

MALÚ DE ANDRADE MARQUES

**OLÉO DE BABAÇU (*Orbignya speciosa*): DETERMINAÇÃO DAS
PROPRIEDADES FÍSICAS E FÍSICO-QUÍMICAS E APLICAÇÃO EM
NANOEMULSÕES**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

Orientadora: Márcia Cristina T. R. Vidigal

Coorientadores: Luís Antônio Minin
Valéria Paula R. Minin

**VIÇOSA - MINAS GERAIS
2022**

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da
Universidade Federal de Viçosa - Campus
Viçosa

T

M357o
2022 Marques, Malú de Andrade, 1996-
Óleo de babaçu (*Orbignya speciosa*): determinação das
propriedades físicas e físico-químicas e aplicação em
nanoemulsões / Malú de Andrade Marques. – Viçosa, MG, 2022.
1 dissertação eletrônica (102 f.): il.

Orientador: Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa,
Departamento de Tecnologia de Alimentos, 2022.

Inclui bibliografia.

DOI: <https://doi.org/10.47328/ufvbbt.2022.728>

Modo de acesso: World Wide Web.

1. Óleo de babaçu. 2. Ácidos graxos. 3. Análise espectral.
4. Cromatografia a gás. I. Vidigal, Márcia Cristina Teixeira
Ribeiro, 1981-. II. Universidade Federal de Viçosa.
Departamento de Tecnologia de Alimentos. Mestrado em
Ciência e Tecnologia de Alimentos. III. Título.

CDD 22. ed. 664.36

Bibliotecário(a) responsável: Euzébio Luiz
Pinto CRB-6/3317


MALÚ DE ANDRADE MARQUES

**OLÉO DE BABAÇU (*Orbignya speciosa*): DETERMINAÇÃO DAS
PROPRIEDADES FÍSICAS E FÍSICO-QUÍMICAS E APLICAÇÃO EM
NANOEMULSÕES**


Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 26 de agosto de 2022.

Assentimento:

 Documento assinado digitalmente
MALU DE ANDRADE MARQUES
Data: 16/01/2023 18:01:49-0300
Verifique em <https://verificador.iti.br>

Malú de Andrade Marques
Autora

 Documento assinado digitalmente
MARCIA CRISTINA TEIXEIRA RIBEIRO VIDIGA
Data: 08/02/2023 12:13:05-0300
Verifique em <https://verificador.iti.br>

Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal
Orientadora

*A Deus Pai que me concedeu a força da vida e aos meus pais,
Guilherme e Gilza pela força de lutar.
Dedico.*

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela permissão de viver neste mundo físico e pelas suas bênçãos abundantes.

Aos meu pais, Guilherme e Gilza, pelos esforços incansáveis pela nossa família, por ensinarem a importância da educação, mas nunca acima dos princípios universais, por me ensinarem sobre prioridades, sobre família, sobre amor, sobre compreensão, e por terem proporcionado esse caminho para mim.

À minha orientadora, Profa. Dra. Márcia, pela oportunidade de trabalho e pela confiança me dada, por ser além de professora, humana, e compreender as adversidades e dificuldades enfrentadas no mestrado com muita sabedoria e compaixão.

Aos coorientadores Profs Drs. Valéria Paula Rodrigues Minim e Luis Antonio Minim obrigada pelas contribuições dadas e pelo acesso aos laboratórios e equipamentos para execução das análises. À Profa. Dra. Andrea Alves Simiqueli, agradeço pela ajuda e disponibilidade em contribuir para a melhoria deste trabalho.

À estagiária Beatris Serra pelo apoio e ajuda na execução das análises.

Aos pós-graduandos Nataly, Laís, Danielle e Clara pela disponibilidade e auxílio nas análises. À técnica Andressa e Sr. Francisco da Fruticultura, obrigada por toda ajuda e disponibilidade. À Profa Kelly Gandra pelo suporte à realização das análises na UNICAMP.

Aos amigos de Viçosa, sem vocês não sei como aguentaria, Raissa, Jaqueline, Jean, Patty e Larissa.

Aos amigos da Bahia e da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, em especial ao Prof. Dr. Rafael Fontan, que me apoia desde a iniciação científica.

À Alex Costa, que por muitas vezes compreendeu minha angústia e me ajudou a tornar o processo mais leve.

À Universidade Federal de Viçosa, pela oportunidade de realizar a pós-graduação.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela concessão da bolsa de estudos.

RESUMO

MARQUES, Malú de Andrade Marques, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, agosto de 2022. **Óleo de babaçu (*Orbignya speciosa*): Determinação das propriedades físicas e físico-químicas e aplicação em nanoemulsões.** Orientadora: Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal. Coorientadores: Valéria Paula Rodrigues Minim e Luis Antonio Minim.

O coco de babaçu é um fruto comum no norte e nordeste brasileiro, que apesar de ser um fruto representativo para o comércio local, ainda é pouco explorado pela indústria de alimentos. Das amêndoas do coco de babaçu, pode ser obtido um óleo rico em ácidos graxos essenciais com excelentes características térmicas e oxidativas. O objetivo deste trabalho foi determinar as propriedades físicas e físico-químicas de diferentes marcas de óleo de babaçu refinado (*Orbignya speciosa*) comercial, e analisar sua estabilidade térmica e oxidativa, e posteriormente, aplicá-lo em sistemas coloidais, nanoemulsões do tipo óleo em água (O/A), em três proporções (10:90, 20:80 e 30:70) e avaliar o efeito da concentração de goma guar (0%, 0,1%, 0,15% e 0,2%) na estabilidade cinética das nanoemulsões, durante 30 dias de armazenamento a temperatura de 5 °C. A caracterização físico-química do óleo seguiu a metodologia padrão da *American Oil Chemists Society* (AOAC). O perfil de ácidos graxos e triacilglicerídeos foi determinado por cromatografia gasosa. Os teores de compostos fenólicos e carotenoides totais foram determinados por espectroscopia eletrônica. A estabilidade térmica e oxidativa foi obtida por TGA e Rancimat, respectivamente. Foram avaliadas as propriedades físicas densidade, índice de refração e viscosidade a uma faixa de temperatura de 293,15 a 33,15 K. As diferentes formulações de nanoemulsões foram preparadas em um homogeneizador de alta pressão. A estabilidade cinética das nanoemulsões foi avaliada a partir do índice de cremação, potencial zeta, diâmetro médio das gotículas de óleo, polidispersidade, viscosidade e microestrutura. A estabilidade oxidativa foi avaliada por meio dos índices de acidez e de peróxido das nanoemulsões. Os parâmetros físico-químicos de ambas as marcas estão dentro dos limites permitidos pelo Codex Alimentarius e próximos aos encontrados na literatura para óleos vegetais de mesma natureza. A diferença significativa ($p < 0,05$) entre os valores encontrados para as marcas pode ser explicado pelas diferenças de espécies e grau de refino de cada uma. As propriedades físicas estudadas foram inversamente proporcionais ao aumento da temperatura.

Esse fato pode ser relacionado à composição de ácidos graxos majoritariamente saturada do óleo de babaçu que também confere maiores estabilidades oxidativas ao óleo. As nanoemulsões produzidas se mantiveram estáveis cineticamente durante os 30 dias de armazenamento, sendo que o potencial zeta foi o único parâmetro influenciado pelo tempo, diminuindo após os 30 dias. A adição de goma guar proporcionou maior estabilidade ao sistema devido ao aumento da viscosidade da fase aquosa, reduzindo o movimento browniano das gotas. As concentrações de goma e óleo tiveram efeito significativo ($p < 0,05$) no potencial zeta, diâmetro médio das gotículas e pH das amostras. Amostras com 30% de óleo tiveram índices de acidez e peróxidos superiores as demais amostras. As nanoemulsões com adição de goma guar apresentaram menores índices de acidez e peróxido. Contudo, este trabalho demonstrou que o óleo de babaçu possui parâmetros de qualidade interessantes e acetáveis, além de ter fornecido informações úteis para ampliar a aplicação do óleo de babaçu em sistemas alimentares emulsionados.

Palavras-chave: Estabilidade. Ácidos graxos. Nanoemulsões.

ABSTRACT

MARQUES, Malú de Andrade Marques, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, agosto de 2022. Babassu oil (*Orbignya speciosa*): **Determination of physical and physicalchemical properties and application in nanoemulsions**. Adviser: Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal. Co-advisers: Valéria Paula Rodrigues Minim and Luis Antonio Minim.

The babassu coconut is a common fruit in the north and northeast of Brazil, which despite being a representative fruit for local trade, is still little exploited by the food industry. From babassu coconut kernels, an oil rich in essential fatty acids with excellent thermal and oxidative characteristics can be obtained. The objective of this work was to determine the physical and physicochemical properties of different brands of commercial refined babassu oil (*Orbignya speciosa*), and analyze its thermal and oxidative stability, and subsequently, apply it in colloidal systems, oil-in-water (O/W) type nanoemulsions, in three ratios (10: 90, 20:80 and 30:70) and evaluate the effect of guar gomar concentration (0%, 0.1%, 0.15% and 0.2%) on the kinetic stability of the nanoemulsions, during 30 days of storage at 5 °C temperature. The physicochemical characterization of the oil followed the American Oil Chemists Society (AOAC) standard methodology. The profile of fatty acids and triacylglycerides was determined by gas chromatography. The levels of phenolic compounds and total carotenoids were determined by electron spectroscopy. Thermal and oxidative stability was obtained by TGA and Rancimat, respectively. Physical properties density, refractive index, and viscosity were evaluated over a temperature range from 293.15 to 33.15 K. The different nanoemulsion formulations were prepared in a high-pressure homogenizer. The kinetic stability of the nanoemulsions was evaluated from the creamation index, zeta potential, average oil droplet diameter, polydispersity, viscosity and microstructure. The oxidative stability was evaluated using the acidity and peroxide indices of the nanoemulsions. The physicochemical parameters of both brands are within the limits allowed by the Codex Alimentarius and close to those found in the literature for vegetable oils of the same nature. The significant difference ($p < 0.05$) between the values found for the brands can be explained by the differences in species and degree of refining of each. The physical properties studied were inversely proportional to the increase in temperature. This fact may be related to the mostly

saturated fatty acid composition of babassu oil, which also confers greater oxidative stability to the oil. The nanoemulsions produced were kinetically stable during the 30 days of storage, and the zeta potential was the only parameter influenced by time, decreasing after 30 days. The addition of guar gum provided greater stability to the system due to the increased viscosity of the aqueous phase, reducing the Brownian motion of the drops. The gum and oil concentrations had a significant effect ($p < 0.05$) on the zeta potential, mean droplet diameter and pH of the samples. Samples with 30% oil had higher acidity and peroxide indexes than the other samples. The nanoemulsions with added guar gum had lower acidity and peroxide levels. However, this work showed that babassu oil has interesting and feasible quality parameters, and also provided useful information to expand the application of babassu oil in emulsified food systems.

Keywords: Stability. Fatty acids. Nanoemulsion.

LISTA DE FIGURAS

ARTIGO 1:

Figura 3.1 Óleo de babaçu (*Orbignya spceiosa*) extraído por prensagem à frio da marca (A) e (B) da esquerda para a direita espectivamente.....38

Figura 3.2. Curva de decaimento da tensão interfacial do óleo de babaçu (*Orbignya spceiosa*) extraído por prensagem à frio da marca (A).....39

Figura 3.3. Curva de decaimento da tensão interfacial do óleo de babaçu (*Orbignya spceiosa*) extraído por prensagem à frio da marca (B).....39

Figura 3.4. Espectros de FTIR das marcas A e B do óleo de babaçu (*Orbigya speciosa*) obtido por prensagem a frio.....40

Figura 3.5. Curva termogravimétrica TG/DTG do óleo de coco babaçu (*Orbinya speciosa*) marca A a uma taxa de 10°C/min.....44

Figura 3.6. Curva termogravimétrica TG/DTG do óleo de coco babaçu (*Orbinya speciosa*) marca B a uma taxa de 10°C/min.....45

ARTIGO 3:

Figura 3.1. Fotografias das nanoemulsões preparadas com diferentes concentrações de óleo de babaçu, adicionadas de goma guar, avaliadas antes e após o armazenamento a 5 °C.....79

Figura 3.2. Micrografias das nanoemulsões preparadas com diferentes concentrações de óleo de babaçu *Orbigynea Speciosa*, adicionadas de goma guar, avaliadas antes e após o armazenamento a 5 °C.....81

Figura 3.3. Espectros de FT-IR das nanoemulsões preparadas com diferentes concentrações de óleo de babaçu *Orbigynea Speciosa* e de gomar guar após 1 dia armazenadas a temperatura de 5°C.....84

Figura 3.4. Espectros de FT-IR das nanoemulsões preparadas com diferentes concentrações de óleo de babaçu *Orbigyna Speciosa* e de gomar guar após 30 dias armazenadas a temperatura de 5°C.
.....85

LISTA DE TABELAS

ARTIGO 1:

Tabela 3.1 Propriedades físico-químicas do óleo de amêndoas de babaçu extraído por prensagem a frio.....29

Tabela 3.2. Composição de ácidos graxos do óleo de babaçu (*Orbignya speciosa*) extraído por prensagem à frio.....33

Tabela 3.3. Composição em triacilgliceróis (TAGs) no óleo de babaçu (*Orbignya speciosa*) obtido por prensagem a frio.....34

Tabela 3.4. Propriedades físicas do óleo de amêndoas de babaçu (*Orbignya speciosa*) extraído por prensagem à frio.....35

Tabela 3.5. Compostos bioativos do óleo de babaçu refinado das marcas A e B extraídos por prensagem a frio.....41

ARTIGO 2:

Tabela 3.1 Valores médios de viscosidade (mPa.s) do óleo de babaçu obtidos experimentalmente.....56

Tabela 3.2 Valores médios de densidade (kg/m^3) do óleo de babaçu obtidos experimentalmente.....57

Tabela 3.3 Valores médios de índice de refração (mPa.s) do óleo de babaçu obtidos experimentalmente.....58

Tabela 3.4 Valores de Energia de Ativação (E_a) e constante A obtidos através da Equação de Arrhenius (Equação 2.2) para as marcas A e B do óleo de babaçu.....58

Tabela 3.5 Valores das constantes a e b a partir do Modelo WLF Modificado (Equação 2.3) para as marcas A e B do óleo de babaçu.....58

Tabela 3.6 Valores das constantes k e n a partir do Modelo da Lei da Potência (Equação 2.4) para as marcas A e B do óleo de babaçu.....58

Tabela 3.7. Coeficientes da equação linear para predição da densidade (kg/m^3) em função da temperatura (K) obtidos para as marcas A e B de óleo de babaçu.....60

Tabela 3.8. Coeficientes da equação linear para predição do índice de refração em função da temperatura (K) obtidos para as marcas A e B de óleo de babaçu.....61

ARTIGO 3:

Tabela 3.1. Potencial zeta (mV) das gotículas de óleo de babaçu para as nanonanoemulsões em diferentes concentrações de óleo e goma guar no dia 1 e 30 após a homogeneização e armazenamento a 5 °C.....72

Tabela 3.2. Diâmetro médio (d, nm) e índice de polidispersidade (PDI) das gotículas de óleo de babaçu para as nanonanoemulsões em diferentes concentrações de óleo e goma guar no dia 1 e 30 após a homogeneização e armazenamento a 5 °C.....74

Tabela 3.3. pH das nanonanoemulsões em diferentes concentrações de óleo e goma guar no dia 1 e 30 após a homogeneização e armazenamento a 5 °C.....77

Tabela 3.4. Grupos funcionais observados nos espectros de FT-IR das nanoemulsões com óleo de babaçu e seus correspondentes comprimentos de onda e componente a qual pertence.....83

Tabela 3.5. índice de acidez (IA) das nanoemulsões contendo óleo de babaçu em diferentes concentrações de óleo e goma guar nos dias 1 e 30 após a homogeneização e armazenamento a 5°C.....86

Tabela 3.6. índice de peróxido (IP) das nanoemulsões contendo óleo de babaçu em diferentes concentrações de óleo e goma guar nos dias 1 e 30 após a homogeneização e armazenamento a 5°C.....87

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO GERAL	15
ARTIGO 1. QUALIDADE DE ÓLEO REFINADO EXTRAÍDO POR Prensagem a Frio da Amêndoa de Babaçu: Aspectos Químicos, Físicos, Atividade Antioxidante e Estabilidade Térmica e Oxidativa	19
1. INTRODUÇÃO	23
2. MATERIAL E MÉTODOS	24
2.1 Materiais	24
2.2 Caracterização Físico-química do óleo babaçu	25
2.3 Propriedades físicas do óleo de babaçu	25
2.4 2.3.1 Viscosidade	25
2.5 Densidade	25
2.5.2 Índice de refração	26
2.5.3 Cor	26
2.5.4 Tensão Interfacial	27
2.6 Composição de ácidos graxos	27
2.7 Composição de triacilgliceróis	28
2.8 Espectroscopia do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	28
2.9 Ensaio de atividade antioxidante e compostos bioativos	28
2.10 Determinação da estabilidade oxidativa	30
2.11 Determinação da estabilidade térmica	30
2.12 Análise estatística	30
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	30
3.1 Caracterização físico-química do óleo de babaçu	30
3.2 Composição de ácidos graxos	33
3.3 Composição de triglicerídeos	35
3.4 Propriedades físicas do óleo de babaçu	37
3.5 FT-IR	41
3.6 Ensaio de atividade antioxidante e compostos bioativos	42
3.7 Determinação da estabilidade oxidativa do óleo de babaçu	45
3.8 Determinação da estabilidade térmica do óleo de babaçu	45
4. CONCLUSÃO	47
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	48

ARTIGO 2. ESTUDO DO EFEITO DA TEMPERATURA NAS PROPRIEDADES FÍSICAS DENSIDADE, VISCOSIDADE E ÍNDICE DE REFRAÇÃO DO ÓLEO DE BABAÇU (<i>Orbignya speciosa</i>) DE 20°C A 60°	54
1. INTRODUÇÃO	56
2. MATERIAL E MÉTODOS	57
2.1 MATERIAIS	57
2.2 Propriedades volumétricas	57
2.3 Propriedades viscosímetricas	58
2.4 Índice de refração (IR)	58
2.5 Predição dos dados de viscosidade	59
2.6 Obtenção de modelos lineares para densidade e IR:	60
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	60
3.1 Densidade, viscosidade e índice de refração experimentais	60
4. CONCLUSÃO	66
5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	66

ARTIGO 3. ESTABILIDADE CINÉTICA E OXIDATIVA DE NANONANOEMULSÕES ÓLEO DE BABAÇU (<i>Orbignya Phalerata Mart</i>) EM ÁGUA: EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE ÓLEO E GOMA GUAR	69
1. INTRODUÇÃO	73
2. MATERIAL E MÉTODOS	74
2.1 Material	74
2.2 Desing experimental	75
2.3 Preparo das nanonanoemulsões	75
2.4 Caracterização das nanonanoemulsões	76
2.4.1 ph das nanonanoemulsões	76
2.4.2 Potencial zeta (ζ)	76
2.4.3 Diâmetro médio e Índice de polidispersidade	76
2.4.4 Estabilidade macroscópica	77
2.4.5 Microestrutura	77
2.5 Espectroscopia do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	77
2.6 Estabilidade oxidativa	77
2.6.1 Índice de peroxido	78
2.6.2 Índice de acidez	78
2.7 Análise Estatística	79
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	79

3.1 Potencial zeta da nanoemulsão	79
3.2 Diâmetro médio e índice de polidispersidade da emulsão	81
3.3 pH das nanonanoemulsões	85
3.4 Estabilidade macroscópica da emulsão.....	86
3.5 Microscopia	87
3.6 Espectroscopia do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) das nanoemulsões	90
3.7 Estabilidade oxidativa da emulsão	93
4. CONCLUSÃO	97
5. REFERENCIAS	97
CONCLUSÃO GERAL.....	102

INTRODUÇÃO GERAL

Lípídeos são macromoléculas orgânicas, como triglicerídeos, fosfolípídios, esteróis e ácidos graxos que participam de diversos processos biológicos no organismo humano e possuem funções energéticas e estruturais. A principal fonte de lipídios são os óleos e gorduras naturais compostas por ácidos graxos essenciais para o desempenho de funções cerebrais e celulares. Apesar da importância, alguns ácidos graxos ainda precisam ser adquiridos por ingestão de óleos comestíveis (HERCULANO et al., 2021; GUNSTONE, 2011).

Os óleos comestíveis são obtidos de frutos ou amêndoas por diversos métodos de extração, e são utilizados pela indústria de alimentos como ingredientes para alimentos processados ou como ingrediente básico para dieta humana. A ingestão equilibrada de ácidos graxos de óleos vegetais auxilia nas funções metabólicas e controlam o desenvolvimento de doenças inflamatórias e cardiovasculares (KOIDIS, OSORIO & ARGUELLO, 2013).

O nordeste brasileiro apresenta uma vegetação rica em oleaginosas que ainda não foram totalmente estudadas para fins tecnológicos, como por exemplo o babaçu (*Orbignya phalerata* Mart.). O babaçu é uma palmeira pertencente à família das palmeiras (*Arecaceae*), encontrada no Norte, Nordeste e Centro-Oeste, principalmente nas regiões de transição entre o Cerrado e a Caatinga e nas florestas abertas do sul da Amazônia. O babaçu pode chegar a ter até 30 m de altura e os cocos dispostos em cachos com 15 a 20 frutos são constituídos de epicarpo, mesocarpo, endocarpo e amêndoas (MOURA et al., 2019; SALES et al., 2020; SILVA et al., 2021).

Os produtos derivados do babaçu são utilizados há muitas gerações no tratamento de gastrites, feridas, inflamações e cólicas, devido aos efeitos anti-inflamatórios, antioxidantes, antimicrobianos e imunomoduladores. Comercialmente, a amêndoa é a parte mais valiosa do fruto, porque contém cerca de 60% de óleo vegetal (MOURA et al., 2019; SALES et al., 2020; SILVA et al., 2021; TEIXEIRA, 2008; PEREIRA et al., 2020; PEREIRA et al., 2022). O óleo de babaçu possui cerca de 90% de ácidos graxos saturados, o que o torna particularmente especial para a indústria por ser resistente à oxidação, facilmente absorvido e por conter ácidos graxos de cadeia média com alta capacidade de saponificação, poder emoliente e alta

temperatura de fusão. Dentre os ácidos graxos saturados, o principal é o ácido láurico (aproximadamente 50%) (PEREIRA et al., 2022; PEREIRA et al., 2020).

Outro aspecto significativo da exploração da palmeira de babaçu é a renda financeira atrelada às atividades extrativistas, econômicas e no Brasil (TEIXEIRA, 2008). Inúmeros produtos e serviços são derivados dos babaçuais e servem de meio de vida para comunidades e agricultores familiares, embora apenas a produção comercializada de amêndoas seja reconhecida pelas estatísticas oficiais de extração vegetal (IBGE, 2006, 2016). Além disso, há um fator social importante atrelado ao consumo e exploração de óleos vegetais alternativos, que é o impacto socioambiental gerado pela atual agricultura. Devido às preocupações com o desmatamento e suas consequências, tornou-se necessária a exploração de produções alternativas que preservassem e conservassem as cadeias produtivas, sobretudo valorizando a agricultura (PORRO, 2019; GEISSDOERFER et al., 2017).

A indústria de alimentos depende fortemente da tecnologia de produção de emulsões, devido ao grande número de produtos alimentícios que são produzidos através da emulsificação de duas fases imiscíveis. Bebidas refrigeradas carbonatadas, leite, creme, molhos para salada, maioneses, sopas, molhos, manteigas e margarinas são exemplos de emulsões, que para serem fabricadas necessitam da presença de um emulsificante (GUZEY & McCLEMENTS, 2006).

Os emulsificantes são substâncias que podem ser adsorvidas nas interfaces das gotículas de óleo emulsionadas e reduzem a tensão interfacial entre as fases aquosa e oleosa impedindo a formação de uma fase única. Os emulsificantes mais comuns da indústria de alimentos são proteínas anfifílicas, polissacarídeos, fosfolipídios e surfactantes. A goma guar é um polissacarídeo que tem sido utilizado nas indústrias alimentícia, farmacêutica e cosmética para estabilização de emulsões devido à sua propriedade de formar soluções altamente viscosas em concentração muito baixa (GUZEY & McCLEMENTS, 2006; MUDGIL, BARAK, & KHATKAR, 2016), BABA et al., 2018).

Neste contexto, este trabalho foi separado em 3 artigos, sendo o primeiro o estudo das propriedades físico-químicas, físicas e funcionais do óleo de babaçu refinado extraído a frio (*Orbignya speciosa*) e sua composição; no segundo artigo foi realizado um estudo das propriedades físicas viscosidade, densidade e índice de refração do óleo em diferentes temperaturas. Por fim, no terceiro artigo foi avaliado o

efeito de diferentes concentrações de goma guar na estabilidade cinética das nanoemulsões armazenadas a temperatura de 5 °C durante o período de 30 dias afim de determinar a potencial aplicação do óleo de babaçu em sistemas emulsionados.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BABA, W. N., Techno-functional properties of yoghurts fortified with walnut and flaxseed oil emulsions in guar gum, **LWT - Food Science and Technology**, v. 92, p.242-249, 2018.

GEISSDOERFER, M., et al., The circular economy — a new sustainability paradigm? **Journal of Cleaner Production**, v. 143, p. 757-768, 2017.

GUNSTONE, F. D., Vegetable Oils in Food Technology: Composition, **Properties and Uses**, Second Edition.

GUZEY, D. MCCLEMENTS, J., Formation, stability and properties of multilayer emulsions for application in the food industry, **Advances in Colloid and Interface Science**, p. 227–248, 2006.

HERCULANO, L. S. The correlation of physicochemical properties of edible vegetable oils by chemometric analysis of spectroscopic data, **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 245, 2021.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA-IBGE. **Censo Agropecuário 2006**: segunda apuração. Rio de Janeiro: IBGE, 2006.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA-IBGE. **Produção da Extração Vegetal e da Silvicultura 2016** Rio de Janeiro: IBGE, 2016.

KOUIDIS, A., OSORIO ARGUELLO, M. T. Identification of oil mixtures in extracted and refined vegetable oils, **Lipid Technology**, v. 25, ed. 11, p. 241-264, 2013.

MORAIS, J. P. G., et al., Inclusion of babassu bran produced in milk production in Amazonia, **Tropical Animal Health and Production**, v. 53, n. 527, 2021.

MUDGI, D., BARAK, S., KHATKAR, B. S. Development of functional yoghurt via soluble fiber fortification utilizing enzymatically hydrolyzed guar gum, **Food Bioscience**, v. 14, p. 28-33, 2016.

PORRO, R. The invisible babassu economy and its importance for livelihoods in agro-extractivist communities. **Boletim do Museu Paraense Emílio Goeldi. Ciências Humanas**, v. 14, n. 1, p. 169-188, 2019.

PEREIRA, S.N.G., et al., Non-destructive detection of soybean oil addition in babassu oil by MIR spectroscopy and chemometrics, **LWT – Food Science and Technology**, n. 154, 2022.

PEREIRA, P. T. V. T. et al., Supplementation with babassu oil reduces fatigue and inflammation in breast cancer patients: A pilot randomized clinical trial, **Journal of Functional Foods**, v. 73, 2020.

