solvent effects on polyphenol extraction process from chestnut tree wood. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 89, n. 7, p. 857-862, 2011.

GONZALEZ-SAIZ, J.M.; ESTEBAN-DIEZ, I.; RODRIGUEZ-TECEDOR, S.; PIZARRO, C. Valorization of onion waste and by-products: MCR-ALS applied to reveal the compositional profiles of alcoholic fermentations of onion juice monitored by near-infrared spectroscopy. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 101, n. 1, p. 776-787, 2008.

GRANGEIRO, L. C.; SOUZA, J. O.; AROUCHA, E. M. M.; NUNES, G. H. S.;

SANTOS, G. M. Características qualitativas de genótipos de cebola. **Ciência e Agrotecnologia**, v.32, n.4, p.1087-1091, 2008.

GUIMARÃES, R. C. A.; VIANNA, A. C. A.; MACHADO, A. A.; FAVARO, S. P. Caracterização química da farinha desengordurada e obtenção do concentrado protéico de amêndoas de baru (*Dipteryxalata* Vog.). In: IX Simpósio Nacional de Cerrados e II Simpósio Internacional de Savanas Tropicais, 2008, **Anais...** Brasília, 2012.

HUANG, H; HSU, C. P.; YANG, B. B.; WANG, C. Y. Advances in the extraction of natural ingredients by high pressure extraction technology. **Trends in Food Science & Technology**, v. 33, n. 1, p. 54-62, 2013.

IAL. INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz: Métodos químicos e físicos para análises de alimentos**. Instituto Adolfo Lutz, São Paulo, 4. ed. 1. ed. digital, 2008.

IBGE. Indicadores IBGE 2015. Estatística da Produção Agrícola. Disponível em: ftp://ftp.ibge.gov.br/Producao_Agricola/Fasciculo_Indicadores_IBGE/estProdAgr_201701.pdf. Acessado em: 12-02-2017.

JACQUES, R. S. **Caracterização química da erva mate (*Ilex paraguariensis*): aplicação de diferentes processos de extração e influência das condições de plantio sobre a composição química**. Porto Alegre: UFRGS, 2005. Tese (Doutorado em Química), Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2005.

JIMÉNEZ, C.I.E.; MARTIZÉZ, E.Y.C.; FONSECA, J.G. Flavonoides y sus acciones antioxidantes. **Revista Faculdade de Medicina**, v. 52 n. 2, p. 73-75, 2009.

JU, Z. Y.; HOWARD, L. R. Subcritical water and sulfured water extraction of anthocyanins and other phenolics from dried red grape skin. **Journal of Food Science**, v. 70.n.4, p. S270-S276, 2005.

KARRE, L.; LOPEZ, K.; GETTY, K.J.K. Natural antioxidants in meat and poultry

products. **Meat Science**, v. 94, n. 1, p. 220-227, 2013.

KUCEKOVA, Z.; MLCEK J.; HUMPOLICEK P.; ROP O.; VALASEK P.; SAHA P. Phenolic compounds from *allium schoenoprasum*, *tragopogon pratensis* and *rumex acetosa* and their antiproliferative effects. **Molecules**, v. 16, p. 9207-9217, 2011.

KAUR, C.; JOSHI, S.; & KAPOOR, H. C. Antioxidants in onion (*Allium cepa* L.) cultivars grown in India. **Journal of Food Biochemistry**, v. 33, p. 184–200, 2009.

LANNES, S. C. S.; MEDEIROS, M. L. Processamento de achocolatado de cupuaçu por *spray-dryer*. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 39, n. 1, p. 115-123, 2003.

LANNES, S. C. S.; MEDEIROS, M. L. Propriedades físicas dos substitutos do cacau. **Ciência e Tecnologia dos Alimentos**. v. 30, p. 243-253, 2010.

LANZOTTI, V. Review- The analysis of onion and garlic. **Journal of Chromatography A**, v. 1112, n. 1/2, p. 22-37, 2006.

LEE, R.; JUNG, J.; KIM, H. Assessment of red onion on antioxidant activity in rat. **Food and Chemical Toxicology**, v. 50, n. 1, p. 3912-3919, 2012.

LEE, S. U., LEE, J. H., CHOI, S. H., LEE, J. S., & LEVIN, C. E. Flavonoid content in the fresh, home-processed, and lightexposed onions and dehydrated commercial onion products. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, p. 8541–8548, 2008.

