



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
PRO-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE
ALIMENTOS

GLEISE KELY DA CRUZ SILVA

**PERFIL DE VOLÁTEIS, DE AROMA, DE ÁCIDOS
GRAXOS E DE TOCOFERÓIS EM ÓLEOS OBTIDOS POR
PRENSAGEM A FRIO DE RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS
DE MANGABA (*Hancornia speciosa*)**

São Cristóvão/SE

2018



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
PRO-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE
ALIMENTOS

GLEISE KELY DA CRUZ SILVA

**PERFIL DE VOLÁTEIS, DE AROMA, DE ÁCIDOS
GRAXOS E DE TOCOFERÓIS EM ÓLEOS OBTIDOS POR
PRENSAGEM A FRIO DE RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS
DE MANGABA (*Hancornia speciosa*)**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-
Graduação em Ciência e Tecnologia de
Alimentos como requisito à obtenção do título
de MESTRE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA
DE ALIMENTOS

Orientador: Dr^a. Maria Aparecida Azevedo
Pereira da Silva

Agência Financiadora: Capes

SÃO CRISTÓVÃO, SE

2018

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**

Silva, Gleise Kely da Cruz.

S586p Perfil de voláteis, de aroma, de ácidos graxos e de tocoferóis em óleos obtidos por prensagem a frio de resíduos agroindustriais de mangaba (*Hancornia speciosa*) / Gleise Kely da Cruz Silva; orientadora Maria Aparecida Azevedo Pereira da Silva. – São Cristóvão, 2018.

130 f.: il.

Dissertação (mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos)– Universidade Federal de Sergipe, 2018.

1. Mangaba. 2. Ácidos graxos. 3. Cromatografia a gás. 4. Espectrometria de massa. I. *Hancornia speciosa*. II. Silva, Maria Aparecida Azevedo Pereira da, orient. III. Título.

CDU 634.61

GLEISE KELY DA CRUZ SILVA

**PERFIL DE VOLÁTEIS, DE AROMA, DE ÁCIDOS GRAXOS E DE
TOCOFERÓIS EM ÓLEOS OBTIDOS POR PRENSAGEM A FRIO DE
RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS DE MANGABA (*Hancornia speciosa*)**

BANCA EXAMINADORA:

Prof^a. Dr^a. Maria Aparecida Azevedo Pereira da Silva
Orientadora/ NUCTA - UFS

Prof. Dr. Narendra Narain
Examinador Interno/ NUCTA - UFS

Dr^a. Maria Terezinha Santos Leite Neta
Examinador Externo/ UFS

**SÃO CRISTÓVÃO, SE
2018**

SILVA, G. K. C .PERFIL DE VOLÁTEIS, DE AROMA, DE ÁCIDOS GRAXOS E DE TOCOFEROIS EM ÓLEOS OBTIDOS POR PRENSAGEM A FRIO DE RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS DE MANGABA (*Hancornia speciosa*). [Dissertação]. São Cristóvão: Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Sergipe, 2017

RESUMO

Sergipe produz anualmente cerca de 352 toneladas de mangaba (*Hancornia speciosa*), sendo o maior produtor desse fruto no Brasil. Grande parte dessa produção é industrializada na forma de polpa congelada, atividade muito importante para a economia do Estado. Entretanto, a industrialização da mangaba gera resíduos que se não forem adequadamente tratados, provocam problemas ambientais. Uma parte considerável dos resíduos agroindustriais da mangaba é constituída pelas sementes do fruto, que apresentam alto teor lipídico. O objetivo do presente trabalho foi avaliar o potencial das sementes dos resíduos agroindustriais da mangaba para a produção de óleo destinado a aplicações culinárias e/ou cosméticas. Sementes de mangaba obtidas junto a uma agroindústria de Aracaju, SE, foram secas, moídas e submetidas à prensagem a frio em prensa hidráulica sob 30 toneladas. O óleo obtido foi caracterizado quanto à densidade relativa, teor de umidade, índices de refração, acidez, saponificação, iodo, e perfil de ácidos graxos. Os compostos voláteis presentes no “*headspace*” do óleo foram identificados comparativamente à polpa processada. Para o isolamento dos voláteis foi utilizada a técnica de microextração em fase sólida (SPME) utilizando a fibra DVB/Carboxen/PDMS. Os voláteis foram separados em colunas capilares HP-5MS e DB-Wax, e analisados em um sistema GC-MS. As condições de isolamento dos voláteis foram otimizadas utilizando-se um delineamento fatorial 2² (DCCR), tendo como variáveis independentes a temperatura de adsorção (40°C-e 80°C) e o tempo de extração (20 - 60 min). Os dados foram analisados por Metodologia de Superfície de Resposta e função “*Desirability*”. Julgadores treinados geraram o perfil de aroma do óleo comparativamente a três óleos comerciais prensados a frio, utilizando análise descritiva quantitativa (ADQ). Os dados sensoriais foram analisados por ANOVA, Tukey ($p \leq 0,05$) e Análise de Componentes Principais (ACP). Os resultados indicaram que o processo de extração de óleo da semente de mangaba seca a 4,7% de umidade, e contendo 16,7% de lipídios apresentou rendimento de 37%. O óleo obtido apresentou densidade relativa de 0,91 g.cm⁻³, e índices de acidez de 5,47 mgKOH.g⁻¹, de saponificação de 193,00 mgKOH.g⁻¹, e de iodo de

69 cgI2.g-1. O óleo mostrou um perfil de ácidos graxos similar ao azeite de oliva, apresentando 72% de ácidos graxos insaturados, e o ácido oleico como majoritário (63,7%). Dentre os tocoferóis, apenas o α -tocoferol foi identificado no óleo, e em concentração de 6,17mg/100g. As melhores condições de isolamento dos voláteis presentes no óleo foram 57,2°C e 60 minutos de exposição da fibra. Foram identificados 80 compostos voláteis no óleo e 82 na polpa processada. Tanto no óleo quanto na polpa os ésteres foram os compostos majoritários, correspondendo a aproximadamente 56,7% e 70,9% da área do cromatograma das amostras, respectivamente. Os álcoois foram a segunda classe química majoritária, representando 13,96% e 18,4% da área do cromatograma do óleo e da polpa processada, respectivamente. O óleo de semente de mangaba apresentou aroma diferenciado dos demais óleos prensados a frio analisados, possuindo maior intensidade ($p \leq 0,05$) de aroma de semente de mangaba, doce, frutal, frescor e, banana caramelizada. Os resultados indicaram que a semente de mangaba apresenta viabilidade para extração de óleo por prensagem a frio. Adicionalmente, por apresentar perfil de ácidos graxos similar ao de azeite de oliva, e a presença de ésteres, voláteis usualmente associados a aromas desejáveis de fruta, o óleo obtido apresenta potencial de uso na culinária e indústria cosmética. No entanto estudos complementares devem ser realizados para comprovar a segurança alimentar e cosmética do produto, notadamente no que se refere a toxicidade e alergenidade, antes das aplicações sugeridas.

Palavra chave: análise sensorial, cromatografia a gás, espectrometria de massas, caracterização físico-química

SILVA, G. K. C .PERFIL DE VOLÁTEIS, DE AROMA, DE ÁCIDOS GRAXOS E DE TOCOFEROIS EM ÓLEOS OBTIDOS POR PRENSAGEM A FRIO DE RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS DE MANGABA (*Hancornia speciosa*). [Dissertação]. São Cristóvão: Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Sergipe, 2017

ABSTRACT

Sergipe produces annually near 352 tons of Mangaba (*Hancornia speciosa*), and is the chief mangaba's producer in Brazil. Most part of this production is industrialized as frozen pulp, being this activity very important to the state's economy. However, mangaba's industrialization generates wastes that if not properly processed, cause environmental problems. A considerable amount of mangaba's agroindustrial waste consists of seeds showing high lipid content. The aim of this work was to evaluate the potential of the seeds from mangaba's agroindustrial waste, to produce oil for culinary and/or cosmetic applications. Mangaba's seeds obtained from an agroindustry located in Aracaju/SE, were dried, ground and submitted to cold pressing in an hydraulic press under 30 tons. The oil obtained was characterized regarding its relative density, moisture content, indexes of refraction, acidity, saponification and iodine, and fatty acid profile. The volatile compounds of the oil's headspace were identified in comparison to the processed pulp. They were isolated through a solid phase microextraction technique (SPME), separated both in an HP-5MS and in a DB-Wax capillary column, and analyzed in a GC-MS system. The isolation conditions were optimized using a factorial design 2^2 (DCCR), whose independent variables were the adsorption temperature (40°C- and 80°C) and the extraction time (20 – 60 min). The data were evaluated by Response Surface Methodology and Desirability Function. Trained judges generated the oil's aroma profile in comparison to three commercial cold pressed oils, through quantitative descriptive analysis (QDA). The sensory data were evaluated by ANOVA, Tukey ($p \leq 0,05$) and Principal Component Analysis (PCA). The results showed that the oil extraction process from the mangaba's seeds containing 4,7% humidity and 16,7% of lipid, presented 37% yield. The extracted oil showed relative density of 0,91 g.cm⁻³, acidity of 5,47 mgKOH.g⁻¹, saponification index of 193,00 mgKOH.g⁻¹ and iodine value of 69 cgI₂.g⁻¹. The oil's fatty acid profile was similar to the olive oil; it contained 72% of unsaturated fatty acids and oleic acid as the major fatty acid (63,7%). Among the tocopherols, only α -tocopherol was identified in the oil; its concentration was 6,17mg/100g.

The best isolation condition of the oil's volatiles was predicted as 57,2°C and 60 min of fiber exposition. Eighty (80) volatiles were identified in the oil and 82 in the processed pulp. Esters formed the major chemical class in the oil, as well as in the pulp, corresponding to respectively 56,7% and 70,9% of the total area of the chromatogram. The alcohols were the second major chemical class representing 13,9% and 18,4% of the total chromatogram area of the oil and the processed pulp, respectively. The mangaba seed's oil presented a distinguished aroma which differed from the others cold pressed oils analyzed due to a higher intensity ($p \leq 0,05$) of notes described as mangaba's seed, sweetness, frutal, freshness and caramelized banana. The results indicate that the mangaba's seed is suitable for cold pressing oil extraction. Due to its similarity to the olive oil regarding their fatty acid profiles, and to its esters content, which are volatiles usually associated to desirable fruit aroma, the mangaba's oil has potential to be used in culinary and by the cosmetic industry. However, complementary studies must be performed in order to ensure the oil safety with respect to its toxicity and allergenicity before its use in the suggested applications.

Keywords: Sensory Evaluation, Gas Chromatography, Mass Spectrometry, Physicochemical Characterization

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Mangaba.....	21
Figura 2: Estados responsáveis pela produção nacional de mangaba (%)......	23
Figura 3: Produtos fabricados a partir da mangaba: (A) Chá de mangaba (B) Sorvete de mangaba (C) Compota de mangaba; (D) Polpa de mangaba; (E) Picolé de mangaba; (F) Geleia de mangaba.....	24
Figura 4: Captura e dessorção de voláteis com o uso da técnica de SPME.....	30
Figura 5: Prensa do tipo continua.....	38
Figura 6: Prensa hidráulica.....	39
Figura 7. Ficha sensorial para descrição das similaridades e diferenças entre as amostras de óleo	51
Figura 8 - Representação gráfica dos perfis de aroma dos óleos de semente de mangaba, abacate e gergelim prensados a frio e de azeite de oliva.....	62
Figura 9 - Análise de componentes principais (ACP) do aroma percebido por equipe sensorial treinada em óleo de semente de mangaba, de abacate, gergelim e azeite de oliva.....	66
Figura 10 - Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número total de ésteres.....	71
Figura 11 - Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número total de picos, excetuando-se os produtos de oxidação e pirazinas.....	71
Figura 12- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de terpenos.....	72
Figura 13- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de hidrocarbonetos.....	72
Figura 14- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de ácidos.....	73
Figura 15- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de aldeídos.....	75
Figura 16- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância total de pirazinas.....	74
Figura 17- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância total de hidrocarbonetos.....	74

Figura 18- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância total de produtos derivados de oxidação.....	75
Figura 19- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância de ácidos.....	75
Figura 20 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para os efeitos dos tempos e temperaturas de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número total de compostos identificados, excetuando-se os produtos de oxidação e pirazinas.....	77
Figura 21 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para os efeitos dos tempos e temperaturas de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de ésteres.....	78
Figura 22 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para os efeitos dos tempos e temperaturas de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de terpenos....	79
Figura 23 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para os efeitos dos tempos e temperaturas de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de aldeídos.....	80
Figura 24 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para os efeitos dos tempos e temperaturas de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância ¹ de pirazinas	81
Figura 25 - Função <i>desirability</i> global proposta por Derringer e Suich (1980), obtida pela análise conjunta do número total de ésteres (y2), do número de terpenos (y10), número total de compostos identificados (y1), excetuando-se os produtos de oxidação e pirazinas, número de aldeídos (y5) e abundância de pirazinas ¹ (y21), isolados por fibra SPME DVB/CAR/PDMS, em função da temperatura e tempo de exposição da fibra.....	83

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Preço da mangaba pago ao extrativista (R\$/Kg).....	23
Tabela 2: Concentração dos ácidos oleico, linoléico, alfa-linolênico em óleos vegetais.....	36
Tabela 3. Variáveis codificadas e não codificadas do delineamento experimental utilizado para a otimização das condições de isolamento de compostos voláteis em óleo de semente de mangaba.....	47
Tabela 4- Caracterização de sementes de mangaba obtidas em resíduos agroindustriais da fruta.....	52
Tabela 5 - Valores médios de parâmetros físicos, químicos e físico-químicos em óleo extraído da semente de mangaba.....	55
Tabela 6: Perfil de ácidos graxos de óleos de semente de mangaba obtidos por prensagem a frio ¹ , por extração com solvente ² e de azeite virgem de oliva ³	58
Tabela 7- Intensidade média ^{1,2} de cada descritor de aroma percebido pela equipe sensorial treinada em óleos prensados a frio de semente de mangaba, de abacate, de gergelim e azeite de oliva	64
Tabela 8 - Efeito do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número total de picos (exceto pirazinas e os usualmente formados por oxidação lipídica) e de cada classe química presente no headspace da amostra de óleo de semente de mangaba.....	68
Tabela 9 - Efeito do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância de todos os picos (exceto pirazinas e os usualmente formados por oxidação lipídica) e de cada classe química de interesse presente no headspace da amostra de óleo de semente de mangaba.	69
Tabela 10: Modelos preditivos e respectivas estatísticas associando os efeitos de tempo e temperatura de exposição da fibra SPME ao headspace do óleo de semente de mangaba, sobre número e abundância total de cada grupo de voláteis estudados.....	76
Tabela 11: Valores preditos e obtidos experimentalmente nas condições ótimas de tempo e temperatura de exposição da fibra SPME ao headspace do óleo de semente de mangaba determinadas por Metodologia de Superfície de Resposta associada à função <i>Desirability</i>	84
Tabela 12 - Compostos voláteis identificados no óleo extraído das sementes de mangaba, agrupados de acordo com a classe química, com seus respectivos índices de retenção linear encontrados experimentalmente (IR exp.) e na literatura (IR lit.), % de área relativa (AR%) e Abundância no cromatograma, e descrição do aroma conforme consta na literatura.....	89

Tabela 13: Compostos voláteis identificados na polpa da mangaba, agrupados de acordo com a classe química, com seus respectivos índices de retenção linear encontrados experimentalmente (IR exp.) e na literatura (IR lit.), % de área relativa (% Área) e Abundância no cromatograma, e descrição do aroma conforme consta na literatura..... 97

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 OBJETIVOS	17
2.1 Objetivo Geral.....	17
2.2 Objetivos específicos.....	17
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
3.1 Mangaba.....	19
3.1.1 Origem e dados botânicos.....	19
3.1.2 Características do fruto.....	19
3.1.3 Produção e processamento de mangaba e seus derivados no Brasil.....	22
3.1.4 Constituintes voláteis da mangaba.....	24
3.2 Métodos de extração de compostos voláteis.....	27
3.3 Aproveitamento de resíduos agroindustriais.....	31
3.4 Óleos vegetais.....	34
3.4.1 Métodos de extração de óleo vegetal.....	37
4 MATERIAIS E MÉTODOS	39
4.1 Matéria-prima.....	40
4.2. Umidade e Teor de Lipídeos dos Resíduos.....	40
4.2.1 Umidade.....	40
4.2.2 Lipídeos.....	40
4.3 Extração do óleo das sementes do resíduo agroindustrial.....	41
4.4 Caracterização física e química do óleo de semente de mangaba.....	41
4.4.1 Caracterização física.....	42
4.4.2 Caracterização química.....	42

4.5 Capacidade antioxidante do óleo de semente de mangaba.....	44
4.6 Perfil de composto voláteis do óleo e da polpa de mangaba.....	45
4.6.1 Isolamento dos compostos voláteis do óleo e da polpa de mangaba.....	45
4.6.2 Separação e Identificação dos compostos voláteis	48
4.7 Caracterização sensorial	49
4.7.1 Perfil de aroma do óleo de semente de mangaba.....	49
4.7.2 Perfil do aroma dos óleos	50
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	53
5.1 Semente de mangaba	53
5.2 Rendimento de extração do óleo da semente de mangaba	54
5.3 Caracterização físico-química do óleo de semente de mangaba	55
5.4 Perfil de ácidos graxos.....	58
5.5 Perfil de vitamina E.....	60
5.6. Capacidade Antioxidante do Óleo de semente de mangaba.....	61
5.7 Perfil do aroma do óleo extraído da semente de mangaba	62
5.8 Perfil de voláteis da polpa e do óleo da semente de mangaba.....	67
5.8.1. Condições ótimas de isolamento dos compostos voláteis	67
5.8.2 Perfil de voláteis do óleo de sementes de mangaba.....	86
6 CONCLUSÕES.....	105
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	106
APÊNDICE.....	127

1 INTRODUÇÃO

Com uma diversidade frutífera que inclui aproximadamente 500 espécies, o Brasil é um dos três maiores produtores de frutas do mundo. A fruticultura está presente em todos os Estados brasileiros, sendo responsável pela geração de mais de 5,6 milhões de empregos diretos, o equivalente a 27 % do total da mão de obra agrícola do país (TREICHEL *et al.*, 2016). Mas em função das variações climáticas ao longo do território brasileiro, alguns estados se destacam na produção de determinadas frutas. O estado do Ceará, por exemplo, destaca-se na produção de caju, enquanto o estado da Bahia é o mais importante produtor de coco, e São Paulo de frutas cítricas (EMBRAPA, 2009). Sergipe, por sua vez, é responsável por 51,5 % da produção nacional de mangaba (IBGE, 2014).

A mangaba (*Hancornia speciosa* Gomes) é nativa do Brasil e pode ser encontrada desde os tabuleiros costeiros e baixada litorânea do Nordeste, até os cerrados das regiões Centro-oeste, Norte e Sudeste do país (SILVA JUNIOR, 2004). É uma fruta climatérica, de aroma e sabor muito agradáveis (LIMA *et al.*, 2010)

A fruta possui grande potencial de mercado, principalmente no segmento de frutas nativas exóticas com apelo social, uma vez que grande parte da produção de mangaba provém de agricultura familiar, associada a pequenas comunidades nativas (EMBRAPA, 2014). A mangaba possui grande aceitabilidade tanto para o consumo *in natura* quanto industrializada na forma de polpas, geleias, sorvetes, sucos, doces, compotas, etc. Entre as frutas nativas do Nordeste brasileiro, a mangaba é uma das mais procuradas (LIMA *et al.*, 2010). No estado de Sergipe, é uma das polpas de frutas mais vendidas, sendo responsável por cerca de 25 % das vendas de polpas de fruta produzidas no Estado (VIEIRA NETO, 2007).

A despeito da importância que a industrialização da mangaba tem na economia e geração de empregos do estado de Sergipe, como os demais setores da indústria de alimentos, ela resíduo orgânico contendo cascas e sementes, que se não forem adequadamente descartados, podem trazer danos ao meio ambiente.

Por serem materiais orgânicos, os resíduos agroindustriais de um modo geral, e da mangaba em particular, sofrem a ação de agentes microbiológicos. Para que isso não ocorra, eles necessitam ser tratados e armazenado sob condições que desfavoreçam o crescimento dos

microrganismos. Isso acarreta custos adicionais para as empresas, que muitas vezes se veem obrigadas a secar, armazenar e transportar seus resíduos, para então descartá-los sem riscos para o meio ambiente. Assim, por representarem um custo operacional para as empresas, uma grande quantidade de resíduos é descartada de forma inadequada e ilegal, se transformando em fonte de contaminação ao meio ambiente (MELO *et al.* 2011)

A fim de minimizar problemas ambientais e agregar valor aos resíduos agroindustriais, muitos estudos têm avaliado o reaproveitamento de resíduos gerados nos diferentes processos agroindustriais. Entre eles encontram-se o estudo sobre o potencial antioxidante de resíduo de frutas (DAUD *et al.*, 2017), o uso de resíduos na produção de enzimas (SHARMA *et al.*, 2016), na produção de biocombustíveis (ABOAGYE, *et al.*, 2017), na extração de óleo essencial (CALABRO *et al.*, 2016), entre outros.

Outra alternativa para o aproveitamento de resíduos agroindustriais é a extração de óleos, pois a maioria dos óleos vegetais comestíveis são obtidos de sementes, entre eles, o óleo de milho, de soja, de girassol, dentre outros (GUSTONE, 2002). Este setor tem crescido consideravelmente nos últimos anos, passando de uma produção de 161,6 milhões de toneladas em 2012 para 186,7 milhões de toneladas em março de 2017 (USDA, 2017). Por isso, este segmento da indústria alimentícia tem buscado novas fontes de óleos vegetais, que apresentem boas características físicas e nutricionais, e novos apelos de consumo. Neste contexto, óleos com características diferenciadas, que tenham sido minimamente processados, que apresentem vantagens nutricionais, tem chamado a atenção dos consumidores (FIB, 2014).

A busca por novas fontes vegetais de óleos comestíveis saudáveis tem fomentado o desenvolvimento de diversos estudos. Entre eles destacam-se pesquisas sobre óleos extraídos de *Lycium europaeum* (ROSA *et al.*, 2017), de sementes de maracujá (LEÃO *et al.*, 2014), de resíduos do processamento de tomate, laranja e maracujá (KOBORI *et al.*, 2005), de sementes de goiaba (PRASAD & AZEEMODDIN, 1994; KOBORI *et al.*, 2005), sementes de páprica, abóbora e melancia (EL-ADAWY & THARA, 2001), sementes de maçã, amoras, groselhas e morangos (KRASODOMSKA *et al.*, 2015), dentre outras.

O resíduo da mangaba, notadamente a parte constituída pelas sementes do fruto, é rico em lipídios e apresenta potencial para extração de óleo (SANTOS *et al.*, 2015). Óleos vegetais

apresentam uso potencial na indústria de alimentos, oleoquímica, farmacêutica e cosmética (GUSTONE, 2002), a depender das características de rendimento e custo do processo, e também de parâmetros físicos, químicos, nutricionais e sensoriais do produto final. É, portanto, importante se estudar a viabilidade da extração de óleo de semente de mangaba por métodos que minimizem perdas nutricionais, e caracterizar física, química e sensorialmente o óleo obtido.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Determinar o perfil de aroma, de compostos voláteis, de ácidos graxos e de tocoferóis em óleo obtido por prensagem a frio de sementes de mangaba presentes em resíduos agroindustriais, caracterizando o potencial de aplicação do produto para fins alimentícios e cosméticos.

2.2 Objetivos específicos

- Determinar o teor de lipídeos em sementes presentes em resíduos do processamento industrial da mangaba.
- Avaliar a prensagem a frio como método de extração do óleo das sementes de mangabas obtidas dos resíduos agroindustriais da fruta.
- Caracterizar, o óleo obtido quanto a:
 - ✓ Densidade relativa
 - ✓ Índice de acidez
 - ✓ Índice de saponificação
 - ✓ Índice de iodo
 - ✓ Perfil de ácidos graxos e,
 - ✓ Teor de vitamina E
 - ✓ Perfil de aroma
 - ✓ Atividade antioxidante

- Otimizar as condições de isolamento dos compostos voláteis do óleo acima mencionado utilizando a técnica *headspace* e microextração em fase sólida (HS-SPME).
- Separar e identificar através de cromatografia a gás (CG) e espectrometria de massas (EM) os compostos voláteis presentes no óleo de semente de mangaba.
- Correlacionar todas as informações obtidas, de forma a identificar o potencial de aplicação do óleo das sementes de mangaba para fins alimentícios e cosméticos.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Mangaba

3.1.1 Origem e dados botânicos

A palavra mangaba (*Hancornia speciosa* Gomes) tem origem no tupi-guarani e significa “coisa boa de comer” (EPSTEIN, 2004; SILVA JÚNIOR, 2004). Também recebe outros nomes como mangaíba, mangareíba, mangava, mangaúva e manguba (LIMA, 2015a)

A mangaba é uma espécie frutífera nativa do Brasil, que ocorre de maneira espontânea no Nordeste, Norte, Centro-Oeste e Sudeste do país. A árvore pertencente à família das *Apocynaceae* (EPSTEIN, 2004) e seus frutos, quando maduros, são muito consumidos *in natura*, ou na forma de produtos industrializados (LEDERMAN *et al.*, 2000). A variedade *Speciosa* é a de maior ocorrência no Nordeste, e por isso a mais estudada (GANGA *et al.*, 2009).

A planta é perenifólia de clima tropical; sua árvore possui de 2 a 10 m de altura, chegando até a 25 metros, e exsuda látex. Apresenta copa ampla, espalhada e irregular, com tronco tortuoso, bastante ramificado e áspero. Suas folhas são simples, pecioladas, glabras, brilhantes e coriáceas. Sua inflorescência possui de 1 a 7 flores perfumadas e de coloração branca (SOARES *et al.*, 2006).

A mangabeira ocorre sobretudo em áreas de vegetação aberta, e possui temperatura e pluviosidade ideais entre 24 e 26°C e 750 e 1.600 mm anuais, respectivamente. Ela se desenvolve em solos pobres e arenosos, predominantes na região do cerrado. (SANO e FONSECA, 2003).

3.1.2 Características do fruto

A mangaba (Figura 1) é uma fruta do tipo baga, com forma arredondada ou de elipse, cor amarela ou verde podendo ter ou não pigmentação vermelha quando o fruto está maduro. A polpa é branca ou amarelada e de textura viscosa. Trata-se de um fruto aromático, suave e de sabor ácido. Todas as partes da mangabeira produzem látex, que é de cor branca (EPSTEIN, 2004). Na mesma árvore podem ser encontrados frutos de tamanhos variados. (LEDERMAN *et al.*, 2000).

Os frutos apresentam sementes em quantidades muito variadas, podendo ser encontradas de 2 a 38 sementes/fruto. As sementes possuem coloração castanho-claro, são delgadas, rugosas, de forma circular, com diâmetro entre 7 e 8 mm (MANICA, 2002).

A frutificação ocorre durante todo o ano, mas concentra-se principalmente entre julho e outubro, e entre janeiro e abril. Boa parte da produção nacional da mangaba ocorre nas áreas de tabuleiros e baixadas litorâneas do Nordeste (VENTURINI FILHO, 2010; SANO & FONSECA, 2003)

A mangaba é um fruto de alta perecibilidade, e por isso a colheita deve ser realizada em ponto de maturação fisiológica, o que é difícil de ser determinado, pois a colheita é baseada em aspectos visuais da cor (VIEIRA NETO, 2002). Como a atividade ainda é extrativista, os catadores de mangaba não têm como mensurar o ponto ideal de colheita, e por isso há muitas perdas durante a comercialização do fruto. Se a fruta for colhida antes de atingir a completa maturação o amadurecimento é prejudicado, diminuindo sua qualidade e valor de venda. Em contrapartida, se a colheita for realizada quando os frutos estiverem totalmente maduros, sua vida útil será menor, pois durante o manuseio e transporte, ocorrerão perdas devido à baixa resistência física do fruto (SILVA, 2013).

No nordeste brasileiro, os frutos da mangabeira são popularmente classificados como mangaba “de caída” ou “de queda”, ou mangaba “de vez”. Os frutos “de caída” são aqueles que caem naturalmente. Eles amadurecem entre 12 e 24 horas após a colheita, e devem ser consumidos em até 6 dias, pois perdem rapidamente suas características de sabor e aparência, tornando-se pouco atrativos para o consumo *in natura*. São denominados frutos “de vez”, aqueles colhidos próximo ao ponto de maturação; estes amadurecem entre dois e quatro dias (VIEIRA NETO, 2002; ALVES *et al.*, 2006; SANTOS *et al.*, 2007), mas se forem mantidos sob refrigeração, podem ser consumidos em até 12 dias após a colheita (SILVA *et al.*, 2013).

Figura 1: Mangaba



Fonte: LIMA *et al.*, 2010

Além de suas boas características sensoriais, a mangaba apresenta em sua composição química, para cada 100g de polpa cerca de: 2,3g de lipídios; 0,86g de proteínas; 4,5g de fibras; 8,61g de carboidratos, e ácido ascórbico entre 145 e 175 mg (ASSUMPÇÃO *et al.*, 2014; EPSTEIN, 2004,). De acordo com RUFINO *et al.* (2009) a mangaba é uma fruta que possui alto teor de vitamina C, apresentando valores superiores ao de outros frutos tropicais brasileiros tais como açaí, caju, murici, umbu e uvaia. Já a sua semente possui cerca de 1,87g/100g de cinzas; 12,1g/100g de proteínas; 27,33 g/100g de lipídios e 11,98g/100g de fibras (SANTOS *et al.*, 2015). O fruto ainda apresenta alta atividade antioxidante em função de seus altos níveis de compostos fenólicos (LIMA *et al.*, 2015a, RUFINO *et al.*, 2009).

Na literatura científica são encontrados alguns estudos voltados à capacidade antioxidante da mangaba: ARAUJO *et al.* (2016) investigaram o perfil da atividade antioxidante da polpa da mangaba e outros frutos do cerrado brasileiro, utilizando o método de sequestro de radicais livres 2,2-difenil-1-picril-hidrazila (DPPH). Os autores reportaram que a mangaba possui boa capacidade antioxidante, e recomendaram seu uso como nova fonte de antioxidante natural.

ALMEIDA *et al.* (2011) também estudaram a capacidade antioxidante da mangaba pelo método de sequestro de radicais DPPH e ABTS (2,2'-azino-bis-3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico). Foi verificado que a mangaba possui capacidade antioxidante superior ao tamarindo, umbu, mamão, abacaxi, graviola, pinha, jaca, sapoti e ciriguela. A alta capacidade antioxidante da mangaba foi associada ao seu alto teor de compostos fenólicos totais (98,8 mg

GAE/100 g) comparativamente às 11 frutas estudadas pelos autores, sendo inferior somente ao do murici.

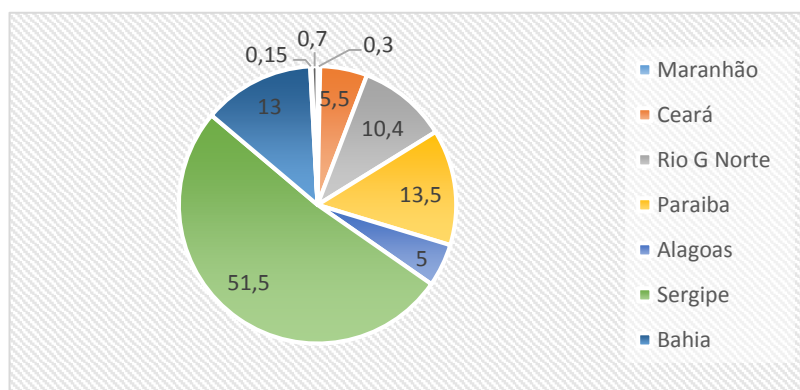
A medicina popular utiliza a mangabeira no tratamento de diversas doenças. Estudos têm constatado que algumas partes da mangabeira, como a raiz, folhas, casca, etc possuem efeito farmacológico. As folhas, por exemplo, são utilizadas para o controle da pressão arterial, enquanto a casca, que possui flavonoides, antocianinas e taninos, é utilizada para o tratamento de doenças estomacais, obstrução do fígado e do baço, icterícias, afecções hepáticas, moléstias cutâneas, dentre outras (PEREIRA *et al.*, 2015; MARINHO *et al.*, 2011; SILVA *et al.*, 2016).

MORAES *et al.*, 2008 verificando o efeito protetor e cicatrizante do extrato hidroalcoólico e da infusão da casca da mangaba na mucosa gástrica de camundongos verificaram que o extrato hidroalcoólico da casca da mangaba foi eficaz no combate e cura de úlceras. O produto promoveu formação de muco na superfície gástrica, teve ação cicatrizante e mostrou efeito antimicrobiano sobre a *Helicobacter pylori*. O efeito anti-hipertensivo das folhas da mangabeira em roedores foi estudado por SILVA *et al.*, (2011). Os autores padronizaram uma fração do extrato etanólico das folhas de mangabeira e administraram o produto via oral. A atividade dos inibidores da enzima conversora de angiotensina – responsáveis por diminuir a pressão arterial- foi determinada por colorimetria. O estudo demonstrou que o extrato das folhas de mangabeira foi mais eficiente que o captopril (droga anti-hipertensiva muito utilizada) no efeito hipotensor, ainda que o captopril tenha sido utilizado com uma dosagem 10 vezes superior ao extrato alcoólico das folhas da mangabeira. Ainda, de acordo com os autores o extrato das folhas também apresentou ação mais rápida e duradoura que o captopril.

3.1.3 Produção e processamento de mangaba e seus derivados no Brasil

Em 2013 o Brasil produziu 41,8 milhões de toneladas de frutas, posicionando-se como o terceiro maior produtor mundial de frutas, ficando atrás somente da China e da Índia. (SEAB, 2015). Neste cenário, em 2014, a produção de mangaba foi de 685 toneladas, sendo que do total produzido, o estado de Sergipe foi responsável por pouco mais da metade (51,5%), seguido pelo estado da Paraíba, Bahia, Rio Grande do Norte, Ceará Alagoas, Goiás, Maranhão e Minas Gerais, conforme mostrado na Figura 2 (IBGE, 2014).

Figura 2: Estados responsáveis pela produção nacional de mangaba (%)



Fonte: IBGE, 2014

A mangaba é considerada uma fruta de alta rentabilidade, já que seu preço em algumas épocas do ano supera o preço da uva e maçã, que são consideradas frutas nobres (SEAGRI, 2007). Segundo a Companhia Nacional de Abastecimento (CONAB, 2016), em 2016, o preço médio pago ao extrativista de mangaba nos estados da Bahia, Pernambuco, Rio Grande do Norte e Sergipe, foi de R\$ 3,03 por quilo. Os valores pagos em cada Estado são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Preço da mangaba pago ao extrativista (R\$/Kg)

Unidade da Federação	Janeiro de 2016	de Julho de 2016
Bahia	4,30	SI
Pernambuco	1,78	1,75
Rio Grande do Norte	SI*	2,73
Sergipe	3,55	4,63

Fonte: SIAGRO/Conab 2016

*SI: sem informação

A demanda pela mangaba tem sido crescente, devido a suas aplicações em sorvetes, bolos, tortas, recheio de bombons, licor, geleia, compota, dentre outros (Figura 3). Mas, como a exploração da mangaba é extrativista, não existindo pomares técnicos, organizados para a industrialização da fruta; a atual produção de mangaba mal atende o mercado consumidor de Sergipe. Há, portanto, grande potencial para que a cultura da mangabeira seja expandida tanto em Sergipe, como no Nordeste, e que conquiste o mercado do sul e sudeste do Brasil, bem como o mercado internacional (FERREIRA *et al.*, 2007).

Figura 3: Produtos fabricados a partir da mangaba: (A) Chá de mangaba- Fonte: CHÁ&CIA, 2016; (B) Sorvete de mangaba- Fonte: FRUTOS DO BRASIL, 2016, (C) Compota de mangaba- Fonte: CHEFE MINERIN, 2016; (D) Polpa de mangaba- Fonte: POMAR DO BRASIL, 2016; (E) Picolé de mangaba- Fonte: POMAR DO BRASIL; (F) Geleia de mangaba- Fonte: CHEFE MINERIN.



Fonte: CHEFE MINEIRIM, 2016 (D) Polpa de mangaba-Fonte: POMAR DO BRASIL, 2016; (E) Picolé de mangaba- Fonte:Fonte: FRUTOS DO BRASIL, 2016; (F) Geleia de mangaba- Fonte: CHEFE MINEIRIM, 2016

Na industrialização de frutas, a relação “peso da polpa”: “peso da casca” é um atributo físico de grande importância e impacto na exploração econômica da atividade (NASCIMENTO *et al.*, 2013). Frutas com rendimento de polpa superior a 50% são consideradas viáveis para industrialização (LIMA *et al.*, 2002). Uma vez que a mangaba apresenta rendimentos que variam entre 68,8% e 85% (GANGA *et al.*, 2010; SOUZA *et al.*, 2007), a sua industrialização é viável, e economicamente interessante, além de estender a oferta do produto durante todo o ano, atendendo a uma demanda reprimida, representada por fabricantes de sorvetes, bombons, dentre outros produtos.

3.1.4 Constituintes voláteis da mangaba

Os compostos voláteis são responsáveis pelo aroma dos alimentos, desempenhando um papel fundamental sobre a aceitação dos produtos junto aos consumidores (CHEONG *et al.*, 2010). Tratam-se de compostos de baixo peso molecular, e em geral de baixa ou média

polaridade. Eles pertencem a diversas classes químicas, como ésteres de cadeia curta, aldeídos, lactonas, álcoois, terpenos e, em menor escala de compostos aminados ou sulfurados (FRANCO & JANZANTTI, 2004). Cada produto, tem uma composição única de compostos voláteis, sendo que o aroma da maioria dos alimentos consiste de uma mistura complexa de dezenas e até centenas de compostos voláteis, presentes em concentrações muito baixas (nanogramas ou pictogramas) (DA SILVA & CENDES, 2007; PLUTOWSKA & WARDENCKI, 2007)

As sensações aromáticas percebidas pelos seres humanos são provocadas por compostos voláteis que durante a mastigação se desprendem do alimento e alcançam os receptores olfativos situados na mucosa olfativa, localizada na parte superior das narinas. Esses compostos são os maiores contribuintes para o sabor dos alimentos; este é um dos motivos que justificam o grande interesse dos pesquisadores em identificar o perfil de compostos voláteis em alimentos e bebidas (DA SILVA & CENDES, 2007). Esse conhecimento, ajuda a identificar marcadores químicos da qualidade do aroma e sabor de alimentos e bebidas (REINECCIUS & PETERSON, 2013).