SILVA, et al., Biocomposites based on poly(hydroxybutyrate) and the mesocarp of babassu coconut (*Orbignya phalerata Mart.*): effect of wax removal and maleic anhydride-modified polyethylene addition, **Journal of Materials Research and Technology**, v. 15, p. 3161-3170, 2021.

TEIXEIRA, M. A., Babassu—A new approach for an ancient Brazilian biomass, **Biomass and Bioenergy**, v. 32, n. 9, p. 857-864, 2008.

ARTIGO 1. QUALIDADE DE ÓLEO REFINADO EXTRAÍDO POR Prensagem A Frio DA AMÊNDOA DE BABAÇU: ASPECTOS QUÍMICOS, FÍSICOS, ATIVIDADE ANTIOXIDANTE E ESTABILIDADE TÉRMICA E OXIDATIVA

RESUMO

É crescente a demanda por fontes alternativas de óleos vegetais no mundo. O óleo de coco de babaçu vem se destacando como excelente fonte de ácidos graxos essenciais para nutrição humana. A escassez de estudos publicados acerca de suas propriedades dificulta a sua aplicabilidade na indústria de alimentos. Por esse motivo, o presente estudo teve o objetivo de investigar as propriedades físicas e químicas do óleo de coco de babaçu, bem como sua estabilidade térmica e oxidativa. Para tanto, duas marcas comerciais (A e B) de óleo de babaçu refinado prensado a frio foram caracterizadas físico-quimicamente. Os valores de índice de acidez, peróxido, saponificação, iodo, umidade, cinzas, densidade, viscosidade e índice de refração à 25°C foram 1,91 e 0,62% em ácido láurico, 3,37 e 5,53 meq O²/kg de óleo, 202,58 e 212,11 mg KOH/g de óleo, 14,56 e 13,52 g I² por 100g de óleo, 0,52 e 0,02% de umidade, 0,05 e 0,05% de cinzas, 0,92 e 0,91 g/cm³, 44,88 e 48,91 mPa.s, 1,46 e 1,46 para as marcas A e B, respectivamente. As coordenadas colorimétricas obtidas indicam que a tonalidade do óleo A é mais próxima do amarelo do que o da marca B. O perfil de ácidos graxos e triglicerídeos obtido por cromatografia gasosa (GC) revelaram que os ácidos graxos do óleo de babaçu são predominantemente saturados (85,16% em A e 86,07% em B), sendo o ácido láurico (L) o de maior porcentagem (44,80% marca A e 45,44% marca B), seguido de mirístico (M), oleico (O) e caprílico (C); e os triglicerídeos predominantes foram: LLL, CLL e LLM. A estabilidade térmica foi monitorada por curvas termogravimétricas TG/DTG e partir de 232°C (A) e 217 °C (B), temperaturas onde se nota uma perda de massa acentuada (>2%). A tensão interfacial das amostras foi medida pelo método da gota pendente à 25 °C usando um tensiômetro. Quanto a estabilidade oxidativa avaliada pelo método do *Rancimat*, o período de indução (h) foi 27,85 h e 12,88 h para A e B, respectivamente. O teor de compostos fenólicos (0,09 e 0,06 mg ácido gálico/ g), teor de carotenoides totais (1,3 e 2,36 µg β-caroteno/g) e de radicais antioxidantes DPPH (108,43 e 94,29 µMol trolox/g) são fundamentais para auxiliar na estabilidade oxidativa do óleo, uma vez

que agem como antioxidantes naturais que preservam a qualidade da matéria-prima. A tensão interfacial do óleo foi 6,07 e 13,48 mN.m⁻¹ para as marcas A e B, respectivamente; valores baixos podem ser explicados pela presença de ácidos graxos livres e biocompostos que funcionam como surfactantes naturais. As curvas de FTIR comprovaram a autenticidade das amostras, uma vez que os pela presença de picos mais acentuados que se referem aos grupos funcionais com ligações saturadas, o que corrobora com a composição majoritariamente saturada dos ácidos graxos do óleo de babaçu. A diferença entre as duas amostras pode ser explicada pela diferença de espécie da palmeira de extração e pelo grau de refino a que foram submetidas. Dessa maneira, o óleo de babaçu pode ser considerado de boa qualidade para consumo humano, por apresentar propriedades físico-químicas que atendem os limites permitidos pelo Codex Alimentarius, além disso, as propriedades físicas, térmicas e oxidativas sugerem sua aplicação na indústria de alimentos.

Palavras-chave: Estabilidade. Acidez. Oxidação.

ABSTRACT

The demand for alternative sources of vegetable oils in the world is increasing. The babassu coconut oil has been highlighted as an excellent source of essential fatty acids for human nutrition. The scarcity of published studies about its properties hinders its applicability in the food industry. For this reason, the present study aimed to investigate the physical and chemical properties of babassu coconut oil, as well as its thermal and oxidative stability. To this end, two commercial brands (A and B) of cold-pressed refined babassu oil were physicochemically characterized. The values of acidity index, peroxide, saponification, iodine, moisture, ash, density, viscosity and refractive index at 25 °C were 1.91 and 0.62% lauric acid, 3.37 and 5, 53 meq O₂/kg oil, 202.58 and 212.11 mg KOH/g oil, 14.56 and 13.52 g I₂ per 100g oil, 0.52 and 0.02% moisture, 0.05 and 0.05% ash, 0.92 and 0.91 g/cm³, 44.88 and 48.91 mPa. s, 1.46 and 1.46 for brands A and B, respectively. The colorimetric coordinates obtained indicate that the hue of oil A is closer to yellow than that of brand B. The profile of fatty acids and triglycerides obtained by gas chromatography (GC) revealed that the fatty acids in babassu oil are predominantly saturated (85.16% in A and 86.07% in B), being lauric acid (L) the one with the highest percentage (44.80% brand A and 45.44% brand B), followed by myristic (M), oleic (O) and caprylic (C); and the predominant triglycerides were: LLL, CLL and LLM. Thermal stability was monitored by TG/DTG thermogravimetric curves starting at 232 °C (A) and 217 °C (B), temperatures where a marked mass loss (>2%) is observed. The interfacial tension of the samples was measured by the drop dangling method at 25°C using a tensiometer. As for the oxidative stability evaluated by the Rancimat method, the induction period (h) was 27.85 h and 12.88 h for A and B, respectively. The content of phenolic compounds (0.09 and 0.06 mg gallic acid/g), total carotenoid content (1.3 and 2.36 µg β-carotene/g) and DPPH antioxidant radicals (108.43 and 94.29 µMol trolox/g) are fundamental to assist in the oxidative stability of the oil, since they act as natural antioxidants that preserve the quality of the raw material. The interfacial tension of the oil was 6.07 and 13.48 mN.m⁻¹ for brands A and B, respectively; low values can be explained by the presence of free fatty acids and biocompounds that act as natural surfactants. The FTIR curves proved the authenticity of the samples, since the by the presence of more pronounced peaks that refer to functional groups with saturated

bonds, which corroborates the mostly saturated composition of the fatty acids in babassu oil. The difference between the two samples can be explained by the difference in species of the extracting palm and the degree of refining to which they were submitted. Thus, babassu oil can be considered of good quality for human consumption, as it presents physical-chemical properties that meet the limits allowed by the Codex Alimentarius. In addition, the physical, thermal and oxidative properties suggest its application in the food industry.

Keywords: Stability. Acidity. Oxidation

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, a demanda por óleos vegetais comestíveis tem aumentado devido ao amplo uso de óleos na culinária, processamento de alimentos e indústrias químicas (GASHAW; TESHITA, 2014; MELO et al., 2019). A ingestão de óleos e gorduras vegetais em quantidades ideais pode ter um papel essencial na manutenção da saúde humana (MELO et al., 2019; CUI et al., 2017). Além disso, são indispensáveis para dieta humana como fornecedores de ácidos graxos essenciais e compostos bioativos lipossolúveis (SERRA et al., 2019).

A demanda atual por óleos e gorduras destinados ao consumo humano com ênfase em alimentos saudáveis têm aumentado o interesse por fontes alternativas de óleos vegetais (DORNI et al., 2018). Atrelado a isso, há uma discussão atual sobre o desenvolvimento de sistemas alimentares baseados em novos valores sociais e preocupações com o desmatamento e suas consequências (MORAIS et al., 2021). Entre os produtos da sociobiodiversidade brasileira estão aqueles derivados do manejo extrativista e agroextrativista da palmeira babaçu, *Attalea speciosa* (CARVALHAES; OLIVEIRA 2017).

As palmeiras são consideradas as espécies vegetais mais promissoras capazes de produzir óleos vegetais (DEL RÍO et al., 2016). As palmeiras do complexo babaçu (*Attalea* sp.) são amplamente distribuídas na América tropical, sendo nativa do bioma Cerrado (savana neotropical) no Brasil Central (OLIVEIRA et al., 2016), onde possui uma área de cerca de 12 milhões de hectares plantados. Apesar das quedas progressivas na produção, em 2016 foram registradas mais de 60 mil toneladas de amêndoas (PORRO, 2019; EMBRAPA, 2014; IBGE, 2016). O óleo vegetal obtido por meio da trituração e prensagem das amêndoas, é um importante recurso econômico e de nutrição, e é utilizado na região para a produção de alimentos, cosméticos e sabão (IBGE, 2015).

O óleo do coco de babaçu apresenta uma coloração branca a levemente amarelada que corresponde a 4% do peso total do fruto (PESSOA et al., 2014). Sua comercialização é prejudicada pela escassez de informação sobre suas características físico-químicas, sua estabilidade térmica e suas propriedades intrínsecas. Esses estudos são importantes para propagação da matéria-prima para fins agroindustriais (NEVES et al., 2013; RIBEIRO et al., 2016).

Apesar da grande variedade de óleos comestíveis disponíveis no mercado, as informações sobre suas propriedades físicas ainda são insuficientes, dificultando a escolha de óleos adequados para consumo e apropriados para aplicação na indústria de alimentos. Há poucos dados disponíveis sobre a composição do óleo de babaçu refinado extraído pelo método de prensagem a frio. Óleos obtidos por prensagem a frio são mais seguros para serem consumidos, pois o processo não envolve calor ou extração química, resultando em óleos de alta qualidade (ÇAKALOĞLU et al., 2018). Melo et al. (2019), Bauer et al. (2020) e Serra et al. (2019) forneceram informações valiosas sobre a caracterização físico-química, compostos antioxidantes e estabilidade oxidativa do óleo de babaçu bruto e extra virgem, mas pouco se tem publicado sobre o mesmo óleo extraído por prensagem a frio e refinado.

A escassez de estudos relacionados a caracterização do óleo de babaçu refinado reduz a sua aplicabilidade, o que sugere o aprofundamento dos estudos acerca do tema. Nesse contexto, o objetivo deste trabalho foi realizar a caracterização físico-química de diferentes marcas comerciais de óleo do coco de babaçu refinado (*Orbignya speciosa*); determinar as propriedades físicas de viscosidade, densidade, tensão interfacial, cor e índice de refração, determinar o perfil de ácidos graxos e de triglicerídeos que o compõem, quantificar os compostos antioxidantes e biocompostos, e por fim, obter informação acerca da sua estabilidade térmica e oxidativa.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Materiais

Foram adquiridas duas marcas comerciais de óleo de babaçu: marca A (código do lote: 02683E20, data de envase 15/05/2020), adquirido do Mundo dos Óleos (Brasília – DF, Brasil), espécie *Orbignya Oleifera Palmaceae*, e marca B (código do lote OBREF-22102020) da Coopalj, espécie *Orbygnia Phalerata Mart.* Optou-se pela aquisição de duas marcas de óleo para averiguar possíveis diferenças entre as espécies da palmeira de origem e a região de cultivo e para aumentar a confiabilidade dos resultados encontrados. No Brasil, pouco se comercializa óleo de babaçu refinado, dessa forma, foram escolhidas uma marca nacionalmente conhecida (A) de Brasília, e outra marca extraída pela Cooperativa dos Pequenos Produtores

Agroextrativistas de Lago do Nico, na cidade Lago do Junco – Maranhão. Os dois óleos foram extraídos por prensagem a frio, seguido de filtração e pela etapa de refino. Todos os demais reagentes e produtos químicos utilizados foram de qualidade analítica.

2.2 Caracterização Físico-química do óleo babaçu

Umidade, cinzas, índice de peróxido, índice de acidez, índice de iodo e índice de saponificação foram determinados em triplicata, e seguindo a metodologia padrão da American Oil Chemist's Society (AOCS, 2004).

2.3 Propriedades físicas do óleo de babaçu

Todas as propriedades físicas do óleo de babaçu foram mensuradas à temperatura de 25°C.

2.3.1 Viscosidade

A viscosidade das amostras de óleo foi observada em um reômetro rotativo (Brookfield, R/S plus SST 2000) com temperatura controlada por um banho termostático acoplado ao equipamento. Os ensaios foram realizados utilizando geometria de cilindros concêntricos em aço inoxidável (sensor CC45). Para determinação do comportamento ao escoamento, medidas de tensão de cisalhamento e de viscosidade absoluta foram obtidas aplicando-se uma rampa contínua na taxa de deformação de 0,01 a 200 s⁻¹. O modelo reológico de Newton (Equação 1.1) foi ajustado aos dados experimentais.

$$\tau = \eta \dot{\gamma}$$

(1.1)

Em que τ é a tensão de cisalhamento (Pa); η é a viscosidade absoluta (Pa.s); e $\dot{\gamma}$ é a taxa de deformação (s⁻¹).

2.3.2 Densidade

A densidade das amostras foi determinada usando um medidor de densidade (Schmidt Haensch EDM) a uma pressão atmosférica de $p = 0,1$ MPa. A precisão das medidas foi $\pm 0,000007$ g-cm⁻³. O medidor de densidade foi ajustado e calibrado

utilizando ar seco e água destilada de acordo com as instruções do fabricante. Entre as medições, o prisma do densímetro foi higienizado com metanol 70% e água ultrapura.

2.3.3 Índice de refração

O índice de refração das amostras foi medido em um Refratômetro Abbemat 200 – Anton Paar em um comprimento de onda 589nm, uma pressão atmosférica de $p = 0,1$ MPa com uma reprodutibilidade de controle de temperatura de 0,01 K, com precisão de $\pm 0,0002$. Cada medição foi repetida três vezes, e o índice de refração de cada amostra foi calculado como uma média obtida a partir das três medidas. A precisão nas leituras do instrumento era $\pm 0,0002$. Antes de medir cada amostra, o refratômetro foi calibrado com água ultrapura em 25°C. O metanol foi usado para limpar a superfície do prisma refratômetro. A incerteza expandida estimada ($k = 1,96$) para medição do índice de refração estava abaixo de 0,0014.

2.3.4 Cor

A cor do óleo foi avaliada por meio de um colorímetro Color Quest XE (HunterLab, Reston, USA). Os resultados foram fornecidos no sistema CIELAB (Commission Internationale de l'Eclairage) para o iluminante D_{65} e um ângulo de visão de 10°. Os dados de cores foram expressos pelas coordenadas L^* , a^* e b^* , onde L^* corresponde à luminosidade do óleo; a^* corresponde à transição de verde ($-a^*$) para o vermelho ($+a^*$); e b^* à transição do azul ($-b^*$) para o amarelo ($+b^*$). Os parâmetros de ângulo de matriz (h^*) e croma (c^*) foram calculados a partir de dados de a^* e b^* (PATHARE; OPARA; AL-SAID, 2013; SANTOS et al., 2013). O valor da diferença absoluta de cor entre as marcas resulta no no fator ΔE^* (COSTA et al, 2015). O cálculo ΔE^* foi obtido pela equação 1.2.

$$\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad (1.2)$$

Em que: ΔE^* é a variação total da coloração; ΔL^* é variação da luminosidade (L^* da Marca A menos L^* da marca B); Δa^* e Δb^* é a variação das coordenadas cromáticas da marca A menos a marca B).

2.3.5 Tensão Interfacial

A tensão interfacial entre óleo de babaçu e água foi determinada pelo método da gota pendente à 25 °C usando um tensiômetro PAT-1 (Sinterface Technologies eK, Berlim, Alemanha) como descrito por Simiqueli et al. (2019), com adaptações. Uma gota de óleo (área de aproximadamente 25 mm²) foi formada automaticamente na ponta do capilar do tipo reto, que foi inserido em uma cubeta de quartzo contendo água ultrapura. A imagem da gota foi capturada e digitalizada por uma câmera CCD e a medição começou a ser registrada após 1-2 segundos da formação da gota pendente. Foram realizadas pelo menos três medições e a temperatura foi mantida em 25°C através de um banho termostático acoplado ao tensiômetro, entre as medições, o capilar e a cubeta foram higienizados com metanol 70% e água ultrapura. A tensão interfacial de equilíbrio foi calculada analisando o perfil da gota e ajustada à equação de Laplace, utilizando o software específico do dispositivo (Tensiometer Sinterface PAT 1 vers. 8.01). O perfil de decaimento da tensão interfacial foi monitorado até 8500s. Antes de todas as medições, a tensão superficial da água deionizada a 25 °C foi verificada (cerca de 72 ± 0,5 mN/m). As medidas de todas as soluções foram realizadas em triplicata e os resultados expressos como valores médios.

2.4 Composição de ácidos graxos

A composição de ácidos graxos seguiu o método AOCS Ce 2-66 (AOCS, 2009). A preparação dos ésteres metílicos de ácidos graxos foi realizada de acordo com Hartman & Lago (1973). As análises foram realizadas por cromatógrafo a gás (CGC Agilent 6850 Series GC System, Santa Clara, CA, EUA) com uma coluna capilar DB-23 (50% cyanopropil-methylpolysiloxane, com dimensões de 60 m de comprimento e 0,25 mm diâmetro interno, contendo 0,25 µm de espessura de filme em seu interior). As seguintes condições operacionais utilizadas foram: temperatura do forno: 110 °C - 5 min., 110 – 215 °C (5 °C/min), 215 °C - 24 min; temperatura do detector: 280 °C; temperatura do injetor: 250 °C; gás portador: hélio, proporção de injeção dividida de 1:50; volume de injeção: 1,00 mL/min e velocidade linear 24 cm/seg. Os ácidos graxos foram identificados comparando seus tempos de retenção com os respectivos padrões comerciais de ácidos graxos. A composição quantitativa foi determinada pela

normalização da área e expressa em porcentagem de massa de acordo com o AOCS (2009).

2.5 Composição de triacilgliceróis

Os triacilgliceróis (TAG) foram determinados pelo método AOCS Ce 5-86 (AOCS, 2009) por cromatografia em fase capilar (CGC Agilent 6850 Series GC System, Santa Clara, CA, EUA) com uma coluna capilar DB-17HT (Agilent Catalog nº 122-1811 50% phenyl-methylpolysiloxane, com dimensões de 10 m, Ø int: 0,25 mm e 0,15 µm de filme). A análise foi realizada nas seguintes condições de operação: temperatura da coluna: 250 – 350 °C a uma taxa de 5 °C/min; gás de arraste: hélio a uma taxa de fluxo de 1,0 mL/min; temperatura do injetor: 360 °C; temperatura do detector: 375 °C; volume injetado: 1,0 µL; concentração da amostra: 10 mg/mL em tetra-hidrofurano. A avaliação qualitativa foi determinada comparando os tempos de pico de retenção com os respectivos picos padrão de ácidos graxos, e a composição quantitativa foi acessada por normalização da área.

2.6 Espectroscopia do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Os grupos funcionais das amostras de óleo foram avaliados por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), uma vez que todas as substâncias moleculares orgânicas e inorgânicas absorvem radiação na região do infravermelho. As análises foram obtidas em espectrofotômetro (660-IR, Varian, EUA) equipado com um acessório de reflexão atenuada (GladiATR, PIKE Technologies, EUA) sobre a região de 400-4000 cm⁻¹ com 16 varreduras e 4 cm⁻¹ de resolução espectral.

2.7 Ensaios de atividade antioxidante e compostos bioativos

2.7.1 Teor de Compostos Fenólicos Totais

Para obtenção do teor de compostos fenólicos foram preparados extratos metanólicos do óleo de babaçu, de acordo com a metodologia explicada por Bauer et al. (2019). Os extratos foram obtidos por meio da mistura de 5,0 ± 0,1 g de óleo e 1,0

mL de solução de metanol/água (80:20 v/v) e agitados em um vórtex por 2 min. Essa mistura foi centrifugada a 1080rpm durante 10 min e a fração metanólica sobrenadante foi coletada com o auxílio de uma seringa. Esse procedimento foi realizado por três vezes e os sobrenadantes coletados foram utilizados como extrato.

Após o preparo do extrato, os compostos fenólicos foram determinados utilizando o Reagente Folin-Ciocalteu (FCR). Uma solução de ácido gálico 0,1 mg/mL foi utilizada para construção da curva de calibração analítica, que variou de 0,01 a 0,1 mg/mL. 0,2 mL de extrato metanólico foi adicionado a 0,2mL de FCR. Transcorridos 4 minutos, foi adicionado 1,6mL de solução aquosa de carbonato de cálcio a 5% (m/v) e a mistura permaneceu em um banho termoeletrizado a 40°C, em seguida foram as amostras foram averiguadas em um espectrofotômetro UV-Vis PerkinElmer (Lambda 35) a 750 nm, sendo o branco metanol. O teor de compostos fenólicos totais foi expresso em mg de ácido gálico expresso em 100g de óleo de babaçu.

2.7.2 Teor de Carotenoides Totais

O teor de carotenoides totais foi determinado por espectrofotometria UV-Vis Perkin-Elmer (Lambda 35), seguindo a metodologia descrita por Rodriguez-Amaya (2001). A quantificação foi obtida pela absorção no comprimento de onda de absorção máxima (450 nm) e calculada considerando uma absorvidade de 2592, em éter de petróleo. Os valores foram expressos como μg de β -caroteno por grama de óleo (μg β -caroteno/g).

2.7.3 Atividade anti-radical livre 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH)

A análise foi realizada utilizando o radical livre 2,2-difenil-1-picrilhidrazil (DPPH) de acordo com o método descrito por Kim *et al.* (2002), com modificações. Foi preparada uma solução de DPPH 0,1 mmol.L⁻¹ dissolvido em etanol 80%. A curva de calibração foi preparada utilizando o trolox. Foram feitas cinco diluições sequencias da amostra a fim de se obter valores de absorbância na faixa da curva padrão. 3,5 mL da solução de DPPH foi adicionada em 0,5 mL de cada amostra e a leitura foi feita após 1 hora de reação em espectrofotômetro UV-VIS 1601Pc marca Shimadzu (Kyoto, Japão) no comprimento de onda 517 nm. A análise foi feita em triplicata. Por fim, os resultados foram expressos em capacidade antioxidante equivalente ao trolox (μM de trolox/L de extrato).

2.8 Determinação da estabilidade oxidativa

A determinação da estabilidade oxidativa se deu pelo índice de estabilidade oxidativa obtido por meio de um Rancimat Oxidative Stability Instrument (Biodiesel Rancimat 873). Para tanto, os tubos Rancimat padrão contendo $2,5 \pm 0,1$ g de amostra de óleo de babaçu foram aquecidas a $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ e um fluxo de ar de 10 L/h foi passado através das amostras de óleo. Os gases liberados dentro da oxidação foram transferidos para uma célula condutimétrica contendo 50 mL de água destilada, enquanto alterações na condutividade da solução foram plotadas em um gráfico durante o tempo. A estabilidade oxidativa foi determinada como o tempo (em horas) que revelou o ponto de inflexão da curva denominado tempo de indução.

2.9 Determinação da estabilidade térmica

O comportamento térmico do óleo de babaçu foi monitorado através da curva termogravimétrica (TG) obtida utilizando uma balança termogravimétrica modelo DTG-60 H (Shimadzu, Kyoto, Japão), seguindo os parâmetros: fluxo de ar de $50\text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$, intervalo de temperatura de 25 a $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, taxa de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, cadinho de alumina e massa de $3,50\text{ mg} \pm 0,5$. Os termogramas obtidos foram registrados e o comportamento térmico foi observado através da derivada da curva termogravimétrica (DTG) plotada através do programa *SigmaPlot*, no qual as variações de transições térmicas foram medidas.

2.10 Análise estatística

As medições foram realizadas em triplicada e os dados obtidos foram relatados com média \pm desvio padrão (DP). A diferença significativa entre as marcas de óleo foi averiguada pela análise de variância ANOVA a um grau de significância de $0,05\%$ através do programa *SigmaPlot*.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização físico-química do óleo de babaçu

Tabela 3.1. Propriedades físico-químicas do óleo de amêndoas de babaçu (*Orbignya speciosa*) extraído por prensagem à frio.

Parâmetro	Óleo A	Óleo B	Valor de referência*
Índice de acidez (% ác. Láurico m/m)	1,91 ± 0,01 ^a	0,62 ± 0,44 ^b	-
Índice de acidez (meq KOH/g)	0,006 ± 0,01 ^a	0,002 ± 0,01 ^a	0,06
Índice de peróxido (meq O ₂ /kg óleo)	3,37 ± 0,03 ^a	5,53 ± 0,04 ^b	10
Índice de saponificação (mg KOH/g óleo)	202,58 ± 0,14 ^a	212,11 ± 0,72 ^b	-
Índice de iodo (g I ₂ /100g óleo)	14,56 ± 0,23 ^a	13,52 ± 0,12 ^b	-
Teor de resíduos por incineração (%)	0,05 ± 0,01 ^a	0,05 ± 0,01 ^a	-
Matéria volátil a 105 °C (%)	0,05 ± 0,01 ^a	0,02 ± 0,01 ^b	0,2
Período de indução (h)	27,85 ± 6,72 ^a	54,66 ± ^b	-

Os dados representam a média ± desvio padrão das determinações em triplicata.

* Limites máximos de acordo com o Regulamento da Comissão do Codex Alimentarius (2015) para a categoria de qualidade de óleo vegetal especificado e comestível.

As médias seguidas por letras diferentes na mesma linha são significativamente diferentes pelo teste t a 5% de probabilidade.

As características físico-químicas do óleo de coco babaçu refinado das marcas A e B estão apresentadas na Tabela 3.1. Todos os parâmetros avaliados se encontram dentro dos limites permitidos pela regulamentação da Comissão do Codex Alimentarius (2015) para a categoria de óleo vegetal comestível, em ambas as marcas avaliadas. Em geral, essas propriedades estão relacionadas à qualidade da matéria-prima, às condições de processamento e armazenamento e à composição em ácidos graxos de óleos e gorduras (BAUER et al., 2019). Parâmetros dentro dos limites permissíveis demonstram o potencial do óleo de babaçu refinado para aplicação na indústria de alimentos. Diferentes variedades, diferentes fatores climáticos e

geográficos podem ter resultado em diferenças estatísticas significativas entre as amostras, uma vez que além da diferença de espécie, as amostras também tem origem geográfica diferentes (VALASI; KOKOTOU; PAPPAS, 2021).