LIMA, V. L. A G.; MÉLO, E. de A.; LIMA L. dos S.; NASCIMENTO, P. P. Flavonóides em seleções de acerola (*malpighia sp* L.). **Ciência Rural**, v. 30, n. 6, p.1063-1064, 2000.

LIMA, J. D.; MAZZAFERA, P.; MORAES, W.S.; SILVA, R.B. Chá: aspectos relacionados à qualidade e perspectivas. **Ciência Rural**, v.39, n.4, p. 1258-1266, 2009.

LIST, P.H.; SCHIMIDT, P.C. **Phytopharmaceutical technology**. Boca Raton: CRC Press, p. 374, 1989.

LOPES, T. J.; XAVIER, M. F.; QUADRI, M. G. N.; QUADRI, M. B. Antocianinas: uma breve revisão das características estruturais e da estabilidade. **Revista Brasileira de Agrociência**, v.13, n.3, p. 291-297, 2007.

MANDALARI, G. et al. Characterization of polyphenols, lipids and dietary fibre from skins (*Amygdalus communis* L.) **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 23, n. 1, p. 166-174, San Diego, Jan. 2010.

MANTAS, A. DERETAY, E.; FERRETTI, F.H.; ESTRADA, M.R.; CSIZMADIA, I.G. Structural analysis of flavonoids with anti-HIV activity. **Journal of Molecular Structure-Theochem**, v. 504, p. 171-179, 2000.

MATEO ANSON, N.; HAVENAAR, R.; BAST, A.; HAENEN, G.R.M.M. Antioxidant and anti-inflammatory capacity of bioaccessible compounds from wheat fractions after gastrointestinal digestion. **Journal of Cereal Science**, v. 51, p. 110–114, 2010.

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

MA, Y.; YE, X.; FANG, Z.; CHEN, J.; XU, G.; LIU, D. Phenolic compounds and antioxidant activity of extracts from ultrasonic treatment of Sastsuma mandarin (*Citrus unshiu* Marc.) peels. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, p. 5682-90, 2008.

MEDA, A.; LAMIEN, C. E.; ROMITO, M.; MILLOGO, J.; NACOULMA, O. G. Determination of the total phenolic, flavonoid and proline contents in Burkina Fasan honey, as well as their radical scavenging activity. **Food Chemistry**, v. 91, p. 571-577, 2005.

MELECCHI, M. I. S. **Caracterização química de extratos de *Hibiscus tiliaceus* L: Estudo comparativo de métodos de extração.** 2005. Tese (Doutorado em Química), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

MOURE, A. et al. Natural antioxidants from residual sources. **Food Chemistry**, London, v. 72, n. 2, p. 145-171, 2001.

MORETTI, C.L; DURIGAN, J.F. Processamento de cebola. **Informe Agropecuário**, v.23, n. 218, p. 99-104, 2007.

MUNIZ, L.B; MATTOS, L.M; MORETTI, C. L. Protocolo de avaliação da qualidade física e química de cebola. Embrapa hortaliças, 5p., 2012. (Comunicado Técnico, 83).

NIESING, C. P. **Manejo da palhada de milho na semeadura direta de cebola.** 2010. Tese. (Doutorado em Manejo de Culturas), Pós-Graduação em Agronomia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2010.

NUUTILA, A.M.; PUUPPONEN-PIMIA, R.; AARNI, M.; OKSMAN-CALDENTHEY, K.M. Comparison of antioxidant activities of onion and garlic extracts by inhibition of lipid peroxidation and radical scavenging activity. **Food Chemistry**, v. 81, n.1, p. 485-493, 2003.

OLIVEIRA, F. M. N.; FIGUEIREDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Análise comparativa de polpas de pitanga integral, formulada e em pó. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 8, p. 25-33, 2006.

OLIVEIRA, M.S.; FURLONG, E.B. Screening of antifungal and antimycotoxigenic activity of plant phenolic extracts. **World Mycotoxin Journal**, v. 1, n. 2, p. 1-10, 2008.

OLIVEIRA, V.R.; LEITE, D.L.; SANTOS, C.A.F.; COSTA, N.D.; MELO, P.C.T. de. Cultivares. Sistemas de Produção de Cebola (*Allium cepa* L.). **Embrapa Hortaliças**, Brasília, 2004.

PATIL, G.; MADHUSUDHAN, M. C.; RAVINDRA, B.; RAGHAVARAO, K. S. M. S.