A identificação dos voláteis presentes em um alimento, inicia-se com a etapa de isolamento desses compostos da matriz alimentar. Para tanto existem vários métodos, que consistem basicamente em extrair e concentrar o analito da matriz. A dificuldade aparece em função do grande número de voláteis presentes numa matriz alimentícia, muitos pertencentes a diferentes classes químicas, possuindo diferentes polaridades, afinidades a diferentes solventes, etc. Em produtos como carne, e outros que sofreram a reação de Maillard, por exemplo, podem ser encontrados mais de 1000 diferentes compostos voláteis. Acredita-se que até o momento, já tenham sido identificados mais de 8000 voláteis em alimentos e bebidas (REINECCIUS & PETERSON, 2013). Outra dificuldade associada à extração e isolamento de voláteis é que, além deles estarem presentes em baixíssimas concentrações, eles são compostos termolábeis, ou seja, são sensíveis ao aumento da temperatura, podendo sofrer durante o isolamento, diversas reações que modificam a sua composição (FRANCO & JANZANTTI, 2004).

Na literatura são poucos os dados encontrados sobre os constituintes voláteis da mangaba. O primeiro trabalho foi desenvolvido por SAMPAIO & NOGUEIRA (2006). No estudo, foram utilizadas mangabas da região nordeste do Brasil, em três diferentes estágios de maturação. A fração volátil foi extraída pela técnica de hidrodestilação, utilizando um extrator do tipo

Clevenger, e os compostos foram analisados por cromatografia a gás com Detector por Ionização de Chama (GC-FID), e por cromatografia a gás associada à espectrometria de massas (GC-MS). Os compostos foram identificados por comparação de seus índices de retenção e espectros de massa, com aqueles armazenados na biblioteca NIST. No total foi reportada a presença de 79 compostos voláteis nos diferentes estágios de maturação das mangabas estudadas, sendo que 80% dos compostos voláteis majoritários identificados nos frutos maduros pertenciam à classes dos ésteres, aldeídos, álcoois e cetonas. Foram destacados os compostos: 3-hidroxi-2-butanona; 2,4,5-trimetil-1,3-dioxolano; 3-metil-3-buten-1-ol; 3-metil-1-butanol; furfural; 3-methyl-1-butanil acetato e 3-methyl-3-buten-1-il acetato.

Em um segundo estudo, Narain *et al.*, (2007a), pesquisaram a composição dos voláteis presentes em mangaba em dois estádios de maturação: verde-maduro e maduro. Os voláteis foram isolados pela técnica de destilação e extração simultânea utilizando o aparelho desenvolvido por Likens e Nickerson (LIKENS & NICKERSON, 1964) A identificação foi feita por cromatografia a gás associada à espectrometria de massas. No total foram identificados 86 compostos. Os voláteis pertencentes a classes de ésteres e os terpenos aumentaram de 6,19 para 35,487% e de 7,51 para 10,40%, respectivamente. Os principais compostos voláteis presentes na polpa de frutos mangaba maduros foram acetato de isopropila (19.23%), 3-hexanol (10.74%), linalool (7.38%), alfa-limoneno (2.43%), 3-pentanol (3.80%), 3-metil -2-buten-1-ol (2.53%) e furfural (1.52%)

Mais recentemente, Lima *et al* (2015a) avaliaram o perfil de compostos voláteis de mangaba armazenada em diferentes temperaturas, durante vinte dias. A extração e identificação dos voláteis foi realizada por meio da técnica de SPME utilizando fibra 65 µm revestida por Polidimetilsiloxano/Divinilbenzeno (PDMS/DVB), e cromatografia a gás acoplada ao espectrômetro de massas (GC-MS). Os autores identificaram 36 compostos voláteis, dos quais 25% pertenciam à classe dos álcoois, 25% à dos aldeídos, 19% à dos terpenos, 9% à dos ésteres, e 3% à das cetonas, dentre outros. Nos frutos armazenados a 24°C, encontravam-se entre os compostos majoritários, o trans-hex-3-en-1-ol (representando 11% da área total do cromatograma), 2-hexenal (39%), lactato de metila (9%), e o lactato de etila (12%).

Utilizando a técnica de microextração em fase sólida (SPME) com a fibra 65 µm Polidimetilsiloxano/Divinilbenzeno (PDMS/DVB), Lima *et al* (2015b) isolaram os compostos

voláteis de mangabas armazenadas em três diferentes embalagens durante 20 dias. No total foram identificados por meio da cromatografia a gás associada a espectrometria de massa (GC-MS) 35 compostos voláteis, dos quais 28,6% pertenciam à classe dos álcoois; 25,7% à dos aldeídos; 25,7% à dos terpenos; 5,7% à dos ésteres; 2,9% à das cetonas, dentro outros compostos, com destaque para dodecanoato de metila, salicilato de metila, Nonanal, Trans-hexa-2,4-dienal, Hex-2-enal, Decanal, Trans-dec-2-enal; Linalool; Dodecan-1-ol; Butano-2,3-diol; 3-Metil-1-butanol.

3.2 Métodos de extração de compostos voláteis

Grande parte das matrizes cujos componentes se deseja determinar, apresentam-se como uma mistura de multicomponentes, havendo assim, a necessidade de técnicas de preparo, purificação, isolamento e/ou pré-concentração como um procedimento inicial de separação do (s) analito (s) de interesse. As técnicas de extração e/ou isolamento têm, portanto como objetivo, separar de uma mistura complexa, somente o (s) componente (s) de interesse, permitindo a análise dessa (s) substância (s). É crucial, em técnicas de extração e isolamento, que se conheça a natureza química e física dos componentes da mistura, no que diz respeito à solubilidade, polaridade, afinidade por diferentes solventes, assim como características ácida, básica ou neutras. Após a etapa de extração, ocorrerá a identificação e quantificação do (s) analito (s) isolado (s) (VOGEL, 1989).

Diferentes campos de estudo possuem grande interesse em identificar compostos voláteis presentes em uma matriz. Este é o caso de pesquisas envolvendo o sabor dos alimentos e bebidas, ou o aroma de fragrâncias, onde misturas complexas de compostos voláteis, devem ser separadas de outros componentes não voláteis da matriz. Assim, a primeira etapa desses estudos, envolve o isolamento e, em alguns casos, uma concentração desses compostos (SORIA, 2015).

O isolamento dos compostos voláteis pode envolver a análise de todos os voláteis do alimento, ou a análise apenas dos voláteis presentes no *headspace* da amostra. Na análise total, que normalmente utiliza alguma forma de destilação, há o uso de solventes e aplicação de calor, o que pode causar perdas ou modificações na composição original dos voláteis, como também originar artefatos. Outra desvantagem das técnicas de análise total de voláteis, inclui a

possibilidade de compostos não voláteis serem eluídos junto com os compostos voláteis, contaminando ou se degradando no injetor do cromatógrafo a gás, podendo danificar o equipamento e gerar artefatos.

A análise do *headspace* possui duas variações: modo estático e o modo dinâmico, este último também conhecido como *purge-and-trap* (FRANCO & JANZANTTI, 2004). No modo estático a amostra é colocada dentro de um frasco fechado hermeticamente e, ocorrido o equilíbrio entre a amostra e a fase gasosa de seu *headspace*, os voláteis presentes no *headspace* são capturados e injetados em um cromatógrafo a gás. No modo dinâmico, os voláteis são concentrados antes de serem analisados com o intuito de aumentar a sensibilidade do método. Para que isso ocorra, um fluxo de gás inerte, nitrogênio ou hélio, é borbulhado na amostra e os analitos voláteis são transferidos para uma armadilha (*trap*). Na sequência, a armadilha é aquecida e os voláteis são dessorvidos ou liberados e transferidos para a coluna cromatográfica do cromatógrafo a gás. (FREIRE *et al.*, 2008; BICCHI *et al.*, 2004, REINECCIUS & PETERSON, 2013). A dessorção dos voláteis da armadilha pode também ser realizada por eluição com solvente (SAMPAIO *et al.*, 2015).

Entre a ampla disponibilidade de ferramentas analíticas para a extração de compostos voláteis de alimentos e bebidas, os métodos mais comumente utilizados são a extração líquido-líquido (Liquid-Liquid Extraction, LLE), classificada como uma análise de voláteis totais; e a microextração em fase sólida (Solid Phase Microextraction, SPME), pertencente ao grupo de análises em *headspace* (POLÁŠKOVÁ *et al.*, 2008).

A extração líquido-líquido é uma técnica versátil, que possibilita extrações simultâneas, utilizando solventes com polaridades diferentes. Trata-se de técnica altamente sensível e seletiva, que também contribui para aumentar a vida útil da coluna cromatográfica (POLÁŠKOVÁ *et al.*, 2008). O processo de extração se baseia no princípio de que o soluto se distribui entre dois solventes imiscíveis, sendo um deles usualmente a água e o outro um solvente orgânico (SAMPAIO *et al.*, 2015). A técnica analisa a totalidade dos compostos voláteis presentes em alimentos ou bebidas (PLUTOWSKA & WARDENCKI, 2007). Como desvantagem a LLE apresenta: i) o uso de grandes volumes de solventes, acarretando impactos danosos ao meio ambiente e à saúde do analista (ADORNO *et al.*, 2014), ii) a introdução de impurezas (artefatos) provenientes do solvente, iii) extração preferencial de alguns compostos

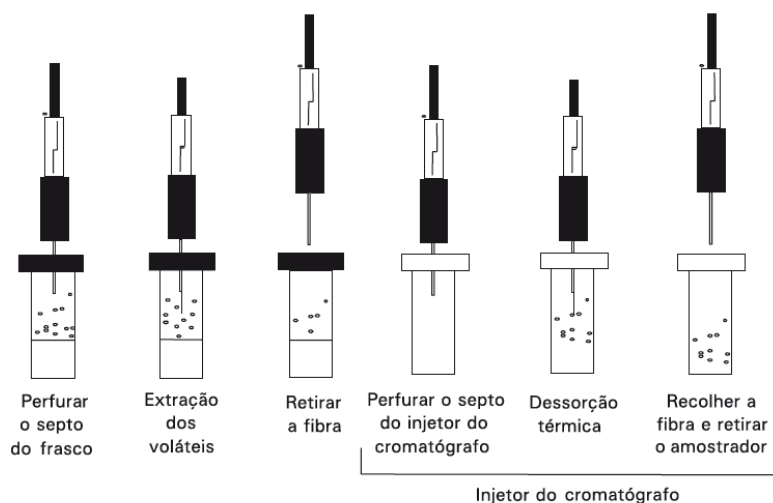
voláteis, e, iv) a co-extração de componentes não voláteis da matriz alimentícia com possível contaminação do injetor do cromatógrafo (REINECCIUS, 2006).

A microextração em fase sólida (Solid Phase Microextraction, SPME) é uma técnica analítica moderna para a extração de voláteis, desenvolvida por Arthur e Pawliszyn na década de 90 (ARTHUR *et al.*, 1990). Ela envolve dois processos: a sorção dos compostos voláteis da amostra em uma fase estacionária, que consiste em uma pequena quantidade de um filme alocado em uma fibra inerte de sílica fundida; e a dessorção térmica dos compostos no injetor do cromatógrafo. Em matrizes líquidas, a técnica SPME pode ser aplicada tanto para a extração direta dos voláteis totais encontrados dentro da matriz, como no modo *headspace*, quando se extrai apenas os voláteis presentes no *headspace* do produto; neste último caso ela é conhecida com HS-SPME (KATAOKA *et al.*, 2000). Esta técnica se baseia na cinética de transferência de massa e nos princípios termodinâmicos que descrevem o equilíbrio de partição do analito entre as fases (ARTHUR *et al.*, 1990). Os procedimentos para realizar a sorção e dessorção térmica dos voláteis através da técnica HS-SPME encontram-se apresentados na Figura 4.

Existem muitas configurações para a SPME, dentre elas, a SPME em fibra, em tubo, em filme delgado, magnética, em barra de agitação, entre outros (SOUZA-SILVA *et al.*, 2015). A mais utilizada é a SPME em fibra, que por ser muito frágil, sofreu a introdução de outros materiais, como o metal, com o objetivo de aprimorar a durabilidade da fibra além de sua estabilidade térmica (MEHDINIA *et al.*, 2013). Na SPME em fibra, esta consiste em um filamento capilar de sílica, mantido em uma agulha oca. A extremidade exibível da fibra é recoberta por um filme cuja natureza quíessmica é semelhante à dos recheios de colunas cromatográficas. Esse filme adsorve os analitos orgânicos, concentrando-os na superfície da fibra, durante o processo de exposição da fibra à amostra ou seu *headspace* (Figura 4). Na extremidade oposta do dispositivo, existe um parafuso (hub), que é usado para conectar a fibra ao amostrador (KATAOKA *et al.*, 2000; VALENTE *et al.*, 2000).

A SPME é uma técnica de baixo custo, rápida, que não requer o uso de solventes e pode ser automatizada. Porém condições de análise, como tipo de fibra, volume de amostra, tempo e temperatura de captura dos voláteis precisam ser previamente otimizadas (REINECCIUS, 2006). Adicionalmente, o analito necessita ser termicamente estável para ser dessorvido sob as altas temperaturas do injetor do CG (QUEIROZ *et al.*, 2001).

Figura 4: Captura e dessorção de voláteis com o uso da técnica de SPME



Fonte: CANUTO, 2011

Com o objetivo de comparar a eficiência de diferentes técnicas de extração de compostos voláteis de suco fresco de caju, Sampaio *et al.* (2015) estudaram quatro métodos de extração: i) Extração líquido-líquido com concentração do extrato; ii) extração líquido-líquido sem concentração final do extrato, iii) microextração em fase sólida (SPME) com o uso de armadilha Porapak-Q® e iv) *headspace* dinâmico. A identificação dos voláteis foi realizada utilizando um equipamento GC-MS. Na extração líquido-líquido foi utilizado o solvente diclorometano, e para a concentração do extrato foi utilizado o nitrogênio ultrapuro. O isolamento dos voláteis pela técnica de SPME utilizou a fibra DVB/Carboxen/PDMS, 50/30 µm, com condições de extração previamente otimizadas. Os voláteis extraídos pela técnica de *headspace* dinâmico foram isolados pelo método de enriquecimento dos vapores do *headspace*, utilizando como armadilha tubo de vidro borossilicato empacotado Porapak-Q®.

Sampaio *et al.* (2015) reportaram que a técnica de *headspace* dinâmico (HSD-PorapakQ®) foi mais eficiente que as demais, produzindo um isolado com maior concentração dos analitos, e isolando mais ésteres de maior volatilidade, considerados pelos autores como a classe de maior impacto odorífero no suco fresco de caju. Mas, de um modo geral, as quatro técnicas tiveram desempenho semelhante no isolamento de ésteres, que foi a classe química

majoritária, correspondendo a 53,7% do total da área do isolado por *headspace* dinâmico; 43,9% do SPME e 32% do isolado por extração líquido-líquido com concentração do extrato. Os terpenos, que também são uma classe química de grande impacto odorífero, foram a segunda classe mais importante nos isolados do suco fresco de caju; para essa classe química, as técnicas de extração líquido-líquido sem concentração do extrato e de *headspace* dinâmico foram as mais eficientes na extração desses compostos. Diferentemente do que ocorreu com os isolados obtidos pelas outras técnicas, os ácidos e hidrocarbonetos representaram depois dos ésteres, as classes químicas majoritárias no isolado obtido SPME, correspondendo a 19,52% e 9,01% do total da área, respectivamente. Os autores concluíram que a técnica HS-SPME com a fibra DVB/CAR/PDMS foi eficiente para isolar os ésteres, aldeídos e ácidos, e pouco eficiente para isolar terpenos e álcoois presentes em suco fresco de caju. Ainda assim, esta é uma técnica que nos últimos anos vem sendo muito utilizada na extração de compostos voláteis, em função de integrar em uma única etapa a amostragem, extração e concentração do analito, com bom desempenho analítico e pouca manipulação da amostra (BUTKHUP *et al.*, 2011; O'REILLY *et al.*, 2005).

3.3 Aproveitamento de resíduos agroindustriais

A Indústria brasileira de alimentos tem gerado resíduos que poderiam ter destino e finalidades mais benéficas ao homem, ao meio ambiente e, ao mesmo tempo, aumentar o lucro da empresa. As indústrias de sucos, doces e polpas de frutas, por exemplo, produzem resíduos orgânicos, contendo cascas e sementes, que com muita frequência são descartados no meio ambiente (KOBORI, 2005).

O destino dos resíduos agroindustriais gerados no Brasil é um problema que vem crescendo com o aumento da produção industrial brasileira, notadamente aquela que processa frutas tropicais e subtropicais. O problema atinge fortemente o Nordeste brasileiro, uma vez que na última década, a fruticultura se desenvolveu de maneira considerável na região, em função do uso de novas tecnologias, e aumento de demanda por parte dos consumidores (LOUSADA JUNIOR *et al.*, 2006). Mas esse crescimento trouxe consigo, a problemática do descarte dos resíduos agroindustriais.

Por serem materiais orgânicos, os resíduos agroindustriais sofrem a ação de agentes microbiológicos. Para que isso não ocorra, eles necessitam ser tratados e armazenado sob condições que desfavoreçam o crescimento dos microrganismos. Isso acarreta custos adicionais para a empresa, que muitas vezes se vê obrigada a secar, armazenar e transportar seus resíduos, para então descartá-los sem riscos para o meio ambiente. Assim, por representarem um custo operacional para as empresas, uma grande quantidade de resíduos é descartada de forma inadequada e ilegal, se transformando em fonte de contaminação ao meio ambiente (MELO *et al.*, 2011).

Estima-se que de cada 1.000 kg de frutas processadas, são gerados entre 300 e 400 kg de resíduos (MARTINS & FARIA, 2002), representados por bagaços contendo cascas e sementes. Somente a laranja, uma das frutas mais consumidas, gera em torno 8 milhões de toneladas de resíduos por ano no Brasil (IBGE, 2013; CORAZZA *et al.*, 2001). Esses resíduos por serem ricos em carboidratos, óleos, proteínas, vitaminas, minerais, etc. (MATIAS *et al.*, 2005) apresentam potencial para gerar subprodutos de valor agregado (SOUSA, 2011) aumentando os lucros das empresas, ao invés de representarem custos adicionais.

Para adicionar valor agregado aos resíduos agroindustriais, é necessário conhecer seus constituintes e pesquisar seus potenciais de uso (VIERA, 2009). Por isso, diversos estudos têm sido realizados, com o objetivo de apresentar soluções sustentáveis para o aproveitamento dos resíduos agroindustriais, com destaque para o aproveitamento dos mesmos na produção de etanol, fertilizantes orgânicos, enzimas, óleos essenciais, aditivos, suplementos nutricionais, etc. (SCHIEBER *et al.*, 2001; ARBOS *et al.*, 2013; ADE *et al.*, 2014). Os resíduos da laranja e da banana, por exemplo, têm grande atividade antioxidante, podendo ser usados para a produção de ingredientes destinados a prevenir a oxidação lipídica em óleos vegetais e produtos alimentícios ricos em gordura (YALCIN *et al.*, 2011; HERNÁNDEZ-CARRANZA *et al.*, 2016). O resíduo do abacaxi também pode ser reaproveitado, de acordo com SELANI *et al.* (2016) que estudaram o uso de bagaço de abacaxi como substituto de gordura em carne de hambúrguer. Os autores verificaram ser possível desenvolver produtos com alto teor de fibra dietética, e adequada qualidade sensorial, a partir do resíduo do abacaxi. Eles demonstraram haver potencial de aplicação dos resíduos de abacaxi em novos produtos alimentícios, com melhoria do rendimento de seus respectivos processos.

O resíduo da mangaba geralmente é descartado pois, constitui-se basicamente das sementes do fruto, que não podem ser usadas de forma direta na alimentação humana. Mas as sementes da mangaba apresentam alto teor lipídico, chegando a possuir até 27g lipídeos/100 de semente (SANTOS *et al.*, 2015), e em princípio, poderiam ser utilizadas como matéria prima para extração de óleo. Óleos obtidos a partir de sementes de frutas podem ser aproveitado na indústria farmacêutica, cosmética, alimentícia e até pela indústria de verniz (LUZIA & JORGE, 2013). Muitas vezes, os óleos extraídos de sementes de frutas são ricos em compostos bioativos como tocoferóis e diversos tipos de compostos fenólicos com capacidade antioxidante, carotenoides, ácidos graxos essenciais, fitoesteróis, etc. Em geral, esses óleos podem ajudar na prevenção de diversas doenças que são adquiridas através de hábitos alimentares ruins (BAIL *et al.*, 2008; LUZIA & JORGE *et al.*, 2013).

Nesse sentido, alguns estudos têm sido desenvolvidos com foco na produção de óleos vegetais a partir de sementes de frutas. Esses estudos procuram caracterizar a composição do óleo, eficiência de diferentes métodos de extração e a aplicabilidade do óleo obtido. KRASODOMSKA *et al.* (2015) por exemplo, avaliaram o óleo extraído de semente de maçã, amoras, groselha e morangos, utilizando método de prensagem a frio. Os autores verificaram que os óleos obtidos apresentavam uma composição de ácidos graxos insaturados que viabilizam sua aplicação em produtos de higiene pessoal. LEÃO *et al* (2014) constataram que o óleo extraído de semente de maracujá por prensagem a frio apresentou um perfil de compostos voláteis semelhantes ao maracujá maduro, com potencial para aplicação na indústria de cosméticos, de higiene e óleo essencial.

Outro resíduo economicamente atrativo para indústria de óleos é a semente de araticum, que foi estudada por LUZIA & JORGE (2013). Os autores encontraram 28.84% de lipídios na semente, sendo que o teor de ácidos graxos insaturados no óleo extraído da mesma por prensagem a frio era superior a 50%. O ácido oleico era o ácido graxo majoritário no óleo, que também possuía quantidades significativas de tocoferóis e fitoesteróis. De acordo com os autores esses resultados demonstram a viabilidade do uso do óleo das sementes de araticum para fins alimentícios e na indústria cosmética.

KOBORI *et al.*, 2005 caracterizaram os óleos de sementes de maracujá, goiaba, laranja e tomate, quanto ao teor lipídios, ácidos graxos livres, índices de peróxidos, refração, iodo,

saponificação, matéria insaponificável e estabilidade oxidativa. Os resultados mostraram que todos os óleos apresentaram valores muito semelhantes aos óleos comestíveis já comercializados no mercado, indicando potencial de aplicação dos mesmos para fins alimentícios.

3.4 Óleos vegetais

Os óleos e gorduras vegetais são produtos formados principalmente de glicerídeos de ácidos graxos, obtidos somente de espécies vegetais. Eles também contêm em pequenas quantidades, outros constituintes como fosfatídeos, materiais insaponificáveis e ácidos graxos livres. A diferença entre óleos e gordura está em sua forma física: à temperatura de 25°C, lipídeos que se apresentam na forma líquida são classificados como óleos, e aqueles que se apresentam no estado sólido ou pastoso são classificados como gorduras. Os óleos que são oriundos de frutos são designados azeites, como é o caso do azeite de oliva- óleo obtido do fruto da oliveira- e do azeite de dendê- óleo, obtido do fruto da palma. De acordo com a Agência Nacional de Vigilância Sanitária-ANVISA, "virgem" ou "extra virgem" são expressões utilizadas somente para óleos obtidos unicamente por processos físicos, sendo diferenciados pelo teor de acidez (BRASIL, 2005). O *Códex Alimentarius* (2015) estabelece que os óleos virgens podem sofrer tratamento térmico, desde que a natureza do óleo não seja alterada. Mas os óleos obtidos por prensagem a frio são extraídos exclusivamente por processo mecânico, sem aplicação de calor. Já os óleos refinados, após sua extração, são submetidos a vários processos a fim de remover componentes indesejáveis que interferem no sabor, odor e aparência (FENNEMA, 2010)

Para serem utilizados em aplicações comerciais, no Brasil, os óleos vegetais devem atender aos índices máximos de acidez e peróxido preconizados pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária- ANVISA (BRASIL, 2005). Os óleos também devem comprovar identidade, conforme valores estabelecidos pelos *Códex Alimentarius* (2015) para densidade relativa, densidade aparente, índices de refração, iodo, saponificação e matéria insaponificável.

Ao longo das últimas décadas, os óleos vegetais substituíram, gradualmente, o consumo de gorduras animais, e atualmente, devido a suas altas concentrações em tocoferóis e

tocotrienóis, representam um dos alimentos que mais contribuem para a ingestão de vitamina E do homem moderno (NUNES, 2007; GUINAZ *et al.*, 2009).

Ainda que o consumo mundial de óleo seja dominado pelos óleos de palma, soja, milho e girassol (IXTAINA *et al.*, 2011), o desenvolvimento econômico e o crescimento populacional estimularam a demanda de fontes alternativas de óleo, notadamente aquelas associadas à benefícios nutricionais, de saúde e bem-estar (FIB, 2014). Neste contexto, observa-se no mercado de óleos, o interesse por produtos que se distinguem pelo seu conteúdo em ácidos graxos (ω -3, ω -6 e ω -9), pela presença de compostos com atividade antioxidantes, dentre outros compostos que os consumidores reconhecem como contribuição saudável à sua alimentação (MARTINEZ *et al.*, 2012). No mundo, a Europa é o principal mercado para esses óleos vegetais saudáveis e exóticos; embora o Brasil também acompanhe essa tendência (FIB, 2014).

Quimicamente, óleos e gorduras são classificados como lipídios, classe que inclui compostos com diferentes funções químicas, e que em comum apresentam o fato de serem todos solúveis em solventes orgânicos e possuem baixa ou nenhuma solubilidade em água (ORDOÑEZ *et al.*, 2005; FENNEMA *et al.*, 2010; RIBEIRO & SERAVALLI, 2007). Os principais constituintes dos lipídios são os ácidos graxos, que podem ser classificados em saturados e insaturados, (FENNEMA *et al.*, 2010; HUSSEIN, 2013). Por sua vez, os ácidos graxos insaturados são divididos em poli-insaturados e mono insaturados; e, na natureza, eles se encontram majoritariamente na configuração *cis*. A localização da primeira dupla ligação da cadeia carbônica a partir do grupo metil terminal, identifica a série do ácido graxo utilizando o símbolo ômega (ω) (FENNEMA *et al.*, 2007). Os ácidos graxos de maior interesse na alimentação humana são aqueles pertencentes às famílias ω -3, ω -6 e ω -9, como os ácidos linolênico (ω -3) e linoleico (ω -6), considerados essenciais (LOTTENBERG, 2009) pois não são sintetizados pelo organismo humano, devendo ser obtidos a partir de uma alimentação equilibrada (KUHNT *et al.*, 2012). A partir do ácido linoleico e linolênico são formados, pela ação de enzimas alongases e dessaturases, ácidos graxos de cadeia longa como ácido araquidônico (ω -6), o eicosapentaenoico (ω -3) e docosahexaenoico (ω -3) (LUNN & THEOBALD, 2006)

O ácido oleico (ω -9) é o mais abundante na natureza. Conforme pode ser visualizado na Tabela 2, o azeite de oliva e o óleo de canola, são boas fontes desse ácido graxo, que também

pode estar presente em diversas fontes vegetais, como grãos integrais (LOTTENBERG, 2009) e frutas como açaí (BATISTA *et al.*, 2017). Uma dieta rica em alimentos que contém teores significativos de ácidos graxo monoinsaturado é atualmente associada à diminuição do risco de doenças cardiovasculares (LOTTENBERG, 2009; MARTINES-GONZALES *et al.*, 2015).

Tabela 2: Concentração dos ácidos oleico, linoléico, alfa-linolênico em óleos vegetais

Alimento	Oleico (g/100g)	Linoleico (g/100g)	Linolênico (g/100g)
Azeite de dendê	39,86	15,69	0,83
Azeite de oliva, extra virgem	74,01	8,74	0,75
Óleo de babaçu	18,51	27,17	2,86
Óleo de canola	61,14	20,87	6,78
Óleo de girassol	25,15	62,22	0,39
Óleo de milho	33,04	49,94	0,96
Óleo de pequi	54,73	3,74	0,51
Óleo de soja	22,98	53,85	5,72

Fonte: TACO, 2011

Dentre os ácidos graxos poli-insaturados pertencentes à família do ω -6, o ácido linoleico é o mais abundante na natureza, e suas principais fontes são os óleos de soja e girassol, conforme pode ser observado na Tabela 2. Já dentre os ácido graxo da família ω -3, o único encontrado em alimentos de origem vegetal é o ácido linolênico, sendo os demais, como o eicosapentaenoico e o docosahexaenoico, encontrados principalmente em pescados e óleo de peixe. Ácido linolênico é encontrado em pequena quantidade, nos óleos de linhaça, soja e canola (NASOPOULOU & ZABETAKIS, 2012; RIBEIRO& SERAVALLI., 2007) .

Estudos indicam que os ácidos graxos poli-insaturados tem efeitos positivos na redução dos riscos de diversas doenças, sendo que sua ingestão pode melhorar a saúde dos ossos, reduzir o mau colesterol, exercer ação anticarcinogênica, antidiabética, anti-inflamatória e anti-obesidade (YANG *et al.*, 2015; BHATTACHARY *et al.*, 2006; HARO *et al.*, 2006; WHIGHAM *et al.*, 2000). Esses ácidos graxos também estão associados à melhora do sistema imunológico, aumento da velocidade do metabolismo (WHIGHAM *et al.*, 2000; HARO *et al.*, 2006), da saúde cardiovascular, da visão e na redução dos riscos de Alzheimer, (ARAB-THERANY *et al* 2012).

3.4.1 Métodos de extração de óleo vegetal

Os óleos vegetais utilizados na alimentação podem ser extraídos de diversas fontes (SANTOS & SOUZA, 2007) e sua extração da matéria-prima constitui-se em um ramo importante da tecnologia de óleos e gorduras. O objetivo da extração é isolar o óleo da matriz, que no caso da maioria dos óleos vegetais é uma semente, e obter com um bom rendimento, um produto não oxidado e livre de impurezas (BRUNETON, 1991).

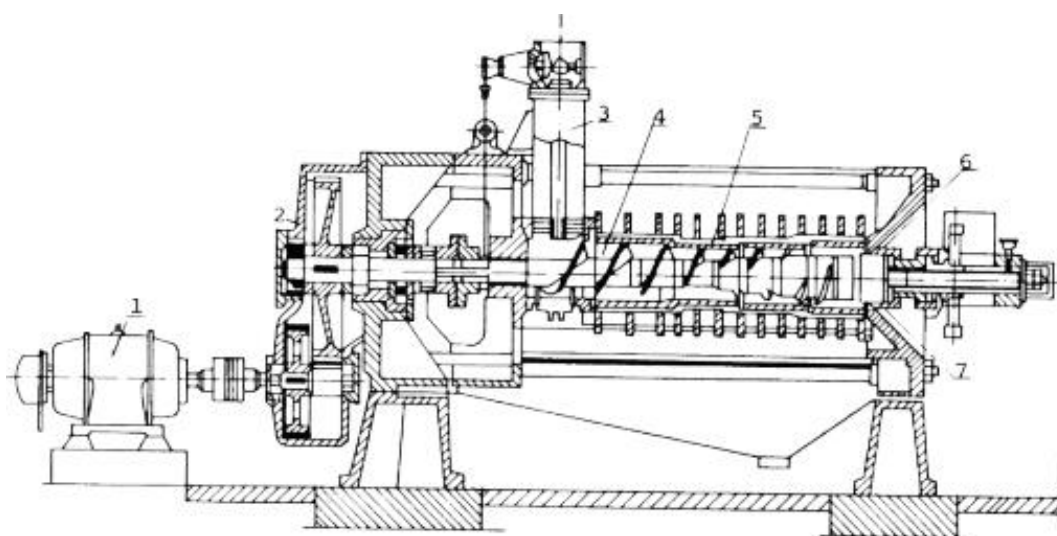
Vários métodos estão disponíveis para a extração de óleo vegetais (GUSSO *et al.*, 2012); e a escolha do processo depende das características da fonte oleaginosa (RAMALHO *et al.*, 2013). Na extração por solvente, a matéria-prima é previamente triturada de forma a aumentar sua área de contato com o solvente, possibilitando uma maior penetração e uso do mesmo em lavagem contínua da matriz, dissolvendo o óleo presente na mesma (MORETTO *et al.*, 1998; MPAGALILE *et al.*, 2006). Entre os solventes utilizados para fins alimentícios, estão o hexano e o etanol. O hexano, porém, é altamente inflamável e possui alto custo, por isso o etanol vem sendo cada vez mais utilizado. Os níveis residuais máximo de solvente nos alimentos é determinado pela legislação (MORETTO *et al.*, 1998; ORDOÑEZ *et al.*, 2007).

A extração por solvente é um método muito eficiente, permite um bom rendimento de óleo podendo ser combinado com a prensagem, mas requer um maquinário complexo e pessoal treinado. Em plantas de extração por solvente há a exigência de muitos equipamentos de segurança, de forma a se evitar perigos de incêndio e poluição ao meio ambiente. Atualmente, tem surgido um novo interesse pelo uso e estudo de prensas mecânicas para obtenção de óleo a partir de grãos oleaginosos. (WIESENBERN *et al.*, 2001; ORDOÑEZ *et al.*, 2007).

A prensagem é o método mais antigo e popular para se extrair o óleo de sementes oleaginosas. Para tanto utiliza-se desde as prensas com alavancas empregadas nos primórdios da civilização para obtenção do azeite de oliva, passando pelas prensas tipo parafuso utilizadas após a Primeira Guerra Mundial, até as atuais prensas mecânicas hidráulicas ou contínuas (NIMET, 2009). Tanto a prensagem hidráulica como a contínua se baseiam na aplicação de pressão para esmagar as sementes, e assim extrair parte do óleo presente na matéria-prima (SAVOIRE *et al.*, 2013).

A Figura 5 apresenta uma prensa contínua, ou *expeller*, que funciona da seguinte forma: os grãos entram pelo eixo alimentador (3) e seguem para um cesto que é formado de barras de aço (5); essas barras são reguladas para permitir a saída do óleo e também para filtrar os resíduos presentes. No centro do cesto, há um parafuso helicoidal de aço inoxidável que movimenta o material para frente (4), dessa forma o material é comprimido e então o óleo é extraído e recolhido através de perfurações na sessão final da prensa. Após extrair o óleo, a torta é descarregada e recolhida na saída (7) (MANDARINO, 2015). Esse tipo de prensa é recomendada para grãos com alto teor de óleo, e apresenta como vantagens o baixo custo inicial de instalação. O maquinário pode ser utilizado em operações de até 3 mil toneladas por dia, e não utiliza solventes, o que reduz o custo do processamento e do óleo obtido (OETTERER et al., 2006).

Figura 5: Prensa do tipo contínua. 1- Motor elétrico, 2- Redutor, 3- Entrada dos grãos condicionados, 4- Rosca helicoidal, 5- Cesto, 6- Cone de saída, 7- Saída do farelo ou torta



Fonte: MORETO et al., 1998

A prensagem mecânica hidráulica é um processo simples que normalmente é usado em unidades industriais de pequena escala. Neste processo, as sementes ou farinhas da semente são colocadas em uma armação vertical perfurada, e então uma placa é usada para compressão do material. Aos poucos a pressão é aumentada por um sistema hidráulico até o limite desejado e o óleo é recolhido na base da prensa (FELLOWS, 2006).

Uma prensa hidráulica é mostrada na Figura 6. Antes de serem prensadas, as sementes são limpas e têm sua umidade padronizada em um valor otimizado em estudo prévios. A prensagem a frio pode produzir óleos virgens muito puros, seguros, altamente nutritivos e com uma boa aceitação sensorial, que podem ser consumidos diretamente, sem que seja preciso passar por processo de refino. Os óleos obtidos por prensagem hidráulica possuem um rendimento menor que os óleos obtidos por outras técnicas, e para melhorar o rendimento, alguns pré-tratamentos podem ser aplicados. Entre eles encontram-se tratamento por microondas, aplicação de enzimas e pré-torrefação. Esses óleos tem uma alta demanda pois seu uso não se restringe apenas ao consumo para fins alimentícios, mas também podem ser empregados para uso medicinal, cosmético, entre outros (ANDERSON, 2005; MORETO, 1998).

Figura 6: Prensa hidráulica



Fonte: NOWARK, 2017

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Matéria-prima

Sementes e polpa de mangaba foram fornecidas pela fábrica de polpa Pomar do Brasil Indústria e Comércio de Alimentos Ltda., situada no Distrito Industrial de Aracaju, Sergipe.

Ao chegar ao Laboratório de Análise cromatográfica e Flavor (LAF), as sementes foram lavadas e submetidas à secagem em desidratador Pardal PE 100 tipo cabine, sob fluxo constante de ar a 60°C, até que a umidade das sementes fosse inferior a 10%, conforme descrito por Leão *et al.* (2014). As sementes desidratadas foram embaladas em sacos plásticos de polietileno, selados a vácuo e o material foi armazenado em temperatura ambiente até o momento do processamento e análises. Para as análises físicas e químicas, e para a extração do óleo, os resíduos desidratados foram moídos em moinho de facas Willye TE 650, equipado com peneira 20 mesh (0,85mm).

A polpa industrializada da mangaba que deu origem às sementes, foi coletada e armazenada em *freezer* vertical (-18°C) até a determinação de seu perfil de compostos voláteis.

4.2. Umidade e Teor de Lipídeos dos Resíduos

4.2.1 Umidade

A umidade dos resíduos secos foi determinada por gravimetria, utilizando-se balança analítica com precisão de 0,0001g, cadinho de porcelana e estufa de circulação de ar a uma temperatura de 105°C, seguindo-se metodologia 012/IV descrita em IAL (2005). As análises foram realizadas em triplicata e o teor de umidade médio das amostras foi expresso em g água/100 g de amostra.