O valor de acidez encontrado foi de 1,91% de ácido láurico para a marca A e 0,62% para B. O índice de acidez, índice mais importante para avaliar qualidade de óleos, representa o número de ácidos graxos livres após a hidrólise de triglicerídeos (MELO et al., 2019; NKENGURUTSEA et al., 2019). Alguns fatores externos como temperatura, umidade, exposição a luz e ação de enzimas podem acelerar o processo da quebra dos triglicerídeos em ácidos graxos livres (VICENTINI-POLETTE et al., 2021). Valores baixos de acidez expressos em med KOH/g ($<0,06$) como os apresentados pelas amostras, indicam que possivelmente os triglicerídeos não foram hidrolisados, o que sugere uma boa estabilidade térmica e oxidativa no óleo (FERREIRA; FAZA; LE HYARIC, 2012). Tal fato pode ser associado ao processo de extração a frio que não envolve altas temperaturas e ao processo de refino que pode remover ácidos graxos livre e seus sais (SANTOS et al., 2019; LUZ et al., 2011).

O índice de peróxido é um importante parâmetro de qualidade, por ser um indicador do primeiro estágio de deterioração do óleo (AZLAN et al., 2010; MELO et al., 2019) e valores elevados (>10 meq O_2 /kg de óleo) indicam que o óleo sofreu alterações enzimáticas e/ou oxidativas durante o processamento, armazenamento ou extração (SERRA et al., 2019). Ambas as amostras apresentaram índice de peróxido inferiores aos limites impróprios para consumo, que é até 15 meq O_2 /kg óleo (ALIMENTARIUS, 2015) para óleo prensado a frio. Os valores obtidos podem ser atribuídos à neutralização dos ácidos graxos que ocorre na etapa de refino do óleo (SERRA et al., 2019; AZLAN et al., 2010). O índice de peróxido em A foi maior do que a em B ($p <0,05$). Serra et al. (2019) encontraram valores elevados de índice de peróxido para gordura de muru-muru (22,85 meq O_2 /kg), óleo de amêndoa de maracujá (32,69 meq O_2 /kg), gordura de bacuri (16,11 meq O_2 /kg) e óleo de pracaxi (8,23 meq O_2 /kg), provavelmente devido à ausência da etapa de refino que remove e neutraliza ácidos graxos livres, a marca B, apesar de refinado, pode ter passado por um grau de refino inferior ao de A.

O índice de saponificação foi de 202,58 e 212,11 mg KOH/g óleo para as marcas A e B, respectivamente. Esses valores, além de estarem abaixo do valor indicado no Codex Alimentarius (2015) para óleo bruto (265 mg KOH/g óleo), também indicam a

presença de ácidos graxos de cadeia média e curta, como o ácido láurico e mirístico. De acordo com Dijkstra (2016), os óleos de gorduras láuricas (ricos em ácidos láurico e mirístico) possuem alto valor de saponificação de 185 a 265 mg KOH·g⁻¹ de óleo, o que corrobora com os resultados encontrados. Óleos com altas concentrações de ácido láurico podem ser utilizados como emulsificantes lipídicos na produção de emulsões alimentares (SERRA et al., 2019; ANIHOVI, BLECKER, DOMBREE & DANTHINE (2013).

O índice de iodo mede o grau de instauração do óleo, uma vez que o iodo e outros halogênicos são adicionados nas duplas ligações de cadeia dos ácidos graxos insaturados (NKENGURUTSEA et al., 2019; NUNES, 2016), alto grau de instauração aumenta a suscetibilidade à oxidação lipídica. O índice de iodo foi de 14,56 g I²/100g de óleo para A e 13,52 g I²/100g para B. Esses valores estão em conformidade com a composição majoritariamente saturada dos ácidos graxos do óleo de babaçu (84%). Quanto mais baixos esses valores, menores as frações de insaturações do óleo. Esses valores podem ser associados a baixa oxidação lipídica, o que novamente confirma a resistência oxidativa do óleo e associa o óleo de babaçu à boa qualidade e maior vida útil (MELO et al., 2019; AZLAN et al., 2010).

O estudo revelou uma umidade de 0,05% e 0,02% de umidade nas marcas A e B respectivamente. Apesar da diferença significativa entre as marcas, os dois valores encontram-se bem abaixo dos permitido pelo Codex Alimentarius (2015), que é 0,2%. Baixos teores de umidade são explicados pela própria composição química do óleo (MELO et al., 2019). Quando comparados a óleos de amêndoas também encontradas no Cerrado brasileiro, nota-se uma semelhança com o óleo de chia 0,08% (TIMILSENA et al., 2017) e de castanha do Brasil 0,04% (SANTOS et al., 2013).

3.2 Composição de ácidos graxos

Óleos vegetais são formados principalmente por moléculas de triglicerídeos (TAGs), compostas por uma molécula de glicerol e três moléculas de cadeia longa de ácidos carboxílicos, os ácidos graxos (CAROLINA et al., 2020). Os perfis de ácidos graxos são úteis para estimar a suscetibilidade do óleo extraído das amêndoas à degradação e adequar sua aplicação industrial (OLIVEIRA et al., 2016; BESBES et al., 2004). As análises revelaram que 85,15% dos ácidos graxos são saturados, 12,59% monoinsaturados, e 2,29% poli-insaturados para a marca A e 86,04%

saturados, 12,10% monoinsaturados e 1,88% poli-insaturados para B. O grau de instauração possui influência nas propriedades físicas e químicas do óleo, como ponto de fusão e ebulição, viscosidade, peso molecular, solubilidade, reatividade química e estabilidade térmica e oxidativa (CAROLINA et al., 2020). Serra et al. (2018), relataram que o óleo de babaçu extraído na Amazônia brasileira possuía 89,5% de ácidos graxos saturados; Melo et al. (2019) relataram 86,42% em frutos obtidos na região Centro-oeste do Brasil central, a diferença de percentual encontrada entre os autores sugere que o perfil de ácidos graxos não apresenta um padrão e que dependem do solo, clima e temperatura da região.

Os principais ácidos graxos encontrados foram: ácido dodecanóico (ácido láurico) (44,80 e 45,44%), ácido tetradecanóico (ácido mirístico) (15,76 e 15,75%), ácido 9-octadecenóico (ácido oleico) (12,54 e 12,07%), ácido hexadecanóico (ácido palmítico) (8,63 e 8,51 %), para marca A e B, respectivamente. Informações detalhadas podem ser observadas na Tabela 3. Os dados obtidos assemelham-se aos anteriormente encontrados por Melo et al. (2019) (47,40; 15,64; 11,28 e 8,01%) , Bauer et al. (2020) (47,74; 14,22; 8,60 e 6,85%) e Ferrari & Soler (2015) (44,49; 14,30; 15,37 e 8,69), apesar de todos terem trabalhado com óleo de babaçu não refinado. Apesar da composição semelhante à dos óleos de coco (48,0% de ácido láurico) (PEREIRA et al., 2020) e palmiste (SALES et al., 2020), e possuir características análogas, o óleo de babaçu apresenta vantagens comparativas em relação as características físicas e químicas, pois é inodoro, possui cor mais clara e é mais estável (SALES et al., 2020; PEREIRA et al., 2022).

A maioria dos ácidos graxos de cadeia média, ou seja, possuem de 6 a 12 carbonos por cadeia. Esse perfil de ácidos graxos podem ser associados a melhoras nos fatores associados a diabetes tipo 2, diminuindo os níveis de colesterol total e lipoproteína de densidade (LDL), reduzindo a atividade da aspartato transaminase (AST), o peso corporal (BW) e o índice de massa corporal (BMC) (AIRHART et al., 2016).

Tabela 3.2. Composição de ácidos graxos do óleo de babaçu refinado (*Orbignya speciosa*) extraído por prensagem à frio.

Ácidos graxos	A	B
C 6:0 capróico (% m/m)	0,41	0,38
C 8:0 caprílico (% m/m)	6,05	6,35
C10:0 cáprico (% m/m)	5,66	5,91
C12:0 láurico (% m/m)	44,80	45,44
C14:0 mirístico (% m/m)	15,76	15,75
C16:0 palmítico (% m/m)	8,63	8,51
C16:1 palmitoléico (% m/m)	0,05	0,03
C17:0 margárico (% m/m)	0,02	0,02
C18:0 esteárico (% m/m)	3,64	3,52
C18:1 oléico (% m/m)	12,54	12,07
C18:2 linoléico (% m/m)	2,29	1,88
C20:0 araquídico (% m/m)	0,07	0,07
C20:1 eicosenóico (% m/m)	0,06	0,05
C22:0 behênico (% m/m)	0,02	0,03
C24:0 lignocérico (% m/m)	0,04	0,04

Os dados representam a média \pm desvio padrão das determinações em triplicata.

3.3 Composição de triglicerídeos

A análise de triacilgliceróis (TAGs) pode ser considerado como um bom parâmetro de determinação da qualidade do óleo (INDELICATO et al., 2015). A análise de triglicerídeos mostrou a presença de 17 tipos de triglicerídeos, compostos por cadeias de 28 a 54 carbono, nos óleos das duas marcas estudadas. Os ácidos graxos majoritariamente presentes nos triglicerídeos foram ácidos láurico (La), mirístico (M), cáprico (C) e oleico (O). Os triglicerídeos de maior fração mássica foram: LaLaLa (17,85% e 18,11%), CLaLa (14,14% e 14,46%) e LaLaM (12,69% e 12,71%), nas marcas A e B, respectivamente. Apesar da composição de ácidos graxos do óleo de babaçu ser semelhante à do óleo de palma ou muru-muru, o arranjo dos triglicerídeos é uma característica única e peculiar. Por essa razão também, poucos trabalhos registraram a composição de TAGs de óleos vegetais, a maioria apenas os classifica quanto a natureza insaturada, mono e poli-saturada.

Tabela 3.3. Composição em triacilgliceróis (TAGs) no óleo de babaçu refinado (*Orbigyna speciosa*) obtido por prensagem a frio

TAG	CN:IN	%m/m A	%m/m B
CyCyLa	28:0	0,75	0,46
CyCLa	30:0	2,72	2,79
CyLaLa	32:0	11,84	12,12
CLaLa	42:0	14,14	14,46
CyOCy	34:1	0,34	0,35
LaLaLa	36:0	17,85	18,11
CyOC	34:1	0,35	0,32
LaLaM	38:0	12,69	12,71
CyOLa	38:1	1,73	1,77
CyLLa	38:2	1,09	1,08
LaLaP	40:1	8,25	8,39
COLa	40:1	1,23	1,25
CLLa	40:2	0,16	0,20
LaMP	42:1	4,36	4,45
LaOLa	42:1	3,04	3,06
LaLLa	42:2	0,22	0,23
LaPP	44:2	1,52	1,55
LaOM	44:1	2,79	2,94
LaLM	44:2	0,62	0,73
LaPS	46:1	0,54	0,49
LaOP	46:2	3,20	3,10
LaLP	46:3	0,71	0,58
MPS	48:1	0,15	0,22
LaOS	48:2	2,00	2,02
LaOO	48:2	1,81	1,64
LaLO	48:3	0,40	0,33
MOS	50:1	1,02	0,84
MOO	50:2	1,20	1,01
MLO	50:3	0,26	0,20
POS	52:1	0,34	0,29
POO	52:2	1,10	0,97

POL	52:3	0,36	0,24
SOO	54:2	0,21	0,34
OOO	54:3	0,55	0,42
OLO	54:4	0,31	0,20

TAG: Triacilglicerol, CN: número de carbonos, IN: grau de insaturação, La: ácido láurico, Cy: ácido caprílico, C: ácido cáprico, O: ácido oleico, M: ácido mirístico, P: ácido palmítico, L: ácido linoleico, S: ácido esteárico.

3.4 Propriedades físicas do óleo de babaçu

Os resultados da análise das propriedades físicas do óleo de babaçu podem ser observados na Tabela 3.4.

Índice de refração é a razão entre a velocidade da luz no vácuo e a velocidade da luz no material (HERCULANO et al., 2021), esse índice pode ser utilizado para caracterizar a autenticidade das amostras de óleo por ser correlacionado a propriedades intrínsecas da amostra, como comprimento da cadeia carbônica e número de insaturações (SERRA et al., 2018; JUNG; PARK; YOON, 2016). Os valores obtidos foram idênticos para as duas marcas (1,4558), encontram-se dentro dos limites permitidos pelo Codex Alimentarius para óleo de babaçu (1,448-1,451), esse valor pode ser atribuído a quantidade reduzida de insaturações do óleo de babaçu e comparado a outros óleos também de cadeia carbônica média e menor grau de insaturação, nota-se uma semelhança com os óleos de muru muru (1,46) e buriti (1,47) (SERRA et al., 2019). Outros óleos convencionais como soja, canola, milho e girassol, os valores de índice de refração variam entre 1,46 e 1,48 (SANTOS; VIEIRA; VALENTINI, 2013; HERCULANO et al., 2021).

A densidade relativa para A foi 0,92 e para B 0,91 g/cm³, e não houve diferença significativa entre as amostras ($p > 0,05$). Esse parâmetro está relacionado apenas com as características específicas de cada óleo vegetal, como comprimento de cadeias e números de insaturações (LUZ et al., 2011). Foi relatado anteriormente, que os valores de densidade estão relacionados a presença de ácidos graxos monoinsaturados (MUFA) e poli-insaturados (PUFA), principalmente os ácidos oleico e linoleico. O número de insaturações e a posição da dupla ligação no ácido oleico dificulta o empacotamento molecular, o óleo de babaçu possui apenas 12% de ácido

oleico na sua composição (ver sessão 3.2), o que proporciona valores mais elevados de densidade, tal fato também pode ser observado ao comparar o óleo de chia (19,6% % de ácido oleico e 0,92 g/cm³ de densidade), óleo de pedaço de noz (20,4% de ácido oleico e 0,924 g/cm³ de densidade) e óleo de amêndoa de uva (25,4% de ácido oleico e 0,920 g/cm³ de densidade) (HERCULANO et al., 2021).

Tabela 3.4. Propriedades físicas do óleo de amêndoas de babaçu (*Orbignya speciosa*) extraído por prensagem à frio.

Propriedade		Óleo A	Óleo B
Índice de refração a 40 °C		1,4502 ± 0,00 ^a	1,4502 ± 0,00 ^a
Densidade a 25 °C (g/cm ³)		0,92 ± 0,00 ^a	0,91 ± 0,01 ^a
Viscosidade a 25 °C (mPa.s)		45,33 ± 0,07 ^a	46,98 ± 0,02 ^b
Cor	L*	25,31 ± 0,14 ^a	25,55 ± 0,26 ^b
	a*	0,37 ± 0,03 ^a	0,38 ± 0,05 ^a
	b*	0,45 ± 0,15 ^a	- 0,35 ± 0,27 ^b
	C*	46,50 ± 5,35 ^a	44,58 ± 2,99 ^a
	ΔE*	-	0,69
Tensão Interfacial		6,07 ± 11,07 ^a	13,48 ± 0,03 ^b

Os dados representam a média ± desvio padrão das determinações em triplicata. As médias seguidas por letras diferentes na mesma linha são significativamente diferentes pelo teste t a 5% de probabilidade.

A densidade relativa para A foi 0,92 e para B 0,91 g/cm³, e não houve diferença significativa entre as amostras ($p > 0,05$). Esse parâmetro está relacionado apenas com as características específicas de cada óleo vegetal, como comprimento de cadeias e números de insaturações (LUZ et al., 2011). Foi relatado anteriormente, que

os valores de densidade estão relacionados a presença de ácidos graxos monoinsaturados (MUFA) e poli-insaturados (PUFA), principalmente os ácidos oleico e linoleico. O número de insaturações e a posição da dupla ligação no ácido oleico dificulta o empacotamento molecular, o óleo de babaçu possui apenas 12% de ácido oleico na sua composição (ver sessão 3.2), o que proporciona valores mais elevados de densidade, tal fato também pode ser observado ao comparar o óleo de chia (19,6% de ácido oleico e 0,92 g/cm³ de densidade), óleo de pedaço de noz (20,4% de ácido oleico e 0,924 g/cm³ de densidade) e óleo de amêndoa de uva (25,4% de ácido oleico e 0,920 g/cm³ de densidade) (HERCULANO et al., 2021).

A viscosidade das marcas A e B forma significativamente diferentes ($p < 0,05$). A viscosidade pode estar relacionada com a natureza físico-química do líquido. A compreensão da viscosidade é fundamental para fenômenos de transporte industriais, principalmente para matérias cujas propriedades físicas ainda são desconhecidas, como o óleo de babaçu refinado. Os valores diferem um pouco do registrado em literatura (51,90 mPa.s) para óleo de babaçu refinado (OLIVEIRA et al., 2019). No entanto, a comparação dessas matérias torna-se difícil porque pouco se sabe sobre a natureza e composição das amêndoas comparadas. A viscosidade é um parâmetro que se comporta em função do tamanho e orientação das cadeias carbônicas do óleo, óleos com menor grau de instauração demonstram viscosidades mais elevadas que óleo predominantemente insaturados (BAUER et al., 2020). Óleos de algodão e milho, que possuem menores índices de insaturação, assim como o de babaçu, apresentam viscosidades médias de 61,07 mPa.s, a 20°C. A temperatura também é um fator influente na viscosidade, uma vez que a energia cinética aumentada pode provocar a separação das moléculas, tornando as forças intermoleculares menos eficazes e diminuindo a viscosidade (OLIVEIRA et al., 2014). Mais estudos sobre a influência da temperatura nas propriedades físicas do óleo serão abordados no Artigo II do presente trabalho.

Geralmente os óleos vegetais são transparentes e têm uma cor amarelada ou esverdeada, devido à presença de carotenoides e pigmentos de clorofila que possivelmente podem ser extraídos na prensagem a frio (TIMILSENA et al., 2017). A cor visível dos óleos utilizados nas amostras pode ser observada na Figura 3.1 abaixo. As coordenadas de cor estão apresentadas na Tabela 1.2. Não há um padrão de cor previamente definido para óleo de babaçu, e não houve diferença significativa entre

as marcas, exceto para a coordenada b^* , que para a marca B foi negativa. Também foi calculada a coordenada C^* croma que corresponde a intensidade da cor do óleo, para A o valor foi de 46,50 e para B 44,58, o que verifica a natureza mais intensa e saturada a marca A. Valores elevados para o parâmetro L, demonstram a presença de pigmentos mais amarelados. Outlton et al. (1996) aponta que $\Delta E^* < 2,0$ não haveriam diferenças distinguíveis entre as amostras pelo olho humano, no entanto, na figura 3.1 podem ser observadas imagens das duas marcas de óleo e nota-se uma leve diferença de tonalidade.

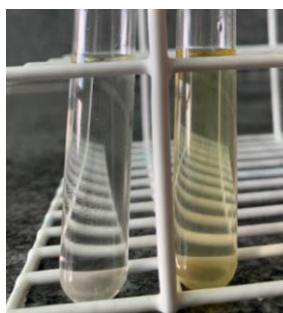


Figura 3.1 Óleo de babaçu (*Orbignya spceiosa*) extraído por prensagem à frio da marca (A) e (B) da esquerda para a direita respectivamente. Fonte: A autora.

Os perfis de tensão interfacial do sistema óleo de babaçu-água em função do tempo das marcas A e B podem ser observados abaixo nas figuras 1.1 e 1.2, respectivamente. O valor médio de tensão interfacial para a marca A foi de $6,07 \pm 11,07$ e $13,48 \pm 0,03 \pm 0,37 \text{ mN.m}^{-1}$ para B. Segundo Bauer et al. (2019), os dados de tensão interfacial óleo e água representam a tensão entre os dois materiais, no caso do óleo de babaçu bruto, os valores normalmente estão na faixa de 11,70-12,15 mN/m e pode ser influenciado pelo grau de refino do óleo. Os valores de tensão também pode ser influenciados pela presença de moléculas surfactantes de ocorrência natural no óleo de babaçu, como ácidos graxos livres, compostos fenólicos, tocoferóis, etc, que atuam diminuindo a tensão entre o material e água (DOPIERALA et al., 2011). Moléculas surfactantes podem funcionar com tensoativos que interferem na tensão interfacial de acordo com o tamanho das cadeias da molécula, pois a área ocupada diminui o empacotamento da interface, ou seja, quanto menor a área ocupada, maior a redução da tensão interfacial (ALEXANDRIDIS et al., 1994). Valores significativamente diferentes para as duas amostras submetidas às mesmas etapas de processamento, demonstram a complexidade da composição de óleos relativamente iguais. Na amostra A, houve um decaimento da tensão interfacial de $12,3 \text{ mN.m}^{-1}$ para $6,07$

$\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}$, a estabilidade pode ser observada após cerca de 6000s de análise, quando os valores de tensão permaneceram quase que inalterados. No óleo B, o perfil de decaimento demonstrou-se diferente, houve uma queda significativa de $30 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$ a $17,5 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$, seguida da estabilização da amostra em torno de $13,0 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$.

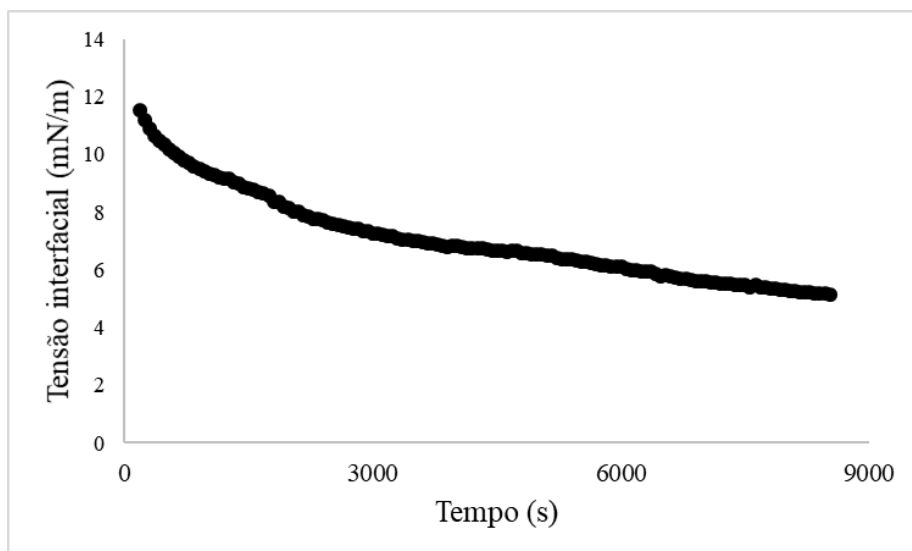


Figura 3.2 Curva de decaimento da tensão interfacial do óleo de babaçu (*Orbignya spceiosa*) extraído por prensagem à frio da marca (A). Fonte: A autora

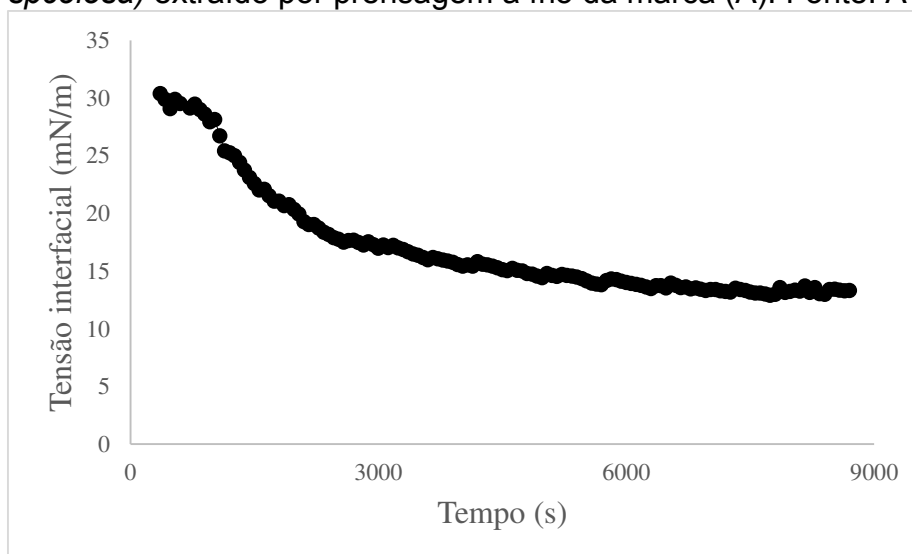


Figura 3.3 Curva de decaimento da tensão interfacial do óleo de babaçu (*Orbignya spceiosa*) extraído por prensagem à frio da marca (B). Fonte: A autora

3.5 FT-IR

Espectros de FT-IR dos óleos das duas marcas A e B estão ilustrados na Figura 1, respectivamente. Ambas as marcas apresentaram espectros com características semelhantes e nas cinco principais regiões observadas em análises de óleos e gorduras: (1) $3100\text{-}2805 \text{ cm}^{-1}$, (2) $1770\text{-}1615 \text{ cm}^{-1}$, (3) $1500\text{-}1420 \text{ cm}^{-1}$, (4) $1345\text{-}1230$

cm^{-1} , e (5) $1150\text{-}850\text{ cm}^{-1}$. De maneira geral, os espectros obtidos se assemelham aos de óleos de babaçu virgem e extra virgem anteriormente registrados na literatura (BAUER et al., 2020).

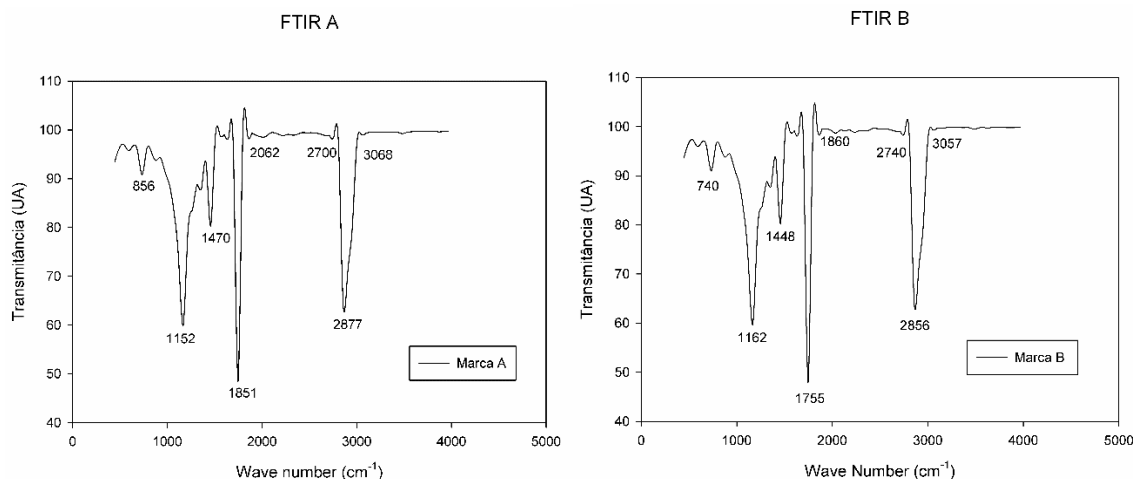


Figura 3.4. Espectros de FTIR das marcas A e B do óleo de babaçu (*Orbigya speciosa*) obtido por prensagem a frio. Fonte: A autora.