Extraction, dealcoholisation and concentration of anthocyanin from red radish peels. **Chem. Eng. Processing**, p. 364-369, 2009.

PINTO, M.S. **Compostos bioativos de cultivares brasileiras de morango (*Fragaria x ananassa*Duch.): caracterização e estudo da biodisponibilidade dos derivados de ácido gálico**. 2008. 138 f. Tese (Doutorado em Ciências dos Alimentos) Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

PEREZ-GREGORIO, M.R.; REGUEIRO, J.; SINAL-GANDARA, J.; RODRIGUES, A.S.; ALMEIDA, D.P.F. Increasing the Added-Value of Onions as a Source of Antioxidant Flavonoids: A Critical Review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 54, n.8, 2014.

PERALTA-ZAMORA, P.; MORAIS, J. L.; NAGATA, N. Por que otimização multivariada? **Engenharia Sanitária e Ambiental**. v.10, n.2, p.106-110, 2005.

PEREIRA-FILHO, E. R., POPPI, R. J.; ARRUDA, M. A. Z. Employment of factorial design for optimization of pyrolysis and atomization temperatures for Al, Cd, Mo and Pb determination by ETAAS. **Química Nova**. v. 25, n. 2, p.246-253, 2002.

PODSEDEK, A. Natural antioxidants and antioxidant capacity of Brassica vegetables: A review. **LWT- Food Science and Technology**, v. 40, p. 1-11, 2007.

POZZI, A. C. S. **Desenvolvimento de métodos de análise espectrofotométrica de flavonóides do "Maracujá": *Passiflora alata* e *Passiflora edulis***. 2007. Dissertação. (Mestrado em Ciências), Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.

RASOOLI, I.; ABYANEH, M. R. Inhibitory effects of thyme oils on growth and aflatoxin production by *Aspergillus parasiticus*. **Food Control**, n. 15, p. 479-483, 2004.

RE, R.; PELLEGRINI, N.; PROTEGGENTE, A.; PANNALA, A.; YANG, M.; RICEEVANS, C. Antioxidant activity apply inganim proved ABTS radical cation decolorization assay. **Free Radical Biology & Medicine**, New York, v. 26, n. 9-10, p.

1231-1237, 1999.

ROLDÁN-MARÍN, E.; SÁNCHEZ- MORENO, C.; LLORÍA. R.; ANCOS B.; CANO, P. M. Onion high-pressure processing: Flavonol content and antioxidant activity. **LWT - Food Science and Technology**, v. 42, p. 835–841, 2009.

PINTO, M.S. **Compostos bioativos de cultivares brasileiras de morango (*Fragaria x ananassa* Duch.): caracterização e estudo da biodisponibilidade dos derivados de ácido gálico**. 2008. 138 f. Tese (Doutorado em Ciências dos Alimentos) Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

SANTANA, C.M.T.A. **Resíduo de cebola (*Allium cepa* L.) como conservante natural em carne**. 2015. 75p. Dissertação (Mestrado em Ciências). Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2015.

SHAIKI, F; NACZK, M. Food phenolics: sources, chemistry, effects and applications. **Lancaster: Technomic Publishing**, p. 281-319,1995.

SHIM, S.; YI.; KIM, Y. Bioaccessibility of flavonoids and total phenolic content in onios and its relationship with antioxidant activity. **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, v. 62, n. 8, p. 835-838, 2011.

SHITTU, T. A.; LAWAL, M. O. Factors affecting instant properties of powdered cocoa beverages. **Food Chemistry**, v. 100, n. 1, p. 91-98. 2007.

SLIMESTAD, R.; FOSSEN, T.; VAGEN, I.M. Onions: A source of Unique Dietary Flavonoids. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 55, n 1, p. 10067-10080, Nov. 2007.

SINGLETON, V. L.; ROSSI, J. A. J. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdc-phosphotungstic acid reagents. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 16, p. 144-158, 1965.

SINGH, B.N. Polyphenolic from various extracts/fractions of red onion (*Allium cepa*) peel with potent antioxidant and antimutagenic activities. **Food Chemistry and Toxicology**, v. 47, n. 1, p. 1161-1167, Andover, 2009.

SOARES, V. L.; FINGER, F. L.; MOSQUIM, P. R. Influência do Genótipo e do Estádio de Maturação na Colheita sobre a Matéria Fresca, Qualidade e Cura dos Bulbos de Cebola. **Horticultura Brasileira**, v. 22, n. 1, p. 18-22, Brasília, 2004.