4.2.2 Lipídeos

O teor de lipídeos total nos resíduos secos foi determinado pelo método de extração com solvente, em extrator Soxhlet, conforme descrito em AOAC (2007). Inicialmente 5 g do resíduo

seco foram pesados em um cartucho de filtro, alocando-se o material em um extrator tipo Soxhlet, que por sua vez foi acoplado a um balão de fundo chato previamente tarado. O sistema foi então adaptado ao condensador. A extração foi realizada com solvente hexano P.A, por um período de seis horas, sob um fluxo de quatro a cinco gotas por minuto. Após as seis horas o cartucho contendo a amostra foi retirado, realizando-se um refluxo para recuperação hexano. Os lipídeos recolhidos no balão de fundo chato foram colocados em estufa de circulação forçada a 105°C, por uma hora, seguindo-se resfriamento em dessecador por 20 minutos. Na sequência o balão foi pesado em balança analítica, repetindo-se toda a operação até peso constante do mesmo. As análises foram realizadas em triplicata e o teor de lipídeo médio das amostras foram expressos em g água/100 g de amostra.

4.3 Extração do óleo das sementes do resíduo agroindustrial

O resíduo desidratado e moído foi submetido à prensagem a frio em prensa hidráulica MARCON modelo MPH-30. Utilizando-se balança semi-analítica com 0,01g de precisão, os resíduos foram pesados e transferidos para o cilindro de aço inoxidável da prensa, e submetidos a uma força de 30 toneladas por 180 minutos, tempo necessário para extrair o máximo do óleo contido nas sementes. O material extraído foi posteriormente armazenado à temperatura de -18°C, em frasco de vidro âmbar provido de tampa hermética, até a realização das caracterizações físicas, químicas e sensoriais. O cálculo do rendimento foi realizado determinando-se a relação “massa de óleo extraída/massa de óleo total na amostra”, e expressando-se os resultados como percentagem. Um segundo rendimento foi calculado, calculando-se a “massa de óleo obtida/massa de resíduo seco utilizada”, expressando-se o resultado em kg óleo obtido/tonelada de resíduo seco.

4.4 Caracterização física e química do óleo de semente de mangaba

O óleo obtido a partir da prensagem a frio das sementes de mangaba foi caracterizado por análises físicas e químicas, conforme descrito a seguir. Todas as análises foram realizadas em triplicata e os resultados expressos como médias e desvio padrão.

4.4.1 Caracterização física

4.4.1.1 Densidade relativa

A densidade relativa do óleo extraído dos resíduos foi determinada através de picnômetro, seguindo-se procedimento 337/IV descrito em IAL (2005). Assim, inicialmente, um picnômetro de 5mL foi tarado em balança analítica com precisão de 0,0001g, anotando-se a massa. Em seguida, o picnômetro foi calibrado com água destilada e pesado novamente anotando-se o valor da massa de água. Posteriormente, o mesmo procedimento foi realizado com a amostra de óleo, prevenindo-se a formação de bolhas de ar. A densidade do óleo foi obtida pela razão entre a massa de óleo (g) e a massa de água (g) contidas no picnômetro, e expressa em g/cm³.

4.4.1.2 Índice de refração

O índice de refração do óleo foi medido realizando-se leitura em refratômetro de bancada Abbé, conforme metodologia 327/IV descrita em IAL (2005) a temperatura de 40°C. Inicialmente, o refratômetro foi calibrado com água destilada e seco com lenço de papel. Com o auxílio de uma pipeta, duas gotas do óleo extraído dos resíduos foram colocadas no prisma do instrumento, realizando-se a leitura.

4.4.2 Caracterização química

4.4.2.1 Umidade

A umidade do óleo extraído dos resíduos foi determinada pelo método de Karl Fischer. Foi utilizado o equipamento 831 KF coulometerMetrohm do Laboratório de Tecnologias Alternativas (LTA), seguindo-se metodologia descrita na AOAC 984.20 (2007). Os resultados foram expressos em teor água/100g de óleo.

4.4.2.2 Índice da acidez

O índice de acidez do óleo foi determinado conforme método titulométrico 325/IV descrito em IAL (2005). Aproximadamente 2,0 g da amostra de óleo foram pesados em erlenmeyer de 125 mL, adicionando-se 50 mL de uma solução álcool: éter (1:2). Após agitação até a completa dissolução da amostra, 2 gotas do indicador fenolftaleína a 1% foram adicionadas, titulando-se a solução com hidróxido de sódio 0,1M até o aparecimento de coloração rósea que persistiu por pelo menos 30 segundos. Os resultados foram expressos em mg KOH/g, e utilizados como indicadores da ação de lipases sobre o óleo desde o processamento do suco de mangaba até a extração do óleo dos resíduos.

4.4.2.3 Índice de Saponificação

O índice de saponificação do óleo extraído do resíduo, foi determinado pelo método Cd 3a94 (AOCS, 2009). O índice foi expresso em mg de KOH utilizado para neutralizar 1 g de óleo (mg KOH/g óleo).

4.4.2.4 Índice de Iodo

Para determinar o índice de iodo e avaliar o grau de insaturação do óleo de semente de mangaba foi aplicado o método calculado AOCS, 2009, com base no perfil de ácidos graxos do óleo. Os resultados foram expressos como cg I₂ absorvido/g amostra.

4.4.2.5 Perfil de Ácidos Graxos

O perfil de ácidos graxos do óleo, foi determinado por meio dos ésteres metílicos dos ácidos graxos presentes na fração lipídica, seguindo-se procedimento Ce 2-66 descrito pela AOCS (2009). Foi utilizado um Cromatógrafo a Gás (CGC AGILENT 68650 SERIES GC SYSTEM), equipado com coluna capilar DB-23 AGILENT (60m x 0,25mm x 0,25µm), e 50 padrões puros. As condições de operação do cromatógrafo foram: fluxo coluna = 1,00mL/min.; velocidade linear = 24cm.s⁻¹; temperatura do detector: 280°C; temperatura do injetor: 250°C; temperatura do forno: 110°C - 5 min.; 110 - 215°C (5°C.min⁻¹), 215°C - 24 min.; gás de arraste: Hélio; volume injetado: 1,0 µL.

4.4.2.6 Teor de Tocoferóis e Tocotrienóis

Os tocoferóis e tocotrienóis do óleo foram separados e quantificados por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), por método descrito em AOCS (2009). Foi utilizado um Cromatógrafo Líquido HPLC Perkin Elmer, serie 200. As condições de operação foram: bomba isocrática Perkin Elmer Series 200; detector: Fluorescence Detector Perkin Elmer Series 200; comprimento de onda - excitação 290 nm, emissão 330 nm; coluna: Hibar RT 250 x 4mm Li Chrosorb Si 60, 5mm; fase móvel - Hexano / Isopropanol (99/1), 1,0 mL.min⁻¹.

A quantificação de cada isômero foi realizada por padronização externa com base nas áreas dos picos, utilizando padrões de α -, β -, γ - e δ -tocoferol (Cabilchem), com grau de pureza superior a 95%. Os teores de tocoferóis foram expressos em mg por kg de óleo (mg.kg⁻¹).

4.5 Capacidade antioxidante do óleo de semente de mangaba

A capacidade antioxidante total no óleo foi analisada por dois métodos distintos, conforme recomendação de RUFINO *et al.* (2011) e PÉREZ-JIMÉNEZ *et al.* (2008). O parâmetro foi determinado em dois extratos, um diretamente no óleo, após diluição em alíquotas de acetato de etila (Extrato Total) e outro em extrato obtido com o uso de metanol (Extrato Polar).

4.5.1. Fenólicos Totais

A determinação do conteúdo de compostos fenólicos totais foi realizada de acordo com o método de Folin-Ciocalteu descrito por Singleton e Rossi (1965) modificado por Moo-Huchin *et al.* (2015) A reação ocorreu pela mistura de 50 μ L de extrato do óleo com 3 mL de água deionizada e 250 μ L de reagente Folin-Ciocalteu aquoso a 1 N. A mistura permaneceu em repouso por 8 minutos para atingir o equilíbrio, em seguida adicionou-se 750 μ L Na₂CO₃ (20 %) e finalmente, adicionou-se 950 μ L de água. Na sequência a mistura foi incubada na ausência de luz por 30 minutos em temperatura ambiente, seguindo-se leitura da absorbância a 765 nm em espectrofotômetro UV-Vis Jenway 6705. Foi feita uma curva de calibração usando ácido gálico (0-1000ppm). O conteúdo de compostos fenólicos totais presente no extrato do óleo foi expresso em 66 miligrama equivalente de ácido gálico por 100 gramas de óleo (mg EAG/100g de fruto). As análises foram realizadas em triplicata e os cálculos foram baseados na curva de calibração obtida com ácido gálico.

4.5.2. DPPH• (Captura do radical livre - 2,2-difenil-1-picrilhidrazil).

Para esta análise, depois de ajustar o branco com metanol; 0,1 ml da amostra foi misturada com 3,9 mL de uma solução metanólica de DPPH • (60 µM). A absorbância a 515 nm foi medida até que a reação alcançasse seu patamar. Uma curva de calibração nesse comprimento de onda foi feita para calcular o DPPH• que permaneceu. O parâmetro de EC50, o qual reflete o esgotamento de 50% de DPPH•, foi expresso em termos de equivalente em gramas óleo de mangaba por grama de DPPH •. O tempo necessário para atingir o estado estacionário, a EC50 (t_{EC50}) e a eficiência antiradicalar ($EA = 1/EC50 * t_{EC50}$) também foram determinados. Foi feita uma curva de calibração preparada com Trolox (400mg/L) como padrão para expressar os resultados como equivalentes µM de Trolox por grama de óleo (RUFINO *et al.*, 2011; MOO-HUCHIN *et al.*, 2015).

4.5.3 ABTS (Captura do radical livre 2,2–azinobis-3-etil–benzotiazolina-6-ácido sulfônico)

O cátion ABTS•+ foi gerado através da interação de 19,2 mg de ABTS dissolvido em 5 mL de água deionizada e 88µL de persulfato de potássio a 0,0378 g/mL (K2S2O8). O cátion foi incubado no escuro à temperatura ambiente durante 16h. O radical ativado foi diluído com etanol (P.A.) para uma absorbância de $0,70 \pm 0,02$ a 734 nm. Após a adição de 30µL de amostra ou padrão em 2970 µL da solução de ABTS diluída, foi feita a leitura após 6 minutos de reação a 734 nm, e o etanol foi utilizado como branco. Uma curva de calibração foi preparada utilizando Trolox (2000µM) como padrão, e os resultados foram expressos como equivalentes µM de Trolox por grama de óleo (Miller *et al.*, 1993; MOO-HUCHIN *et al.*, 2015).

4.6 Perfil de composto voláteis do óleo e da polpa de mangaba

Os compostos voláteis presentes na polpa processada e no óleo extraído dos resíduos de mangaba foram identificados no Laboratório de Flavor e Análises Cromatográficas (LAF) da Universidade Federal de Sergipe. Todas as análises foram realizadas em pelo menos três repetições.

4.6.1 Isolamento dos compostos voláteis do óleo e da polpa de mangaba

Os voláteis da polpa foram isolados através da técnica de micro extração em fase sólida (SPME), utilizando-se a fibra divinilbenzeno-carboxen-polidimetilsiloxano (DVB/CAR/PDMS) e condições gerais otimizadas por LIMA *et al.*, (2015b). Deste modo, inicialmente, 4g da polpa foram pesadas, e transferidas para um vial de 15 ml. Antes da extração, o vial foi colocado em banho-maria sob agitação magnética por 15 min, tempo aproximado para atingir o equilíbrio à temperatura de 57,2°C; seguindo-se então a extração. Na extração, a fibra foi exposta por 60 minutos ao *headspace* do vial hermeticamente fechado, removida e colocada no injetor do CG-MS para desorção por 5 minutos a 220°C em modo *splitless*. Antes da injeção, a fibra foi condicionada nas condições recomendadas pelo fabricante, que foram: 270°C por 60 minutos.

Os compostos voláteis presentes na semente de mangaba foram isolados do *headspace* da amostra, por meio da técnica de microextração em fase sólida (HS-SPME) empregando-se a fibra 50/30 µm PVB/CAR/PDMS (Supelco), previamente condicionada no injetor do cromatógrafo, de acordo com as recomendações do fabricante. A escolha da fibra baseou-se no trabalho de LIMA *et al.*, (2015b).

Uma vez que a literatura científica não menciona estudos de otimização do tempo e temperatura de isolamento desses voláteis no óleo, uma técnica foi otimizada no presente estudo. Para a otimização, utilizou-se um delineamento fatorial 2², com 4 pontos axiais e 3 repetições no ponto central (DCCR), totalizando 11 ensaios. Foram pesados 2g do óleo em um frasco de vidro âmbar de 20 mL, e adicionada uma bagueta magnética de 5 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento. O frasco foi lacrado com tampa rosqueável, cujo septo de politetrafluoretileno (PTFE)/silicone garantiu que não houvesse vazamento. A amostra foi então submetida a aquecimento em banho maria, sob agitação lenta (agitador magnético) por 15 minutos, tempo necessário para obtenção de equilíbrio da temperatura do sistema. Obtido o equilíbrio, a fibra 50/30 µm DVB/CAR/PDMS foi exposta manualmente ao *headspace* do óleo, para a adsorção dos compostos voláteis. A amostra permaneceu sob agitação contínua durante todo o tempo de exposição da fibra. Em seguida, a fibra foi recolhida e inserida no injetor de um CG-EM (sistema Agilent, modelo 7890A GC/ 5975C MS) durante 5 minutos para a desorção térmica e análise dos voláteis, seguindo-se condições definidas em testes prévios. Com base nos trabalhos de LIMA *et al.* (2015a) e LIMA *et al.* (2015b), a temperatura de exposição da fibra variou entre 40°C e 80 °C, e o tempo de extração entre 20 e 60 minutos.

As variáveis dependentes foram número e abundância de: i) todos os picos do cromatograma, excluindo-se as pirazinas e aqueles possivelmente formados por oxidação lipídica, ii) ésteres; iii) álcoois; iv) ácidos; v) aldeídos; vi) cetonas; vii) furano; viii) pirazinas; ix) lactonas; x) hidrocarbonetos; xi) terpenos; xii): outros compostos e xiii) produtos de oxidação lipídica. Como compostos formados por oxidação lipídica foram considerados os: octanal, pentanal, propanal, nonanal, hexanal; butanal; ; 2-octenal; 2-butenal; 2-heptanal; decanal ; 2-nonenal; 2-pentenal; heptano; pentano; etano; octano, entre outros (CHOE *et al.*, 2006; FENNEMA *et al.*, 2010). As condições dos 11 ensaios encontram-se apresentadas na Tabela 3.

Tabela 3. Variáveis codificadas e não codificadas do delineamento experimental utilizado para a otimização das condições de isolamento de compostos voláteis em óleo de semente de mangaba

Ensaio	Níveis codificados		Níveis não codificados	
	Temperatura	Tempo	Temperatura (°C)	Tempo (min)
1	-1	-1	45.8	25.8
2	1	-1	74.2	25.8
3	-1	1	45.8	54.2
4	1	1	74.2	54.2
5	0	0	60	40
6	0	0	60	40
7	0	0	60	40
8	-1,41	0	40	40
9	1,41	0	80	40
10	0	-1,41	60	20
11	0	1,41	60	60

Os resultados foram analisados utilizando-se regressões lineares múltiplas ($p \leq 0,05$), metodologia de Superfície de Resposta (RODRIGUES e IEMMA, 2009) e a função *Desirability* proposta por Derringer e Suich (1980), utilizando-se o software Statistica® 12.0 (2013). A partir dos resultados, foi definida como condição ótima, aquela que produziu maior número e abundância de ésteres, terpenos e voláteis totais, com menor formação de compostos voláteis gerados por oxidação lipídica do óleo durante o processo de extração.

A condição de tempo e temperatura ótimas de isolamento, previstas pelo modelo estatístico, foi validada realizando-se um novo ensaio, em triplicata. Os dados experimentais

obtidos sob essas condições foram comparados com os valores preditos pelo modelo estatístico para validação do mesmo.

4.6.2 Separação e Identificação dos compostos voláteis

A separação dos compostos voláteis isolados pela fibra SPME, tanto da polpa como do óleo, foi feita utilizando-se as colunas capilares de baixa polaridade HP5-MS (30m de comprimento, diâmetro interno de 0,25 mm, espessura do filme 0,25 μm , AGILENT J&W) e alta polaridade DB-wax (30m de comprimento, diâmetro interno de 0,25 mm, espessura do filme 0,25 μm , AGILENT J&W), alocada em um cromatógrafo a gás, acoplado a um espectrômetro de massas, da marca AGILENT modelo GC 7890A/5975C, equipado com injetor *split/splitless*. As condições foram: temperatura do forno mantida a 35°C por 5 minutos, rampa de 2,5°C.min⁻¹ até 150°C, e em seguida 50°C.min⁻¹ até 220°C, mantendo por 2 minutos. O gás de arraste utilizado foi o hélio (He), com fluxo de 1,0 mL.min⁻¹. As temperaturas do injetor e do detector foram 220 e 230°C, respectivamente. A temperatura da *transfer line* foi de 230°C, definindo-se a fonte de ionização em 70eV, em modo *scan* e intervalo de 35 e 550 *m/z* (razão massa carga). As injeções foram realizadas no modo *splitless*, seguindo-se metodologia descrita por BAIL *et al.* (2008), com modificações.

Para auxiliar a identificação dos compostos voláteis, uma série de padrões hidrocarbonetos n-alcenos (C7 – C30) foi injetada no CG/EM nas mesmas condições da amostra. Utilizando-se os tempos de retenção dos padrões, foram calculados os índices de retenção linear de cada composto (ETTRE, 1964). Os compostos voláteis presentes no isolado do óleo e no isolado da polpa de mangaba foram identificados utilizando-se: i) os espectros disponíveis na biblioteca NIST/EPA/NIH do CG-MS, versão 2.0, 2008 e; ii) os índices de retenção linear obtidos na literatura científica (JENNINGS & SHIBAMOTO, 1985; WERKHOFF *et al.*, 1998; JORDÁN, GOODNER & SHAW, 2002; GARRUTI *et al.*, 2003; VALIM, ROUSEFF & LIN, 2003; ACREE E ARN, 2005; JALES *et al.*, 2005; SAMPAIO, 2007; PHEROBASE, 2011; SAMPAIO *et al.*, 2013; OSAWA, GONÇALVES & DA SILVA, 2013; LEO *et al.*, 2014; SAMPAIO, BIASOTO E DA SILVA, 2015) e outras referências.

Foram considerados identificados, os voláteis que apresentarem espectros de massa compatíveis com os da biblioteca NIST e índices de retenção linear confirmados pela literatura

científica. Foram considerados tentativamente identificados, os voláteis cuja identificação se baseou somente nas informações da biblioteca NIST, exibindo os coeficientes Match > 600 e RMatch > 700. Outros compostos exibindo os coeficientes Match < 600 e/ou RMatch < 700 e índice de retenção incompatível com a literatura, foram considerados não identificados (NI).

4.7 Caracterização sensorial

Os óleos extraídos, das sementes de mangaba foram caracterizados sensorialmente com relação ao seu perfil de aroma, comparativamente a outros óleos prensados a frio, conforme descrito a seguir

4.7.1 Perfil de aroma do óleo de semente de mangaba

4.7.1.1 Amostras

Para avaliação sensorial, foram servidos aproximadamente 10 mL de cada amostra de óleo de semente de mangaba, gergelim, abacate e azeite de oliva, em taças de vidro tipo tulipa, tampadas com vidro relógio e envolvidas por papel alumínio. As amostras foram servidas à temperatura ambiente (25°C), codificadas com números aleatórios de três dígitos, seguindo-se condições gerais de testes sensoriais descritas em Meilgaard *et al.* (2007). As avaliações sensoriais foram conduzidas em cabines individuais no Laboratório de Análise Sensorial do Departamento de Tecnologia de alimentos (DTA) da Universidade Federal de Sergipe.

4.7.1.2 Equipe sensorial

Foram recrutados 15 voluntários entre estudantes e colaboradores da Universidade Federal de Sergipe (UFS). No recrutamento foi entregue um Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (TCLE) (Apendice A), previamente aprovado pelo Comitê de Ética da UFS, esclarecendo o objetivo dos testes, o caráter voluntário da participação dos indivíduos, a ausência de riscos à saúde, etapas do trabalho, e outros tipos de esclarecimento sobre o trabalho a ser realizado.

Os voluntários foram submetidos a um teste de memória odorífera descrito por Meilgaard *et al.* (2007), selecionando-se aqueles (as) capazes de identificar pelo odor, 80% ou mais das amostras apresentadas.

4.7.2 Perfil do aroma dos óleos

O perfil do aroma do óleo extraído da semente de mangaba foi gerado comparativamente aos óleos comerciais prensados a frio. Para tanto, foram utilizados fundamentos metodológicos da Análise Descritiva Quantitativa® proposta por Stone & Sidel (1974).

Inicialmente, a terminologia descritiva das amostras foi gerada utilizando-se o método de Rede, descrito por Moskowitz (1983). Assim, os julgadores foram solicitados a cheirar as amostras de óleo aos pares, e descrever as similaridades e diferenças entre elas, conforme ilustrado na Figura 7. Nessa etapa cada julgador gerou seus termos descritivos individualmente.

Em uma nova sessão os julgadores se reuniram em uma sala, e sob a orientação do líder, a equipe em consenso selecionou os termos descritivos que melhor descreveram as amostras. Termos que descreveram uma mesma percepção e termos antônimos que significavam extremos de intensidade de uma mesma característica sensorial foram agrupados em um só descritor. Para cada descritor foram sugeridas referências que exemplificaram a qualidade e intensidade do aroma associado ao termo. Na sequência, uma ficha de avaliação descritiva do aroma das amostras foi consensualmente gerada, associando-se a cada termo descritivo, uma escala não estruturada de 9 cm (Apêndice C), ancorada nos extremos esquerdo e direito nos termos nenhum e forte, respectivamente.

Sessões de treinamento foram conduzidas, nas quais os julgadores leram a definição de cada termo, avaliaram as referências e, utilizando a ficha descritiva consensualmente desenvolvida, avaliaram as quatro amostras de óleos em cada sessão.

A etapa de treinamento foi finalizada quando os julgadores conseguiram, através da ficha descritiva, discriminar amostras de óleo apresentando diferenças de odor entre ligeira e moderada. Após finalizar a etapa de treinamento, um teste de seleção de julgadores foi aplicado para avaliar o poder discriminativo, a reprodutibilidade e o grau de consenso de cada julgador com a equipe sensorial, de acordo com metodologia proposta por ASTM (1981).

FICHA DE DESENVOLVIMENTO DE TERMOS DESCRITIVOS DE AROMA	
Nome: _____ Data: _____	
Por favor, CHEIRE o par de amostras _____ e _____, e descreva as SIMILARIDADES E DIFERENÇAS entre elas, com relação ao AROMA .	
SIMILARIDADES	DIFERENÇAS
_____	_____
_____	_____
_____	_____
_____	_____
_____	_____
Observações: _____	

Figura 7. Ficha sensorial para descrição das similaridades e diferenças entre as amostras de óleo

O teste de seleção dos julgadores consistiu em todos os julgadores avaliarem as quatro amostras de óleo em três repetições, utilizando a ficha de avaliação descritiva. Em seguida, com os dados gerados, foi feita uma Análise de variância (ANOVA) para cada provador em cada atributo, sendo amostra e repetição as fontes de variação. Foram selecionados os julgadores que possuíam consenso com a equipe em no mínimo 80% dos descritores, poder discriminativo adequado ($p_{\text{amostra}} \leq 0,30$) e boa reprodutibilidade ($p_{\text{repetição}} > 0,05$).

Finalmente, os julgadores selecionados, utilizando a ficha descritiva previamente desenvolvida, em cabines individuais avaliaram em três repetições, as quatro amostras de óleo prensados a frio: semente de mangaba, gergelim, abacate e oliva. A ordem de apresentação das amostras foi balanceada entre os julgadores ao longo de cada repetição. Os dados gerados foram

submetidos a Análise de Variância Univariada (ANOVA) tendo como fontes de variação: amostra, provador e interação provador x amostra, seguindo-se teste de comparação de médias de Tukey e Análise de Componentes Principais (ACP), utilizando-se o programa estatístico SAS (Statistical Analysis System).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Semente de mangaba

A tabela 4 apresenta os teores de umidade, lipídeos e atividade de água das sementes de mangaba obtidas do processamento industrial da fruta, após a secagem do material.

Tabela 4- Caracterização de sementes de mangaba obtidas em resíduos agroindustriais da fruta.

Componente	Média ± Desvio padrão (n=3)
Umidade (g/100g)	4,65 ± 0,10
Lipídios (g/100g)	16,68 ± 1,57
Atividade de água	0,46 ±0,01

Em grãos que serão armazenados e utilizados para extração de óleo, o teor de umidade e a atividade de água são fatores que devem ser controlados pois influenciam tanto o rendimento de extração como a qualidade dos óleos extraídos. Atividade de água inferior a 0,60 é desejável porque limita o desenvolvimento de qualquer microrganismo nas sementes, tornando o produto microbiologicamente estável (FRANCO *et al.*, 2005). Isso torna o grão livre da ação de lipases microbianas causadoras de rancidez hidrolítica, que aumenta a acidez e reduz a qualidade do óleo presente nos grãos (GUSTONE, 2002). Por sua vez, na extração de óleo por prensagem, altos valores de umidade causam baixo rendimento do processo (ANDERSON, 2005; ROMBAUT *et al.*, 2015). Estudos têm mostrado que teores de umidade entre 6% (LEÃO *et al.*, 2014) e 8,5% (PIGHINELL *et al.*, 2009) fornecem rendimentos satisfatórios em processos de prensagem de sementes oleaginosas. Como pode ser visto na Tabela 4, tanto o valor de atividade de água como o teor de umidade das sementes mostraram-se adequados para garantir não somente a estabilidade microbiológica do material durante o armazenamento, como uma boa eficiência de extração do óleo presente nas sementes.

As sementes da mangaba do presente estudo apresentaram teor lipídico de 16,68% (Tabela 4) valor inferior aos 27,37%, reportados por SANTOS *et al.* (2015), e ligeiramente superior à faixa entre 10 e 15% encontrada por SILVA (2014). Segundo SIGER *et al.*, (2017), sementes que apresentam teor lipídico maior que 15% são consideradas ótimas fontes para produção de óleo. Este é o caso da semente de uva, que com teor de umidade semelhante ao da semente de mangaba (EMBRAPA, 2017; ROMBAUT *et al.*, 2015), é bastante utilizada em

escala industrial para produção de óleo. Portanto, os resultados mostrados na tabela 4 indicam que a extração de óleo de sementes presentes em resíduos do processamento da mangaba é atividade tecnológica e economicamente viável.

5.2 Rendimento de extração do óleo da semente de mangaba

No presente estudo, o óleo extraído da semente de mangaba por meio de prensagem a frio apresentou rendimento de aproximadamente 37% após 180 minutos de prensagem. Resultados semelhantes foram reportados para a prensagem a frio de semente de canola, na qual o rendimento variou de 37 a 60% (KOUBAA *et al.*, 2016), e de borra do açaí, que em média apresentou rendimento de 37% (SILVA, 2017). Vale ressaltar que diversos fatores, tais como a pressão hidrostática utilizada, tempo de prensagem, uso de pré-tratamentos enzimáticos e a moagem das sementes têm influência sobre o rendimento do processo de extração. Sementes submetidas à moagem antes da prensagem, como realizado no presente estudo, têm o seu rendimento aumentado entre 15 e 20%, pois o dano celular causado ao reduzir os tamanhos das partículas facilita a extração de óleo devido ao aumento na área superficial do material oleaginoso (KOUBAA *et al.*, 2016; EZEH *et al.* 2016).

Os resultados obtidos no presente estudo mostraram que para cada 1 kg de farinha de semente de mangaba com teor de umidade $\sim 4,6\%$, podem ser extraídos 62 g de óleo. Esse rendimento foi superior ao reportado por RABADAN *et al.*, 2017 para o óleo de pistache prensado a frio, que se situou entre 27 e 31 g de óleo para cada 1kg de pistache desidratado, e inferior ao rendimento obtido para o óleo bruto extraído de grãos de girassol que variaram entre 49,19 e 64,44 g para cada 1 kg de grãos de girassol (PIGHINELL *et al.*, 2009).

No presente estudo, a torta resultante da prensagem da farinha de semente de mangaba ainda apresentava em média $11,50 \pm 1,6\%$ de óleo. Portanto, um aumento no rendimento do processo pode ser obtido utilizando-se métodos combinados de extração, como a extração do óleo residual da torta por solventes orgânicos, ou o uso de pré-tratamento enzimático dos grãos triturados previamente à prensagem. O uso de enzimas, porém, ainda é limitado devido ao aumento do tempo de processamento, ao alto custo e à baixa disponibilidade de enzimas em escala industrial (SHAN *et al.*, 2005; SOTO *et al.*, 2007; YUSOFF *et al.*, 2015).

Embora o rendimento da prensagem utilizando prensa hidráulica seja em geral inferior à extração por solventes orgânicos, no primeiro há a vantagem de se eliminar preocupações com relação à presença de solventes residuais no óleo, tornando o produto mais seguro e mais atrativo aos consumidores que estão cada vez mais inclinados ao consumo de alimentos seguros e saudáveis. O valor nutricional e alta qualidade do óleo obtido em processos de prensagem a frio são algumas das razões pelas quais esses óleos estão sendo cada vez mais usados na culinária, havendo atualmente um crescente nicho para novos produtos nesse segmento (LUTTERODT *et al.*, 2011; EZEH *et al.*, 2016).

5.3 Caracterização físico-química do óleo de semente de mangaba

Na Tabela 5 resume-se valores médios de parâmetros físicos, químicos e físico-químicos determinados no óleo de semente de mangaba obtido no presente estudo por prensagem a frio. Esses parâmetros são utilizados pela legislação brasileira (BRASIL, 2005) com base em legislação internacional (CODEX ALIMENTARIUS, 2008) para garantir a identidade e qualidade de óleos comercializados para fins alimentícios, uma vez que a comercialização de óleos adulterados ou degradados é um fator de riscos à saúde (GELPI *et al.*, 2002; ZHANG *et al.*, 2006). Para os óleos prensados a frio, a legislação determina valores limites para os índices de peróxido e de acidez. Outros parâmetros, como a densidade, índices de refração, de iodo e de saponificação são importantes para garantir a identidade e qualidade geral do óleo (TIMILSENA *et al.*, 2017, ZAHIR *et al.*, 2017 ; JORGE & LUIZA, 2012). Nesse sentido, as informações apresentadas na tabela 5 são bastante valiosas, uma vez que na literatura científica não foram encontrados trabalhos que houvessem determinado os parâmetros ali apresentados em óleo de semente de mangaba para fins alimentícios ou cosméticos.

Tabela 5 - Valores médios de parâmetros físicos, químicos e físico-químicos em óleo extraído da semente de mangaba.

Análise	Valores observados
Umidade % (Karl Fischer) ¹	0,07 ± 0,0
Índice de refração a 40°C¹	1,4556 ± 0,0
Densidade relativa a 20°C (g.cm⁻³) ¹	0,9164 ± 0,0
Índice de Acidez (mg KOH.g⁻¹)¹	5,47 ± 0,20
Índice de Iodo (cg I2. G⁻¹)	69,00 ²
Índice de Saponificação (mgKOH.g⁻¹)	193,00 ²

¹Dados apresentados em Média ± Desvio padrão; ²Índice calculado

Em óleos, o teor de umidade pode influenciar a taxa de oxidação lipídica, além de promover hidrólise de triacilgliceróis, levando à formação de mono e diacilgliceróis, bem como ácidos graxos livres (SIGER *et al.*, 2017) que aumentam a acidez do óleo. Essas reações podem ser reduzidas pela eliminação da água presente nos lipídios; por isso o ideal é que a umidade do óleo seja inferior a 1% (OKPOKWASIL & MOLOKWU, 1996; JORGE, 2009). Para óleos refinados, por exemplo, a legislação brasileira preconiza um teor de umidade menor ou igual 0,1%, (BRASIL, 2006). No presente trabalho, a umidade do óleo de semente de mangaba foi de 0,07% (Tabela 5), estando portando dentro da faixa ideal recomendada.

O óleo de semente de mangaba apresentou índice de acidez de 5,47 mg KOH.g⁻¹, valor superior ao limite máximo de 4,0 mg KOH.g⁻¹ estabelecido pela legislação brasileira para óleos prensados a frio. O elevado índice de acidez indica que houve deterioração do óleo por reações de hidrólise, com liberação de ácidos graxos. Isso pode ser atribuído à ação de enzimas lipase naturalmente presente nos grãos (CECCHI, 2003; JORGE, 2009) e liberadas em função das injúrias sofridas pelas mesmas na etapa de despulpamento durante a industrialização da fruta, ou durante a moagem e prensagem do material para a obtenção do óleo. Neste último caso, condições de secagem à uma maior temperatura, de forma a se inativar as lipases nativas na semente de mangaba, devem ser testadas em estudos posteriores.

A acidez do óleo de semente de mangaba foi superior à do óleo de semente de maracujá, extraído por prensagem a frio por Leão *et al.*, (2014), que reportaram índice de acidez igual a 2,9 mg KOH.g¹. Uma vez que as condições de condicionamento das sementes e extração do óleo utilizadas por esses autores foram as mesmas empregadas no presente estudo, é possível que a semente de mangaba seja mais rica em lipases que a do maracujá, fato que também deve ser pesquisado em estudos posteriores.

O índice de refração é um parâmetro que verifica a identidade do óleo, detectando possíveis fraudes. Ele também é diretamente proporcional ao tamanho da cadeia e ao grau de insaturação dos ácidos presentes no óleo, e influenciado por reações oxidativas (MORETTO e FETT, 1998; JORGE & LUZIA, 2012). O índice de refração do óleo de semente de mangaba foi de 1,4556. Este valor é semelhante aos óleos comerciais de semente de algodão (1.458-1.466) e de palma (1,454-1,456) (Codex Alimentarium Commission, 2008).

A densidade é outro parâmetro associado à identidade de um óleo, estando também diretamente associada ao número de insaturações e ramificações dos ácido graxos presentes no óleo; neste caso, quanto maior o número de insaturações e ramificações, menor será a densidade (RIBEIRO & SARAVALLI, 2007). O óleo de semente de mangaba apresentou densidade de 0,9164, valor próximo ao dos óleos comerciais de amendoim (0,912-0,92), de babassu (0,914-0,917), de coco (0,908-0,921) e de mostarda (0,910-0,921) (Codex alimentariu comission, 2008). Do ponto de vista comercial, os óleos com valores mais baixos de densidade são muito apreciados pelos consumidores (ZAHIR *et al.*, 2017).

Em óleos vegetais, o índice de iodo é utilizado para medir o grau de instauração do óleo. Quanto maior o índice de iodo mais insaturações estão presentes na cadeia de ácidos graxos (CECCHI, 2003). O índice de iodo do óleo de semente de mangaba foi de 69 cg I₂.g-1, o que pode ser considerado baixo quando comparado a outros óleos, como óleo de semente de abobora (113,28 cg I₂.g-1, e ,116,26 cg I₂.g-1,) (JIAO *et al.*, 2014), e ao óleo de chia (200 g I₂/100 g óleo) (TAMILSENA *et al.*, 2017). O valor foi porém superior ao reportado por ZAHIR *et al.*, (2017) para o óleo de milho (15,96 cg I₂.g-1,) e de semente de mostarda (8,1 cg I₂.g-1). A depender do índice de iodo os óleos são classificados como secos, semi-secos e não secos. Por apresentar índice de iodo inferior a 100 cg I₂.g-1 o óleo de semente de mangaba deve ser classificado como óleo não seco (OYELEKE *et al.*, 2012). Quando dispostos em uma fina

camada, os óleos não secos não formam uma película impermeável, mesmo após longa exposição ao ar. Por isso, esses óleos não são adequados para as indústrias de tintas e revestimentos (KARAK, 2012; OYELEKE *et al.*, 2012).

Diferentemente do índice de refração e a densidade, o índice de saponificação não serve para identificar um óleo, já que diversos óleos possuem índices de saponificação dentro de uma mesma faixa. O parâmetro indica a proporção relativa de ácidos graxos de alto e baixo peso molecular (CECCHI, 2003). O óleo de semente de mangaba apresentou índice de saponificação de 193,0 mgKOH.g⁻¹, valor comparável ao óleo de semente de maracujá (188,68 mg KOH.g⁻¹) (LEÃO *et al.*, 2014), de semente de tomate (192.5 mg KOH.g⁻¹) (BOTINEȘTEAN *et al.*, 2012), de palma (190-209), mostarda (168-184) e semente de uva (188-194) (*Codex Alimentarius Commission*, 2008).

O alto índice de saponificação do óleo de semente de mangaba indica que ele possui potencial para ser utilizado na indústria de cosméticos para fabricação de sabonetes e *shampoos* (CERCHIARA *et al.*, 2010; AKBAR *et al.*, 2009). Por sua vez, o alto índice de acidez desse óleo impede que ele seja utilizado na culinária sem passar por processo de refino. No entanto, uma rápida inativação das possíveis lipases nativas presentes na semente de mangaba logo após o processamento da fruta pode contribuir para a obtenção de um óleo de acidez dentro dos limites estabelecidos pelas legislações brasileira e internacional para óleos comestíveis, permitindo a exploração da semente da mangaba para produção de óleo destinado à culinária gourmet. Para fins alimentícios, o uso do óleo de semente de mangaba exigiria adicionalmente, estudos toxicológicos prévios para se garantir a segurança alimentar do produto.