O grupo funcional =C-H pode ser identificado na região 3000 cm^{-1} dos espectros, visivelmente mais fracas e menos acentuadas, indicam a presença minoritária dos ácidos graxos insaturados no óleo. A ausência de bandas acentuadas na região de 3444 cm^{-1} de grupos hidro peróxidos confirmam que o óleo sofreu pouca ou quase nenhuma oxidação (FERREIRA; FAZA; LE HYRAIC; 2012). As bandas mais largas possivelmente se relacionam aos grupos funcionais com ligações saturadas, as faixas 2845 cm^{-1} , 1459 cm^{-1} e 728 cm^{-1} estão relacionadas como diferentes vibrações dos grupos -CH_2 e -CH_3 , uma intensidade que depende do tamanho da cadeia de carbono dos ácidos graxos (SAGIRI et al, 2015). A região mais acentuada entre 1480 a 1740 cm^{-1} indicam a presença de grupos carbonílicos e ácidos graxos insaturados. As vibrações entre 1700 e 1100 cm^{-1} estão relacionadas as ligações carbonílicas C=O e aos alongamentos assimétricos das ligações de ésteres C-O (VALASI; KOKOTOU; PAPPAS, 2021).

3.6 Ensaios de atividade antioxidante e compostos bioativos

Os teores de compostos bioativos encontrados no óleo de babaçu podem ser observados na Tabela 04. Frutos da Amazônia são ricos em compostos bioativos com

valor nutricional interessante para a saúde humana. Além de apresentarem bioatividade no organismo humano, a ocorrência natural de antioxidantes indica um papel importante na proteção da oxidação lipídica, protegendo o óleo de radicais livres, principalmente em óleo composto por ácidos graxos com alto grau de poliinsaturação. Existe uma grande variedade de compostos antioxidantes em óleo vegetais, sendo os principais carotenoides, fenólicos e os tocois, a atividade antioxidante do óleo depende de diversos fatores como propriedades físico-químicas e interações com demais componentes do meio (CASTELO-BRANCO et al., 2011; SERRA et al., 2019).

Tabela 3.5. Compostos bioativos do óleo de babaçu refinado das marcas A e B extraídos por prensagem a frio.

	A	B
Compostos fenólicos (mg ácido gálico / g óleo)	0,08 ^a ± 0,01	0,06 ^a ± 0,01
Carotenoides totais (µg β-caroteno/g óleo)	1,299 ^a ± 0,263	2,360 ^b ± 0,115
DPPH (µMOL Trolox/g óleo)	108,43 ^a ± 0,63	94,29 ^b ± 0,69

Os dados representam a média ± desvio padrão das determinações em triplicata. As médias seguidas por letras diferentes na mesma linha são significativamente diferentes pelo teste t a 5% de probabilidade.

Compostos fenólicos são moléculas formadas estruturalmente por anéis aromáticos e duplas ligações que conferem atividade antioxidantes aos produtos, além de influenciarem na estabilidade do óleo, nas características sensoriais do produto e na prevenção à deterioração e ranço lipídico (SHAHIDI et al., 2015; RAMADAM & MOERSEL, 2006). O teor de compostos fenólicos encontrado no óleo de babaçu foi de 0,085 e 0,063 mg de ácido gálico/g óleo para as marcas A e B, respectivamente. Não houve diferença significativa entre as marcas ($p < 0,05$). Óleo de amêndoa de cominho preta, Níger e coentro, por exemplo, possuem até cinco vezes mais compostos fenólicos do que o óleo de babaçu (RAMADAM & MOERSEL, 2006). O baixo teor de compostos fenólicos pode ser explicado pelo processo de obtenção do óleo e etapa de refino e pela própria anatomia da planta. Embora o refino melhore a aparência, cor e sabor dos óleos, ele também remove substâncias coloidais, proteínas, fosfatídeos e produtos de decomposição, ácidos graxos livres,

sais, pigmentos, compostos voláteis e de baixo peso molecular (SCHARLACK et al., 2017). Além disso, a amêndoa de babaçu é protegida dentro do fruto por pelo menos três camadas de proteção (epicarpo, mesocarpo e endocarpo) que formam uma barreira física protetora dos constituintes da amêndoa, que não faz necessário a produção de outros compostos para essa finalidade (CARRAZA et al., 2012; BAUER et al., 2019).

O teor de carotenoides totais encontrados diferiu estatisticamente entre as amostras, sendo de 1,334 μg β -caroteno/g para marca A e 2,415 μg β -caroteno/g na marca B ($p < 0,05$). O baixo valor de carotenoides encontrado pode ser confrontado com a estabilidade térmica do óleo de babaçu, no entanto, essa estabilidade pode estar relacionada a natureza mais estável dos ácidos graxos saturados do babaçu e a outros compostos antioxidantes que não são carotenoides. Além disso, grandes quantidades de carotenoides e outros antioxidantes naturais podem ser eliminados drasticamente na etapa de refino de óleos (FLAKELAR et al., 2015), o que também explica a diferença entre as marcas, uma vez que não foram fornecidas pela empresa informações sobre o grau de refino de cada um. Óleo de coco e óleo de palmiste, que têm composição semelhante ao babaçu, também apresentam níveis baixos ou indetectáveis de carotenoides. Já os óleos de açaí, abacate e azeite de oliva que chegam a ter quase 70% de ácidos graxos insaturados, possuem teores elevados de carotenoides totais (BAUER et al., 2019; CODEX, 2015; LIRA et al., 2021).

O ensaio do DPPH⁺ é o mais amplamente utilizado para a determinação da capacidade antioxidante em diferentes óleos vegetais e baseia-se na capacidade da amostra de reduzir os radicais DPPH⁺ do meio (CASTELO-BRANCO et al., 2011). A adição de radicais estáveis DPPH à amostra de óleo vegetal promove a decomposição dos componentes com propriedades antioxidantes do óleo. Através de um processo espectrofotométrico, é registrado o desaparecimento dos radicais DPPH, o qual, quanto menor a absorbância, mais forte a reação dos sequestradores de radicais em doar elétrons aos radicais livres e diminuem a concentração de DPPH da amostra (RAMADAN & MOERSEL, 2006). No óleo de babaçu da marca A foram detectados 108,43 μMOL Trolox e na marca B, 94,29 μMOL Trolox. Os resultados de DPPH⁺ assemelham-se aos encontrados na literatura publicada por Bauer et al. (2019) (121,5 (μMOL Trolox/g óleo) para óleo virgem de babaçu. Diante destes resultados pode-se considerar uma alta atividade antioxidante das amostras, principalmente comparando

com os óleos convencionais como o de soja (10 mg/mL,) milho (15 mg/mL), girassol (14 mg/mL,) azeite (17,5 mg/mL) (VALAVANIDIS et al., 2004).

3.7 Determinação da estabilidade oxidativa do óleo de babaçu

Os períodos de indução obtidos pelo método Rancimat para o óleo de babaçu das marcas A e B foram $27,85 \text{ h} \pm 6,72$ e $12,88 \text{ h} \pm 1,24$, respectivamente. O resultado está em conformidade com a análise de antioxidantes supracitada (Tabela 3.5).

A comparação dos valores dos períodos de indução é uma tarefa difícil devido as diferentes condições experimentais como fluxo de ar, temperatura, etc. Ainda assim, os valores obtidos foram superiores aos de alguns óleos já escritos na literatura, como o óleos de chia (2,41 h à 90 °C) (TIMILSENA et al., 2017) e óleo de colza ($4,5 \pm 0,5$ h) (GHARBY et al., 2014). Quando comparado aos óleos convencionalmente utilizados, os resultados são ainda maiores: óleo de soja (2,06 h), óleo de canola (1,59 h) e óleo de girassol (2,45 h) (HERCULANO et al., 2021). Não foram encontrados registros da literatura que utilizaram o método para avaliar a atividade oxidativa do óleo de babaçu refinado.

O monitoramento do período de indução de oxidação é muito importante na análise de oxidação de óleos vegetais. Os altos valores encontrados podem ser explicados pela natureza majoritariamente saturada dos ácidos graxos de sua composição (superior a 85%), períodos de indução maiores são vistos quando se previne a oxidação evitando exposição a luz, oxigênio e calor e/ou aumentando o teor de compostos antioxidantes no óleo, por exemplo com a adição de antioxidantes sintéticos. Além disso, o processo de refinamento do óleo pode eliminar alguns componentes pró-oxidantes que diminuiriam o período de indução da amostra (AQUINO et al., 2012; MELO et al., 2019; GROSSHAGAUER et al., 2019). A estabilidade térmica e oxidativa dos óleos vegetais é inversamente proporcional à quantidade de insaturações presentes entre as moléculas, entretanto, com o aumento da temperatura, a energia cinética do sistema é aumentada e essas ligações podem ser enfraquecidas, favorecendo os processos de oxidação e enfraquecimento das duplas ligações (CAROLINA et al., 2020; POLITI et al., 2013).

3.8 Determinação da estabilidade térmica do óleo de babaçu

Os termogramas TG/DTG das duas marcas de óleo de babaçu podem ser observados nas Figuras 4 e 5, respectivamente. Os termogramas são semelhantes, no primeiro (A) as perdas de massa significantes, ou seja, maiores que 2% do peso inicial de amostra, iniciam-se a 232 °C e no segundo (B) a 217 °C, isso significa dizer que o óleo se manteve estável termicamente até alcançar essas temperaturas. O óleo refinado utilizado teve perdas significantes em temperaturas mais elevadas que o óleo virgem e extra virgem (165 e 125 °C, respectivamente), valores mais baixos podem ser relacionados a diferentes conteúdos de gliceróis, valores de acidez, peróxidos e antioxidantes (BAUER et al, 2020).

Nota-se três principais etapas de decomposição para (A), nas temperaturas de 360,48, 462,84 e 562,94°C, e para (B) quatro etapas, apesar das temperaturas do segundo e terceiro estágio serem próximas, em 247,10, 357,65, 411, 95 e 558,58°C. Bauer et al. (2020) verificou apenas duas etapas (165-415 °C para óleo extra virgem e 125-415 °C para óleo virgem) e a segunda fase para a combustão e carbonização do material (415-450 °C para ambas as amostras). Segundo Politi et al. (2013) a decomposição térmica dos óleos está relacionada ao seu grau de instauração, pois no primeiro estágio de decomposição o radical alquila é formado e reage com o oxigênio para formar hidroperóxidos e peróxidos, essa reação ocorre no sítio da ligação π das moléculas. Melo et al. (2019) acrescenta que nos estágios 2 e 3 ocorre a decomposição das insaturações de maior peso molecular (18C) seguido da formação de resíduos carbonáceos. Portanto, maiores estabilidades térmicas podem ser explicadas pelos baixos teores de instauração que necessitam de temperaturas mais elevadas para se decomporem (AQUINO et al., 2012; MELO et al., 2019).

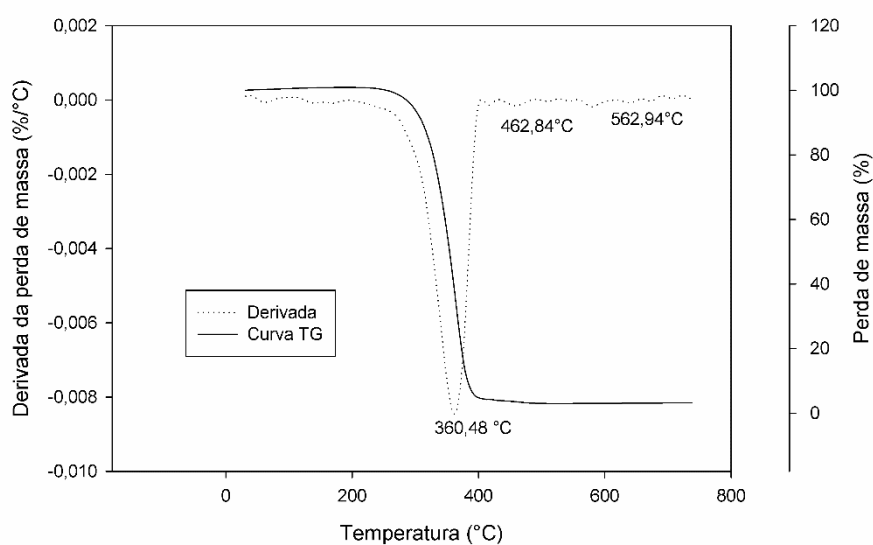


Figura 3.5: Curva termogravimétrica TG/DTG do óleo de coco babaçu (*Orbinya speciosa*) marca A à taxa de 10°C/min. Fonte: A autora.

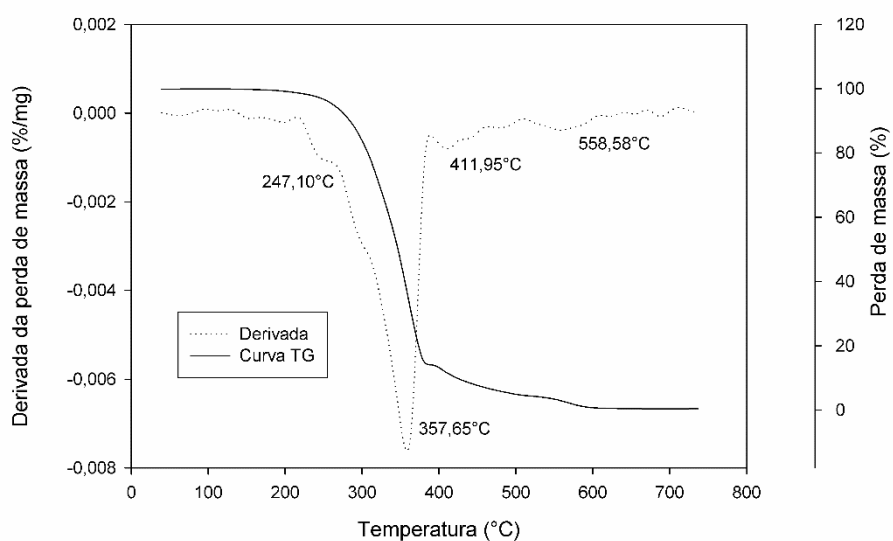


Figura 3.6: Curva termogravimétrica TG/DTG do óleo de coco babaçu (*Orbinya speciosa*) marca B à taxa de 10°C/min. Fonte: A autora.

4. CONCLUSÃO

O estudo da caracterização físico-química do óleo da amêndoa do coco de babaçu refinado indica que o óleo é uma alternativa de óleo vegetal promissora para a indústria de alimentos. Seu potencial uso é devido à correspondência aos parâmetros de qualidade exigidos pela regulamentação do Codex Alimentarius e em conformidade com a literatura já publicada. As propriedades físicas avaliadas neste trabalho são de grande importância para indústria na fabricação de novos produtos, para prever o

comportamento da matéria-prima nos processos industriais. As duas marcas de óleo apresentaram composição de ácidos graxos semelhantes e majoritariamente de ácidos graxos saturados, sendo o ácido láurico o principal ácido constituinte.

A estabilidade térmica e oxidativa pode ser comprovada, sendo ambas semelhantes ou superiores às dos óleos convencionais já utilizados na indústria. Tal comportamento pode ser explicado pela natureza saturada dos ácidos graxos presentes, que conferem maior estabilidade ao óleo, e pelo processo de refino empregado na fabricação do óleo, que remove parte dos ácidos graxos livres que inicial e promovem a degradação e oxidação do óleo. Os compostos bioativos e antioxidantes presentes de forma natural no óleo também podem ter contribuído tanto para a baixa concentração de ácidos graxos livres quanto para a resistência a oxidação. Os espectros obtidos na análise de FTIR comprovam a autenticidade das amostras, e corroboram com a composição de ácidos graxos e triglicerídeos obtidas no estudo.

As diferenças entre as duas marcas para os parâmetros índice de acidez, peróxido, saponificação, iodo, material volátil, períodos de indução, viscosidade, cor, tensão interfacial, carotenoides totais e radical DPPH, podem ser explicadas pela variação de cultivo, fonte das amêndoas utilizadas e grau de refino das amostras. O estudo de duas marcas diferentes foi eficiente em provar que apesar do fruto e do método de extração serem os mesmos, podem haver variações entres os óleos obtidos e possivelmente nos produtos que ele será utilizado. Outra conclusão importante é que a composição maritalmente saturada dos ácidos graxos do óleo de babaçu, conferem a ele características naturais de resistência a oxidação e podem ter efeito sobre as propriedades físicas do óleo. Contudo, torna-se evidente a possibilidade da aplicação do óleo de babaçu para fins nutricionais e tecnológicos dentro da indústria de alimentos.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALEXANDRIDIS, P.; ATHANASSIOU, V.; FUKUDA, S.; HATTON, T. A.; **Langmuir**, v. 10, p. 2604, 1994.

AMERICAN OIL CHEMISTIS SOCIETY. **Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists Society**, 5. ed. Champaign: AOCS, 2004.

AMERICAN OIL CHEMISTS SOCIETY. **Official and tentative methods of the American Oil Chemists Society: including additions and revisions**. 6. ed. Champaign: AOCS; 2009.

AQUINO, J. S., et al. Refining of buriti oil (*Mauritia flexuosa*) originated from the Brazilian cerrado: Physicochemical, thermal-oxidative and nutritional implications. *Journal Brazilian Chemical Society*, v.23, p. 212-219, 2012.

AZLAN, A., et al., **Comparison of fatty acids, vitamin E and physicochemical properties of *Canarium odontophyllum* Miq. (Dabai), olive and palm oils**. *Journal of Food Composition and Analysis*, v. 23, n. 8, p. 772-776, 2010.

BAUER, L. C. et al., Antioxidant Activity and Bioactive Compounds of Babassu (*Orbignya phalerata*) Virgin Oil Obtained by Different Methods of Extraction. *The Open Food Science Journal*, v.11, 2019.

BAUER, L. C. et al., Physicochemical and thermal characterization of babassu oils (*Orbignya phalerata* Mart.) obtained by different extraction methods. *Food Research International*, v.137, 2020.

BESBES, S. et al., Quality characteristics and oxidative stability of date seed oil during storage, *Food Science and Technology International*, v. 10, n.5, 2004.

BENINCASA C., HASSINE K.B., KAMMOUN N.G., PERRI E. Volatile and non-volatile compounds of single cultivar virgin olive oils produced in Italy and Tunisia with regard to different extraction systems and storage conditions. **Olive oil constituents, quality, health properties and bioconversions**. p. 1–16, 2012.

ÇAKALOĞLU B., OZYURT V., ÖTLEŞ S. Cold press in oil extraction.: *A review*. *Ukrainian Food Journal*, v. 7, n. 4, p. 640-654, 2018.

CAROLINA S. COSTA AND CAMILA G. PEREIRA, Measurement and Prediction of Properties for Mixtures of Vegetable Oils + Hexane at Different Temperatures, *Journal of Chemical & Engineering Data*, v. 65, p.120–132, 2020.

GHRABY S., et al., The stability of vegetable oils (sunflower, rapeseed and palm) sold on the Moroccan market at high temperatures. *International Journal of Chemical and Biochemical Sciences*, v. 5, p. 47-54, 2014.

CUI Y., HAO P., LIU B., MENG X. Effects of traditional Chinese cooking methods on fatty acid profiles of vegetable oils. *Food Chemistry*, v. 233, p. 77-84, 2017.

DE OLIVEIRA, et al., Storage, oil quality and cryopreservation of babassu palm seeds. *Industrial Crops and Products*, v.91, p. 332-339, 2016.

DE MORAIS, J. P. G., et al., Inclusion of babassu bran produced in milk production in Amazonia, *Tropical Animal Health and Production*, v. 53, n. 527, p.2-5, 2021.

DEL RÍO, J. C., et al., Chemical composition and thermal behavior of the pulp and kernel oils from macauba palm (*Acrocomia aculeata*) fruit. *Industrial Crops and Products*, v. 84, p. 294-304, 2016.

DIJKSTRA, A. J., **Lauric Oils**. **Encyclopedia of Food and Health**, p. 517-522, 2016.

DORNI, C. et al., Fatty acid profile of edible oils and fats consumed in India. **Food Chemistry**, v. 238, p. 9-15, 2018.

IBGE. **Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística**. Produção da Extração Vegetal e da Silvicultura, v. 30, p. 1-48, 2015.

IBGE. **Instituto Brasileiro De Geografia E Estatística**. Produção da Extração Vegetal e da Silvicultura 2016 Rio de Janeiro: IBGE, 2016.

INDELICATO, S. et al., Triacylglycerols in edible oils: Determination, characterization, quantitation, chemometric approach and evaluation of adulterations. **Journal of Chromatography A**, v. 1515, p. 1-16, 2015.

FLAKELAR, C. L. et al. Canola (*Brassica napus*) oil from Australian cultivars shows promising levels of tocopherols and carotenoids, along with good oxidative stability. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 42, p. 179–186, 2015.

FERRARI, R. A. & SOLER, M. P, Obtention and characterization of coconut babassu derivatives, **Scientia Agricola**, v. 72, n. 4, p. 291–296, 2015.

FERREIRA, B. S. FAZA, L. P., LE HYARIC, M. A Comparison of the Physicochemical Properties and Fatty Acid Composition of Indaia (*Attalea dubia*) and Babassu (*Orbignya phalerata*) Oils, **The Scientific World Journal**, V.12, p.1-5, 2012.

GASHAW, A.; TESHITA, A. Production of biodiesel from waste cooking oil and factors affecting its formation: A review. **International Journal of Renewable and Sustainable Energy**, v. 3, n. 5, p. 92-98, 2014.

GROSSHAGAUER S., STEINSCHADEN R., PIGNITTER M. Strategies to increase the oxidative stability of cold pressed oils. **LWT-Food Science Technology**, v.106, p.72-77, 2019.

HERCULANO, L. S. The correlation of physicochemical properties of edible vegetable oils by chemometric analysis of spectroscopic data, **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 245, 2021.

JUNG, M. Y., PARK, J. S., YOON, S. H., Quantitative Determination of Conjugated Linoleic Acids in Hydrogenated Vegetable Oils Using Refractive Index. **Food Science and Biotechnology**, v. 25, n. 1, p. 121-125, 2016.

LIRA, G. B., et al., Extraction process and industrial uses of andiroba and açai oils: a review. **Research, Society, and Development**, v. 10, n.12, 2021.

LUZ, D. A. et al., Studies of physico-chemical crude babassu oil (*Orbignya phalerata mart.*) and a byproduct of the degumming step of the refining process. **Capa**, v. 18, n.3, 2011.

MAARTJE, L. et al., Dynamic Interfacial Tension Measurements with Microfluidic Y-Junctions. **Langmuir Article**, v. 25, n. 15, p. 9751-9758, 2009.

MELO, E. et al., First Study on the Oxidative Stability and Elemental Analysis of Babassu (*Attalea speciosa*) Edible Oil Produced in Brazil Using a Domestic Extraction Machine. **Molecules**, v. 24, n. 23, p. 4235, 2019.

NEVES, S. D. C., et al., Diaspore structure and germination ecophysiology of the babassu palm (*Attalea vitrivir*). **Flora - Morphology, Distribution, Functional Ecology of Plants**, v. 208, n. 1, p. 68-78, 2013.

NKENGURUTSEA J., et al., Chemical composition and oral toxicity assessment of Anisophyllea boehmii kernel oil: Potential source of new edible oil with high tocopherol content. **Food Chemistry**, v. 278, p.795–804, 2019.

NUNES, E. A. Vibrational spectroscopy and chemometrics to assess authenticity, adulteration and intrinsic quality parameters of edible oils and fats. **Food Research International**, v. 60, p. 255-261, 2014.

OLIVEIRA, N., A., et al., Composition and physical properties of babassu seed (*Orbignya phalerata*) oil obtained by supercritical CO₂ extraction, **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 150, p. 21-29, 2019.

OLIVEIRA, P. A. A., Enrichment of diterpenes in green coffee oil using supercritical fluid extraction—characterization and comparison with green coffee oil from pressing, **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 95, p.137-145, 2014.

PATHARE, P. B.; OPARA, U. L.; AL-SAID, F. A. J. Colour Measurement and Analysis in Fresh and Processed Foods: A Review. **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, n. 1, p. 36– 60, 2013.

PEREIRA, E., et al. Physical properties of Amazonian fats and oils and their blends. **Food Chemistry**, v.278, p.108-215, 2019.

PEREIRA, P. T. V. T. et al., Supplementation with babassu oil reduces fatigue and inflammation in breast cancer patients: A pilot randomized clinical trial, **Journal of Functional Foods**, v. 73, 2020.

PEREIRA, S. N. G., et al. Non-destructive detection of soybean oil addition in babassu oil by MIR spectroscopy and chemometrics, **LWT – Food Science and Technology**, v. **154**, 2022

PESSOA, R. S., et al., Microemulsion of babassu oil as a natural product to improve human immune system function, Drug Design, **Development and Therapy**, v.15, n.9, p. 21-31, 2014.

POLITI, J. R. S., DE MATOS, P. R. R., SALES, M. J. A. Comparative study of the oxidative and thermal stability of vegetable oils to be used as lubricant bases. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 111, p. 1437-1442, 2013.

RAMADAN, M. F., MOERSEL, J. Screening of the antiradical action of vegetable oils, **Journal of Food Composition and Analysis**, v.19, p. 838–842, 2006.

REIS, M. Y. F. A., et al. Anti-Inflammatory Activity of Babassu Oil and Development of a Microemulsion System for Topical Delivery. **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine**, v. 17, p. 14, 2017.

RODRIGUEZ-AMAYA, D.B. **A guide to carotenoid analysis in food**. Washington: International Life Sciences Institute, v.1, n.1, p. 1-64, 2001.

SAGIRI, S. S. et al., Stearate organogel–gelatin hydrogel based bigels: Physicochemical, thermal, mechanical characterizations and *in vitro* drug delivery applications, **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v.43, p. 1-17, 2015.

SALES, A. R. de, et al. Physical and chemical characterization of industrial and handicraft coconut babassu oil and its technological applications. **Brazilian Journal of Development**, v.6, n.5, p.25734-25748, 2020.

SANTOS, O. V., et al. Chemical, chromatographic-functional, thermogravimetric-differential and spectroscopic parameters of the sapucaia oil obtained by different extraction methods. **Industrial Crops and Products**, v. 132, p. 487–496, 2019.

SANTOS, O. V. et al. Yield, nutritional quality, and thermal-oxidative stability of Brazil nut oil (*Bertolletia excelsa* H.B.K) obtained by supercritical extraction. **Journal of Food Engineering**, v. 117, n. 4, p. 499–504, 2013.

SANTOS, R.C.R., VIEIRA, R. B., VALENTINI, A. Monitoring the conversion of soybean oil to methyl or ethyl esters using the refractive index with correlation gas chromatography, **Microchemical Journal**, v. 109, p. 46-50, 2013.

SERRA, et al., Alternative sources of oils and fats from Amazonian plants: Fatty acids, methyl tocopherols, total carotenoids and chemical composition. **Food Research International**, v.116, p.12-19, 2019.

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

SCHARLACK, N. K.; ARACAVA, K. K.; RODRIGUES, C. E. Effect of the type and level of hydration of alcoholic solvents on the simultaneous extraction of oil and chlorogenic acids from sunflower seed press cake. **Journal of the Science of Food and Agriculture**. v. 97, n. 13, p. 4612-4620, 2017.

SIMIQUELI, A. A., et al., W/O/ emulsions applied for conveying FeSO₄: Physical characteristics and intensity of metallic taste perception, **LWT – Food Science and Technology**, v. 100, p. 278-286, 2019.