SOUZA, R. A. M. de. **Potencial antioxidante e composição fenólica de infusões de ervas consumidas no Brasil**. 2007. 59p. Dissertação (Mestrado). Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, São Paulo, 2007.

SOUZA, R. L. A.; OLIVEIRA, L. S. C.; SILVA, F. L. H.; AMORIM, B. C. Caracterização da poligalacturonase produzida por fermentação semi-sólida utilizando-se resíduo de maracujá como substrato. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**. v. 14, p. 987-992, 2010.

SOUZA, M. S. B.; VIEIRA, L. M.; LIMA, A. Fenólicos totais e capacidade antioxidante *in vitro* de resíduos de polpas de frutas tropicais. **Brazilian Journal Food Technology**, v. 14, n. 3, p. 202-210, Campinas-SP, 2011.

SOUZA, C. R. F. Estudo comparativo da produção de extrato seco de *Bauhiniaforficata* Link pelos processos de spray-dryer e leito de jorro. 180p. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2003.

SOUZA, M. M.; RECART, V. M.; ROCHA, M.; CIPOLATTI, E.P.; BADIALE - FURLONG, E. Estudo das condições de extração de compostos fenólicos de cebola (*Allium cepa* L.). **Rev Inst Adolfo Lutz**, v. 68, n. 2, p.192-200, 2009.

SOUZA, M. M.; OLIVEIRA, M. S.; ROCHA, M.; FURLONG, E. B. Avaliação da atividade antifúngica de extratos fenólicos de cebola, farelo de arroz e microalga *Chlorella phyrenoidosa*. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, v. 30, n. 3, p. 680-685, 2010.

SOUZA, S. P.; PEREIRA, L. L. S.; SOUZA, A. A.; SANTOS, C. D. Inhibition of pancreatic lipase by extracts of *Baccharis trimera* (Less.) DC., Asteraceae: evaluation of antinutrients and effect on glycosidases. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v. 21 n. 3, 2011.

SOUZA, V.; PEREIRA, P. A. P.; QUEIROZ, F., BORGES S. V.; CARNEIRO, J. DE D. S. Determination of bioactive compounds, antioxidant activity and chemical composition of Cerrado Brazilian fruits. **Food Chemistry**, v. 134, n. 1, p. 381-386, 2012.

SULTANA, B.; ANWAR, F.; PRZYBYLSKI, R. Antioxidant activity of phenolic components present in barks of *Azadirachta indica*, *Terminalia arjuna*, *Acacia nilotica*, and *Eugenia jambolana* Lam. trees. **Food Chemistry**, v. 104, n. 3, p. 1106-1114, 2007.

SWIECA, M.; GAWLIK-DZIKI, U.; DZIKI, D.; BARANIAK, B.; CZYZ, J. The influence of protein- flavonoid interactions on protein digestibility in vitro and the antioxidants quality of breads enriched with onion skin. **Food Chemistry**, v. 141, n. 1, p. 451-458, 2013.

TACO- Tabela Brasileira de Composição de Alimentos (2011). Disponível em: http://www.unicamp.br/nepa/taco/contar/taco_4_edicao_ampliada_e_revisada. Acessado em: 28 de agosto de 2016.

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

TONON, R.V. **Secagem por atomização do suco de açaí: influência das variáveis de processo, qualidade e estabilidade do produto**. 2009. 242f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos), Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

USP 29- United States Pharmacopeia. Rockville: United States Pharmacopoeial Convection, p. 2369-2640, 2006.

VEBER, J.; SIVIERO, J.; ANDRADE, L.B.; PETRINI, L.A. Determinação dos compostos fenólicos e da capacidade antioxidante de extratos aquosos e etanólicos de Jambolão (*Syzygium cumini* L.). **Rev. Bras. Plantas med**, v. 17, n. 2, p. 273, 2015.

WIJEKOON, M. M. J. O.; BHAT, R.; KARIM, A. A. Effect of extraction solvents on the phenolic compounds and antioxidant activities of bunga kantan (*Etlingera elatior* Jack.) inflorescence. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 24, n. 4-5, p. 615-619, 2011.

YE, X.; CHEN J.-C.; LIU, D.-H.; JIANG, P.; SHI, J.; XUE, S. ; WU, D.; XU, J.-G.; KAKUDA, Y. Identification of bioactive composition and antioxidant activity in young mandarin fruits. **Food Chemistry**, v. 124, n. 4, p. 1561-1566, 2011.