5.4 Perfil de ácidos graxos

O perfil dos ácidos graxos do óleo extraído da semente de mangaba é apresentado na Tabela 6 comparativamente ao perfil de ácidos graxos encontrado por SILVA & JORGE (2016) para o óleo de semente de mangaba extraído com solvente pelo método de Bligh and Dyer (1959) e ao perfil de ácidos graxos do azeite de oliva virgem segundo o *International Olive Oil Council* (2015)

Tabela 6: Perfil de ácidos graxos de óleos de semente de mangaba* obtidos por prensagem a frio¹, por extração com solvente² e de azeite virgem de oliva³

Ácido Graxo	Óleo de semente de mangaba ¹	SILVA & JORGE, 2016 ²	Azeite de oliva virgem ³
C12:0 (Láurico)	0,05	ND	ND
C14:0 (Mirístico)	0,08	ND	0,00- 0,03
C15:0 (Pentadecanóico)	0,04	ND	ND
C16:0 (Palmítico)	18,51	19,01	7,5-20,0
C16:1 (Palmitoléico)	0,18	0,10	0,30 – 3,50
C17:0 (Margárico)	0,14	ND	ND
C17:1 (Cis-10-heptadecenóico)	0,06	ND	0,00 - 0,30
C18:0 (Estearico)	7,82	8,20	0.50 - 5.00
C18:1 (Oléico)	63,74	63,90	55.0 - 83.0
C18:2 (Trans t-linoléico)	0,05	ND	ND
C18:2 (Linoleico)	7,41	7,40	2.50 - 21.00
C18:3 (Trans t-linolênico)	0,03	ND	ND
C18:3 (Linolênico)	0,36	0,10	0,00 - 1.00
C20:0 (Araquídico)	0,77	0,70	0,00 - 0.60
C20:1 (Eicosenóico)	0,28	ND	0,00 - 0.40
C20:1 (Eicosenóico)	0,28	ND	0,00 - 0.40
C22:0 (Behênico)	0,28	ND	0,00- 0,20
C24:0 (Lignocérico)	0,20	ND	ND
Total saturados	27,89	ND	14-19 ^{4,5}
Total Insaturados	72,11	ND	86 ⁴

¹Valores expressos em porcentagem (% m/m) com relação aos ácidos graxos totais. * Resultados produzidos no Laboratório de óleo e Gorduras (FEA/UNICAMP) por Grimaldi (2006). ND: Não detectamos, ² Bioactive compounds of oil extracted from fruit seed obtained from agroindustrial waste Commission (2015), ³ International Olive council, 2015; ⁴ Fellows et al. (2012), ⁵ Orsavova *et al.* 2015

Conforme pode ser observado na tabela 6, no óleo de semente de mangaba, os ácidos graxos encontrados em maior abundância foram o ácido oleico, representando 63,7% dos ácidos

graxos totais da amostra, seguido pelo ácido palmítico (18,5%), esteárico (7,82%) e linoleico (7,41%). Estes resultados são confirmados por SILVA & JORGE (2016) que relataram resultados muito próximos para o óleo de semente de mangaba extraído por solvente.

Os ácidos graxos insaturados do óleo de mangaba estudado representaram 72,1% dos ácidos graxos totais da amostra, o que de acordo com ROCKENBACH *et al.*(2010) é relativamente alto, e nutricionalmente interessante pois os ácidos graxos monoinsaturados, como o ácido oleico, que foi majoritário na amostra, tem sido associado à redução dos riscos de doenças coronarianas e acidentes vasculares cerebrais (SCHWINGSHACKL *et al.* 2014).

A composição em ácidos graxos dos óleos é importante também na formulação de produtos cosméticos para cuidados pessoais. De fato, óleos ricos em ácidos graxos insaturados auxiliam na hidratação da pele. Óleos extraídos de sementes de maçã, amoras, groselhas e morangos, por exemplo, se mostraram ótimas fontes de ácido graxos polinsaturados para cremes hidratantes (KRASODOMSKA *et al.*, 2015), indicando um potencial de utilização do óleo de semente de mangaba para o mesmo fim.

Conforme pode ser observado na tabela 6, o óleo de mangaba apresenta um perfil de ácidos graxos próximo ao do azeite virgem de oliva, considerado um dos mais saudáveis óleos vegetais empregados na culinária gourmet (COSTA-SINGH *et al.*, 2012). Assim, o perfil de ácidos graxos identificados no óleo de semente de mangaba do presente estudo sugere que por ser rico em ácidos graxos insaturados ele óleo pode ser utilizado na indústria de cosméticos (KRASODOMSKA *et al.*, 2015). Para fins alimentícios, o uso do óleo de semente de mangaba exigiria refino para se eliminar seu alto índice de acidez e estudos toxicológicos prévios para se garantir a segurança alimentar do produto.

5.5 Perfil de vitamina E

O termo genérico vitamina E inclui oito diferentes compostos, quais sejam: α , β -, γ - e δ - (alfa, beta, gama e delta) tocoferóis e tocotrienóis (SHEWRY, & WARD *et al.*, 2012). Dentre esta variedade de compostos, o único identificado no óleo de semente de mangaba do presente estudo foi o α - tocoferol, em uma concentração de 6,17 mg/100 g. Este valor foi similar

ao conteúdo de α -tocoferol encontrado nos óleos comerciais de gergelim (4,00 mg/100g) e de noz (8,00 mg/100g) e inferior aos óleos comerciais de milho (13,00 mg/100g), de amendoim (20,00 mg/100g) e ao óleo de girassol (46,00 mg/100g) (KARMOWSKI *et al.*, 2015).

Os tocoferóis são antioxidantes naturais que nos óleos vegetais, protegem os ácidos graxos insaturados da oxidação lipídica; no organismo humano eles apresentam atividade biológica de vitamina E. Esses compostos tem sido associados à prevenção de doenças neurodegenerativas, inflamatórias, hepatite por esteatose não alcoólica, dentre outras (MAHAN & ESCOTT-STUMP, 2013; LACHMAN *et al.*, 2017; AZZI, 2017; ULATOWSKI *et al.*, 2015).

Dentre os compostos que formam o grupo da vitamina E, o α -tocoferol é a forma mais comum e com a maior atividade (COSTA-SINGH *et al.*, 2012). De acordo com a RDC nº 269 da ANVISA de 22 de setembro de 2005 (BRASIL, 2005b) a ingestão diária recomendada de vitamina E expressa em termos de α -tocoferol é de 2,7 mg/dia para lactentes (0 a 11 meses de idade), 5-7 mg/dia para crianças (1 a 10 anos de idade) e 10 mg/dia para adultos e gestantes com o intuito de prevenir o desenvolvimento de doenças pela carência dessa vitamina. Deste modo, o consumo de óleo de semente de mangaba pode contribuir para alcançar o consumo diário recomendado de vitamina E. No entanto deve-se lembrar que para fins alimentícios, o uso do óleo de semente de mangaba exigiria refino para se eliminar seu alto índice de acidez e estudos toxicológicos prévios para se garantir a segurança alimentar do produto.

5.6. Capacidade Antioxidante do Óleo de semente de mangaba

O teor de compostos fenólicos totais no óleo de semente de mangaba, determinado diretamente no óleo após diluição do mesmo em acetato de etila (fração total), foi igual a 0,332 mg Ácido Gálico Equivalente (EAG)/g de óleo. Já na fração polar extraída com metanol, o teor de fenólicos encontrados foi de 0,055 mg Ácido Gálico Equivalente (EAG)/g de óleo. Segundo Vasco *et al.* (2008), conteúdo de fenólicos inferiores a 1 mg EG / g, são considerados baixos, concluindo-se, portanto, que o óleo de semente de mangaba pode ser classificado como tendo um baixo conteúdo de polifenóis.

A literatura científica relata outros óleos com conteúdo fenólico semelhante ao obtido no presente estudo para o óleo de mangaba. Entre eles encontram-se o óleo de noz moscada

com 1,19 mg EAG/g; o óleo de semente de mostarda branca com 0,04 mg EAG/g e óleo de semente de coentro com 0,17 mg EAG/g (KOZŁOWSKA *et al.*, 2016). No entanto, os baixos teores de fenólicos presentes no óleo de mangaba não representam uma vantagem para o produto, uma vez que esses compostos são responsáveis pela eliminação de radicais livres, protegendo os lipídios da auto e foto-oxidação (KHATTAB *et al.*, 2012). Contrariamente com o que ocorre com o óleo de mangaba, segundo LIMA *et al.* (2015a), o teor de fenólicos totais na fruta mangaba analisada pelos autores durante 20 dias de armazenamento variou de 3,9 a 4,9 mg EAG/g de fruta, o que, de acordo com os autores, foi considerado alto. Ainda de acordo com LIMA *et al.* (2015a), a mangaba apresentou alto potencial antioxidante, a atividade antioxidante no primeiro dia de armazenamento próxima a 62%, considerando-se a eliminação de radicais livres.

No presente estudo não foi possível observar nenhuma atividade antioxidante no óleo de semente de mangaba, quer pelo método DPPH, quer pelo método ABTS. Possivelmente será necessário se adaptar a metodologia utilizada, devido ao baixo conteúdo de fenólicos e tocoferóis presentes no óleo. De acordo com CASTELO-BRANCO *et al.* (2011), determinar a capacidade antioxidante em óleo ainda pode ser considerado um desafio analítico, pois muitas vezes os métodos necessitam de adaptações para componentes majoritariamente hidrofílicos. Ainda que o número de pesquisas a respeito da capacidade antioxidante de óleos vegetais tenha aumentado consideravelmente nos últimos anos, até o momento não há consenso sobre a melhor maneira de se adaptar as metodologias disponíveis de forma a atender às especificidades de cada tipo de óleo, sendo as informações publicadas na área ainda insuficientes.

Em alimentos, altos níveis de tocoferóis e compostos fenólicos estão correlacionados à capacidade antioxidante do produto (ELFALLEH *et al.*, 2011; RUFINO *et al.*, 2011). Como o óleo de semente de mangaba apresentou baixo teor de tocoferóis e de compostos fenólicos, é justificável, portanto, que o mesmo apresente baixa capacidade antioxidante.

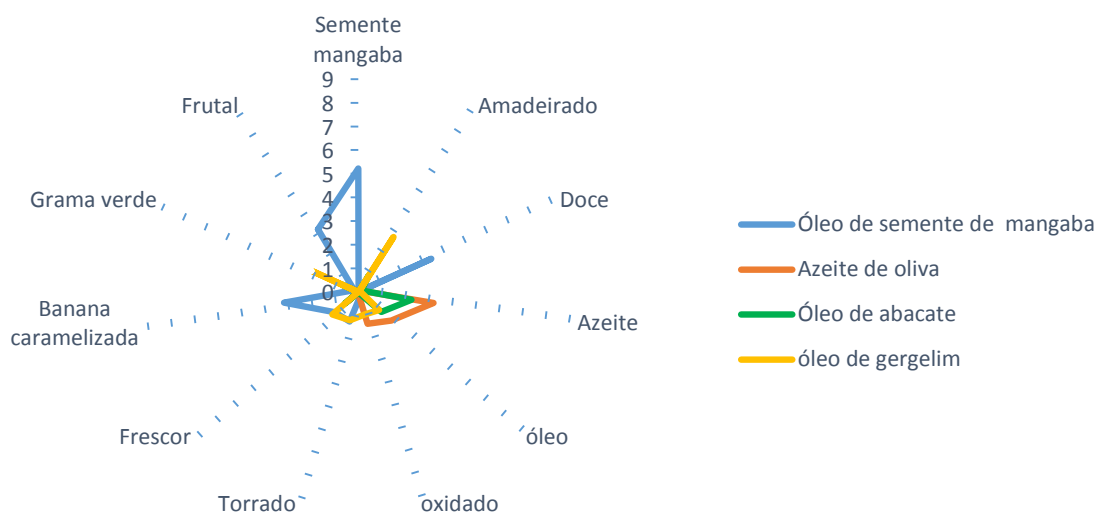
5.7 Perfil do aroma do óleo extraído da semente de mangaba

Onze termos descritivos foram gerados pela equipe sensorial, formada por dez julgadores selecionados e treinados para descrever as similaridades e diferenças entre os aromas dos óleos obtidos por prensagem a frio de semente de mangaba, de abacate, gergelim e azeite de oliva extra virgem, dos quais, os três últimos foram adquiridos no comércio varejista. Os

termos gerados por consenso pela equipe foram: semente de mangaba, amadeirado, doce, azeite, óleo, oxidado, torrado, frescor, banana caramelizada, grama verde e frutal. As definições e referências de qualidade de cada descritor encontram-se detalhadas no Apêndice B, e ficha de avaliação descritiva do aroma das amostras no Apêndice C.

Os perfis de aroma gerados pela equipe sensorial para os óleos encontram-se apresentados na Figura 8. Nela, cada descritor encontra-se associado a um eixo. O centro da figura representa o ponto zero de intensidade do descritor, e a intensidade do mesmo aumenta do centro para periferia. A média de cada atributo para cada amostra é marcada no eixo correspondente, e o perfil de aroma da amostra é traçado pela conexão dos pontos em cada eixo. Quanto maior a sobreposição das amostras, maior é a semelhança de seus perfis de aroma.

Figura 8 - Representação gráfica dos perfis de aroma dos óleos de semente de mangaba, abacate e gergelim prensados a frio e de azeite de oliva.



Fonte: Autoria própria

Por sua vez, a Tabela 7 apresenta as médias de intensidade de cada descritor em cada amostra, acompanhadas dos resultados do teste de Tukey realizado ao nível de significância $p \leq 0,05$,

Conforme pode ser observado na Figura 8 e na Tabela 7, o óleo de semente de mangaba apresentou perfil de aroma bastante complexo, destacando-se dos demais ($p \leq 0,05$) por

apresentar intensidade moderada de aroma de semente de mangaba, e de notas aromáticas descritas como frutal, banana caramelizada e doce. O óleo de gergelim também mostrou possuir um aroma relativamente complexo, cujas notas aromáticas predominantes foram amadeirado e grama verde; este óleo diferiu significativamente ($p \leq 0,05$) de todos os outros óleos com relação a esses descritores. Complexidade associada ao perfil de aroma de óleos prensados a frio foi também observada em óleo extraído de borra do açaí (SILVA, 2017), que foi descrito como possuindo notas aromáticas similares a açaí, doce, grama verde, frescor, frutal, amadeirado e torrado; e em óleo de uva, caracterizado por apresentar notas aromáticas floral, frutal, banana, dentre outras (OLEGÁRIO, 2016).

Conforme pode ser observado na Figura 8 e na Tabela 7, os óleos de abacate e o azeite de oliva apresentaram uma maior similaridade entre si, sendo caracterizados principalmente pelo aroma de azeite e de óleo.

As notas aromáticas descritas como frescor, óleo, torrado e oxidado apresentaram intensidades muito fracas, não tendo atingindo em nenhum dos óleos média superior a 2 na escala de intensidade de 9 cm. Apesar disso, o óleo de semente de mangaba diferiu significativamente de todos os demais por apresentar intensidades significativamente menores ($p \leq 0,05$) de descritores indesejáveis, como aroma de óleo, e oxidado (Tabela 7).

Tabela 7- Intensidade média^{1,2} de cada descritor de aroma percebido pela equipe sensorial treinada em óleos prensados a frio de semente de mangaba, de abacate, de gergelim e azeite de oliva

Descritores de aroma	Óleo semente de mangaba	Óleo de Abacate	Óleo de Gergelim	Azeite de oliva
Semente de mangaba	5,22 ^a	0,00 ^b	0,00 ^b	0,00 ^b
Amadeirado	0,03 ^c	0,81 ^b	3,10 ^a	0,09 ^{cb}
Doce	3,68 ^a	0,20 ^b	0,00 ^b	0,14 ^b
Azeite	0,00 ^c	2,27 ^b	0,12 ^c	3,21 ^a
Óleo	0,18 ^b	1,29 ^a	1,17 ^a	1,84 ^a
Oxidado	0,22 ^c	0,69 ^{bc}	0,98 ^{ba}	1,4 ^a
Torrado	1,3 ^a	0,02 ^b	1,24 ^a	0,03 ^b
Frescor	1,3 ^{ab}	0,75 ^{bc}	1,45 ^a	0,58 ^c
Banana Caramelizada	3,17 ^a	0 ^b	0 ^b	0 ^b
Grama verde	0,19 ^c	0,79 ^b	2,15 ^a	0,38 ^{cd}
Frutal	3,14 ^a	0 ^b	0 ^b	0 ^b

¹ 1= nenhum/fraco; 9= forte. ² Em uma mesma linha, médias com letras em comum sobrescritas não apresentam diferença significativa entre si pelo Teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

A Figura 9 apresenta os resultados da Análise de Componentes Principais (ACP) dos dados gerados pela equipe sensorial. Conforme pode ser visualizado, aproximadamente 59% da variação ocorrida entre as amostras foi explicada pelo componente principal I (CP I), e ~29% pelo componente principal II (CP II). Juntos, os dois Componentes explicaram ~88% da variação entre os óleos com relação a seus perfis de aroma.

Na Figura 9, cada óleo é representado por um triângulo cujos vértices correspondem a cada uma das três repetições realizadas pela equipe sensorial em cada óleo. Amostras com perfis de aroma similares encontram-se em regiões próximas na figura. Assim, a Figura 9 indica que as únicas amostras que mostraram alguma similaridade entre si, foram o óleo de abacate e o azeite de oliva. Já os óleos de semente de mangaba e gergelim destacaram-se entre si e dos demais, sendo notória a diferença do óleo de semente de mangaba de todos os demais óleos comerciais analisados.

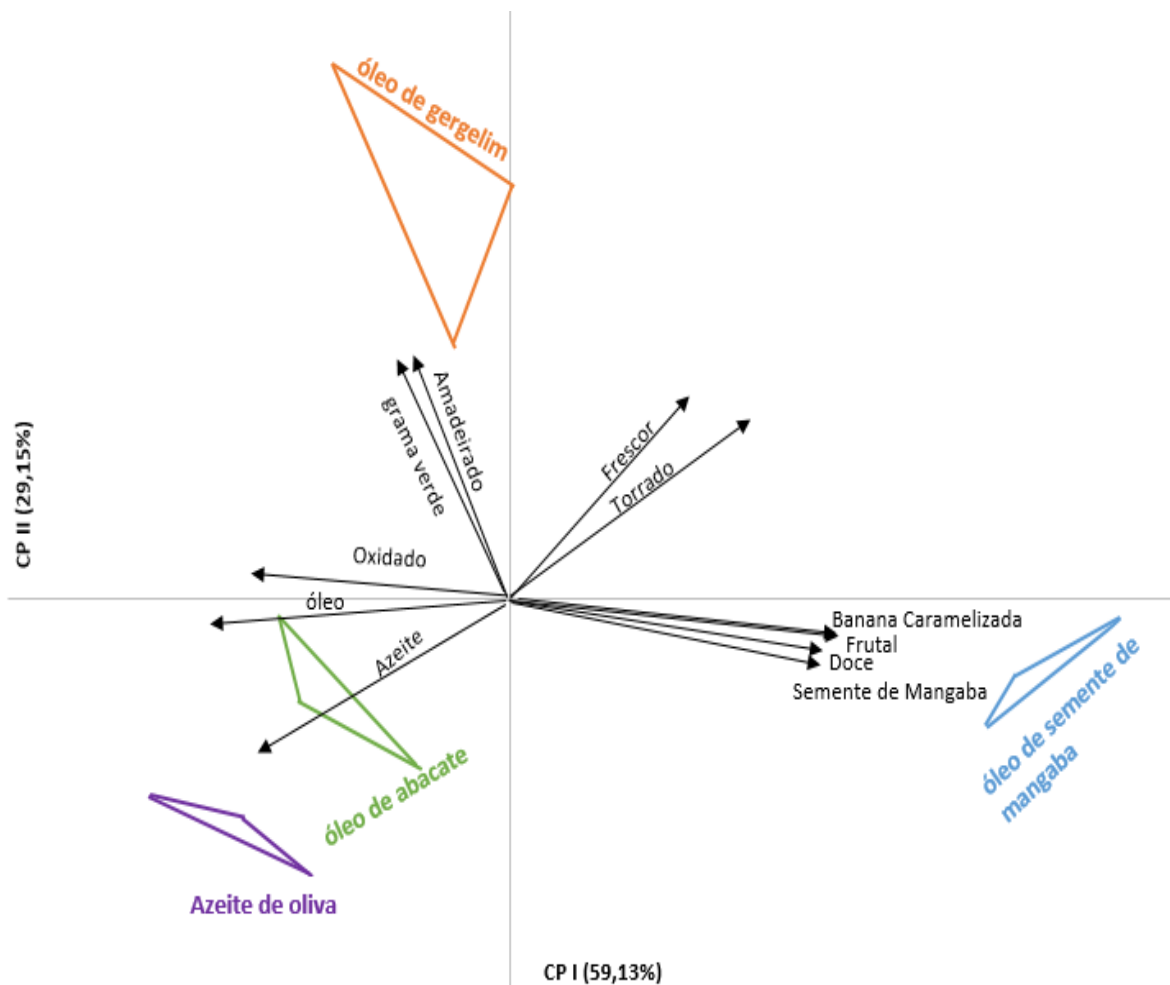
Na figura gerada pela ACP, os vetores são representações dos descritores de aroma utilizados consensualmente pelos julgadores para caracterizar os óleos. Os vetores cujas componentes apresentam maior peso em um determinado eixo (Componente Principal) correspondem a descritores com maior influência na segmentação das amostras naquele eixo; eles também apontam a direção em que a intensidade do atributo que representam aumenta. Assim, na Figura 9, quanto mais à direita estiver uma amostra no eixo I, maior a intensidade ela terá das notas aromáticas descritas como semente de mangaba, banana caramelizada, frutal e doce. Este é o caso do óleo de semente de mangaba que, conforme pode ser comprovado na Tabela 7, apresentou intensidades significativamente maiores desses descritores ($p \leq 0,05$) comparativamente a todas as demais amostras.

Por sua vez, a disposição dos vetores na Figura 9 indica também que quanto mais à esquerda estiver uma amostra, maior a intensidade das notas aromáticas descritas como óleo, oxidado e azeite de oliva. Esse é o caso do óleo de abacate e notadamente, do azeite de oliva, conforme pode ser confirmado a $p \leq 0,05$ na Tabela 7.

Finalmente, a singularidade do óleo de gergelim é evidenciada na Figura 9, pela sua posição na parte positiva do CP II, associado aos descritores amadeirado, grama verde e frescor. Conforme pode ser visualizado na Tabela 7, este óleo destacou-se de todos os demais ($p \leq 0,05$) por apresentar maiores intensidades dos dois primeiros descritores, diferenciando-se também dos óleos de abacate e azeite de oliva ($p \leq 0,05$) por apresentar maior frescor em seu aroma.

De um modo geral, a complexidade do aroma do óleo de mangaba, caracterizado por apresentar notas usualmente valorizadas pelos consumidores, como mangaba, doce, frutal, frescor, dentre outras. Isto indica potencial de aplicação do mesmo na indústria de higiene, cosméticos, e na culinária gourmet, após a realização de testes toxicológicos e alergênicos que comprovem sua inocuidade para uso em humanos.

Figura 9 - Análise de componentes principais (ACP) do aroma percebido por equipe sensorial treinada em óleo de semente de mangaba, de abacate, gergelim e azeite de oliva



Fonte: autoria própria

5.8 Perfil de voláteis da polpa e do óleo da semente de mangaba

5.8.1. Condições ótimas de isolamento dos compostos voláteis

O impacto que as variações do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME ao *headspace* do óleo de semente de mangaba produziu sobre parâmetros do cromatograma da amostra encontra-se apresentado nas Tabela 8 e 9. Observa-se na Tabela 8 o efeito sobre o número total de: (Np) picos, exceto pirazinas e produtos da oxidação lipídica, (Ne) ésteres, (Nal) álcoois, (Nac) ácidos, (Nad) aldeídos, (Nc) cetonas, (Nf) furanos, (Npz) pirazinas, (Nl)

lactonas, (Nh) hidrocarbonetos, (Nt) terpenos, (No) produtos de oxidação, e (Not) outros compostos.

Por sua vez, a Tabela 9 apresenta o efeito do tempo e temperatura de exposição da fibra sobre a abundância total de: (Ap) picos, exceto pirazinas e produtos de oxidação lipídica, (Ae) ésteres, (Aa) álcoois, (Aac) ácidos, (Aad) aldeídos, (Ac) cetonas, (Af) furanos, (Apz) pirazinas, (Ah) hidrocarbonetos, (At) terpenos e (Al) lactonas.

A análise dos resultados mostrados nas Tabelas 8 e 9 sugere a que variações nos tempos e nas temperaturas de exposição da fibra SPME ao *headspace* do óleo de semente de mangaba produziram variações tanto sobre o número (Tabela 8) como sobre a abundância (Tabela 9) dos compostos voláteis da amostra, em especial sobre o número e abundância total de todos os picos (Np) exceto pirazinas e produtos da oxidação lipídica e, número e abundância de ésteres (Ne).

Tabela 8 - Efeito do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número total de picos (exceto pirazinas e os usualmente formados por oxidação lipídica) e de cada classe química presente no headspace da amostra de óleo de semente de mangaba.

Ensaio	Temperatura de exposição da fibra	Tempo de exposição da fibra	Np	Ne	Nalc	Nac	Nad	Nc	Nf	Npz	Nh	Nt	Nl	Not	No
1	45,8 (-1)	25,8 (-1)	31	10	11	0	3	4	1	4	1	0	0	1	5
2	74,2 (1)	25,8 (-1)	53	20	12	1	5	5	1	4	7	2	1	2	7
3	45,8 (-1)	54,2 (1)	46	15	12	1	5	3	1	3	6	1	0	2	6
4	74,2 (1)	54,2 (1)	51	17	10	1	6	5	1	4	5	2	1	3	6
5	60 (0)	40 (0)	67	12	11	2	2	4	1	2	30	4	1	2	4
6	60 (0)	40 (0)	70	17	12	2	2	5	1	4	24	2	1	4	7
7	60 (0)	40 (0)	59	12	10	1	2	4	1	4	24	3	1	1	6
8	40 (-1,41)	40 (0)	28	10	7	0	4	4	1	4	2	0	0	0	5
9	80 (1,41)	40 (0)	57	16	14	1	8	6	1	5	8	2	0	3	9
10	60 (0)	20 (-1,41)	45	17	12	0	3	3	1	4	5	1	0	3	5
11	60 (0)	60 (1,41)	62	21	13	1	8	6	1	5	7	2	1	2	7

Np: N° total de picos exceto pirazinas e produtos da oxidação; Ne: N° total de ésteres; Nalc: N° total de álcoois; Nac: N° total de ácidos; Nc: N° total de cetonas; Nf: N° total de furano; Npz: N° total de pirazinas; Nl: N° total de lactonas; Nh: N° total de hidrocarbonetos; Nt: N° total de terpenos; Not: N° total de outros compostos; No: N° total de produtos de oxidação.

Tabela 9 - Efeito do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância de todos os picos (exceto pirazinas e os usualmente formados por oxidação lipídica) e de cada classe química de interesse presente no headspace da amostra de óleo de semente de mangaba.

Ensaio	Temperatura de exposição da fibra SPME (°C)	Tempo de exposição da fibra SPME (min)	Ap ¹	Ae ¹	Aal ¹	Aac ¹	Aad ¹	Ac ¹	Af ¹	Apz ¹	Ah ¹	At ¹	Al ¹	Aot ¹	Ao ¹
1	45,8 (-1)	25,8 (-1)	25,5	3,7	7	0	0,5	11,8	1,3	1	0,9	0	0	0,09	1,1
2	74,2 (1)	25,8 (-1)	140	19,3	14,9	0,3	45,5	40,4	5,4	9,2	4,4	0,5	0,09	2,2	6,5
3	45,8 (-1)	54,2 (1)	65,3	27,8	15,6	0,1	3,2	8,1	4,2	1,6	5,3	0,2	0	0,8	2,9
4	74,2 (1)	54,2 (1)	61,1	32,7	9,2	0,1	8,1	2,1	1	11,2	1,5	0,7	0,09	5,4	1,7
5	60 (0)	40 (0)	309	147	35,3	1,2	2	11,7	5,5	12,5	88,2	5,2	0,2	3,8	10
6	60 (0)	40 (0)	189	38	37,6	1	2,2	17,8	8	11,8	78,6	0,9	0,1	4,7	11,8
7	60 (0)	40 (0)	102	11,2	9,2	0,6	1,3	11,2	3,7	6,8	61,6	1,1	0,09	1,1	7,6
8	40 (-1,41)	40 (0)	11,3	2,3	1,2	0	5,1	0,9	0,3	1,2	1,5	0	0	0	0,9
9	80 (1,41)	40 (0)	114	35,9	21,9	0,9	10,7	14,8	5,5	15,3	7,1	0,7	0	6,2	11,3
10	60 (0)	20 (-1,41)	44	10,8	17,2	0	1,2	7,7	3,6	3,6	2,3	0,2	0	0,9	4
11	60 (0)	60 (1,41)	60,4	18,1	9,6	0,3	5	13,1	5,7	9,8	5,6	0,5	0,2	2,2	5,3

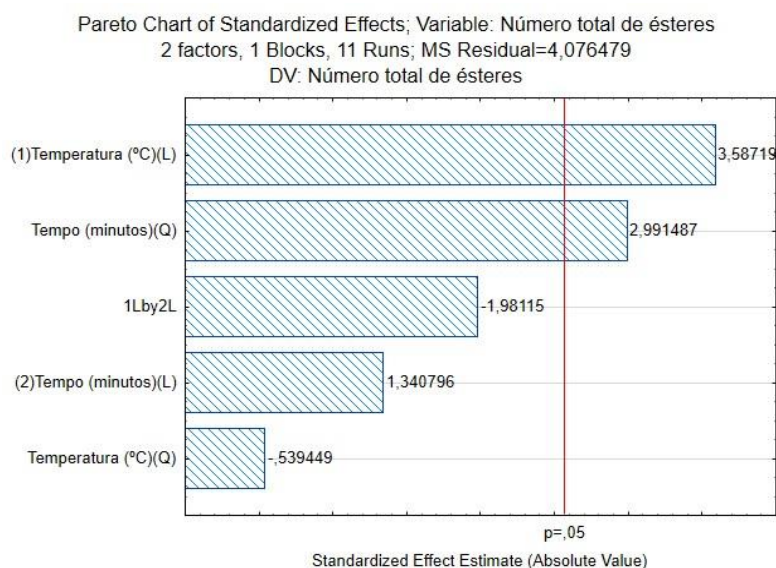
¹ ($\times 10^7$); Ap: abundância total dos picos exceto pirazinas e produtos de oxidação; Ae: abundância total de ésteres; Aal: abundância total de álcoois; Aac: Abundância total de ácidos; Aad: Abundância total de aldeídos; Ac: Abundância total de cetonas; Af: Abundância total de furanos; Apz: Abundância total de pirazinas; Ah: Abundância total de hidrocarbonetos; At: Abundância total de terpenos; Al: Abundância total de lactonas;

A avaliação estatística dos resultados apresentados nas Tabelas 8 e 9 por meio de regressões múltiplas produziu os gráficos de Pareto apresentados nas Figuras de 10 a 19. Nas figuras a magnitude dos efeitos é representada pelo tamanho das colunas correspondentes, sendo considerados significativos ($p \leq 0,05$), os efeitos cujas colunas ultrapassam a linha vertical. Os gráficos de Pareto que não continham nenhum efeito significativo ($p \leq 0,05$) não foram apresentados entre as figuras abaixo.

A análise conjunta das Figuras de 10 a 19 mostra que alterações nas condições de exposição da fibra promoveram efeito ($p \leq 0,05$) tanto sobre o número de picos, como sobre a abundância dos mesmos. Foram identificados efeitos significativos ($p \leq 0,05$) sobre o número total de picos excetuando-se os produtos de oxidação e pirazinas (Np), sobre o número de ésteres (Ne), de terpenos (Np), hidrocarbonetos (Nh), ácidos (Nac) e aldeídos (Nad). Com relação à variável abundância, a abundância dos hidrocarbonetos (Ah), pirazinas (Apz), ácidos (Aac) e produtos da oxidação lipídica (Ao) sofreram efeitos significativos ($p \leq 0,05$) decorrentes de alterações das condições de exposição da fibra. As demais variáveis dependentes estudadas não sofreram efeitos significativos nem da temperatura e nem do tempo de exposição da fibra

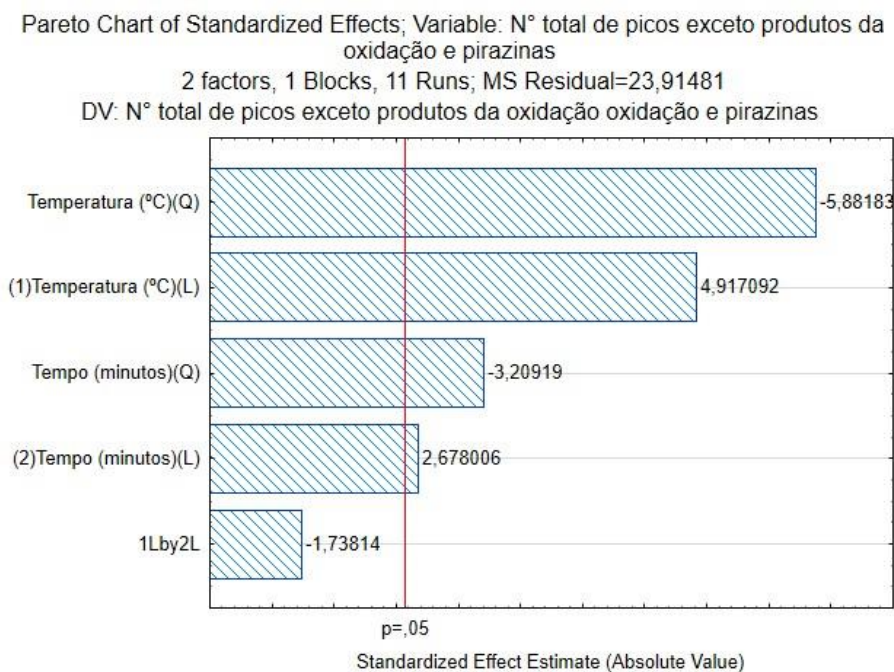
Por sua vez, enquanto as variáveis abundância de ácidos (Aac), produtos derivados de oxidação (Ao) e pirazinas (Apz) sofreram efeitos significativos ($p \leq 0,05$) apenas da temperatura de isolamento da fibra (Figuras 16, 18 e 19), as variáveis abundância dos hidrocarbonetos (Ah), número total de picos excetuando-se os produtos de oxidação e pirazinas (Np), número de ésteres (Ne), de terpenos (Nt), hidrocarbonetos (Nh), ácidos (Nac) e aldeídos (Nad) sofreram efeitos tanto da temperatura como do tempo de exposição da fibra (Figuras 10 a 15 e Figura 17)

Figura 10 - Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número total de ésteres.



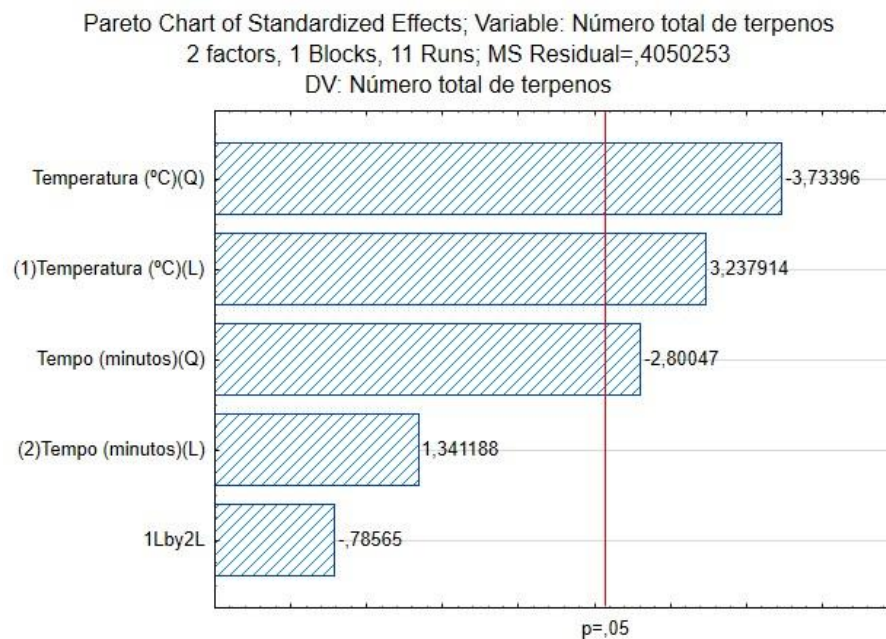
Fonte: próprio autor

Figura 11 - Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número total de picos, excetuando-se os produtos de oxidação e pirazinas.