TEIXEIRA, M. A., Babassu—A new approach for an ancient Brazilian biomass, **Biomass and Bioenergy**, v. 32, n. 9, p. 857-864, 2008.

TIMILSENA, Y. P. et al. Physicochemical and thermal characteristics of Australian chia

seed oil. **Food Chemistry**, v. 228, p. 394–402, 2017.

VALAVANIDIS, A., et al., Comparison of the Radical Scavenging Potential of Polar and Lipidic Fractions of Olive Oil and Other Vegetable Oils under Normal Conditions and after Thermal Treatment, **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 52, p. 2358–2365, 2004.

VALASIMAROULA, L., KOKOTOUCHECHRISTOS, G., PAPAS, S. GC-MS, FTIR and Raman spectroscopic analysis of fatty acids of *Pistacia vera* (Greek variety “Aegina”) oils from two consecutive harvest periods and chemometric differentiation of oils quality. **Food Research International**, v. 148, 2021.

VICENTINI-POLETTE, C. M., et al., Determination of free fatty acids in crude vegetable oil samples obtained by high-pressure processes, **Food Chemistry: X**, v.12, 2021.

ARTIGO 2. ESTUDO DO EFEITO DA TEMPERATURA NAS PROPRIEDADES FÍSICAS DENSIDADE, VISCOSIDADE E ÍNDICE DE REFRAÇÃO DO ÓLEO DE BABAÇU (*Orbignya speciosa*) DE 293.15 A 333.15 K

RESUMO

Óleo vegetais são muito utilizados nas indústrias de alimentos, fármacos e cosméticos, e a investigação de suas propriedades físicas é indispensável para promover maior aplicabilidade. Densidade (ρ), viscosidade absoluta (μ) e índice de refração (IR) de duas marcas de óleo de babaçu refinado (A e B) foram medidos em função da temperatura (293,15 a 333,15K) e modelos matemáticos foram ajustados aos dados experimentais. ρ e IR foram obtidos a $p=0,1\text{MPa}$, com precisão das medidas de $\pm 0,000007\text{ g/cm}^3$ e $\pm 0,0002$, respectivamente. Medidas de μ foram determinadas a uma taxa de deformação de $0,01$ a 200s^{-1} . Os valores de ρ , μ e IR foram inversamente proporcionais a temperatura e foram influenciados pela composição de ácidos graxos e o grau de insaturação do óleo. O modelo de Arrhenius foi o que apresentou maior acurácia para explicar a variação da μ em função da temperatura. As propriedades dependentes do tempo diferiram para A e B, o que evidencia a importância de se investigar diferentes fontes do óleo vegetal. Correlações lineares foram obtidas para ρ e IR em função da temperatura ($R^2 > 90\%$). Os modelos obtidos são úteis para a divulgação das propriedades físicas do óleo de babaçu, possibilitando viabilizar a sua aplicação em processos de engenharia e no desenvolvimento de produtos.

Palavras-chave: ácidos graxos, insaturações, operações, triglicéridos.

ARTIGO 2. ESTUDO DO EFEITO DA TEMPERATURA NAS PROPRIEDADES FÍSICAS DENSIDADE, VISCOSIDADE E ÍNDICE DE REFRAÇÃO DO ÓLEO DE BABAÇU (*Orbignya speciosa*) DE 293.15 A 333.15 K

ABSTRACT

Vegetable oils are widely used in food, pharmaceutical and cosmetic industries, and the investigation of their physical properties is indispensable to promote further applicability. Density (ρ), absolute viscosity (μ) and refractive index (RI) of two brands of refined babassu oil (A and B) were measured as a function of temperature (293.15 to 333.15K) and mathematical models were fitted to the experimental data. ρ and RI were obtained at $p=0.1\text{MPa}$, with measurement precision of $\pm 0.000007\text{ g/cm}^3$ and ± 0.0002 , respectively. Measurements of μ were determined at a strain rate of 0.01 to 200 s^{-1} . The values of ρ , μ and IR were inversely proportional to temperature and were influenced by the fatty acid composition and the degree of unsaturation of the oil. The Arrhenius model was the most accurate in explaining the variation of μ as a function of temperature. The time-dependent properties differed for A and B, which highlights the importance of investigating different vegetable oil sources. Linear correlations were obtained for ρ and IR as a function of temperature ($R^2 > 90\%$). The models obtained are useful for the disclosure of the physical properties of babassu oil, enabling its application in engineering processes and product development.

Keywords: fatty acids, unsaturations, operations, triglycerols.

1. INTRODUÇÃO

A composição e as propriedades dos óleos vegetais são determinadas por diversos fatores, em particular pelas características das matérias primas como a fonte botânica, variações genéticas, além do tipo de processamento e o grau de refino (ASUMING-BEDIAKO et al., 2014; BAUER et al., 2020). O conhecimento das propriedades físicas dos óleos em função da temperatura e da sua predição confiável é de grande interesse para as áreas de alimentos e química, considerando a demanda de ferramentas computacionais na concepção e avaliação dos processos (RAMLI & ABDULLAH, 2021). A predição do comportamento dos óleos líquidos em processamento depende da medição das propriedades de volume (densidade e viscosidade) e da adequação de equações empíricas aos dados experimentais (CERIANI et al., 2008, MAHAJAN & MIRJANE, 2013).

Propriedades físicas, como densidade, viscosidade e índice de refração são importantes do ponto de vista prático, uma vez que essas informações e a dependência da temperatura são importantes em várias aplicações industriais para instalações de superfície, sistemas de tubulação e operações de transferência de massa. O conhecimento dessas propriedades é interessante para modelar, projetar e otimizar processos químicos industriais, e em muitas equações empíricas usadas em diferentes operações, como processos de transferência de massa e calor (CAO et al., 2014; GONZÁLEZ et al., 2007).

Óleos vegetais são expostos a variações de temperaturas durante longos períodos de tempo, seja no armazenamento ou no transporte. Além disso, os óleos são bombeados por tubulações que para serem dimensionadas, é necessário conhecer os parâmetros reológicos do material bombeado (FASINA, 2006). Dados de propriedades volumétricas, como a densidade são importantes em numerosas operações unitárias, principalmente em função da temperatura e quando utilizados para modelar o comportamento do óleo nos diversos processos (BAROUTIAM et al., 2008). Resultados de medições e predições de densidade já foram anteriormente relatos (DERMIBAS, 2008; TATE et al., 2006; RAMLI & ABDULLAH, 2021; ESTEBAN et al., 2016).

Viscosidade e a densidade são propriedades físicas importantes para determinação de diversos dados necessário à engenharia, como os coeficientes de transferência de massa e calor (CAI et al., 2018; OUBOUKHLIK et al., 2015). Alguns

trabalhos publicaram sobre esses parâmetros dos óleos de amêndoa de algodão, linhaça e soja em função da temperatura, por exemplo, eles se comportaram como fluidos newtonianos e a viscosidade e a densidade tem uma relação exponencial com o aumento da temperatura (CAI et al., 2018; ESTEBAN et al., 2012; FASINA et al., 2006).

A propriedade ótica, índice de refração, de uma amostra de óleo varia de acordo e proporcionalmente com os tamanhos das cadeias carbônicas, ou seja, quanto mais longas forem as cadeias de ácidos graxos dos óleos, maior será o valor de índice de refração (JUNG; PARK & YOON; 2016). Além disso, essa propriedade está relacionada ao grau de pureza da amostra (CAO et al., 2014) e pode ser usada como um método de análises computacionais (CAI et al., 2018).

Contudo, há uma escassez de estudos relacionados as propriedades físicas do óleo de babaçu em função da mudança de temperatura, o que consequentemente reduz a sua aplicação em processos industriais. Nesse sentido, este estudo busca fornecer informações sobre as propriedades físicas do óleo de babaçu refinado obtido por prensagem a frio sobre uma variação de temperatura e ampliar sua aplicação nas indústrias de alimentos, farmacêutica ou cosméticas. Para isto, as propriedades físicas foram medidas a uma faixa de temperatura de 293,15 a 333,15 K e modelos matemáticos e correlações lineares foram testados quanto a capacidade de predição dos dados e correlação com a temperatura.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 MATERIAIS

Foram adquiridas duas marcas de óleo de babaçu refinado: marca A, espécie *Orbignya Oleifera Palmaceae*, (código do lote: 02683E20, data de envase 15/05/2020), adquirido do Mundo dos Óleos (Brasília – DF, Brasil) e marca B, espécie *Orbygnia Phalerata Mart*, (código do lote: 20112020, data de envase 11/04/2020) da Copaalj. Os dois óleos foram extraídos por prensagem a frio, seguido de filtração e pela etapa de refino. Todos os demais reagentes e produtos químicos utilizados foram de qualidade analítica e de pureza verificada.

2.2 Propriedades volumétricas

A densidade das amostras foi determinada usando um medidor de densidade Schmidt & Haensch (EDM 4000+, Alemanha) a uma faixa de temperatura de 293,15 K a 333,15 K e uma pressão atmosférica de $p = 0,1$ MPa. Para medição, foi injetado um volume de 4,5 a 5,0 mL de amostra no equipamento para medir a densidade (ρ). As medições foram realizadas no mínimo três vezes, e a densidade de cada amostra foi calculada como uma média obtida a partir das três medidas. A precisão das medidas foi ± 0.000007 g-cm⁻³. O medidor de densidade foi ajustado e calibrado utilizando ar seco e água destilada de acordo com as instruções do fabricante. Entre as amostras, o equipamento foi higienizado com metanol e água deionizada.

2.3 Propriedades viscosímetricas

A viscosidade das amostras de óleo foi determinada a uma faixa de temperatura de 293,15 K a 333,15 K em um reômetro rotativo Brookfield, modelo R/S plus SST 2000 (Brookfield Viscometer Ltd, UK). Os ensaios foram realizados utilizando geometria de cilindros concêntricos em aço inoxidável (sensor CC45). Para determinação do comportamento ao escoamento, medidas de tensão de cisalhamento e de viscosidade absoluta foram obtidas aplicando-se uma rampa contínua na taxa de deformação de 0,01 a 200 s⁻¹. A precisão das medidas foi ± 0.000007 mPa s. O modelo reológico de Newton (Equação 2.1) foi ajustado aos dados experimentais.

$$\tau = \eta \dot{\gamma}$$

(2.1)

Em que τ é a tensão de cisalhamento (Pa); η é a viscosidade absoluta (Pa.s); e $\dot{\gamma}$ é a taxa de deformação (s⁻¹).

2.4 Índice de refração (IR)

O índice de refração (IR) das amostras foi medido em um refratômetro Abbemat 200 (Anton Paar, Brasil) em um comprimento de onda 589nm, uma pressão atmosférica de $p = 0,1$ Mpa com uma reprodutibilidade de controle de temperatura de 0,01 K. Cada medição foi repetida três vezes, e o índice de refração de cada amostra foi calculado como uma média obtida a partir das três medidas. A precisão nas leituras do instrumento era $\pm 0,0002$. Antes de medir cada amostra, o refratômetro foi calibrado com água ultrapura em 25°C, de acordo com as instruções do fabricante. O metanol foi usado para limpar a superfície do prisma refratômetro. A incerteza expandida estimada ($k = 1,96$) para medição do índice de refração estava abaixo de 0,0014.

2.5 Predição dos dados de viscosidade

Neste trabalho foram testados três modelos para predição da viscosidade do óleo de babaçu em função da temperatura. Para isso foram empregados modelos apresentados por Halvorsen et al. (1993) e Fasina et al. (2006), equações 2.2 a 2.4. A Equação 2.2, Modelo de Arrhenius é frequentemente utilizado para modelar a dependência da temperatura de uma propriedade (SAHASRABUDHEB et al., 2017). As Equações 2.3 e 2.4 são, respectivamente, a forma modificada da WLF (Williams-Landel-Ferry) e os modelos da Lei da potência.

i. Modelo Arrhenius

$$\mu = A \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (2.2)$$

Em que E_a é a energia de ativação (kJ/kg), R é a constante de gás universal (8,314 kJ/ mol K), T é a temperatura absoluta (K) e A é uma constante (mPa s).

ii. Modelo modificado de WLF:

$$\ln(\mu) = \frac{aT}{b+T} \quad (2.3)$$

Em que a e b são valores obtidos através da Equação 2.3.

iii. Modelo da Lei da Potência:

$$\mu = k(T - T_{ref})^n \quad (2.4)$$

Em que k e n são constantes e T_{ref} é a temperatura de referência igual a 273,15K.

As constantes A , a , b , k , e n das Equações 2.2 a 2.4 foram estimadas utilizando o procedimento de regressão não-linear NLIN no SAS pacote estatístico (SAS, 2005). O erro padrão estimado (Equação 2.5) foi calculado para averiguar o quanto o modelo se ajusta aos dados experimentais.

$$SEE = \sqrt{\left(\frac{\sum(Y_i - Y'_i)}{n-p}\right)} \quad (2.5)$$

Em que Y é a viscosidade obtida experimentalmente do óleo de babaçu a uma determinada temperatura, Y' é a viscosidade predita pelas equações 2.2 a 2.4, n é o número de dados obtidos, e p é o número de parâmetros em cada equação. Quanto

menor for o valor do SEE, melhor será o ajuste dessa equação aos dados experimentais.

2.6 Obtenção de modelos lineares para densidade e IR:

Para os parâmetros de densidade e IR, foram obtidos modelos lineares de primeira ordem (equação 2.6), ($\rho / \text{g} \cdot \text{cm}^{-3} = a \cdot t/\text{K} + b$ para densidade, e $\text{IR} = a \cdot t/\text{K} + b$ para IR), onde foram encontrados os termos a e b da equação. As equações foram obtidas na caixa de ferramentas da aba Gráficos de dispersão do Microsoft Excel (Pacote Office 2016) para a faixa de temperatura de 333,15 a 293,15 K.

$$Y = aX + b \quad (2.6)$$

Em que Y é a densidade ou IR, a é o coeficiente angular, b o termo independente intercepto e X a temperatura em K.

Também foi obtido o valor de R^2 , coeficiente de determinação, que irá indicar quanto da variação dos dados é explicada pelo modelo obtido. O coeficiente de correlação (r) foi obtido calculando a raiz quadrada do R^2 , para correlacionar a propriedade física estudada com a temperatura.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Densidade, viscosidade e índice de refração experimentais

Os valores dos dados experimentais obtidos para viscosidade absoluta, densidade e IR em função da temperatura estão descritos nas Tabelas 3.1 a 3.3. Os valores estimados para as constantes das equações 2.2 a 2.5 estão apresentados nas Tabelas 3.4 a 3.6.

Marca/Temperatura (K)	Marca A	Marca B
293,15	54,20±0,00	48,93±0,01
298,15	44,95 ±0,01	44,34 ±0,01
303,15	37,87 ±0,01	36,85 ±0,01
308,5	28,24 ±0,01	32,42 ±0,00
313,15	25,35 ±0,01	28,23 ±0,00
318,15	20,42 ±0,00	24,65 ±0,00
323,15	17,36 ±0,00	22,11 ±0,00
328,15	15,1 ±0,00	18,61 ±0,00
333,15	13,62 ±0,00	12,78 ±0,00

Tabela 3.1 Viscosidade (mPa.s) do óleo de babaçu refinado.

Marca/Temperatura (K)	Marca A	Marca B
293,15	0,9391±0,00	0,9162±0,01
298,15	0,9179±0,00	0,9122±0,00
303,15	0,9133±0,00	0,9100±0,00
308,5	0,9102±0,00	0,9055±0,00
313,15	0,9059±0,00	0,9020±0,00
318,15	0,9022±0,00	0,8982±0,00
323,15	0,8982±0,00	0,8940±0,00
328,15	0,8928±0,00	0,8906±0,00
333,15	0,8809±0,01	0,8874±0,00

Tabela 3.2 Densidade (kg/m³) do óleo de babaçu refinado.

Marca/Temperatura (K)	Marca A	Marca B
293,15	1,4620±0,01	1,4558±0,00
298,15	1,4539±0,00	1,4558±0,00
303,15	1,4539±0,00	1,4539±0,00
308,5	1,4521±0,00	1,420±0,00
313,15	1,4502±0,00	1,4502±0,00
318,15	1,4483±0,00	1,4483±0,00
323,15	1,4465±0,00	1,4465±0,00
328,15	1,4447±0,00	1,4446±0,00
333,15	1,4428±0,00	1,4428±0,00

Tabela 3.3 Índice de refração (mPa.s) do óleo de babaçu refinado.

Marca	A (mPa·s) × 10 ⁻⁶	Ea (kJ/mol)	R ²	SEEA (Eq. 2.5)
Marca A	394	28,81	99,41	0,03
Marca B	1753	25,08	92,54	0,17

Tabela 3.4 Energia de Ativação (Ea) e constante A obtidos através da Equação de Arrhenius (Equação 2.2) para as marcas A e B do óleo de babaçu.

Marca/Temperatura (°C)	a	b	R ²	SEEA (Eq. 2.5)
Marca A	0,810162	-234,03	98,73	0,17
Marca B	1,022914	-216,045	88,92	0,60

Tabela 3.5 Valores das constantes a e b a partir do Modelo WLF Modificado (Equação 2.3) para as marcas A e B do óleo de babaçu.

Marca/Temperatura (°C)	<i>K</i>	<i>n</i>	R ²	SEEA (Eq. 2.5)
Marca A	1957,899	-1,1845	98,44	1,45
Marca B	715,698	-0.89099	86,75	0,48

Tabela 3.6 Valores das constantes *k* e *n* a partir do Modelo da Lei da Potência (Equação 2.4) para as marcas A e B do óleo de babaçu.

Conforme apresentado na Tabela 3.4, a energia de ativação calculada foi maior para a marca A (28,81 kJ/mol), a energia de ativação indica a sensibilidade de um material as mudanças de temperatura (KIM et al., 2010), dessa maneira, a amostra A (28,81 kJ/mol) se mostrou mais sensível as mudanças do que B (25,08 kJ/mol).

Para todos os modelos propostos para a predição da viscosidade, o coeficiente de correlação R² foi superior a 0,98 para a marca A e 0,86 para B. A viscosidade é uma propriedade dependente da composição da amostra (SHU et al., 2007), logo a diferença pode ser explicada pelas espécies de óleo babaçu utilizadas para obtenção do óleo das duas marcas. As diferentes fontes botânicas, variações genéticas, tipo de processamento e o grau de refino influenciam a composição do óleo obtido (BAUER et a., 2020).

Considerando que parte do objetivo do trabalho era testar a capacidade dos três modelos propostos para prever os dados de viscosidade do óleo, o modelo que poderia prever com maior precisão o comportamento da viscosidade em função da temperatura seria o Modelo Arrhenius (Equação 2.2), pois o valor de R² são superiores ao demais modelos e os erros associado à diferença entre os dados experimentais e preditos (SEE) são inferiores.

A densidade da marca A variou de 0,9391 a 0,8809 kg/m³ e a de B 0,9162 a 0,8874 kg/m³ (Tabela 3.2) Estudos têm relatado que a densidade obtida experimentalmente é linearmente dependente da temperatura, no entanto, não há nenhuma equação empírica matemática para prever o efeito da temperatura sobre a densidade (SAHASRABUDHE et al., 2017; ESTEBAN et al., 2012). Grande parte dos trabalhos publicados correlacionam os modelos matemáticos com a composição de ácidos graxos do óleo (NOGUEIRA et al., 2010; KALOGIANNI; KARAPANTSIOS &

MILLER, 2011). Apesar de fornecerem informações valiosas, os trabalhos citados ainda falham como preditores da densidade do óleo. Neste trabalho, correlações lineares entre as propriedades físicas (densidade e índice de refração) e temperatura foram obtidas. Na Tabela 3.7 estão descritos os coeficientes do modelo linear para predição da densidade (kg/m^3) em função da temperatura (K), obtidos para as marcas A e B de óleo de babaçu, com coeficientes de determinação (R^2) acima 92%. A correlação (r) entre a densidade e temperatura foi de 0,9569 e 0,9990 para as marcas A e B, respectivamente. Resultados semelhantes foram obtidos por Baroutian et al. (2008), ao estabelecer correlações entre densidade e temperatura para óleos de palma (1,0), soja (1,0), canola (1,0), milho (1,0) e farelo de arroz (0,99). Ceriani et al. (2008) apresentou coeficientes praticamente idênticos ao do presente estudo ao obter correlações lineares ($\rho / \text{g} \cdot \text{cm}^{-3} = a + b \cdot t/^\circ\text{K}$) de ρ em função de T para óleo de babaçu na faixa de temperatura de 303,15 a 353,15 K, os coeficientes foram: $a = 0,9342$ e $b = -0,0007$, $R^2 = 0,9989$.

Marca	a	b	R^2
A	-0,0012	1,2681	0,92
B	-0,0007	1,1308	0,99

Tabela 3.7. Coeficientes da equação linear para predição da densidade (kg/m^3) em função da temperatura (K) obtidos para as marcas A e B de óleo de babaçu.

A densidade (massa/volume) das duas marcas de óleo de babaçu foi inversamente proporcional a temperatura. Este resultado já era esperado, pois o aumento da temperatura aumenta a energia cinética do sistema, e assim, as moléculas de triacilgliceróis se orientam mais distantes entre as demais, causando uma espécie de desagrupamento, que conseqüentemente aumenta o volume ocupado pela molécula; como a densidade é inversamente proporcional ao volume, seus valores tendem a diminuir (COSTA & PEREIRA, 2019).

Outro fator interessante é que o aumento da temperatura favorece os processos oxidativos, enfraquecendo as ligações duplas e ocasionando a queda de volume (POLITE, MATOS & SALES et al., 2013). O grau de instauração do óleo também pode ser uma variável importante, uma vez que a densidade varia proporcionalmente ao grau de instauração (ALMEIDA et al., 2019). No caso do óleo de babaçu, apenas cerca 16% dos ácidos graxos são insaturados, o que ajuda a

diminuir as chances de mudança de volume ocasionada pela oxidação. Baroutian et al. (2008) relataram resultados semelhantes para óleos de palma, soja, canola, milho e de farelo de arroz, com decaimento da densidade na faixa de temperatura de 298,15 a 363,15 K.

Os valores de IR do óleo de babaçu das marcas A e B foram inversamente proporcionais a temperatura e variou de 1,4428 a 1,4820 em A e 1,4428 a 1,4558 em B (Tabela 3.3). Assim como viscosidade e densidade, o IR também é uma propriedade física dependente da composição de ácidos graxos da amostra, comprimento da cadeia e nível de insaturação (ALVISO & ROMANO, 2021). O IR é a razão entre a velocidade da luz no vácuo e a velocidade da luz refletida em um material (HERCULANO et al., 2021). A estrutura da dupla ligação apresenta elétrons deslocalizados, que induzem um aumento de densidade óptica e, conseqüentemente, no IR. O IR é muito utilizado como critério de determinação da qualidade e grau de deterioração e adulteração do óleo (CECCHI, 2003). Nesse contexto, o óleo de babaçu pode apresentar uma vantagem devido ao baixo teor de insaturações encontrado, 16% aproximadamente (MELO et al., 2019) e menores probabilidades de alterações significativas do IR.

Equação linear de primeira ordem também foi usada para prever o índice de refração do óleo de babaçu, das marcas A e B, em função da temperatura. A Tabela 3.8 apresenta os valores dos parâmetros dos modelos e o coeficiente de determinação (R^2). Os valores de R^2 encontrados foram 0,95 para marca A e 1,0 para B, indicando que o modelo linear é adequado para predição do IR. Valores próximos ou iguais a 1,0 indicam que a equação linear segue a mesma tendência de comportamento dos dados experimentais, e por isso podem ser úteis para prever os dados de IR do óleo de babaçu em função da temperatura. A correlação (r) entre IR e temperatura foi 0,9796 e 1,000 para as marcas A e B, respectivamente. Não foram encontrados trabalhos publicados que obtiveram equações lineares de primeira ordem para IR de óleo de babaçu.

Marca	<i>a</i>	<i>b</i>	R ²
A	-0,0004	1,5853	0,96
B	-0,0004	1,566	1,00

Tabela 3.8. Coeficientes da equação linear para predição do índice de refração em função da temperatura (K) obtidos para as marcas A e B de óleo de babaçu.

4. CONCLUSÃO

De acordo com os erros médios encontrados e os coeficientes de determinação (R²), os modelos estabelecidos foram eficientes em prever os dados de viscosidade, densidade e índice de refração do óleo de babaçu, em função da temperatura e podem ser utilizados para predição com acurácia dessas propriedades físicas tão importantes para a concepção e otimização dos processos industriais. Notou-se que os três parâmetros avaliados são inversamente proporcionais ao aumento da temperatura.

O estudo das propriedades físicas do óleo de babaçu contribui para complementar os estudos publicados acerca do óleo de babaçu, valorizando assim a sua utilização como fonte alternativa de óleo vegetal. A dependência da temperatura dessas propriedades físicas do óleo de babaçu pode auxiliar na projeção de processos e equipamentos para indústria alimentícia, farmacêutica e de cosméticos.

5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALMEIDA, D. S., Characterization of vegetable oils through scattered radiation and multivariate analysis, **Radiation Physics and Chemistry**, v. 156, p.245-251, 2019.

ALVISO, D., ROMANO, S. D., Prediction of the refractive index and speed of sound of biodiesel from its composition and molecular structure, **Fuel**, v. 304, 2015.

ASUMING-BEDIAKO et al., Effects of replacing pork backfat with emulsified vegetable oil on fatty acid composition and quality of UK-style sausages, **Meat Science**, v. 96, n. 1, p. 187-194.

BAROUTIAN, S., AROUA, M. K, ABDUL, A.A., SULAIMAN, N. M., Densities of Ethyl Esters Produced from Different Vegetable Oils, **Journal of Chemical and Technology Data**, v. 53, p. 2222-2225, 2008.

BAUER, L. C. et al., Physicochemical and thermal characterization of babassu oils (*Orbignya phalerata* Mart.) obtained by different extraction methods. **Food Research International**, v.137, 2020.

CAI, X. AISSA, K. A., ESTEL, L., LEVENEUR, S., Investigation of the Physicochemical Properties for Vegetable Oils and Their Epoxidized and Carbonated Derivatives, **Journal of Chemical and Technology Data**, v. 63, p. 1524-1533, 2018.

CAO, X., et al., Density, Viscosity, Refractive Index, and Surface Tension for Six Binary Systems of Adamantane Derivatives with 1-Heptanol and Cyclohexylmethanol, **Journal of Chemical & Engineering Data**, v. 59, 2602–2613, 2014.

COSTA, C. S., PEREIRA, C. G., Measurement and Prediction of Properties for Mixtures of Vegetable Oils + Hexane at Different Temperatures, **Journal of Chemical & Engineering Data**, v. 65, n.1, p. 120-132, 2019.

CERIANI, R.; et al., Group Contribution Model for Predicting Viscosity of Fatty Compounds, **Journal of Chemical & Engineering Data**, v. 52, p. 965–972, 2007.
DEMIRBAS, A. Relationship derived from physical properties of vegetable oils and biodiesel fuels. **Fuel**, v. 87, 1743–1748, 2008.

ESTEBAN, J., et al., Measuring the density, viscosity, surface tension, and refractive index of binary mixtures of cetane with solketal, a novel fuel additive. **Energy Fuels**, v. 30, p. 7452–7459, 2016.

ESTEBAN, B., et al., Temperature Dependence of Density and Viscosity of Vegetable Oils, **Biomass and Bioenergy**, v. 42, p. 164–171, 2012.

FASINA, O. O., et al., Predicting Temperature-Dependence Viscosity of Vegetable Oils from Fatty Acid Composition. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 83, p. 899–903, 2006.

GONZÁLEZ, B., et al., Density, dynamic viscosity, and derived properties of binary mixtures of methanol or ethanol with water, ethyl acetate, and methyl acetate at T= (293.15, 298.15, and 303.15) K. **The Journal of Chemical Thermodynamic**, v. 39, p. 1578–1588, 2007.

HALVORSEN, J. D., JR.; CLEMENTS, L. D. Density Estimation for Fatty Acids and Vegetable Oils Based on Their Fatty Acid Composition. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 70, p. 875–880, 1993.

HERCULANO, L. S. The correlation of physicochemical properties of edible vegetable oils by chemometric analysis of spectroscopic data, **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 245, 2021.

JUNG, M. Y., PARK, J. S., YOON, S. H., Quantitative Determination of Conjugated Linoleic Acids in Hydrogenated Vegetable Oils Using Refractive Index. **Food Science and Biotechnology**, v. 25, n. 1, p. 121-125, 2016.

KENDALL, J.; MOORE, K. P. The Viscosity of Liquids. II. The Viscosity Composition Curve For Ideal Liquid Mixtures. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 39, p. 1787–1802, 1917.

KIM, J., et al., Correlation of fatty acid composition of vegetable oils with rheological behaviour and oil uptake, **Food Chemistry**, v. 118, n. 2, p. 398-402, 2010.

LAWSON, H. Aceites y grasas alimentarios – **Tecnología, utilização y nutrición**, 1 ed., Acribia, Zaragoza, 1999.

MAHAJAN, A. R.; MIRGANE, S. R. Excess Molar Volumes and Viscosities for the Binary Mixtures of n-Octane, n-Decane, nDodecane, and n-Tetradecane with Octan-2-ol at 298.15 K. **Journal of Thermodynamics**, v. 2013, p. 1–11, 2013.

MELO, E. et al., First Study on the Oxidative Stability and Elemental Analysis of Babassu (*Attalea speciosa*) Edible Oil Produced in Brazil Using a Domestic Extraction Machine. **Molecules**, v. 24, n. 23, p. 4235, 2019.

NOGUEIRA JUNIOR, C. A. Densities and Viscosities of Binary Mixtures of Babassu Biodiesel + Cotton Seed or Soybean Biodiesel at Different Temperatures, **Journal of Chemical & Engineering Data**, v. 55, n.11, p. 5305-5310, 2010.

OUBOUKHLIK, M., et al., Mass transfer evolution in a reactive spray during carbon dioxide capture. **Chemical and Engineering and Technology**, v. 38, p. 1154 – 1164, 2015.

POLITI, J., R., S., MATOS, P. R. R., SALES, M. J. A., Comparative Study of the Oxidative and Thermal Stability of Vegetable Oils to Be Used as Lubricant Bases, **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 111, p. 1437-1442, 2013.

RAMLI, N. A. S., ABDULLAH, F. Study of Density, Surface Tension, and Refractive Index of Binary Mixtures Containing Alkyl Levulinate and n-Alcohol from 298.15 to 323.15 K, **Journal of Chemical and Technology Data**, v. 66, p. 1856-1876, 2021.

SANTOS, J.C.O., I.M.G. SANTOS, AND A.G. SOUZA, Effect of Heat-ing and Cooling on Rheological Parameters of Edible Vegetable Oils, **Journal of Food Engineer**, v. 67, p. 401–405, 2004.

SAS Institute Inc., SAS User's Guide: Statistics, **Statistical Analysis System Insti0074ute** Inc., Cary, North Carolina, 2005.

SAHASRABUDHEB, S. N., et al., Density, viscosity, and surface tension of five vegetable oils at elevated temperatures: Measurement and modeling, **International Journal Of Food Properties**, v. 20, n. 2, p. 1965-1981, 2017.

SHU, Q., Predicting the Viscosity of Biodiesel Fuels based on the Mixture Topological Index Method, **Fuel**, v. 86, 1849-1854, 2007.

TATE, R. A., et al., The densities of three biodiesel fuels at temperatures up to 300°C. **Fuel**, v. 85, p. 1004–1009, 2006.

ARTIGO 3. ESTABILIDADE CINÉTICA E OXIDATIVA DE NANOEMULSÕES ÓLEO DE BABAÇU (*Orbignya Phalerata Mart*) EM ÁGUA: EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE ÓLEO E GOMA GUAR

RESUMO

Nanoemulsões do tipo O/A são amplamente utilizadas na indústria de alimentos e farmacêuticas. Por isso, fontes alternativas de óleos vegetais precisam ser investigadas quanto à eficácia em compor esses sistemas. O óleo de babaçu é um óleo vegetal rico em ácidos graxos saturados, principalmente o láurico, o que confere a ele uma resistência térmica e oxidativa interessante para a indústria de alimentos, uma vez que esse material poderá ser submetido às mais diversas operações unitárias dentro da indústria. Nanoemulsões são sistemas instáveis termodinamicamente, o que sugere o estudo da melhoria da estabilidade cinética desse material por diferentes métodos de fabricação ou inclusão de biocompostos que auxiliem no controle da instabilidade, por exemplo inclusão de polissacarídeos. Contudo, o objetivo deste estudo foi produzir e avaliar a estabilidade cinética e oxidativa de nanoemulsões do tipo O/A contendo diferentes proporções de óleo de babaçu (10, 20 e 30% m/m) e concentração de goma guar (0, 0,1, 0,15 e 0,2% m/m). Para isso, foram preparadas 12 amostras de nanoemulsão em um homogeneizador de alta velocidade, seguido de um homogeneizador de alta pressão e realizada a caracterização das amostras após 1 dia de fabricação e após 30 dias de armazenamento a 5°C. A caracterização incluiu análises de pH, diâmetro médio e potencial zeta das gotículas de óleo, índice de polidispersidade e índice de cremeação das nanoemulsões. A estabilidade oxidativa foi medida por titulação volumétrica através da quantificação dos índices de acidez e peróxido das amostras. Nenhuma amostra apresentou formação de creme após os 30 dias de armazenamento a 5°C. Os resultados obtidos mostraram que a inclusão da goma guar na fase aquosa preveniu o aumento de tamanho das gotículas de óleo, e conseqüentemente melhorou a estabilidade cinética do sistema. Todas as amostras apresentaram potencial zeta próximos a 30mV (em módulo), ou seja, o balanço de cargas elétricas do sistema foi suficiente para promover a repulsão entre as gotículas. As amostras com maior concentração de óleo (30%) apresentaram menor estabilidade oxidativa. Desta forma, o óleo de babaçu pode ser uma alternativa promissora como fase oleosa de nanoemulsões. Amostras com até 20% de óleo e 0,15% de goma guar obtiveram

melhores resultados quanto a estabilidade cinética e oxidativa. A resistência oxidativa das nanoemulsões pode ser um fator interessante para indústria de alimentos e fármacos.

Palavras-chave: estabilidade cinética, movimento browniano, gotícula

ARTICLE 3. KINETIC AND OXIDATIVE STABILITY OF BABASSU (*Orbignya Phalerata* Mart) OIL NANANOEMULSIONS IN WATER: EFFECT OF CONCENTRATION OF OIL AND GUM GUAR

ABSTRACT

O/W-type nanoemulsions are widely used in the food and pharmaceutical industries. Therefore, alternative vegetable oil sources need to be investigated for their effectiveness in composing these systems. Babassu oil is a vegetable oil rich in saturated fatty acids, especially lauric, which gives it an interesting thermal and oxidative resistance for the food industry, since this material can be submitted to several unit operations within the industry. Nanoemulsions are thermodynamically unstable systems, which suggests the study of the improvement of the kinetic stability of this material by different manufacturing methods or the inclusion of biocompounds that help to control instability, for example, the inclusion of polysaccharides. However, the aim of this study was to produce and evaluate the kinetic and oxidative stability of O/A nanoemulsions containing different proportions of babassu oil (10, 20 and 30% m/m) and guar gum concentration (0, 0.1, 0.15 and 0.2% m/m). For this, 12 nanoemulsion samples were prepared in a high-speed homogenizer, followed by a high-pressure homogenizer and characterization of the samples was performed after 1 day of manufacture and after 30 days of storage at 5°C. The characterization included analyses of pH, mean diameter and zeta potential of the oil droplets, polydispersity index and creamation index of the nanoemulsions. Oxidative stability was measured by volumetric titration by quantifying the acidity and peroxide indices of the samples. No sample showed cream formation after the 30 days of storage at 5°C. The results obtained showed that the inclusion of guar gum in the aqueous phase prevented the increase in size of the oil droplets, and consequently improved the kinetic stability of the system. All samples presented zeta potentials close to 30mV (in modulus), i.e., the balance of electric charges in the system was sufficient to promote repulsion between the droplets. The samples with higher oil concentration (30%) showed less oxidative stability. Thus, babassu oil can be a promising alternative as an oil phase for nanoemulsions. Samples with up to 20% oil and 0.15% guar gum obtained

better results regarding kinetic and oxidative stability. The oxidative resistance of nanoemulsions may be an interesting factor for food and pharmaceutical industries.

Key-words: kinetic stability, Brownian motion, droplet

1. INTRODUÇÃO

Muitas formulações alimentícias, farmacêuticas e cosméticas são baseadas em emulsões (YU et al., 2021). Emulsões do tipo óleo em água (O/A) são amplamente utilizadas para encapsular, proteger e veicular componentes lipossolúveis, permitindo o controle da absorção de lipídios e aumentando a bioacessibilidade de compostos bioativos. No entanto, emulsões são sistemas termodinamicamente instáveis que tendem a se desestabilizar com o tempo, devido a diferentes mecanismos físico-químicos, como separação gravitacional, floculação, coalescência e maturação de Ostwald (GOMES; COSTA; CUNHA, 2018; GUZEY & MCCLEMENTS, 2006).

Devido à ampla ocorrência de sistemas emulsionados em alimentos, o estudo da sua estabilidade cinética, eficácia e diferentes formulações vem crescendo recentemente (MCCLEMENTS; DECKER, WEISS, 2007; TING et al., 2014; HU et al., 2017; HU; TING; HSIEH, 2018; TIWARI, UPADHYAY & SINGH, 2021; YU et al., 2022). Tradicionalmente, as emulsões O/A são produzidas pela homogeneização de óleo e fase aquosa, na presença de um ou mais emulsificantes, que durante a homogeneização são adsorvidos às superfícies das gotículas recém-formadas reduzindo a tensão interfacial, facilitando a ruptura das gotículas. Os emulsificantes mais comuns em alimentos são as proteínas anfifílicas, polissacarídeos, fosfolipídios e surfactantes de pequenas moléculas (GUZEY & MCCLEMENTS, 2006; FRIBERG; LARSSON; SJOBLOM, 2004). A goma guar é um polissacarídeo não iônico que vem sendo utilizado em emulsões, por não apresentar forte propriedade espessante, mesmo em baixas concentrações, além de ser amplamente disponível e ter custo relativamente baixo (LIU & FOSTER, 2022).

O alto consumo de alimentos emulsionados e a busca por alimentos mais saudáveis e fabricados de forma sustentável, fez surgir a busca por fontes alternativas de óleos que pudessem compor esses sistemas sem comprometer a estabilidade cinética e as características desses produtos (SHIN et al., 2019; LEE et al., 2020; RAHMAN et al., 2019; CHOI et al., 2013).

A estabilidade cinética de um sistema emulsionado está relacionada com a natureza química dos óleos e de seus componentes, natureza química dos demais componentes do sistema, estrutura física do sistema, possíveis interações moleculares, tipo de gordura e a organização dos triglicerídeos. Ácidos graxos de cadeia longa e insaturada tendem a se organizar de forma mais simétrica e por isso

tendem a ser menos estáveis (MCCLEMENTS, 2015). O óleo de babaçu tem cerca de 90% de ácidos graxos saturados, o que lhe confere uma estabilidade natural, e o torna particularmente especial para a indústria por ser resistente à oxidação, facilmente absorvido e por conter ácidos graxos de cadeias média, sendo 50% de ácidos láurico, aproximadamente, o que torna sua utilização na produção de emulsões O/A interessante (PEREIRA et al., 2022; DIJKSTRA, 2016). Esse perfil lipídico propicia o emprego desse óleo na fabricação de produtos alimentícios como sorvetes, biscoitos, chocolates, recheios e substitutos de manteiga de cacau, óleo para cozimento e fritura ou base para gorduras e cremes especiais (DE OLIVEIRA et al., 2019; BAUER et al., 2019).

No entanto, o óleo de babaçu ainda é inexplorado como matéria prima na indústria de alimentos, e sua aplicação se restringe aos cosméticos e fármacos. Silva et al. (2020) desenvolveu nanoemulsões cosméticas do tipo O/A contendo óleo de babaçu que permaneceram estáveis por 30 dias. Pessoa et al. (2015) produziram micro emulsões com óleo de babaçu capazes de melhorar o sistema imunológico humano. No entanto, são escassos na literatura os registros quanto à aplicação dessa matéria prima em nanoemulsões alimentícias.

Diante do apresentado, o objetivo deste trabalho foi produzir nanoemulsões do tipo O/A utilizando o óleo de babaçu como fase oleosa, e avaliar a estabilidade cinética e oxidativa das amostras com diferentes proporções de óleo (10, 20 e 30% m/m), além de avaliar o efeito da concentração de goma guar (0, 0,1, 0,15 e 0,2% m/m) na estabilidade cinética das nanoemulsões. Para isso, foram realizadas análises de tamanho de gotícula de óleo, potencial zeta, índice de cremeação, e índices de acidez e de peróxido das nanoemulsões armazenadas a 5°C durante o período de 30 dias.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

Óleo de babaçu refinado foi adquirido na Cooperativa dos Pequenos Produtores Agroextrativistas de Lago do Nico, na cidade Lago do Junco – Maranhão, (código do lote OBREF-22102020). O surfactante utilizado para emulsionar a fase oleosa e aquosa foi o Tween 80 (monooleato de sorbitano), adquirido da Synth (São Paulo, Brasil). Foi adicionado um agente antimicrobiano sorbato de potássio, para evitar a proliferação de microrganismos indesejados. Todos os demais produtos

utilizados foram de grau analítico e as amostras foram preparadas utilizando água ultrapura (MiliQ).

2.2 Desing experimental

Foi adotado um delineamento inteiramente casualizado (DIC) em parcelas subdivididas para compreender o efeito da concentração de goma e de óleo na estabilidade cinética das nanoemulsões. Nas parcelas, tem-se as concentrações de óleo de babaçu (10, 20, 30%) e de goma guar (0%, 0,1%, 0,15% e 0,20%), ou seja, um fatorial $3^1 \times 4^1$, totalizando 12 unidades experimentais. Na subparcela, estudou-se o efeito do tempo de armazenamento, no tempo zero (1 dia após o preparo das nanoemulsões) e após 30 dias ($t=0$ e $t=30$, respectivamente). Os tratamentos foram repetidos pelo menos 2 vezes.

2.3 Preparo das nanonanoemulsões

Foram preparados 12 tratamentos contendo diferentes concentrações de óleo de babaçu e goma guar, conforme delineamento experimental. A fase oleosa foi composta por diferentes concentrações de óleo de babaçu (10, 20 e 30% m/m). A fase aquosa (90, 80 e 70% m/m) foi formada pelo surfactante Tween 80 (3% m/m), agente antimicrobiano sorbato de potássio (0,02% m/m) e goma guar a diferentes concentrações 0%, 0,1%, 0,15% e 0,2% m/m. Primeiramente as gomas foram dispersas em água deionizada e submetidas a agitação magnética em *over-night* a temperatura ambiente. Em seguida, os demais componentes da fase aquosa foram adicionados e permaneceram no banho maria a 70 ± 5 °C para completa dissolução do surfactante. A fase oleosa, também aquecida no banho maria a 70 ± 5 °C por no máximo 2 minutos, foi lentamente vertida na fase aquosa, e as duas submetidas a agitação magnética a 500 rpm por 20 minutos a temperatura ambiente. A pré-emulsão foi obtida utilizando um homogeneizador de alta velocidade (Omni Macro ES Digital Programmable Homogenizer, Kennesaw, EUA) por 3 min a 9.000 rpm à temperatura ambiente. Imediatamente depois, a pré-emulsão foi homogeneizada em alta pressão por um Emulsiflex-C5 (Avestin, Ottawa, Canadá) operando a 15.000 psi, durante 2 ciclos de homogeneização. As amostras foram vertidas em frascos de vidro transparentes hermeticamente fechados, armazenadas a temperatura de 5°C na ausência da luz até o fim do tempo de armazenamento de 30 dias.

2.4 Caracterização das nanonanoemulsões

2.4.1 pH das nanonanoemulsões

A medição do pH foi realizada em triplicata utilizando um medidor de pH Mettler Toledo Seven Excellence Multiparameter. O equipamento foi calibrado com soluções tampão, e os valores de pH foram medidos por inserção do eléctrodo diretamente na amostra.

2.4.2 Potencial zeta (ζ)

Os valores de potencial zeta (ζ) das gotículas de óleo formadas pela homogeneização foram determinadas em um equipamento Zetasizer Nano Zs (Malvern Instruments, Reino Unido) a 25 °C. As amostras foram diluídas em água deionizada na proporção 1:100 para evitar efeitos de espalhamento múltiplo. A mobilidade eletroforética foi estimada a partir da velocidade e direção do movimento das partículas em um campo elétrico bem definido (Equação 2.2)

$$\mu = \frac{UE}{\omega} \quad (2.2)$$

em que U é a velocidade da partícula (m.s^{-1}), ω a frequência (s^{-1}) e E o módulo do vetor campo elétrico efetivo (v.m^{-1}). O potencial zeta ζ (mV) foi então calculado de acordo com a equação de Smoluchoski (Equação 2.3).

$$\zeta = \frac{\mu \eta}{\varepsilon} \quad (2.3)$$

Em que ε é a permissibilidade elétrica do solvente (F.m^{-1}) e η a viscosidade do solvente (Pa.s).

2.4.3 Diâmetro médio das gotículas e Índice de polidispersidade das nanonanoemulsões

O diâmetro médio (d_m) e o índice de polidispersidade (PDI) das gotículas de óleo foram obtidos por espalhamento dinâmico de luz (DLS) (Zetasizer Nano Zs, Malvern Instruments, Reino Unido) a um ângulo de dispersão de 173° à 25 °C. anteriormente a análise, foram preparadas soluções de emulsão e água deionizada

na proporção 1:250 em balões volumétricos, para minimizar os efeitos de espalhamento múltiplo, de onde foram recolhidas alíquotas para análise. A análise foi realizada em triplicata.

2.4.4 Estabilidade macroscópica

A estabilidade à cremeação foi avaliada visualmente após o armazenamento por 30 dias à 5 °C. A extensão da cremeação foi caracterizada em termos do índice de cremeação (IC) (Equação 2.4).

$$IC (\%) = \frac{H}{H_0} \times 100 \quad (2.4)$$

Em que H_0 representa a altura inicial da emulsão e H representa a altura final emulsão após 28 dias de armazenamento.

A aparência das amostras após o armazenamento foi registrada por fotografia.

2.4.5 Microestrutura

A microestrutura das nanoemulsões foi determinada usando microscópio óptico (OLYMPUS BX-60). As amostras foram diluídas com água destilada na proporção 1:50 e em seguida foram colocadas em lâminas, cobertas com lamínulas e visualizadas com aumento de 100x, sendo obtidas aproximadamente 10 imagens de cada lâmina.

2.5 Espectroscopia do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Os grupos funcionais das nanoemulsões preparadas com óleo de babaçu foram avaliados por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), uma vez que todas as substâncias moleculares orgânicas e inorgânicas absorvem radiação na região do infravermelho. As análises foram obtidas em espectrofotômetro (660-IR, Varian, EUA) equipado com um acessório de reflexão atenuada (GladiATR, PIKE Technologies, EUA) sobre a região de 400-4000 cm^{-1} com 16 varreduras e 4 cm^{-1} de resolução espectral.

2.6 Estabilidade oxidativa

2.6.1 Índice de peróxido

Para determinar o índice de peróxido das amostras, foi empregada a metodologia de Danila et al. (2021) com modificações. Para isso, 1,5 g da emulsão foram misturados com 5 mL de clorofórmio, em frasco de vidro fechado. Após agitação suave, foram adicionados 7,5 mL de ácido acético glacial e 1 mL de solução de KI a 10%. O frasco fechado foi agitado suavemente por 1 min e colocado em um local escuro por 15 minutos. 37,5 mL de água destilada foram adicionados e, após agitação, a solução de amido (1%) foi introduzida até aparecer uma cor azul escuro estável. O iodo formado é titulado com tiosulfato de sódio (0,01N). Uma titulação de controle é realizada em paralelo com a determinação do branco. Uma amostra de óleo de babaçu também foi analisada a título de comparação.

Para a determinação do índice de peróxido da emulsão, foi realizado o cálculo a partir da Equação 2.5:

$$IP = \frac{(V_{ref} - V) \cdot 1000}{m} \left[\frac{\text{mmol de peróxido}}{\text{g de emulsão}} \right] \quad (2.5)$$

Em que, IP é o índice de peróxido (mol de peróxido/kg de emulsão), V_{ref} é o volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ consumida durante a titulação da amostra controle, ou seja, o branco (mL), N é a concentração normal da amostra de tiosulfato de sódio utilizada (0,01), 1000 é o coeficiente de recálculo de mol de peróxido/g em mol de peróxido/kg e m é a massa de amostra (g).

2.6.2 Índice de acidez

Foi utilizada a metodologia adapta de Danila et al. (2021) na qual cerca de 2,5 g de amostra de emulsão $\pm 0,001$ g foi contatada com 12,5 mL de clorofórmio e 12,5 mL de álcool etílico. Após a agitação, foram adicionadas 0,2 ml de fenolftaleína e a solução obtida foi titulada sob agitação com hidróxido de potássio (0,1 M KOH) até uma cor rósea ser obtida e permanecer estável por pelo menos 1 min. Para cálculo do índice de acidez (IA), foi utilizada a Equação 2.6:

$$IA = \frac{VKOH \cdot MKOH \cdot 56,11}{m} * \left[\frac{\text{mg de KOH}}{\text{g de emulsão}} \right] \quad (2.6)$$

Em que IA é o índice de acidez da emulsão (mg KOH/g de emulsão); V_{KOH} é o volume de KOH consumido na titulação (mL); M_{KOH} é a concentração molar da solução de KOH (mol/L); 56,11 é o peso molecular do KOH (g/mol); m é o peso da amostra (g).

2.7 Análise Estatística

O efeito de diferentes concentrações de goma guar e óleo de babaçu sobre os parâmetros físico-químicos em estudo (tamanho médio de gotícula, índice de polidispersidade, potencial zeta, pH, índice de acidez e peróxido) foram analisados por ANOVA, considerando cada variável independente e a interação entre eles. Em seguida, as médias obtidas foram comparadas pelo teste Tukey para verificar a diferença significativa entre elas a um nível de significância de 5%. A análise estatística foi executada no programa SISVAR.

Para a comparação dos índices de acidez e peróxido entre as nanonanoemulsões e o óleo de babaçu (controle) foi adotado o teste de Dunnett para averiguar a diferença significativa.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Potencial zeta da nanoemulsão

O potencial zeta das gotículas de óleo das nanoemulsões em diferentes tempos de armazenamento está apresentado na Tabela 3.1. Todas as nanoemulsões apresentaram valores de potencial zeta negativos e próximos de 30mV (em módulo), variando de -35,3 a -18,53 mV. A redução (em módulo) dos valores de potencial zeta com o tempo de estocagem é extremamente comum nas nanoemulsões, devido à baixa polaridade do óleo (CAMPELO et al., 2017). Valores de potencial zeta acima de 30mV (em módulo) contribuem para a repulsão eletrostáticas entre as gotículas de óleo e podem melhorar a estabilidade cinética (MCCLEMENTS, 2016). Isso significa dizer que as forças eletrostáticas repulsivas entre as cargas elétricas do sistema foram maiores do que as atrativas (WONG, DAY, & AUGUSTIN, 2011). Além disso, a repulsão entre cargas reduz a agregação de moléculas, estabilizando as soluções durante o tempo de armazenamento avaliado (YU et al., 2021).

Neste caso, as nanoemulsões que apresentaram potencial zeta mais próximos do módulo de 30 foram os tratamentos 1, 2, 3, 4 e 7, ou seja, os sistemas contendo 0

% de goma guar (1, 2 e 3) e 10% de óleo de babaçu até 0,15% de goma guar (4 e 7) apresentam maior repulsão eletrostáticas das gotas, e conseqüentemente melhor estabilidade cinética. Entretanto, não é possível dizer que apenas um parâmetro possa ditar a estabilidade cinética de uma emulsão cuja outros fatores podem afetar a estabilidade cinética, como tamanho médio e distribuição das gotículas de óleo, tensão interfacial, condições ambientais, a conformação de polímeros, distribuição granulométrica, hidrofobicidade e interações estéreis e eletrostáticas (OZTURK; MCCLEMENTS, 2016; WU et al., 2015; SHAO et al., 2020).

Valores negativos não eram esperados para essas amostras, uma vez que foi utilizado um surfactante não iônico (tween 80). Logo, valores negativos podem ser atribuídos à presença de resíduos e ácidos graxos não esterificados no óleo de babaçu, conformação dos polissacarídeos e ambientes isoelétricos (FERNANDES et al., 2021; WU et al., 2015). O tween 80 é um dos surfactantes mais empregados em sistemas emulsionados por apresentar baixo peso molecular e ser rapidamente adsorvida na interface, reduzindo a tensão interfacial do sistema e formando uma camada resistente e estável (GOMES et al., 2021).

A análise demonstrou que há interação entre o tempo de armazenamento e o tratamento aplicado, e que a concentração de goma guar e de óleo de babaçu afetaram significativamente o potencial zeta das nanoemulsões ($p < 0,05$). Para as amostras 1, 7, 9 e 10 (10% de óleo) o tempo de armazenamento não influenciou o valor de potencial zeta. Os tratamentos 9 a 12 (30% de óleo) apresentaram menores valores de potencial zeta, em módulo, em ambos os tempos de armazenamento ($p > 0,05$). Esse comportamento sugere que a maior concentração de goma guar (0,2%) pode influenciar no decaimento do potencial zeta. Ren et al. (2022) também verificaram uma diminuição do potencial com o aumento da quantidade de goma guar, o potencial zeta de nanoemulsões do tipo O/A produzidas com 0,2% de goma guar foi de $-15,05 \pm 0,05$ mV e a 0,4%, $-9,36 \pm 2,52$ mV. O mesmo comportamento foi identificado por Chitaya et al. (2016), que estudou o efeito de diferentes gomas na floculação de nanoemulsões O/A, e notou que em todas as amostras, o aumento da concentração de goma diminuía a floculação e o potencial zeta, exceto os tratamentos com goma guar.