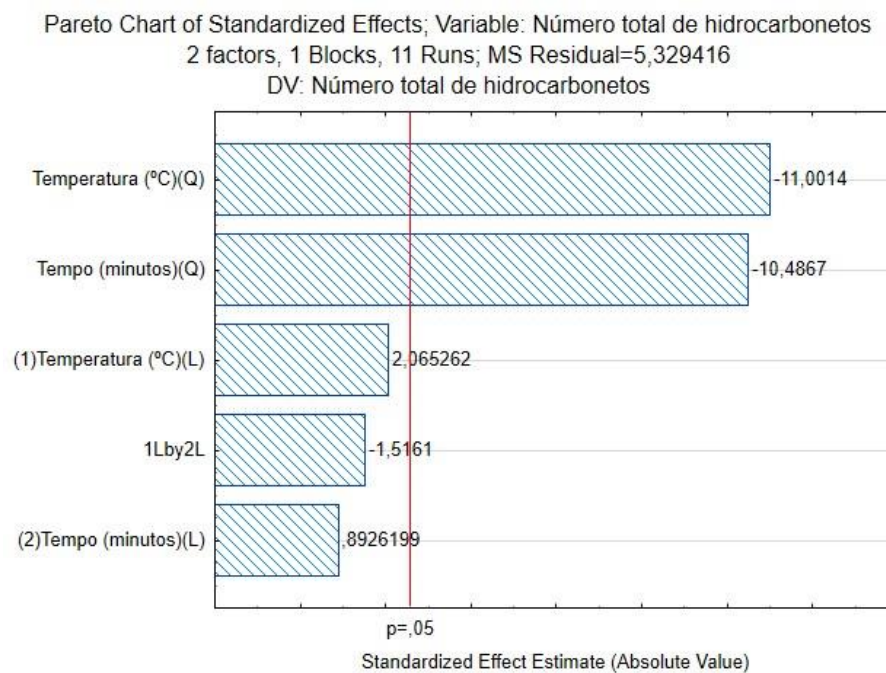
Fonte: próprio autor

Figura 12- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de terpenos



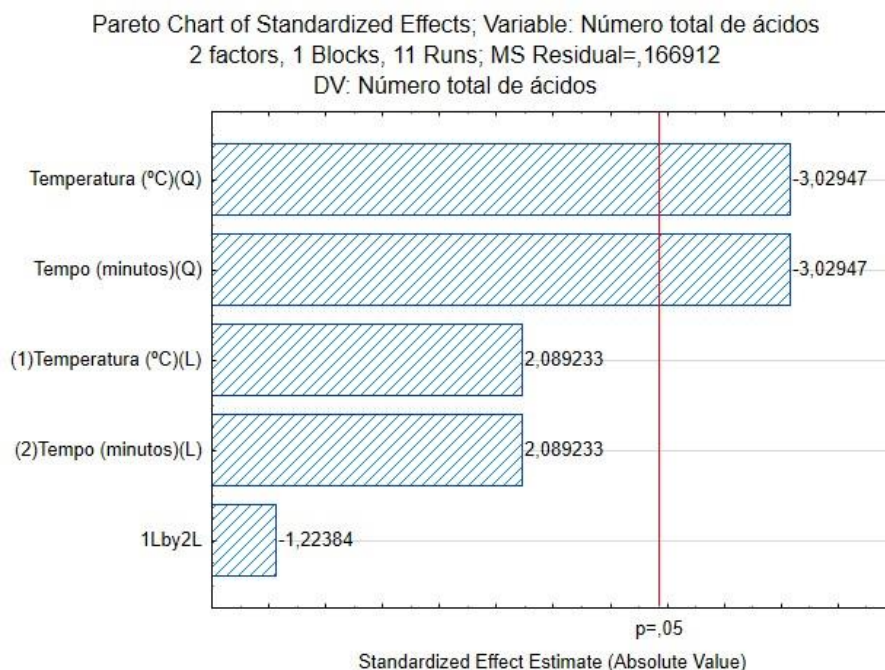
Fonte: próprio autor

Figura 13- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de hidrocarbonetos



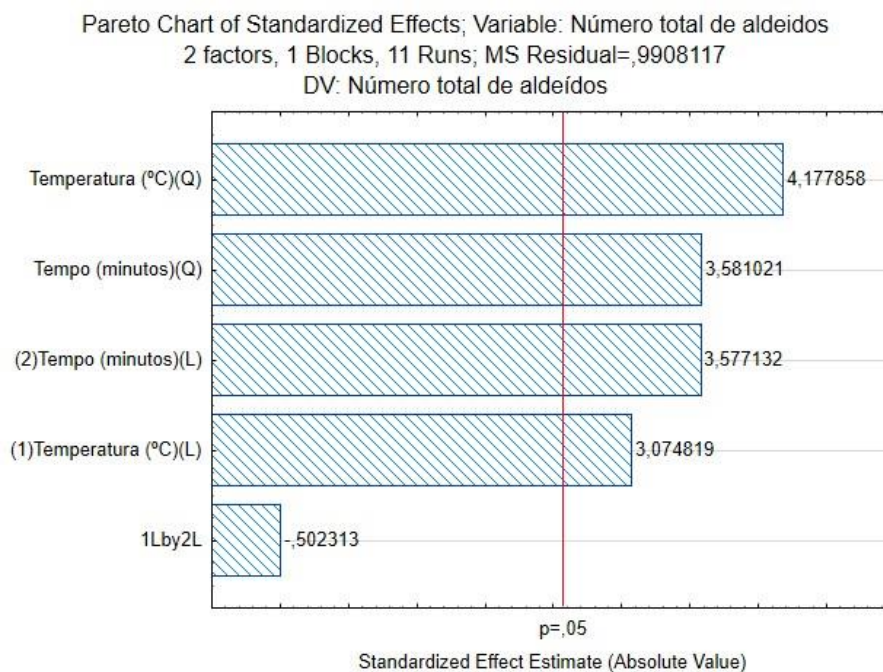
Fonte: Próprio autor

Figura 14- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de ácidos



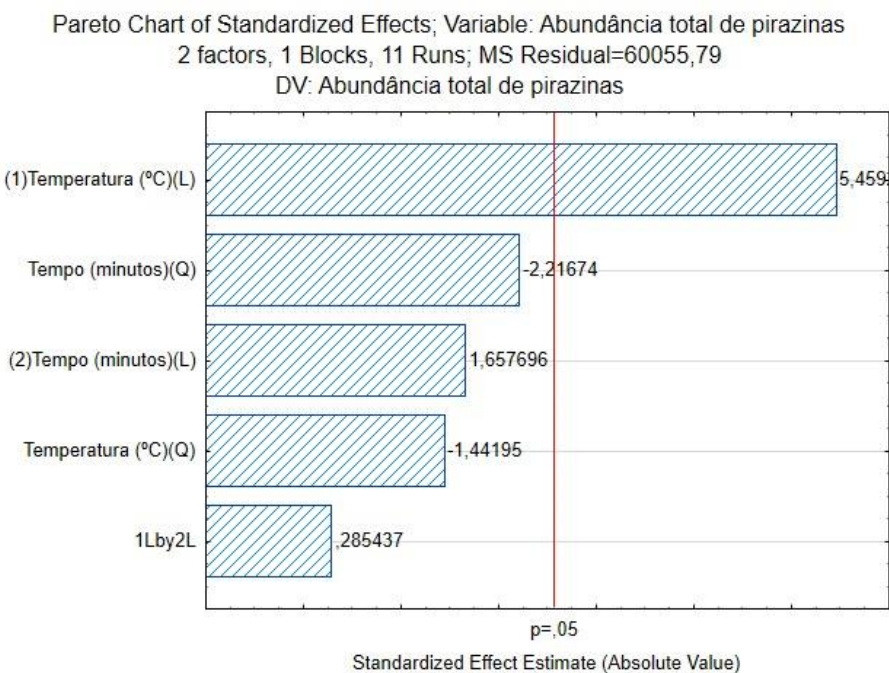
Fonte: Próprio autor

Figura 15- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de aldeídos.



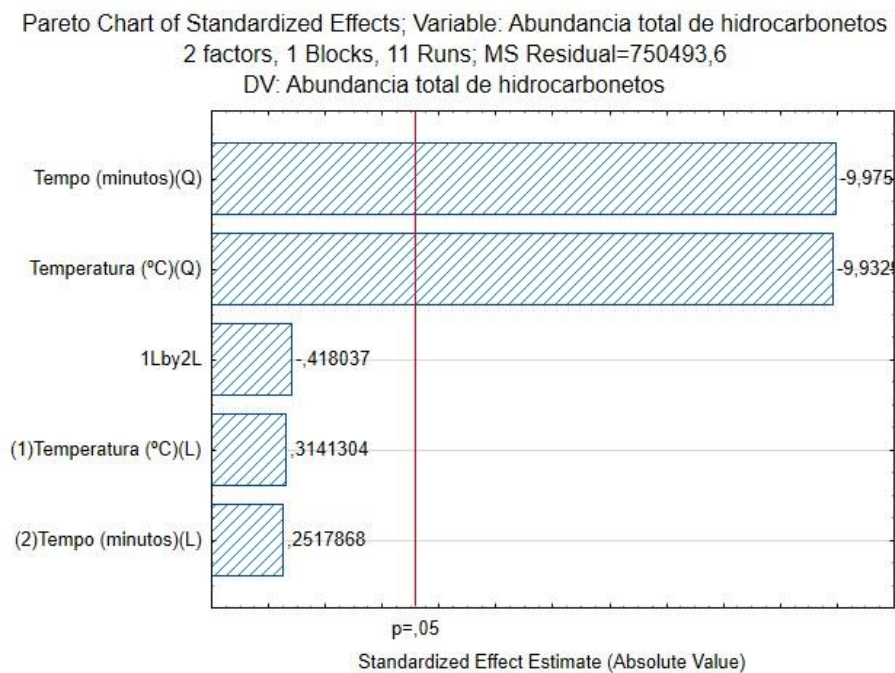
Fonte: Próprio autor

Figura 16- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância total de pirazinas



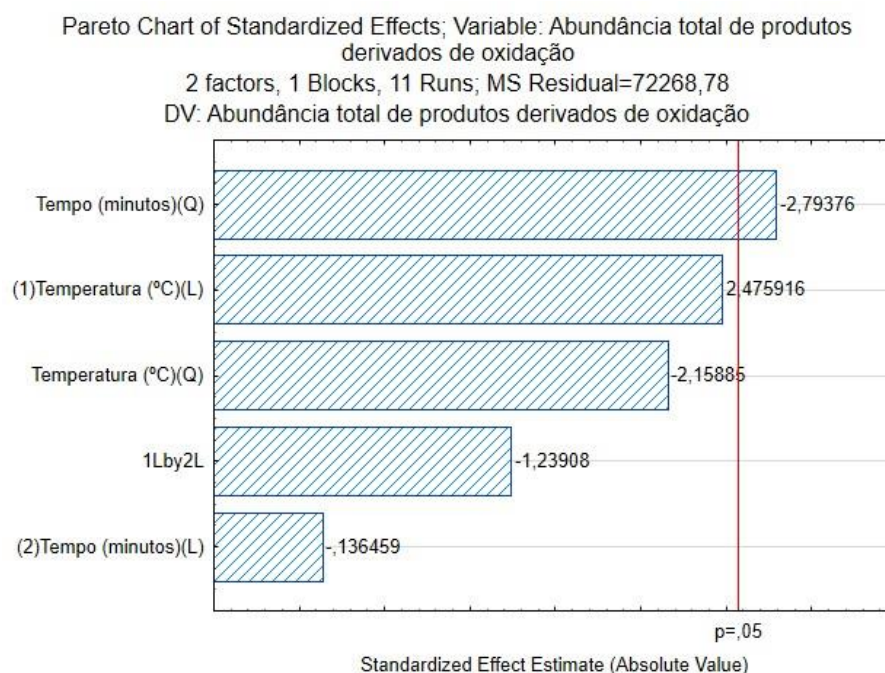
Fonte: Próprio autor

Figura 17- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância total de hidrocarbonetos



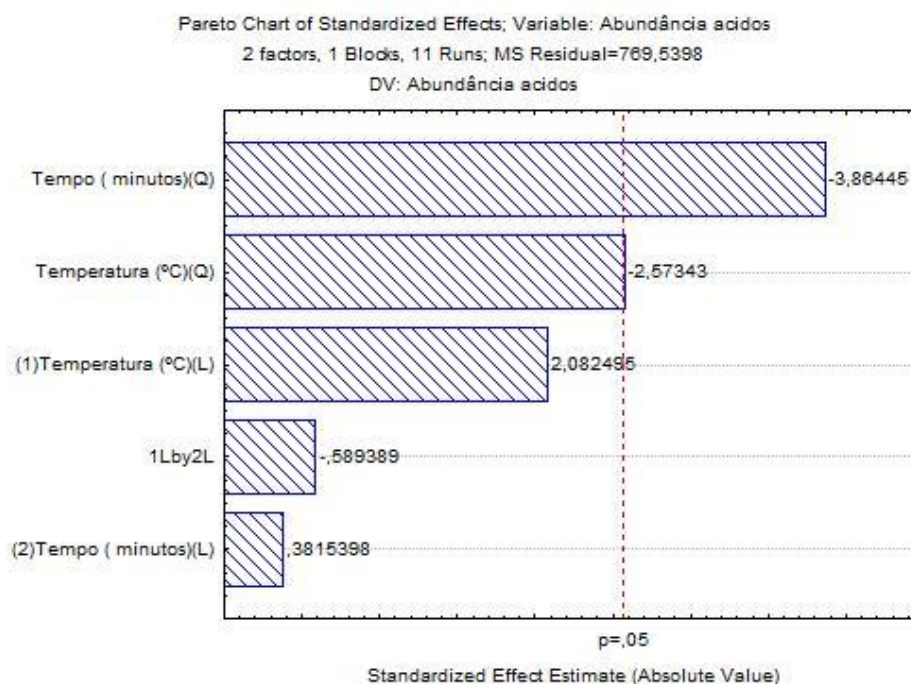
Fonte: Próprio autor

Figura 18- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância total de produtos derivados de oxidação.



Fonte: Próprio autor

Figura 19- Diagrama de Pareto para os efeitos do tempo e temperatura de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância de ácidos



Fonte: Próprio autor

Utilizando-se apenas os efeitos significativos ($p \leq 0,05$) mostrados nos gráficos de Pareto acima (Figuras de 10 a 19) foram ajustados os modelos estatísticos apresentados na Tabela 10, os quais foram gerados com as variáveis independentes codificadas. Na tabela, cada modelo é apresentado juntamente com seu nível de significância (pF), coeficiente de determinação (R^2), e nível de significância (pF) do teste de *lack-of-fit*. Os modelos de algumas classes químicas que tiveram efeitos significativos ($p \leq 0,05$) não foram incluídos na Tabela 10 por terem apresentado coeficiente de determinação (R^2) muito baixo, indicando que a regressão apresenta baixo poder preditivo. Este foi o caso do modelo construído para a abundância de hidrocarbonetos (Ah), de produtos da oxidação lipídica (Ao), de ácidos (Aac), abundância de ácidos (Aac), número de picos de ácidos (Nac) e de hidrocarbonetos (Nh). Embora os modelos construídos para o número de ésteres (Ne) e terpenos (Nt) tenham também apresentado baixos R^2 , indicando baixa capacidade preditiva dos mesmos, eles foram construídos, visto que ésteres e terpenos são compostos de grande interesse por suas importantes contribuições para o aroma de frutas, notadamente tropicais (BIASOTO *et al.*, 2015; NARAIN *et al.*, 2007b)

Tabela 10: Modelos preditivos e respectivas estatísticas associando os efeitos de tempo e temperatura de exposição da fibra SPME ao headspace do óleo de semente de mangaba, sobre número e abundância total de cada grupo de voláteis estudados.

Grupo de Voláteis	Modelo	pF modelo	R^2	Flack-of-fit	pF lack-of-fit
Np	$Np = -252,138 + 7,802 T - 0,06 T^2 + 2,946 t - 0,033 t^2$	0,0032	0,894	0,9832	0,5606
Ne	$Ne = 2,384 + 0,1803 T + 0,0011 t^2$	0,01	0,467	0,5646	0,7514
Nt	$Nt = -14,8304 + 0,5088 T + 0,0086 T^2 + 0,0002 t^2$	0,006	0,588	0,2007	0,9354
Nad	$Nad = 37,0277 - 0,9652 T + 0,0086 T^2 - 0,5064 t + 0,0074 t^2$	0,0028	0,897		
Apz	$Apz = -1235,37 + 33,31 T$	0,001555	0,689	0,9296	0,60858

T = temperatura de adsorção (°C); t = tempo de extração (min); Np= Número total de picos exceto produtos da oxidação e pirazinas, Ne= Número total de ésteres; Nt= Número total de terpenos; Nad= Número total de aldeídos; Apz= Abundância total dos pirazinas.

Conforme pode ser observado na Tabela 10, no tocante ao ajuste (pFlack-of-fit) todos os modelos, com exceção do modelo correspondente ao número de aldeídos (Nad), apresentaram ajuste adequado, com $p\text{Flack-of-fit} > 0,05$. Ainda com relação ao modelo construído para o número de aldeídos (Nad), não foi possível calcular o *Flack-of-fit* e o $p\text{Flack-of-fit}$ devido ao fato do erro puro associado a esse parâmetro ser zero, já que não houve variação

no ponto central (ensaios 5,6 e 7 da Tabela 8). Ainda assim, o modelo contém informações importantes para estimar a faixa de tempo-temperatura ótima para o isolamento dos aldeídos, voláteis de interesse no *headspace* do óleo, visto que os valores do pFmodelo do modelo foram inferiores a 0,05 e o R^2 alto. Os modelos ajustados (Tabela 10) foram utilizados para construir as superfícies de respostas, e as curvas de contorno apresentadas nas Figuras de 20 a 24.

Figura 20 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para os efeitos dos tempos e temperaturas de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número total de compostos identificados, excetuando-se os produtos de oxidação e pirazinas.

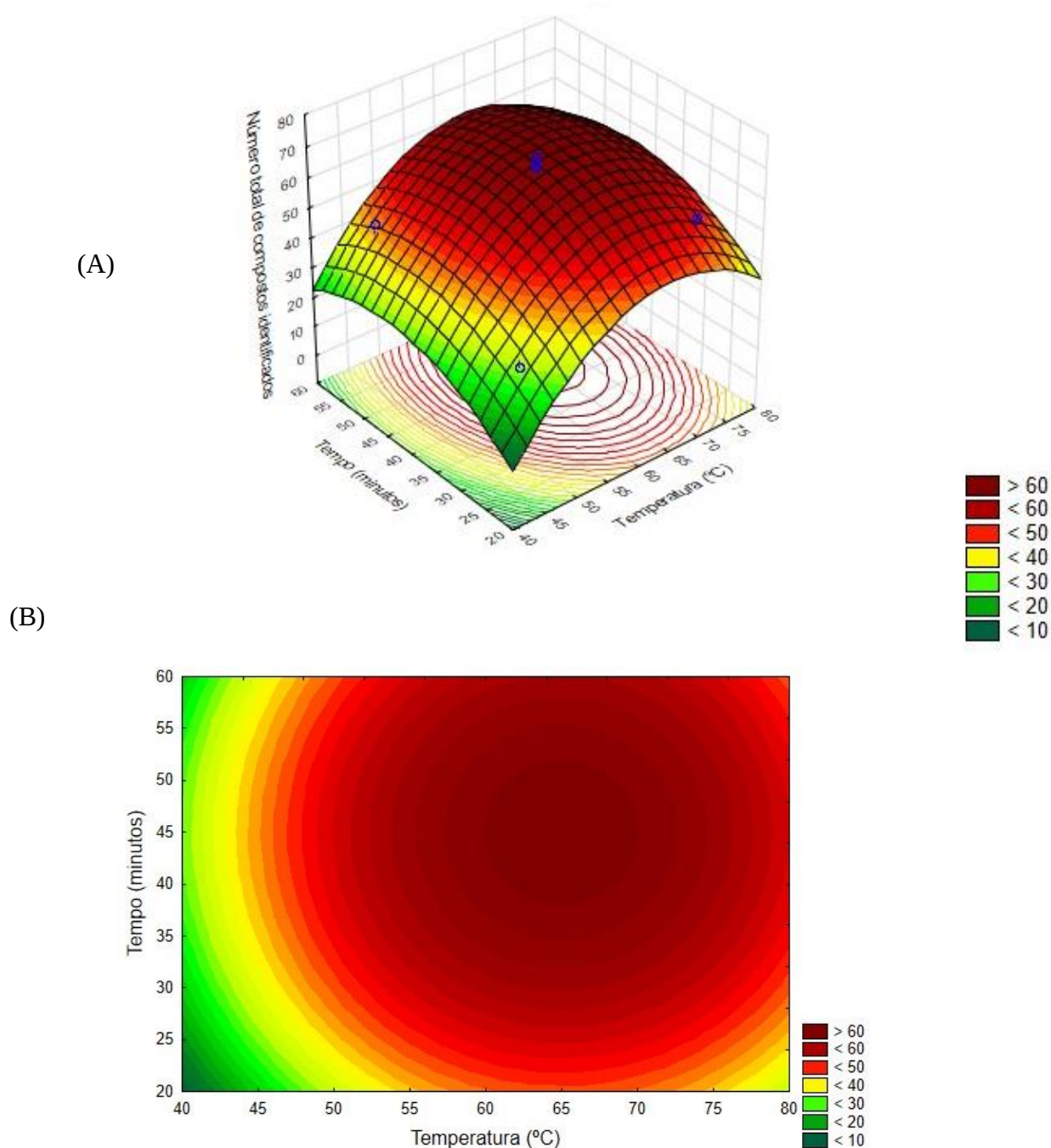
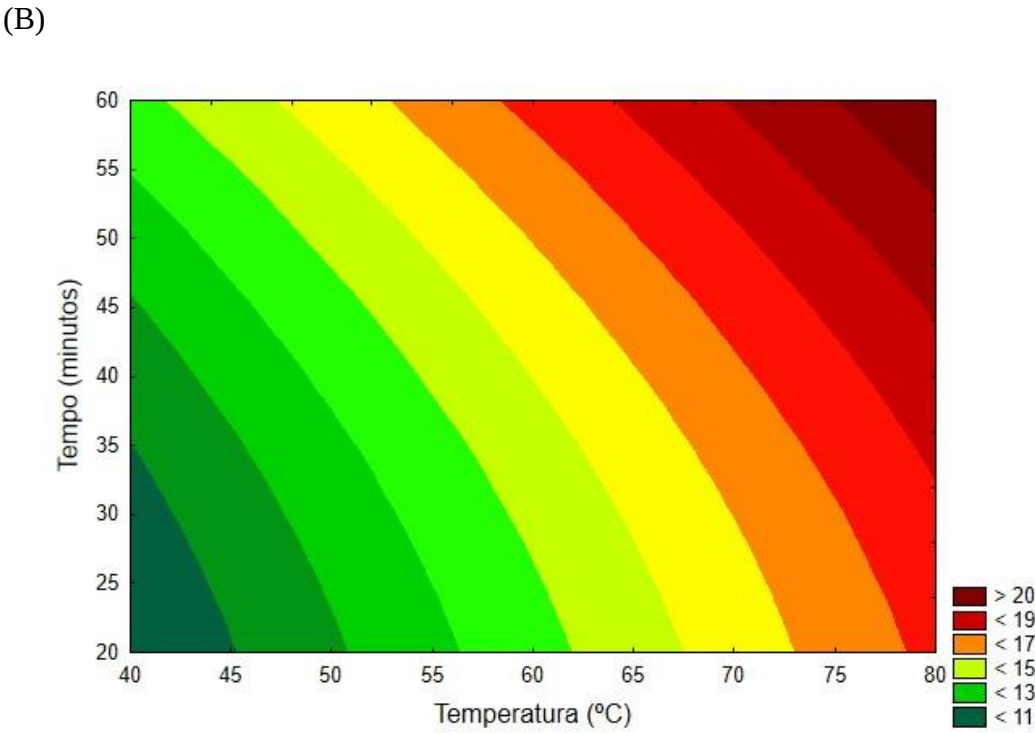
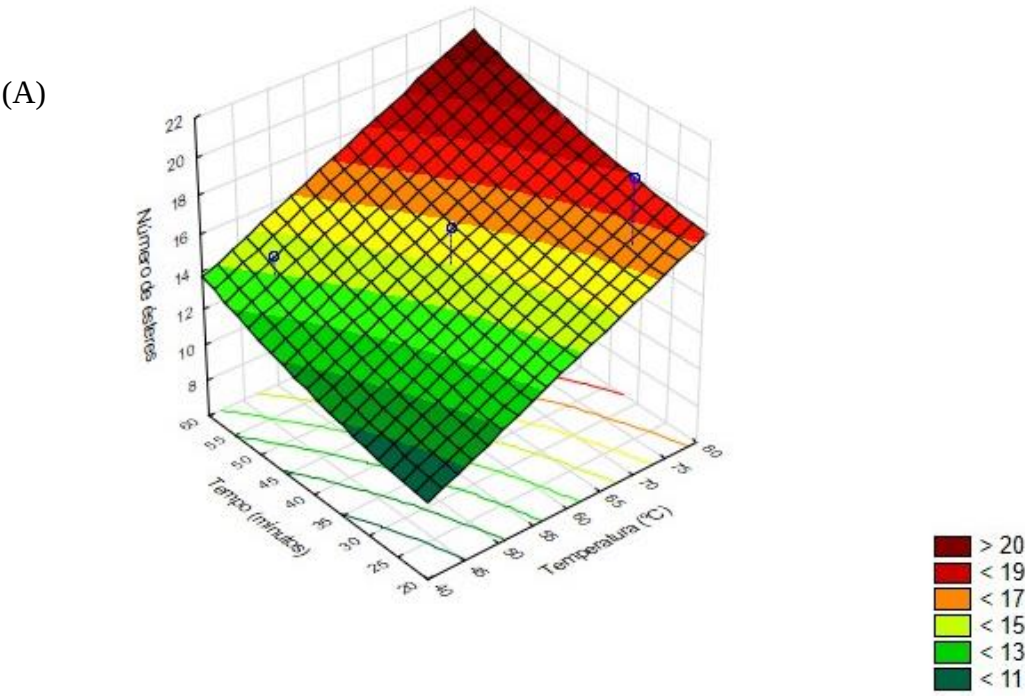
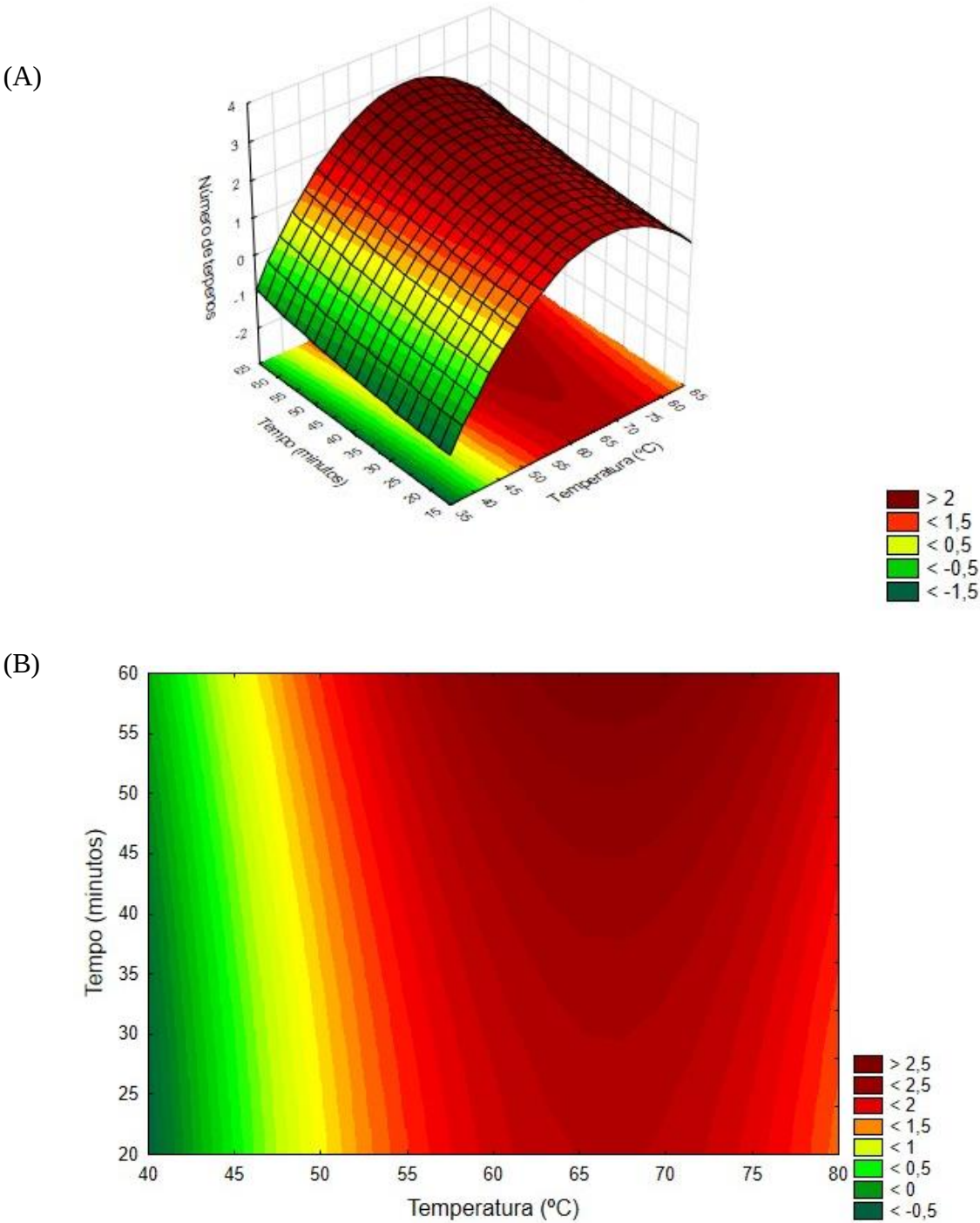


Figura 21 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para os efeitos dos tempos e temperaturas de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de ésteres.



Fonte: Próprio autor

Figura 22 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para os efeitos dos tempos e temperaturas de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de terpenos



Fonte: Próprio autor

Figura 23 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para os efeitos dos tempos e temperaturas de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre o número de aldeídos

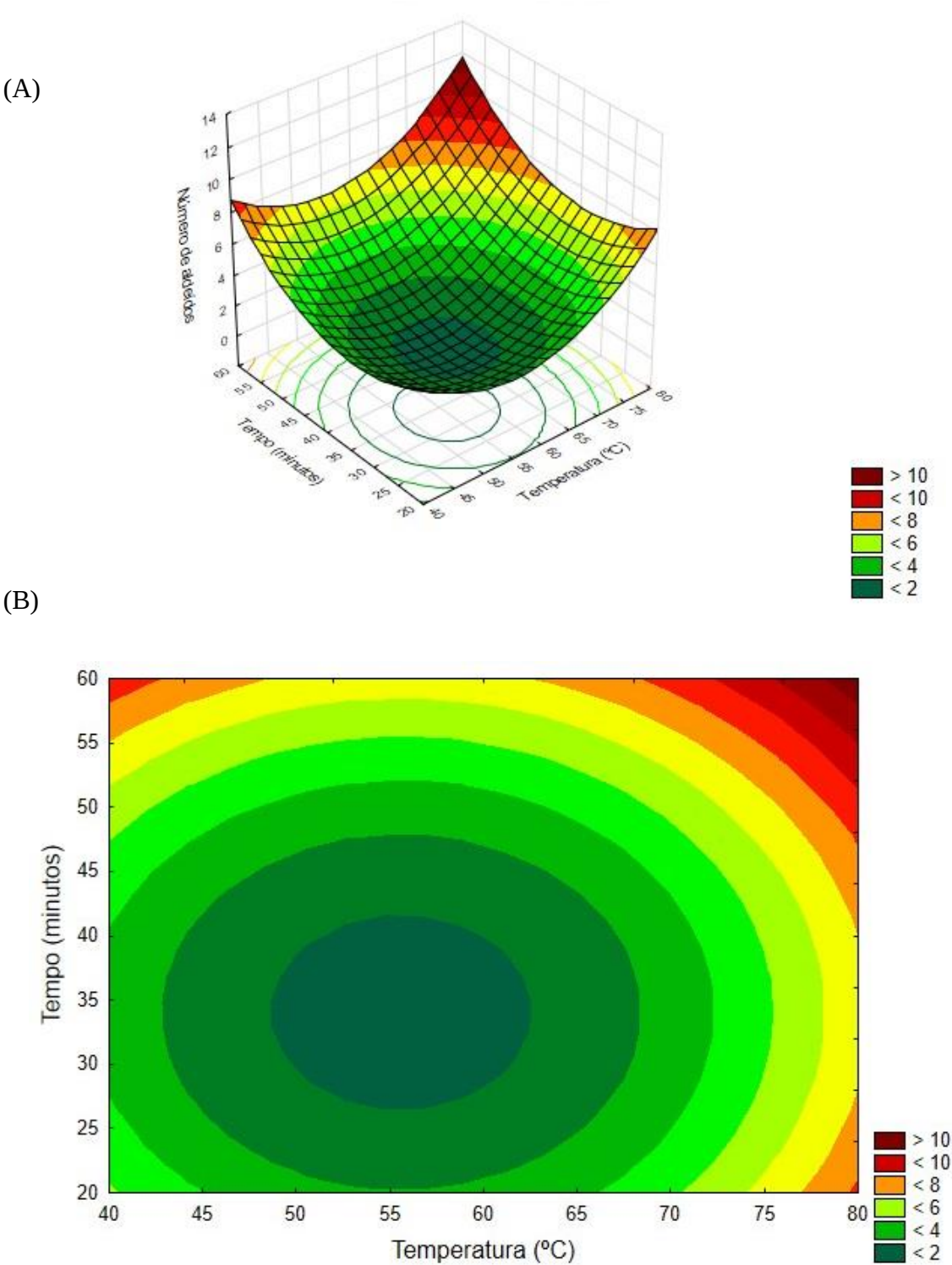
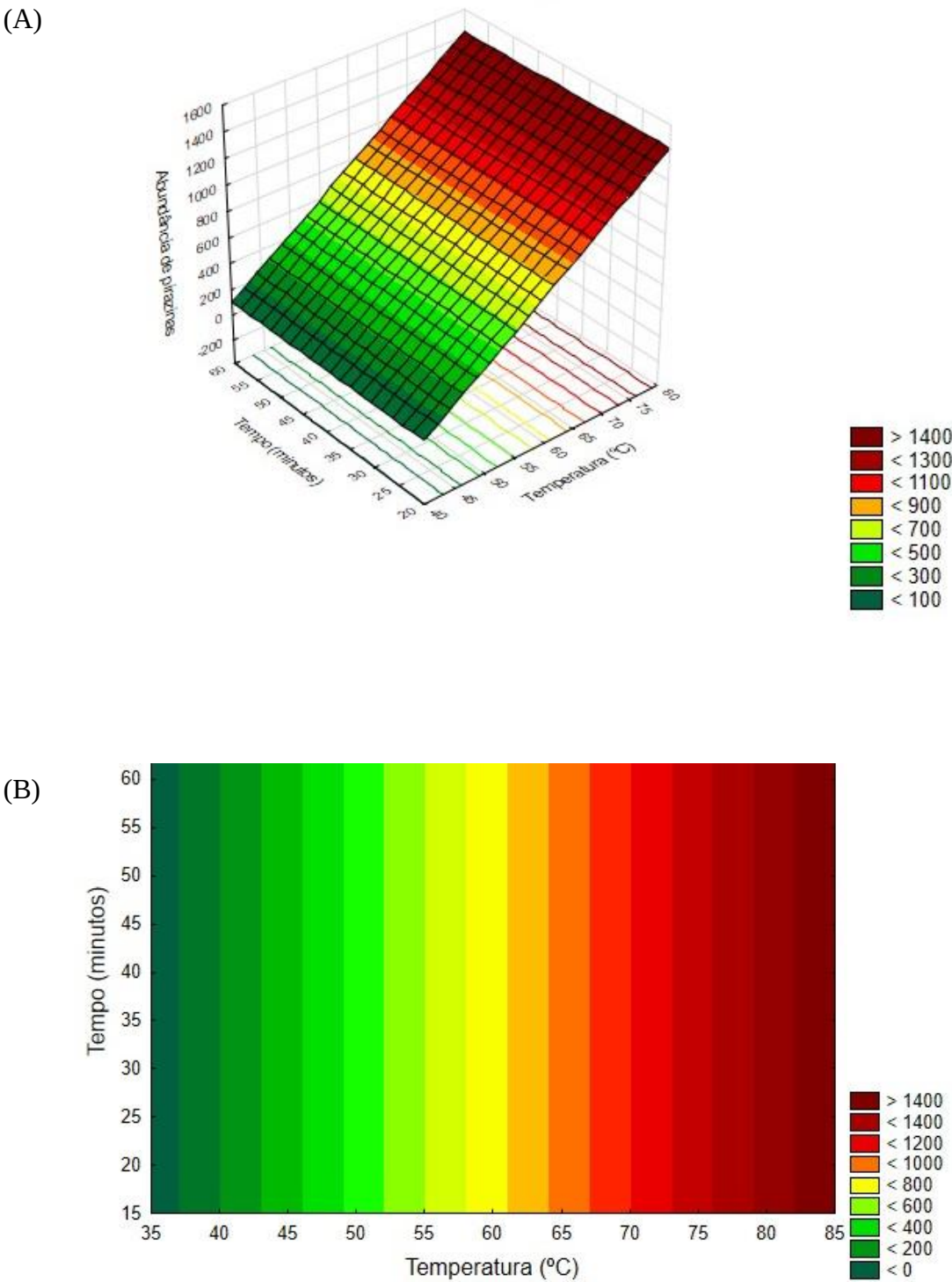


Figura 24 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para os efeitos dos tempos e temperaturas de exposição da fibra SPME DVB/CAR/PDMS sobre a abundância¹ de pirazinas



Fonte: Próprio autor

¹ x 10⁵

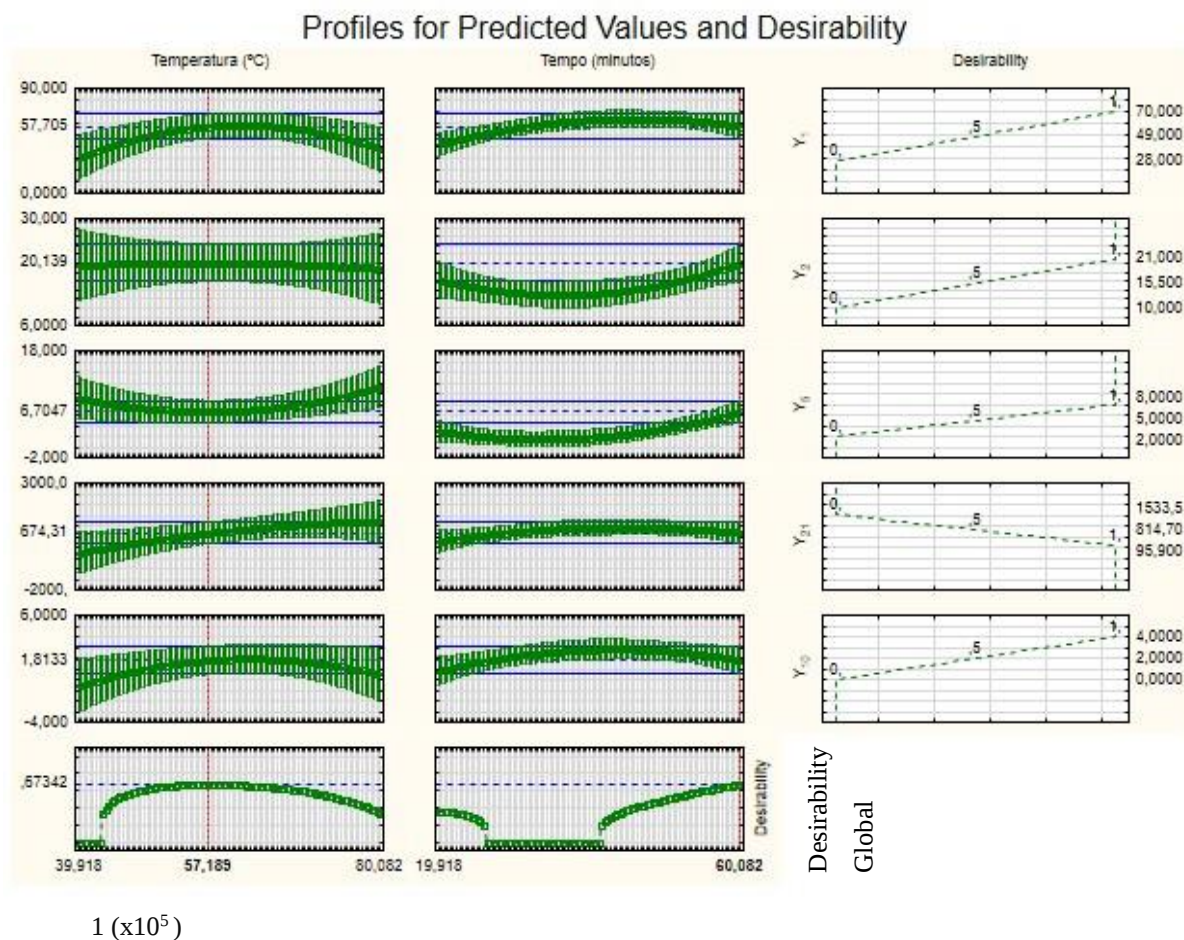
Com base na análise visual das Figuras 20, 21, 22 e 24, pode-se inferir que a temperatura é a variável que exerce maior influência sobre o número total de compostos identificados (Np_ excetuando-se aqueles oriundos da oxidação lipídica (Figura 20), número de ésteres (Ne) (Figura 21), número de terpenos (Nt) (Figura 22) e abundância de pirazinas (Apz) (Figura 23), pois com o aumento da temperatura há um expressivo aumento desses voláteis.