Tabela 3.1. Potencial zeta (mV) das gotículas de óleo de babaçu para as nanonanoemulsões em diferentes concentrações de óleo e goma guar no dia 1 e 30 após a homogeneização e armazenamento a 5 °C.

Tratamento	Concentração goma (%)	Concentração óleo de babaçu (%)	Potencial Zeta (mV)	
			1 dia	30 dias
1	0	10	- 25,74±0,91Aab	-26,67±1,00 Aab
2	0	20	-28,3±2,20 Bab	-26,07±2,12 Aab
3	0	30	-35,3±1,64 Ba	-32,50±4,27 Aa
4	0,1	10	-30,77±4,31 Bab	-27,60±2,36 Aab
5	0,1	20	-27,20±2,42 Bab	-25,43±3,57 Aab
6	0,1	30	-25,57±1,70 Bab	-22,13±2,31 Aab
7	0,15	10	-30,50±7,20 Aab	-29,01±6,52 Aab
8	0,15	20	-26,20±2,78 Bab	-22,57±3,31 Aab
9	0,15	30	-19,47±0,70 Ab	-18,53±1,02 Ab
10	0,20	10	-19,17 ±0,76 Ab	-18,83±1,38 Ab
11	0,20	20	-22,60±1,92 Ab	-24,27±0,15 Bab
12	0,20	30	-22,43±0,12 Ab	-24,77±0,45 Bab

Médias de tratamentos seguidas de mesma letra maiúscula na linha e minúscula na coluna não diferem entre si pelo teste Tukey a 5% de probabilidade.

3.2 Diâmetro médio das gotículas de óleo e índice de polidispersidade das nanoemulsões

Os resultados do diâmetro médio das gotículas e do índice de polidispersidade (PDI) das nanoemulsões contendo óleo de babaçu como fase oleosa são mostrados na Tabela 3.3. O índice de polidispersidade está relacionado com o grau de uniformidade da distribuição do tamanho das gotículas, ou seja, quanto menor o valor de PDI, mais homogênea é a distribuição dos tamanhos de gotículas (SILVA; ZABOT; MEIRELES, 2015). Todas as nanoemulsões apresentaram baixos valores de índices de polidispersidade, inferiores a 0,35.

O tamanho médio das gotículas de óleo da nanoemulsão fornece informações úteis à estabilidade a longo prazo ou aos seus processos de desestabilização, tais como cremação, floculação e coalescência (MCCLEMENTS, 2015). Para a variável

diâmetro médio de gotícula, a interação entre o tratamento (combinação dos fatores concentração de goma e óleo) e o tempo de armazenamento foi não significativa ($p < 0,05$). Dessa forma, os fatores podem ser avaliados independentemente.

Não foi verificado aumento significativo no diâmetro das gotículas após o tempo de armazenamento de trinta dias ($p < 0,05$). O tamanho do diâmetro médio variou de 153,33 a 246,17 nm no tempo inicial e de 151,27 a 254,20 nm após 30 dias, com média de 201,47 e 203,89 nm, respectivamente. Em geral, os tratamentos tiveram tamanho médio próximo a 200 nm, sendo classificados como nanoemulsões (RODRIGUES et al., 2015). Tamanho de gota da ordem de 200nm proporcionam melhor estabilidade quanto as forças gravitacionais, cremação, sedimentação e floculação (OSTERTAG & MCCLEMENTS, 2012; MAHDI et al., 2011). Resultados similares foram encontrados por Rodrigues et al. (2015) ao avaliarem nanoemulsões contendo até 12,5% de óleo de babaçu na fase oleosa ($112,6 \pm 1,1$ a $270,3 \pm 19,4$ nm). O óleo de babaçu vem sendo objeto de estudo para obtenção de produtos inovadores, sistemas nanoestruturados produzidos por Sousa et al (2013), possuíam diâmetro médio de $220,5 \pm 1,98$ nm. Nanoemulsões para fins farmacêuticos e cosméticos produzidas com 5 e 10% de óleo de babaçu também apresentaram diâmetro semelhante (130-236nm) (ROCHA-FILHO et al., 2012).

Espera-se que o tamanho das gotículas aumente após o armazenamento a longo prazo, devido aos mecanismos de estabilização entre as gotículas via interações atrativas. Apesar disso, o resultado obtido pode ser atribuído a diversos fatores. Um dos aspectos que podem ter contribuído para esse resultado é o aumento da viscosidade por meio da adição de goma guar na fase aquosa, que dificulta o movimento das gotículas de óleo dispersas e, assim, reduzem a frequência de colisões e coalescência entre delas (AMARAL et al., 2017; NUNES et al., 2021).

Além disso, a utilização do surfactante tween 80, que possui natureza anfifílica, contribuiu para manutenção do tamanho das gotículas menores mesmo após o tempo de armazenamento, devido ao impedimento estérico que pode retardar a coalescência das gotículas, prevenindo o aumento do raio hidrodinâmico das gotas e a diminuição da tensão superficial (SILVA, ZISU & CHANDRAPALA, 2021; (SINGH, VAN HAMME, & WARD, 2007).

Tabela 3.2. Diâmetro médio (d, nm) e índice de polidispersidade (PDI) das gotículas de óleo de babaçu para as nanonanoemulsões em diferentes concentrações de óleo e goma guar no dia 1 e 30 após a homogeneização e armazenamento a 5 °C.

Tratamentos	Goma (%)	Óleo (%)	1 dia		30 dias	
			d(n,m)	PDI	d(n,m)	PDI
1	0	10	214,70±3,92 b	0,31±0,09	211,40±5,11 b	0,35±0,1 0
2	0	20	246,17±5,99 a	0,21±0,00	244,00±2,86 a	0,21±0,0 0
3	0	30	241,63±1,51 a	0,03±0,03	241,53±1,64 a	0,18±0,0 0
4	0,1	10	153,33±1,65 d	0,16±0,01	151,77±8,06 d	0,16±0,0 0
5	0,1	20	177,40±1,32 c	0,12±0,04	190,20±1,91c	0,12±0,0 2
6	0,1	30	245,67±5,03 a	0,14±0,01	254,20±15,69 a	0,15±0,0 3
7	0,15	10	158,60±1,21 d	0,12±0,02	160,67±8,12 d	0,15±0,0 3
8	0,15	20	180,47±1,00 c	0,11±0,02	177,57±2,80 c	0,10±0,0 2
9	0,15	30	232,50±1,35 a	0,15±0,03	246,83±10,72 a	0,14±0,0 4
10	0,2	10	155,37±2,28 d	0,15±0,01	152,27±3,75 d	0,13±0,0 1
11	0,2	20	173,73±3,44 c	0,14±0,01	170,83±7,74 c	0,10±0,0 3
12	0,2	30	211,40±5,11 a	0,14±0,01	245,45±1,98 a	0,13±0,1 3

Médias seguidas de mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste Tukey a 5% de probabilidade.

A eficácia da quebra das gotículas de óleo durante o processo de homogeneização proporcionou o tamanho nanométrico das gotículas de óleo. O homogeneizador de alta pressão utilizado no processo de produção das gotículas favorece a quebra das gotículas em unidades nanométricas devido a altas taxas de cisalhamento aplicadas; durante esta etapa, a mistura de óleo e água é submetida a campos de fluxo intenso e turbulento de cisalhamento, levando a decomposição da fase dispersa em pequenas gotas (SILVA et al., 2016; JUTTULAPA et al., 2017; REN et al., 2022).

O tamanho nanométrico proporcionado pela homogeneização, em sinergia com outros fatores como a utilização do polissacarídeo goma guar favorecem a estabilização cinética e o não aumento do tamanho médio das gotículas durante o armazenamento. A goma guar é um polissacarídeo que não possui cargas elétricas dissociadas, com elevado peso molecular (aproximadamente 103 kDa) que em baixas concentrações pode formar ligações de hidrogênio com moléculas de água que espessa e estabiliza a fase aquosa proporcionando estabilidade ao sistema, uma vez que a alta viscosidade dessa fase pode reduzir o movimento browniano das gotículas evitando choques e colisões (JUTTULAPA et al., 2017; AMARAL et al., 2017; REN et al., 2022). Notoriamente, a inclusão da goma guar provocou uma diminuição do tamanho médio das gotículas, pois a partir da amostra 4, observa-se um decaimento (214 a 246 nm para 153 a 245 nm), pois provavelmente a baixa viscosidade da fase aquosa dos tratamentos sem goma guar aumentou o movimento das gotas, levando a coalescerem.

Nota-se que o comportamento do tamanho da gota foi influenciado pela concentração de óleo ($p < 0,05$). Na presença de goma, as médias dos tratamentos em cada concentração de óleo (4, 7 e 10 (10%), 5, 8 e 11 (20%) e 6, 9 e 12 (30%)) não diferem entre si ($p > 0,05$). Existe uma tendência para o aumento do tamanho das gotículas com a concentração de óleo nas nanonanoemulsões. Isto pode ser explicado pelo fato da quantidade de emulsificante ser fixa para amostras com 10, 20 e 30% de óleo, dessa forma, para maiores concentrações de óleo, menor a disponibilidade de emulsificante para adsorver na superfície da gotícula (CAMPELO et al., 2017). Outros autores observaram o mesmo comportamento em estudos de nanoemulsões com óleo de manjeriço (GARCIA; TONON; HUBINGER, 2012).

Todas as nanoemulsões foram preparadas com óleo de babaçu na fase oleosa

o que futuramente pode viabilizar a inclusão de substâncias insolúveis em água nos produtos alimentícios.

3.3 pH das nanoemulsões

A medição do pH é importante, pois a alteração do seu valor ao longo do tempo pode significar alterações químicas dos componentes presentes na formulação, o que pode interferir na estabilidade do sistema (CAMPELO et al., 2017). Como esperado, todas as nanoemulsões apresentaram o pH próximos ao da água (7,0), já que a água é o maior componente do sistema. Valores reduzidos de pH são interessantes por estarem relacionados a desestabilização dos hidrocoloides, a redução das cargas elétricas das partículas que provocariam a redução do pH, reduziriam também a repulsão eletrostática das gólicas, levando assim a agregação, o uso de uma goma neutra, sem carga pode ter evitado esse fenômeno (JACOBSEN et al., 2001; RAO & MCCLEMENTS, 2012); e facilitarem a oxidação lipídica, uma vez que a redução do pH pode indicar a presença de ácidos graxos livres resultantes da hidrólise de fosfolípidos e triglicérides (SILVA et al., 2019).

Os valores médios de pH das nanoemulsões estão apresentados na Tabela 3.5. o teste de médias indicou que não ocorreu interação entre os fatores tratamento e tempo para a variável pH ao nível 5% de significância. Dessa forma, os fatores podem ser avaliados independentemente.

A análise também permitiu averiguar que o pH das nanoemulsões é influenciado pelos tratamentos aplicados ($p < 0,05$). Apenas os tratamentos com maior concentração de goma guar (0,2%) (11 e 12) diferiram dos demais.

Devido a sua importância para a estabilidade cinética e oxidativa da emulsão, o pH de nanoemulsões do tipo O/A deve ser estudado. Nanoemulsões com óleo de amêndoa de uva em diferentes concentrações (40 a 80%) apresentaram pH entre 6,9 e 7,0 (SILVA, ZISU & CHANDRAPALA, 2021). Normalmente os trabalhos com nanoemulsões O/A estudam o efeito da mudança de pH na caracterização e estabilidade da emulsão, especialmente quando os emulsificantes e tensoativos utilizados possuem carga, como é o caso de proteínas e algumas gomas.

Tabela 3.3. Valores de pH das nanonanoemulsões em diferentes concentrações de óleo e goma guar no dia 1 e 30 após a homogeneização e armazenamento a 5 °C.

Tratamento	Concentração de goma (%)	Concentração de óleo (%)	pH 1 dia	pH 30 dias
1	0	10	6,32±0,14 a	6,32±0,13 a
2	0	20	6,33±0,02 a	6,36±0,08 a
3	0	30	6,30±0,06 ^a	6,31±0,06 a
4	0,1	10	6,36±0,03 a	6,28±0,17 a
5	0,1	20	6,28±0,11a	6,31±0,08 a
6	0,1	30	6,33±0,06 a	6,22±0,16 a
7	0,15	10	6,32±0,05 a	6,31±0,11 a
8	0,15	20	6,27±0,02 a	6,29±0,01 a
9	0,15	30	6,30±0,06 a	6,34±0,05 a
10	0,2	10	6,33±0,03 a	6,38±0,07 a
11	0,2	20	6,37±0,04 b	6,42±0,02 b
12	0,2	30	6,40±0,01 b	6,45±0,04 b

Médias seguidas de mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste Tukey a 5% de probabilidade.

3.4 Estabilidade macroscópica da emulsão

A estabilidade da emulsão foi determinada a partir da separação total de fase aquosa de forma expressiva através da análise visual em tubos de vidro. Visualmente não foi detectado nenhuma separação de fases em nenhum dos tratamentos, durante os 30 dias de armazenamento a 5°C. A visualização macroscópica das nanoemulsões está representada na Figura 3.1

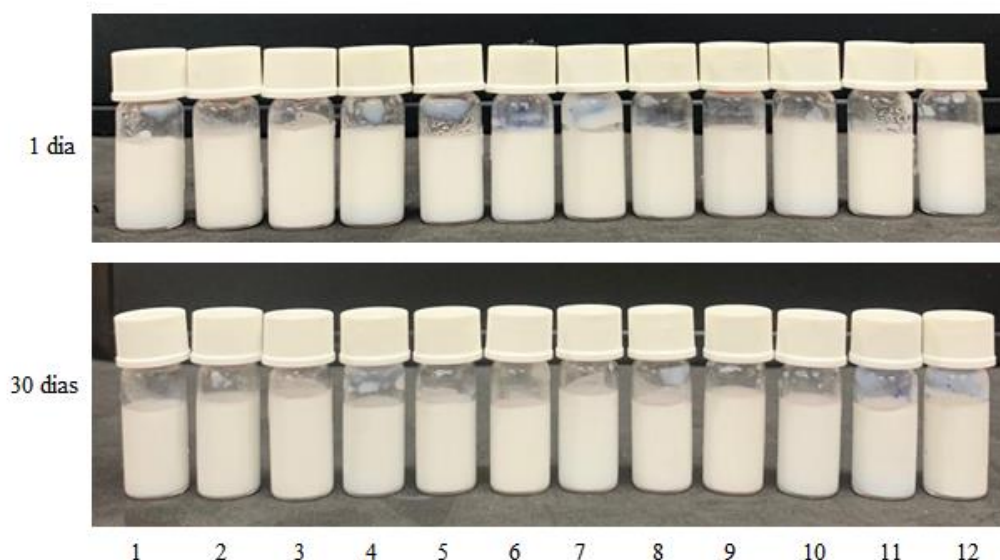


Figura 3.1. Fotografias das nanoemulsões preparadas com diferentes concentrações de óleo de babaçu, adicionadas de goma guar, avaliadas antes e após o armazenamento a 5 °C.

Fonte: A autora.

3.4 Microscopia

As imagens obtidas através da análise microscópica das nanoemulsões, nos tempos 0 e 30 do armazenamento, estão disponíveis na figura 3.3. As imagens revelam uma pequena diferença entre as amostras as nanoemulsões estabilizadas com goma guar e as nanoemulsões controle. Não foi observada nenhuma agregação das gotículas. Sugere-se que pouco ou nenhum processo de desestabilização como aglomeração, floculação, cremação ou separação de fases tenha ocorrido. Este comportamento é extremamente importante para a possível aplicação desse tipo de sistema em produtos alimentares.

O tamanho e a quantidade de gotas foram mais expressivos nas nanoemulsões de 1 a 3, em ambos os tempos. Nota-se ainda alguma floculação que segundo Dickinson (2003) é um fenômeno onipresente em sistemas contendo hidrocoloides. A introdução da goma guar como emulsificante, diminui o tamanho das gotículas das nanoemulsões de 4 a 12, devido a inclusão da goma guar na fase aquosa continua que aumenta a viscosidade do meio e impede a colisão e agregação das gotas (NUNES et al., 2021). Nota-se também uma camada brilhante ao redor das gotículas que pode ser atribuída a presença do surfactante (tween80). Já a goma guar,

não foi possível identificá-la visualmente no microscópio, uma vez que ela está dispersa na fase aquosa e não aderida à interface da gota.

Também se observou que a quantidade de gotículas foi proporcional à porcentagem de óleo de babaçu, ou seja, o número de gotas aumenta proporcionalmente à concentração de óleo. Os resultados também corroboram com o tamanho de gota encontrado no tópico 3.3 supracitado.

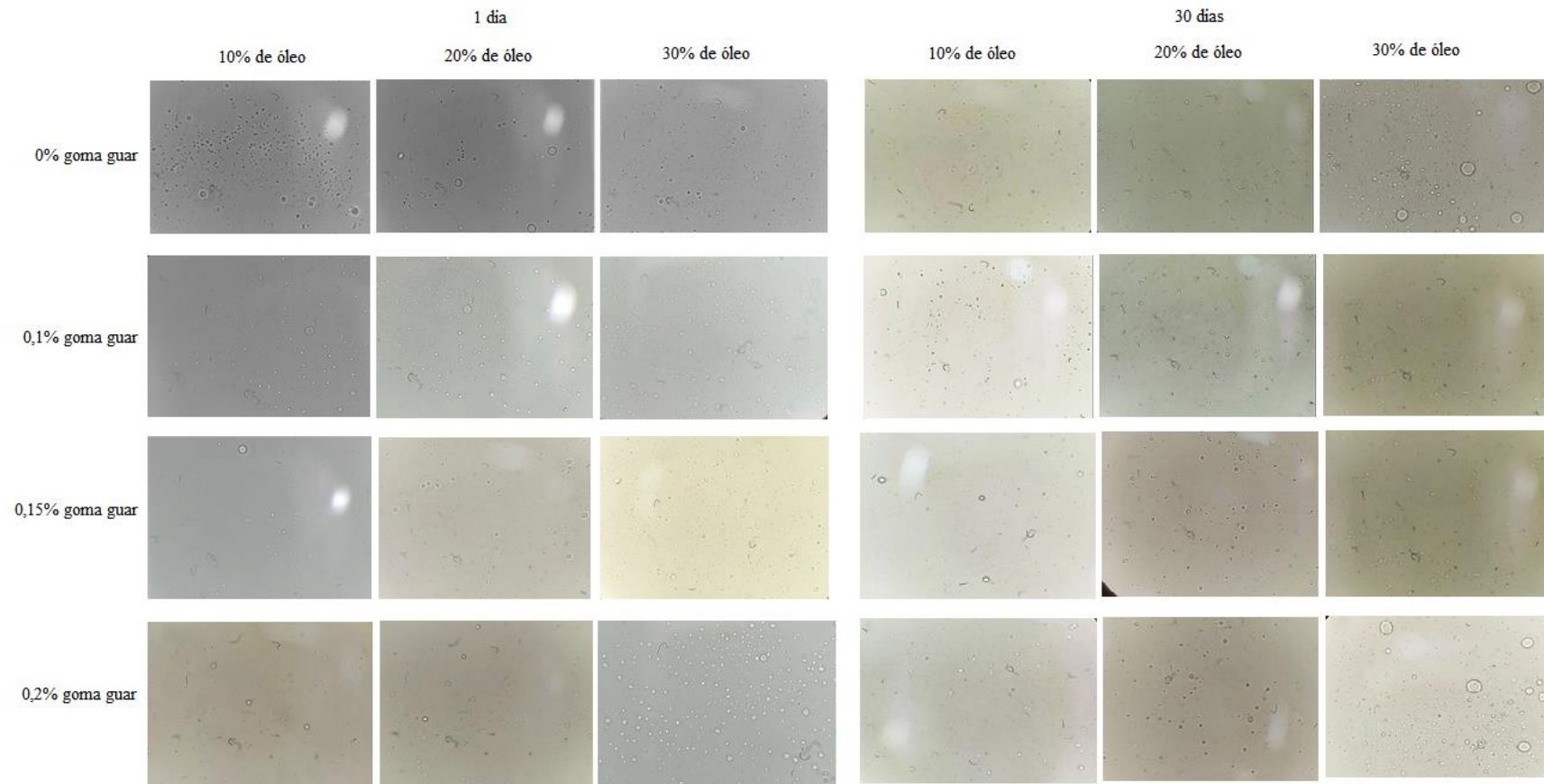


Figura 3.2. Micrografias das nanoemulsões preparadas com diferentes concentrações de óleo de babaçu *Orbignyia Speciosa*, adicionadas de goma guar, avaliadas antes e após o armazenamento a 5 °C.

Fonte: A autora.

3.5 Espectroscopia do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) das nanoemulsões

A espectroscopia de infravermelho é uma análise simples, rápida, não destrutiva e que não requer preparo da amostra e uso de solventes, ela é baseada na interação entre a radiação eletromagnética e o material. A absorção de energia depende dos grupos funcionais das moléculas, por tanto, a determinação qualitativa e quantitativa de compostos pode ser obtida (DAOUD et al., 2019). Trabalhos recentes têm ampliado a utilização da análise de FT-IR para medições de oxidação lipídica (KLAYPRADIT; KERDPIBOON & SINGH, 2011; LERMA-GARCÍA et al., 2011).

Espectros de infravermelho FT-IR obtidas das amostras de emulsão de 1 a 12 estão ilustrados na figura 3.3 no tempo 0 e na figura 3.4 as do tempo 30. De maneira geral, todos os espectros se assemelham, e todos tiveram três principais regiões observadas: (1) 3000-3500 cm^{-1} , (2) 1900-2300 cm^{-1} e (3) 1500-1800 cm^{-1} . A larga banda (1) observada em todos os espectros, de 3000 e 3500 cm^{-1} , pode ser relacionado ao estiramento O-H das ligações de hidrogênio, certamente das moléculas de água e de variações de hidro peróxidos (aldeídos, álcoois e cetonas) frutos de oxidação (WANG et al., 2014; DAOUD et al., 2019). Após os 30 dias (Figura 3.5) houve um ligeiro aumento dessas bandas, apesar do aumento ser superficial, ele pode ser fruto da oxidação mais acelerada e surgimento de novos produtos oxidativos. Resultados semelhantes foram encontrados por Belhaj (2010) em nanoemulsões com óleo de salmão. A expressividade dessa banda também pode ser relacionada a maiores frações de água (90%) nas nanoemulsões 1, 4, 7 e 11 (FERREIRA; FAZA; LE HYRAIC; 2012). A vibração deste pico ainda pode ser atribuída as ligações intermoleculares do hidrogênio/extensão -OH da goma guar (LIYANAGE et al., 2015).

A segunda região (2) foi atribuída às carboxilas dos triglicerídeos do óleo de babaçu e aldeídos e cetonas provenientes da oxidação (DAOUD et al., 2019). A terceira região (3) relaciona-se com os grupos metilas -CH₂ e -CH₃. A banda de absorção em 1732 cm^{-1} dessa região é referente à vibração de estiramento do grupo carbonila do surfactante adicionado tween 80, também encontrado em relatos anteriores da literatura (CHU et al., 2019). Além disso, a presença da goma guar nas nanoemulsões de 4 a 12 pode ter favorecido a expressividade do pico na região de 1640 cm^{-1} por conta da água adsorvida pela goma e no pico 3340 cm^{-1} devido a alongamento da ligação O-H (LYIANE et al., 2015; MUDGIL et al., 2012).

Tabela 3.4. Grupos funcionais observados nos espectros de FT-IR das nanoemulsões com óleo de babaçu e seus correspondentes comprimentos de onda e componente a qual pertence. Fonte: A autora.

Grupo Funcional	Comprimento de onda (cm⁻¹)	Componente da emulsão
-OH	3000 e 3500	Água, produtos de oxidação, gomar
-CH ₂ e -CH ₃	1900-2300	guar
C=O	1732	Gomar guar, óleo de babaçu
-CH ₂ e -CH ₃	2700-2900	Tween 80
C-C-C e C-OH	1000-1300	Óleo de babaçu
870 cm ⁻¹		Goma guar Galactose e manose (goma guar)

Duas outras bandas menos expressivas são observadas em todas as imagens: (4) 2700-2900 cm⁻¹ e (5) 1000-1300 cm⁻¹. Elas podem ser relacionadas com as ligações saturadas do óleo de babaçu, por exemplo as diferentes vibrações dos grupos funcionais -CH₂ e -CH₃ (SAGIRI et al, 2015) e por acoplados C-C-C e C-OH da goma guar (nas nanoemulsões de 4 a 12), respectivamente. Um pico menos expressivo em 870 cm⁻¹ é referente as moléculas de galactose e manose do gomar guar e em 930 e 770 cm⁻¹ suas respectivas ligações, a inexpressividade destes picos são devido a pouca concentração utilizada (MUDGIL, 2012).

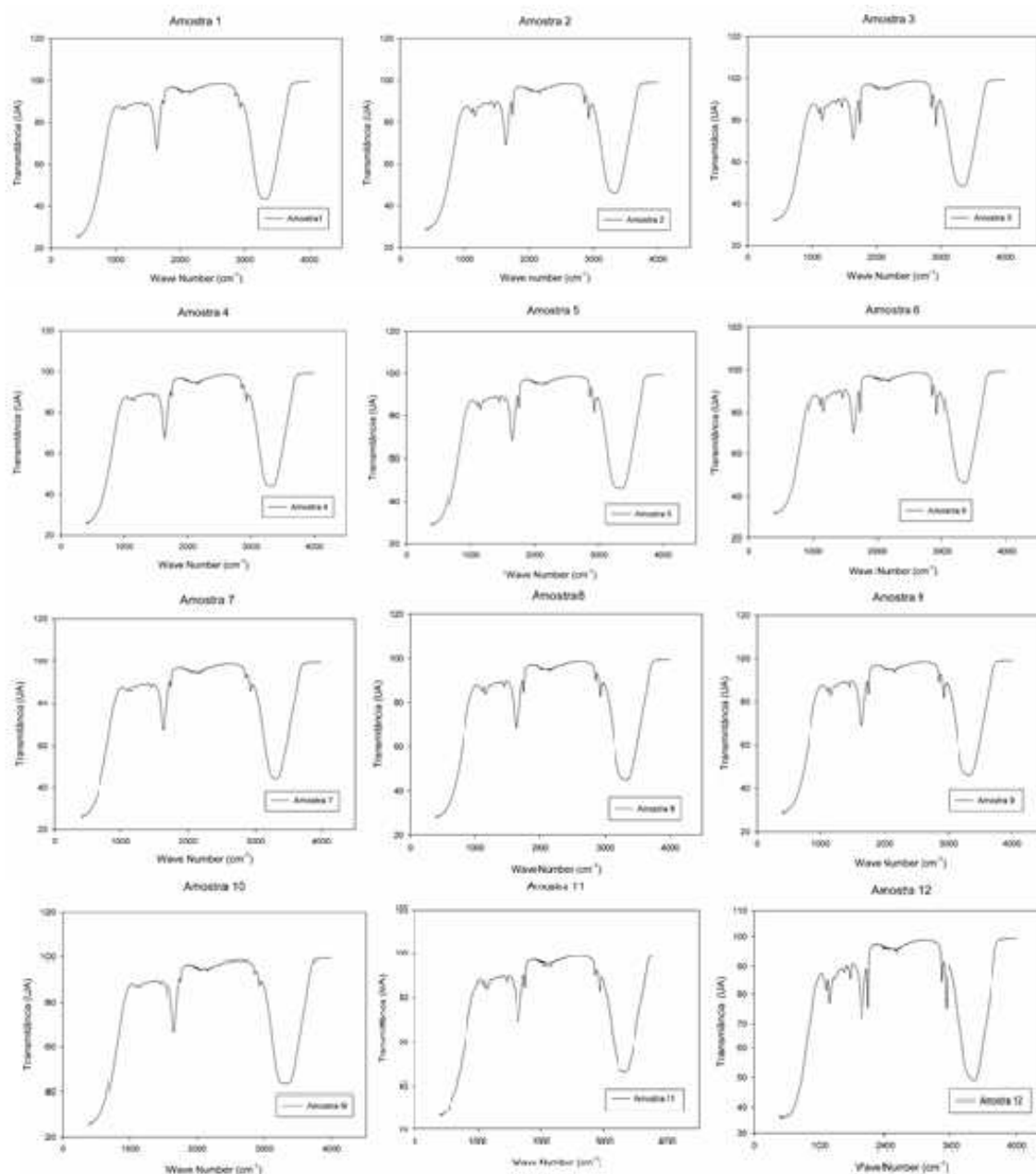


Figura 3.3. Espectros de FT-IR das nanoemulsões preparadas com diferentes concentrações de óleo de babaçu *Orbignyia Speciosa* e de gomar guar após 1 dia armazenadas a temperatura de 5°C. Fonte: A autora.