A Figura 23 indica que o número de aldeídos possui mais de uma combinação ótima de tempo e temperatura de exposição da fibra. São elas: tempo de 35 minutos e temperatura inferior a 60°C ou temperatura superior a 80°C.. Isso demonstra que, neste caso, estudos adicionais ampliando a faixa de tempo e temperatura analisadas são necessários para uma melhor otimização das condições de isolamento dos aldeídos.

As superfícies de resposta e as curvas de contorno apresentadas nas Figuras de 20 a 24 sugerem quais as condições que oferecem a melhor adsorção dos voláteis pela fibra SPME no *headspace* do óleo. Para os ésteres (Ne) a condição ótima situa-se em torno de 80 °C e 60 minutos de exposição da fibra; para o número de terpenos (Nt) entre 60 -70°C e 60 minutos, para o número total de compostos exceto os oriundos da oxidação lipídica (Np) em torno de 65°C e 50 minutos, e para a abundância de pirazinas (Apz), composto indesejável para as propriedades sensoriais do óleo de semente de mangaba devido ao seu aroma de tostado, tem sua mínima adsorção em temperaturas inferiores à 40-50°C. Essa grande variação dos pontos ótimos de isolamento para cada classe química de compostos voláteis dificulta a interpretação dos resultados, e exige o uso de uma técnica estatística adicional dos dados; no caso, a função *Desirability* proposta por Derringer & Suich (1980). Essa função mostra a melhor condição para otimização de todas as variáveis resposta ao mesmo tempo, e no presente estudo, as respostas geradas pelo uso desta função encontram-se na Figura 25.

Os resultados obtidos pelo uso da função *Desirability* (Figura 25) mostraram que as condições de tempo e temperatura que maximizam a adsorção dos compostos de interesse na fibra e minimizam a formação de artefatos de impacto negativo na análise são aproximadamente 57,2°C e 60 minutos de exposição da fibra. Nessas condições de isolamento, a função *Desirability* prediz que serão isolados aproximadamente 58 compostos, excetuando-se os compostos de oxidação e as pirazinas, 20 ésteres, 7 aldeídos, 2 terpenos e pirazinas em abundância de $6,74 \times 10^7$

Figura 25 - Função *desirability* global proposta por Derringer e Suich (1980), obtida pela análise conjunta do número total de ésteres (y2), do número de terpenos (y10), número total de compostos identificados (y1), excetuando-se os produtos de oxidação e pirazinas, número de aldeídos (y5) e abundância de pirazinas ¹(y21), isolados por fibra SPME DVB/CAR/PDMS, em função da temperatura e tempo de exposição da fibra.



Fonte: Próprio autor

Quando um novo ensaio foi realizado em triplicata, aplicando-se o tempo e a temperatura ótima preditos pela função *Desirability* a fim de validar o delineamento experimental e respectivos modelos preditivos, obtiveram-se os resultados mostrados na Tabela 11, onde ao lado de cada valor predito pela função *Desirability*, encontra-se o valor verificado experimentalmente.

Na Tabela 11, nota-se que com exceção da abundância de pirazinas, as demais variáveis estudadas apresentaram resultados muito semelhantes aos preditos pela função *Desirability*, o que é muito relevante para o presente estudo, pois confirma o valor do uso de um planejamento experimental e de técnicas estatísticas multivariadas, como a Metodologia de Superfície de

Resposta e a função *Desirability*, para otimizar as condições de isolamento de compostos voláteis.

Tabela 11: Valores preditos e obtidos experimentalmente nas condições ótimas de tempo e temperatura de exposição da fibra SPME ao headspace do óleo de semente de mangaba determinadas por Metodologia de Superfície de Resposta associada à função *Desirability*.

Grupo de voláteis	Valores preditos	Valores experimentais
Número total de compostos, exceto pirazinas e compostos de oxidação lipídicas	58	53
Número de Terpenos	2	0
Número de ésteres	20	16
Número de aldeídos	7	5
Abundância de pirazinas	$6,7 \times 10^7$	$2,3 \times 10^7$

5.8.2 Perfil de voláteis do óleo de sementes de mangaba

Oitenta (80) compostos voláteis foram identificados no óleo de semente de mangaba, dos quais 75 foram identificados com base em seus espectros de massas e índices de retenção linear em coluna apolar (HP5-MS) e em coluna polar (DB-WAX), 1 foi identificado com base apenas em seu espectro de massa e 4 compostos não puderam ser identificados. Na polpa da mangaba industrializada foram identificados 82 compostos no total, sendo 74 identificados com base em seus espectros de massas e índices de retenção linear em na coluna apolar (HP5-MS) e em coluna polar (DB-WAX), e 8 compostos não puderam ser identificados. Todos os compostos voláteis identificados, classe química a que pertencem, índices de retenção linear, porcentagem de área na coluna polar e os descritores para os seus aromas encontrados na literatura (ACREE & ARN, 2004; GARRUTI *et al.*, 2006; SAMPAIO *et al.*, 2011; ZEPTA *et al.*, 2014; PHEROBASE, 2011) encontram-se especificados nas Tabelas 12 e 13.

Nota-se na Tabela 12 que no óleo de semente de mangaba, os ésteres foram a classe química majoritária, representando 56,7% da área total do cromatograma, seguidos pelos álcoois (~14%) e cetonas (10,5%) Dentre os ésteres o hexadecanoato de etila representou 31,7% da área total do cromatograma, seguindo pelo butanoato de butila (11,4%) e acetato de etila (4,5%); juntos, esses três ésteres contribuíram com 47,6% da área total do cromatograma. A nota aromática relacionada ao hexadecanoato de etila é caracterizada como leve, cera e doce (PHEROBASE, 2011), o acetato de etila é descrito com notas de aromas de abacaxi , frutal, caramelo/doce (ACREE & ARN, 2004; PHEROBASE, 2011; GARRUTI *et al.* 2003), enquanto que o butanoato de metila é caracterizado por notas doce, frutal e fresco (PHEROBASE, 2011; GARRUTI *et al.* 2003).

Resultados semelhantes ao do óleo obtido no presente trabalho também foram encontrados por OLEGARIO (2016) em óleo extraído de resíduos da vinificação das uvas de diferentes variedades. Para o óleo extraído de resíduos da uva Syrah, os ésteres representaram 59% da área total do cromatograma, seguidos pelos álcoois (29%). Da mesma forma, NOGUEIRA (2015) verificou que em óleo extraído de resíduo agroindustrial de graviola, os ésteres eram a classe química majoritária, correspondendo a aproximadamente 67% da área total do cromatograma. A alta proporção de ésteres presente no óleo de semente de mangaba justifica as notas aromáticas descritas como frutal, doce e banana caramelizada atribuídas ao óleo pela equipe sensorial treinada (Tabela 7; Figuras 8 e 9).

Grandes similaridades foram observadas com relação às classes químicas majoritárias identificadas no óleo (Tabela 12) e na polpa de mangaba (Tabela 13). Assim como observado para o óleo, a análise do perfil de compostos voláteis da polpa industrializada da mangaba apresentou os ésteres como classe química de maior abundância, representando 70,9% da área total do cromatograma, seguidos também pelos álcoois (18,4%) e hidrocarbonetos (3,7%). Na polpa, o decanoato de etila revelou-se como o volátil mais abundante, representando 20,7% do cromatograma, seguido pelo octanoato de etila (16,2%) e o acetato de etila (5,3%); juntos, esses três ésteres representaram aproximadamente 42,2% da área total do cromatograma. Os ésteres identificados na polpa estão associados a notas de aroma descritas como floral, frutal, doce (ACREE & ARN, 2004; GARRUTI *et al.*, 2006; PHEROBASE, 2011).

Os ésteres são compostos de impacto odorífero, caracterizados principalmente por suas notas de aromas frutais (REINECCIUS, 2006). Eles podem ser formados por reações de esterificação que ocorrerem entre álcoois e ácidos graxos instaurados de cadeia longa, e catalizadas por enzimas (MELLO & TRUGO, 2003). E, produtos alimentícios, notadamente em frutas, essa classe de compostos voláteis é muito desejada devido à sua reconhecida contribuição para o aroma. SAMPAIO *et al.*, (2015) estudando o perfil de voláteis presentes em suco fresco de caju, identificaram 108 compostos, entre os quais os ésteres foram a classe química majoritária, representando cerca de 45% da massa total dos voláteis presente na bebida. Os ésteres são igualmente, os compostos voláteis mais abundantes em banana (BUGAUD *et al.* 2016) e maçã, entre diversas outras frutas (MANUCCI *et al.*, 2017).

No presente trabalho o número de compostos voláteis identificados na polpa de mangaba industrializada foi semelhante aos 86 voláteis identificados por NARAIN *et al.* (2007a), em mangabas em dois estádios de maturação: madura e verdolenga. Utilizando a técnica de destilação e extração simultâneas, os autores verificaram que nas mangabas maduras, os ésteres foram os compostos majoritários, correspondendo a 35% da área dos voláteis identificados no cromatograma, seguidos pelos álcoois (29,6%). Na fruta madura o acetato de etila representou 9,4% do cromatograma, o acetato de isopropila 19,2%, e o sulfato de dietila 2,4%. Dentre esses compostos, o acetato de etila foi também identificado como volátil majoritário tanto na polpa industrializada como no óleo extraído da semente de mangaba no presente estudo.

KUBOTA (2007) utilizando a técnica SPME para isolar e identificar os compostos voláteis de polpa de mangaba industrializada, identificaram apenas 19 voláteis, entre os quais, os ésteres foram os mais abundantes, representando cerca de 47,7% da área total do cromatograma. Sampaio e Nogueira (2006), ao estudarem o perfil de voláteis em mangaba em três estágios de maturação, por meio da técnica de hidrodestilação, identificaram 33 voláteis nos frutos imaturos, 34 nas frutas no estágio intermediário e 32 nas frutas maduras. Nos frutos em estadio de maturação intermediário e madur, os ésteres foram a classe química majoritária, representando, respectivamente 33,8% e 40,9% da área total do cromatograma, seguidos pelos alcoois (16,4% e 18,4%, respectivamente). Os compostos identificados no presente trabalho foram também superiores aos 35 volateis identificados por LIMA *et al.*(2015b) em mangaba; neste estudo os autores reportaram como majoritários os alcoois (29,6%) seguidos por aldeidos e terpenos, que juntos somaram 27,7% da área total do cromatograma.

De acordo com Sampaio & Nogueira (2006) e Narain *et al.*, (2007a), a presença majoritária dos ésteres em polpa de mangaba é um indício do estágio de maturação em que a polpa foi processada, sendo que maiores concentrações de ésteres indicam que a fruta foi processada madura, pois o amadurecimento da mangaba é acompanhado por um aumento na concentração dos ésteres.

Os álcoois e cetonas foram a segunda e terceira classes químicas majoritárias no óleo extraído no presente estudo, das sementes dos resíduos agroindustriais da mangaba. Nessas classes químicas, os voláteis mais abundantes foram o (R,R) 2,3 butanodiol (4,86%) e a acetoína (4,54%), ambos compostos usualmente oriundos de fermentação (NIELSEN *et al.*, 2010; BAE *et al.*, 2016). A presença desses dos voláteis no óleo pode ser atribuída a uma possível fermentação dos resíduos antes da secagem. Hidrocarbonetos (1,39%), lactonas (0,14%) e furanos (1,53%) representaram compostos minoritários no óleo.

Na polpa de mangaba, na qual os álcoois foram a segunda classe química majoritária, seguida dos hidrocarbonetos. Tiveram destaque o 3-Metil- 3-Buten-1-ol (5,0%) , o álcool isoamílico (4,9%) e o estireno (3,5%). Por sua vez, os terpenos representaram a classe química em menor abundância (1,05%) identificada na polpa de mangaba industrializada.

Também foram identificadas no óleo de semente de mangaba elaborado no presente estudo, algumas pirazinas, que juntas, representaram aproximadamente, 3,2% da área total do cromatograma. Pirazinas, são compostos responsáveis por aromas e sabores pungentes, descritos como torrado ou queimado (CHO, *et al.*, 2017). Elas possuem como mecanismo de formação mais aceito a reação de Maillard, notadamente a etapa denominada degradação de Strecker, onde ocorre a formação de uma dihidropirazina, que se oxida espontaneamente à sua correspondente pirazina (ADAM *et al.*, 2008; RIBEIRO & SERAVALLI, 2007). Mas de acordo com REINECCIUS (2006) e CHO *et al.*, (2017), pirazinas também podem ser formadas através de processos fermentativos. CHO *et al.*, (2017) identificaram em pasta de soja fermentada, preparada com uma cultivar *Neulchan*, rica em óleo, três pirazinas; entre elas a trimetilpirazina e tetrametilpirazina também identificadas no presente estudo. A identificação desses compostos no óleo de mangaba sugere que as sementes podem ter sofrido fermentação com produção de pirazinas, ou que houve reação de Maillard durante o processamento da polpa ou da secagem da semente, embora esta última tenha ocorrido a baixa temperatura.

Compostos usualmente formados por oxidação lipídica, como nonanal, heptanal, octanal, , entre outros, também foram identificados no óleo de semente de mangaba, porém sua área no cromatograma foi pouco representativa, sendo inferior a 2% , indicando que o tempo e temperatura utilizadas durante o processo de extração do óleo dos resíduos da mangaba não favoreceram a formação desses compostos que são associados a nota de aromas desagradáveis e outros compostos prejudiciais à saúde (OSAWA *et al.*, 2013)

Tabela 12 - Compostos voláteis identificados no óleo extraído das sementes de mangaba, agrupados de acordo com a classe química, com seus respectivos índices de retenção linear encontrados experimentalmente (IR exp.) e na literatura (IR lit.), % de área relativa (AR%) e Abundância no cromatograma, e descrição do aroma conforme consta na literatura.

Composto	IR Exp (DB- WAX)	IR lit DB-WAX	IR exp HP5-MS	IR Lit (HP5-MS)	Abundância (10 ⁵) (DB-WAX)	DP	Área (%) DB-WAX	Aroma
Ácido								
ácido butanoico ^a	1628	1628	ND	ND	103,34	0,49	1,41	doce, ranço, queijo ¹
ácido haxanóico ^a	1847	1851	ND	ND	28,33	0,19	0,39	Suor, fermentado, vinagre ^{1,3}
Total					131,62		1,80	
Álcool								
3-metil-2-butanol ^a			681	700	ND	ND	ND	Frutal ⁴
1-Heptanol ^a	1461	1462	972	969	12	0,04	0,16	produto químico, verde ¹ , caju, frutado, grama ² ,
1-Octanol ^a	1564	1565	1072	1078	14,55	0,11	0,20	pão torrado, metálico, floral, gordurosa, verde, queimado, ervas, sulfuroso ⁴
Álcool fenetílico ^a	1903	1912	1109	1114	70,33	0,26	0,96	mel, rosa, lilás, tempero ¹ , levedura, ervas ⁴ , doce, perfume, floral ³

(Continuando)

Composto	IR exp DB-WAX	IR Lit DB-WAX	IR exp HP5-MS	IR Lit HP5-MS	Abundância 10 ⁵ DB-WAX	DP DB-WAX	Area %)	Aroma
Álcool								
2-fenilpropan-2-ol	ND	ND	1082	1080	ND	ND	ND	leve, verde, doce, terra ⁴
1-Butanol ^a	1148	1160	ND	ND	38,67	0,20	0,53	frutal, medicinal ¹ , Doce, caju, fermentado ³
Álcool isoamílico	1213	1218	ND	ND	65,55	0,22	0,89	alcool, queimado ¹ , frutal, balsâmico, queijo, pungente ⁴
3-metil- 3-Buten-1-ol	1250	1240	ND	ND	117,33	0,65	1,60	-
2-Buten-1-ol, 3-metil ^a	1325	1322	ND	ND	38,52	0,13	0,52	erva ¹
1-Hexanol	1359	1360	ND	ND	5	0,02	0,07	Floral, verde, resina ¹ , doce, frutal, verde, erva ⁴
(R,R)-2,3-Butanodiol ^a	1545	1544	ND	ND	356,68	1,10	4,86	Frutado, caju, borracha ³
2,3 -butano-diol ^a	1584	1570	ND	ND	110	0,37	1,50	frutal, cebola ^{1, 4}
alcool benzílico ^a	1870	1877	ND	ND	26,50	0,08	0,36	doce, floral ¹ , frutal ⁴
6-metil-hept-5-en-2-ol ^a (sulcatol)	1331	1341	ND	ND	170		2,31	óleo, verde, doce ⁴
Total					1025		13,96	-

(Continua)

Composto	IR Exp DB-WAX	IR lit DB-WAX	IR Exp HP5-MS	IR Lit HP5-MS	Abundância (10 ⁵) DB-WAX	DP	Área(%) DB-WAX	Aroma
Aldeído								
3- Metil -butanal ^a	907	921			95	0,59	1,29	malte ¹ ,
2-Metil-butanal			616	627				cacau, amêndoa ¹ , verde, queimado, cacau ⁴
Heptanal ^a	1178	1194	900	901	10,33	0,24	0,14	citrico, gordura, ranço ¹ , frutal, pesticida, solvente ⁴
Benzaldeído ^a	1506	1508	954	965	89,32	0,89	1,22	amêndoa, açúcar queimado ^{1, 4}
Octanal ^a	1283	1300	1002	1004	16,67	0,17	0,23	gordura, limão, verde 1,4, carne cozida, ranço, citrico, verde, floral, frutal, laranja 4
2-Octenal, (E)- ^a	1419	1434	1057	1056	29,00	0,29	0,39	verde, gordura, amêndoa 1, doce, torrado, cogumelo ⁴
2-Undecenal ^a	1741	1755	1361	1369	81,67	0,82	1,11	doce ¹
Nonanal ^a	1387	1402	1103	1102	81,33	0,81	1,11	Molho, Verde, Frutado, Gás, Cloro, Floral, , Doce, Melão, Sabão, Gordura, Lavanda, Citrico ⁴
2-Fenil-2-butenal ^a	1914	1907	1269	1279	200,00	0,36	2,72	
(E,Z)-2,6-nonadienal ^a	ND	ND	1152	1156	ND	ND	ND	pepino, cera, verde ¹ , melão ⁴

(continua)

Aldeído								
Composto	IR Exp DB-WAX	IR lit DB-WAX	IR Exp HP5-MS	IR lit HP5-MS	Abundância (10 ⁵) DB-WAX	DP	Área (%) DB-WAX	Aroma
Decanal ^a	ND	ND	1205	1200	ND	ND	ND	Azeitona, doce, grama ⁵
(E)-2-Decenal ^a	ND	ND	1260	1265	ND	ND	ND	sebo ^{1, 4} , verde, laranja, gordura ⁴
2-Heptenal, (Z)- ^a	1313	1319	ND	ND	23,68	0,24	0,32	-
2,4-Decadienal ^a	1797	1805	ND	ND	18,00	0,18	0,25	gordura, pungente, citrico, verde ⁴
2,4-Nonadienal ^a	1688	1681	ND	ND	12,00	0,13	0,16	gordura, verde, cera ¹
Fenilacetaldeído ^a	ND	ND	1039	1044	ND	ND	ND	mel, doce ^{1,4} , rosa, verde, floral ⁴
(E, E)-2,4-Decadienal ^a	ND	ND	1314	1318	ND	ND	ND	gordura, pungente, citrico, verde ⁴
Total					657,00		8,96	
Cetona								
Acetofenona ^a	1633	1645	1061	1065	135	0,04	1,84	Queijo, ácido, doce ² , amêndoa, floral ¹
2,3-Butanodiona ^a	968	977	ND	ND	153,67	1,34	2,09	Fermentado, doce, caju ² , frutal, borracha ³
3 Penteno-2-ona ^a	1119	1108	ND	ND	149,33	0,79	2,03	Doce, pungente ⁴
Acetoína ^a	1276	1271	ND	ND	333,33	1,65	4,54	-
Total					771,34		10,50	

(continua)

Composto	IR Exp DB- WAX	IR lit DB- WAX	IR Exp HP5-MS	IR Lit HP5-MS	Abundância (10 ⁵) DB-WAX	DP	Área(%) DB-WAX	Aroma
Ester								
Butanoato de butila ^a	1216	1221	997	993	840,00	2,86	11,44	Doce, frutal, fresco ⁴
Benzoato de etila ^a	1653	1596	1168	1171	40,00	0,08	0,54	Camomila, flora, frutal ¹ , chá ²
Sucinato de dietila ^a	1675	1694	1184	1181	15,67	0,04	0,21	Vinho, frutal ¹ , Tecido, , Melancia, Floral, Suado, Batata ⁴
Salicilato de metila ^a	1755	1755	1189	1194	23,33	0,09	0,32	Hortelã ¹ , vinho, doce, frutal ⁴
Decanoato de etila ^a	1637	1643	1397	1392	19,00	0,08	0,26	Floral, grama, caju ² , uva ¹
Octanoato de etila ^a	1433	1420	1199	1195	55,68	0,07	0,76	Frutal, floral, coco ³
2-Fenilacetato ^a	ND	ND	1255	1256	ND	ND	ND	Rosa, mel, tabaco ¹ , flora, frutal, doce ⁴
Butirato de etila ^a	1030	1026	ND	ND	109	0,41	1,48	Maçã ¹ , frutal, caju maduro ²
Acetato de etila ^a	877	885	ND	ND	327,33	2,07	4,46	Abacaxi ¹ , caramelo, doce, solvente, frutal, laranja, ácido, amanteigado, pungente ⁴
Isopentenil acetato ^a	1194	1181	ND	ND	112,67	0,46	1,53	-

(continua)

Ester								
Composto	IR Exp DB-WAX	IR Lit DB-WAX	IR Exp HP5-MS	IR lit HP5-MS	Abundância (10⁵) DB-WAX	DP	Área (%) Db-wax	Aroma
Acetato De Isoamila			875	876				Banana ^{1,3} , Esmalte De Unha, Plastico ³
3-Metil-2-Buten-1-ol-Acetato					1,12	0,45	1,53	
Etil-3-Hidroxibutanoato								Noz, Coco, Uva ⁴ , Marshmallow ¹
Acetato de fenil etila ^a	1776	1778	ND	ND	14,67	0,08	0,20	Frutal, doce ¹ , picante, canela, floral ⁴
4-Metil-fenil-carbamato ^a	2000	2006	ND	ND	4,5	0,02	0,06	
tetradecanoato de etila ^a	2058	2059	ND	ND	73,3	0,35	1,00	Eter ¹ , óleo,violeta ⁴
Hexadecanoato de metila ^a	2215	2223	ND	ND	95,67	0,88	1,30	Óleo, doce ⁴
Hexadecanoato de etila ^a	2254	2243	ND	ND	2330	15,11	31,72	Leve,cera, doce ⁴
Hexanoato de etila ^a	1232	1241	ND	ND	55	0,32	0,75	Casca de maçã, frutal ¹ , morango, doce, rolha de vinho ⁴ , menta, caju ³
Benzoato de metila ^a	1607	1608	ND	ND	47	0,13	0,64	Erva, doce ¹ , alface, melancia, mel ⁴
Total					4162,8		56,70	
Furano								
2 -pentil- furano ^a	1227	1231	990	996	112,66	0,46	1,53	Verde, manteiga 1
Total					113		1,53	
Hidrocarboneto								
Estireno ^a	1246	1254	885	894	57,34	0,37	0,78	Plástico, PVC, solvente ³ Doce, floral, balsâmico, picante, semente ^{1,4}

(Continua)

Hidrocarboneto								
Composto	IR exp (DB-wax)	IR lit (DB-wax)	IR exp (hp-5)	IR lit (HP5-MS)	Abundância (10 [^] 5) (DB-wax)	DP	Área (%)	Aroma
1,2-dimetil-4-etil-benzeno ^a			1080	1074				Verde ⁴
1,2,4,5 tetrametil-benzeno ^a			1114	1124				Ranço, doce ¹
1-Etil-2,4 Dimetil Benzeno ^a	1354	1348	ND	ND	9,00	0,04	0,12	
Naftaleno ^a	1506	1508	1173	1178	23,33	0,09	0,32	alcatrão 1, Floral, Frutal, doce 5
1,2 Dimetil-4-Etenil-Benzeno ^a	1481	1462	ND	ND	11,33	0,04	0,15	
Total					101		1,39	
Lactona								
γ-Nonalactona ^a	1714	1707	1359,622	1362	10,33	0,04	0,14	Coco, pêssego ¹ , frutado, amadeirado ⁴
Total					10,33		0,14	
Outros								
3-Acetoxi-2-Butanona ^a	1380	1389	ND	ND	9,67	0,03	0,13	
2-Acetil Pirrol ^a	1964	1952	ND	ND	20,67	0,04	0,28	Nozes, Pão ¹ ,Amêndoa, Doce ⁴
5-Metil-2-Fenil-2-Hexenal ^a	2071	2083	ND	ND	20,50	0,08	0,28	Cacau ⁴ ,
6-Metil-2-Hepteno ^b	1535		ND	ND	56,33	0,14	0,77	
Total					107,2		1,47	
Pirazina								
Trimetil pirazina ^a	1398	1391			29,50	0,05	0,40	
Tetrametil- pirazina ^a	1470	1468	1084	1087	133,33	0,54	1,82	Café, chocolate, amêndoa, torrado ⁴

(Continua)

Pirazina								
Composto	IR Exp DB-WAX	IR Lit DB-WAX	IR Exp HP5- MS	IR Lit HP5- MS	Abundância (10⁵) DB-WAX	DP	Área (%) DB-WAX	Aroma
2-Etil-3,5-dimetilpirazina ^a	1456	1464			49	0,15	0,67	Torrado, mato ⁶
2-Metil-3,5 dietil-pirazina ^a	1510	1503	1161	1161	20,67	0,12	0,28	
Total					233		3,17	
Terpeno								
Limoneno			1024	1030	ND	ND	ND	frutal, grama ⁵ , limão, laranja ¹ , verde, citrico, frutal ⁴
Cariofileno			1413	1417	ND	ND	ND	amadeirado, especiarias ¹ , frutado, doce ⁴
Total								
Não identificados								
NI	1804				8,5	0,03	0,12	-
NI	1256				5	0,04	0,11	-
NI			696		ND	ND	ND	-
NI			1033		ND	ND	ND	-
Total					13,5		0,23	

ND: composto não detectado; NI: composto não identificado; DP: Desvio padrão (N=3); Referências 1 Acree e Arn (2004); 2 Sampaio *et al.* (2011), 3 Garruti *et al.* (2006), : 4 Pherobase (2011); 5 Zepka *et al.* (2014); 6 Rodrigues-Amaya (2003) a: Composto identificado através do espectro de massa e índice de retenção linear. b: Composto tentativamente identificado somente através do espectro de massa.

Tabela 13: Compostos voláteis identificados na polpa da mangaba, agrupados de acordo com a classe química, com seus respectivos índices de retenção linear encontrados experimentalmente (IR exp.) e na literatura (IR lit.), % de área relativa (% Área) e Abundância no cromatograma, e descrição do aroma conforme consta na literatura.

Composto	IR exp (DB- WAX)	IR lit (DB- WAX)	IR exp (HP5- MS)	IR lit (HP5- MS)	Abundância (10 ⁵) (DB-WAX)	DP	Área (%) (DB- WAX)	Aroma
Ácido								
Ácido octanoico			1212	1195	ND	ND	ND	Caju, vinho ³ ,
Ácido decanoico			1374	1387	ND	ND	ND	Ranço, gordura ^{1,4} , sabão ⁴
Total					ND	ND	ND	
Álcool								
Álcool isoamílico	1214	1218			253,33	0,49	4,95	Alcool, queimado ¹ , frutal, balsâmico, queijo, pungente ⁴
3-Metil- 3-Buten-1-ol	1251	1251			256,66	0,34	5,02	
3-Metil-2-Buten-1-ol	1326	1322			13,00	0,01	0,25	Erva ¹ , frutal, verde ⁴
Alcool Fenetílico	1904	1912	1109	1114	156,66	0,20	3,06	Mel, rosa, lilás, tempero ¹ , levedura, ervas ⁴ , doce, perfume, floral ³
1-Hexanol	1359	1360	870	867	9,66	0,01	0,18	Resina, floral, verde 1, seco, frutal, ervas, doce, verde ⁴
3-Metil-2-Butanol			695	700	ND	ND	ND	-
1-Heptanol			973	969	ND	ND	ND	Produto químico, verde ¹ , caju, frutado, grama ² ,
Alcool Benzálico			1033	1034	ND	ND	ND	Doce, floral ¹ , frutal ⁴

(Continuando)

Composto	IR exp (DB-WAX)	IR lit (DB-WAX)	IR exp (HP5-MS)	IR lit (HP5-MS)	Abundância (10 ⁵) (DB-WAX)	DP	Área (%) (DB-WAX)	Aroma
Álcool								
1-Octanol			1073	1078	Nd	Nd	Nd	Pão Torrado, Metálico, Floral, Gordurosa, Verde, Queimado, Ervas, Sulforoso ⁴
3-Metil-2-Buten-1- Ol-Acetato			925	926	Nd	Nd	Nd	Banana, Doce, Frutal, Floral, Verde ⁴
[R-(R*,R*)]-2,3- Butanediol	1545	1544			179	0,25	3,50	-
(S)- 1,3-Butanediol,	1584	1579			70,33	0,09	1,37	-
Total					938,66		18,35	-
Aldeído								
Heptanal	1176	1194	903	900	5,66	0,009	0,11	Citrico, Gordura, Ranço1, Frutal, Pesticida, Solvente ⁴
Nonanal	1387	1402	1104	1102	87,33	0,23	1,7	Molho, Verde, Frutado, Gás, Cloro, Floral, , Doce, Melão, Sabão, Gordura, Lavanda, Citrico ⁴
Benzaldeido	1506	1508	956	961	7	0	0,14	-
(E), 2-Decenal	1634	1639	1261	1265	22	0,13	0,43	Sebo ^{1,4} , Verde, Laranja, Gordura ⁴
2-Undecenal	1742	1740	1363	1369	32,67	0,19	0,64	Doce ¹
Total					154,56		3,02	-
Ester								
Acetato De Etila	871	885	607	612	273,33	1,40	5,34	Abacaxi ¹ , Caramelo, Doce, Solvente, Frutal, Laranja, Ácido, Amanteigado, Pungente ⁴

(Continuando)

Composto	IR exp (DB-WAX)	IR lit (DB-WAX)	IR exp (HP5-MS)	IR lit (HP5-MS)	Abundância (10 ⁵) (DB-WAX)	DP	Área (%) (DB-WAX)	Aroma
Ester								
Butirato de etila	1028	1021	802	802	16,5	0,02	0,32	Maçã ¹ , frutal, caju maduro ²
Acetato de isoamila	1115	1118	877	876	129	0,31	2,52	Banana ^{1,3} , esmalte de unha, plástico ³
Hexanoato de etila	1230	1241	1002	1000	113,33	0,17	2,21	Casca de maçã, frutal 1, morango, doce, rolha de vinho ⁴ , menta, caju ³
Benzoato de metila	1607	1608	1091	1096	200	0,22	3,91	Erva, doce ¹ , alface, melância, mel ⁴
Decanoato de metila	1593	1599	1326	1328	12,66	0,08	0,25	Vinho ¹ , uva, frutal ⁴
Octanoato de etila	1433	1420	1199	1195	826,67	0,74	16,16	Frutal, floral, coco ³
Salicilato de metila	1756	1755	1189	1194	186,67	0,12	3,64	Hortelã 1, vinho, doce, frutal ⁴
Benzoato de etila	1654	1640	1168	1171	233,33	0,19	4,56	Frutal, doce ¹ , picante, canela, floral ⁴
3-Fenil-propanoato de etila	1874	1872	1347	1350	6	0,01	0,12	Floral ^{1,4} , doce, agradável
Octanoato de isoamila	1657	1673	1447	1450	8	0,01	0,15	-
3-Metil-3-buten-1-ol-acetato			886	888	ND	ND	ND	-
2-Hexenoato de metila			966	966	ND	ND	ND	-
2-Hexenoato de etila			1046	1046	ND	ND	ND	-

(Continuando)

Composto	IR exp (DB- WAX)	IR lit (DB- WAX)	IR exp (HP5-MS)	IR lit (HP5-MS)	Abundância (10 [^] 5) (DB-WAX)	DP	Área (%) (DB-WAX)	Aroma
Ester								
Butanoic acid, 4-pentenyl ester			1067	1070	ND	ND	ND	-
Octanoato de metila			1126	1128	ND	ND	ND	Laranja ¹ , frutal, verde ⁴
2-Fenilacetato			1255	1256	ND	ND	ND	Rosa, mel, tabaco ¹ , flora, frutal, doce ⁴
Salicilato de etila			1266	1269	ND	ND	ND	Forte, doce, floral ⁴ , verde menta ¹
Metil-2-metoxibenzoato			1339	1335	ND	ND	ND	
Benzoato de butila			1370	1377	ND	ND	ND	Erva, floral, frutal ⁴
Cinamato de metila			1379	1394	ND	ND	ND	Morango ¹ , frutal ⁴
Decanoato de etila			1397	1392	ND	ND	ND	Floral, grama, caju ² , uva ¹
Benzoato de isoamila			1434	1441	ND	ND	ND	-
3-Metil-2-butenil-octanoato			1459	1473	ND	ND	ND	-
Cinamato de etila			1462	1467	ND	ND	ND	Perfume, floral ³
Dodecanoato de etila	1843	1849	1595	1597	186,67	0,17	3,65	Folha ¹ , manga ⁴
2-Fenil-etil-hexanoato			1663	1650	ND	ND	ND	Cera, doce, floral ⁴
Tetradecanoato De Etila			1795	1796	ND	ND	ND	Éter ^{1,4} , Violeta, Óleo ⁴
Butanoato De Metila			998	993	ND	ND	ND	Doce, Frutal, Fresco ⁴

(Continuando)

Composto	IR exp (DB-WAX)	IR lit (DB- WAX)	IR exp (HP5-MS)	IR lit (HP5-MS)	Abundância (10 [^] 5) (DB-WAX)	DP	Área (%) (DB- WAX)	Aroma
Ester								
Acetato De Fenil Etila	1777	1778			31,33	0,02	0,61	Frutal, Doce ¹ , Picante, Canela, Floral ⁴
Butirato De Metil-2-Etila	1044	1064			11,00	0,01	0,22	Maçã ¹ , Doce, Frutal, Morango, Maçã Verde ⁴
3-Metil-3-Butenil Acetato	1191	1182			190,00	0,36	3,71	
Metil Hex-2-Enoato	1283	1272			50,67	0,17	0,99	Abacaxi, Verde, Gordura, Terra ⁴
3-Metil-3-Butenil- Isovalerato	1351	1372			12,00	0,01	0,23	-
Butirato De Hexila	1413	1406			2,00	0,01	0,04	Casca De Maçã ¹ , Frutal ⁴
3-Metil-2-Butenil-Hexanoato	1532	1572			4,50	0,00	0,08	Frutal, Verde, Queijo ⁴
Acetato De Linalila	1553	1555			27,67	0,03	0,54	Doce, Frutal ¹ ,
Decanoato De Etila	1638	1643			1060	0,24	20,69	Doce, Frutado, Resina ^{1, 4}
4-(Z)Decenoato De Etila	1689	1699			16,67	0,01	0,33	-
2-Hidroxibenzoato De Etila	1791	1788			9,33	0,02	0,18	-
2-Fenilacetato	1805	1820			23,00	0,04	0,45	Rosa, Mel, Tabaco ¹ , Flora, Frutal, Doce ⁴
Total					3630,333		70,91	-
Hidrocarboneto								
1,2,3-Trimetilbenzeno			1219	1035	ND	ND	ND	
Estireno	1245	1254			180	0,21	3,52	Plastico, Pvc, Solvente ³ , Doce, Floral, Balsâmico, Picante, Semente ^{1,4}
Naftaleno	1714	1707			9,5	0,005	0,18	Medicinal ⁴ , Alcatrão ¹ , Floral, Frutal, Doce ⁵
Total					189,5		3,70	

(Continuando)

Composto	IR exp (DB- WAX)	IR lit (DB-WAX)	IR exp (HP5-MS)	IR lit (HP5-MS)	Abundância (10 ⁵) (DB-WAX)	DP	Área (%) (DB-WAX)	Aroma
Cetona								
5-Hepten- 6-Metil-2-Ona (sulcatona)			988	985	ND	ND	ND	Pimenta, Cogumelo, Borracha ¹
Acetoína	1277	1271			108,33	0,08	2,11	Manteiga ^{1,4} , Gordura ⁴
Total					108,33		2,11	
Gama-Nonalactona			1360	1362	ND	ND	ND	Coco, Pêssego ¹ , Frutado, Amadeirado ⁴
Gama-Decanolactona			1465	1470	ND	ND	ND	Gordura, Pêssego ¹
Total					ND	ND	ND	
Terpeno								
Limoneno	1181	1193	1024	1030	24,33	0,03	0,47	Frutal, Grama ⁵ , Limão, Laranja ¹ , Verde, Citrico, Frutal ⁴
Cariofileno	1577	1576	1413	1417	25,33	0,02	0,48	Amadeirado, Especiarias ¹ , Frutado, Doce ⁴
α-Terpineol	1694	1680			4,5	0,005	0,1	Pêssego, Anis, Óleo, Frutal, Floral, Menta, Creme Dental ⁴
γ-Terpinene			1038	1030	ND	ND	ND	Citrico, Erva, Frutal, Doce ⁴
Linalol			1099	1104	ND	ND	ND	Floral, Lavanda ¹ , Frutal, Doce, Verde, Floral, Limão ⁴
p-Cmen-7-ol			1310	1291	ND	ND	ND	Floral ⁴
Eugenol			1355	1348	ND	ND	ND	Cravo, Erva, Balsâmico ⁴ , Alho, Mel ¹ ,
Total					54,16		1,05	

(Continuando)

Composto	IR exp (DB-WAX)	IR lit (DB-WAX)	IR exp (HP5-MS)	IR lit (HP5-MS)	Abundância (10 ⁵) (DB-WAX)	DP	Área (%) (DB-WAX)	Aroma
Não identificados								
NI			645	730	ND	ND	ND	-
NI			648	730	ND	ND	ND	-
NI			1114	1075	ND	ND	ND	-
NI			1404	1435	ND	ND	ND	-
NI	1339				6,5	0,005	0,13	-
NI	1499				20,33	0,03	0,40	-
NI	1852	2045			7,33	0,004	0,14	-
NI	1898	2104			5,5	0,005	0,10	-
Total					39,67		0,77	-

ND: composto não detectado; NI: composto não identificado; DP: Desvio padrão (N=3); Referências 1 Acree e Arn (2004); 2 Sampaio *et al.* (2011), 3 Garruti *et al.* (2006), : 4 Pherobase (2011); 5 Zepka *et al.* (2014) a: Composto identificado através do espectro de massa e índice de retenção linear. b: Composto tentativamente identificado somente através do espectro de massa.

(Fim)

6 CONCLUSÕES

As sementes coletadas em resíduos agroindustriais de mangaba mostraram viabilidade de extração de óleo por prensagem a frio, apresentando rendimento de 37% relativo ao conteúdo lipídico total do resíduo. O óleo extraído das sementes apresentou perfil de ácidos graxos similar ao de azeite virgem de oliva, tendo os ácidos graxos insaturados como majoritários, e em especial o ácido oleico.

O óleo apresentou índice acidez acima do permitido pela legislação brasileira, necessitando assim ser submetido a refino, caso se destine à alimentação humana. O perfil de aroma do óleo de semente de mangaba destacou-se dos óleos comerciais de gergelim, de semente de abacate e de azeite de oliva extra virgem caracterizando-se por apresentar notas aromáticas descritas como “semente de mangaba”, “banana caramelizada”, “frutal” e “doce”, que em geral são apreciadas pelos consumidores.

O perfil de compostos voláteis do óleo e da polpa de mangaba apresentaram muitos compostos em comum, sendo que em ambos os ésteres foram a classe química majoritária, seguida pelos álcoois. Os ésteres são usualmente associados a aromas desejáveis descritos como frutal, doce, caramelo, dentre outros, o que explica as notas aromáticas percebidas pelos julgadores no óleo de semente de mangaba, e confirma o potencial de uso do óleo na culinária e em produtos cosméticos, desde que testes complementares comprovem a segurança alimentar e de uso cosmético do produto.

O fato de 1 Tonelada dos resíduos agroindustriais secos da mangaba poderem fornecer 62 quilogramas de óleo potencialmente utilizável na alimentação e em produtos cosméticos, indica a possibilidade de um destino sustentável desses resíduos, lucros adicionais para as agroindústrias que processam a mangaba, além da elaboração de um novo produto com propriedades nutricionais de interesse para a saúde e com características de aroma diferenciadas.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAYEH,O.J. E.A. OKUONGHAE, C.O. Oil content and Oil Quality Characteristics of some Nigerian Oil Seeds, **International Journal of Pure and Applied Sciences and Technology**,v. 1, p.17-23, 1998

ABOAGYE, D., BANADDA, N., KIGGUNDU,N. KABENGE, I. Assessment of orange peel waste availability in ghana and potential bio-oil yield using fast pyrolysis- **Renewable and Sustainable Energy Reviews**. v. 70. , p. 814–821, 2017

ACREE, T.E.; ARN, H. Flavornet – Gas chromatography-olfactometry (CG-O) of natural products. New York State Agricultural Experiment Station. Cornell (EUA): Cornell University. Ano 2005. Disponível <<http://www.nysaes.cornell.edu/flavornet>>. Acesso em: 11 de set. de 2016.

ADAMS,A.N., POLIZZI, V., BOEKEL, M.V.,KIMPE, N. Formation of Pyrazines and a Novel Pyrrole in Maillard Model Systems of 1,3-Dihydroxyacetone and 2-Oxopropanal. **Journal Agriculture Food Chem**. V. 56(6), pg. 2147-53, 2008.

ADE. K. D.; LAL, E. A.; RATHID, A. S. Development and Quality Evaluation of Pineapple Pomace And Wheat Bran Fortified Biscuits. **International Journal of Research in Engineering & Advanced Technology**, v.2, n.3, 2014.

ADORNO, M. A. T. *et al.* Development and Validation of Two Methods to Quantify Volatile Acids (C2-C6) by GC/FID: Headspace (Automatic and Manual) and Liquid-Liquid Extraction (LLE) **American Journal of Analytical Chemistry**,V 5,P. 406-414, 2014

AKBAR.,E., YAAKOB, Z., KAMARUDIN, S.K., ISMAIL, M., SALIMON, J. Characteristic and composition of Jatropha Curcas oil seed from Malaysia and its potential as biodiesel feedstock. **European Journal Scientific Research**, v. 29, n. 3, pp. 396–403, 2009.

ALI MEHDINIA, A.,AZIZ-ZANJANI, M.O. Advances for sensitive, rapid and selective extraction in different configurations of solid-phase microextraction. **Trends in Analytical Chemistry** v. 51, p.13–22, 2013

ALMEIDA, M.M.B., SOUSA, P.H.M., ARRIAGA, A.M.C., PRADO, G.M., MAGALHÃES, C.E.C., MAIA, G.A., LEMOS, T.L.G. Bioactive compounds and antioxidant activity of fresh exotic fruits fromnortheastern Brazil. **Food Research International** p. 2155–2159. 2011

ALSBERG, C. L.; TAYLOR, A. E. The fats and oils: a general view. **Stanford: Food Research Institute**, p.103, 1928.

ALVES, R. E., CARNELOSSI, M. A. G., SILVA, S. M., FIGUEIREDO, R. W. Colheita e pós-colheita. In-**A Cultura da Mangaba**. Eds. Silva Junior, J.F., Ledo, A.S. Aracaju Embrapa Tabuleiros Costeiros, pp. 207-219, 2006.

ANDERSON, D., **A primer on oils processing technology**. In: Hui YH (ed) Bailey's industrial oil and fat products, vol 6. John Wiley, New York, pp 1–60, 2005

ANVISA- Agência Nacional de Vigilância Sanitária- -2005. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) **Resolução RDC no. 270, de 22 de setembro de 2005 - Regulamento Técnico para Óleos Vegetais, Gorduras Vegetais e Creme Vegetal, 2005**

AOAC – Association of Official Analytical Chemists. **Official methods of analysis of the agricultural chemists**. 11th ed. revisada. Washington, 2007.

AOCS - American Oil Chemists' Society. **Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society**. 5th ed. Champaign, USA, 2009.

ARAB-TEHRANY, E., JACQUOT, M., GAIANI, C., MUHAMMAD IMRAN, M. STEPHANE DESOBRY, M.S., LINDER, M. Beneficial effects and oxidative stability of omega-3 long-chain polyunsaturated fatty acids. **Trends in Food Science & Technology**. v. 25, 2012

ARAUJO, L.C.A., RIOS, N.L., V, ARAUJO, A.P. Profile of Antioxidant Activity of Fruits of the Savana Brazilian. **Free Radical Biology and Medicine**. v. 100, Supplement, p. S95, 2016

ARBOS, K. A *et al.* Atividade antimicrobiana, antioxidante e teor de compostos fenólicos em casca e amêndoa de frutos de manga. **Rev. Ceres**, Viçosa, v. 60, n.2, pp. 161-165, 2013

ARRUDA, N.P., HOVELL, A. M. C., REZENDE C. M. Discriminação entre estádios de maturação e tipos de processamento de pós-colheita de cafés arábica por microextração em fase sólida e análise de componentes principais-**Rev. Química Nova**, v. 34, No. 5, pp. 819-824, 2011

ARTHUR, C. L.; PAWLISZYN, J.; Solid phase microextraction with thermal desorption using fused silica optical fibers. **Rev. Analytical Chemistry**, v. 62, 2145, 1990

ASPENSTRÖM-FAGERLUND, B. TALLKVIST, J., ILBÄCK, N. G., GLYNN, A.W. O ácido oleico aumenta a absorção intestinal do substrato BCRP / ABCG2, mitoxantrona, em camundongos. **Rev. Toxicology Letters**. V. 237, p. 133-139, 2015

ASTM. American Society for Testing and Materials Committee E-18 on Sensory Evaluation of Materials and Products. **Guidelines for the selection and training of sensory panel members**. In: ASTM. Special Technical Publication 758, West Conshohocken, PA: ASTM International, p. 5-30, 1981.

AZZI, A. Many tocopherols, one vitamin E. **Rev. Molecular Aspects of Medicine**, Available online 19 June 2017

BAE, S.J. Kim, S., HAHN, J.S. Efficient production of acetoin in *Saccharomyces cerevisiae* by disruption of 2,3-butanediol dehydrogenase and expression of NADH oxidase. **Scientific Reports** V. 6 p. 27667. 2016.

BAIL, S., STUEBIGER, G., UNTERWEGER, H., BUCHBAUER, G. Characterization of various grape seed oils by volatile compounds, triacylglycerol composition, total phenols and antioxidant capacity. **Rev. Food Chemistry**, v. 108, n. 3, pp. 112-1132, 2008.

BATISTA, C.C.R., OLIVEIRA, M.S., ARAUJO, M.E., RODRIGUES, A.M.C., BOTELHO, J.R.S., SOUZA FILHO, A.P.S., MACHADO, N.T., CARVALHO JUNIOR, R.N. Supercritical CO₂ extraction of açai (*Euterpe oleracea*) berry oil: Global yield, fatty acids, allelopathic activities, and determination of phenolic and anthocyanins total compounds in the residual pulp. **Rev. The Journal of Supercritical Fluids**, v. 107, p.364–369, 2016

BHATTACHARY, A., BANUA, J., RAHMANA, M., CAUSEYB, J. FERNANDES, G. Reviews: current topics Biological effects of conjugated linoleic acids in health and disease. **Rev. Journal of Nutritional Biochemistry** v.17, p. 789–810, 2006

BIASOTO, A. C. T.; SAMPAIO, K. L.; MARQUES, E. J. N.; DA SILVA, M. A. A. P. Dynamics of the loss and emergence of volatile compounds during the concentration of cashew apple juice (*Anacardium occidentale* L.) and the impact on juice sensory quality. **Rev. Food Research International**, v. 69, p. 224-234, 2015.

BICCHI, C., CORDERO, C., RUBIOLO, P. A survey on high-concentration-capability headspace sampling techniques in the analysis of flavor and fragrances. **Rev. Journal of Chromatographic Science**, v. 42, 2004

BOTINEȘTEAN, C., HĂDĂRUGĂ, N.G., HĂDĂRUGĂ, D.I., JIANU, I. Fatty Acids Composition by Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS) and most important physicochemical parameters of Tomato Seed Oil. **Journal of Agroalimentary Processes and Technologies**, p. 89-94, 2012

BRASIL (2006), MAPA, Instrução Normativa nº 49, de 22 de dezembro de 2006. Aprova o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade dos Óleos Vegetais Refinados; [Technical specification of identity and quality for vegetables edible oils] a Amostragem; os Procedimentos Complementares; e o Roteiro de Classificação de Óleos Vegetais Refinados, Seção 1, Página 140. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Diário Oficial da União de 26/12/2006. Brasília, Brasil.

BRASIL. Agência Nacional de vigilância Sanitária (Anvisa) Resolução RDC nº 269, de 22 setembro de 2005. Regulamento Técnico sobre a Ingestão Diária Recomendada (Idr) de Proteína, Vitaminas e Minerais. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 23 set. 2005.

BRASIL. ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 270, de 22 de setembro de 2005. Aprova o "Regulamento Técnico para óleos vegetais, gorduras vegetais e creme vegetal". **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 23 set. 2005. Disponível em: <<http://www.anvisa.gov.br/e-legis/>> Acesso em: 24 de mar de 2017

BRUNETON, J.; **Elementos de fitoquímica y farmacognosia**, Editora Acribia: Zaragoza Espanha, 1991

BUTKHUP, L., JEENPHAKDEE, M., JORJONG, S., SAMAPPITO, S., SAMAPPITO, W., & CHOWTIVANNAKUL, S. HS-SPME- GC-MS analysis of volatile aromatic compounds in

alcohol related beverages made with mulberry fruits. **Rev. Food Science and Biotechnology**, pp. 1021-1032, 2011

C. Vasco, J. Ruales, A. Kamal-Eldin **Total phenolic compounds and antioxidant capacities of major fruits from Ecuador Food Chem.**, v. 111, pp. 816-823, 2008

CALABRO, P.S., PONTONI, L., GRACO, R., PIROZZI, F., MALPEI, F. Effect of the concentration of essential oil on orange peel waste biomethanization: Preliminary batch results- **Rev. Waste Management**, v. 48, pp. 440–447, 2016

CALDAS L. S.; MACHADO L. L.; CALDAS S. C.; CAMPOS M. L.; CALDAS J. A.; PHARIS R. P.; PEREIRA-NETTO A. B. Grow-active gibberellins overcome the very slow shoot growth of *Hancornia speciosa*, an important fruit tree from the Brazilian “cerrado”, **Rev. Trees-Structure and Function**, v. 23, pp.1229 – 1235, 2009.

CANUTO, K.M., GARRUTI, D.S., MAGALHÃES, H.C.R. **Microextração em Fase Sólida: Método Analítico Prático para Extração de Compostos Voláteis de Frutas**. Comunicado técnico. ISSN 1679-6535, Abril, 2011

CARDOSO, L. M.; REIS, B. L.; OLIVEIRA, D. S.; PINHEIRO SANT’ANA, H. M.. Mangaba (*Hancornia speciosa* Gomes) from the Brazilian Cerrado: nutritional value, carotenoids and antioxidant vitamins. **Rev. Fruits**, v. 69, pp. 89-99, 2014.

CARNELOSSI M. A. G.; DE SENA H. C.; NARAIN N.; YAGUIU P.; SILVA G. F. Physico-chemical quality changes in mangaba (*Hancornia speciosa* Gomes) fruit stored at different temperatures, **Rev. Brazilian Archives of Biology and Technology**, v.52, pp. 985- 990, 2009

CASTELO-BRANCO, V.N., TORRES, A.G. Capacidade antioxidante total de óleos vegetais comestíveis: determinantes químicos e sua relação com a qualidade dos óleos. **Rev. Nutrição., Campinas**, V. 24(1): pg.173-187, 2011

CHA & CIA, Disponível em: <<http://www.chaecia.com.br>> Acesso em 19 de set de 2016
CHEFE MINEIRIM. Disponível em: <http://www.chefmineirim.com.br/index.php?route=product/product&product_id=185> Acesso em 19 de set de 2016

CHEONG, K.W.; TAN, C.P.; MIRHOSSEINI, H.; HAMID, N.S.A.; OSMAN, A.; BASRI, M. Equilibrium headspace analysis of volatile flavour compounds extracted from soursop (*Annona muricata*) using solid phase microextraction. **Rev. Food Res.Int.**, v.43, 1267–1276., 2010

CHERCHIARA, T.; CHIDICHIMO, G.; RAGUSA, M. I.; BELSITO, E. L.; LIGUORI, A.; ARIOLI, A. Characterization and utilization of Spanish Broom (*Spartium junceum* L.) seed oil. **Industrial Crops and Products**, v. 31, n. 2, p. 423–426, 2010.

CHO, M.K., LIM, H., KIM, M., KIM, D., HWANG, C.E., NAM, S.H., JOO, O.S., LEE, B.W., KIM, J.K., SHIN, E., Time course effects of fermentation on fatty acid and volatile compound profiles of *Cheonggukjang* using new soybean cultivars. **Journal of Food and Drug Analysis** pg 637-653, 2017.

CHOE, E., MIN, D.B. Mechanisms and Factors for Edible Oil Oxidation. **Rev. Comprehensive reviews in foods cience and food safety**, v. 5, 2006

CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION (FAO/WHO). Codex standards for named vegetable oils, CODEX STAN 210-1999 (Amendment-2015). **Codex Alimentarius**, Roma, Italia, 2015.

CODEX ALIMENTARIUS. **Codex Standard for named vegetable oils. Codex Stan 210-1999. Amendment 2005, 2011, 2013.**

CONAB, Companhia Nacional de Abastecimento/Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Mangaba.** Disponível em http://www.conab.gov.br/OlalaCMS/uploads/arquivos/16_08_15_16_03_20_07_-_jul_-_2016_-_conjuntura_mangaba.pdf Acesso em 18 de out 2016

CORAZZA, M.; RODRIGUES, D. G.; NOZAKI, J. Preparação e caracterização do vinho de laranja. **Rev. Química Nova**, v. 24, n. 4, pp. 449-452, 2001.

CORBETT, P. **It's time for an oil change! Opportunities for high-oleic vegetable oils.** Inform, Boulder, v.14, p.480-481, 2003

COSTA-SINGH, T.1 , BITENCOURT, T.B. , JORGE, N.* Caracterização e compostos bioativos do óleo da castanha-de-cutia (*Couepia edulis*). **Rev Inst Adolfo Lutz**. V.71(1):61-8, 2012

DA SILVA, M.A.A.P AND CENDES F, **Sensory: human biology and physiology in Handbook of Meat Poultry & Seafood Quality**, ed by Nollet L, Boylston T, Chen F, Coggins PC, Gloria MB, Hyldig G, *et al.* Blackwell Publishing, Oxford, pp.45–60. 2007

DAUD, M.N.H., FATANAH, D.N., ABDULLAH, N., AHMAD,R., Evaluation of antioxidant potential of *Artocarpus heterophyllus* L. J33 variety fruit waste from different extraction methods and identification of phenolic constituents by LCMS, **Rev. Food Chemistry**. Available online 5 April , 2017

DONADEL, J.Z., NORBERG, J.L., KESSLER, J.D., OSÓRIO, J.C.S., OSÓRIO, M.T.M., WAGNER, R. Análise qualitativa de compostos voláteis do headspace de carne cozida de ovinos e caprinos. **Rev. Ciência Rural**, v.43, n.11, 2013

EL-ADAWY, T.A., TAHA, K.M. Characteristics and composition of different seed oils and flours. **Rev. Food Chemistry** v. 74, pp. 47–54, 2001

ELFALLEH, W., YING, M., NASRI, N., SHENG-HUA, H., GUASMI, F., & FERCHICHI, A. Fatty acids from Tunisian and Chinese pomegranate (*Punica granatum* L.) seeds. **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, v.62 (3), pg. 200-206. 2011

EMBRAPA- Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Adubando para alta produtividade e qualidade: fruteiras tropicais do Brasil** /Embrapa Agroindústria Tropical, Boletim 18. ISBN 978-85-89946-09-4, 238 p., 2009

EMBRAPA- Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária- **Produção vegetal- mangaba ganha repositório digital atualizado**. Disponível em: < <https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/13680863/mangaba-ganha-repositorio-digital-atualizado>> 2016. Acesso em 12 de abr de 2017

EMBRAPA- Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária-**Produção vegetal Transferência de Tecnologia: Mangaba será trabalhada no tocatins** Disponível em: < <https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/2214434/mangaba-sera-trabalhada-no-tocantins>>2014. Acesso em 11 de abr de 2017

EMBRAPA- Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária-- **Soja na alimentação: Composição química e propriedades** . Acesso em 01 de dezembro de 2017. Disponível em: http://www.cnpso.embrapa.br/soja_alimentacao/index.php?pagina=23

EPSTEIN, L. Mangaba: coisa boa de comer. **Rev. Bahia Agrícola**, Salvador, v. 6, n. 2, p. 1-4, jun. 2004.

ESPÍNDOLA, A. C. M.; FERREIRA, E. G. Aspectos nutricionais e adubação da mangabeira. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO SOBRE A CULTURA DA MANGABA, 1., 2003, Aracaju.**Resumos...**Aracaju: Embrapa-CPATC, 2003..

ETTRE, L. S. The kováts retention index system. **Rev. Analytical Chemistry**, v.36, n.8, p.31A-41A, 1964.

EZEH, O., GORDON, M.H., NIRANJAN, K. Enhancing the recovery of tiger nut (*Cyperus esculentus*) oil by mechanical pressing: Moisture content, particle size, high pressure and enzymatic pre-treatment effects. **Rev. Food Chemistry**. V. 194,n. 1, pp 354-361, 2016

FELLOWS, P.J. **Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática**- 2ª edição. Editora: Artemed, 602 p, 2006

FENNEMA, O.R., PARKIN, K.L., DAMODARAN, S. **Química de alimentos de Fennema**. 4ª ed.- 900p, Porto Alegre: Artmed, 2010.

FERREIRA, E.G; MARINHO, S.J.O. Produção de frutas da mangabeira para consumo in natura e industrialização. **Rev. Tecnologia e Ciência Agropecuária**, . v.1, n.1, p.9-14, set. 2007

FERREIRA, H.C., SERRA, C.P., ENDRINGER, D.C., LEMOS, V.S., BRAGA, F.C., CORTES, S.F., Endothelium-dependent vasodilation induced by Hancornia speciosa in ratsuperior mesenteric artery. **Rev. Phytomed** v.14, p. 473–478. 2007b
FIB- Food Ingredients Brasil- **Dossiê dos óleos**- Rev. Nº 31-2014. Disponível em <<http://www.Rev.-fi.com/materias/416.pdf>> Acesso em 28 de Out de 2016

FIRESTONE, D. **Physical and chemical characteristics of oils, fats and waxes**. AOCS Press (1999)

FRANCO, B.D.G.M., FRANCO, M.L., DESTRO, M.T. **Microbiologia dos alimentos**. Editora Atheneu, p. 15, 2005

FRANCO, M. R. B.; JANZANTTI, N. S. Avanços na metodologia instrumental da pesquisa do sabor. Cap.01, pp.17-28. In: FRANCO, M.R.B. (Ed.). *Aroma e Sabor de Alimentos: temas atuais*. São Paulo: Varela, 2004.

FREIRE, M.T.A., BOTTOLI, C.B.G., REYES, F.G.R., FABRIS, S. Contaminantes voláteis provenientes de embalagens plásticas: desenvolvimento e validação de métodos analíticos. **Quim. Nova**, V. 31, No. 6, p. 1522-1532, 2008

FRUTOS DO BRASIL, Disponível em <<http://www.frutosdobrasil.com.br/pt/produtos/sorvetes/mangaba>> Acesso em 19 de set de 2016

GANGA, R. M. D.; CHAVES, L. J.; NAVES, R. V. Parâmetros genéticos em progênes de *Hancornia speciosa* Gomes do Cerrado. **Rev. Scientia Forestalis**, v.37, p.395-404, 2009.

GANGA, R. M. D.; FERREIRA, G. A.; CHAVES, L. J.; NAVES, R. V.; NASCIMENTO, J. L. Caracterização de frutos e árvores de populações naturais de *Hancornia speciosa* Gomes do Cerrado. **Rev. Brasileira de Fruticultura**, v.32, p.101-113, 2010.

GARRUTI, D. S. **Composição de Voláteis e Qualidade de Aroma do Vinho de Caju**. 2001. Tese de Doutorado em Ciência de Alimentos. Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2001.

GARRUTI, D. S.; FRANCO, M. R. B.; Da SILVA, M. A. A. P.; JANZANTI, N. S.; ALVES, G. L. Evaluation of volatile flavour compounds from cashew apple (*Anacardium occidentale* L) juice by the Osme gas chromatography/ olfatometry technique. **Rev. Journal of the Science of Food and Agriculture**, V. 83, n.14, p.1455-1462, 2003.

GELPÍ, E., LA PAZ, M. P., TERRACINI, B., ABAITUA, I., LA CÁMARA, A.G., KILBOURNE, E.M., LAHOZ, C., NEMERY, B., PHILEN, R.M., SOLDEVILLA, L., TARKOWSKI, S. The Spanish Toxic Oil Syndrome 20 Years after Its Onset: A Multidisciplinary Review of Scientific Knowledge. (WHO/CISAT Scientific Committee for the Toxic Oil Syndrome). **Environmental Health Perspectives**, v. 110, n.5, 2002

GONÇALVES, L. G. V.; ANDRADE, F. R.; MARIMON JÚNIOR, B. H.; SCHOSSLER, T. R.; LENZA, E.; MARIMON, B. S. Biometria de frutos e sementes de mangaba (*Hancornia speciosa* Gomes) em vegetação natural na região leste de Mato Grosso, Brasil. **Rev. de Ciências Agrárias**, Lisboa, v. 36, n. 1, p. 31-40, 2013

GUINAZ, M.; MILAGRES, R. C. R. M.; PINHEIRO-SANT'ANA, H. M.; CHAVES, J. B. P. Tocoferóis e tocotrienóis em óleos vegetais e ovos. **Rev. Química Nova**, São Paulo, v.32, n.8, 2009.

GUSSO, A.P. *et al.* Comparison of different analytical methods for quantification of lipids in ricotta cream. **Rev. do Instituto de Laticínios "Cândido Tostes"**, n. 389, v. 67, p. 51-55, 2012.

GUSTONE, F. **Vegetable oils in food technology: Composition, properties and uses**. 2.ed 337p..2002.

GUSTONE, F.D. **Vegetable oils in food technology :composition, properties and uses** / edited by Frank D. Gunstone. – 2nd ed. p. 272 , 2002.

GUTIÉRREZ,L.F., QUINONES-SEGURA, Y., SANCHES-REINOSO, Z., DIAS, D.L., ABRIL, J.I. Physicochemical properties of oils extracted from γ -irradiated Sacha Inchi (*Plukenetia volubilis* L.) seeds. **Rev. Food Chemistry**, v. 237, n.15, p. 581-587, 2017

HARO, A.M., ARTACHO, R., VIQUE-CABRERA, C. Acido linoleico conjugado: Interés actual em nutricion humana. **Med Clin (Barc)**.p. 508, 2006;

HERNÁNDEZ-CARRANZA, P; J.A. GUERRERO-BELTRÁN, J.A.G; CORONA-JIMÉNEZ, E; C.E. OCHOA-VELASCO, C.E. Optimization of Antioxidant Compounds Extraction from Fruit By-Products: Apple Pomace, Orange and Banana Peel. **Journal of food processing and preservation** p. 103-115 v.40, 2016

HUSSEIN,J.S. Cell membrane fatty acids and health, Int. **J. Pharm. Pharm. Sci.** V.5, p. 38–46, 2013

IAL. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz v.1: **métodos químicos e físicos para análise de alimentos**. 4º ed. São Paulo, 2005

IBGE- Insituto Brasileiro de Geografia e Estatistica- **Banco de dados agregados/ Produção-Brasil-Setembro de 2016**. Disponível em <<http://www.sidra.ibge.gov.br/bda/default.asp?t=5&z=t&o=1&u1=1&u2=1&u3=1&u4=1&u5=1&u6=1&u7=1&u8=1&u9=1&u10=1&u11=1&u12=3&u13=1&u14=26674&u15=1&u16=1&u17=1>> Acesso em 24. Out de 2016

IBGE Insituto Brasileiro de Geografia e Estatistica. Produção da extração vegetal e silvicultura / **Continuação dos periódicos: Produção extrativa vegetal e silvicultura**.ISSN 0103-8435, IBGE. - v.29 ,2014

IBGE- Instituto Brasileiro de Geografia e Estatistica- Disponível em: <[ftp://ftp.ibge.gov.br/Producao_Agricola/Producao_Agricola_Municipal_\[anual\]/2013/pam2013.pdf](ftp://ftp.ibge.gov.br/Producao_Agricola/Producao_Agricola_Municipal_[anual]/2013/pam2013.pdf)>Acesso em 23 de mar de 2017.

INTERNATIONAL OLIVE OIL COUNCIL. **International trade standards applying to olive oils and olive** – residue oils. COI/T. 15/NC no 1. Madrid.2015

IXTAINA, V. Y.; MARTÍNEZ, M. L.; SPOTORNO, V.; MATEO, C. M.; MAESTRI, D. M.; DIEHL, B. W.; NOLASCO, S. M.; TOMÁS, M. C. Characterization of chia seed oils obtained by pressing and solvent extraction. **Journal of Food Composition and Analysis**, v.24, p.166-174, 2011.

JALES, K. A.; MAIA, G. A.; GARRUTI, D. S.; SOUZA NETO, M. A.; JANZANTTI, N. S.; FRANCO, M. R. B. Evaluacion de los compuestos odoriferos del jugo de maracaya amarillo por GC-MS y GC-O (OSME). **Noticias técnicas del laboratorio**, V. 3, p. 1-3, 2005.

JENNINGS, W.G.; SHIBAMOTO, T. **Qualitative analysis of flavor and fragrance volatiles by glass capillary gas chromatography**. San Francisco Academic Press, 472p., 1985.

JIAO, J., LI, Z.G., GAI, Q.Y., LI, X.J., WEI, F.Y., FU, Y.J., WEI, M. Microwave-assisted aqueous enzymatic extraction of oil from pumpkin seeds and evaluation of its physicochemical properties, fatty acid compositions and antioxidant activities. **Rev. Food Chemistry**, v. 147, p. 17-24, 2014.

JORDÁN, M.J.; GOODNER, K.L.; SHAW, P.E. Characterization of the aromatic profile in aqueous essence and fruit juice of yellow passion fruit (*Passiflora edulis* Sims F. *Flavicarpa* Degener) by GC-MS and GC/O. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, V. 50 (6), p.1523-1528; 2002.

JORGE N, LUZIA, D.M.M. Caracterização do óleo das sementes de *Pachira aquatica* Aublet para aproveitamento alimentar. **Ver. Acta Amazonica** V. 42, 2012.

JORGE, N. **Química e tecnologia de óleos vegetais** / Neuza Jorge.– São Paulo: Cultura Acadêmica : Universidade Estadual Paulista, Pró-Pró-Reitoria de Graduação, p.165, 2009.

JUNG, M. Y. , BOCK, J. Y. S., LEE, T. K., KIM, J.H. Pyrazine contents and oxidative stabilities of roasted soybean oils. **Rev. Food Chemistry**, Vol. 60, No. 1, pp. 95102, 1997

KARMOWSKI, J., HINTZE, V., KSCHONSEK, J., KILLENBERG, M. , BÖHM, V. Antioxidant activities of tocopherols/tocotrienols and lipophilic antioxidant capacity of wheat, vegetable oils, milk and milk cream by using photochemiluminescence. **Food Chemistry**, p. 593–600, 2015

KATAOKA, H. News trends in sample preparation for clinical and pharmacological analysis. **Trends in Analytical Chemistry**, v. 22, p. 232-244, 2003.

KATAOKA, H.; LORD, H.; PAWLISZYN, J. Applications of solid-phase microextraction in food analysis. **Journal of Chromatography A**, Amsterdam, v. 880, p. 36-62, 2000.

KHATTAB, R., C. REMPEL, M. SUH, U. Thiyam Quality of canola oil obtained by conventional and supercritical fluid extraction American. **Journal of Analytical Chemistry**, v. 3 pp. 966-976, 2012

KNOTHE, G. Structure indices in FA chemistry. How relevant is the iodine value?. **Journal of American Oil Chemical Society**, v. 79, n. 9, p. 847-854, 2002.

KOBORI, C.N. JORGE, N. Caracterização dos óleos de sementes de frutas como aproveitamento de resíduos Industriais **Ciênc. agrotec.**, Lavras, v. 29, 2005

KOJOUR, M.A.M., EBRAHIMI-BAROUGH, S., KOUCHESFEHANI, H.M., JALALI, H., EBRAHIM, M.H.K., Oleic acid promotes the expression of neural markers in differentiated human endometrial stem cells. **Journal of Chemical Neuroanatomy**. V. 79, p. 51-57, 2017.

KOLB, B. **Headspace sampling with capillary column. Journal of Chromatography** , v. 842, p. 163-205,1999.

KOUBAA, M., MHEMDI, H., VOROBIEV, E. Influence of canola seed dehulling on the oil recovery by cold pressing and supercritical CO₂ extraction **Journal of food engineering**, vol 182, 18-25p. 2016

KOZŁOWSKA, M., GRUCZYŃSKA, E., ŚCIBISZ, I., RUDZIŃSKA, M. Fatty acids and sterols composition, and antioxidant activity of oils extracted from plant seeds. **Rev. Food Chemistry**. v. 213, pg 450-456, 2016

KRASODOMSKA, O; JUNGNICHEL, C. Viability of fruit seed oil O/W emulsions in personal care products. **Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects**, v 481 p. 468–475, 2015

KUBOTA, T. **Contribuição à química dos compostos voláteis dos frutos do nordeste: *Hancornia Speciosa* Gomes/** Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Sergipe, 2007

KUHNT, K. *et al.* Searching for health beneficial n-3 and n-6 of flaxseed oil obtained by diferente extraction techniques, **Rev. LWT- food Science and technology**, v53, n.1, p. 338-345, 2012

LINTON, L.H., , C.M., PAWLISZYN, J. Automation of solid-phase microextraction. **Rev. Journal of Separation Science**, v. 28, p.2010-2022, 2005

LACHMAN, J. HEJTMÁNKOVÁ, A., ORSÁK, M., POPOV, M. MARTINEK, P. Tocotrienols and tocopherols in colored-grain wheat, tritordeum and barley. **Food chemistry**, 2017

LEÃO, K. M. M.; SAMPAIO, K. L.; PAGANI, A. A.C.; DA SILVA, M. A. A. P. Odor potency, aroma profile and volatiles composition of cold pressed oil from industrial passion fruit residues. **Rev. Industrial Crops and Products**, V. 58, pp. 280–286, 2014.

LEDERMAN, I. E.; BEZERRA, J. E. F. Situação atual e perspectivas da cultura da mangaba no Brasil. In: Simpósio brasileiro sobre a cultura da mangaba, 1., 2003, Aracaju. **Anais...Aracaju: Embrapa-CPATC**, 2003.

LEDERMAN, I. E.; SILVA JUNIOR, J. F. ; BEZERRA, J. E. F.; ESPÍNDOLA, A. C. de MELO. **Mangaba (*Hancornia speciosa* Gomez)**. In: LEDERMAN, I. E. Série Frutas Nativas, Jaboticabal: Funep, p. 35, 2000

LIKENS, S.T.; NICKERSON, G.B. Detection of certain hop oil constituents in brewing products. **Proceedings of the American Brewing Chemist**, Bensenville, IL, V.5, n.5, p.5-13, 164

LIMA, E. D. P. DE A.; LIMA, C. A. DE. A.; ALDRIGUE, M. L.; GONDIM, P. J. S. Caracterização física e química dos frutos da umbu-cajazeira (*Spondias* spp.) em cinco estádios de maturação da polpa congelada e néctar. **Rev. Brasileira de Fruticultura**, v.24, p.338-343, 2002.

LIMA, I.L.P., SCARIOT, A. **Boas práticas de manejo para o extrativismo sustentável da Mangaba**– Brasília: Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, p. 68, 2010.

LIMA, J.P., FANTE, C.A., PIRES, C.R.F., NUNES, E.E., ALVES, R.R., ELIAS, H.H.S., NUNES, C.A., BOAS, E.V.B.V. The antioxidative potential and volatile constituents of mangaba fruit over the storage period. **Rev. Scientia Horticulturae** v.194, p. 1–6, 2015a

LIMA, J.P., PIRES, C.R.F., NUNES, C.A., NASSUR, R.C.M.R., ELIAS, H.H.S. DE B. VILAS BOAS, E.V. Volatile profile of mangaba fruit stored under modified atmosphere. **Rev. acta Horticulture**. p. 541-549. 2015b

LIMA, J.P., RODRIGUES, L. F., MONTEIRO, A. G. D. P., VILAS BOAS, E.V.B. Climacteric pattern of mangaba fruit (*Hancornia speciosa* Gomes) and its responses to temperature) **Rev. Scientia Horticulturae**, v. 197, p. 399–403, 2015 c.