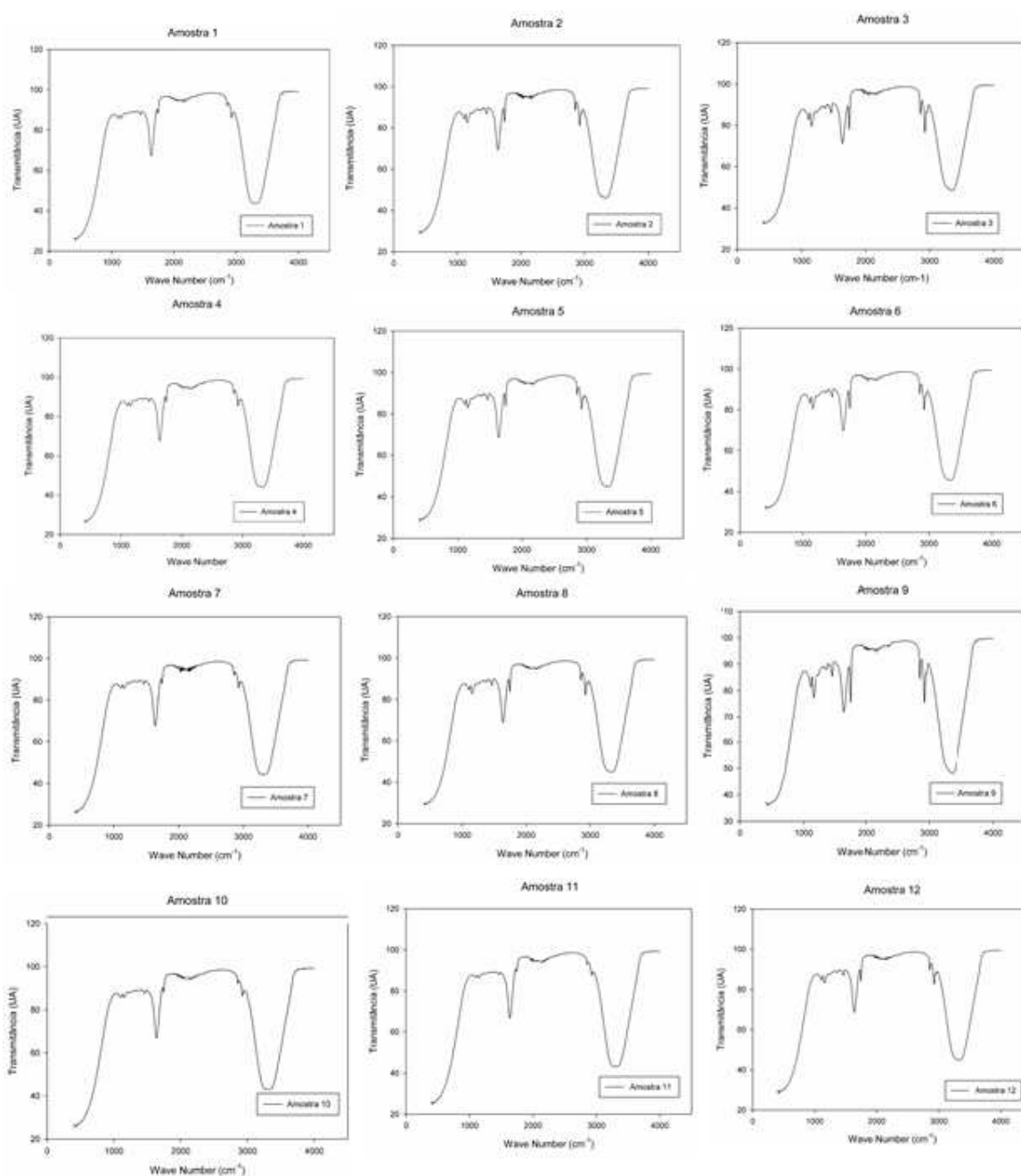


Figura 3.4. Espectros de FT-IR das nanoemulsões preparadas com diferentes concentrações de óleo de babaçu *Orbigyna Speciosa* e de gomar guar após 30 dias armazenadas a temperatura de 5°C. Fonte: A autora.

3.6 Estabilidade oxidativa da emulsão

A oxidação lipídica resulta na geração de sabores indesejáveis e compostos insalubres, como radicais livres e aldeídos reativos que diminuem o valor nutricional, a vida útil do armazenamento e a aceitação (BABA et al., 2018). Dados sobre a quantificação de produtos da oxidação lipídica primária e secundária foram utilizados para dimensionar o comportamento da estabilidade oxidativa das nanoemulsões

produzidas. O mecanismo de oxidação de nanoemulsões O/A é mais complexo do que do óleo a granel, isso porque podem haver interações dos compostos anti e pró oxidantes tanto com água quanto com o óleo; um método analítico preciso e rápido para avaliar diretamente a oxidação das nanoemulsões é urgente e necessário (DAOUD et al., 2019). Muitas são as tentativas da literatura de explicar o comportamento oxidativo das nanoemulsões, e várias diferenças são encontradas a partir de diferentes formulações (SCHOEN & BERTON-CARABIN, 2022; MANZOCCO et al., 2016; CONTE et al., 2020). Apesar disso, estudos recentes vêm acompanhando a oxidação de nanoemulsões a partir de métodos analíticos tradicionais que também foram utilizadas neste estudo (ENCALADA et al., 2020; DANILA et al., 2021a; DANILA et al., 2019b).

Normalmente, as nanoemulsões podem ser lentamente oxidadas e convertidas num complexo sistema orgânico com um elevado número de componentes derivados de todas as etapas de oxidação (iniciação, desenvolvimento e quebra de diferentes cadeias macromoleculares) (DANILA et al., 2019). Os resultados experimentais da variação dos índices de acidez e peróxido das nanoemulsões e do óleo de babaçu (controle) estão descritos na Tabela 3.5 e 3.6, respectivamente.

A análise demonstrou que há interação entre o tempo de armazenamento e o tratamento aplicado, e que os tratamentos obtidos pelas diferentes combinações de concentração de goma guar e de óleo de babaçu diferem entre si a 5%, para índice de acidez e de peróxido. As médias de IA e IP foram significativamente maiores no tempo de 30 dias ($p > 0,05$). O IA variou de 0,4072 a 1,2654 e 0,8852 a 5,7951 mg KOH/g de emulsão, no tempo 1 e 30, respectivamente, e o IP de 3,3883 a 7,0043 mol de peróxido/kg de emulsão, no tempo 1 e 7,5181 a 16,8726 mol de peróxido/kg de emulsão, no tempo 30. Valores relativamente baixos que podem ser atribuídos ao armazenamento a baixa temperatura (5°C) e na ausência da luz, pois a deterioração do óleo pode ser causada especialmente pela luz, ar e calor (YAMAMOTO & MISAWA, 2018). O índice de acidez é um parâmetro que indica a qualidade e o estado de conservação de óleos e gorduras, quanto mais baixo for o valor, menor será a extensão da sua oxidação (DANILA et al., 2021).

Tabela 3.5. Índice de acidez (IA) das nanoemulsões contendo óleo de babaçu em diferentes concentrações de óleo e goma guar nos dias 1 e 30 após a homogeneização e armazenamento a 5°C.

Tratamento	Concentração goma (%)	Concentração óleo de babaçu (%)	Índice de acidez (mg KOH/g de emulsão)	
			1 dia	30 dias
1	0	10	0,7968±0,02 Bdc	1,8880±0,01 Afd
2	0	20	1,0438±0,08 Bdc	3,1783±0,20 Aeb
3	0	30	1,2654±0,03 Ba	5,7951±0,01 Aa
4	0,1	10	0,4543±0,00 Be	0,8296±0,02 Ag
5	0,1	20	0,6731±0,02 Bd	1,0181±0,02 Agfe
6	0,1	30	0,9826±0,01 Bcb	1,3674±0,00 Aec
7	0,15	10	0,4362±0,02 Be	0,8852±0,02 Agf
8	0,15	20	0,6577±0,01 Bd	1,0245±0,00 Afe
9	0,15	30	0,9197±0,00 Bcb	1,3471±0,03 Aec
10	0,20	10	0,4072±0,01 Be	0,8772±0,00 Agf
11	0,20	20	0,6487±0,02 Bd	1,0121±0,03 Afe
12	0,20	30	0,9716±0,09 Bcb	1,3008±0,09 Aedc
Controle	0	100	2,2774±0,05	4,8949±0,70

Médias de tratamentos seguidas de mesma letra maiúscula na linha e minúscula na coluna não diferem entre si pelo teste Tukey a 5% de probabilidade.

Tabela 3.6. Índice de peróxido (IP) das nanoemulsões contendo óleo de babaçu em diferentes concentrações de óleo e goma guar nos dias 1 e 30 após a homogeneização e armazenamento a 5°C.

Tratamento	Concentração goma (%)	Concentração óleo de babaçu (%)	Índice de peróxido (mol de peróxido/kg de emulsão)	
			1 dia	30 dias
1	0	10	3,3883±0,34 Bg	12,0843±0,09 Ag
2	0	20	5,3470±1,42 Bfe	14,0167±0,51 Aedcb
3	0	30	5,8077±0,02 Bec	16,3508±0,40 Acdb
4	0,1	10	3,7784±0,17 Bgf	7,5181±0,56 Age
5	0,1	20	5,1860±0,19 Be	10,5643±0,08 Afedc
6	0,1	30	6,3913±0,18 Bcba	15,3084±0,08 Acb
7	0,15	10	3,5089±0,56 Bgf	11,3156±0,08 Agf
8	0,15	20	5,6097±0,03 Becb	12,3134±0,02 Adcb
9	0,15	30	7,0043±0,02 Ba	16,8726±0,48 Af
10	0,20	10	4,4561±0,29 Bfe	10,2253±0,02 Agfed
11	0,20	20	5,2935±0,04 Bec	12,1831±0,20 Aedc
12	0,20	30	6,5530±0,61 Bba	16,6360±0,54 Af
Controle	0	100	10,854±0,34	25,556±3,57

Médias de tratamentos seguidas de mesma letra maiúscula na linha e minúscula na coluna não diferem entre si pelo teste Tukey a 5% de probabilidade.

Como esperado, o aumento da concentração de óleo aumentou o IA e IP dos hidrocoloides, podendo ser observado nos valores médios dos tratamentos contendo 30% de óleo de babaçu (6, 9 e 12). De maneira geral, os tratamentos correspondentes à mesma concentração de óleo foram significativamente iguais, mas diferiram daquelas com concentração de goma superior. O aumento da concentração de óleo também aumenta a quantidade de ácidos graxos livres disponíveis para a oxidação (DANILA e tal., 2019). O que também pode explicar o fato da amostra controle, óleo puro, ter apresentado IA e IP superior as nanoemulsões, quando comparados pelo teste Dunnet a 5% de confiabilidade.

Os tratamentos sem adição de goma guar (1, 2 e 3) tiveram maiores índices IA e IP do que as demais, pois a oxidação pode ocorrer de forma mais rápida em nanoemulsões com menor viscosidade. O aumento da viscosidade da fase aquosa,

que ocorre pela adição do alto peso molecular da goma e pelo comprimento de sua cadeia, pode dificultar a difusão de oxidantes e, por tanto, a taxa de oxidação lipídica pode ser reduzida (BABA et al., 2018; SHIMADA et al., 1992). Nanoemulsões O/A produzidas com óleo essencial de lavanda e estabilizadas com goma xantana permaneceram estáveis a oxidação durante 4 meses. Baba et al. (2018) registraram que sistemas com óleo de linhaça tiveram a diminuição dos produtos oxidativos com a adição de goma guar a 0,025%. Os índices IA e IP reforçam que as nanoemulsões produzidas parecem ser resistentes a oxidação no tempo de armazenamento estudado. Outros fatores podem contribuir para a oxidação do sistema, como a própria susceptibilidade do óleo ao processo e composição.

4. CONCLUSÃO

A produção e avaliação da estabilidade cinética e oxidativa de nanoemulsões do tipo O/A contendo óleo de babaçu na fase oleosa contribuiu para a aplicação do óleo de babaçu em produtos alimentares. Notou-se que a utilização do surfactante sintético não iônico tween 80 e do polissacarídeo goma guar favoreceram a estabilidade cinética das nanoemulsões durante os 30 dias avaliados, sendo assim uma boa estratégia para a melhoria da estabilidade desses sistemas. Nanoemulsões adicionadas de goma guar apresentaram tamanhos de gotícula de óleo inferiores às nanoemulsões sem goma guar.

Nanoemulsões contendo até 20 % de óleo de babaçu e 0,15% de goma guar obtiveram melhores resultados quanto ao tamanho inferior das gotículas e a maior repulsão eletrostáticas entre elas (potencial zeta próximo ao modulo de 30). Alguns compostos de ocorrência natural no óleo podem ter contribuído para valores de potencial zeta negativos das nanoemulsões. Quanto à estabilidade oxidativa, o óleo de babaçu apresentou resistência interessante, que pode ser atribuída aos antioxidantes de presença natural do óleo e as condições de armazenamento. Desta forma, os resultados obtidos neste estudo incentivam aplicação futura do óleo de babaçu na indústria de produtos alimentares emulsionados.

5. REFERENCIAS

AMARAL, T. N., Blens of *Pereskia aculeata* Miler mucilage, guar gum, and gum Arabic added to fermented milk beverages, **Food Hydrocolloids**, v. 79, p. 331-342, 2017.

ANIHOUVI, P. P., et al., Comparative study of the thermal and structural behavior of four industrial lauric fats, **Food and Bioprocess Technology**, v. 12, n. 6, p. 3381-3391, 2013.

BABA, W. N., Techno-functional properties of yoghurts fortified with walnut and flaxseed oil emulsions in guar gum, **LWT - Food Science and Technology**, v. 92, p. 242-249, 2018.

BAUER, L. C., et al., Physicochemical and thermal characterization of babassu oils (*Orbignya Phalerata mart.*) Obtained by different extraction methods, **Food Research International**, v. 137, 2020.

CAMPELO, P. H. et al. Stability of lime essential oil emulsion prepared using biopolymers and ultrasound treatment. **International Journal of Food Properties**, p. 1–16, 2017.

CHITAYA, P. K., Effect of xanthan/enzyme-modified guar gum mixtures on the stability of whey protein isolate stabilized fish oil-in-water emulsions, **Food Chemistry**, v. 212, p. 332-340, 2016.

CHIVERO, et al., Effect of xanthan and guar gums on the formation and stability of soy soluble polysaccharide oil-in-water emulsions. **Food Research International**, v. 70, p. 7-14, 2015.

CHOI, Y., S., et al., **Quality characteristics of reduced-fat frankfurters with pork fat replaced by sunflower seed oils and dietary fiber extracted from makgeolli lees**, **Meat Science**, v. 93, p. 652-658, 2013.

CHU, B., Laser light scattering, **Academic Press**, New York (1974).

CHU, Y., et al., Evaluations of physicochemical and biological properties of pullulan-based films incorporated with cinnamon essential oil and Tween 80, **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 132, p. 388-394, 2019.

CONTE, L., et al., Temperature Dependence of Oxidation Kinetics of. **Foods**, v. 9, p. 294, 2020.

COUPLAND, J. N., & MCCLEMENTS, D., **Food Emulsions**, v. 71, p. 944–948, 1996.

DANILA, A., et al., Eco-friendly O/W emulsions with potential application in skincare products, **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 612, 2021.

DANILA, A., et al., Essential mint oil-based emulsions: preparation and characterization, **Industria Textilă**, v. 70, n. 1, 2019.

DAUOD, S., et al., Fast and direct analysis of oxidation levels of oil-in-water emulsions using ATR-FTIR, **Food Chemistry**, v. 293, p. 307-314, 2019.

DEMET, G. D., MCCLEMENTS, J., Formation, stability and properties of multilayer emulsions for application in the food industry, **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 128–130, p. 227-248, 2006.

DE OLIVEIRA, N. A.; et al., Composition and physical properties of babassu seed (*Orbignya phalerata*) oil obtained by supercritical CO₂ extraction, **Journal of Supercritical Fluids**, 2019.

DICKINSON, E. Hydrocolloids at interfaces and the influence on the properties of dispersed systems. **Food Hydrocolloids**, v. 17, n. 1, p. 25–39, 2003.

DIJKSTRA, A. J., Vegetable Oils: Composition and Analysis. **Encyclopedia of Food and Health**, 2016.

ENCALADA, A. M. I. A., et al., Carrot pectin enriched fraction as a functional additive: Antioxidant and gelling effects in a model spreadable chia oil-in-water emulsion., **Food Hydrocolloids**, v. 108, 2020.

FERREIRA, B. S. FAZA, L. P., LE HYARIC, M. A Comparison of the Physicochemical Properties and Fatty Acid Composition of Indaia (*Attalea dubia*) and Babassu (*Orbignya phalerata*) Oils, **The Scientific World Journal**, V.12, p.1-5, 2012.

FERREIRA, D. F. SISVAR: um programa para análises e ensino de estatística. **Revista Symposium**, Lavras, v. 6, n. 1, p. 36-41, 2008.

FRIBERG, S., LARSSON, K., SJOBLOM, J. **Food Emulsions**, 4. ed., Marcel Dekker, 2004.

GARCIA, L. C.; TONON, R. V.; HUBINGER, M. D. Effect of Homogenization Pressure and Oil Load on the Emulsion Properties and the Oil Retention of Microencapsulated Basil Essential Oil (*Ocimum basilicum* L.). **Drying Technology**, v. 30, n. 13, p. 1413–1421, out. 2012.

KIM, T. K., et al., **Extraction of crude gelatin from duck skin: effects of heating methods on gelatin yield**, **Poultry Science**, v. 99, p. 590-596, 2020.

KLAYPRADIT, W., KERDPIBOON S., SINGH, R. K., Application of artificial neural network to predict the oxidation of menhaden fish oil obtained from Fourier Transform Infrared spectroscopy method, **Food Bioprocess Technology**, v. 4, p.475-480, 2011
LEE, J. A., **Improved physicochemical properties of pork patty supplemented with oil-in-water nanoemulsion**, **Food Science Animal Resources**, v. 40, p. 262-273, 2020.

LERMA-GARCÍA, et al., Rapid evaluation of oxidised fatty acid concentration in virgin olive oil using Fourier-transform infrared spectroscopy and multiple linear regression, **Food Chemistry**, v. 124, n.2, p. 679-984, 2011.

LIU, W., FOSTER, T. Phase separation of a milk protein and guar gum: The effect of guar gum molecular weight and oil addition on the phase diagram, **Food Hydrocolloids for Health**, v. 2, 2022.

LIYANA, S., ABIDI, N., AULD, D., MOUSSA, H. Chemical and physical characterization of galactomannan extracted from guar cultivars (*Cyamopsis tetragonolobus* L.), *Industrial Crops and Products*, v. 74, p. 388-396, 2015.

MA, F., et al., Chemical components and emulsification properties of mucilage from *Dioscorea opposita Thunb*, *Food Chemistry*, v. 228, p. 315-322.

MANZOCCO, L., et al., Determination and Prediction of Shelf Life of Oils / Fats and Oil / Fat – Based Foods. **Oxidative Stability and Shelf Life of Foods Containing Oils and Fats**, p. 133-156, 2016

MCCLEMENTS, D.J. *Food Emulsions: Principles, Practices, and Techniques*. Boca Raton, FL: **CRC Press**, 2015.

MCCLEMENTS, D. J. *Food emulsions: Principles, practice and techniques*. **CRC Press**, 2016.

MUDGIL, D., X-ray diffraction, IR spectroscopy and thermal characterization of partially hydrolyzed guar gum, **International Journal of Biological Macromolecules**, v.50, n. 4, p. 1035-1039, 2012.

OZTURK, B.; MCCLEMENTS, D. J. Progress in natural emulsifiers for utilization in food emulsions. **Current Opinion in Food Science**, v. 7, p. 1–6, 2016.

RAO, J., MCCLEMENTS, D.J., Food-Grade Microemulsions and Nanoemulsions: Role of Oil Phase Composition on Formation and Stability, **Food Hydrocolloids**, v. 29, p.326-334, 2012.

ROCHA-FILHO, P. A., et al., Nanoemulsions as a Veniche for Drugs and Cosmetics, **Journal Dispersos Science Technology**, v. 33, 2012.

REN, Z. et al., Oil-in-water emulsions prepared using high-pressure homogenisation with *Dioscorea opposita* mucilage and food-grade polysaccharides: guar gum, xanthan gum, and pectin, **LWT – Food Science and Technology**, v. 162, 2022.

RODRIGUES, et al., Development of Babassu Oil Based Nanoemulsions, **Latin American Journal of Pharmacy**, v. 34, n. 2, p. 338-343, 2015.

SARI, T. P., et al., Preparation and characterization of nanoemulsion encapsulating curcumin, **Food Hidrocolloids**, v. 43, p. 540-546, 2015.

SCHROEN, K. & BERTON-CARABIN, C. C., A unifying approach to lipid oxidation in emulsions: Modelling and experimental validation, **Food Research International**, v. 160, 2022.

SHAO, P. et al., Recent advances in improving stability of food emulsion by plant polysaccharides, **Food Research Internacional**, v. 137, 2020.

SHENG, L., et al., Understanding the influence of Tween 80 on pullulan fermentation by *Aureobasidium pullulans* CGMCC1234, **Carbohydrate Polymers**, v. 136, p.1332-1337, 2016.

SHIN, D. M., et al., **Oxidative stability and quality characteristics of duck, chicken, swine and bovine skin fats extracted by pressurized hot water extraction**, **Food Science Animal Resources**, v. 39, p. 446-458, 2019.

SHIMADA, K., et al., BABA, W. N., Techno-functional properties of yoghurts fortified with walnut and flaxseed oil emulsions in guar gum, **LWT - Food Science and Technology**, June 2018, Pages 242-249.

SILVA, E. K. et al. Ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil - Whey protein isolate versus modified starch. **Food Hydrocolloids**, v. 56, p. 71–83, 2016.

SILVA, M., ZISU, B. & CHANDRAPALA, J. (2019). Interfacial and emulsification properties of sono-emulsified grape seed oil emulsions stabilized with milk proteins. **Food Chemistry**, 309, 125758.

SILVA, S. S., et al., Physicochemical characterization and evaluation of in vitro and in vivo toxicity of goldenberry extract nanoemulsion, **Ciência Rural**, v.49, n.8, 2019.

TIWARI, S., UPADHYAY, N., SINGH, A. K., Stability assessment of emulsion of carotenoids extracted from carrot bio-waste in flaxseed oil and its application in food model system, **Food Bioscience**, v. 47, 2022.

YAMAMOTO, Y., MISAWA, R. Effect of emulsifier concentration on the oxidation of an O/W emulsion prepared from canola oil, **Food Nutritional Science**, v. 9, p. 683–692, 2018.

YU, J., et al., Increased stability of curcumin-loaded pickering emulsions based on glycated proteins and chitooligosaccharides for functional food application, **LWT**, v. 148, 2021.

WANG, H., et al., Development of rheologically stable high internal phase emulsions by gelatin/chitooligosaccharide mixtures and food application, **Food Hydrocolloids**, v. 121, 2021.

WANG, L. et al., Interactions between carboxymethyl konjac glucomannan and soy protein isolate in blended films, **Carbohydrate Polymers**, v.101, p. 136-145, 2014.

WU, Y., et al., Emulsifying properties of water soluble yellow mustard mucilage: A comparative study with gum Arabic and citrus pectin, **Food Hydrocolloids**, v. 47, p. 191-196, 2015.

CONCLUSÃO GERAL

O estudo das características físico-químicas e da composição do óleo extraído das amêndoas do babaçu permitiu, de modo geral, concluir que o óleo de babaçu possui qualidade interessante que viabiliza seu consumo em detrimento dos óleos vegetais convencionais. A estabilidade térmica e oxidativa do óleo de babaçu foi igual ou superior à dos óleos de soja, canola e milho que já vem sendo consumidos e utilizados pelas indústrias de alimentos, o que torna interessante sua substituição, uma vez que sua composição em bioativos, compostos fenólicos e carotenoides lhe confere características antioxidantes benéficas à saúde humana. Também foi observado o comportamento de da tensão interfacial do óleo de babaçu, e a curva de decaimento obtida mostrou que alguns componentes naturais do óleo, como ácidos graxos livres, podem atuar como surfactantes naturais, reduzindo a tensão entre a amostra e o óleo. Além disso, a composição de ácidos graxos majoritariamente saturada de cadeias medias e curta, do óleo de babaçu (ácido láurico e mirístico) pode ser associada a benefícios como a resistência e estabilidade do óleo, tornando-o interessante para as mais diversas aplicações das indústrias alimentícias.

Atrelado a isso, o uso do óleo de babaçu por parte das indústrias, também está intimamente relacionado com a minimização dos impactos socioambientais que a atual produção de óleo vegetal causa sobre a natureza e os ecossistemas envolvidos. Além da valorização e exploração dos biomas e da econômica da região babaçual. Para tanto, a identificação das propriedades físicas do óleo a diferentes temperaturas é necessária para viabilizar a aplicação do mesmo na indústria, uma vez que essas informações são cruciais para dimensionamento e otimização das operações unitárias envolvendo o óleo. Neste trabalho foi possível analisar o comportamento da densidade, viscosidade e índice de refração do óleo de babaçu na faixa de temperatura de 293,15 a 33,15 K, e notou-se que a viscosidade, densidade e índice de refração se comportam inversamente proporcionais ao aumento temperatura, e que essas propriedades são função da composição de ácidos graxos do óleo. Os modelos e correlações obtidas são capazes de descrever a relação desses parâmetros com a temperatura e contribuem para a aplicação desse material em operações unitárias da indústria.