LIMA, J.P., AZEVEDO, L., SOUZA, N.J., NUNES, E.E., VILAS BOAS, E.V. DE B.,. First evaluation of the antimutagenic effect of mangaba fruit in vivo and its phenolic profile identification. **Rev. Food Research International**. v. 75, p. 216–224. 2015d

LOTTENBERG, A.M.P. Importância da gordura alimentar na prevenção e no controle de distúrbios metabólicos e da doença cardiovascular. **Arq Bras Endocrinol Metab**. 2009;

LOUSADA JUNIOR, J. E; COSTA, J.M.C; NEIVA, J.N.M; RODRIGUEZ, N.M. . Caracterização físico-química de subprodutos obtidos do processamento de frutas tropicais visando seu aproveitamento na alimentação animal. **Rev. Ciência Agronômica**, v.37, n.1, p.70-76, 2006

LUNN, J., THEOBALD, H.E. The health effects of dietary unsaturated fatty acids. **Rev. Nutrition Bulletin**, v. 31, p. 178–224. 2006

LUTTERODT, H., SLAVIN, M., WHENT, M., TURNER, E., YU, L. . Fatty acid composition, oxidative stability, antioxidant and antiproliferative properties of selected cold-pressed grape seed oils and flours. **Rev. Food Chemistry**, v.194 pg, 354–361, 2016

LUZIA, D.M., JORGE, N. Bioactive substance contents and antioxidant capacity of the lipid fraction of *Annona crassiflora* Mart. Seeds. **Rev. Industrial Crops and Products**, pp. 231–235. 2013

MAHAN, L. K.; ESCOTT-STUMP, S. **Krause: alimentos, nutrição e dietoterapia**. 13. ed. São Paulo: Roca, 1636 p., 2013

MANDARINO, J. M. G. **Tecnologia para produção do óleo de soja**: descrição das etapas, equipamentos, produtos e subprodutos. Roessing. 2.ed. – Londrina: Embrapa Soja, 2015.

MANICA, I. **Frutas nativas, silvestres e exóticas 2**: técnicas de produção e mercado. Feijoa, figo-da-índia, fruta-pão, jaca, lichia, mangaba. Porto Alegre: Cinco Continentes, p.459- 540, 2002

MARINHO, D.G; ALVIANO,D.S; MATHEUS, M.E; ALVIANO, C.S; FERNANDES, P.D. The latex obtained from *Hancorniaspeciosa* Gomes possesses anti-inflammatory activity. **Journal of Ethnopharmacology**. v.135, p. 530-53, 2011

MARTINEZ, M. L.; MARIN, M. A.; FALLER, C. M. S.; REVOL, J.; PENCI, M. C.; RIBOTTA, P. D. Chia (*Salvia hispanica* L.) oil extraction: Study of processing parameters. **LWT – Rev. Food Science and Technology**, v.47, p.78-82, 2012.

MARTÍNEZ-GONZÁLEZ, M.A.; SALAS-SALVADÓ,J., ESTRUCH,R., CORELLA, D., M. FITÓ, M. ROSSE, E. Benefits of the Mediterranean diet: insights from the PREDIMED study, **Progress in Cardiovascular Disease**, v. 58 p. 50-60, 2015

MARTINS, C.R.; FARIAS, R.M. Produção de alimentos x desperdício: tipos, causas e como reduzir perdas na produção agrícola. **Rev. Faculdade de Zootecnia, Veterinária e Agronomia**, v.9, n.1, p.83-93, 2002.

MAT, M., YOUSOFF, M., GORDON, H., NIRANJAN, K., Extração de óleo assistido com enzimas aquosas a partir de sementes oleaginosas e métodos de emulsificação de emulsão: uma revisão. **Trends and food Science and technology**, v. 41, p. 60-, 2015

MATIAS, M.F.O.; OLIVEIRA, E.L.; GERTRUDES, E.; MAGALHÃES, M.A. Use of fibres obtained from the cashew (*Anacardium occidentale*, L) and guava (*Psidium guayava*) fruits for enrichment of food products. **Rev. Brazilian Archives of Biology and Technology**, Curitiba, v.48, p.143-150, 2005

MEHDINIA, A., MOHAMMAD, O. A. Advances for sensitive, rapid and selective extraction in different configurations of solid-phase microextraction. **Rev. Trends in Analytical Chemistry** v.51, p. 13–22, 2013

MEILGAARD, M.; CIVILLE, G. V.; CARR, B. T. **Sensory evaluation techniques**. Boca Raton, USA: CRC Press/Taylor & Francis, 448p., 2007.

MELLO, A.A., TRUGO, L.C.. **Tipificação odorífera dos compostos voláteis do café**. Aroma e sabor de alimentos: Temas atuais. São Paulo, Editora Varela.: 169-176 p. 2003.

MELO, P. S.; BERGAMASCHI, K. B.; TIVERON, A. P.; MASSORIOLI, A. D.; OLDONI, T. L. C.; ZANUS, M. C.; PEREIRA, G. E.; ALENCAR, S. M. Composição fenólica e atividade antioxidante de resíduos agroindustriais. **Rev. Ciência Rural**,v. 41, p.1089, 2011

MORAES,T.M, RODRIGUES, C.M, KUSHIMA, H, BAUAB, T,M. VILLEGAS, W.V. CLÁUDIA HELENA PELLIZZON, C.H. BRITO, A.R.M. S HIRUMA-LIMA, C.A. *Hancornia speciosa*: Indications of gastroprotective, healing and anti-*Helicobacter*. **Journal of Ethnopharmacology** p. 161-8, 2008

MORETTO, E.; FETT, R. **Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos**. São Paulo: Varela, 1998

MOSKOWITZ, H. R. **Product testing and sensory evaluation of foods**. Wesport: Food & Nutrition Press, 605p., 1983.

MOTA, D. M. da; SCHMITZ, H.; JÚNIOR, J. F. da S. Atores, canais de comercialização e consumo da mangaba no nordeste brasileiro. **Rev. de Economia e Sociologia Rural**, Brasília, v. 46, pp. 121-143, 2008.

MPAGALILE, J.J., HANNA, M.A., WEBER, R. Design and testing of a solar photovoltaic operated multi-seeds oil press. **Rev. Renewable Energy**, v. 31, pp. 1855-1866, 2006.

NARAIN, N. **Situação atual e perspectivas para o cultivo da mangaba no estado de Sergipe**. 2007. Disponível em: Acesso em: <https://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Repositorio/f_13_2007_000ght48o5h02wx5ok05vadr1ie1mreu.pdf> 11 de out de 2016.

NARAIN, N.; GALVÃO, M.S.; MADRUGA, M.S. Volatile compounds captured through purge and trap technique in cajá-umbu (*Spondias* sp.) fruits during maturation. **Rev. Food Chemistry**, 102, p. 726-731, 2007b.

NARAIN, N, GALVÃO, M.S., FERREIRA, D.S., NAVARRO, D.M.A.F., Biogeração de sabor na fruta Mangaba (*Hancornia speciosa* Gomes). **Rev. Brasileira de Engenharia de Biosistemas**, pp. 25-31, 2007^a.

NASCIMENTO, R.S.M, CARDOSO, J.A; COCOZZA, F.D.M .Caracterização física e físico-química de frutos de mangabeira(*Hancornia speciosa* Gomes) no oeste da Bahia **Rev.Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.18, n.8, p.856–860, 2014.

NASOPOULOU, C., I. ZABETAKIS, I. Benefits of fish oil replacement by plant originated oils in compounded fish feeds. A review. **Rev. Food Science and Technology**. v.47 , p. 217-224. 2012

NIELSEN, D.R. , YOON, S-H., YUAN, C.L., PRATHER, K.L.J. Biotechnol. J. Metabolic engineering of acetoin and meso-2,3-butanediol biosynthesis in *E. coli*, V.5, pg 274-284, 2010. **Biotechnology Journal**, v. 5(3):pg.274-84. 2010

NOGUEIRA, J.P. Compostos voláteis, poder odorífero e perfil de aroma de óleo extraído de resíduos do processamento de graviola (*Annona muricata* L.) / **Dissertação** (mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal de Sergipe, 2015.

NOWARK. Disponível em: <http://www.nowak.com.br/prensas/prensa-hidraulica-manual/ph12-prensa-hidraulica-nowak-15-ton-com-manometro-ref-1603>. Acesso em 03 de jan de 2017

NUNES, S. P. **Produção e consumo de óleos vegetais no Brasil**, 2007. Disponível em: <http://www.deser.org.br/documentos/doc/Produ%E7%E3o%20e%20consumo%20de%20F3leos%20vegetais.p> Acessado em 07 out. 2016.

O'REILLY, J., WANG, O., SETKOVA, L., HUTCHINSON, J.P., CHEN, Y., LORD, OETTERER, M.; REGITANO-D'ARCE, M.A.B.; SPOTO, M.H. Fundamentos de ciência e tecnologia de alimentos. São Paulo: Ed. Manole, 2006

OGUNNIYI D.S., Castor oil: A vital industrial raw material. **Rev. Bioresource Technology**, v. 97, p. 1086–1091, 2006

OKPOKWASILI, G. C.; MOLOKWU, C. N. Yeast and mould contaminants of vegetable oils. **Bioresource Technology**, v. 57, p. 245-249, 1996.

OLEGÁRIO, L. S. Perfil de Voláteis, de Aroma, de Vitamina E, Ácidos Graxos em Óleos Extraídos de Resíduos Agroindustriais de Uva (*Vitis* spp.) por Prensagem a Frio. 2016. 142p. [Dissertação]. São Cristóvão: Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Sergipe, 2016.

OLVEIRA, G., OLVEIRA, C., ACOSTA, E., ESPILDORA, F. GARRIDO-SANCHEZ, L., EVA ESCOBAR, E.G., ROJO-MARTÍNEZ, G., GONZALO. M., FEDERICO SORIGUER, F. La suplementacion con acidos grasos mejora parametros respiratorios, inflamatorios y nutricionales en adultos con fibrosis quística. **Rev. Arch Bronconeumol.**;v. 46(2), p. 70–77, 2010

ORDOÑEZ PEREDA, J. A.; RODRIGUEZ, M. I. C.; ALVAREZ, L. F.; SANZ, M. L. G.; MINGUILLÓN, G. D. G. F. **Tecnología de alimentos –Alimentos de origem animal**, Porto Alegre: Artmed., v. 2 , 294p, 2005.

ORSAVOVA, J.; MISURCOVA, L.; AMBROZOVA, J. V.; VICHA, R.; MLCEK, J. Fatty Acids Composition of Vegetable Oils and Its Contribution to Dietary Energy Intake and Dependence of Cardiovascular Mortality on Dietary Intake of Fatty Acids. **International Journal of Molecular Sciences**, v.16, pg 12871-12890, ISSN 1422-0067, 2015.

OSAWA, C. C.; GONCALVES, L. A. G.; Da SILVA, M. A. A. P. Odor Significance of the Volatiles Formed During Deep-Frying With Palm Olein. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, V. 90, n.2, p. 183-189, 2013.

OSAWA, C. C.; GONCALVES, L. A. G.; DA SILVA, M. Odor Significance of the Volatiles Formed During Deep-Frying With Palm Olein. **Journal of the American Oil Chemists Society**, v. 90, n. 2, p. 183-189, ISSN 0003-021X, Feb 2013.

OYELEKE, G.O.; AFOLABI, O.; OLAYIWOLA, O.A. ADETORO, R.O. Oil Quality Characteristics and Effects of Temperature Variations on Some Functional Properties of Horse Eye (*Dioclea reflexa*) Seed Flour. **IOSR Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology**, v. 2, n. 2, p. 38-42, 2012.

PAWLISZYN, J. Handbook of solid phase microextraction, **Rev. Chemical Industry Pressa**, Beijing, 2009

PEARSON, D. The Chemical Analysis of Food, 8th ed. J. A. Churchill, London, p. 535, 1981.

PENA-PEREIRA, F., LAVILLA, I.; BENDICHO, C. Miniaturized preconcentration methods based on liquid-liquid extraction and their application in inorganic ultratrace analysis and speciation: A review. **Spectrochimica Rev. Acta** 64:1, 2009.

PEREIRA, A. V.; PEREIRA, E. B. C.; SILVA JÚNIOR, J. F.; SILVA, D. B. Mangaba. In: VIEIRA, R. F. *et al.* **Frutas Nativas da região Centro-Oeste do Brasil**. Brasília: Embrapa Recursos Genéticos e Biotecnologia, Cap. 12, pp. 188 – 213, 2006

PEREIRA, A.C; PEREIRA, A.B; MOREIRA, C.C.L; BOTION, L.M; LEMOS, V.S; BRAGA, F.C.; CORTES. *Hancorniaspeciosa* Gomes (Apocynaceae) as a potential anti-diabetic drug. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 161, pp. 30-35, 2015

PÉREZ-JIMÉNEZ, J. SAURA-CALIXTO, F. ARRANZ, S.; Antioxidant capacity of walnut (*Juglans regia* L.): contribution of oil and defatted matter. **Journal European Food Research and Technology**, 227:425–431, 2008.

PHEROBASE (2011). Disponível em: <www.pherobase.com/database/kovats/kovatsindex.php>. Acesso em: 10 de set de 2017.

PLUTOWSKA, B.; WARDENCKI, W. Aromagrams – aromatic profile in the appreciation of food quality. **Food Chemistry**, v. 101, p. 845-872, 2007.

POLÁŠKOVÁ, P.; HERSZAGE, J.; EBELER, S. E. Wine flavor: chemistry in a glass. **Chemical Society Reviews**, n. 37, p. 2478 – 2489, 2008

PRASAD, N. B. L.; AZEEMODDIN, G. Characteristics and composition of guava (*Psidium guajava* L.) seed and oil. **Journal of the American Oil Chemistry Society**, Chicago, v. 71, n. 4, 1994.

PUANGSRI, S.M. ABDULKARIM and H.M. GHAZALI, Properties of carica papaya (papaya) seed oil following extractions using solvent and aqueous enzymatic methods t. **Journal of Food Lipids** pg. 62–76, 2005

PUIG, P.; BORRULL, F.; CALULL, M.; AGUILAR, C. Sorbent preconcentration procedures coupled to capillary electrophoresis for environmental and biological applications. **Analytica Chimica Acta**, v. 616, p. 1–18, 2008.

QUEIROZ, S.C.N., COLLINS, C.H., JARDIM, I.C.S.F Métodos de extração e/ou concentração de compostos encontrados em fluidos biológicos para posterior determinação cromatográfica. **Rev. Química Nova**, Vol. 24, No. 1, 68-76, 2001.

R. KHATTAB, C. REMPEL, M. SUH, U. THIYAM. Quality of canola oil obtained by conventional and supercritical fluid extraction. **American Journal of Analytical Chemistry**, v. 3 pp. 966-976, 2012

RABAD, A., ALVAREZ-ORTÍ, M., GOMEZ,R.R., ALVARRUIZ, A., PARDO, J., Optimization of pistachio oil extraction regarding processing parameters of screw and hydraulic presses. **LWT - Food Science and Technology**, V. 83, p. 79-85, 2017

RAMALHO, H. F.; SUAREZ, P. A. Z. A Química dos Óleos e Gorduras e seus Processos de Extração e Refino. **Rev. Virtual Química**, v. 5, p. 2-15.,2013

REINECCIUS, G. & PERTERSON, D – **Principles of food flavor analysis-Instrumental Assessment of Food Sensory Quality**. Oxford, United Kingdom: Woodhead Publ.Pages 53–102, 2013

REINECCIUS, G. **Flavor chemistry and technology**. 2.ed. CRC Press Taylor & Francis Group: Boc-a Raton, FL, EUA, 489p. 2006.

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. Química de alimentos. 2 ed. São Paulo: Editora Edgard Blucher, 184 p. 2007.

ROCKENBACH, I.I., RODRIGUES, E. GONZAGA, L.V. FETT, R. Composição de ácidos graxos de óleo de semente de uva (*Vitis vinifera* L. e *Vitis labrusca* L.) Braz. **Journal of Food Science and Technology**, III SSA, 2010

ROMBAUT, N.; SAVOIRE, R.; THOMASSET, B.; CASTELLO, J.; HECKE, E. V.; LANOISELLÉ, J-L. Optimization of oil yield and oil total phenolic content during grape seed cold screw pressing. **Industrial Crops and Products**, v. 63, p. 26–33, 2015.

ROSA, A., MAXIA, A., PUTZU, D., ATZERI, A., ERA, B., FAIS, A., SANNA, C., PIRAS, A. Chemical composition of *Lycium europaeum* fruit oil obtained by supercritical CO₂ extraction and evaluation of its antioxidant activity, cytotoxicity and cell absorption. **Food Chemistry**, v. 230, p. 82–90, 2017

ROY, B. C.; GOTO, M.; HIROSE, T. Temperature and pressure effects on supercritical CO₂ extraction of tomato seed oil. **Journal of Food Science and Technology, Trivandrum**, v. 31, p. 137-141, 1996.

RUFINO, M.S.M., FERNANDES, F.A.N., ALVES, R.E., DE BRITO, E.S. Free radical-scavenging behaviour of some north-east Brazilian fruits in a DPPH_ system. **Food Chemistry** p. 693–695, 2009

RUFINO, M.S.M., ALVEZ, R.E. , Fabiano A.N. FERNANDES, F.A.N., BRITO, E.S., Free radical scavenging behavior of ten exotic tropical fruits extracts. **Food Research International** v. 44, p. 2072–2075, 2011.

SAMPAIO, K. L.; BIASOTO, A. C. T.; DA SILVA, M. A. A. P. Comparison of techniques for the isolation of volatiles from cashew apple juice. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 95, n. 2, p. 299-312, 2015.

SAMPAIO, K. L.; BIASOTO, A. T. C.; NASCIMENTO E. J. M.; CALDAS E. A. B.; DA SILVA, M. A. A. P. Dynamics of the recovery of aroma volatile compounds during the concentration of cashew apple juice (*Anacardium occidentale* L.). **Food Research International**, V. 51, n.1., p. 335-343, 2013.

SAMPAIO, K.L. Identificação do perfil de voláteis e caracterização de seus impactos odoríferos em waterphase e essências naturais de caju, (*Anacardium occidentale* L.). 2007. 157 p. **Tese (Doutorado em Alimentos e Nutrição)** - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, 2007.

SAMPAIO, K.L.; GARRUTI, D.S.; FRANCO, M.R.; JANZANTTI, N.S.; DA SILVA, M.A.A.P. Aroma volatiles recovered in the water phase of cashew apple (*Anacardium occidentale* L.) juice during concentration. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 91, n.10, p. 1801-1809, 2011.

SAMPAIO, T. S.; NOGUEIRA, P. C. L., Volatile components of mangaba fruit (*Hancornia speciosa* Gomes) at three stages of maturity , **Rev. Food Chemistry** v. 95, p. 606-610, 2006

SANO, S.M.; FONSECA, C.E.L. **Avaliação de progênies de mangabeira do cerrado**. Planaltina, DF: Embrapa cerrados, p. 16, 2003 (Boletim de pesquisa e desenvolvimento n.96) Disponível em <<https://www.embrapa.br/busca-de-publicacoes/-/publicacao/568947/avaliacao-de-progenies-de-mangabeira-do-cerrado>>. Acesso em 13 de set. 2016.

SANTOS , P.P., VILAR, J.W.C. José . As repercussões territoriais do imobiliário-turístico na produção de derivados da mangaba no litoral sergipano – Brasil. **Rev. Geonordeste**, São Cristóvão, Ano XXV, n. 2, Edição Especial, p. 107-123, 2014

SANTOS R.D., GAGLIARDI A.C.M., XAVIER H.T., MAGNONI C.D., CASSANI R., LOTTENBERG A.M. *ET AL*. Sociedade Brasileira de Cardiologia. I Diretriz sobre o consumo de Gorduras e Saúde Cardiovascular. **Arq Bras Cardiol**. 2013;100:1-40

SANTOS, A. R. F.; SILVA, A. V. C; GOES, I. B.; SOUZA, E. M.; MUNIZ, E. N.; SANTOS, J. C. O.; SOUZA, A. G. Thermal Stability of Edible Oils by Thermal Analysis. **Journal of Food Technology** (Faisalabad), v. 5, p. 79-81, 2007

SANTOS, R.M; SANTOS, A.O., SUSSUCHI, E.M., NASCIMENTO, J.S., LIMA, A.S., FREITAS, L.S. Pyrolysis of mangaba seed: Production and characterization of bio-oil. **Rev. Bioresource Technology** p. 43–48. 2015

SAVOIRE, R.; LANOISELLÉ, J.-L.; VOROBIEV, E. Mechanical continuous oil expression from oilseeds: a review. **Rev. Food Bioprocess Technol.**, 6, p. 1–16, 2013.

SCHIEBER, A.; STINTZING, F. C.; CARLE, R. By-products of plant food processing as a source of functional compounds: recent developments. **Trends Food Science Technology**, Cambridge, v. 12, p. 401-413, 2001.

SCHWINGSHACKL L., HOFFMANN G. Monounsaturated fatty acids, olive oil and health status: A systematic review and meta-analysis of cohort studies. **Lipids Health Dis**. 13:154., 2014

SEAB, Secretaria de Estado da Agricultura e do Abastecimento . **Fruticultura**. Disponível em: <file:///C:/Users/Windows%208/Documents/Meu%20projeto%20mestrado/fruticultura_2014_15.pdf> Acesso em 27 de out. 2016

SEAGRI- Secretaria de Agricultura, Pecuária, Irrigação, Pesca e Aquicultura- Mangaba: alta rentabilidade atrai produtores,. Disponível em <<http://www.seagri.ba.gov.br/noticias/2007/07/16/mangaba-alta-rentabilidade-atrai-produtores>> Acesso em 15 de set de 2016

SELANI, M. M *et al*. Characterisation and potential application of pineapple pomace in an extruded product for fibre enhancement. **Food Chemistry**. n.163, p. 23–30, 2014. Sergipe.São Cristóvão, 2007.

SHAN, S. SHARMA, MA., GUPTA, N. Extraction of oil from *Jatropha curcas* L. seed kernels by combination of ultrasonication and aqueous enzymatic oil extraction. **Bioresource Technology**, v.96, n. 1p. 121-123, 2005

SHARMA,R., OBEROI,H.S., DHILLON, G.S. Chapter 2 – Fruit and Vegetable Processing Waste: Renewable Feed Stocks for Enzyme. **Agro-Industrial Wastes as Feedstock for Enzyme Production**, 2016, p. 23–59, 2016

SHEWRY, P.R., & WARD, J.L. Exploiting genetic variation to improve wheat composition for the prevention of chronic diseases. **Food and Energy Security**, pg. 47- 60. 2012.

SIGER, A., DWIECKI, K., BORZYSZKOWSKI, W., TURSKI, M., SKA, M.R., NOGALA-KAŁUCKA, M. Physicochemical characteristics of the cold-pressed oil obtained from seeds of *Fagus sylvatica* L. **Food Chemistry** pp. 239–245, 2017.

SILVA JÚNIOR, J. F. A cultura da mangaba. **Rev. Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 26, n. 1, abr. 2004

SILVA, A. V. C; **Vida útil de mangaba colhida em dois estádios de maturação/ [et al.]**. – Aracaju : Embrapa Tabuleiros Costeiros. Boletim de Pesquisa / Embrapa Tabuleiros Costeiros, ISSN 1678-1961; 80. pag 15, 2013

SILVA, A.C. & JORGE, N. Bioactive compounds of oils extracted from fruits seeds obtained from agroindustrial waste. Eur. **Journal of Lipid Science and Technology**, v. 119, 2016

SILVA, C.A. Potencial de resíduos agroindustriais como fonte de compostos bioativos,. **Tese** (doutorado em engenharia e ciência de alimentos) UNESP, 2015, pp. 110

SILVA, G.C., BRAGA, F.C., LIMAC, M.P., PESQUERO,J.L., LEMOS, V.S., S.F. CORTESA, S.F. *Hancorniaspeciosa*Gomes induces hypotensive effect through inhibition of ACE and increase on NO. **JournalofEthnopharmacology** p. 709– 713, 2011

SILVA, G.C; BRAGA, F.C; LEMOS, V.S; CORTES, S.F. Potentanti hypertensive effect of *Hancornia speciosa* leaves extract. **Rev. Phytomedicine** v. 23, p. 214–219, 2016

SILVA, T.O.M. Compostos Voláteis, Perfil De Aroma, De Ácidos Graxos E Potencial Antioxidante De Óleo Extraído Por Prensagem A Frio De Resíduo Agroindustrial De Açaí (*Euterpe oleracea* Mart.),. **Dissertação** (mestrado em ciência e tecnologia de alimentos) UFS, Universidade Federal de Sergipe. PP 140, 2017

SILVEIRA, R. , VÁGULA, J.M., FIGUEIREDO, I.L., CLAUS,T., GALUCH, M.B., SANTOS JUNIOR, O.O., VISENTAINER, J.V., Rapid methodology *via* mass spectrometry to quantify addition of soybean oil in extra virgin olive oil. **Food Research International**, v. 102, 2017.

SOARES, F.P., PAIVA,R., NOGUEIRA. R.C., OLIVEIRA, L.M., GUELFILVA, D.R.G., PAIVA, P.D.O.**Cultura da mangabeira** (*Hancornia speciosa* Gomes). Lavras: UFLA, Boletim Agropecuário - n.º 67 - p. 1-12, 2006

SORIA , A.C., GARCIA-SARRIO, M.J., SANZ M.L. Volatile sampling by headspace techniques **Trends in Analytical Chemistry** v.71,p. 85–99, 2015

SOTO, C., R. CHAMY, R., ZÚNIGA, M.E. Enzymatic hydrolysis and pressing conditions effect on borage oil extraction by cold pressing, **Rev. Food Chemistry**, v. 102, p. 834-84, 2007

SOUSA, M.S.B; VIEIRA, L.M; SILVA, M.J.M; LIMA, A. Nutritional characterization and antioxidant compounds in pulp residues of tropical fruits. **Rev. Ciência agrotecnologia**., Lavras, v. 35, n. 3, p. 554-559, maio/jun., 2011

SOUZA, F.G; FIGUEIREDO, R.W; ALVES, R.E ; MAIA, G.A; IVALDO ARAÚJO, A. Qualidade pós-colheita de frutos de diferentes clones de mangabeira (*Hancornia speciosa* Gomes). **Rev. Ciência agrotecnologia**, v.31, n.5, pp.1449-1454. 2007

SOUZA-SILVA, E. A., JIANG, R., LAFUENTE, R.R., GIONFRIDDO, E. JANUSZ PAWLISZYN. A critical review of the state of the art of solid-phase microextraction of complex matrices I. Environmental **analysis. Trends in Analytical Chemistry** v.71 p. 224–235, 2015

STEVENS, S. S. The direct estimation of sensory magnitudes-loudness. The American **Journal of Psychology**. v. 69, n.1, p. 1-25, 1956

STONE, H.; SIDEL, J. L.; OLIVER, S.; WOOLSEY, A.; SINGLETON, R. Sensory evaluation by descriptive analyses. **Journal of Food Technology**, Oxford, v. 28, n. 11, p. 24-33, 1974.

TACO- **Tabela Brasileira de Composição de Alimentos** / NEPA – UNICAMP.- 4. ed. Rev. e ampliada.. -- Campinas: NEPA- UNICAMP, 2011

THOMAZINI, M., FRANCO, M.R.B.; Metodologia para análise dos constituintes voláteis do sabor. **Boletim SBCTA**, V34, n.1, p. 52-59, 2000

TREICHEL, M., KIST, B.B., SANTOS, C.E., CARVALHO, C., BELING, R.R.. **Anuário brasileiro da fruticultura** 2016: Editora Gazeta Santa Cruz, 88p. ISSN 1808-4931 2016. 2016.

ULATOWSKI, I.M., MANOR, D. Vitamin E and neurodegeneration, **Rev. Neurobiology of Disease**. Vol 84, p 78-83, 2015

USDA- **United States Department of Agriculture- oilseed: world markets and trade april 2017** . **Disponível em:** < <https://www.fas.usda.gov/data/oilseeds-world-markets-and-trade>> Acesso em 12 de abr de 2017

VALENTE, A.L.P.; AUGUSTO, F. Microextração por fase sólida. **Rev. Química Nova**, São Paulo, v. 23, p. 523-530, 2000.

VALIM, M. F.; ROUSEFF, R. L.; LIN, J. Gas chromatographic-olfatometric characterization of aroma compounds in two types of cashew apple nectar. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 51, n. 4, p. 1010-1015, 2003.

VASCO, C., RUALES, J., KAMAL-ELDIN, A. Total phenolic compounds and antioxidant capacities of major fruits from Ecuador. **Rev. Food Chemistry**, v.111, pp. 816-823, 2008

VENTURINI FILHO, W. G. **Bebidas alcoólicas – Ciência e tecnologia**. São Paulo: Blucher, p. 461, 2010.

VIEIRA NETO, R. D. **Mangaba: alta rentabilidade atrai produtores**. Disponível em: <<http://www.seagri.ba.gov.br/noticias/2007/07/16/mangaba-alta-rentabilidade-atrai-produtores>> Acesso em 11 de abr de 2017

VIEIRA NETO, R. D. **Frutíferas potenciais para os tabuleiros costeiros e baixadas litorâneas**. Aracajú: Embrapa Tabuleiros Costeiros/Empresa de Desenvolvimento Agropecuário de Sergipe - 216p , Emdagro, 2002.

VIEIRA NETO, R. D.; CINTRA, F. L. D.; SILVA, A. L. da; SILVA JÚNIOR, J. F.; COSTA, J. L. S.; SILVA, A. A. G.; CUENCA, M. A. G. . **Sistema de produção de mangaba para os tabuleiros costeiros e baixada litorânea**. Aracaju: EMBRAPA Tabuleiros Costeiros. p.22, 2002

VIEIRA, P. A. F; QUEIROZ, J. H. ; VIEIRA, B. C. ; MENDES., F.Q ; BARBOSA, A.A; MULLER, E.S ; SANT'ANA, R.C.O ; DE MORAES, G.H.K. Caracterização química do resíduo do processamento agroindustrial de manga (*Mangifera indica* L). Alimentos e Nutrição, **Brazilian Journal of Food and Nutrition**, v.20, p.617, 2009

VOGEL. **Practical organic chemistry**. 5ª ed. Longman Group UK Limited p. 156, 1989
WEISS, E. A. **Oilseed crops**. 1a ed. London: Longman, 1983b. cap. 11 – Oilseed processing and products, p. 528 – 596, 2001

WERKHOFF, P.; GÜNTERT, M.; KRAMMER, G.; SOMMER, H.; KAULEN, J. Vacuum Headspace Method in Aroma Research: Flavor Chemistry of Yellow Passion Fruits. **Journal of Agricultural and food chemistry** ,v. 46 (3), pp. 1076–1093, 1998.

WHIGHAM, L.D., MARK E. COOK, M.E., ATKINSON, R.L., Conjugated linoleic acid: implications for human health, **Pharmacological Research**, Vol. 42, No. 6, 2000

WIESENBOEN, D., DODDAPANENI, R., TOSTENSON, K., KANGAS, N. Cooking indices to predict screw-press performance for crambe seed. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 78, p. 467 – 471, 2001.

WU, X., GU, L., HOLDEN, J., HAYTOWITZ, D.B.,GEBHARDT,S.E., BEECHER, G., PRIOR, R.L. Development of a database for total antioxidant capacity in foods: a preliminary study. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 17 pag: 407–422, 2004

WU, X., GU, L., HOLDEN, J., HAYTOWITZ, D.B.,GEBHARDT,S.E., BEECHER, G., PRIOR, R.L. Development of a database for total antioxidant capacity in foods: a preliminary study. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 17 pg: 407–422, 2004

YALCIN, H.; KARAMAN, S,OZTURK, I. Evaluation of antioxidant efficiencyof potato and orange peel and apple pomace extracts in sunflower oil. Ital. **Journal Food Science.**, vol. 23 – 2011

YANG, B., CHEN, H., STANTON, C. ROSS, R.P., ZHANG, H., CHEN, Y.Q., CHEN, W. Review of the roles of conjugated linoleic acid in health and disease. **Journal of Functional Foods**, v.15, p. 314–325, 2015

YONGHAO NIU, Y., HUA, L., HARDY, G., MANJREE AGARWALB, M., REN, Y. ZAHIR, E., SAEED, R., HAMMED, M.A., YOUSUF, A. Study of physicochemical properties of edible oil and evaluation of frying oil quality by Fourier Transform-Infrared (FT-IR) Spectroscopy. **Rev. Arabian Journal of Chemistry**, v.10, pg3870-S3876, 2017.

ZHANG, G. NI, Y., CHURCHILL, J., KOKOT, S., Authentication of vegetable oils on the basis of their physico-chemical properties with the aid of chemometrics. **Rev. Talanta**. V. 70, n.15, 2006.

ZIÓŁKOWSKA, A., WASOWICZ, E., JELEN, H.H. Differentiation of wines according to grape variety and geographical origin based on volatiles profiling using SPME-MS and SPME-GC/MS methods. **Rev. Food Chemistry** p. 714–720, 2016

APÊNDICE

APÊNDICE A: TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

O (A) Sr^(a) está sendo convidado(a) a participar do projeto de pesquisa intitulado “Perfil de voláteis, de aroma, de ácidos graxos e de tocoferóis em óleo obtido por prensagem a frio de resíduos agroindustriais de mangaba (*Hancornia speciosa*)” de responsabilidade da pesquisadora Gleise Kely da Cruz Silva, discente de mestrado pelo Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal de Sergipe. O objetivo geral dessa pesquisa é estudar as características sensoriais do aroma de óleo extraído de semente de mangaba

Iremos trabalhar com quatro amostras de óleo, sendo três obtidas do mercado (azeite de oliva, óleo de gergelim e de semente de abacate) e uma amostra produzida na UFS (óleo de semente de mangaba). Ao participar do teste, você irá receber as amostras, será solicitado (a) a cheira-las e deverá preencher uma ficha de Análise Sensorial. A expectativa é que o teste dure 30 minutos. Se em algum momento você julgar que o teste está exaustivo, podendo comprometer os resultados, solicite um período de descanso. Qualquer dúvida, pode nos chamar para esclarecimento.

Você está livre para se retirar deste estudo a qualquer momento, sem a necessidade de dar explicações. Suas respostas são confidenciais e apenas os responsáveis pela pesquisa terão acesso a estes dados.

Não será necessária a ingestão do produto, apenas a avaliação do aroma. Trata-se de um óleo fixo, da mesma categoria dos azeites de oliva, dendê, óleo de semente de uva, de abacate, gergelim etc, que apresenta aroma suave, com intensidade similar aos mencionados óleos e azeites. Não há riscos de irritação ocular ou irritação nasal grave provocada pelo produto, pois ele não é um óleo essencial. Mas é importante salientar que o teste pode oferecer riscos caso o voluntário (a) possua sensibilidade ou alergia a algum dos componentes do aroma da fruta mangaba, do suco de mangaba, da polpa de mangaba, do azeite de oliva, do óleo de gergelim ou de abacate. A fim de contornar esse possível risco, responda ao questionário abaixo.

Esta pesquisa apresenta como benefícios a oferta de um produto novo, com propriedades nutricionais de interesse para a saúde, com características de aroma diferenciadas e que sobretudo, contribuirá para a preservação do meio ambiente.

Qualquer dúvida, nossa equipe científica estará à disposição no Departamento de Tecnologia de Alimentos – Universidade Federal de Sergipe ou pelo telefone (79) 99142-2946.

Ao concordar com sua participação no estudo, por favor, assine abaixo que leu e entendeu os esclarecimentos supracitados. A assinatura deve ser realizada em duas vias, sendo uma disponibilizada ao voluntário e outra arquivada sob responsabilidade da engenheira de alimentos Gleise Kely da Cruz Silva.

Questionário

- 1- Marque com um X os produtos listados abaixo, aos quais você possui algum tipo de sensibilidade ou alergia ao aroma:

___ fruta mangaba

___ óleo de gergelim

___ Polpa de mangaba

___ azeite de oliva

___ óleo de abacate

___ Suco de mangaba

- 2- Você é consumidor de mangaba? Se sim, quantas vezes por semana você costuma consumir?

Agradecemos a colaboração!

Voluntário

Gleise Kely da Cruz Silva

São Cristóvão, SE ___ / ___ / ____

APÊNDICE B - Termos descritores, definições e referências utilizadas na Análise Descritiva das amostras de por extraídos por prensagem a frio de semente de mangaba ,de gergelim, de abacate e azeite de oliva extra virgem.

Termos descritores	Descrição	Referência
Semente de mangaba	Sensação olfativa associada ao aroma característica da semente <i>in natura</i> do fruto maduro da mangaba.	Forte: Sementes de mangaba <i>in natura</i> .
Azeite de oliva	Sensação olfativa associada o azeite de oliva	Forte: Azeite de oliva Casalberto TM Cooperativa Toledo Calle, Espanha
Doce	Sensação olfativa associada à presença dos açúcares	Forte: Caramelos Embaré TM Embaré Industrias Alimenticias S.A, Lagoa da Prata, MG.
Amadeirado	Sensação olfativa associada à madeira seca	Forte: óleo de madeira copaíba.
Frutal	Nota aromática associada aos frutos tropicais como banana, abacaxi e laranja	Forte: Salada de fruta com 1 banana, 1 laranja, ¼ de manga, ½ de maçã e 1 rodela de abacaxi
Óleo	Sensação olfativa associada ao aroma característico de óleo vegetal	Forte: óleo de soja refinado. Cargil Agrícola S.A. Mairinque, SP.
Oxidado	Sensação olfativa associada ao óleo que passou por aquecimento	Forte: óleo de soja utilizado em fritura
Torrado	Sensação olfativa associada ao aroma de grãos torrados	Forte: amendoim torrado
Frescor	Sensação de frescor na cavidade nasal	Forte: Pomada Gelol TM Cosmed Indústria de Cosméticos e Medicamentos S.A Anápolis- GO
Banana Caramelizada	Sensação olfativa associada ao aroma característico de banana caramelizada	Forte: Doce de banana em pasta Flormel TM Industria Flormel, Polo industrial de São Bernardo-SP.
Gramma verde	Sensação olfativa associada à grama verde verde	Forte: Gramma recém cortada triturada

APÊNDICE C - Ficha descritiva quantitativa do aroma dos óleos prensados a frio de semente de mangaba, de abacate, gergelim e azeite de oliva

ANÁLISE DESCRITIVA QUANTITATIVA		
Nome: _____ Data: _____		
Por favor, CHEIRE as amostras codificadas da esquerda para direita e avalie a intensidade das notas aromáticas presente em cada uma das amostras.		
Instruções: Faça um traço no local da escala que melhor expresse a intensidade do atributo.		
AROMA		
Semente de mangaba		
Amadeirado		
Doce		
Azeite		
Óleo		
Oxidado		
Torrado		
Frescor		
Bananada		
Gramma verde		
Frutal		